



(21) 申请号 202110848318.5

(22) 申请日 2021.07.27

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 113580619 A

(43) 申请公布日 2021.11.02

(73) 专利权人 深圳市思珀光电通讯有限公司
地址 518000 广东省深圳市龙华区大浪街
道同胜社区上横朗工业区佑昌五金厂
厂房201D区

(72) 发明人 荣成钢 陶娟 刘国顺

(74) 专利代理机构 深圳峰诚志合知识产权代理
有限公司 44525
专利代理师 李明香

(51) Int. Cl.

B29D 11/00 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 110501778 A, 2019.11.26

US 7221835 B1, 2007.05.22

CN 107260363 A, 2017.10.20

CN 109160723 A, 2019.01.08

CN 108439789 A, 2018.08.24

CN 101564877 A, 2009.10.28

CN 106772779 A, 2017.05.31

CN 106910549 A, 2017.06.30

审查员 吴永忍

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种高度耐腐蚀的特种光纤

(57) 摘要

本发明提供一种高度耐腐蚀的特种光纤,由铝@石墨烯掺杂聚合物制出纤芯预制件,经过包层材料包覆、退火、拉伸制成,所述的铝@石墨烯由球形铝粉和石墨烯组成,所述的聚合物是聚四氟乙烯,所述的包层材料是聚四氟乙烯管。本发明的有益效果:铝表面和氧反应,生成致密的氧化膜,阻止剩下的铝进一步反应,起到抗腐蚀的作用,石墨烯具有亲油疏水性,可以增强光纤在潮湿环境中的抗腐蚀性能,铝@石墨烯与聚四氟乙烯协同增强光纤的耐腐蚀性能。

1. 一种高度耐腐蚀的特种光纤的制备方法,其特征在于,所述特种光纤由铝@石墨烯掺杂聚合物制出纤芯预制件,经过包层材料包覆、退火、拉伸制成,所述的铝@石墨烯由铝和石墨烯组成,所述的聚合物是聚四氟乙烯,所述的包层材料是聚四氟乙烯管,其制备方法包括以下步骤:

(1) 通过Hummer法制备石墨烯;

(2) 在氩气保护的手套箱中,称取球形铝粉和石墨烯加入球磨机中球磨,得到铝粉@石墨烯;

(3) 称取铝粉@石墨烯、聚四氟乙烯加入到反应釜中,先用氮气吹扫样品中的氧气,然后密封好反应釜,真空搅拌的同时缓慢升温,升温到一定温度后不再升温,恒温控制,将铝粉@石墨烯嵌入聚四氟乙烯网络中,得到纤芯预制件;

(4) 纤芯预制件和聚四氟乙烯管都用无水乙醇仔细清洗,去除在拉丝过程中可能截留在纤芯、包层界面的任何灰尘或杂质,然后在真空烘箱中退火至少24h,消除材料中的残余应力,最后,将纤芯预制件包覆在聚四氟乙烯管内,并在炉内居中,整个拉制过程中保持真空,加热到一定温度,退火,拉伸成光纤。

2. 根据权利要求1所述的一种高度耐腐蚀的特种光纤的制备方法,其特征在于,所述步骤(2)中球形铝粉的质量是0.35-0.40g,石墨烯的质量是10-12mg,球磨机转速是300-500rpm/min,球磨时间是20-30min。

3. 根据权利要求1所述的一种高度耐腐蚀的特种光纤的制备方法,其特征在于,所述步骤(3)中铝粉@石墨烯的质量是0.2-0.3g,聚四氟乙烯的质量是1-2g,升温到70-75℃后不再升温。

4. 根据权利要求1所述的一种高度耐腐蚀的特种光纤的制备方法,其特征在于,所述步骤(4)中加热温度是155-175℃。

一种高度耐腐蚀的特种光纤

技术领域

[0001] 本发明涉及光纤的技术领域,具体涉及一种高度耐腐蚀的特种光纤。

背景技术

[0002] 光纤是指光导纤维,是一种由玻璃或塑料制成的纤维,可作光传导工具,传输原理是“光的全反射”,利用玻璃光纤制成的光缆横跨高山大川不再是困难,但是利用玻璃光纤入户时却存在着几乎不可逾越的障碍,这主要在于玻璃光纤一般仅有几个微米,因而在接口等方面需要很高的技术,并且接口成本昂贵,难以为用户所接受,而塑料光纤用于光信息传播具有大直径、重量轻、易于加工、成本低、良好的柔软性等优点。

