(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2019년04월25일
(11) 등록번호 10-1972314
(24) 등록일자 2019년04월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B29C 70/54 (2006.01) *B29C 37/00* (2006.01)
C08G 59/32 (2006.01) *C08J 5/24* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-7017732
(22) 출원일자(국제) 2012년11월16일
심사청구일자 2017년09월08일
(85) 번역문제출일자 2014년06월26일
(65) 공개번호 10-2014-0107333
(43) 공개일자 2014년09월04일
(86) 국제출원번호 PCT/US2012/065389
(87) 국제공개번호 WO 2013/101354
국제공개일자 2013년07월04일
(30) 우선권주장
61/582,096 2011년12월30일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
US4783362 A
US5879492 A
EP2103416 A2
WO2007127032 A1

(73) 특허권자
사이텍 테크놀러지 코포레이션
미국 뉴저지 (우편번호 08540) 프린스턴 카네기 센터 504
(72) 발명자
자오, 이치앙
미국 델라웨어 19713 뉴어크 콜로라도 드라이브 818
콜리, 달립, 쿠마
미국 매릴랜드 21028 처치빌 미다우 뷰 웨이 2909
샤, 커널, 가우랑
인도 구자라트 380009 아마다바드 새틀라이트 비하인드 펀 리퍼블릭 컴플렉스 아사와리 아파트먼트 에프-303
(74) 대리인
특허법인차

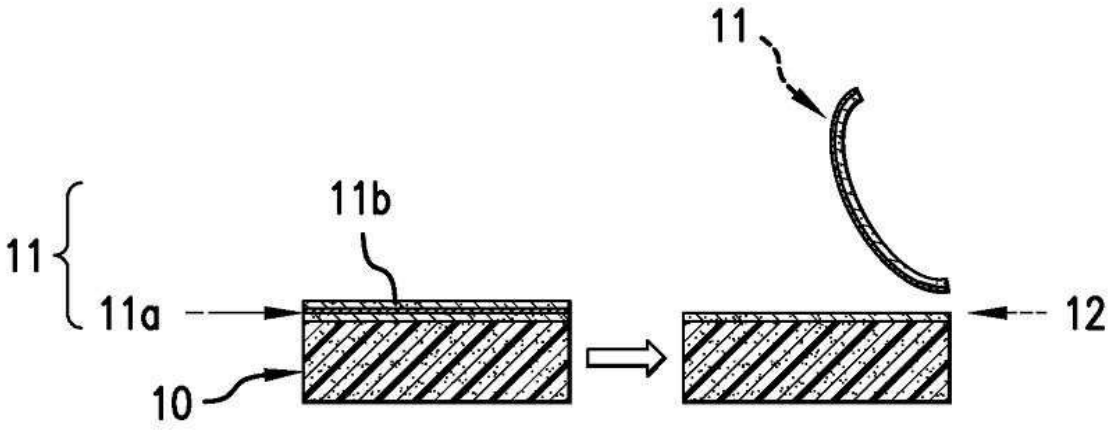
전체 청구항 수 : 총 19 항 심사관 : 박세영

(54) 발명의 명칭 **필 플라이와, 이를 이용한 표면 제조방법 및 복합 구조체의 접합 방법**

(57) 요 약

수지-풍부 필 플라이(11)는 박리 후 잔류 섬유를 뒤에 남기지 않고 다른 수지계 복합 기재(10)와 양호하게 작용할 수 있다. 수지-풍부 필 플라이(11)는 복합 기재(10)의 수지 매트릭스와는 다른 수지 매트릭스(11a)가 함침된 직조 직물(11b)로 구성된다. 필 플라이(11)는, 복합 기재(10)의 표면으로부터 필 플라이(11)의 수동 제거 시, 필 플라이 수지의 얇은 필름이 복합 기재의 표면 상에 남아 다른 복합 기재(12)와 접합할 수 있는 접합가능한 표면을 작성하지만, 직조 직물로부터의 섬유 재료는 동일 표면 상에 남지 않도록 설계된다.

대 표 도 - 도1



명 세 서

청구범위

청구항 1

각종 복합 기재(composite substrate)의 표면 제조(surface preparation)를 위한 필 플라이 시스템(peel ply system)으로서,

상기 시스템은,

(a) 경화된 제1 수지 매트릭스가 함침된 보강 섬유를 포함하는 복합 기재; 및

(b) 상기 복합 기재의 표면에 점착된 제거가능한 필 플라이

를 포함하고,

상기 필 플라이는 상기 제1 수지 매트릭스와는 다른 경화된 제2 수지 매트릭스가 함침된 직조 직물을 포함하며,

상기 복합 기재의 표면으로부터 필 플라이의 수동 제거 시, 상기 제2 수지 매트릭스의 얇은 필름이 상기 복합 기재의 표면 상에 남아 다른 복합 기재와 공동-접합 및 2차 접합할 수 있는 접합가능한 표면을 제공하고,

상기 제2 수지 매트릭스는,

적어도 2의 에폭시 작용성을 지니는 적어도 1종의 에폭사이드화 노볼락 수지;

다가 페놀의 다이글라이시딜 에테르로부터 선택된 2-작용성 에폭시 수지;

아미노페놀의 트라이글라이시딜 에테르로부터 선택된 3-작용성 에폭시 수지;

경화제; 및

무기 충전제 입자

를 포함하는 수지 조성물로부터 형성되며;

상기 필 플라이는 해당 필 프라이의 총 중량을 기준으로 20중량% 이상의 수지 함량을 갖고,

상기 직조 직물은 직조 패턴(weaving pattern)으로 직조된 복수의 실을 포함하며,

상기 실은

70 lbf/인치 이상의 날실 인장 강도,

40 lbf/인치 이상의 씨실 인장 강도,

50 내지 250 데니어 범위 내의 날실 선형 질량 밀도, 및

50 내지 250 데니어 범위 내의 씨실 선형 질량 밀도

를 갖는,

필 플라이 시스템.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 실은

80 lbf/인치 이상의 날실 인장 강도,

50 lbf/인치 이상의 씨실 인장 강도,

70 내지 230 데니어 범위 내의 날실 선형 질량 밀도, 및

70 내지 230 데니어 범위 내의 씨실 선형 질량 밀도

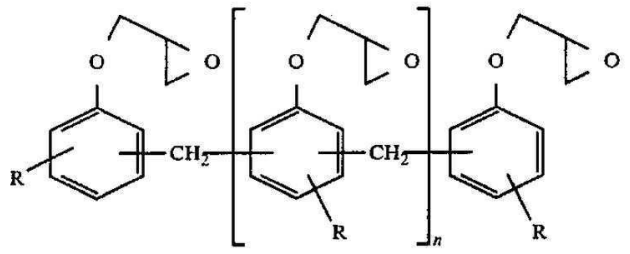
를 갖는, 필 플라이 시스템.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 제2 수지 매트릭스의 남은 얇은 필름은 제거 전 필 플라이의 원 두께의 2% 내지 15%의 두께를 갖는, 필 플라이 시스템.

청구항 4

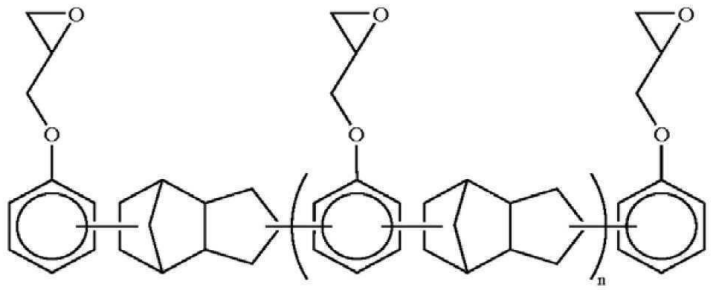
제1항에 있어서, 상기 수지 조성물은 하기 구조로 표시되는 에폭시 크레졸 노볼락 수지 및 에폭시 페놀 노볼락 수지로부터 선택된 적어도 1종의 에폭사이드화 노볼락 수지를 포함하는 것인 필 플라이 시스템:



상기 구조 중, n은 0 내지 8의 정수이고, R은 H 또는 CH_3이다.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 수지 조성물은 하기 구조:



(상기 구조 중, n은 0 내지 7의 정수이다.)

로 표시되는 다이사이클로펜타다이엔-함유 노볼락 에폭시 수지를 더 포함하는, 필 플라이 시스템:

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 직조 직물은 50 내지 250 gsm 범위 내의 직물 평량(weight)을 지니는 것인 필 플라이 시스템.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 직조 직물은 70 내지 220 gsm 범위 내의 직물 평량을 지니는 것인 필 플라이 시스템.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 직조 직물은 50 내지 250㎛ 범위 내의 직물 두께를 지니는 것인 필 플라이 시스템.

