

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.³
C08G 59/68
H01B 3/40

(45) 공고일자 1984년 10월 20일
(11) 공고번호 특허1984-0001788

(21) 출원번호	특 1980-0001953	(65) 공개번호	특 1983-0002829
(22) 출원일자	1980년 05월 17일	(43) 공개일자	1983년 05월 30일
(30) 우선권주장	039,918 1979년 05월 17일 미국(US)		
(71) 출원인	웨스팅하우스 일렉트릭 코오포레이숀 에드 카타비아니 미합중국, 펜실바니아주 15222, 피츠버그시 게이트웨이센터, 웨스팅하우스 빌딩		
(72) 발명자	제임스 데이비드 블랙홀 스미스 미합중국, 펜실바니아주, 터어틀그릭, 브리아리지 드라이브 104 로버트 뉴웰 카우프만 미합중국, 펜실바니아주, 몬로에빌레, 람제이 로우드 2128		
(74) 대리인	이필모		

심사관 : 김학수 (책자공보 제994호)

(54) 가요성 운모절연 테이프의 제조방법

요약

내용 없음.

대표도

도 1

명세서

[발명의 명칭]

가요성 운모절연 테이프의 제조방법

[도면의 간단한 설명]

제1도는 2개의 슬롯부(slot portions)가 있는 밀폐된 전기코일 부분의 평면도.

제2도는 본 발명의 가요성 운모형태로 감싼 구리코일 부품을 나타내는 동축단면도.

제3도는 본 발명의 운모형태로 감싼 코일을 포함하는 모터의 횡단면도.

제4도는 본 발명의 운모형태로 감싼 코일을 포함하는 모터의 횡단면도.

제5도는 에폭시수지의 겔타임에서의 카테콜의 효과를 나타낸 그래프.

[발명의 상세한 설명]

본 발명의 가요성 운모 절연테이프에 관한 것이다. 미합중국 특허 제4,112,183에는 우수한 전기적 물리적 성질의 가요성 운모테이프가 설명되어 있다. 그러나 가격이 비싸기 때문에 테이프에 사용하는 수지의 경화에 필요한 시간과 온도를 낮출 필요가 있다. 테이프의 우수한 물리적, 전기적 성질에 대한 손상없이 겔타임을 단축하기 위해 수지성분을 여러가지로 변경시켜 보았다. 예를 들면, 산화디부틸렌 촉매와 비스페놀 A에폭시수지를 사용했으나 효과가 없었다.

본 발명자는 미국 특허원 제4,112,183호 보다 겔타임과 온도를 낮추고, 수지형성에서 카테콜이나 피로갈롤로 제조할 수 있으며, 물리적 전기적 성질이 양호한 테이프를 발명하게 되었다.

또한 본 발명자들은 고급방향족이나 노볼락 에폭시수지를 사용하면 보다 낮은 역률을 얻을 수 있다는 것도 발견하게 되었다. 이러한 수지는 훨씬 양호한 고온 인자와 장력을 갖는다.

미합중국 특허 제4,112,183호의 테이프와는 달리 본 발명에서의 테이프는 완전히 충전되지 않으므로 VPI 공정에서 함침하는 수지로써 사용할 수 있다.

본 발명에 따르면, 조성물은 하기로 구성된다.

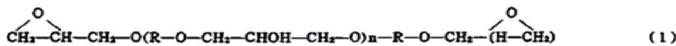
(A) 반-고체 에폭사이드(Semi-solid epoxide) 또는 고체 에폭사이드와 액체에폭사이드의 혼합물 또는 반 고체에폭사이드와 액체에폭사이드의 혼합물과 에폭사이드에 대한 용매(에폭사이드와 용매의 중량비=85 : 10-10 : 90)

(B) R_3SnX (I)의 구조를 갖는 유기 주석(organotin) 화합물 0.01-5.0phr(구조식에서, R은 유기기이고 X는 할로겐화물, 수산화물, 아세테이트, 부티레이트, 프로피오네이트 또는 디메틸 포스페이트 임)

(C) 카테콜, 피로갈롤 및 이들의 혼합물로부터 선택된 활성화제 0.001-1phr.

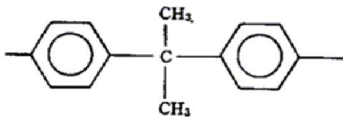
또한 본 발명에 있어서, 가요성 운모 절연테이프의 제조방법은 (A) 상기의 조성물을 제조하고, (B) 운모로된 가요성 시이트물질에 상기 조성물을 칠하여 유기주석 화합물을 운모와 접촉시켜 유기주석화합물을 잠재성촉매(latent catalyst)로 작용하게 하며, (C) 에폭사이드수지의 경화 또는 유기주석 화합물의 반응없이 시이트물질로부터 최소한 95중량%의 용매를 제거하여 실질적으로 비반응된 에폭시수지와 함께 가요성 시이트를 형성하고, 비반응된 유기주석 화합물을 시이트물질에서 운모와 접촉시키며 유기-주석화합물이 150℃의 수지-촉매 온도 이상으로 가열할때 시이트 물질의 에폭사이드 수지가 비반응상태로부터 열경화상태로 변화시키기에 효과적인 것을 특징으로 한다.

본 발명에서 사용되는 에폭사이드 또는 에폭시수지는 디하이드록페놀 1몰당 에피포로히드린 1 내지 2몰을 사용하여, 약 50℃의 알칼리 매체에서 디하이드록 페놀과 에클데로로히드린을 반응시킴으로써 얻을 수 있는데, 가열을 수시간동안 계속하여 반응을 완결한 다음 유리염이나 염기로 생성물을 세척한다. 단일 화합물 대신에 생성물은 글리시딜 폴리에스테르의 혼합물이 일반적이나 중요한 생성물은 하기식(II)으로 나타낼수 있다.

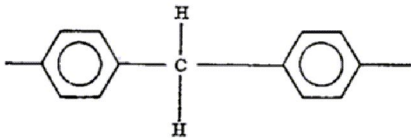


상기식에서 n은 0, 1, 2, 3...,의 정수이고, R은 디하이드록 페놀의 2가 하이드로 카본라디칼이다.

비스페놀 A형에 폭사이드의 디글리시딜 에테르를 제조하기 위한 R은

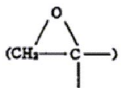


이고, 비페놀 F형 에폭사이드 수지의 디글리시딜 에테르를 제조하기 위한 R은



이다.

본 발명에 사용된 비스페놀 에폭사이드는 하나 이상의 1, 2-에폭시 당량을 갖는다. 비스페놀 에폭사이드는 통상 디에폭사이드이다. 에폭시의 당량에 의해 평균 분자의 글리시딜레테르에 함유된 1,2에폭시기



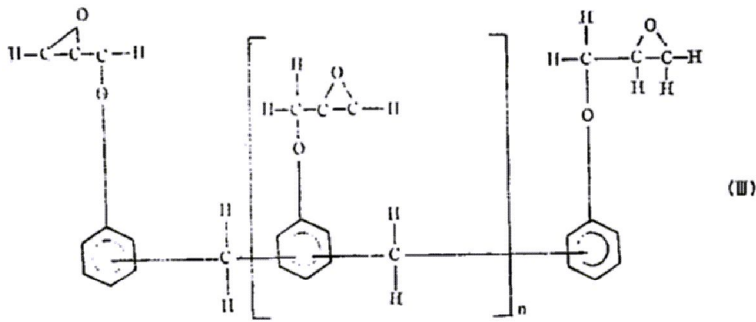
의 평균수를 알 수 있다. 전형적으로, 비스페놀의 에폭시수지는 상업적으로 시판되고 있는 것을 용이하게 이용할 수 있으며 합성의 설명을 위해 Lee 와 Neville에 의한 에폭시수지의 핸드북(The Handbook of Epoxy Resins)을 참조하였다.

