

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)公開番号
特開2022-62029
(P2022-62029A)

(43)公開日 令和4年4月19日(2022.4.19)

(51)国際特許分類		F I	
B 2 9 C	70/54 (2006.01)	B 2 9 C	70/54
B 2 9 C	70/06 (2006.01)	B 2 9 C	70/06
B 2 9 C	43/34 (2006.01)	B 2 9 C	43/34
B 2 9 C	41/38 (2006.01)	B 2 9 C	41/38
B 2 9 C	33/68 (2006.01)	B 2 9 C	33/68
		審査請求 有 請求項の数 1 O L 外国語出願 (全24頁)	
(21)出願番号	特願2022-2494(P2022-2494)	(71)出願人	500520743
(22)出願日	令和4年1月11日(2022.1.11)		ザ・ボーイング・カンパニー
(62)分割の表示	特願2017-100905(P2017-100905)		The Boeing Company
	の分割		アメリカ合衆国、60606-1596
原出願日	平成29年5月22日(2017.5.22)		イリノイ州、シカゴ、ノース・リバーサ
(31)優先権主張番号	15/163,180		イド・プラザ、100
(32)優先日	平成28年5月24日(2016.5.24)	(74)代理人	110002077
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)		園田・小林特許業務法人
		(72)発明者	ダラル, ハーディック
			アメリカ合衆国 ワシントン 98124
			, シアトル, ワン ボーイング ウェイ
			, ビー. オー. ボックス 787, メ
			ール コード: 0アール-103
		(72)発明者	アジョーロ口, アラン エー.
			アメリカ合衆国 ワシントン 98275
			最終頁に続く

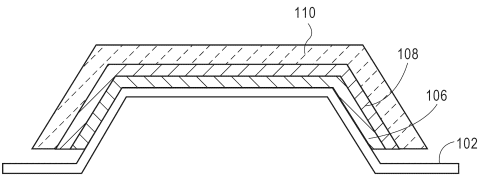
(54)【発明の名称】 プリプレグ製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【課題】改良された剥離膜およびプリプレグ製造方法による、複合部品を製作する方法を提供する。

【解決手段】複合部品を製作する方法は、複合部品用の成形ツール102を剥離膜で覆うことであって、剥離膜がポリマーシート106及び感圧接着剤108を含む、覆うことを含む。剥離膜は、ポリマーシートが成形ツールと感圧接着剤との間にあるように位置付けられる。少なくとも1層のプリプレグ110が、レイアップ複合部品を形成するために、成形ツールを覆う剥離膜の上にレイアップされる。プリプレグは接着剤を含む。レイアップされた複合部品が、剥離膜から除去される。

【選択図】 図1B



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

複合部品を製作する方法であって、

複合部品用の成形ツールを剥離膜で覆うことであって、前記剥離膜がポリマーシート及び感圧接着剤を含み、前記剥離膜は、前記ポリマーシートが前記成形ツールと前記感圧接着剤との間にあるように位置付けられる、覆うことと、

レイアップされた複合部品を形成するために、前記成形ツールを覆う前記剥離膜の上に少なくとも 1 層のプリプレグをレイアップすることであって、前記プリプレグが接着剤を含む、レイアップすることと、

前記剥離膜から前記レイアップされた複合部品を除去することとを含む方法。

10

【請求項 2】

前記レイアップすること及びレイアップされた前記複合部品を前記除去することが、前記成形ツールから前記剥離膜を除去せずに複数回繰り返される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記感圧接着剤は、レイアップが行われている間、前記少なくとも 1 層のプリプレグに接着し、前記複合部品の前記成形ツールからの除去中に、前記複合部品から解放される、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記ポリマーシートが、ポリエチレン、ポリエチレンテレフタレート（「PET」）、フッ素化エチレンプロピレン（「FEP」）、ナイロン及びこれらの組み合わせのポリマーから選択された材料を含む、請求項 1 から 3 の何れか一項に記載の方法。

20

【請求項 5】

前記ポリマーシートが、接着性を改善するためのコロナ処理されたポリマーシートである、請求項 1 から 4 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 6】

前記感圧接着剤が、50%から1000%の範囲の弾性を有している、請求項 1 から 5 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 7】

前記感圧接着剤が、アクリル樹脂、ポリウレタン、ゴム、スチレン-ブタジエンスチレンコポリマー、エチレンビニルアセテート、スチレンブロックコポリマー及びこれらの組み合わせの接着剤から選択された材料を含む、請求項 1 から 6 の何れか一項に記載の方法。

30

【請求項 8】

前記感圧接着剤が、スチレン-ブタジエンスチレンブロックコポリマー、スチレン-ブタジエンスチレンランダムコポリマー及びこれらの組み合わせの接着剤から選択された材料を含む、請求項 1 から 6 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 9】

前記感圧接着剤が、約 70,000 g / モルから約 1,500,000 g / モルの質量平均分子量を有している、請求項 1 から 8 の何れか一項に記載の方法。

40

【請求項 10】

前記感圧接着剤が、第 1 のブロック及び第 2 のブロックを有するブロックコポリマーを含み、前記第 1 のブロックが 20℃未満のガラス転移温度を有し、前記第 2 のブロックが 20℃を上回るガラス転移温度を有している、請求項 1 から 9 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 11】

前記レイアップされた複合部品を除去することが、前記剥離膜の前記感圧接着剤よりも強く前記プリプレグに接着するツールで実行される、請求項 1 から 10 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 12】

前記ツールが真空チャックである、請求項 11 に記載の方法。

50

【請求項 13】

前記ツールが、前記プリプレグに接着する接着剤を含む、請求項 11 又は 12 に記載の方法。

【請求項 14】

前記複合部品の表面が、前記プリプレグのレイアップ中に前記剥離膜に接触し、前記感圧接着剤の 10 マイクログラム / cm^2 未満が、前記剥離膜から前記レイアップされた複合部品を除去した後に、前記複合部品の前記表面に残存する、請求項 1 から 13 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 15】

プリプレグのレイアップ用の成形ツールを用意する方法であって、
前記成形ツールの表面を剥離膜で覆うことであって、前記剥離膜がポリマーシート及び感圧接着剤を含み、前記剥離膜は、前記ポリマーシートが前記成形ツールと前記感圧接着剤との間にあるように位置付けられる、覆うこと
を含み、
前記感圧接着剤が、複合部品を製造するためのレイアッププロセス中に少なくとも 1 層のプリプレグに接着可能であり、かつ前記レイアッププロセスが完了した後に前記プリプレグを解放可能である方法。

【請求項 16】

前記ポリマーシートが、ポリエチレン、ポリエチレンテレフタレート（「PET」）、フッ素化エチレンプロピレン（「FEP」）、ナイロン及びこれらの組み合わせのポリマーから選択された材料を含む、請求項 15 に記載の方法。

【請求項 17】

前記ポリマーシートが、接着性を改善するためのコロナ処理されたポリマーシートである、請求項 15 又は 16 に記載の方法。

【請求項 18】

前記感圧接着剤が、50% から 1000% の範囲の弾性を有している、請求項 15 から 17 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 19】

前記感圧接着剤が、アクリル樹脂、ポリウレタン、ゴム、スチレン-ブタジエンスチレンコポリマー、エチレンビニルアセテート、スチレンブロックコポリマー及びこれらの組み合わせの接着剤から選択された材料を含む、請求項 15 から 18 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 20】

前記感圧接着剤が、スチレン-ブタジエンスチレンブロックコポリマー、スチレン-ブタジエンスチレンランダムコポリマー及びこれらの組み合わせの接着剤から選択された材料を含む、請求項 15 から 19 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 21】

前記感圧接着剤が、約 70,000 g / モルから約 1,500,000 g / モルの質量平均分子量を有している、請求項 15 から 20 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 22】

前記感圧接着剤が、第 1 のブロック及び第 2 のブロックを有するブロックコポリマーを含み、前記第 1 のブロックが 20℃ 未満のガラス転移温度を有し、前記第 2 のブロックが 20℃ を上回るガラス転移温度を有している、請求項 15 から 21 の何れか一項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は、複合部品を製造するためのプリプレグ成形プロセスを対象とする。

【背景技術】

【0002】

プリプレグは、エポキシなどのマトリクス材料が成形実行前に繊維強化材に既に存在している「事前含浸型」複合繊維に対する用語である。プリプレグ製造技術は、例えば、航空機の製造を含む様々な商用利用のための複合部品を製造するために用いられることが多い。プリプレグ製造方法を使用した複合部品の製造は、複合製品の製作において律速段階であり得る。

【0003】

プリプレグは、現在、複合部品の製造中にポリマー剥離膜で覆われた型にレイアップされる。従来の実施では、剥離膜は、各部品が作られた後に取り替えられるが、それは、部品間の製造時間を浪費し、剥離膜の処分という形で材料を無駄にすることになる。更に、プリプレグを容易に解放可能にするために、剥離膜は非接着剤ポリマーシートから構成され、結果として、プリプレグと剥離膜との間の接着性は低い。接着性が低いため、プリプレグは、配置中に表面周囲で滑ることがあり、これにより更なる時間を浪費する。