[0003] 中国专利公开号为CN106125192B的专利公开了一种超低损耗大有效面积光纤及其制备工艺,从内到外依次包括芯层、包层以及涂层,芯层为纯二氧化硅玻璃层,其半径为5-7 μm ,内包层为掺氟内包层,其半径 r_2 为5-12 μm ,所述中包层半径 r_3 为12-25 μm ,所述外包层为纯石英玻璃层,其半径 r_4 为25-45 μm ,涂层材料采用聚丙烯酸酯,包括内涂层以及外涂层,内涂层直径为192 μm ,外涂层直径为245 μm ,其制备工艺包括预制棒制备,光纤熔融退火工艺以及光纤拉丝固化工艺,该光纤的应变可达到2%甚至以上,但是该光纤的耐腐蚀性能差,迫切需要研发新材料改善光纤的耐腐蚀性。

发明内容

[0004] 本发明提供一种高度耐腐蚀的特种光纤,由铝@石墨烯掺杂聚合物制出纤芯预制件,经过包层材料包覆、退火、拉伸制成,所述的铝@石墨烯由铝和石墨烯组成,所述的聚合物是聚四氟乙烯,所述的包层材料是聚四氟乙烯管。

[0005] 所述一种高度耐腐蚀的特种光纤的制备方法,包括以下步骤:

[0006] (1) 通过Hummer法制备石墨烯;

[0007] (2) 在氩气保护的手套箱中,称取球形铝粉和石墨烯加入球磨机中球磨,得到铝粉@石墨烯;

[0008] (3) 称取铝粉@石墨烯、聚四氟乙烯加入到反应釜中,先用氮气吹扫样品中的氧气,然后密封好反应釜,真空搅拌的同时缓慢升温,升温到一定温度后不再升温,恒温控制,将铝粉@石墨烯嵌入聚四氟乙烯网络中,得到纤芯预制件;

[0009] (4) 纤芯预制件和聚四氟乙烯管都用无水乙醇仔细清洗,去除在拉丝过程中可能截留在纤芯、包层界面的任何灰尘或杂质,然后在真空烘箱中退火至少24h,消除材料中的残余应力,最后,将纤芯预制件包覆在聚四氟乙烯管内,并在炉内居中,整个拉制过程中保持真空,加热到一定温度,退火,拉伸成光纤。

[0010] 优选的,所述步骤(2)中球形铝粉的质量是0.35-0.40g,石墨烯的质量是10-12mg,球磨机转速是300-500rpm/min,球磨时间是20-30min。

[0011] 优选的,所述步骤(3)中铝粉@石墨烯的质量是0.2-0.3g,聚四氟乙烯的质量是1-2g,升温到70-75 $^{\circ}\text{C}$ 后不再升温。

[0012] 优选的,所述步骤(4)中加热温度是155-175℃。

[0013] 本发明的反应机理和有益效果是:

[0014] (1)一种高度耐腐蚀的特种光纤,在氩气保护的手套箱中,球形铝粉和石墨烯经过球磨机球磨制得铝@石墨烯,将铝粉@石墨烯嵌入聚四氟乙烯网络中,得到纤芯预制件,纤芯预制件经过聚四氟乙烯管包层材料包覆、退火、拉伸制成高度耐腐蚀的特种光纤。

[0015] (2)一种高度耐腐蚀的特种光纤,铝表面很容易和氧反应,生成致密的氧化膜,阻止剩下的铝进一步反应,起到抗腐蚀的作用,石墨烯具有亲油疏水性,可以增强在潮湿环境中的抗腐蚀性能,聚四氟乙烯的耐热、耐寒性优良,可在-180~260℃长期使用,可以抗酸、抗碱、抗各种有机溶剂,铝@石墨烯与聚四氟乙烯协同增强光纤的耐腐蚀性能。

具体实施方式

[0016] 下面结合具体实施方式对本发明做进一步说明,以下实施例旨在说明本发明而不是对本发明的进一步限定。以下实施例中所用的技术手段为本领域技术人员所熟知的常规手段,所有原料均为通用材料。

[0017] 实施例1

[0018] 一种高度耐腐蚀的特种光纤的制备方法,包括以下步骤:

[0019] (1)通过Hummer法制备石墨烯;

[0020] (2)在氩气保护的手套箱中,称取0.35g球形铝粉和10mg石墨烯加入球磨机中球磨,球磨机转速是300rpm/min,球磨时间是20min,得到铝粉@石墨烯;

[0021] (3)称取0.2g铝粉@石墨烯、1g聚四氟乙烯加入到反应釜中,先用氮气吹扫样品中的氧气,然后密封好反应釜,真空搅拌的同时缓慢升温,升温到70℃后不再升温,恒温控制,将铝粉@石墨烯嵌入聚四氟乙烯网络中,得到纤芯预制件;

