



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0045228
(43) 공개일자 2013년05월03일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 B32B 27/04 (2006.01) **B32B 5/28** (2006.01)
 C08J 5/04 (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2012-7002147
 (22) 출원일자(국제) 2010년06월25일
 심사청구일자 없음
 (85) 번역문제출일자 2012년01월26일
 (86) 국제출원번호 PCT/GB2010/051052
 (87) 국제공개번호 WO 2010/150022
 국제공개일자 2010년12월29일
 (30) 우선권주장
 0911036.2 2009년06월26일 영국(GB)

(71) 출원인
헥셀 컴포지츠 에스.아.에스.
 프랑스 몽뜨루엘 세텍스 다그노익스 비피 27 지.
 아이. 라 플랭 (우:01121)
헥셀 컴포지츠 리미티드
 영국 캠브리지 덕스포드 (우: 씨비2 4큐디)
 (72) 발명자
엘리스, 존
 영국 씨비22 4에스에프 캠브리지 캠브리지셔 덕스
 포드 피터스필드 로드 5
피셋, 에밀리에
 영국 엔9 8피에이 그레이터 런던 엔필드 투더 로
 드 31
 (뒷면에 계속)
 (74) 대리인
특허법인 남앤드남

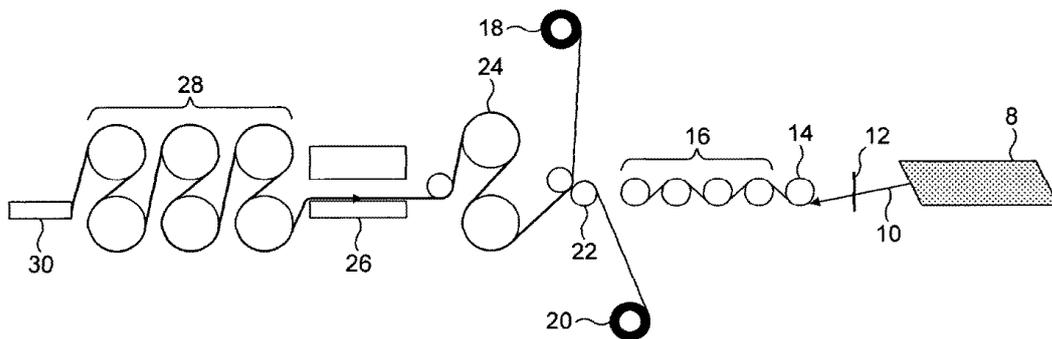
전체 청구항 수 : 총 17 항

(54) 발명의 명칭 **복합 물질 제조 방법**

(57) 요약

본 발명은 소정의 폭을 갖는 단방향 전도성 섬유 층을 공급하고, 상기 섬유의 첫째 면과 열경화성 수지를 포함하는 수지의 첫째 층을 접촉시키고, 상기 수지 및 섬유를 하나 이상의 함침(impregnation) 롤러 위를 통과시킴으로써 함께 압착시키는 것을 포함하는 프리프레그(prepreg)를 제조하는 방법에 관한 것으로, 상기 전도성 섬유 및 수지에 가해지는 압력은 상기 전도성 섬유 폭 센티미터 당 40 kg을 초과하지 않고, 상기 수지는 상기 섬유의 간극(interstice)에 진입하기에 충분한 양으로 존재하고, 상기 수지는 단방향 전도성 섬유를 본질적으로 함유하지 않는 수지의 첫째 외부 층을 발생시킨다.

대표도



(72) 발명자

틸브룩, 데이비드

영국 에섹스 사프론 왈덴 페틀랜즈 7

맥켄지, 폴

영국 씨알8 4제이비 서레이 필리 우드크레스트 로
드 78

블랑크, 이자벨

프랑스 에프-69500 브롱 튀 버랑 14

피오레, 루시엔

프랑스 에프-69007 리옹 튀 드 제를랑 61아

티존, 베르나데트

프랑스 에프-44710 포트 생뜨 페레 르 클로스 드
렛츠 튀 두 피에프 라베 레지당스 8

특허청구의 범위

청구항 1

소정의 폭을 갖는 단방향 전도성 섬유 층을 공급하고, 상기 섬유의 첫째 면과 열경화성 수지를 포함하는 수지의 첫째 층을 접촉시키고, 상기 수지 및 섬유를 하나 이상의 함침(impregnation) 롤러 위를 통과시킴으로써 함께 압착시키는 것을 포함하는 프리프레그(prepreg)를 제조하는 방법으로서, 상기 전도성 섬유 및 수지에 가해지는 압력이 상기 전도성 섬유 폭 센티미터 당 40 kg을 초과하지 않고, 상기 수지가 상기 섬유의 간극(interstice)에 진입하기에 충분한 양으로 존재하고, 상기 수지가 단방향 전도성 섬유를 본질적으로 함유하지 않는 수지의 첫째 외부 층을 발생시키는, 방법.