청구항 9

제1항에 있어서, 상기 직조 직물은 100 내지 200㎛ 범위 내의 직물 두께를 지니는 것인 필 플라이 시스템.

청구항 10

제1항에 있어서, 상기 직조 직물의 실은 폴리에스터, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 나일론, 엘라스토머 물질, 폴리아라미드, 폴리이미드, 폴리에틸렌이민(PEI), 폴리옥사졸, 폴리벤즈이미다졸(PBI), 폴리에테르 에테르 케톤

(PEEK) 및 유리로 이루어진 군으로부터 선택된 물질로 만들어진 것인 필 플라이 시스템.

청구항 11

삭제

청구항 12

제1항에 있어서, 상기 필 플라이는 상기 필 플라이의 총 중량을 기준으로 20중량% 내지 50중량% 범위 내의 수지 함량을 지니는, 필 플라이 시스템.

청구항 13

삭제

청구항 14

제1항에 있어서, 상기 필 플라이는 140℃ 내지 200℃ 범위 내의 유리 전이 온도(T_g)를 지니는 것인 필 플라이 시스템.

청구항 15

제1항에 있어서, 상기 경화제는 BF_3, BCl_3 및 이들의 착물로 이루어진 군으로부터 선택된 것인 필 플라이 시스템.

청구항 16

제1항에 있어서, 상기 제2 수지 매트릭스는,

2 이상의 에폭시 작용기를 갖는 에폭시 페놀 노볼락 수지;

2 이상의 에폭시 작용기를 갖는 다이사이클로펜타다이엔-함유 에폭시 노볼락 수지;

비스페놀 A의 다이글라이시딜 에테르;

아미노페놀의 트라이글라이시딜 에테르;

BF_3, BCl_3 및 이들의 착물로 이루어진 군으로부터 선택된 경화제; 및

발연 실리카

를 포함하는 수지 조성물로 형성되는, 필 플라이 시스템.

청구항 17

제1항에 있어서, 상기 노볼락 수지는 상기 조성물의 총 중량을 기준으로 20중량% 이상으로 포함되는, 필 플라이 시스템.

청구항 18

(a) 제1 수지 매트릭스가 함침된 보강 섬유를 포함하는 복합 기재를 제공하는 단계;

(b) 필 플라이를 상기 복합 기재의 표면과 접촉하도록 배치시키는 단계;

(c) 상기 필 플라이와 상기 복합 기재를 공동-경화시키는 단계; 및

(d) 상기 필 플라이로부터의 수지의 얇은 필름이 상기 복합 기재의 표면 상에 남아 다른 복합 기재와의 공동-접합 및 2차 접합을 가능하게 하는 접합가능한 표면을 제공하도록, 상기 복합 기재의 표면으로부터 상기 필 플라이를 제거하는 단계

를 포함하는, 각종 복합 기재의 표면 제조 방법으로서,

상기 필 플라이는, 직조 직물에 경화가능한 수지 조성물을 함침시킴으로써 형성되고, 상기 경화가능한 수지 조성물은,

2 이상의 에폭시 작용기를 갖는 적어도 1종의 에폭사이드화 노볼락 수지;

다가 페놀의 다이글라이시딜 에테르로부터 선택된 2-작용성 에폭시 수지;

아미노페놀의 트라이글라이시딜 에테르로부터 선택된 3-작용성 에폭시 수지;

경화제; 및

무기 충전제 입자

를 포함하며,

상기 직조 직물은 직조 패턴으로 직조된 복수의 실을 포함하고,

상기 실은

70 lbf/인치 이상의 날실 인장 강도,

40 lbf/인치 이상의 씨실 인장 강도,

50 내지 250 데니어 범위 내의 날실 선형 질량 밀도, 및

50 내지 250 데니어 범위 내의 씨실 선형 질량 밀도

를 갖는, 복합 기재의 표면 제조 방법.

청구항 19

제18항에 있어서, 상기 공동-경화는 230°F보다 높은 온도에서 수행되는 것인 복합 기재의 표면 제조 방법.

청구항 20

제18항 또는 제19항에 있어서, 상기 공동-경화는 250°F 내지 375°F의 온도 범위 내에서 수행되는 것인 복합 기재의 표면 제조 방법.

청구항 21

(a) 제1 수지 매트릭스가 함침된 보강 섬유를 포함하는 제1 복합 기재를 제공하는 단계;

(b) 제2 수지 매트릭스가 함침된 보강 섬유를 포함하는 제2 복합 기재를 제공하는 단계;

(c) 필 플라이를 상기 제1 복합 기재의 표면과 접촉시켜 배치시키는 단계로서, 상기 필 플라이는 직조 직물을 경화성 수지 조성물로 함침시킴으로써 형성되고, 상기 경화성 수지 조성물은,

2 이상의 에폭시 작용기를 지니는 적어도 1종의 에폭사이드화 노볼락 수지;

다가 페놀의 다이글라이시딜 에테르로부터 선택된 2-작용성 에폭시 수지;

아미노페놀의 트라이글라이시딜 에테르로부터 선택된 3-작용성 에폭시 수지;

경화제; 및

무기 충전제 입자

를 포함하며;

상기 직조 직물은 직조 패턴으로 직조된 복수의 실을 포함하고,

상기 실은

70 lbf/인치 이상의 날실 인장 강도,

40 lbf/인치 이상의 씨실 인장 강도,

50 내지 250 데니어 범위 내의 날실 선형 질량 밀도, 및

50 내지 250 데니어 범위 내의 씨실 선형 질량 밀도

를 갖는, 단계;

(d) 230°F보다 높은 온도에서 상기 필 플라이와 상기 제1 복합 기재를 공동-경화시키는 단계;

(e) 상기 복합 기재의 표면으로부터 상기 필 플라이를 제거하는 단계로서, 상기 필 플라이로부터의 수지의 얇은 필름이 상기 복합 기재의 표면 상에 남아 접합가능한 표면을 제공하지만, 상기 직조 직물로부터의 섬유 재료는 상기 복합 기재의 표면 상에 남지 않는 단계;

(f) 상기 제1 복합 기재의 상기 접합가능한 표면 또는 상기 제2 복합 기재의 표면 중 어느 한쪽 상에 접착제 필름을 도포하는 단계;

(g) 상기 제1 복합 기재의 상기 접합가능한 표면을 상기 제2 복합 기재의 표면과 이들 사이에 접착제 필름을 개재해서 접촉시킨 상태로 배치시키는 단계; 및

(h) 상기 제1 복합 기재 및 제2 복합 기재를 경화시켜 접합하는 단계

를 포함하는,

접합된 복합 구조체의 형성 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 일반적으로, 접합 전에, 복합 기재(composite substrate), 특히, 수지계 복합 기재의 표면 제조(surface preparation)를 위한 필 플라이(peel ply)에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 핸드 샌딩(hand sanding), 그리트 블라스팅(grit blasting) 및 필 플라이 제거는 항공우주 산업에서 접착제 접합용의 수지계 복합 기재의 표면을 제조하는 통상적인 방법이다. 필 플라이 제거에 의한 접착제 접합은 상당한 양의 수고를 절약하고 더욱 균일하게 처리된 표면을 작성하기 때문에 3가지 수법 중 가장 통상적이다. 필 플라이 제거는 보통 수지계 복합 기재의 접합 표면 상에 건조 텍스처 직물 재료를 도포하고 나서 경화시키는 것을 포함한다. 경화 후, 필 플라이는 제거되며, 즉, 박리되어 조면화된(roughened) 혹은 텍스처링된(textured) 접합 표면을 드러낸다. 그러나, 건조 필 플라이는 박리 후 접합 표면 상에 잔류 파손 섬유를 남기는 경향이 있다. 이것은, 접착제가 복합 기재의 접합 표면을 완전히 적시는 것을 방지함으로써 접착 실패를 초래한다고 하는 결함으로서 잔류 섬유가 작용할 수 있기 때문에 불량한 접착제 접합 특성을 초래한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0003] 일반적인 산업적 경험은 필 플라이 공정이 접합 성능에 관하여 신뢰성과 예측가능성이 부족한 것으로 알려져 있다.