10

【0004】

したがって、当該技術分野において、改良された剥離膜と、プリプレグ製造プロセスにおいて有効性を高めることができる技術が必要とされる。

【発明の概要】

【0005】

本開示は、複合部品を製作する方法を対象とする。方法は、複合部品用の成形ツールを剥離膜で覆うことであって、剥離膜がポリマーシート及び感圧接着剤を含む、覆うことを含む。剥離膜は、ポリマーシートが成形ツールと感圧接着剤との間にあるように位置付けられる。少なくとも1層のプリプレグが、レイアップ複合部品を形成するために、成形ツールを覆う剥離膜の上にレイアップされる。プリプレグは接着剤を含む。レイアップされた複合部品が、剥離膜から除去される。

20

【0006】

本開示はまた、プリプレグのレイアップ用の成形ツールを用意する方法を対象とする。方法は、成形ツールの表面を剥離膜で覆うことであって、剥離膜がポリマーシート及び感圧接着剤を含む、覆うことを含む。剥離膜は、ポリマーシートが成形ツールと感圧接着剤との間にあるように位置付けられる。感圧接着剤が、複合部品を製造するためのレイアッププロセス中に少なくとも1層のプリプレグに接着可能であり、かつ前記レイアッププロセスが完了した後に前記プリプレグを解放可能である。

30

【0007】

先述の一般的な記載及び後述の詳細な説明は、例示及び説明に過ぎず、特許請求されると本教示を制限するものでないとして理解すべきである。

【0008】

本明細書に組み込まれ、かつ、この明細書の一部を構成する添付図面は、本教示の態様を例示しており、説明部分と共に、本教示の原理を説明する役割を果たしている。

【図面の簡単な説明】

【0009】

【図1A】本開示によるプリプレグ製造技術を使用して複合部品を製造するための方法を示す。

40

【図1B】本開示によるプリプレグ製造技術を使用して複合部品を製造するための図1Aの続きの方法を示す。

【図1C】本開示によるプリプレグ製造技術を使用して複合部品を製造するための図1A及び図1Bの続きの方法を示す。

【図2】本開示の実施例による、ATR結晶からのサンプル除去後にSOLPRENE（登録商標）9618感圧接着剤（「PSA」）でコーティングされた剥離膜及び残留物のFTIRスペクトルを示す。全ての残留物のピークは、PSAでコーティングされた剥離膜のピークの強度の1%未満である。

【図3】本開示の実施例による、ATR結晶からのサンプル除去後にCALPRENE（登録商標）540接着剤でコーティングされた剥離膜及び残留物のFTIRスペクトルを

50

示す。全ての残留物のピークは、P S Aでコーティングされた剥離膜のピークの強度の1 %未満である。

【図4】本開示の実施例によるタック試験プロセスの概略図を示す。剥離膜は、調整可能な接着面がプリプレグに面している状態でプローブの底にある。

【図5】本開示の実施例によるC A L P R E N E 5 4 0 接着剤への樹脂転写のF T I R 分析を示す。3 3 6 5 c m⁻¹での強度は、1 5 のプリプレグ接触サイクル後に1 . 1 μ g - 樹脂 / c m² 未満の表面濃度を与える。

【図6】本開示の実施例による、1 5 のプリプレグ接触サイクル後に1 . 0 μ g - 樹脂 / c m² 未満の表面濃度を示す、S O L P R E N E 9 6 1 8 感圧接着剤への樹脂転写のF T I R 分析のグラフである。

【図7】本開示の実施例による、C A L P R E N E 5 4 0 感圧接着剤及びプリプレグ樹脂のF T I R スペクトルを示す。挿入図は、プリプレグの樹脂からのバンドが、接着剤からのバンドと重ならない3つの領域、左側挿入図がおおよそ3 3 6 5 c m⁻¹、右側挿入図がおおよそ1 5 1 0 c m⁻¹、及び1 1 4 5 c m⁻¹である、領域周囲の詳細を示している。

【図8】図7のスペクトルに対するバックグラウンド領域の拡大図を示す。基線のオフセットが見られる。2点線形バックグラウンド補正のおよその位置が示されている。

【図9】本開示の実施例による、表面のプリプレグからのエポキシ樹脂を含む感圧接着剤の透過率のスペクトル及びバックグラウンドを示す。樹脂及び接着剤からのバンドが示されている。バックグラウンド（黒色の直線）は、3 8 0 0 及び2 2 0 0 の波長で小点により示された2つの点から得られた。

【図10】本開示の実施例による、補正されたバックグラウンド、ゼロ基線、感圧接着剤上のプリプレグ樹脂の吸収スペクトル、樹脂を含まない接着剤、及び様々な量の樹脂を含む接着剤を示す。挿入図は、接着剤のC - H ストレッチのピーク強度を示す。

【図11】本開示の実施例による、感圧接着剤上のプリプレグからのエポキシ樹脂の標準サンプルに基づく校正曲線を示す。上軸は、1 : 1 0、1 : 2 0、1 : 5 0、1 : 1 0 0、1 : 2 0 0、1 : 3 0 0 及び1 : 5 0 0 の原液希釈液からの樹脂溶液濃度を提供する。底軸は、0 . 4 4 c m² にわたって分散する1 0 μ l の液滴からの樹脂表面濃度を提供する。円は、3 2 走査スペクトルからのデータポイントを示す。無地の正方形（O p e n s q u a r e s）は、低濃度、1 μ g / c m² 未満の濃度で使用され、以下（図13）に記載されるような検出限界を決定するための、1 0 2 4 走査スペクトルからのデータを示す。1 : 1 0、1 : 2 0、1 : 5 0 及び1 : 1 0 0 の希釈液に対する3 2 走査スペクトルの線形フィットが示される。

【図12】本開示の実施例による、H R L F T I R システムのための接着剤への樹脂転写に対する校正曲線を示す。3 3 6 5 c m⁻¹でのI R 強度からの樹脂表面濃度；最も良好なフィット（実線）、± 1 σ の上限及び下限（破線）。

【図13】本開示の実施例による、C A L P R E N E 5 4 0 接着剤上の低濃度のプリプレグ樹脂を示す。1 : 2 0 0（点線、2つのスペクトル）及び1 : 5 0 0（破線）の希釈液からの標準サンプルに関するスペクトルが示される。バックグラウンド補正後に、接着剤の強度（2 8 0 0 c m⁻¹から3 1 0 0 c m⁻¹）が5 % 以内に重なる。挿入図は、拡大倍率約5 0 倍の樹脂吸収の領域を示す。

【発明を実施するための形態】

【0010】

図面の幾つかの細部は、厳密な構造的な精度、細部、及び縮尺を維持するよりむしろ、理解を促すために簡略化されて図示されていることに留意されたい。

【0011】

ここから、実施例が添付図面に例示されている本教示を詳しく参照することになる。図面において、同一の要素を示すために、類似の参照番号が全体を通して使用されている。以下の説明において、添付図面を参照するが、添付図面は本明細書の一部を形成するものであり、本教示を実行する特定の例示的な実施例によって示されている。したがって、以下

10

20

30

40

50

の説明は単なる例示にすぎない。

【0012】

本開示は、プリプレグ製造技術を使用して複合部品を製造するための方法を対象とする。図1Aから図1Cを参照すると、方法は、成形ツール102の表面を、ポリマーシート106及び感圧接着剤108を含む剥離膜104で覆うことを含む。感圧接着剤108は、ポリマーシート106に堆積する又は別の方法で取り付けられる層など、剥離膜104とプリプレグとの間に所望の接着を提供することになる任意の適した形態とすることができる。図1Bを参照すると、少なくとも1層のプリプレグ110が剥離膜104の上にレイアップされ、レイアップされた複合部品112が形成される。感圧接着剤108により、少なくとも1層のプリプレグ110がプロセス中に剥離膜104に接着可能となる一方で、有害な量の残留物を残さずに、又はプリプレグから形成される複合部品を損傷させずに、プリプレグから除去される能力を有する。

10

【0013】

図1Cに示されるように、レイアッププロセス完了後に、成形された複合部品112が、剥離膜104から除去される。複合部品112の除去中に、複合部品112を感圧接着剤に保持する接着力は、感圧接着剤から複合部品112を引っ張るために、接着力より大きな力を印加することによって、克服される。図1Bのレイアップステップ及び図1Cの除去ステップは、成形ツール102から剥離膜104を除去せずに、所望数の複合部品112を形成するために、1回又は複数回など任意の回数、実行することができる。例として、レイアップするステップ及び除去するステップは、5回から50回、例えば10回から30回、又は15回から25回のように、実行することができる。

20

【0014】

プリプレグ110は、任意の適したプリプレグとすることができる。プリプレグは、当該技術分野においてよく知られており、一般的に接着樹脂に繊維を含んでいる。例として、プリプレグは、炭素繊維強化プラスチック、及び／又は複数のプリプレグを共に接着する接着剤として有効に作用する一又は複数のエポキシ化学基を含むことができる。プリプレグのエポキシはまた、剥離膜の圧感ポリマー接着剤108などの他の材料にも潜在的に接着する。例として、本開示のプロセスで用いられるエポキシ系プリプレグは、約30kPaから約120kPaまでなど、10kPaを上回る鋼板に対する閾値接着強度を有しているということができ、その接着強度は、鋼プローブが剥離膜104に取り付けられることなく使用されることを除き、図4について以下で説明されるタック試験を使用して測定される。