본 발명에 유용한 그밖의 글리시딜에테르수지로는 노볼락의 폴리글리시딜 에테르류를 들 수 있다. 이러한 수지는 더 낮은 연율, 더 높은 온도성(high temperature properties), 더 양호한 장력강도를 가지고 있다.

본 발명에 따라, 사용에 적당한 노볼락의 폴리글리시딜에테르는 페노포름알데히드 농축액과 에필할로히드린과의 반응으로 제조된다. 또한 비스페놀수지는 분자당 최대 두개의 에폭시기를 가지며, 에폭시노볼락은 분자당 7개 이상의 에폭시기를 갖는다. 그리고 페놀 이외에 o-크레졸과 같은 알킬치환페놀이 에폭시노볼락 수지생성의 개시제로서 사용된다.

이러한 반응의 생성물은 일반적으로 대량의 산화방지 방향족 화합물로서, 하기의 화학식(III)를 갖는

화합물이 그 한가지 예이다.

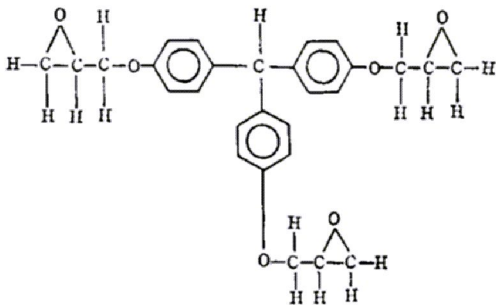


(상기식에서 n 은 0 내지 6의 정수이다)

포름알데히드로부터의 에폭시노볼락수지가 본 발명에 사용된다 하더라도, 아세트알데히드, 클로로알데히드, 부틸알데히드, 푸르푸랄알데히드와 같은 다른 알데히드로부터의 에폭시노볼락수지도 또한 사용할 수 있다.

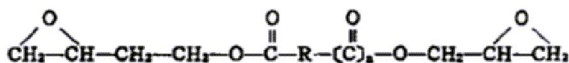
그러나 상기식은 완전히 에폭시화한 노볼락을 나타낸 것이며, 그 일부분이 에폭시화한 기타 에폭시 노볼락도 본발명에 사용할 수 있다. 적합한 에폭시 노볼락의 한가지예로서 2,2,비스[p-(2,3-에폭시프로필)-페닐]-메탄을 들 수 있다. 이러한 수지는 기술상 잘 공지되어 있으며, 그 합성의 완전한 설명은 에폭시수지의 핸드북(The Handbook of Epoxy Resin)에 기술되어 있다.

다중작용성 에폭시수지도 역시 본 발명에서 유용한 에폭시수지이다. 이러한 수지는 에폭시 노볼락과 유사한 수지로서 비스페놀 A나 비스페놀 F 에폭사이드와 에폭시노볼락의 혼합물이다. 이러한 수지는 일반적으로 고온내성을 가지며 다중작용성 에폭시수지로서 상업적으로 이용할 수 있다. 이러한 종류중 특히 유용한 수지로는 트리페놀 메탄을 기본으로하는 하기의 화학구조를 갖는 수지를 들 수 있다.



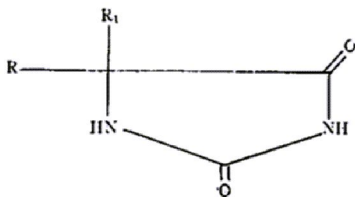
그밖의 유용한 에폭시수지로는 글리시딜 에테르, 히단토인 에폭시수지와 지방족고리 에폭시수지 등을 들 수 있다.

본 발명에 사용되는 글리시딜 에스테르 에폭시수지는 분자당 하나 이상의 1,2에폭시기를 함유하는 비(非) 글리시딜 에테르 에폭사이드이다. 이들은 에스테르 결합 $(-C(=O)-O-)$ 으로 에테르결합($-O-$)이 치환될 수 있으며 하기의 화학구조를 갖는다.



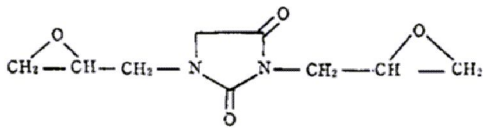
(상기식에서 R 은 R' , $R'-O-R'$, $R'-COO-R'$ 과 그 혼합물로된 구성된 그룹으로부터 선택된 유기라디칼 치환제이며, R' 는 탄소수 4-7의 탄소원자로 구성된 링을 갖는 포화시클알킬렌기 또는 1-8개의 탄소원자를 갖는 알킬렌기이며, n 은 1-8의 수이다)

본 발명에 사용할 수 있는 히단토인 에폭시 수지는 히단토인을 기본으로 하고 있는 화합물로서, 히단토인은 하기의 구조를 갖는 질소를 함유한 헤테로싸이클릭링이다.



이 화합물의 여러 종류는 5원 히단토인링에서 질소 위치의 반응에 의해 형성된다. 히단토인링은 케톤, 시안화수소, 암모니아, 이산화탄소 및 물로부터 용이하게 합성된다. 이 에폭시 수지는 에피클로로히드린과 히단토인과의 반응에 의해 형성된다. 히단토인링은 확장수지 유사물과 비스페놀 A를 연결할 수 있다. 다중 작용성 수지는 히드록실과 잔류질소의 글리시딜화에 의해 이러한 사슬-확장물질(chain-extended materials)로부터 형성된다. 이러한 헤테로 싸이클릭 글리시딜아민 에폭시수지는 하기의 구조식으로 나

타낼 수 있다.



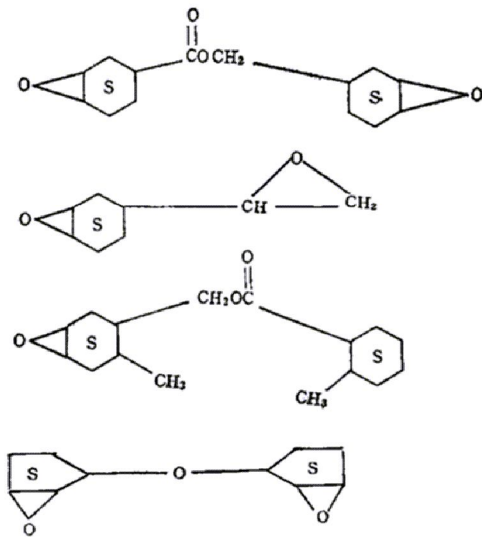
본 발명에서 수지성분으로서 사용되는 지방족 사이클형 에폭사이드는 분자당 한개 이상의 1, 2-에폭시기를 함유하는 비글리시딜에테르 에폭사이드로부터 선택된다. 이러한 수지들은 과초산과 과벤조산같은 과산이나 과산화수소를 사용하여, 사이클로올레핀과 같은 불포화방향족 탄소화수화합물을 에폭시화함으로써 제조된다.

유기과산은 과산화수소를 카르복실산, 산염화물 또는 케톤과 반응시켜 R-COOH를 형성시킴으로써 제조된다. 이러한 수지들은 기술상 공지되어 있는 것으로, 자세한 설명은 Brysdon, J., Plastic Materials 166, 471를 참조하기 바란다.

상기의 비글리시딜 에테르 지방족 사이클로 에폭사이드는 에폭사이드기 옆에 -O-같은 에테르산소 결합의 부재가 특징적이며, 분자당 하나 이상의 에폭사이드기 뿐만 아니라 링 구조를 포함하는 화합물로부터 선택된다. 이러한 에폭사이드기는 링 구조의 일부분일 수도 또는 링 구조에 부착되어 있을 수도 있다. 사이드는 또한 에스테르 결합을 포함하고 있다. 이러한 에스테르 결합은 에폭사이드기의 옆에 위치하지 않으며 비반응성이므로 이런 형태의 물질은 지방족 사이클로 에폭사이드의 특성이 있다.