과제의 해결 수단

[0004] 본 발명은 박리 후 잔류 섬유가 뒤에 남지 않아 상이한 수지계 복합 기재와 양호하게 작용할 수 있는 수지-풍부 필 플라이를 제공한다. 수지-풍부 필 플라이는 복합 기재의 수지 매트릭스와는 상이한 수지 매트릭스가 함침된 직포로 구성된다. 필 플라이는, 복합 기재의 표면으로부터 필 플라이의 수동 제거 시, 필 플라이 수지의 얇은 필름이 복합 기재의 표면 상에 남아 접합가능한 표면을 작성하지만, 직조 직물로부터 섬유 재료가 동일 표면 상에 남지 않도록 설계된다. 이 수지-풍부 필 플라이는 다양한 접착제로 신뢰성 있게 접합하기 위하여 각종 복합재의 표면을 변성시킬 수 있다. 그러므로, "범용" 필 플라이로서 여겨질 수 있었다.

[0005] 본 발명은 또한 위에 논의된 필 플라이를 이용해서 복합재 접합을 위한 표면을 제조하는 방법을 제공한다. 또한, 접합된 복합 구조체를 형성하는 방법이 개시되되, 해당 방법은 섬유-보강 수지로 구성된 제1 복합 기재의 표면 상에 필 플라이를 도포하는 단계; 필 플라이와 제1 복합 기재를 공동-경화시키는 단계; 제1 복합 기재로부터 필 플라이를 제거하여 복합 기재의 표면 상에 필 플라이 수지의 박층을 뒤에 남기는 단계; 제1 복합 기재의 변성된 표면과 제2 복합 기재의 표면 중 적어도 한쪽 상에 접착제 필름을 도포하는 단계; 제1 복합 기재의 변성된 표면을 제2 복합 기재의 표면과 이들 사이에 접착제 필름을 개재해서 접촉시키는 단계; 및 상기 기재를 접합

시키도록 경화시키는 단계를 포함한다.

도면의 간단한 설명

[0006] 도 1은 본 발명에 따른 수지-풍부 필 플라이의 가공 메카니즘을 개략적으로 도시한 도면;

도 2는 필 플라이가 복합 기재로부터 제거된 경우 생기는 파절선(fracture line)을 도시한 도면;

도 3은 수지-풍부 필 플라이에 사용될 수 있는 예시적인 폴리에스터 직물의 주사 전자 현미경(SEM) 상:

도 4는 수지-풍부 필 플라이에 사용될 수 있는 예시적인 유리 직물의 주사 전자 현미경(SEM) 상:

도 5는 수지-풍부 필 플라이가 제거된 후의 처리된 표면의 주사 전자 현미경(SEM) 상:

도 6은 일 실시예에서 각종 접착제 접합된 프레프레그에 대한 파괴 인성(G_{1c}) 데이터를 도시한 도면;

도 7의 A 및 B는 일 실시예에 따라 파괴 인성(G_{1c}) 테스트 후 공동-접합된 프레프레그(co-bonded prepreg)의 응집 파괴 상태(cohesive failure condition)를 나타내는 광학 현미경 상.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0007] 표면 처리된 복합 구조체와 제2 복합 기재 사이에 더 강하고 더 길게 지속되는 접합을 용이하게 하고 촉진시키기 위하여 수지-풍부 필 플라이로 섬유-보강된 수지 복합 기재를 처리하여 처리된 복합 기재의 표면을 변성시킴으로써 이점이 실현될 수 있다는 것을 발견하였다. 복합 기재(10)의 표면은 수지-풍부 필 플라이(11)가 박리 후 그 위에 남아 있는 얇은 수지 필름(12)에 의해 변성된다(도 1). 필 플라이의 가공 메카니즘은 **도 1**에 예시되어 있다. 필 플라이가 제거된 후 남아있는 수지의 두께는 박리 전에 필 플라이의 원래 두께의 약 2% 내지 15%이다. 이 남아 있는 필 플라이 수지층은, 공동-접합 및 2차 접합을 비롯한, 접착제 접합을 위한 한결같은 표면층을 제공한다. 복합재 접합 산업에서의 공동-접합은 경화된 프레프레그를 미경화된 프레프레그와 접착제를 이용해서 접합시키는 것을 의미한다. 2차 접합은 경화된 프레프레그를 다른 경화된 프레프레그와 접착제를 이용해서 접합시키는 것을 의미한다. 필 플라이 수지의 유동성 및 경화 속도(cure kinetics)는 경화 동안 복합 기재의 수지와 필 플라이 수지 간의 혼합을 최소화시키도록 제어됨으로써, 필 플라이 수지 제형이 복합 기재의 수지 제형보다 실질적으로 빠른 경화 속도를 지닌다. 수지-풍부 필 플라이는 각종 섬유-보강 수지 복합 기재와 이용될 수 있기 때문에, "범용" 필 플라이로서 여겨질 수 있다.

[0008] 본 명세서에서 논의된 섬유-보강된 수지 복합 기재는 항공우주 구조 부품의 제조 시 통상적으로 이용되는 프레프레그 혹은 프레프레그 레이업(prepreg layup)을 포함한다. 본 명세서에서 이용되는 바와 같은 "프레프레그"란 용어는 매트릭스 수지가 함침되어 있는 섬유의 시트(sheet) 혹은 얇은 조각(lamina)을 지칭한다. 매트릭스 수지는 비경화 혹은 부분 경화된 상태로 존재할 수 있다. 본 명세서에서 이용되는 바와 같은 "프레프레그 레이업"이란 용어는 서로 인접해서 적층하여 배치된 복수의 프레프레그층을 지칭한다. 상기 레이업 내의 프레프레그층들은 다른 쪽에 관하여 선택된 배향으로 위치결정될 수 있다. 예를 들어, 프레프레그 레이업은 단일방향성 섬유 구조물을 지니는 프레프레그층들을 포함할 수 있되, 이때 섬유는, 길이 등과 같은, 레이업의 최대 치수에 관하여, 0° , 90° , 선택된 각도 Θ 및 이들의 조합으로 배향되어 있다. 소정의 실시형태에 있어서, 프레프레그는 단일 방향성 및 다차원 등과 같은 섬유 구조물들의 임의의 조합을 지닐 수 있다는 것이 더욱 이해되어야 한다.

[0009] 본 발명의 수지-풍부 필 플라이(11)는, 도 1에 예시된 바와 같이, 수지 매트릭스(11b)가 함침된 직조 직물(11a)로 구성되고, 함침되어 있는 특정 유형의 직조 직물에 따라서 필 플라이의 총 중량에 의거해서 적어도 20중량%의 수지 함량을 지닌다. 소정의 실시형태에 있어서, 수지 함량은 20% 내지 50% 범위 내이다. 수지 제형 및 직물 구성은 필 플라이가 제거된 후 복합 기재의 표면 상에 파손된 섬유가 남지 않도록 선택된다. 박리 동안 파절선(13)은, **도 2**에 예시된 바와 같이, 직물(11a) 내가 아니라 수지 매트릭스(11b) 내에 혹은 섬유-수지 계면에 있다. 수지-풍부 필 플라이는 경화 후 복합 기재의 표면으로부터 용이하게 제거된다. 그 목적을 위하여, 이것은 드럼 박리 테스트(Drum Peel Test) ASTM D1781에 따라서 10 인치-lb/인치(폭) 이하의 박리 강도를 나타낸다.

[0010] 수지-풍부 필 플라이의 직물은 직조 패턴(weaving pattern)으로 직조된 복수개의 실로 구성된다. 각 실은 함께 꼬인 복수 개의 연속적인 섬유 필라멘트(단일 섬유)로 구성된다. 직조 직물은 50 내지 250 gsm(그램/m^2), 바람직하게는 70 내지 220 gsm 범위 내의 직물 평량, 50 내지 250㎛, 바람직하게는 100 내지 200㎛ 범위 내의 두께를 지닌다. 두께는 주로 중량 및 섬유 유형의 함수이지만, 직조에 또한 좌우된다. 직조 직물에 대한 섬유 유형은 폴리에스터(폴리에틸렌 테레프탈레이트, 폴리뷰틸렌 테레프탈레이트, 폴리트라이메틸렌 테레프탈레이트, 폴

리락트산 및 그의 공중합체), 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 나일론, 엘라스토머 물질, 예컨대, 라이크라(LYCRA)(등록상표); 및 고성능 섬유, 예컨대, 폴리아라미드(예컨대 케블라(Kevlar)), 폴리이미드, 폴리에틸렌이민(PEI), 폴리옥사졸(예컨대 질론(Zylon)), 폴리벤즈이미다졸(PBI), 폴리에테르 에테르 케톤(PEEK) 및 유리를 포함하는 각종 합성 재료로부터 선택될 수 있다. 섬유 물질의 주된 요건은 다음과 같다: 해당 물질은 무르지 않고 요구되는 인장 강도를 지닐 것. 또한, 직물은 열경화 마무리(heat set finish) 또는 기타 통상의 마무리를 지닐 수 있다.