30

【0015】

ポリマーシート106は、プリプレグ110に非接着の任意の非接着ポリマー材料であって、独立型基板として作用し、成形面に一致し、かつ他のプリプレグ処理状態に耐えられる構造的能力を有する任意の非接着ポリマーを含むことができる。ポリマーシート106は、一般的に、アクリル、ゴム、スチレン-ブタジエンスチレンコポリマー又は他のスチレンコポリマーを含有しない。例えば、適した非接着のポリマーシートは、ポリエチレン、ポリエチレンテレフタレート（「PET」）、フッ素化エチレンプロピレン（「FEP」）、ナイロン及びこれらの組み合わせのポリマーから選択された材料を含むことができる。ポリマーシート106の厚さは、例えば、0.001インチから0.004インチなど、0.0001インチから0.01インチまでの範囲とすることができる。

40

【0016】

「感圧接着剤」という用語は、乾燥状態（例えば、溶媒と水の両方が実質的にない）で、室温で強力かつ永続的に粘着性のある接着材料であって、1平方インチ当たり20ポンドを上回る圧力が加えられる必要がなくとも単に接触すると、紙、プラスチック、ガラス、木材、セメント及び金属を含む様々な異種の表面に室温でしっかりと接着する接着材料の明確なカテゴリーを指定するために本明細書では定義される。これらの製品は、そのような材料に対して強力な接着保持力を発揮するために、水、溶媒又は熱による活性化を必要としない。それら製品のタックが強烈であるにもかかわらず、それらの製品を指で扱って

50

、残留物を著しく残さずに、滑らかな表面から除去することができるように、それらの製品には、十分な接着性保持力及び弾性的性質がある。「実質的にない (substantially free)」という表現は、本明細書中では、組成物の総重量に対して5重量%を意味すると定義される。実施例では、「感圧接着剤」は、組成物の総重量に基づき、0重量%から約3重量%までなど、0%から5%の溶媒と水との両合計重量を有することができる。

【0017】

感圧接着剤は、圧力下でプリプレグの表面と一致可能であり、これにより、表面積接触が増し、次に接着剤とプリプレグとの間のファンデルワールス力が増す。増大したファンデルワールス力は主要な機構に接着性を提供すると考えられる。接着剤は乾燥した形態で塗布することができるので、接着剤の乾燥又は硬化は、所望の接着力を達成するために不要である。乾燥又は硬化した接着剤で発生するような、表面同士の間での、共有結合性化学結合又はイオン性化学結合などの化学結合によって、著しい接着性が実現されることはない。

10

【0018】

感圧接着剤108は、レイアップ中に滑りを著しく低減するために十分プリプレグ110に接着される一方で、同時に、複合部品を損傷せずに（例えば、炭素繊維を引き抜いたり、プリプレグに材料を転写したりして、望ましくない方法で硬化部品の特性を変えることなく）、レイアップ完了後に複合部品112から解放することができる特性を有するように選択される。実施例として、感圧接着剤は、プリプレグ110と、約3kPaから約50kPaまでのピーク接着力、又は約5kPaから約25kPaまでのピーク接着力など、約1kPaから約500kPaまでのピーク接着力の接着剤でコーティングされた剥離膜104との間にピークの引張強度(kPa)を有することができ、この場合、ピーク接着力は、図4に関して本明細書に記載されたように決定される。

20

【0019】

感圧接着剤108の厚さは、例えば、0.001インチから0.004インチ、又は0.001インチから0.002インチなど、0.0001インチから0.01インチまでの範囲とすることができる。剥離膜104の感圧接着剤108は、部品毎に新しい剥離膜を使用する労力と無駄を省くために、複数のレイアップサイクルにわたって再利用することができる。加えて、感圧接着剤は、約マイナス150°Cから約0°Cまで、又は約マイナス100°Cから約マイナス50°Cまでなど、20°C未満のガラス転移温度を有することができ、かつ約100%から約1000%の弾性など、室温で50%を上回る弾性（例えば、50%を上回ること伸長が表示できるように、20°Cで十分な弾性）を有することができる。弾性が高いことにより、材料は解放中に一緒に保持可能となり、これによって複合部品上に残る接着剤残留物の量が低減され则认为られる。

30

【0020】

感圧接着剤は、1つ、2つ、3つ又はそれ以上のモノマーユニットを有する線形ポリマー、分枝状ポリマー、ランダムポリマー又はブロックポリマーを含むことができる。例示的感圧接着剤は、アクリル樹脂、ポリウレタン、ゴム、スチレン-ブタジエンスチレンコポリマー、エチレンビニルアセテート、スチレン ブロック コポリマー、及びこれらの組み合わせ、例えば、スチレン-エチレン/ブチレン-スチレン (SEBS) ブロックコポリマー、スチレン-エチレン/プロピレン (SEP) ブロック コポリマー、スチレン-イソブレン-スチレン (SIS) ブロック コポリマー、又はこれらの組み合わせなど、の接着剤から選択された材料を含むことができる。例として、感圧接着剤は、スチレン-ブタジエンスチレンブロックコポリマー、スチレン-ブタジエンスチレンランダムコポリマー及びこれらの組み合わせの接着剤から選択された材料を含む。

40

【0021】

感圧接着剤が、第1のブロック及び第2のブロックを有するブロックコポリマーを含むことができ、第1のブロックが20°C未満のガラス転移温度を有し、第2のブロックが20°Cを上回るガラス転移温度を有している。スチレンブタジエンコポリマーは、1つのその

50

ような例であり、ブタジエンが室温未満のガラス転移でポリマーを形成するモノマーである一方で、ポリスチレンは、90℃から100℃のガラス転移温度を有している。そのようなポリマーの特定の例が、以下の表2に示されている。

【0022】

感圧接着剤のポリマーは、処理中にプリプレグに移る感圧接着剤から残留物を除去又は排出するために、比較的高い分子量を有することができる。例として、質量平均分子量は、約80,000g／モルから約1,200,000g／モルまで、又は約100,000g／モルから約1,000,000g／モルまでなど、約70,000g／モルから約1,500,000g／モルまでとすることができる。

【0023】

感圧接着剤の中のブロックコポリマーの量は、所望の特性を提供することになる任意の適した量とすることができる。例として、ブロックコポリマーの量は、感圧接着剤の総重量に基づき、感圧接着剤の50重量％から100重量％まで、例えば、80重量％から99重量％まで、又は90重量％から96重量％までなど、の範囲とすることができる。接着剤が乾燥又は硬化していないので、コポリマーの範囲は、感圧接着剤のプリプレグへの接着前及び接着中のみならず、複合部品の接着剤からの解放後も同じくらいとすることができる。

【0024】

本開示の組成物は、接着剤がなくてもよく、これはブロックコポリマーのみが接着剤として用いられることを意味している。代替的には、本明細書に記載のブロックコポリマーに加え、本開示の感圧接着剤は、オプションで、例えば、キャリア液、可塑剤、粘着剤、酸化安定剤及びUV安定剤、並びに粘度、接着強度、及び含水量を経時的に保持する能力、並びに他の所望の特性を管理するための他のそのような構成要素など、任意の他の適した成分を任意の所望量含むことができる。本開示で明示的に記載されていない成分は、限定することができ及び／又は本明細書で開示された感圧接着剤から除外することができる。したがって、熱可塑性ポリマー及び任意のオプションの成分、例えば、キャリア液、可塑剤、粘着剤、酸化安定剤及び／又はUV安定剤などは、本開示の組成物中で用いられる全成分の90重量％から100重量％まで、例えば、全成分の95重量％から100重量％まで、98重量％から100重量％まで、99重量％から100重量％まで、又は100重量％を加えることができる。

【0025】

上記のように、感圧接着剤からの複合部品の解放は、複合部品と感圧接着剤との間のファンデルワールス引力を克服するために十分な引張力を印加することによって実現される。複合部品を解放するために力を加えるとき、感圧接着剤は、複合部材を含む共有表面積から引き離されるように伸びることになり、これにより、その共有表面積が漸次的に低減する一方で、複合部品と接着剤との間の界面で作用しなくなるように、なおも一体的に保持される (while still holding together so as to fail at the interface between the composite part and the adhesive)。弾性により、複合部品がより簡単に除去可能となり、複合部品上の残留物の量を限定するのに役立つ。

【0026】

再び図1Cを参照すると、レイアップされた複合部品112の除去は、任意の適した方法で実行することができる。例えば、剥離膜の感圧接着剤108よりも強力に複合部品112に接着するツールで除去することができる。例えば、ツールは真空チャックとすることができる。別の例では、ツールは、複合部品112 (it) を剥離膜104から分離できるように、十分な強度で複合部品112に接着する接着剤を含む表面を有することができる。

【0027】

型から複合部品を除去した後に、複合層には感圧接着剤がほとんど又は全く残らない。例として、10マイクログラム／cm²未満の感圧接着剤が、プリプレグ110のレイアップ