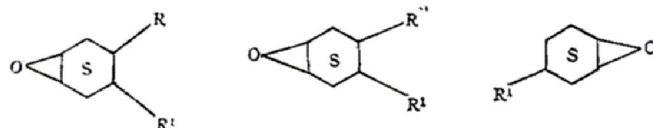
본 명세서의 "에폭사이드"는 "에폭시수지"와 동일한 의미이다.

비글리시딜 에테르 지방족 사이클로 에폭사이드의 보기로서 3,4-에폭시사이클로헥실메틸-3,4-에폭시사이클로헥산 카르복실레이트(링 구조의 일부분으로 2개의 에폭사이드기와 에스테르 결합을 함유), 비닐사이클로헥센 디옥사이드(2개의 에폭사이드기를 함유하고 있는데 이중 하나는 링 구조의 일부분임), 3,4-에폭시-6-메틸사이클로헥실 메틸-3,4-에폭시-6-메틸 사이클로헥산 카르복실레이트와 디사이클로펜타디엔등을 들 수 있는데 각각 하기 구조를 갖는다.



그밖의 유용한 지방족사이클로 에폭사이드로는 2-(3,4-에폭시사이클로헥실-5,5-피로-3,4-에폭시)사이클로헥산 메타디옥산 및 3,4-에폭시-6-메틸 사이클로헥실메틸 아디페이트 등을 들 수 있다.

많은 비 글리시딜 에테르 지방족 사이클로 에폭사이드의 특징은 지방족 측쇄보다는 링구조에서의 에폭시기의 위치에 있다. 일반적으로, 본 발명에 사용되는 지방족 사이클로 에폭사이드는 하기의 구조를 갖는다.



상기식에서 S는 포화 링 구조를 의미하며, R은 CHOCH_2 , $\text{O}(\text{CH}_2)_n\text{CHOCH}_2$, $\text{OC}(\text{CH}_3)_2\text{CHOCH}_2$ 로 이루어지는 그룹으로부터 선택되며, n은 1 내지 5이며, R는 수소, 메틸, 에틸, 프로필, 부틸, 벤질라디칼로 이루어지는 그룹으로부터 선택되며, R'는 CH_2OOC 과 $\text{CH}_2\text{OOC}(\text{CH}_2)_4\text{COO}$ 라디칼로 이루어지는 그룹으로부터 선택된다.

에폭사이드수지의 대부분은 에폭시 당량(EEW)으로 나타낼 수 있는데, 이는 수지의 평균 분자량을 분자당의 에폭시 라디칼의 평균수로 나눈 값을 의미한다. 본 발명에 있어서, 고체 비스페놀 A와 비스페놀 F는 340-1500의 에폭시 당량을 갖는 것이 바람직하며, 액체 비스페놀 A와 비스페놀 F는 150 내지 250의 에폭시당량을 갖는 것이 바람직하다. 또한 에폭시-노볼락 수지는 고체로서 100-500의 에폭시당량을 갖는 것이 바람직하며, 고체다중작용성 에폭시수지는 185-350의 에폭시 당량을 갖는 것이 바람직하다. 또한 반고체다중 작용성 에폭시수지는 100-185의 에폭시 당량을 갖는 것이 바람직하며, 히다토인수지는 반고체로

서 150-200의 에폭시 당량을 갖는 것이 바람직하다. 고체 지방족사이클로 에폭사이드는 350-1000의 에폭시 당량을 갖는 것이 바람직하며, 액체 지방족 사이클로 에폭사이드는 50-400의 에폭시당량을 갖는 것이 바람직하고, 고체 글리시딜 에스테르 에폭사이드는 250-1000의 에폭시당량을 갖는 것이 바람직하며, 또한 액체글리시딜에스테르 에폭사이드는 150-350의 에폭시당량을 갖는 것이 바람직하다.

에폭사이드 시스템은 모든 반 고체물질이 될 수 있지만, 고체 또는 반고체 에폭사이드와 액체 에폭사이드의 혼합물이 바람직하다. 모든 고체 에폭사이드로서 가요성 운모 절연 테이프를 제조할 수 없으며 모든 액체 에폭사이드로서도 비점성의 절연 테이프를 제조할 수 없다. 고체를 액체와 함께 사용할때에, 고체 에폭사이드와 액체 에폭사이드의 바람직한 중량비는 1.5 : 1-8.0 : 1이다. 반고체 에폭사이드가 액체 에폭사이드와 함께 사용될때는 반고체 에폭사이드와 액체에폭사이드의 바람직한 중량비는 0.2 : 1-20 : 1이다. 반고체수지는 저온 연화점(60℃ 이하)을 가지며, 약간의 승온(51.67℃)에서 25,000cps-75,000cps의 낮은 점도를 갖는다.

에폭사이드 수지는 에폭사이드수지에 대한 케톤이나 방향족 탄화수소 용매와 혼합되어야하는데, 벤젠 및 아렌(arene)의 그룹으로부터 선택된 방향족 탄화수소의 조용매와 케톤의 혼합물로 구성되는 듀얼 용매 시스템이 바람직하다. 케톤은 분자에서 총 3-6개의 탄소원자를 갖는 것이 바람직하다. 특히 아세톤, 메틸 에틸케톤, 메틸이소부틸케톤 등이 유용하다. 아렌으로 톨루엔, 에틸벤젠, 크실렌 및 이들의 혼합물이 바람직하다.


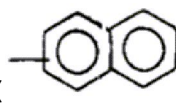
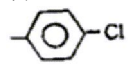
상기한 것보다 분자량이 큰 케톤이나 아렌은 약 175℃에서의 용매제거가 촉매를 활성화시키고, 수지중합을 개시하는 것과 같은 촉매작용없이 용매를 증발시키는 것이 당면 문제이다. 케톤과 벤젠(또는 알렌)의 바람직한 중량비는 70 : 30-30 : 70이다. 이러한 범위는 모든 성분에 대한 최대의 용해도를 가지게 하며, 또한 절연 테이프에서 운모의 수지 포화도와 습윤성 및 용매에 대한 휘발성을 최적 상태로 해준다.


중합수지 용액의 용매량은 총 에폭사이드와 총 용매의 중량비가 85 : 15-10 : 90이내, 즉 에폭사이드의 총중량과 총 용매에 의거한 에폭사이드-용매 혼합물의 15-90중량 퍼센트 이내이어야만 한다. 에폭사이드가 불충분하며 용매가 70% 이상인 경우 용매가 운모에 흡수되어 생성을 방해하는 원인이 된다. 용매의 함량이 15% 이하인 경우, 조성물의 점성이 너무 크고 흡수상태가 너무 적어 운모를 통해 불균일한 수지 분포를 이루며, 운모 유기-주석의 접촉이 적어진다. 중합수지의 합침용액 정도는 25℃에서 25-200cps, 바람직하게는 40-100cps이어야 한다. 이 범위에서 테이프의 완전한 수지포화가 기대되는데, 예를들면 작동시킬때, 테이프의 20-40중량퍼센트(에폭사이드, 백킹 및 운모의 중량에 의거)가 에폭사이드가 될 것이다.

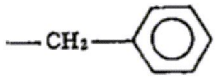
이러한 수지 시스템에 대한 최근의 유용한 촉매는 하기와 같은 구조를 갖는 하기식(1)공유결합의 유기 주석 화합물이다.