[0011] 실 크기는 *데니어*(*denier*)의 선형 질량 밀도 단위로 환산해서 표현될 수 있다. 데니어는 9000미터의 실의 그램 중량과 동등하다. 그 수치가 낮을수록 실은 더 미세하다. 직물의 롤에 대해서, 롤의 방향으로 뻗고 롤의 전체 길이에 대해서 연속하는 실이 *날실*(*warp* yarns)이다. 롤 방향에 대해서 십자형으로 뻗는 짧은 실은 *씨실*(*fill* yarn)이다. 수지-풍부 필 플라이에 대해서, 직물은 이하의 특징에 기초하여 선택된다: 50 내지 250 데니어, 바람직하게는 70 내지 230 데니어 범위의 선형 질량 밀도를 지니는 날실, 및 50 내지 250, 바람직하게는 70 내지 230 데니어 범위의 선형 질량 밀도를 지니는 씨실, 적어도 70 lbf/인치(1.23×10^4 N/m), 바람직하게는 80 lbf/인치(1.40×10^4 N/m) 이상의 날실 인장 강도; 적어도 40 lbf/인치(7.00×10^3 N/m), 바람직하게는 50 lbf/인치(8.76×10^3 N/m) 이상의 씨실인장 강도. 직조 패턴은 제한되지 않고, 평직, 능직, 바스켓 직(basket weave), 수자직(satin weave) 등일 수 있다. 직조 밀도(weaving density)는, 실의 낮은 수지 함침 및 불완전한 함침이 일어나도록 중합체계 직물(즉, 극조밀 직조(tight weaving))에 대해서 너무 높아서는 안 된다.

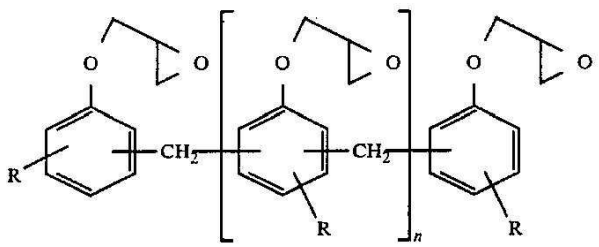
[0012] **도 3**은 수지-풍부 필 플라이에 대해서 이용될 수 있는 예시적인 폴리에스터 직물의 주사 전자 현미경(SEM) 상이다. 이 특정 직물은 125 데니어의 선형 질량 밀도를 지니는 실 및 110 gsm의 평량을 지닌다. 도 3으로부터 알 수 있는 바와 같이, 이 유형의 폴리에스터 직물은 타이트하게 직조되지 않고, 직조 내에 작은 개구들을 포함한다. 이런 유형의 폴리에스터 직물을 포함하는 필 플라이가 복합재 표면으로부터 박리되면, 조면화된 표면을 지니지만 파손된 섬유가 없는 수지 필름이 제조된다. 이러한 조면화된 표면은 접합에 바람직하다. 유리 직물 등과 같은 타이트한 직조 직물은 또한 복합재 접합을 위하여 바람직한 표면 조도를 생성하는 수지-풍부 필 플라이를 형성하는 데 이용될 수 있다. **도 4**는 수지-풍부 필 플라이에 이용될 수 있는 예시적인 유리 직물을 도시한다. 이 유리 직물은 도 3에 도시된 폴리에스터 직물보다 두껍고 더 타이트하게 직조되어 있으며; 이것은 205 gsm의 평량과 175㎛의 두께를 지닌다.

[0013] 필 플라이의 수지 매트릭스는 적어도 2의 에폭시 작용성을 지니는 적어도 1종의 에폭사이드화 노볼락 수지; 다가 페놀의 다이글라이시딜 에테르로부터 선택된 2-작용성 에폭시 수지; 아미노페놀의 트라이글라이시딜 에테르로부터 선택된 3-작용성 에폭시 수지; 무기 충전제 입자(예컨대, 발연 실리카); 및 경화제를 포함하는 경화성 수지 조성물로부터 형성된다. 에폭사이드화 노볼락 수지는 조성물의 총 중량에 의거해서 적어도 40중량%, 바람직하게는 50 내지 70중량%로 구성된다. 2-작용성 에폭시 수지는, 수지 조성물의 총 중량에 의거해서, 10 내지 35%, 바람직하게는 15 내지 25중량%의 양으로 존재하고, 3-작용성 에폭시 수지는 10 내지 30%, 바람직하게는 10 내지 20중량%의 양으로 존재한다.

[0014] 에폭사이드화 노볼락 수지의 예는 페놀, o-크레졸, m-크레졸, p-크레졸, p-tert-뷰틸페놀, p-노닐페놀, 2,6-자일레놀, 레졸시놀, 비스페놀-A, α 및 β-나프톨, 및 나프탈렌다이올 등과 같은 페놀을 산 촉매의 존재 하에 아세트 알데하이드, 포름알데하이드, 푸르푸랄, 글라이옥살 및 p-하이드록시벤즈알데하이드 등과 같은 알데하이드와 반응시킴으로써 얻어진 것들을 포함한다.

[0015] 적절한 에폭사이드화 노볼락 수지로는 하기 구조 I로 표시되는 에폭시 크레졸 노볼락 수지 및 에폭시 페놀 노볼락 수지를 포함한다:

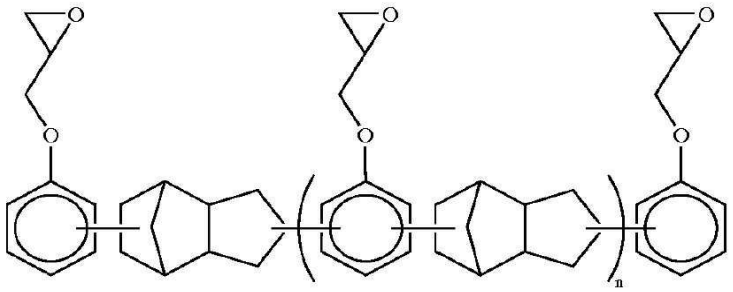
[0016] (I)

[0017] 

[0018] 상기 구조 중, n은 0 내지 8의 정수이고, R은 H 또는 CH_3이다. R이 H인 경우, 수지는 페놀 노볼락 수지이다. R이 CH_3인 경우, 수지는 크레졸 노볼락 수지이다. 에폭시 페놀 노볼락 수지는 다우 케미컬사(Dow Chemical Co.)로부터의 DEN 428, DEN 431, DEN 438, DEN 439 및 DEN 485로서 상업적으로 입수가능하다. 에폭시 크레졸 노볼락 수지는 치바-가이기사(Ciba-Geigy Corp.)로부터 ECN 1235, ECN 1273 및 ECN 1299로서 상업적으로 입수가능하다.

[0019] 다른 적절한 에폭사이드화 노볼락 수지는 하기 구조 II로 표시되는 다이사이클로펜타다이엔 골격을 지니는 탄화수소 에폭시 노볼락 수지이다:

[0020] (II)

[0021] 

[0022] 상기 구조 중, n은 0 내지 7의 정수이다. 이러한 탄화수소 에폭시 노볼락 수지의 상업적 예로는 반티코사(Vantico Inc.)로부터의 탁틱스(Tactix)(등록상표) 71756, 탁틱스(Tactix)(등록상표) 556 및 탁틱스(Tactix)(등록상표) 756을 포함한다. 일 실시형태에 있어서, 구조 I의 노볼락 수지는 구조 II의 다이사이클로펜타다이엔-함유 노볼락 수지와 함께 이용된다.

[0023] 적절한 2-작용성 에폭시 수지로는 비스페놀 A 또는 비스페놀 F의 다이글라이시딜 에테르, 예컨대, 다우 케미컬사(Dow Chemical Co.)에 의해 공급되는 에폰(Epon)(상표명) 828(액체 에폭시 수지), D.E.R. 331, D.E.R. 661(고체 에폭시 수지)을 포함한다.

[0024] 아미노페놀의 트라이글라이시딜 에테르는 헌츠만 어드밴스트 머티어리얼즈사(Huntsman Advanced Materials)로부터의 아랄다이트(Araldite)(등록상표) MY 0510, MY 0500, MY 0600, MY 0610으로서 상업적으로 입수가능하다.