[0022] (4)纤芯预制件和聚四氟乙烯管都用无水乙醇仔细清洗,去除在拉丝过程中可能截留在纤芯、包层界面的任何灰尘或杂质,然后在真空烘箱中退火至少24h,消除材料中的残余应力,最后,将纤芯预制件包覆在聚四氟乙烯管内,并在炉内居中,整个拉制过程中保持真空,加热到155℃,退火,拉伸成光纤。

[0023] 实施例2

[0024] 一种高度耐腐蚀的特种光纤的制备方法,包括以下步骤:

[0025] (1)通过Hummer法制备石墨烯;

[0026] (2)在氩气保护的手套箱中,称取0.36g球形铝粉和10.5mg石墨烯加入球磨机中球磨,球磨机转速是350rpm/min,球磨时间是22min,得到铝粉@石墨烯;

[0027] (3)称取0.22g铝粉@石墨烯、1.2g聚四氟乙烯加入到反应釜中,先用氮气吹扫样品中的氧气,然后密封好反应釜,真空搅拌的同时缓慢升温,升温到71℃后不再升温,恒温控制,将铝粉@石墨烯嵌入聚四氟乙烯网络中,得到纤芯预制件;

[0028] (4)纤芯预制件和聚四氟乙烯管都用无水乙醇仔细清洗,去除在拉丝过程中可能截留在纤芯、包层界面的任何灰尘或杂质,然后在真空烘箱中退火至少24h,消除材料中的残余应力,最后,将纤芯预制件包覆在聚四氟乙烯管内,并在炉内居中,整个拉制过程中保持真空,加热到160℃,退火,拉伸成光纤。

[0029] 实施例3

[0030] 一种高度耐腐蚀的特种光纤的制备方法,包括以下步骤:

[0031] (1) 通过Hummer法制备石墨烯;

[0032] (2) 在氩气保护的手套箱中,称取0.37g球形铝粉和11mg石墨烯加入球磨机中球磨,球磨机转速是400rpm/min,球磨时间是25min,得到铝粉@石墨烯;

[0033] (3) 称取0.25g铝粉@石墨烯、1.5g聚四氟乙烯加入到反应釜中,先用氮气吹扫样品中的氧气,然后密封好反应釜,真空搅拌的同时缓慢升温,升温到72℃后不再升温,恒温控制,将铝粉@石墨烯嵌入聚四氟乙烯网络中,得到纤芯预制件;

[0034] (4) 纤芯预制件和聚四氟乙烯管都用无水乙醇仔细清洗,去除在拉丝过程中可能截留在纤芯、包层界面的任何灰尘或杂质,然后在真空烘箱中退火至少24h,消除材料中的残余应力,最后,将纤芯预制件包覆在聚四氟乙烯管内,并在炉内居中,整个拉制过程中保持真空,加热到165℃,退火,拉伸成光纤。

[0035] 实施例4

[0036] 一种高度耐腐蚀的特种光纤的制备方法,包括以下步骤:

[0037] (1) 通过Hummer法制备石墨烯;

[0038] (2) 在氩气保护的手套箱中,称取0.40g球形铝粉和12mg石墨烯加入球磨机中球磨,球磨机转速是500rpm/min,球磨时间是30min,得到铝粉@石墨烯;

[0039] (3) 称取0.3g铝粉@石墨烯、2g聚四氟乙烯加入到反应釜中,先用氮气吹扫样品中的氧气,然后密封好反应釜,真空搅拌的同时缓慢升温,升温到75℃后不再升温,恒温控制,将铝粉@石墨烯嵌入聚四氟乙烯网络中,得到纤芯预制件;

[0040] (4) 纤芯预制件和聚四氟乙烯管都用无水乙醇仔细清洗,去除在拉丝过程中可能截留在纤芯、包层界面的任何灰尘或杂质,然后在真空烘箱中退火至少24h,消除材料中的残余应力,最后,将纤芯预制件包覆在聚四氟乙烯管内,并在炉内居中,整个拉制过程中保持真空,加热到175℃,退火,拉伸成光纤。

[0041] 对比例1

[0042] 一种光纤的制备方法,包括以下步骤:

[0043] (1) 通过Hummer法制备石墨烯;

[0044] (2) 称取1g聚四氟乙烯加入到反应釜中,先用氮气吹扫样品中的氧气,然后密封好反应釜,真空搅拌的同时缓慢升温,升温到70℃后不再升温,恒温控制,得到纤芯预制件;

[0045] (3) 纤芯预制件和聚四氟乙烯管都用无水乙醇仔细清洗,去除在拉丝过程中可能截留在纤芯、包层界面的任何灰尘或杂质,然后在真空烘箱中退火至少24h,消除材料中的残余应力,最后,将纤芯预制件包覆在聚四氟乙烯管内,并在炉内居中,整个拉制过程中保持真空,加热到155℃,退火,拉伸成光纤。

[0046] 对比例2

[0047] 一种光纤的制备方法,包括以下步骤:

[0048] (1) 通过Hummer法制备石墨烯;

[0049] (2) 在氩气保护的手套箱中,称取0.35g球形铝粉和10mg石墨烯加入球磨机中球磨,球磨机转速是300rpm/min,球磨时间是20min,得到铝粉@石墨烯;

[0050] (3) 称取0.2g铝粉@石墨烯、1g聚苯乙烯加入到反应釜中,先用氮气吹扫样品中的氧气,然后密封好反应釜,真空搅拌的同时缓慢升温,升温到70℃后不再升温,恒温控制,将

铝粉@石墨烯嵌入聚苯乙烯网络中,得到纤芯预制件;

[0051] (4) 纤芯预制件和聚四氟乙烯管都用无水乙醇仔细清洗,去除在拉丝过程中可能截留在纤芯、包层界面的任何灰尘或杂质,然后在真空烘箱中退火至少24h,消除材料中的残余应力,最后,将纤芯预制件包覆在聚四氟乙烯管内,并在炉内居中,整个拉制过程中保持真空,加热到155℃,退火,拉伸成光纤。

[0052] 白光透过率测试方法:对于实施例和对比例中的光纤进行测试,选用相同长度的光纤材料,一端用带有棱镜组的卤钨灯光源相连接,另一端同测试光纤输出的功率计相连,测试出白光透过率,见表1:

[0053] 表1

样品号	白光透过率%/m	透光均匀性	韧性	直径波动范围
[0054] 实施例 1	71.2-73.1	很好	合格	合格
实施例 2	72.3-74.3	很好	合格	合格
实施例 3	73.1-76.6	很好	合格	合格
[0055] 实施例 4	77.2-78.9	很好	合格	合格
对比例 1	58.2-59.4	很好	合格	合格
对比例 2	59.1-60.3	很好	合格	合格

[0056] 实施例1-4中的光纤的白光透过率随着铝粉@石墨烯的质量增大而变高,说明光纤传输损耗呈现变低趋势。对比例1中的光纤是以聚四氟乙烯为纤芯,聚四氟乙烯管为包层,加热到155℃,退火,拉伸制成,白光透过率比实施例1低,光纤传输损耗比实施例1高。对比例2中的光纤是以铝粉@石墨烯嵌入聚苯乙烯网络制成纤芯,聚四氟乙烯管为包层,加热到155℃,退火,拉伸制成,该光纤的白光透过率比对比例1的白光透过率高,比实施例1的白光透过率低。对比例1和对比例2制备的光纤白光透过率均比实施例1低,说明本发明的高度耐腐蚀的特种光纤传输损耗较低。

[0057] 腐蚀率测试方法:对于实施例和对比例中的光纤进行腐蚀实验:将光纤材料在YW/R-150盐雾试验箱内进行腐蚀试验,NaCl的质量浓度为 $(5 \pm 0.1) \%$,pH值为6.5~7.2,得到光纤材料的腐蚀率见表2:

[0058] 表2

样品号	测试温度 (°C)	测试时间 (h)	腐蚀率 (g/m ² ·h)
实施例 1	25	168	0.45
[0059] 实施例 2	25	168	0.43
实施例 3	25	168	0.40
实施例 4	25	168	0.37
对比例 1	25	168	0.55
[0060] 对比例 2	25	168	0.49

[0061] 实施例1-4中特种光纤的耐腐蚀性能随着铝粉@石墨烯、聚四氟乙烯的质量增加而变强,可能是因为铝@石墨烯与聚四氟乙烯协同增强光纤的耐腐蚀性能。对比例1中的光纤是以聚四氟乙烯为纤芯,聚四氟乙烯管为包层,加热到155°C,退火,拉伸制成,耐腐蚀性能相比于实施例1下降,可能是因为实施例1中的铝粉@石墨烯可以协同聚四氟乙烯增强光纤的耐腐蚀性能。对比例2中的光纤是以铝粉@石墨烯嵌入聚苯乙烯网络制成纤芯,聚四氟乙烯管为包层,加热到155°C,退火,拉伸制成,该光纤的耐腐蚀性能比对比例1中的光纤耐腐蚀性能强,比实施例1中的光纤耐腐蚀性能差,可能是因为聚苯乙烯的耐腐蚀性比聚四氟乙烯的耐腐蚀性差。对比例1和对比例2中的光纤耐腐蚀性能均比实施例1差,说明本发明的特种光纤耐腐蚀性能优良。

[0062] 最后应说明的是:以上实施例仅用以说明本发明而并非限制本发明所描述的技术方案;本领域的普通技术人员应当理解,仍然可以对本发明进行修改或等同替换;而一切不脱离本发明的精神和范围的技术方案及其改进,其均应涵盖在本发明的权利要求范围中。