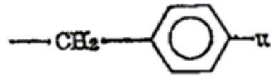
$$R_3SnX$$

$$(1)$$

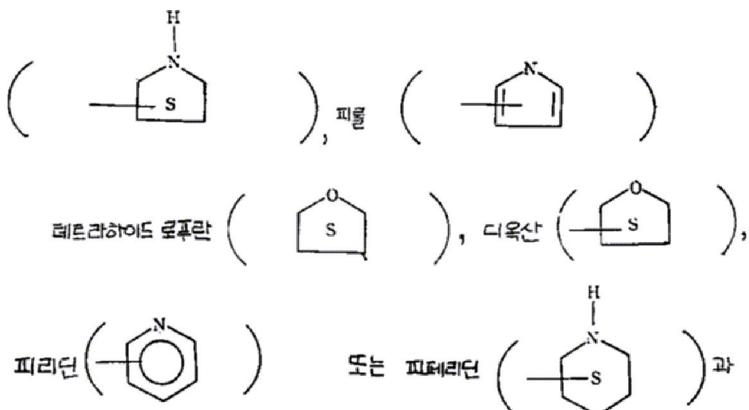
상기식에서 R은 탄소수 1-10의 알킬, 페닐기 , 나프틸() , 고리구조에서 수소 대신 Cl, Br 또는 NO₂의 치환체에 의해 치환된 Cl, Br 또는 NO₂ 치환 아릴기(예 : )와 같은 아릴

기, 1-10탄소원자의 알킬기를 갖는 아릴기(예 : ) , 1-10탄소원자의 알킬부를 갖는

알카릴기(alkaryl)(예 : ) , 고리 구조에 수소 대신 U, Br 및 NO₂ 등의 치환체에 의한

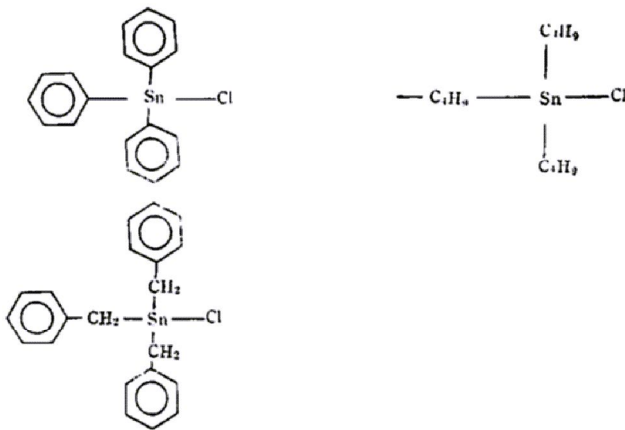
되었으며 1-10탄소원자의 알킬부를 지닌 Cl, Br 또는 NO₂ 치환 알카릴기(예 : )

사이클로펜탄, 사이클로펜텐, 사이클로펜타디엔, 사이클로헥산, 사이클로헥센 또는 사이클로헥사디엔과 같은 사이클로알킬(알킬렌)기, 및 피롤리딘



같은 헤테로싸이클기이다. 알킬기가 10개 이상의 탄소원자를 갖는 경우 이 알킬기는 에폭시수지에서 불용성이다. 바람직한 R치환체는 알킬기, 벤질기 또는 페닐기이다.

X치환체는 할로겐화물(바람직하게는 염소), 수산화물, 아세테이트, 부티레이트, 프로피오네이트 또는 디메틸포스페이트이다. 상기식(1)의 적당한 화합물의 예는 다음과 같다.



트리페닐-주석 클로라이드, 트리-N-부틸-주석클로라이드 및 트리벤질-주석 클로라이드 등.

상기 화합물 이외에 트리메틸-주석 클로라이드, 트리에틸-주석 클로라이드, 트로프로필-주석 클로라이드 트리페닐-주석 브로마이드, 트리페닐-주석요오드, 트리페닐-주석 아세테이트 트리페닐-주석프로피오네이트, 트리페닐-주석 디메틸포스페이트, 트리페닐-주석 브로마이드, 트리벤질-주석 하이드록사이드, 트리벤질-주석 부티레이트, 트리벤질-주석프로피오네이트, 트리벤질-주석 디메틸 포스페이트, 트리나프틸-주석 클로라이드 등을 들 수 있으며 트리페닐주석 클로라이드와 아세테이트가 가격이 저렴하고 반응성이 크므로 가장 바람직하다.

이러한 유기-주석 화합물은 운모와 잘 부합되므로 매우 안전하고, 비발열잠복촉매(non-exothermic ateat catalyst)를 제공할 수 있다는 것을 알게 되었다. 이러한 화합물은 에폭사이드 포화운모 테이프 시스템을 용매제거동안 가요성을 유지하도록 또한 25°에서 6-12개월동안 경화없이 보관될 수 있도록 하는 역할을 한다. 이러한 공유결합성의 화합물은 이온성 물질이 경화수지에 존재하여 전기적 성질에 악영향을 주지 않도록 해준다. 이러한 화합물의 제조에 대해서는 Ingham R.K., Rosenberg S.D. 및 Gilman H., in "Organo-Tin Compounds", Chem Reviews, Vol. 60, 1960, pp.459-525에 기술되어 있다.

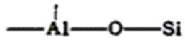
운모와 접촉할때 본 발명의 촉매는 잠재촉매, 즉 120°C이하의 온도에서 수지중합을 개시하지는 못하지만 120°C의 온도에서 빨리 중합반응을 개시하여 경화시키는 역할을 한다. 포화운모 테이프가 짧은 시간동안 그리고 65°C-115°C의 수지-용매-촉매 온도에서 에폭사이드 수지 경화없이 증발성 용매 제거 단계가 수반되기 때문에 잠재 촉매 효과가 필요한 것이다. 만일 운모 테이프가 약간 딱딱해지는 경우, 이 운모테이프는 모터 또는 발전기 코일의 전열테이프 물질로서 사용되지 못한다. 만일, 분산된 유기주석이 운모 입자와 층 사이에 충분히 포화되지 않는 경우, 상기 잠재 촉매 효과가 나타나지 않으며 에폭사이드 25°C 이상의 온도에서 겔화가 시작될 것이다.

무수물, 삼플루오르화붕소, 아민, 페놀이나 아마이드 경화제가 이러한 시스템에 사용되지 않는 것이 중요한데, 상기 화합물이 사용되는 경우 그 조성물은 용매가 증발되는 동안 경화가 일어나 딱딱해지고 절연의 수명을 단축시키는 원인이 된다. 상술된 유기주석 화합물의 사용에 원가절감과 향상된 전기적, 저장성으로 보통의 아민이나 폴리카르복실산무수물 경화제에 대한 치환을 용이하게 된다. 또한 유기주석 화합물의 사용에 의해 미리 함침된 테이프에서 과량의 점착성을 일으키는 네오펜틸 디글리시딜 에테르와 같은 지점도의 에폭사이드 희석제의 제거를 가능하게 해준다.

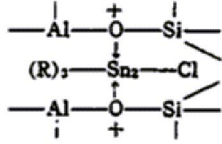
함침의 운모와 접촉된 유기주석 화합물은 테이프에서 12분 이하의 시간과 115°C-120°C이하의 온도(오븐의 최대 온도는 150°C)에서의 용매증발동안 에폭사이드 수지의 겔화를 개시하지 않는다. 고도로 안정한 유기-주석-운모 화합물의 생성은 어떤 에폭 사이드 반응없이 비교적 고온에서 장시간의 증발을 가능하게 해주므로 절연 테이프에서 전기적 성질을 저질화하는 보이드(voids)을 없앨 수 있으며 용매의 제거를 안전하게 할 수 있다. 용매의 완전한 증발후, 에폭사이드는 실재적으로 반응되지 않으며 경화되지 않은 고체 상태로 존재한다. 즉 에폭사이드는 3중량 퍼센트 이하의 용매(97-99 중량퍼센트의 고체)만이 함유되어 있으며 3-10%미만만이 반응되었으며 가열시 융합된다. 균일하게 분포되었으며 에폭사이드 혼합물과 거의 반응하지 않은 대부분의 유기 주석 화합물은 운모와 접촉하여 수지 온도가 120°C 이상이 될 때까지 에폭사이드 중합반응을 억제하는 안정한 잠재 복합물을 형성한다. 120°C 이상(바람직하게는 140-160°C)의 수지온도에서 상기 복합물의 파괴 및 해리에 의해 에폭시기에 중합을 촉진시킬 수 있는 높은 반응성의 물질이 발생된다. 120°C 이상에서 장시간동안 경화시키면 충분한 양의 배출, 높은 보이드 함량 및 높은 역율값을 갖게 된다. 본 발명의 에폭사이드 잠복촉매는 우수한 수지유동과 빠른 경화시간에 의해 고압이 흐르는 문제를 절연시킬 수 있는 우수한 성질을 제공해준다.