10

20

30

40

50

ブ中に感圧接着剤 108 と接触していた複合部品の表面 114 に残る。別の例として、2 マイクログラム / cm^2 未満又は 1.5 マイクログラム / cm^2 未満など、5 マイクログラム / cm^2 未満の感圧接着剤 108 が、複合部品の表面 114 に残る。残留物の量は、以下の実施例 3 に記載される残留物分析手順を使用して決定することができる。

【0028】

剥離膜 104 は、任意の適した方法により製作することができる。例えば、感圧接着剤は、ポリマー堆積用のコーティング技術を使用してポリマーシート 106 上に塗布することができる。当該技術分野において、多様なポリマーコーティング技術が知られている。必要であれば、ポリマーシートは、非接着ポリマー材料と感圧接着剤 108 との間の接着性を高めるために、プラズマ処理することができる。接着性を高めるための任意の適したプラズマ処理技術を使用することができる。ポリマー膜及び他の基板をプラズマ処理するための技術が、当該技術分野において一般的によく知られている。例えば、コロナ処理は、膜コーティング製造ラインで行われる一般的な産業プラズマ処理手順である。

10

【実施例 1】

【0029】

サンプル用意及び接着特性

感圧接着剤が、以下のプロセスを使用して、非接着剥離膜基板の上に塗布された。接着剤及び剥離膜基板が、以下の表 1 に列挙されている。剥離膜基板には、感圧接着剤と剥離膜基板との間の接着を高め、プリプレグ除去中に層間剥離を防止するために、まずコロナ処理又はプラズマ処理が行われた。接着剤が、 $37 \text{ g} / \text{m}^2$ の負荷 ($25 \text{ g} / \text{m}^2$ で 1 つのサンプルが製作された) でのトルエン中の溶液として、コロナ処理された剥離膜基板上にコーティングされた。

20

【実施例 2】

【0030】

サンプル用意及び接着特性

用意されたサンプルに対する接着 (例えば、タック) 測定が、以下のように行われた。モード 1 タックが、0-50 N ロードセルを有する Malvern Kinexus レオメータを使用して測定された。フリーザーから外に 1 日出したプリプレグサンプルが、55 % の相対湿度 (「RH」) 72°F で 4 時間、事前に調整された。本開示の試験に使用されたプリプレグは、中間モジュール式 (「IM」) 炭素繊維及びエポキシ樹脂を含む東レ 3900-2 / T800S 型プリプレグであった。感圧接着剤を含む剥離膜は、平らな直径 8 mm の円形鋼プローブに取り付けられ、プリプレグは、レオメータ底板に接着された。タック試験は、プローブをサンプルの上に落とし、プローブを用いて 30 秒間 12 インチの水銀に相当する圧力をサンプルに印加し、 $1 \text{ mm} / \text{s}$ でプローブを引き上げることに より実行された (図 4)。表 1 に示されるように、試験された感圧接着剤は、プリプレグへの広範な接着レベルを示す。

30

表 1 剥離膜上の感圧接着剤

40

50

接着剤候補	接着剤の化学構造	剥離膜基板	プリプレグと接着剤でコーティングされた剥離膜との間のピーク引張強度 (kPa)	プリプレグと接着剤でコーティングされた剥離膜との間の接着エネルギー ($\mu\text{J}/\text{cm}^2$)
Dynasol SOLPRENE 1205	ポリ(スチレン-ブタジエーン-スチレン) ゴム	プラズマ処理されたFEP	21.4	0.34
Dynasol SOLPRENE 1205	ポリ(スチレン-ブタジエーン-スチレン) ゴム	PET	12.4	0.17
Elvax 4310	エチレンビニルアセテート	PET	101.7	2.99
Kuraray Septone 2063	水素化スチレンブロックコポリマー	プラズマ処理されたFEP	31.9	0.61
Kuraray Septone 2063	水素化スチレンブロックコポリマー	PET	49.2	0.87
Lubrizol HP 4080-20	ポリウレタン	プラズマ処理されたFEP	105.6	3.56
Lubrizol HP 4080-20	ポリウレタン	PET	56.8	1.35
Ashland Aroset 1450	アクリル感圧接着剤	FEP	95.0	4.30
Ashland Aroset 1450	アクリル感圧接着剤	PET	プリプレグに転写されたPSA	該当なし
Avery Dennison H210	ホットメルト接着剤	FEP及びPET	プリプレグに転写されたPSA	該当なし
Cattie 8333	ホットメルト接着剤	FEP及びPET	プリプレグに転写されたPSA	該当なし
Kuraray Kurarity LA 2140	エチルメタクリレート及びブチルアクリレートのブロックポリマー	FEP及びPET	プリプレグに転写されたPSA	該当なし
Nipol DM 1201	アクリロニトリル、ブタジエン及びイソブレンのターポリマー	PET	プリプレグに転写されたPSA	該当なし

10

20

30

40

【0031】

SOLPRENE (登録商標) 1205、PET上のポリ(スチレン-ブタジエーン-スチレン) ゴム及びプラズマ処理されたFEPは、接着性が低いので、更なる試験のために選択された。赤外分光法を使用して、この材料が、接触後にプリプレグに転写されることが示された。SOLPRENE 1205は、平均分子量52,000 g/molを有している。したがって、高分子量スチレン-ブタジエーン-スチレンポリマー接着剤が、表2で示されるように試験された。

表2 試験された高分子量接着剤

50

接着剤候補	接着剤化学構造及び分子量	プリプレグと接着剤でコーティングされた剥離膜との間のピーク引張強度 (kPa)
コロナ処理されたWL 3800PET上のSOLPRENE 4302	33%スチレン 67%ブタジエン ブロックポリマー Mw=110kg/モル	68
コロナ処理されたWL 3800PET上のCALPRENE 500	30%スチレン 70%ブタジエン ランダムポリマー Mw=110kg/モル	49
コロナ処理されたWL 3800 PET (37g/m ² 接着剤) 上のSOLPRENE 9618	31%スチレン 69%ブタジエン ブロックポリマー Mw=800kg/モル	43
コロナ処理されたWL 3800 PET (25g/m ² 接着剤) 上のSOLPRENE 9618	31%スチレン 69%ブタジエン ブロックポリマー Mw=800kg/モル	42
コロナ処理されたWL 3800PET上のCALPRENE 540	40%スチレン 60%ブタジエン マルチアームランダムポリマー Mw=110kg/モル	21

表2の主な結論は以下のとおりである。

●CALPRENE（登録商標）540及びSOLPRENE（登録商標）9618は、最も魅力的なサンプルであった。

○CALPRENE 540は、所望の21kPaピーク接着力タックを有している。

○SOLPRENE 9618は、2番目に低いピーク接着力を有している。

●高分子量接着剤を使用することにより、残留物が低減された。分子量が100000g/モル未満であるときに、プリプレグに転写される材料はなかった、又は実質的になかった。

●一定の分子量でのブロックポリマー構造からランダムコポリマーまでの転移によってまた、接着性が低下した（SOLPRENE 4302対CALPRENE 500）。

【0032】

SOLPRENE 9618を除き、表2のPSAの全てが線形ポリマーから形成される。SOLPRENE 9618は、追加のポリマー鎖が主鎖から成長する分岐点を有しており、したがって、「マルチアーム型」分岐ポリマーを有している。更に、SOLPRENE 9618は、伸長性が高く、室温未満のガラス転移温度を有する（例えば、-89℃のガラス転移温度を有し、破壊されることなく850%伸長することになる）ランダムポリマーである。CALPRENE及びSOLPRENEの両方が、テキサス州ヒュース

トンの Dynasol LLC から市販されている。

【実施例 3】

【0033】

残留物分析

レイアップ中の感圧接着剤でコーティングされた剥離膜からプリプレグまでの材料転写の傾向を調査するために、残留物の分析が実行された。この試験の手順は、FTIR ATR 結晶に対して、材料、この場合は、表 2 の PSA コーティングされた剥離膜の 1 つを押圧すること、材料の 128 走査吸収スペクトルを収集すること、材料を除去すること、及び ATR 結晶における残留物の 128 走査吸収スペクトルを収集することから構成された。SOLPRENE 9618 の残留物が図 2 に示され、CALPRENE 540 が図 3 に示されている。両方の場合に、残留物ピーク強度が接着剤ピーク強度の 1 % 未満であり、これはわずかな残留物レベルである。

10

【実施例 4】

【0034】

再利用性データ

15 までのレイアップサイクルに対して再利用性を試験するために、プリプレグから感圧接着剤がコーティングされた剥離膜までの樹脂転写を数量化するための方法が開発された。樹脂転写は、剥離膜とプリプレグとの間の接着を高め、結果的に、剥離膜が複数回再利用される場合に、繊維がプリプレグから引き抜かれる可能性がある。樹脂転写は、感圧接着剤でコーティングされた剥離膜とプリプレグとの間に設定した圧力を印加することより試験され、以下でより詳細が検討される。複数サイクルの樹脂転写が、プリプレグと CALPRENE 540 及び SOLPRENE 9618 との間で実行され、続いてタック試験が行われ、感圧接着剤で処理された剥離膜の上の樹脂レベルが測定されたが、これについてもまた以下でより詳細が検討される。タック試験は追加のプリプレグ接触サイクルであり、したがって、表 3 における 16 のサイクルを有するサンプルが、15 のプリプレグ接触サイクルを受けたことに留意されたい。同様に、表 3 における 2 つのサイクルを有するサンプルが、タック試験前に 1 つのプリプレグ接触サイクルを受けたのに対し、1 つのプリプレグ接触サイクルを受けたサンプルはタック試験だけを受け、続いて膜上の樹脂レベルが測定された。