[0025] 필 플라이 수지 조성물 중 에폭시 수지용의 적절한 경화제로는 루이스 산으로서 공지된 경화제의 부류: 트라이플루오로보라이드(BF_3), 보론트라이클로라이드(BCl_3) 및 그의 착물, 예컨대, BF_3-아민 착물 및 BCl_3-아민 착물을 포함한다. BF_3-아민 착물의 예로는 오토-테크사(Ato-Tech)로부터의 BF3-MEA, 에어 프로덕츠사(Air Products)로부터의 앵커(Anchor) 1040(벤질 아민 및 아이소프로필 아민으로 착화된 BF3), 에어 프로덕츠사로부터의 앵커(Anchor) 1115(아이소프로필 아민 부가체로 착화된 BF3) 그리고 또한 에어 프로덕츠사로부터의 앵커(Anchor) 1170(클로로벤질 아민으로 착화된 BF3)을 포함한다. BCl_3-아민 착물의 예로는 오민큐어(Omincure)(상표명) BC-120을 포함한다. 착물은 통상 사용 조건 하에서 액체 혹은 고체 형태를 제공하도록 제조되어 있다. 많은 상업적으로 입수가능한 에폭시계 프레프레그로는 3,3'-다이아미노다이페닐설폰(DDS) 및 다이사이안다이아마이드(DICY) 등과 같은 아민계 경화제를 포함하며, 이는 상기 경화제, 예컨대 BF_3 액체를 함유하는 필 플라이 수지 제형의 것보다 실질적으로 느린 경화 속도를 보인다. 그 결과, 필 플라이 수지 제형은 공동-경화 공정 동안 프레프레그 수지와의 혼합을 최소화하기에 충분히 빠르게 경화될 수 있다.

[0026] 입상체 형태(예컨대 분말)의 무기 충전제는, 수지 조성물의 흐름을 제어하고 그 안에서의 응집을 방지하기 위하여 유동 조정 성분으로서 필 플라이 수지 조성물에 첨가된다. 표면 필름 조성물에 이용될 수 있는 적절한 무기 충전제로는 발연 실리카, 탤크, 운모, 탄산칼슘, 알루미나를 포함한다. 무기 충전제의 양은 표면 필름 조성물의 총 중량에 의거해서 1 내지 10중량%, 바람직하게는 1 내지 5중량%의 범위 내일 수 있다.

[0027] 일 실시형태에 있어서, 필 플라이의 수지 조성물은 수지 조성물의 총 중량에 의거해서 중량 퍼센트로 대략 45 내지 55%의 페놀 노볼락 에폭시 수지; 대략 5 내지 15%의 다이사이클로펜타다이엔-함유 노볼락 에폭시 수지, 대략 20 내지 30%의 비스페놀 A의 다이글라이시딜 에테르; 대략 15 내지 25%의 아미노페놀의 트라이글라이시딜 에테르; 대략 5 내지 15%의 BF_3 경화제 및 대략 1 내지 5%의 무기 충전제를 포함할 수 있다.

[0028] 또한, 1종 이상의 유기 용매는 또한 필요에 따라서 성분들의 혼합을 용이하게 하기 위하여 위에 기재된 수지 조성물에 첨가될 수도 있다. 이러한 용매의 예로는, 메틸 에틸 케톤(MEK), 아세톤, 다이메틸아세트아마이드 및 N-메틸피롤리돈을 포함할 수 있지만 이들로 제한되는 것은 아니다.

[0029] 수지-풍부 필 플라이는 통상의 용매 혹은 핫-멜트 코팅 공정을 이용해서 직물 내의 실을 완전하게 함침시키기 위하여 직조 직물 상에 상기 기재된 수지 조성물을 코팅함으로써 형성될 수 있다. 습윤 필 플라이는 이어서 건조되어 필요한 경우 휘발성 함량을 바람직하게는 2중량% 미만으로 저감시킬 수 있다. 건조는 실온에서 하룻밤 공기 건조시키고 나서, 필요에 따라서, 건조 시간을 저감시키기 위하여 140°F 내지 170°F에서 오븐 건조시킴으로써 혹은 상승된 온도에서 오븐 건조시킴으로써 수행될 수 있다. 이어서, 건조된 수지-풍부 필 플라이는 대향하는 측면 상에 제거가능한 이형지 혹은 합성 필름(예컨대 폴리에스터 필름)을 도포함으로써 보호될 수 있다. 이러한 이형지 혹은 합성 필름은 표면 접합을 위해 필 플라이를 사용하기 전에 제거되어야 한다. 건조된 필 플라이는 미경화된(혹은 부분적으로 경화된) 수지계 복합 기재, 예컨대 에폭시계 프레프레그의 표면 상에 적용된다. 다음에, 복합 기재와 함께 필 플라이는 공동-경화된다. 필 플라이는 이어서 복합 기재 상에 얇은 수지 필름을 남기도록 제거함으로써, 다른 복합 기재와 접착제 접합을 위한 준비가 된 변성된 표면을 형성한다.

[0030] 두 복합 기재의 공동-접합 및 2차 접합을 위하여, 경화성 접착제 필름은 이미 경화된 제1 복합 기재의 변성된 표면과 제2 복합 기재의 표면 중 적어도 한쪽 상에 도포된다. 경화된 제1 복합 기재의 변성된 표면은 접착제가 기재들 사이에 있도록 제2 복합 기재의 표면과 접촉한다. 경화는 이어서 접합된 복합 구조체를 형성하도록 수행된다. 본 명세서에서 이용되는 바와 같은 "경화" 및 "경화하다"란 용어는 가열, 자외광 혹은 방사선에의 노출에 의해 수행될 수 있는 중합 및/또는 가교결합 공정을 지칭한다.

[0031] 수지-풍부 필 플라이 및 수지계 복합 기재(예컨대 에폭시계 프레프레그)의 공동-경화는 230°F(110℃)보다 높은 온도에서, 보다 구체적으로는 250°F 내지 375°F(121℃ 내지 190℃)의 온도 범위 내에서 수행될 수 있다. 본 명세서에 기재된 수지-풍부 필 플라이의 이점은 상기 경화 범위 내에서 가장 상업적으로 입수가능한 프레프레그와 함께 공동-경화될 수 있다는 것이 발견되었다. 이러한 프레프레그로는 사이텍 인더스트리즈사(Cytec Industries Inc.)로부터의 CYCOM 997, CYCOM 977-2, CYCOM 934, CYCOM 970, CYCOM 5317-3, CYCOM 5320-1 및 CYCOM 851; 헥셀사(Hexcel Corp.)로부터의 헥스플라이(Hexply) 8552; 및 토레이 인더스트리즈사(Toray Industries Inc.)로부터의 토레이(Toray) 3900-2로서 상업적으로 입수가능한 수지 사전 함침된 직물 및/또는 테이프를 포함한다. 공동-경화 후, 경화된 수지-풍부 필 플라이는, 변조된 시차 주사 열량(DSC)법에 의해 측정된 바와 같이, 유리전이 온도(T_g) ≥ 140℃, 몇몇 실시형태에서는, 140℃ 내지 200℃를 보인다.

[0032] **실시예**

[0033] 이하의 실시예는 본 명세서에 개시된 수지-풍부 필 플라이 및 그의 용도의 일부 실시형태를 예시하는 것으로 본 발명의 범위를 제한하는 것으로 해석되어서는 안 된다.

[0034] 실시예 1

[0035] 수지-풍부 필 플라이는, 폴리에스터 직물에, 중량%로, 45%의 페놀-포름알데하이드 노볼락 에폭시 수지; 11%의 다이사이클로펜타다이엔-함유 노볼락 에폭시 수지; 23%의 비스페놀 A의 다이글라이시딜 에테르; 14%의 아미노페놀의 트라이글라이시딜 에테르; 5%의 액체 BF_3 및 2%의 발연 실리카로 구성된 수지 제형을 함침시킴으로써 제조하였다. 폴리에스터 직물은 이하의 특성을 지녔다:

직물	
평직, 폴리에스터 섬유	
평량	85 g/m^2
선형 질량 밀도	날실 150 데니어; 씨실 150 데니어
인장 강도	날실 155 lbf/인치(2.7 x 10^4 N/m); 씨실 120 lbf/인치(2.1 x 10^4 N/m)
두께	~ 0.005 인치

[0036]

[0037] 수지 제형은 핫-멜트 공정에 이어서 용매 첨가 공정을 이용해서 혼합하였다. 핫-멜트 믹스가 만들어진 후, 이

수지 조성물에 메틸 에틸 케톤(MEK) 용매를 첨가하여 82% 고형 현탁액을 형성하였다. 습윤 수지 조성물을 용매 코팅 공정을 이용해서 직물 상에 코팅하고 실온에서 하룻밤 건조시킨 후 오븐 건조시킴으로써 휘발성 함량을 2% 미만으로 저감시켰다. 건조된 필 플라이는 약 43중량%의 수지 함량 및 약 140㎛의 두께를 지녔다.