한편, 특수한 학설에 따르지 않더라도 운모 입자 크기와 운모 형태에 의한 혼합에서 90% 이상의 유기주석 화합물부분은 용매에 따라 다르지만 혼합물에 90중량퍼센트 이하의 유기-주석 화합물이 존재할 때 유기-주석 화합물은 용매의 증발단계 동안 도는 전에 운모와 접촉되어 복합물을 형성한다는 것을 알게 되었다. 또한 유기주석 화합물의 농도와 접촉시간이 증가될때 운모와 함께 잠재촉매를 형성하는 유기주석 화합물의 약반이 함침되며, 나머지는 용매제거동안 복합물을 형성한다는 것을 알게 되었다. 화학적으로,

천연운모는 칼륨, 마그네슘, 철, 나트륨, 리튬 및 미량의 기타 원자와 알루미늄의 복잡한 실리케이트 화합물이다. 절연에 사용되는 운모는 백운모 $KAl_2(Al-Si_3O_{10})(OH)_2$ 및 플로고파이트 $KMg_3AlSi_3O_{10}(OH)_2$ 형이다. 알칼리 알루미늄 실리케이트에 가까운 유기주석 화합물은 착화합물이나 운모구조의 기본 자리에 부가된 애덕트형이다. 백운모에 있어서, 대부분의 백운모는 운모유전체로 사용되며, 기본구조는 하기와 같이 공결합이다.



그러므로, 유기주석(예 : 트리딘질주석-클로라이드)과 백운모 사이의 결합은 하기와 같다.



여기서, 전자제공 원자는 산소이다. 이 구조는 한계가 모호한 점이 있으나, 가능성이 큰 구조이다. 이러한 애덕트는 120℃ 이하의 수지온도에서 형성되며 125℃ 이하에서는 해리된다. 온도가 화학적으로 상호작용하여 유기-주석 화합물과 잠재성 촉매 복합물을 형성하지 않는다면, 에폭시수지가 유기-주석 화합물과 반응하여 가요성 테이프를 제공하지 않을 것이다. 또한, 운모 이외의 다른 물질, 예컨대 셀룰로오스 페이퍼린네르, 폴리에스테르, 명화 나일론 및 폴리에틸렌 등도 유기-주석 화합물과 잠재성 촉매 복합물을 형성하지 않을 것이다.

사용된 유기-주석 화합물의 일정량이 에폭사이드-용매 시스템에 용해되지만 에폭사이드 수지의 분해없이 용매가 증발된 후 최종 열경화 단계시 포화운모 시이트를 경화시키기에 충분하다. 본 발명에 사용되는 유기-주석의 효과적인 양은 100부의 에폭사이드 수지당 0.01-5.0부, 바람직하게는 0.05-1.0부이다.

유기-주석 화합물을 상기에서 제시된 양보다 더 많이 사용하면 혼합물에 촉매 효과가 너무 크므로 가요성의 손실을 유발시키며 비경화성 포화 운모 절연테이프의 저장수명을 악화시킨다. 에폭사이드 100부당 5부이상의 유기-주석 화합물을 사용하면 경화 운모 절연에 있어서 에폭사이드에 대한 분산화가 일어나며 125℃ 이상에서 중량의 손실이 일어나며 절연성의 파괴가 일어나며 보이드가 형성된다. 유기-주석 화합물의 사용량이 상기 제시된 범위의 양보다 적은 경우 최종 경화시 촉매성을 충분히 부여하지 못해 에폭사이드 중합이 효과적이지 못하고 겔 타임이 적으며 운모절연에 있어서 에폭사이드 수지의 경화가 느리게 일어난다.

본 발명의 에폭시 수지 조성물은 카테콜, 피로갈롤 또는 이것들의 혼합물의 활성제를 0.001-1phr 함유하고 있다. 1phr 이상의 활성제가 함유되어 있는 경우에는 저장 수명이 감소되고, 0.001 이하의 활성제가 함유되어 있는 경우에는 비효과적이다. 활성제의 바람직한 양은 0.05-5phr이다.

조성물은 임의적으로 2중량 퍼센트 이하의 비반응성의 염료 또는 색소를 함유할 수 있다. 그러나, 염료와 색소가 테이프의 성질에 악영향을 주는 경우 사용되지 않는 것이 바람직하다.

본 발명의 방법에 있어서,

(1) 에폭사이드는 용매와 혼합하되,

(2) 에폭사이드 수지 100부당 0.01-5부의 유기-주석 화합물을 활성제와 함께 35℃ 이하의 온도에서 에폭사이드 용액에 교반하면서 천천히 첨가하면 균일한 혼합물이 얻어지며,

(3) 에폭사이드 용액의 상기 혼합물을 페이퍼, 인테그레이트 플레이크 페이퍼, 플레이크 또는 스플리팅형의 운모시이트를 함유한 가요성 절연기판에 브러시, 디핑 또는 분모 방식에 의해 칠하고,

(4) 용액이 칠하여진 운모시이트를 적합한 시간과 온도에서 일반적으로 65° -120℃의 운모시이트 및 수지온도(85° -150℃의 오븐온도)에서 1-12분동안 가열시켜 모든 용매를 제거 또는 증발시킨다.

상기 단계에 있어서 용매는 공기 건조 또는 진공하에서 제거될 수도 있다. 용액중에 존재하는 최소한 95중량 퍼센트, 바람직하게는 97중량 퍼센트의 용매를 제거하여 고체함량이 97-99퍼센트인 실질적으로 거의 반응되지 않는 비반응성이 에폭사이드를 형성하기 위하여 최종 경화시 남아있는 용매를 최소로 하는 것이 바람직하다. 경우에 따라, 에폭시 수지성분에 대한 용해도를 촉진시키기 위하여 성분들을 용매의 첨가전에 가온 혼합시키기도 한다. 이러한 가온 혼합은 30-100℃에서 실시된다.

상기 제(3)단계에 있어서, 수지를 포화시키지 않는 것이 바람직하다. 수지가 적을수록 운모와 잘 결합되지 않으므로 운모가 적어도 5중량 이상 포화되어야 하며, 포화가 25% 이상인 경우 VPI 공정동안 침투가 어려워진다. 따라서 10-20중량 퍼센트의 수지가 바람직하다.

운모-유기-주석의 화학적 상호작용은 상기 제(3)단계 및 제(4)단계에서 일어나며, 120℃이하의 온도에서 어떠한 에폭사이드-유기 주석과의 반응없이 용매는 증발된다. 제(4)단계에서, 오븐온도가 150℃이면 용매증발에 의한 냉각 효과와 짧은 기간동안 오븐에서 운모의 절연성 때문에 운모테이프 및 수지-용매-촉매의 온도는 20℃가 된다.