청구항 2

제 1항에 있어서, 열경화성 수지를 포함하는 수지의 둘째 층을 상기 섬유의 둘째 면과 접촉시키고, 상기 수지의 첫째 및 둘째 층을 상기 섬유와 함께 압착시켜 상기 수지를 상기 섬유의 간극에 진입시키는 것을 포함하는 방법.

청구항 3

제 1항 또는 제 2항에 있어서, 상기 롤러가 하나 이상의 S-랩(S-wrap) 단계를 포함하는 방법.

청구항 4

제 1항 내지 제 3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 전도성 섬유 및 수지에 가해지는 압력이 상기 전도성 섬유의 폭 센티미터 당 35 kg을 초과하지 않고, 바람직하게는 폭 센티미터 당 30 kg을 초과하지 않는 방법.

청구항 5

제 1항 내지 제 4항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 수지가 $0.001 \text{ kg}^{-1} \text{ m}^{-2}$ 미만의 압축률을 갖는 배킹 종이(backing paper) 상에서 지지되는 방법.

청구항 6

제 1항 내지 제 5항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 섬유가 필라멘트 당 0.007 내지 0.025 g의 장력 하에 있고, 이러한 장력이 상기 섬유가 이의 최초 권취부(winding) 또는 보빈(bobbin)을 떠난 직후 상기 수지와 접촉하기 전에 측정된 것인 방법.

청구항 7

제 1항 내지 제 6항 중 어느 한 항에 있어서, 미립자 물질이 첫째 수지 층, 및 존재시 둘째 수지 층 내에 분산 되는 방법.

청구항 8

제 7항에 있어서, 상기 미립자 물질의 70% 이상이 함침 후에 첫째 외부 층, 및 존재시 둘째 외부 층에 위치되는 방법.

청구항 9

제 1항 내지 제 8항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 수지가 10 rad/s의 전단 속도에서 300 Pas 미만의 70°C에서의 점성도를 갖는 방법.

청구항 10

제 1항 내지 제 9항 중 어느 한 항에 있어서, 순 양수 트림(net positive trim)이 5% 미만의 수준으로 상기 롤러에 적용되는 방법.

청구항 11

제 1항 내지 제 10항 중 어느 한 항에 따른 방법에 의해 수득가능한 프리프레그.

청구항 12

경화된 수지의 간지(interleaf) 층에 의해 분리된 단방향 전도성 섬유층의 다수의 구조 층을 포함하는 제 11항에 따른 다수의 프리프레그를 포함하는 라미네이트를 상층된 온도하에서 경화시킴으로써 수득가능한 경화된 복합 라미네이트.

청구항 13

제 12항에 있어서, 상기 간지 층이 10 내지 60 마이크로미터의 평균 두께를 갖는 경화된 복합 라미네이트.

청구항 14

제 12항 또는 제 13항에 있어서, 상기 경화된 복합 라미네이트 내의 상기 구조 층의 전체 두께 대 상기 간지 층의 전체 두께의 비가 10:1 내지 3:1인 경화된 복합 라미네이트.

청구항 15

간극 내에 열경화성 수지를 포함하는 패키징된 단방향 전도성 섬유층의 구조 층, 및 열경화성 수지를 포함하는 수지의 첫째 외부 층을 포함하는 시트-유사 프리프레그로서, 이러한 시트-유사 프리프레그가 하나 이상의 다른 프리프레그와 함께 층을 이루고 상층된 온도하에서 경화되는 경우 파상(undulation)의 상부 및 하부 표면을 갖는 패키징된 단방향 탄소 섬유층의 경화가능한 구조 층을 포함하는 경화된 시트-유사 복합 물질을 생성시키며, 상기 구조 층이 일반적으로 수지의 인터레이어(interlayer)에 의해 분리되고, 상기 파상이 존재하여 인접한 구조 층 사이의 접촉 지점이 나타나는, 시트-유사 프리프레그.

청구항 16

수지의 인터레이어에 의해 분리된 파상 상부 및 하부 표면을 갖는 디스립션(disruption)된 단방향 전도성 섬유층의 경화된 구조 층을 포함하는 경화된 시트-유사 복합 물질로서, 상기 파상이 존재하여 인접한 구조 층 사이의 접촉 지점이 나타나는, 경화된 시트-유사 복합 물질.

청구항 17

제 15항 또는 제 16항에 있어서, 상기 수지의 인터레이어가 10 내지 60 마이크로미터의 평균 두께를 갖는 시트-유사 프리프레그 또는 경화된 시트-유사 복합 물질.

명세서

기술분야

[0001] 기술 분야

[0002] 본 발명은 겹쳐 쌓는 경우 라미네이트를 형성하고, 이후에 경화되는 경우, 특히 전격(lightning strike)에 의해 야기되는 손상에 대해 개선된 저항을 갖는 복합 물질을 형성하는, 섬유 및 수지 매트릭스를 포함하는 프리프레그(prepreg)를 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0003] 배경

[0004] 복합 물질은, 특히 매우 낮은 물질 밀도에서 우수한 기계적 특성을 제공하는데 있어서 통상적인 구조 물질에 비해 널리 기록된 이점을 갖는다. 결과로서, 이러한 물질의 사용이 점점 더 증가하여 널리 보급되고 있으며, 이의 적용 분야는 "산업" 및 "스포츠 및 레저"에서 고성능 항공우주 산업 구성요소까지 다양하다.