[0038] 대안적으로, 수지 제형은 또한 실온에서 용매-보조 공정 중에 MEK와 혼합될 수 있다. 82% 고형분 함량으로 얻어진 습윤 수지 믹스는 위에 기재된 바와 마찬가지 방식으로 직물 상에 코팅될 수 있다.

[0039] 위에서 논의된 바와 같은 건조된 필 플라이는 섬유-보강된 에폭시계 프레프레그인 CYCOM 997 테이프(사이텍 인더스트리즈사 제품)의 표면을 제조하는데 이용되었다. 177℃에서 공동-경화 후, 필 플라이는 박리되어 접합을 위해 준비된 변성된 표면을 뒤에 남겼다. 드럼 박리 테스트(ASTM D1781)는 필 플라이의 박리 강도를 평가하기 위하여 수행되었다. 테스트 결과는 11.1 뉴턴(Newton)(2.5 인치-lb/인치 폭)을 나타내었다. 이것은 필 플라이가 용이하게 박리된 것을 나타낸다. ATR-FTIR(Attenuated Total Reflection)에 의한 표면 분석은 필 플라이의 경화 및 제거 후 프레프레그의 처리된 표면을 연구하기 위하여 수행되었다. 필 플라이 수지의 약 3 내지 10㎛의 얇은 층이 프레프레그의 상부에 남은 것으로 판명되었다. **도 5**는 수지-풍부 필 플라이가 제거된 후의 처리된 표면의 주사 전자 현미경(SEM) 상이며, 이는 직물로부터의 파손된 섬유가 남아 있지 않은 것을 나타낸다.

[0040] 실시예 2

[0041] 수지-풍부 필 플라이는, 폴리에스터 직물에, 이하의 수지 제형(중량%): 45%의 페놀-포름알데하이드 노볼락 에폭시 수지; 11%의 다이사이클로펜타다이엔-함유 노볼락 에폭시 수지; 22.5%의 비스페놀 A의 다이글라이시딜 에테르; 13.5%의 아미노페놀의 트라이글라이시딜 에테르; 6%의 BF_3-MEA; 및 2%의 발연 실리카를 함침시킴으로써 제작하였다. 이 직물은 이하의 특성을 지녔다:

직물	
평직, 꼬인, 폴리에스터 섬유	
평량	110 g/m^2
선형 질량 밀도	날실 126 데니어; 씨실 126 데니어
인장 강도	날실 105 lbf/인치(1.8 x 10^4 N/m); 씨실 105 lbf/인치(1.8 x 10^4 N/m)
두께	~ 0.0045 인치

[0042]

[0043] 수지 제형을 혼합하고, 직물 상에 코팅 후, 건조시키고, 실시예 1과 마찬가지 방식으로 테스트하였다. 마찬가지 결과, 즉, 필 플라이 수지의 약 3 내지 10㎛의 얇은 층이 수지-풍부 필 플라이가 제거된 후에 프레프레그의 상부에 남았지만, 직물로부터의 파손된 섬유는 남지 않은 것을 나타내었다.

[0044] 실시예 3

[0045] 수지-풍부 필 플라이는, 폴리에스터 직물에, 중량%로, 44.5%의 페놀-포름알데하이드 노볼락 에폭시 수지; 9%의 다이사이클로펜타다이엔-함유 노볼락 에폭시 수지; 22%의 비스페놀 A의 다이글라이시딜 에테르; 18%의 아미노페놀의 트라이글라이시딜 에테르; 4.7%의 액체 BF_3 및 1.8%의 발연 실리카로 구성된 수지 제형을 함침시킴으로써 제조하였다. 폴리에스터 직물은 이하의 특성을 지녔다:

직물	
평직, 폴리에스터 섬유	
평량	85 g/m^2
선형 질량 밀도	날실 150 데니어; 씨실 150 데니어
인장 강도	날실 155 lbf/인치(2.7×10^4 N/m); 씨실 120 lbf/인치(2.1×10^4 N/m)
두께	~ 0.005 인치

[0046]

[0047] 수지 제형을 혼합하고, 직물 상에 코팅 후, 건조시키고, 실시예 1과 마찬가지 방식으로 테스트하였다. 마찬가지 결과, 즉, 필 플라이 수지의 약 3 내지 10㎛의 얇은 층이 수지-풍부 필 플라이가 제거된 후에 프레프레그의 상부에 남았지만, 직물로부터의 파손된 섬유는 남지 않은 것을 나타내었다.

[0048] 실시예 4

[0049] 수지-풍부 필 플라이는, 폴리에스터 직물에, 중량%로, 44%의 페놀-포름알데하이드 노볼락 에폭시 수지; 9%의 다이사이클로펜타다이엔-함유 노볼락 에폭시 수지; 22%의 비스페놀 A의 다이글라이시딜 에테르; 17%의 아미노페놀의 트라이글라이시딜 에테르; 6%의 BF_3-MEA 및 2%의 발연 실리카로 구성된 수지 제형을 함침시킴으로써 제조하였다. 폴리에스터 직물은 이하의 특성을 지녔다:

직물	
평직, 꼬인, 폴리에스터 섬유	
평량	110 g/m^2
선형 질량 밀도	날실 126 데니어; 씨실 126 데니어
인장 강도	날실 105 lbf/인치(1.8×10^4 N/m); 씨실 105 lbf/인치(1.8×10^4 N/m)
두께	~ 0.0045 인치

[0050]

[0051] 수지 제형을 혼합하고, 직물 상에 코팅 후, 건조시키고, 실시예 1과 마찬가지 방식으로 테스트하였다. 마찬가지 결과, 즉, 필 플라이 수지의 약 3 내지 10㎛의 얇은 층이 수지-풍부 필 플라이가 제거된 후에 프레프레그의 상부에 남았지만, 직물로부터의 파손된 섬유는 남지 않은 것을 나타내었다.

[0052] 실시예 5

[0053] 수지-풍부 필 플라이는 폴리에스터 직물에, 중량%로, 45.5%의 페놀-포름알데하이드 노볼락 에폭시 수지; 11.4%의 다이사이클로펜타다이엔-함유 노볼락 에폭시 수지; 22.8%의 비스페놀 A의 다이글라이시딜 에테르; 13.7%의 아미노페놀의 트라이글라이시딜 에테르; 4.8%의 액체 BF_3 및 1.8%의 발연 실리카로 구성된 수지 제형을 함침시킴으로써 제조하였다. 폴리에스터 직물은 이하의 특성을 지녔다:

직물	
평직, 꼬인, 폴리에스터 섬유	
평량	110 g/m^2
선형 질량 밀도	날실 126 데니어; 씨실 126 데니어
인장 강도	날실 105 lbf/인치(1.8 x 10^4 N/m); 씨실 105 lbf/인치(1.8 x 10^4 N/m)
두께	~ 0.0045 인치

[0054]

[0055] 수지 제형을 혼합하고, 직물 상에 코팅 후, 건조시키고, 실시예 1과 마찬가지 방식으로 테스트하였다. 마찬가지 결과, 즉, 필 플라이 수지의 약 3 내지 10㎛의 얇은 층이 수지-풍부 필 플라이가 제거된 후에 프레프레그의 상부에 남았지만, 직물로부터의 파손된 섬유는 남지 않은 것을 나타내었다.

[0056] 실시예 6

[0057] 수지-풍부 필 플라이는, 유리 직물에, 중량%로, 44.5%의 페놀-포름알데하이드 노볼락 에폭시 수지; 8.9%의 다이사이클로펜타다이엔-함유 노볼락 에폭시 수지; 22.3%의 비스페놀 A의 다이글라이시딜 에테르; 17.8%의 아미노페놀의 트라이글라이시딜 에테르; 4.7%의 액체 BF_3 및 1.8%의 발연 실리카로 구성된 수지 제형을 함침시킴으로써 제조하였다. 유리 직물은 이하의 특성을 지녔다:

직물	
평직, 유리 섬유	
평량	207 g/m^2
인장 강도	날실 350 lbf/인치(6.1 x 10^4 N/m); 씨실 260 lbf/인치(4.6 x 10^4 N/m)
두께	~ 0.007 인치

[0058]

[0059] 수지 제형을 실시예 1과 마찬가지 방식으로 혼합하고, 직물 상에 코팅하였다. 건조 후, 건조된 필 플라이는 약 28중량%의 수지 함량 및 약 195㎛의 두께를 지녔다. 수지-풍부 필 플라이는 이어서 실시예 1과 마찬가지 방식으로 테스트하였다. 마찬가지 결과, 즉, 필 플라이 수지의 약 3 내지 10㎛의 얇은 층이 수지-풍부 필 플라이가 제거된 후에 프레프레그의 상부에 남았지만, 직물로부터의 파손된 섬유는 남지 않은 것을 나타내었다.