20

表 3 プリプレグ接触サイクル後の樹脂表面濃度及びタック

30

40

50

サンプル（#タック試験を含むプリプレグ接触サイクルのもの）	表面の樹脂濃度（ $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ）	コーティングされた剥離膜とプリプレグとの間のピーク接着強度（ kPa ）	コーティングされた剥離膜とプリプレグとの間の接着エネルギー（ $\mu\text{J}/\text{cm}^2$ ）
CALPRENE 540（1）	< 1. 0	2 1	0. 3
CALPRENE 540（2）	< 1. 2	1 4	0. 8
CALPRENE 540（16）	< 1. 2	2 6	0. 6
CALPRENE 540（2）複写	< 1. 0	1 5	0. 4
CALPRENE 540（16）複写	< 1. 0	7	0. 1
SOLPRENE 9618（1）	< 1. 2	4 2	0. 8
SOLPRENE 9618（2）	< 1. 0	1 0	0. 3
SOLPRENE 9618（16）	< 1. 6	1 7	1. 0

10

20

30

40

50

【0035】

表3において、ピークの接着強度は、全てのサンプルの複数のプリプレグ接触サイクルに対して30kPa未満で維持される。したがって、膜の上の余分な樹脂は、露出した剥離膜（PSAコーティングがない非接着剤ポリマー基板）で観察されるように接着性が増加することはない。これらの結果に基づき、PSAコーティングされた剥離膜は再利用可能である。

【0036】

同一の表面で複数のプリプレグのレイアップをシミュレーションし、プリプレグから上の表3で報告された感圧接着剤でコーティングされた剥離膜までの樹脂転写の程度を調査するために、プリプレグ接触サイクルが、CALPRENE 540及びSOLPRENE 9618の試験クーポン（2つの最高性能の感圧接着剤）を用いて行われた。サイクル毎に、接着剤でコーティングされた剥離膜の25mm直径のディスクが、光学ガラス平面に接着剤でレイアップされた。30mm×30mm角のプリプレグ片が、接着剤の上に載置された。プリプレグの片は、なおも表を上にした裏紙（backing sheet）を含んでいた。次に、第2の光学ガラス平面が、スタックを完成させるプリプレグ上に載置された。接触をシミュレーションするために、2kgのおもりがスタック上に1分間置かれた。この質量は、300mmのHgと同量である。複数のサイクル中に、おもりが除去され、プリプレグが接着剤でコーティングされた剥離膜から剥がされ、プリプレグの新しい片が使用され、このプロセスが反復された。15までのサイクル（接着剤でコーティングされた剥離膜の単一クーポンによる）が実行された。

【0037】

樹脂転写量を決定するために、FTIR分光法が使用され、コロナ処理されたPET剥離膜上のCALPRENE 540及びSOLPRENE 96181接着剤に対する1×及び15×プリプレグ接触サイクル後の樹脂表面濃度を測定するために使用された。CA

L P R E N E 接着剤に対する選択結果が図 5 に示されている。15 x プリプレグ接触サイクル後に、I R は、プリプレグ樹脂のピークが本質的にないことを示している。ピークはないが、I R 強度は、C a p l r e n e 540 接着剤制御に対して高まっている。この強度が高まった原因は、完全には理解されていないが、プリプレグとの接触による表面粗度の変化に起因する可能性がある。樹脂からはっきりとしたピークが見られないにもかかわらず、 3365 cm^{-1} 付近で I R 強度を単に使用することにより、 $1.1\text{ }\mu\text{g}-\text{樹脂}/\text{cm}^2$ 未満の表面濃度が与えられるが、これは I R 測定に対して我々の概算した検出に近い。S O L P R E N E 9618 での 15 x サイクルに対する結果が、図 6 に示されている。この試験について、C A L P R E N E 標準のピークからは僅かにずれているが、樹脂からはっきりとしたピークが見られる。このずれの原因は、理解されていない。それにもかかわらず、ピーク強度を使用することにより、 $1.0\text{ }\mu\text{g}-\text{樹脂}/\text{cm}^2$ の表面濃度が与えられる。

10

20

30

40

50

【0038】

樹脂転写数量化方法に関する追加的詳細が、ここから検討されることになる。接着剤上への樹脂積層を数量化するために I R 分光法を使用するには、接着剤からバンドと著しく重ならない樹脂からの少なくとも適度に強度のある吸収バンドが必要とされる。受容したままの C A L P R E N E 540 接着剤及びプリプレグ片 (A T R プレートに対する力で押圧された) の F T I R スペクトルが、図 7 に示されている。プリプレグのスペクトルは、接着剤からのバンドと重ならない樹脂からの幾つかのバンドを有している。 3365 cm^{-1} におけるバンドについて、領域に特色がない (図 7 左側の挿入図) 点で接着剤及び強度から近いバンドはない。著しい重なりのない 2 つの他のバンドは、 1145 cm^{-1} 及び 1510 cm^{-1} (図 7、右側挿入図) で発生する。 3365 cm^{-1} におけるバンドは、 1145 cm^{-1} 及び 1510 cm^{-1} におけるバンドより約 20% だけ強い。しかしながら、 1145 cm^{-1} 付近に接着剤からの弱いバンドがあり、 1510 cm^{-1} 付近に比較的強いバンドがあるため、これらのバンドは、 3365 cm^{-1} におけるバンドほど好ましくない。本明細書に記載の分析方法について、 3365 cm^{-1} におけるバンドが使用された。

【0039】

例えば、図 7 及び図 8 の詳細から分かるように、異なるスペクトルの基線は、0.01 までの吸収度単位で異なる可能性がある。小さいが、この差は、接着剤表面での少量の樹脂積層の正確な数量化に受け入れられない。この差を説明するために、2 点線形バックグラウンドがスペクトルから差し引かれた。 3800 cm^{-1} まで及び 2200 cm^{-1} までのバックグラウンド点の好ましい場所が、図 8 に示されている。

【0040】

バックグラウンドを差し引く前に、スペクトル強度が、標準的關係 I (透過率) = 10^{-I} (吸収度) を使用して、吸収度 $[I$ (吸収度)] から透過率 $[I$ (透過率)] に変換され、これにより、強度変化が濃度と線形的な関係になる可能性があるだろう。接着剤上に堆積した樹脂 (以下に説明する) を含むスペクトルの一例が、線形バックグラウンドとともに図 9 に示されている。線形バックグラウンドは、樹脂を数量化するのに好ましいバンド (3365 cm^{-1}) 及び接着剤からの C-H ストレッチバンド (2916 cm^{-1} における主要バンド) を含む、領域 2000 cm^{-1} から 4000 cm^{-1} にわたってスペクトルと一致することが分かった。

【0041】

透過率においてバックグラウンドが補正されたスペクトルであるが、 I (透過率、補正されたバックグラウンド、ゼロ基線) として指定されたゼロ (単一又は 100% と反対である) 基線で表示されたスペクトルを得るために、スペクトルが、 I (透過率、補正されたバックグラウンド、ゼロ基線) = I (バックグラウンド) - I (透過率) を使用して、バックグラウンド $[I$ (バックグラウンド)] から減算された。例えば、図 9 では、2 つのデータ点の間の直線バックグラウンドは、グラフに示した低いスペクトルを差し引いたものである。

【0042】

生じたスペクトルの幾つかの例が、図10に示されている。この透過率への変換及びバックグラウンド補正により、例えば、図10のように、撮影されたほとんどのスペクトルに対する基線は、ほとんど区別することができない。重要なことには、樹脂積層からの 3365 cm^{-1} におけるバンドは、一般的な基線に対して少なくとも20倍に及ぶ透過強度と共にはっきりと見られる。これにより、以下に記載されるように、接着剤上の樹脂量を数量化することが可能になる。理想的には、これらの変換はまた、接着剤に対する区別できないピーク強度も得るだろう。しかしながら、図10に示されるように、 2916 cm^{-1} における主要なC-Hストレッチに対するピーク強度は、0.20から0.22まで10%ほど変化する。よって、追加の乗算的標準化をスペクトルに加えることができるだろう。これは、変動性がたった10%までと比較的小さいために行われなかった。

10

【0043】

図10で示されるようなスペクトルを使用して、 3365 cm^{-1} におけるピーク強度に対する校正曲線を決定することにより（例えば、強度対樹脂濃度）、接着剤上の樹脂積層が数量化され得る。この校正曲線は、別々に知られている樹脂濃度を有する、1組の接着剤上の樹脂校正サンプルに対するスペクトルを測定することによって決定される。校正サンプルを製造するために、アセトン中に溶解した樹脂の標準溶液が、次のように調製された。