마지막으로, 감겨진 절연 테이프를 실온으로 냉각하는데, 이때 이 테이프는 가요성이며 점성이 없으며 어떤 고착성없이 테이크업릴(takeup reel)상에 감을 수 있으며 가요성 및 점착유리성의 손실없이 1년동안 보관할 수 있다. 다음 이 테이프를 손이나 또는 상업적으로 코일을 감는 기계를 사용하여 진공수지 함침이 필요하지 않는 경화 가능한 프리-프레그로서 금속성 전기 전도기 및 코일상에 단단히 감는다. 그러나, VPI공정을 이용하는 것이 바람직하다. 미합중국 특허 출원 제4,113,791호에 명시된 바와같은 용매

없는 에폭시 수지가 테이프상의 수지에 대해 모순없이 잘 부합할때 이 용매없는 에폭시 수지가 바람직하다. 용매를 제거한 후, 에폭사이드는 에폭사이드, 운모, 용매, 촉매 중량에 대해 단지 3중량퍼센트의 용매 잔유분을 함유하고 있는 가요성의 건조되고 비경화성의 고체이다. 운모시이트에 있는 에폭사이드는 120℃, 바람직하게는 150-160℃의 수지온도에서 2-24시간동안 용매 잔유분을 제거하고 수지를 열경화 상태로 만들기 위해 유기-주석 잠재 촉매와의 완전한 촉매성 중합반응에 의해 경화시킬 수 있다. 경화동안에 상기 운모 및 수지온도는 오븐 또는 압력온도에 도달한다.

본 발명에 만들어진 폐쇄 코일(10)의 한가지 형태가 제1도에 도시되어 있다. 이 완전한 코일은 탄젠트(1), 연결로우프(12) 및 또 다른 탄젠트(13)으로 구성된 단부분과 이 부분과 연결되는 납(14)으로 구성된다. 수지를 경화하고 예정된 형태와 크기를 형성하기 위하여 고온 압축되지 않는 코일의 직선슬롯부(15) 및 (16)은 각각 탄젠트(11) 및 (13)과 연결되어 있다. 또한, 상기 슬롯부들은 또 다른로우프(19)와 연결된 탄젠트(17) 및 (18)과 연결되어 있다.

명시된 방법에 따라 제조된 완전한 코일은 전기 기계의 고정자 또는 회전자의 슬롯에 위치하며, 단부권선들은 싸여져 있고 서로 결합되어져 있다. 다음 비절연된 납들을 납땀하거나 서로서로 연결시키거나 혹은 정류자와 연결시킨다. 전기계를 오븐에 넣은후, 코일을 절열시키는 운모 테이프의 반응성 조성물이 완전히 경화될 수 있는 온도로 가열시킨다.

제2도는 고 전압 모터와 발전기에 사용될 수 있는 코일에 대한 것이다. 이 코일은 금속모터 전기자 또는 발전기 회전자를 싸고있는 금속 고정자의 슬롯에 위치하고 있으며, 전기자 및 회전자 슬롯에 사용될 수 있다. 이 코일은 다중턴 도체(20)를 포함하고 있다. 도체(20)의 각 턴은 턴 절연체(21)으로 싸여진 수지막대 또는 전선으로 구성된다. 턴 절연체(21)은 결합수지로 함침된 섬유질 시이트 또는 스트립으로부터 제조된다. 수지로 처리된 석면 페이퍼, 석면포 또는 유리섬유 등이 상기와 같은 만족할만한 결과를 주기 때문에 사용되기도 한다. 턴 절연체들을 결합하기 위해 턴 절연체에 칠하여지는 수지로는 페놀수지, 알키드수지, 멜라민수지 또는 이것들의 2 또는 이 이상의 혼합물을 들 수 있다.

코일이 고 전압 전기기계에 설치되어 있을때 턴 절연체는 도체와 접지사이에 존재하는 심한 전압차이를 견디는데 적합하지 않다. 따라서 코일에 대한 접지 절연은 상기 턴(20)주위에 다층의 복합운모 테이프(22)로 싸여진다. 이러한 복합 운모 테이프(22)는 테이프에 결합된 운모 플레이크(층)을 지닌 폴리 에틸렌 글리콜 테레프탈레이트매트와 같은 가요성의 베킹 시이트(24)로 구성된다. 이 테이프는 반씩 겹쳐서 붙여진다. 일반적으로, 다층의 복합 테이프(22)는 고전압 코일에 사용되는 층과 함께 코일 주위를 싸고 있다. 더 좋은 마멸 내성과 더 좋은 절연성을 부여하기 위하여 유리섬유 또는 석면과 같은 섬유질 물질의 외부테이프(28)를 코일에 감는다.

제1도 및 제2도에 도시된 코일을 절열시키기 위한 미리 함침된 운모 테이프(22)는 인테그레이트 플레이크 페이퍼, 플레이크, 스플리팅 또는 미세입자운모 페이퍼의 형태로 있는 운모층에 위치하는 시이트 베킹 지지물질로부터 제조된다. 이때 시이트 베킹과 운모가 접촉되어 수지성 액체 함침제와 결합한다. 상기 운모 절연체는 1/2인치-2인치의 넓이를 지닌 테이프형이 바람직하지만 다른 넓이의 시이트 절연도 제조 가능하다. 모터 및 발전기와 같은 전기 기계의 설비에 있어서, 운모의 시이트 베킹은 셀룰로오스 페이퍼, 코튼 또는 린네르섬유, 석면페이퍼, 편직 유리섬유포 또는 유리섬유, 시이트 또는 나일론, 폴리에틸렌 및 선형 폴리에틸렌 테레프탈레이트수지와 같은 합성수지로부터 제조된 섬유 또는 부가 운모 페이퍼 시이트로 구성된다. 10mil의 두께를 갖는 운모층에 사용되는 시이트 베킹 물질의 두께는 약 1mil(0.001인치 또는 0.0025cm)인 것이 바람직하다.

일반적으로, 운모 플레이크는 $1/16-3/4$ (인치)²이며, 운모 스플리팅은 $3/4-3$ (인치)²이다. 함침 운모 플레이크 페이퍼는 약 $1/32-1/2$ (인치)²의 압축 운모 입자이며, 미세 운모 페이퍼는 $1/64-1/16$ (인치)²의 압축 운모 입자로 만들어졌다. 일반적으로 운모 입자가 미세할수록 유기 주석 촉매와의 상호작용이 더욱 커진다.

운모 층 사이의 완전한 포화가 일어날수록 운모 테이프는 본 발명의 액체 반응성 중합수지 조성물로 함침된다. 함침후 용매는 증발되고 가요성 프리-프레그 테스트(pre-preg test)가 코일 또는 다른 도체주위에 설정되거나 싸여진다. 다음, 절연코일은 열 및 압력처리가 행하여져 열경화 상태의 열적으로 안정한 경화 절연성을 제공해 준다. 진공 함침 단계가 꼭 필요한 것은 아니지만 사용하는 것이 바람직하다.

본 발명의 가요성 운모로 싸여진 절연 코일은 고온 압축기에 위치되어 있는데, 여기서 슬롯부에 있는 열 조성물을 경화시키기 위해 슬롯부는 열과 압력을 받는다. 권선의 단부는 거의 경화되지 않는다. 이러한 열압축 작동에 의해 전기 기계에 필요한 크기의 슬롯부를 갖는 코일이 제공되며, 슬롯단부가 휘면서 전기 기계의 슬롯에 고정된다. 싸고있는 운모는 거의 반응되지 않는 수지를 함유하고 있어 열 압축시 수지의 고화 및 상당한 유동성이 존재하는데 반응되지 않는 수지를 함유하고 있지 않다면 보이드가 형성될 것이다. 이러한 이유 때문에 B-단계의 수지 시스템은 고전압 조건하에서 절연을 파괴할 수 있는 보이드를 형성한다.

운모로 싸여진 모터 코일은 진공 및 압축 조건(VPI 공정)하에서, 오븐에서 최종 경화가 일어나기전 150-160℃의 온도에서 또 다른 용매없는 에폭시 수지가 스며들어 포화될 것이다.