[0060] 실시예 7

[0061] 수지-풍부 필 플라이는 폴리에스터 직물에 실시예 6에 개시된 수지 제형을 함침시킴으로써 제조하였다. 폴리에스터 직물은 이하의 특성을 지녔다:

직물	
평직, 꼬인, 폴리에스터 섬유	
평량	110 g/m^2
선형 질량 밀도	날실 126 데니어; 씨실 126 데니어
인장 강도	날실 105 lbf/인치(1.8 x 10^4 N/m); 씨실 105 lbf/인치(1.8 x 10^4 N/m)
두께	~ 0.0045 인치

[0062]

[0063] 수지 제형을 혼합하고, 직물 상에 코팅 후, 건조시키고, 실시예 1과 마찬가지 방식으로 테스트하였다. 마찬가지

결과, 즉, 필 플라이 수지의 약 3 내지 10㎛의 얇은 층이 수지-풍부 필 플라이가 제거된 후에 프레프레그의 상부에 남았지만, 직물로부터의 파손된 섬유는 남지 않은 것을 나타내었다.

[0064] 실시예 8

[0065] *이중 중첩 전단 테스트(Double Overlap Shear Testing)*

[0066] CYCOM 970 프레프레그(사이텍 인더스트리즈사 제품)들을 상업적으로 입수가능한 접착제 FM 318 M.05 psf(사이텍 인더스트리즈사 제품)를 이용해서 서로 접합시켰다. 3 내지 4개의 접합된 프레프레그 샘플을 각 테스트 온도에서 테스트하였다. 접합 전에, 프레프레그의 접합 표면은 실시예 1에서 논의된 바와 같이 수지-풍부 필 플라이를 이용해서 제조하였다. 표 2는 이중 오버랩 전단 테스트(ASTM D3528)에 의거해서 23℃, -55℃ 및 72℃ 테스트 온도에서의 평균 전단 데이터를 나타낸다. 표 2에 표시된 바와 같이, 필 플라이는 각종 테스트 온도에서 응집 파괴를 촉진시킨다.

표 2

[0067]

테스트 온도	평균 전단 (MPa)
23 ° C	35.5
-55 ° C	32.9
72 ° C	31.7

[0068] 실시예 9

[0069] *이중 캔틸레버 빔 테스트*

[0070] 접합된 프레프레그 샘플은 각종 시판의 프레프레그 재료 및 시판의 접착제 FM 309-1(사이텍 인더스트리즈사 제품)을 이용해서 형성하였다. 접합 전에, 프레프레그의 접합 표면은 실시예 1에서 논의된 바와 같은 수지-풍부 필 플라이를 이용해서 제조되었다. 이중 캔틸레버 빔 테스트(ASTM D5528)는 접합된 프레프레그의 층간 파괴 인성(G_{1c})을 측정하기 위하여 23℃ 및 -55℃에서 수행되었으며, 그 결과는 **도 6**에 도시되어 있다.

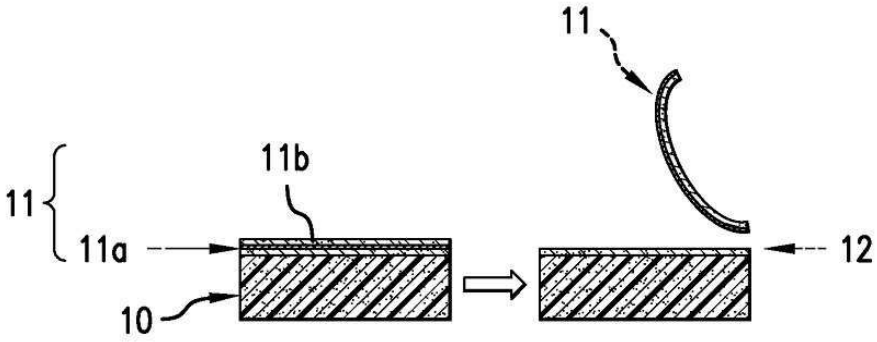
[0071] CYCOM 5317-6 프레프레그(사이텍 인더스트리즈사 제품)들을 구조 접착제 FM 309-1 M.05 psf를 이용해서 공동-접합시켰다. 공동-접합 전에, **도 4**에 도시된 유리 직물로 형성된 수지-풍부 필 플라이는 프레프레그들 중 하나 상의 접합 표면을 제조하는데 이용되었다. **도 7A** 및 **도 7B**는 공동-접합된 프레프레그의 G_{1c} 테스트 후의 응집 파괴 상태를 나타낸다.

[0072] 본 명세서에서 "제1", "제2" 등의 용어는 임의의 순서, 양 혹은 중요도를 나타내는 것이 아니라, 오히려 하나의 요소를 다른 요소와 구별하기 위하여 이용되는 것이며, 본 명세서에서의 단수 형태의 용어는 양의 제한을 나타내지 않고, 오히려 인용된 항목 중 적어도 하나의 존재를 나타낸다. 양과 관련하여 이용되는 수식어 "대략" 또는 "약"은 기재된 값의 맨 앞과 맨 뒤를 포함하며, 문맥에 의해 진술된 의미를 지닌다(예컨대, 특정 양의 측정과 관련된 오차의 정도를 포함한다). 본 명세서에서 이용되는 바와 같은 접미사 "(들)"은 수식되는 용어의 단수 및 복수의 양쪽 모두를 포함하도록 의도되며, 이에 따라서 그 용어의 하나 이상을 포함하는 것이다(예컨대, 금속(들)은 1종 이상의 금속을 포함한다). 본 명세서에 개시된 범위는 포괄적이며 독립적으로 조합가능하다(예컨대, "대략 25 중량%까지, 또는, 더욱 구체적으로, 대략 5 중량% 내지 대략 20 중량%"의 범위는 "대략 5 중량% 내지 대략 25 중량%" 등의 범위의 종점들 및 모든 중간값을 내포한다).

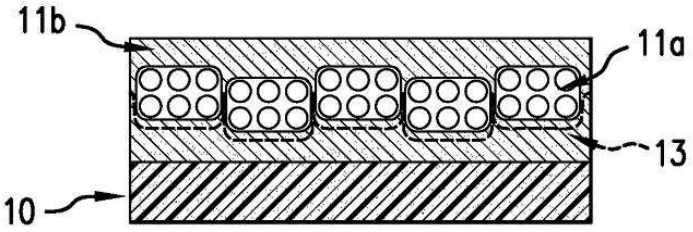
[0073] 각종 실시형태를 위에서 설명하였지만, 요소들의 각종 조합, 변화 혹은 개량이 당업자에 의해 이루어질 수 있고 이것이 본 발명의 범위 내인 것은 본 명세서로부터 이해될 것이다. 또한, 많은 변형이 본 발명의 주된 범위로부터 벗어나는 일 없이 본 발명의 교시에 특정 상황 혹은 재료를 적용시키도록 이루어질 수 있다. 따라서, 본 발명은 본 발명을 수행하기 위하여 상정된 최상의 모드로서 개시된 특정 실시형태로 제한되는 것은 아니지만, 본 발명은 첨부된 특허청구범위의 범주 내에 들어가는 모든 실시형태를 포함하도록 의도된다.