【0044】

アセトン中に溶解したプリプレグ樹脂の原液は、密封したバイアル中、30gのアセトン中のプリプレグの0.7gのサンプルを5分間まで超音波処理することによって調製された。超音波処理直後に、アセトン溶液はまだ濁っていた。サンプルは、3日間まで放置することが許可され、その間に溶液が透明になった。次いで、溶液が残りのプリプレグから注がれ、樹脂濃度が固定された。5.2516gの溶液を60℃のオーブンで蒸発させることによって、樹脂濃度が決定された。0.0356gの樹脂による残留物の重量が得られた。よって、原液は、0.0068g-樹脂/g-溶液の濃度を有していた。

20

【0045】

接着剤上への堆積樹脂の幾つかの手順が評価された。手順を評価するための2つの最も重要かつ関係する基準は、1)ATRプレートエリアにわたる空間的な均一性、2)公称で同一の樹脂濃度サンプルに対する 3365 cm^{-1} における樹脂バンドの再現可能な強度である。

30

【0046】

選択した手順は、接着剤の加熱したサンプル上への多くの小さな液滴として堆積した希釈樹脂/アセトン溶液を使用した。10 $\mu\text{ l}$ の毛細管ピペットは、毛細管の先端で接着剤に繰り返し軽く触れることにより、選択エリア上に軽く塗布された小さな液滴と共に使用された。ピペットは、プランジャがない状態で使用され、毛細管現象により充填された。各「軽い塗布(dab)」は、10 $\mu\text{ l}$ の樹脂溶液に対して約0.5 $\mu\text{ l}$ から20 $\mu\text{ l}$ の液滴を堆積させると概算された。各液滴は、エリアの小さな部分だけに広がり、したがって全体の均一性は、これらの液滴をATRにわたって手で分散させることによって実現された。加えて、接着剤基板は、70℃でホットプレートセットの上に置くことにより加熱された。これに対して、最大限10 $\mu\text{ l}$ の液滴をプランジャと共にピペットを使用して単一のステップで堆積させた場合、液滴の蒸発は均一ではなかった。液滴が蒸発する際に、液滴はより小さな液滴に分かれ、その結果、堆積した樹脂（光学的に識別することができる）が濃縮された小さなスポットを形成するだろうが、これは初めの液滴の縁付近であることが多い。多くの小さな液滴を使用することにより、この問題は軽減されるが、均一性については引き続き問題である。測定されたIR強度は、なおも、かなりばらつきがあったが、樹脂濃度毎に平均して5つまでのサンプルが、一貫した結果を与えたようだった。

40

【0047】

0.0068g-樹脂/g-溶液の樹脂濃度で作られた原料プリプレグ樹脂/アセトン溶

50

液から、1：10から1：500の希釈液が調製された。これらの溶液を使用して、標準の接着剤上の樹脂サンプルが、直径0.75 cmの円形スポット、面積0.44 cm²にわたって接着剤上に10 μlの溶液を軽く塗布することによって、調製される。これらの標準サンプルは、3365 cm⁻¹における(1-透過率)バックグラウンド補正されたIRスペクトルのピーク強度から、図11に示された較正曲線を得るために使用された。上軸は、希釈された樹脂溶液濃度を示しており、これは、将来の較正の指針として使用することができる。底軸は、樹脂溶液濃度、溶液密度(アセトン密度が0.791 g/cm³であると想定される)、堆積した総体積(10 μl=0.01 cm³)及び面積(0.44 cm²)から決定された樹脂表面濃度を示す。例えば、1：50の希釈液について、 $0.0068 \text{ g-樹脂} / \text{g-アセトン} \cdot 1 / 50 \cdot 0.791 \text{ g-アセトン} / \text{cm}^3 \cdot 0.01 \text{ cm}^3 / 0.44 \text{ cm}^2 = 2.4 \mu\text{g-樹脂} / \text{cm}^2$ である。標準サンプルの不均一性からばらつきはあるが、動きは線形に見える。示された線は、1.2 μg/cm²から12 μg/cm²までの樹脂表面濃度を有するサンプルに一致する。

10

【0048】

図11に示された線形フィットから、未知のサンプルの樹脂表面濃度は、その一致を反転させることによって決定され得る。この反転(3365 cm⁻¹におけるIR強度の関数としての表面樹脂濃度)が、線形フィッティングパラメータ、傾斜及び切片(intercept)の±1σの変化から決定された上限及び下限と共に図12に示されている。この較正について、樹脂濃度(g/cm²) = [(3365 cm⁻¹における強度) - 0.00164] / 1345である。下限は、樹脂濃度(g/cm²) = [(3365 cm⁻¹における強度) - 0.00232] / 1445である。上限は、樹脂濃度(g/cm²) = [(3365 cm⁻¹における強度) - 0.00095] / 1245である。特筆すべきは、この較正は、厳密にはこれらの実験に使用されたFTIRシステムにのみ適用されており、他のシステムには慎重に使用すべきであるということである。理想的には、使用されるシステム毎に、一組の標準サンプルが、図11に示されているように測定されるべきである。

20

【0049】

低濃度サンプル(図11、1：200、1：300、及び1：500の希釈液)から、IRによって測定された接着剤上のプリプレグ樹脂に対する検出限界が概算された。図13は、点線で示された2つの1：200の希釈液標準サンプル(公称で0.6 μg/cm²)、及び破線で示された1つの1：500の希釈液サンプル(公称で0.24 μg/cm²)に対するバックグラウンド補正1-透過率スペクトルを示す。これらのスペクトルは、1024の走査で得られた。1：500の希釈液サンプルには、ピークが観察されなかった。同様に、1：300の希釈液サンプル(図示されず)にも、ピークが観察されなかった。1：200のサンプルについては、1つのスペクトルがはっきりとしたピークを示しているが、その他はバックグラウンド上を上昇するピークの始まりを示すだけである。これらのデータ及び図11に示されたフィットから、この測定に対する検出限界は約1 μg-樹脂/cm²-接着剤であると推定される。

30

【0050】

更に、本開示には下記の条項による実施形態が含まれる。

40

条項1. 複合部品を製作する方法であって、複合部品用の成形ツールを剥離膜で覆うことであって、剥離膜がポリマーシート及び感圧接着剤を含み、剥離膜は、ポリマーシートが成形ツールと感圧接着剤との間にあるように位置付けられる、覆うことと；レイアップされた複合部品を形成するために、成形ツールを覆う剥離膜の上に少なくとも1層のプリプレグをレイアップすることであって、プリプレグが接着剤を含む、レイアップすることと；剥離膜からレイアップ複合部品を除去することを含む方法。

条項2. レイアップすること及びレイアップされた複合部品を除去することが、成形ツールから剥離膜を除去せずに複数回繰り返される、条項1に記載の方法。

条項3. 感圧接着剤は、レイアップが行われている間、少なくとも1層のプリプレグに接着し、複合部品の成形ツールからの除去中に、複合部品から解放される、条項1又は2

50

に記載の方法。

条項 4. ポリマーシートが、ポリエチレン、ポリエチレンテレフタレート（「PET」）、フッ素化エチレンプロピレン（「FEP」）、ナイロン及びこれらの組み合わせのポリマーから選択された材料を含む、条項 1 から 3 の何れか一項に記載の方法。

条項 5. ポリマーシートが、接着性を改善するためのコロナ処理されたポリマーシートである、条項 1 から 4 の何れか一項に記載の方法。

条項 6. 感圧接着剤が、50%から1000%の範囲の弾性を有している、条項 1 から 5 の何れか一項に記載の方法。

条項 7. 感圧接着剤が、アクリル樹脂、ポリウレタン、ゴム、スチレン-ブタジエンスチレンコポリマー、エチレンビニルアセテート、スチレンブロックコポリマー及びこれらの組み合わせの接着剤から選択された材料を含む、条項 1 から 6 の何れか一項に記載の方法。

10

条項 8. 感圧接着剤が、スチレン-ブタジエンスチレンブロックコポリマー、スチレン-ブタジエンスチレンランダムコポリマー及びこれらの組み合わせの接着剤から選択された材料を含む、条項 1 から 6 の何れか一項に記載の方法。

条項 9. 感圧接着剤が、約 70,000 g/mol から約 1,500,000 g/mol の質量平均分子量を有している、条項 1 から 8 の何れか一項に記載の方法。

条項 10. 感圧接着剤が、第 1 のブロック及び第 2 のブロックを有するブロックコポリマーを含み、第 1 のブロックが 20℃未満のガラス転移温度を有し、第 2 のブロックが 20℃を上回るガラス転移温度を有している、条項 1 から 9 の何れか一項に記載の方法。

20

条項 11. レイアップされた複合部品を除去することが、剥離膜の感圧接着剤よりも強くプリプレグに接着するツールで実行される、条項 1 から 10 の何れか一項に記載の方法。

条項 12. ツールが真空チャックである、条項 11 に記載の方法。

条項 13. ツールが、プリプレグに接着する接着剤を含む、条項 11 又は 12 に記載の方法。

条項 14. 複合部品の表面が、プリプレグのレイアップ中に剥離膜に接触し、感圧接着剤の 10 マイクログラム/cm² 未満が、剥離膜からレイアップされた複合部品を除去した後に、複合部品の表面に残存する、条項 1 から 13 の何れか一項に記載の方法。