제3도는 모터(30)에 대한 단면도이다. 이 모터는 고정자 주변부(36)의 주위에 슬롯(35)을 지닌 고정자(24)에 둘러싸여진 금속 전기자(31)로 구성되어 있는데, 이 금속 전기자는 절연코일(33)을 함유하고 있는 슬롯(32)을 가지고 있다. 고정자 슬롯은 절연 코일(33)을 포함하고 있다. 코일(33)과 (37)상의 모든 절연층은 본 발명의 가요성 프리-프레그 운모 테이프로 구성된다. 제4도는 발전기(40)의 단면도이다. 이 발전기는 고정부 주변부(46) 주위에 슬롯(45)을 지닌 금속 고정자(44)에 의해 둘러싸인 금속 회전자(41)를 이루어지는데, 회전자는 절연 코일(43)을 함유하고 있는 슬롯(42)을 가지고 있다. 고정자 슬롯은 절연코일(47)을 함유하고 있으며, 또한 도시되지 않은 내부 냉각 채널을 가지고 있다. 코일(43)과 (47)상의 모든 절연층은 본 발명의 가요성, 프리-프레그 운모 테이프로 이루어진다.

[실시예 1]

50%의 고체 용액으로서 본 발명의 조성물이 제조되는데, 각 성분은 1 : 1의 몰비를 갖는 메틸 에틸 케톤과 "ERRA 4221" 상표명이 유니온 카바이드에 의해 시판되고 있는 370-425 EEW를 갖는 싸이클로지방족 에폭시 수지, 또는 EPI-REZ 5162 상표명의 셀라니스 코오포레이션에 의해 시판되고 있는 비스페놀 A에폭시 또는 "DEN 439" 상표명의 도우 케미칼 컴퍼니에 의해 시판되고 있는 에폭시-노볼락의 톨루엔 "ERL 4221"의 상표명을 갖는 유니온 카바이드에 의해 시판되고 있는 싸이클로지방족 에폭시의 반응성 조절제 0.10pbw 트리페닐틴 클로라이드 및 카테콜 활성제 등이다. 하기표에 수지, 반응성 조절제 및 카테콜의 함량이 명시되어 있다.

실험번호	수 지(pbw)	반응성조절제(pbw)	카테콜활성제(pbw)
1	ERRA 4211 (75)	25	0.10
2	ERRA 4211 (75)	25	0.20
3	ERRA 4211 (75)	25	0.50
4	ERRA 4211 (70)	30	0.10
5	ERRA 4211 (75)	25	0.05
6	ERRA 4211 (66)	35	0.10
7	ERRA 4211 (75)	25	0.00
8	EPI-REZ 5162 (75)	25	0.10
9	DEN 439 (75)	25	0.10
10	EPI-REZ 5162 (70)	30	0.10

백킹물질(107 glass)로서 유리섬유를 사용하는데, 4×4인치의 운모(미국 세미카 코오포레이션의 "Micanite II"나 "Amber Cogemica")는 운모에 수지용액을 브러싱하여 제조한다. 다음, 그 용매는 150℃에서 6분동안 온도에 운모 샘플을 넣음으로써 제거한다. 이때에 샘플의 가요성과 점착도를 확인한다. 그 다음에 수지의 무게를 측정하여 수지 픽업의 정도를 알아낸다. 상기 샘플에 대한 데이터로부터 하기 표에서 보는 바와같이 픽업값이 28-34%이라는 것을 알 수 있다.

실험번호	운모의 원무게 (g)	합침후의 운모무게* (g)	수지픽업 (g)	운모중의수지 (%)
1	9.58	12.66	3.08	32.2
2	9.08	12.23	3.15	34.7
3	8.96	11.45	2.49	27.8
4	9.50	12.42	2.92	30.7
5	9.46	12.30	2.84	30.0
6	9.29	11.94	2.65	28.5
7	9.38	12.13	2.75	29.3
8	9.43	12.57	3.14	33.3
9	9.56	12.46	2.90	30.6
10	9.36	12.46	3.10	33.1

* 용매를 제거하기 위해서 150℃에서, 6분간 가열후 무게를 측정한다.

이러한 운모샘플의 수지함량이 VPI 처리에서 유도된 수지함량보다 더 큰대도 불구하고 저장안정성 효과, 가요성, 전기적 기타 유용한 성질을 촉진시킬 수 있다.

테이프의 저장성은 1달 간격으로 가요성을 확인하여 평가한다. 역률과 유전상수를 측정하기 위하여 운모 제품과 복합물을 만드는데, 이것은 4조각의 운모 제품을 겹쳐 이것을 135-150℃의 온도에서 8시간동안 금속판 사이에 넣어 경화시킴으로써 이루어진다. 이러한 조건하에서 대부분의 샘플에 가하여지는 압력은 약 0.5lb/in²이며 샘플의 두께는 약 30mil이다. 나중실험(8, 9, 10번)에서 더 높은 압력(100 내지 200psi)이 최초 경화단계에 사용된다.

이러한 운모복합물에 카테콜 촉진제를 첨가한 첨가효과를 설명하기 위해서, "오드레이(Audrey)" 디일렉트릭 분석을 사용하였다. 이 분석에서 운모-에폭시 수지 복합물의 겔타임의 측정은 "피크타임"으로 나타

난다. 약간의 운모 복합물 샘플로부터 얻은 오드레이 데이터는 하기 도표에 명시되어 있다.

실험번호*	카테콜사용량(pbw)**	ERL 4221에 대한 ERRA의 비율	퍼포타임(분)
1	0.10	75/25	30
2	0.20	75/25	9
4	0.10	70/30	27
5	0.05	75/25	85
6	0.10	65/35	65
7	0.00	75/25	335

* 운모 복합물 샘플에 행하여진 실험

** 0.10% 수지에서 트리페닐틴 클로라이드의 함량

이러한 운모 복합물에 대한 카테콜 첨가는 카테콜이 없을때(실험 7)보다 더(즉, 더 빠른 겔 타임)을 나타낸다. 이러한 효과는 일정한 수지 복합물에 존재하는 카테콜의 양을 변화시켰을때 이에 대한 피크타임을 도시한 제5도로부터 분명히 알 수 있다.

ERL 4221에 대한 EFA 4211 수지의 비율 변화에 대한 효과는 상기표의 데이터로부터는 명백히 알 수 없지만 수지에 존재하는 ERL 4221의 양이 증가할수록 "피크타임"이 더 길고 경화가 더 느리다는 것을 알수 있을 것이다.

운모복합물로부터 얻은 전기적 데이터는 하기표에서 보는 바와 같다.

실험번호	경화법위	운모복합물*의 전기적 성질			
		135°C, 60Hz		150°C, 60Hz	
		Tan δ	ϵ'	Tan δ	ϵ'
1	8시간(135°C)	11.0	5.7	16.0	5.2
2	8시간(135°C)	8.0	5.0	12.0	4.3
3	8시간(135°C)	55.2	4.5	8.6	4.4
4	8시간(135°C)	6.0	5.0	6.4	4.3
5	8시간(135°C)	6.1	5.1	6.2	5.2
8	8시간(150°C)	—	—	21.0	—
8	16시간(150°C)	—	—	17.0	—
9	8시간(150°C)	—	—	22.0	—
9	16시간(150°C)	—	—	19.0	—
10	8시간(150°C)	—	—	24.0	—
10	16시간(150°C)	—	—	22.0	—

* 수지 처리된 4개의 운모(4×4인치)를 겹쳐서 만들어진 샘플 135°C에서 8시간동안 경화하는 최소 경화에 있어서조차 허용되는 역률은 대부분의 샘플에서 인정되고 있다. 실험 3, 4, 5에 있어서, 150°C에서의 10%이하의 값은 135°C에서 8시간 동안 경화한 후에 얻어진 값이다.

[실시예 2]

하기 성분들을 사용하여 "Epi-Rez" SU 수지를 100°C로 고온 혼합하고 용매를첨가함으로써 본 발명의 조성물이 제조된다.