도면

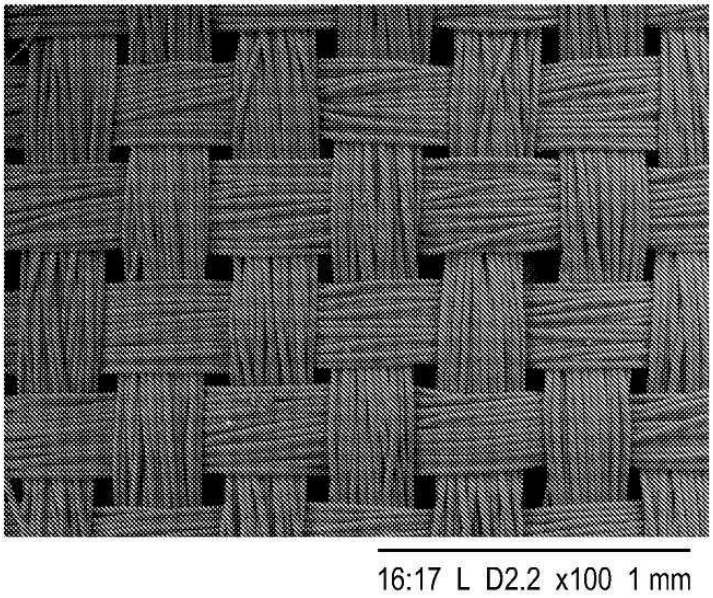
도면1



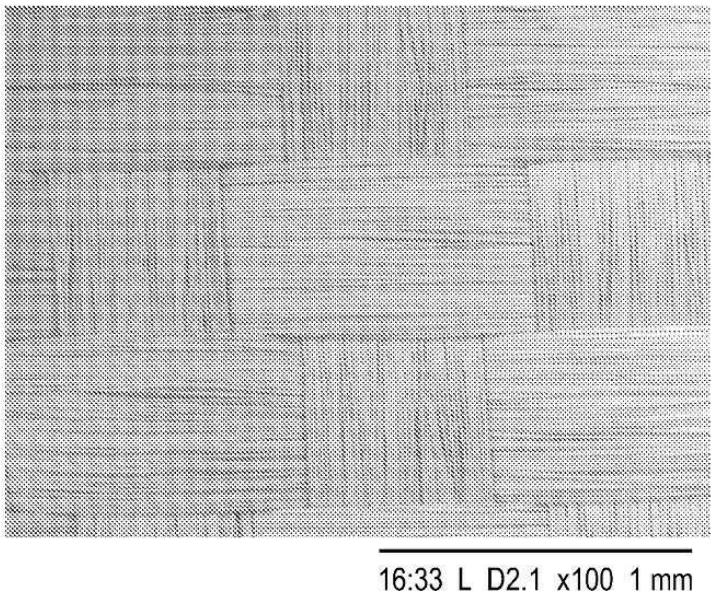
도면2



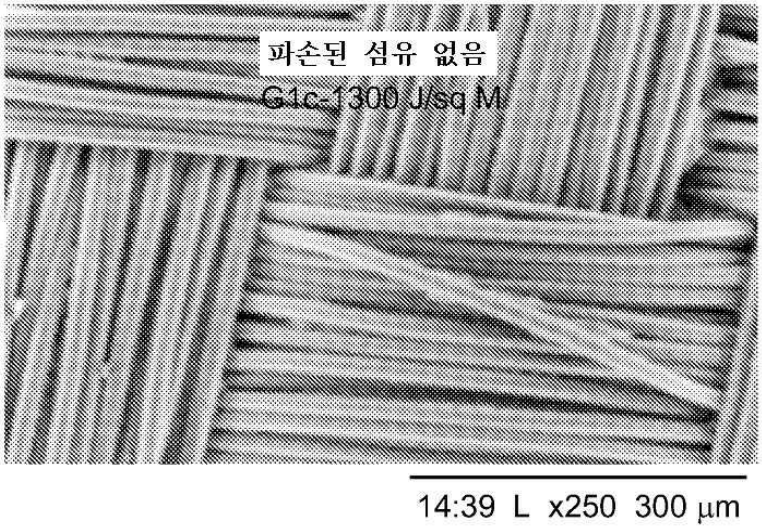
도면3



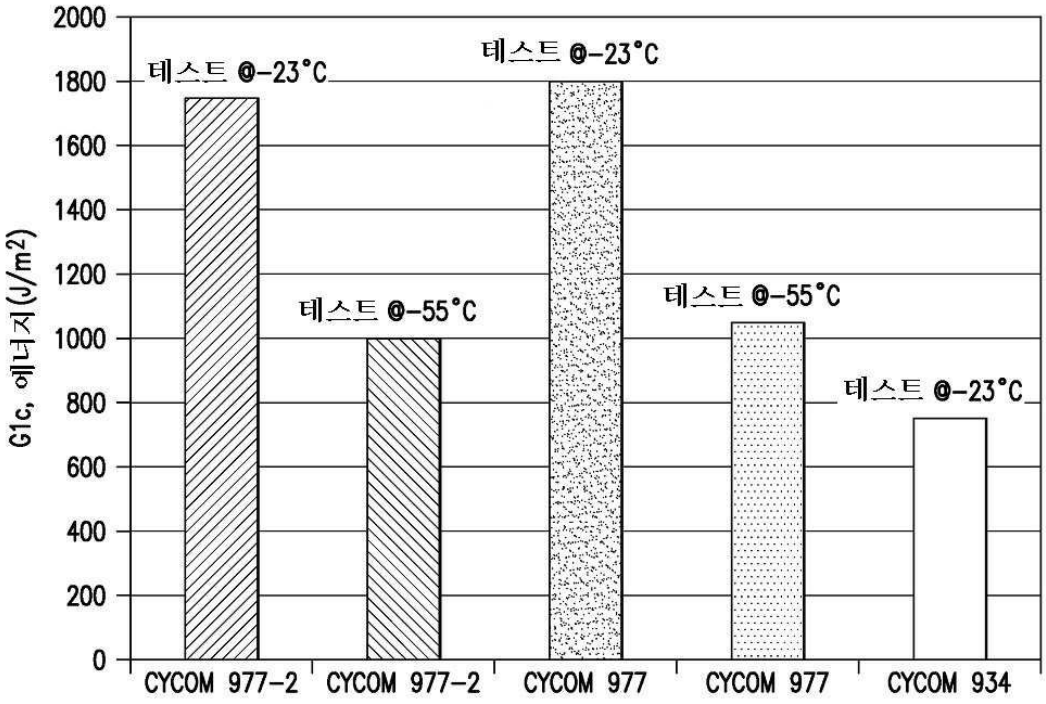
도면4



도면5

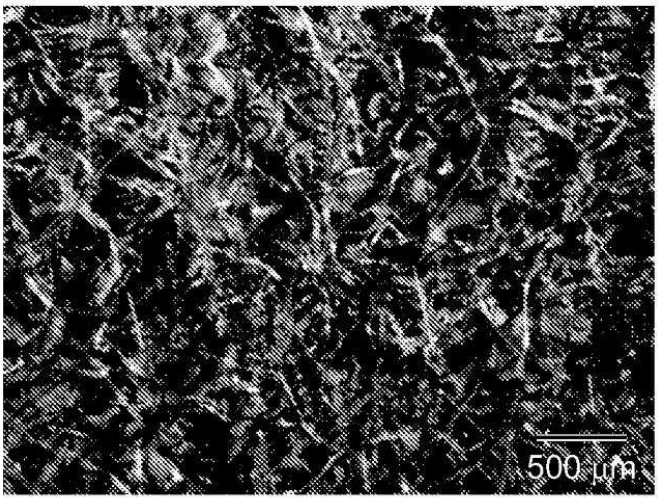


도면6


2000
1800
1600
1400
1200
1000
800
600
400
200
0
G1c, 에너지(J/m²)
테스트 @-23°C
테스트 @-55°C
테스트 @-23°C
테스트 @-55°C
테스트 @-23°C
CYCOM 977-2
CYCOM 977-2
CYCOM 977
CYCOM 977
CYCOM 934

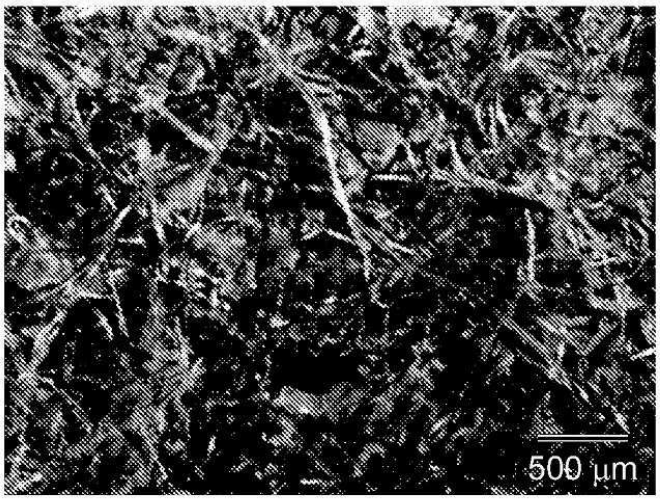
도면7

A



공동-접합된 측면

B



사전-경화된 측면