条項 15. プリプレグのレイアップ用の成形ツールを用意する方法であって、成形ツールの表面を剥離膜で覆うことであって、剥離膜がポリマーシート及び感圧接着剤を含み、剥離膜は、ポリマーシートが成形ツールと感圧接着剤との間にあるように位置付けられる、覆うことを含み、感圧接着剤が、複合部品を製造するためのレイアッププロセス中に少なくとも 1 層のプリプレグに接着可能であり、かつレイアッププロセスが完了した後にプリプレグを解放可能である方法。

30

条項 16. ポリマーシートが、ポリエチレン、ポリエチレンテレフタレート（「PET」）、フッ素化エチレンプロピレン（「FEP」）、ナイロン及びこれらの組み合わせのポリマーから選択された材料を含む、条項 15 に記載の方法。

条項 17. ポリマーシートが、接着性を改善するためのコロナ処理されたポリマーシートである、条項 15 又は 16 に記載の方法。

40

条項 18. 感圧接着剤が、50%から1000%の範囲の弾性を有している、条項 15 から 17 の何れか一項に記載の方法。

条項 19. 感圧接着剤が、アクリル樹脂、ポリウレタン、ゴム、スチレン-ブタジエンスチレンコポリマー、エチレンビニルアセテート、スチレンブロックコポリマー及びこれらの組み合わせの接着剤から選択された材料を含む、条項 15 から 18 の何れか一項に記載の方法。

条項 20. 感圧接着剤が、スチレン-ブタジエンスチレンブロックコポリマー、スチレン-ブタジエンスチレンランダムコポリマー及びこれらの組み合わせの接着剤から選択された材料を含む、条項 15 から 19 の何れか一項に記載の方法。

条項 21. 感圧接着剤が、約 70,000 g/mol から約 1,500,000 g/mol

50

の質量平均分子量を有している、条項 15 から 20 の何れか一項に記載の方法。

条項 22. 感圧接着剤が、第 1 のブロック及び第 2 のブロックを有するブロックコポリマーを含み、第 1 のブロックが 20 °C 未満のガラス転移温度を有し、第 2 のブロックが 20 °C を上回るガラス転移温度を有している、条項 15 から 21 の何れか一項に記載の方法。

【0051】

本開示の広い範囲を説明している数値の範囲及びパラメータは概算であるが、特定の実施例で説明されている数値は、可能な限り正確に記載されている。しかしながら、任意の数値は、それぞれの試験的測定に見られる標準偏差から必然的に生じる若干の誤差を本質的に含んでいる。更に、本明細書で開示されたすべての範囲が、本明細書内に包含される任意のすべての部分範囲を含むと理解すべきである。

10

【0052】

本教示は一又は複数の実施態様に関して例示されてきたが、添付の特許請求の範囲の主旨及び範囲から逸脱することなく、示された例に対して変更及び／又は修正を行うことができる。また、本教示の特定の特徴が幾つかの実施態様のうちの 1 つのみに関して開示されてきたかもしれないが、こうした特徴は、任意の所与の機能若しくは特定の機能に関して所望かつ有利であり得るように、他の実施態様の一又は複数の特徴と組み合わせてもよい。また更に、「含んでいる (including)」「含む (includes)」「有している (having)」「有する (has)」「伴う (with)」又はそれらの変形用語が詳細な説明及び特許請求の範囲のどちらにも使用される限りにおいては、そのような用語は、「備えている (comprising)」という用語と同様に包含されることを意図している。更に、本明細書における考察及び特許請求の範囲において、「約」という用語は、変更が本明細書に記載の意図された目的に対してプロセス又は構造の不適合を生じさせない限り、列挙された値がいくらか変更されてもよいことを示している。最後に、「例示的」は、記述が、理想的であることを示唆するというよりむしろ、例として使用されていることを示している。

20

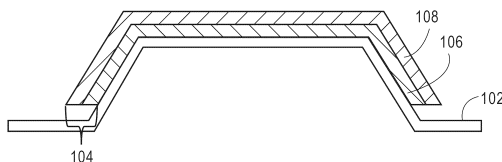
【0053】

先ほど開示された変形例並びに他の特性及び機能、若しくはそれらの代替例が、他の多くの異なるシステム又は用途に組み込まれてもよいことが理解されよう。現在予見できない若しくは予期しない様々な代替例、修正例、変形例、又はそれらの中での改良が、引き続き当業者により実行されるかもしれないが、それらもまた以下の特許請求の範囲によって包含されることになる。