선분중에서, "TPTCI"은 트리페닐 틴 클로라이드이고 "MEK"는 메틸에틸케톤이다. "Epi-Rez" SU 수지는 셀라니스 코오포레이션에 의해 시판되고 있는 다중작용성의 에폭시수지이며, 점성질의 액체(SU-2.5)에서 딱딱한 고체(SU-3, SU-5, SU-8)의 범위까지 다양하다. 이러한 수지에 대한 EEW는 SU-2.5=189, SU-3=193, SU-5=290, SU-8=210이다.

		pbw			pbw
용 액 1	DEN 439	85	용 액 3	플루엔	175
	ERL 4221	15		EPI-REZ SU-8	90
	TPTCI	0.10		ERL 4221	10
	카테콜	0.20		TPTCI	0.10
	MEK	150		카테콜	0.10
용 액 2	카테콜	150	용 액 4	MEK	150
	DEN 439	90		XD-7342, 0.01	90
	ERL 4221	10		ERL 4221	10
	TPTCI	0.10		TPTCI	0.20
	플루엔	0.20		카테콜	0.20
	MEK	125		MEK	125
				플루엔	175

		pbw			pbw
용 액 5	EPI-REZ SU-5	90	용 액 8	EPI-REZ SU-8	90
	EPI-REZ SU-2.5	10		EPI-REZ SU-2.5	10
	카테콜	0.1		카테콜	0.1
	TPTCI	0.1		TPTCI	0.1
	불루엔	150		불루엔	150
	MEK	150		MEK	150
용 액 6	EPI-REZ SU-5	90	용 액 9	EPI-REZ SU-8	80
	EPI-REZ SU-3	10		EPI-REZ SU-2.5	20
	카테콜	0.1		카테콜	0.1
	TPTCI	0.1		TPTCI	0.1
	불루엔	150		불루엔	150
	MEK	150		MEK	150
용 액 7	EPI-REZ SU-5	80	용 액 10	EPI-REZ SU-8	70
	EPI-REZ SU-2.5	20		EPI-REZ SU-2.5	30
	카테콜	0.1		카테콜	0.1
	TPTCI	0.1		TPTCI	0.1
	불루엔	150		불루엔	150
	MEK	150		MEK	150

운모샘플은 15%의 수지로 제조하고 150℃에서 2시간동안 경화를 확인한다. 필요에 따라, 카테콜과 TP-TCI 농도는 증가시킨다. 미카나이트 복합물은 운모(+유리백킹)에 용액을 브러싱하여 만든다. 가요성은 150℃에서 6시간동안 가열하여 용매를 증발시킨 후에 측정한다.

물지의 경화성은 150℃에서 16분 후에 측정한다. 150℃에서 역률을 측정하기 위한 웨스팅하우스 일렉트릭 코오폰레이션에 의해 "53841 PU"로서 시판되고 있는 에폭시 함침제와 "53841 WS"로서 시판되고 있는 함침제로 운모 복합물을 만든다.

그 결과가 하기의 표에 명시되어 있다.

용액번호	운모결합 수지조성물*	운모복합물 150℃의 전기적 성질	
		100×Tan δ	ε'
5	EPI-REZ SU-5/SU-2.5(90:10)	14.0	3.88
6	EPI-REZ SU-5/SU-3(90:10)	15.9	4.20
7	EPI-REZ SU-5/SU-2.5(80:20)	16.9	4.76
8	EPI-REZ SU-8/SU-2.5(90:10)	7.8	3.29
9	EPI-REZ SU-8/SU-2.5(80:20)	8.9	4.07
10	EPI-REZ SU-8/SU-2.5(70:30)	10.9	3.87

* 운모에서 15%(W/W)의 운모 결합수지를 사용하여 트리페닐틴 클로라이드/ 카테콜(각각 0.1%)로 촉매화시킨다.

** 웨스팅하우스 일렉트릭 코오폰레이션에 의해 "53841"의 상표명으로 시판되고 있는 에폭시 수지로 함침시킨 후 16시간동안 150℃에서 경화시킨다.

조성물은 하기와 같다.

332(Bis 'A')(Dow Chemical Co)	50부
네오펜틸 글리콜의 디글리시딜 에테르(Ciba-Geigy)	50부
1-메틸테트라하이드로프탈산 무수물	105부
크롬 아세틸아세톤(Ventron Corp)	0.1부

(57) 청구의 범위

청구항 1

반고체 에폭사이드 또는 고체 에폭사이드와 액체 에폭사이드의 혼합물 또는 반고체 에폭사이드와 액체 에폭사이드의 혼합물과, 케톤, 방향족 탄화수소 및 이의 혼합물로부터 선택된 에폭사이드에 대한 용매(총 에폭사이드 : 총 용매=85 : 15-10 : 90(W/W) ; 하기식(1)의 구조를 갖는 0.01-5.0phr의 유기-주석 화합물 및 카테콜, 피로갈롤 및 이의 혼합물로부터 선택된 0.001-1phr의 활성제로 구성되는 조성물을 제조하고, 유기주석 화합물이 잠재 촉매로서 작용할 수 있도록 유기-주석 화합물과 운모를 접촉시키기 위하여 상기 조성물을 운모로 구성된 가요성 시이트물질에 칠하고, 에폭사이드 수지의 경화 또는 유기-주석 화합물의 반응없이 시이트 물질에서 에폭사이드 수지-용매-주석 촉매 혼합물로부터 적어도 95중량 퍼센트의 용매를 제거하여 실질적으로 비반응된 에폭사이드 수지를 지닌 가요성 시이트를 형성하고 증가된 비반응 유기-주석 화합물을 시이트 물질에 있는 운모와 접촉시키며, 첨가된 유기-주석 화합물이 150℃의

수지 촉매 온도 이상의 온도로 가열할때 시이트 물질에 있는 에폭사이드 수지를 비반응 상태에서부터 열경화상태로 진행 시키는 것을 특징으로 하는 가요성의 운모 절연 테이프를 만드는 방법.

R_3SnX

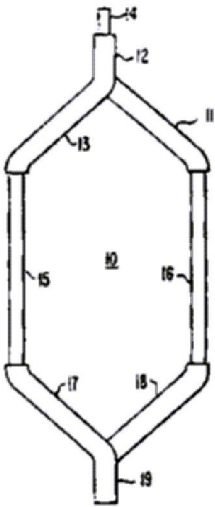
(I)

상기식에서,

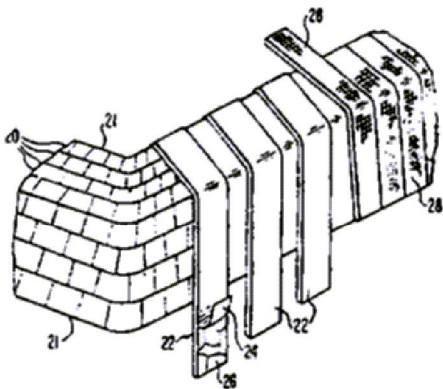
R은 1-10개의 탄소원자를 갖는 알킬기, 아릴기, Cl, Br 또는 NO_2 가 치환된 아릴기, 1-10개의 탄소원자를 갖는 알킬부가 있는 알카릴기, 1-10개의 탄소원자를 갖는 알킬부가 있는 Cl, Br 또는 NO_2 치환 알카릴기, 1-10개의 탄소원자를 갖는 알킬부가 있는 아알킬기, 싸이클로펜탄, 싸이클로펜텐, 싸이클로펜타디엔, 싸이클로헥산, 싸이클로헥센, 싸이클로헥사디엔, 피롤리딘, 피롤기, 테트라하이드로푸란, 디옥산, 피리딘 또는 피페리딘기이며, X는 할로겐화물, 수산화물, 아세테이트, 부티레이트, 프로피오네이트 또는 디메틸 포스페이트이다.

도면

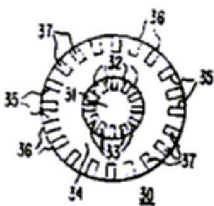
도면1



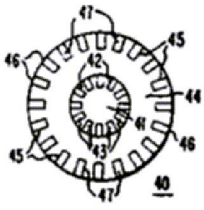
도면2



도면3



도면4



도면5