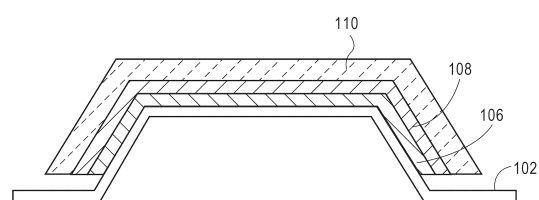
30

【図面】

【図 1 A】

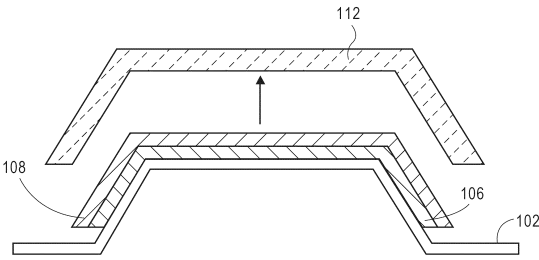


【図 1 B】

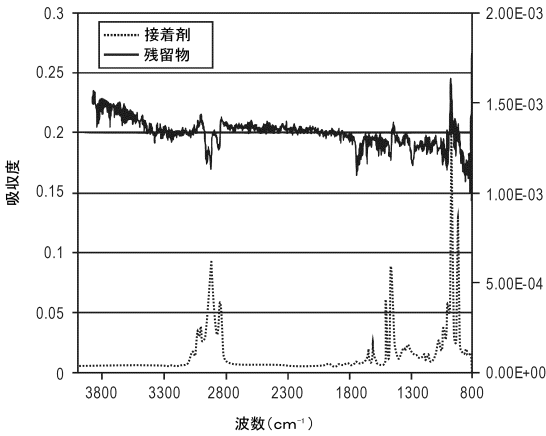


40

【図 1 C】

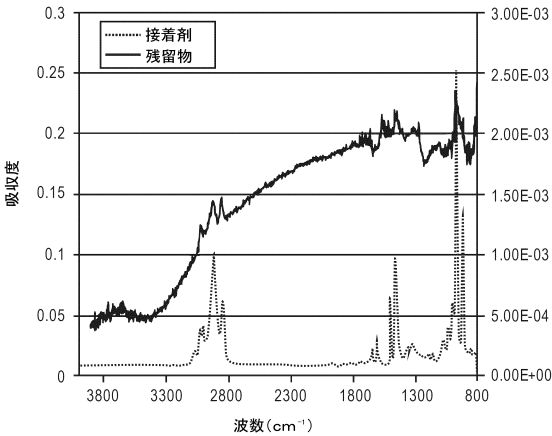


【図 2】

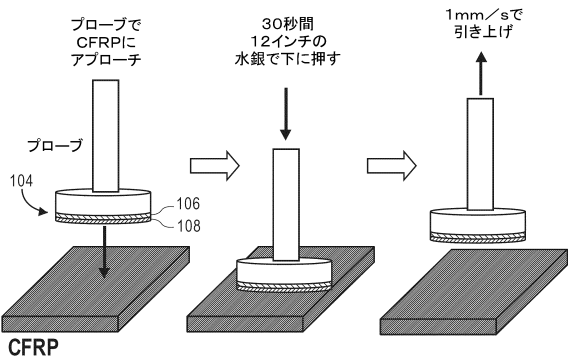


10

【図 3】



【図 4】



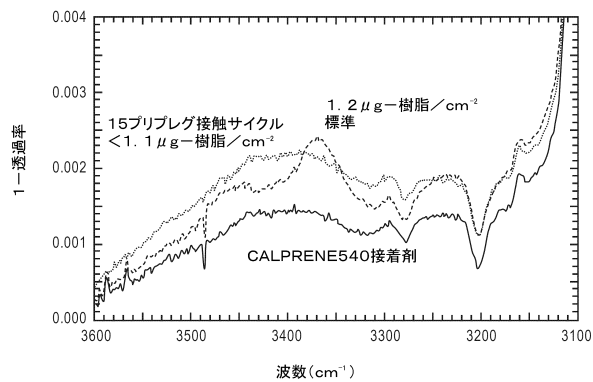
20

30

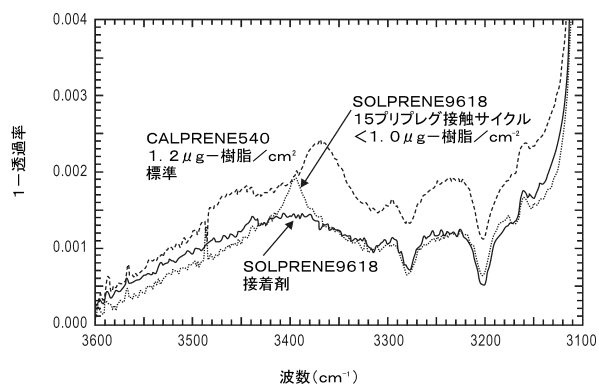
40

50

【図 5】

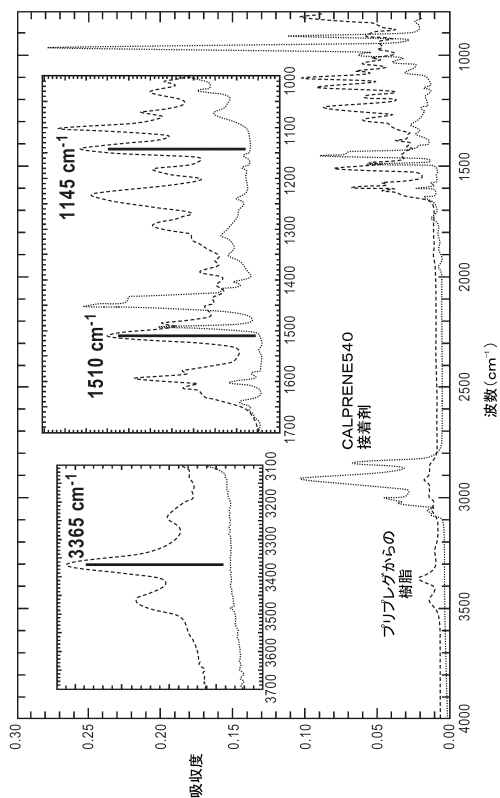


【図 6】

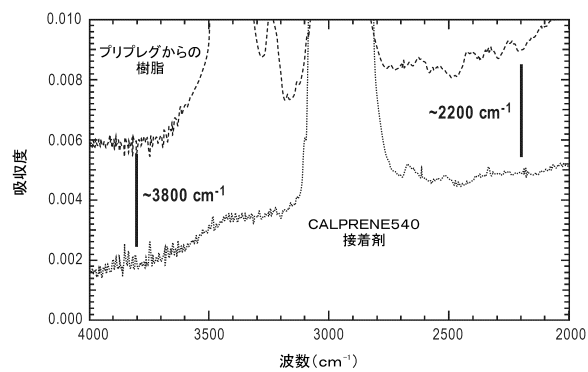


10

【図 7】



【図 8】



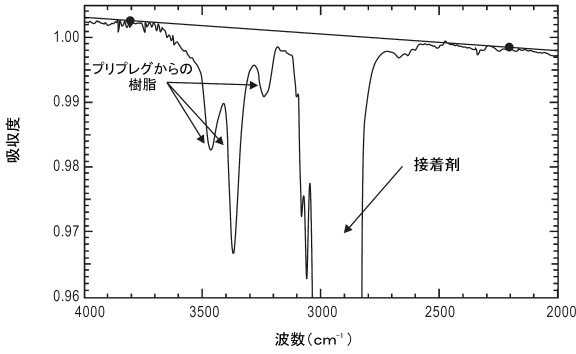
20

30

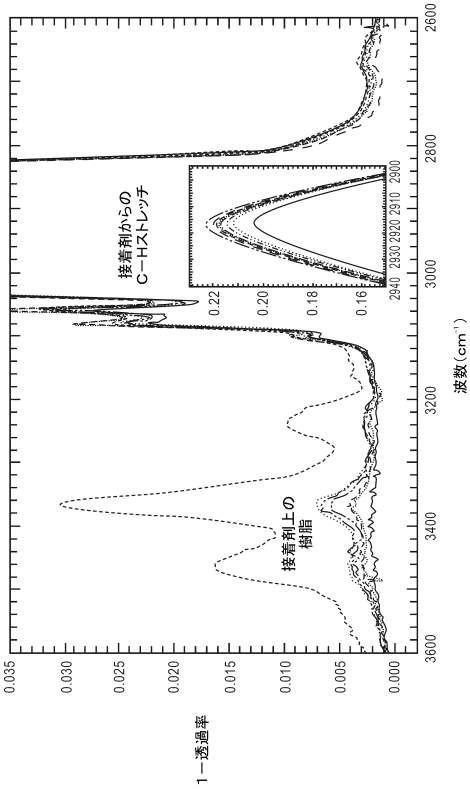
40

50

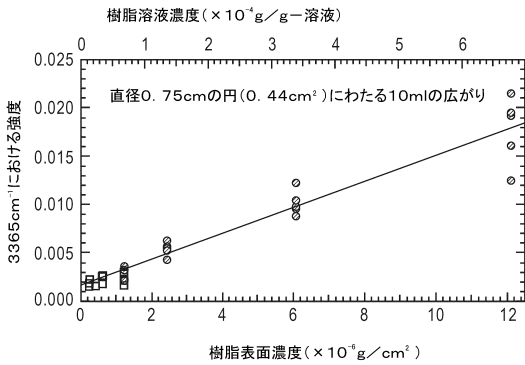
【図 9】



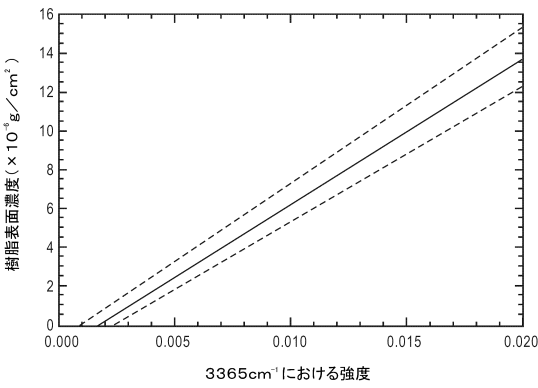
【図 10】



【図 11】



【図 12】



10

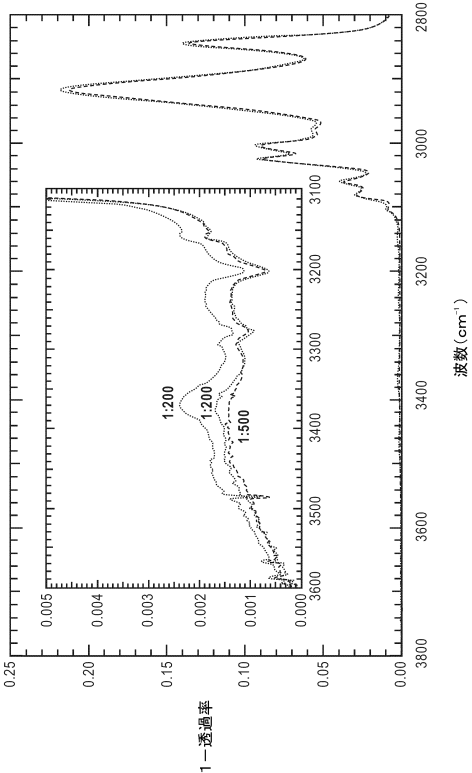
20

30

40

50

【図 13】



10

20

30

40

50

【手続補正書】
【提出日】令和4年2月8日(2022.2.8)
【手続補正1】
【補正対象書類名】特許請求の範囲
【補正対象項目名】全文
【補正方法】変更
【補正の内容】
【特許請求の範囲】
【請求項1】
明細書に記載の発明。
【外国語明細書】
2022062029000020.pdf

10

20

30

40

50

フロントページの続き

- ， マカティオ， ハーバー ハイツ パークウェイ 6500
- (72)発明者 グロス， アダム エフ.
アメリカ合衆国 カリフォルニア 90265， マリブ， マリブ キャニオン ロード 3011，
メール コード： アールエル 62
- (72)発明者 シャーマン， エレナ エム.
アメリカ合衆国 カリフォルニア 90265， マリブ， マリブ キャニオン ロード 3011，
メール コード： アールエル 62
- (72)発明者 ヴァージョ， ジョン ジェイ.
アメリカ合衆国 カリフォルニア 90265， マリブ， マリブ キャニオン ロード 3011
- (72)発明者 ノワック， アンドリュウ ピー.
アメリカ合衆国 カリフォルニア 90265， マリブ， マリブ キャニオン ロード 3011
- (72)発明者 コクソン， ブラッド アンドリュウ
アメリカ合衆国 ワシントン 98108， タックウィラ， イースト マージナル ウェイ サウス
9725， エム／エス 4イー－93
- (72)発明者 ウィルデン， カーティス
アメリカ合衆国 ワシントン 98108， タックウィラ， イースト マージナル ウェイ サウス
9725， エム／シー 4イー－93
- (72)発明者 ロッター， ダニエル エム.
アメリカ合衆国 ワシントン 98108， タックウィラ， イースト マージナル ウェイ サウス
9725， エム／シー 4アール－05
- (72)発明者 メッチャン， スティーブン リー
アメリカ合衆国 ワシントン 98108， タックウィラ， イースト マージナル ウェイ サウス
9725， メール コード： 4イー－93
- (72)発明者 デッカー， ベリー
アメリカ合衆国 オハイオ 44060， メンター， タイラー ブールバード 9079