[0005] 에폭시 수지와 같은 수지와 함께 함침된 섬유 배열을 포함하는 프리프레그는 상기 복합 물질의 생성에서 널리 사용된다. 통상적으로 상기 프리프레그의 다수의 겹이 요망시 "레이드-업(laid-up)"되고, 생성된 라미네이트는 통상적으로 상층된 온도에 의해 경화되어 경화된 복합 라미네이트가 생성된다.

[0006] 통상적인 복합 물질은 수지 층이 간지화(interleafed)된 다수의 프리프레그 섬유층, 예를 들어, 탄소 섬유의

라미네이트로 제조된다. 탄소 섬유는 약간의 전기적 전도성을 가지나, 간지 층의 존재는 상기 전기적 전도성이 단지 라미네이트의 평면 내의 복합물에서 주로 나타나는 것을 의미한다. 라미네이트의 표면에 직각 방향, 소위 z-방향의 전기적 전도성은 낮다.

- [0007] 당업자는 균일한 층을 이룬 라미네이트를 생성시키기 위해 널리 규명된 수지 층에 의해 분리된 널리 규명된 섬유 층을 갖는 간지 라미네이트를 더욱 선호한다. 이러한 명백히 규명된 층이, 예를 들어, 충격 저항에 의해 측정시 개선된 기계적 특성, 특히 인성을 제공하는 것으로 생각된다.
- [0008] z-방향에서의 전도성의 결핍은 일반적으로 전자기 위험, 예를 들어, 전격에 대한 복합 라미네이트의 취약성의 원인이 되는 것으로 받아들여진다. 전격은 매우 광범위할 수 있는 복합 물질의 손상을 야기시킬 수 있고, 비행 중의 항공기 구조 상에서 발생하는 경우 대재난이 될 수 있다. 따라서, 이는 상기 복합 물질로 제조된 항공우주 산업 구조에 특히 문제가 된다.
- [0009] 통상적으로 복합 물질의 중량을 증가시킴으로써 전도성 성분의 첨가를 포함하는 상기 복합 물질에 전격 보호를 제공하는 광범위한 기술 및 방법이 종래에 제시되었다.
- [0010] WO 2008/056123호에서, 수지 간지 층 내에 공동의 전도성 입자를 첨가하여 이들이 인접한 섬유 층에 접촉하여 z-방향의 전기 경로를 발생시킴으로써 전격 저항에서 개선이 이루어졌다. 그러나, 이는 종종 정교한 처리 방법을 필요로 하고, 피로 특성을 감소시킬 수 있다.
- [0011] 따라서, 경량이고, 우수한 기계적 특성을 갖는 전도성 복합 물질이 당 분야에 필요하다.

발명의 내용

- [0012] 발명의 개요
- [0013] 제 1 양태에서, 본 발명은 소정의 폭을 갖는 단방향 전도성 섬유 층을 공급하고, 상기 섬유의 첫째 면과 열경화성 수지를 포함하는 수지의 첫째 층을 접촉시키고, 상기 수지 및 섬유를 하나 이상의 합침 롤러 위를 통과시킴으로써 함께 압착시키는 것을 포함하는 프리프레그를 제조하는 방법에 관한 것으로, 상기 전도성 섬유 및 수지에 가해지는 압력은 상기 전도성 섬유 폭 센티미터 당 40 kg을 초과하지 않고, 상기 수지는 상기 섬유의 간극(interstice)에 진입하기에 충분한 양으로 존재하고, 상기 수지는 단방향 전도성 섬유를 본질적으로 함유하지 않는 수지의 첫째 외부 층을 발생시킨다.
- [0014] 제 2 양태에서, 본 발명은 본원에 기재된 방법에 의해 수득가능한 프리프레그에 관한 것이다.
- [0015] 또 다른 양태에서, 본 발명은 단방향 전도성 섬유의 토우(tow)를 연속적으로 공급하여 섬유의 면과 열경화성 수지를 포함하는 수지의 첫째층을 접촉시키고, 섬유의 간극에 진입하기에 충분한 수지와 섬유를 하나 이상의 S-랩(S-wrap) 단계를 통해 함께 압착하여 수지의 첫째 외부 층을 발생시키는 것을 포함하는, 프리프레그의 제조 방법에 관한 것이다.
- [0016] 임의의 범위 또는 양을 특정하는데 있어서, 임의의 특정 상한값이 임의의 특정 하한값과 관련이 있을 수 있다는 것이 주지되어야 한다.
- [0017] 용어 "본질적으로 단방향 전도성 섬유를 함유하지 않음"은 수지 층이 1 부피% 미만의 단방향 전도성 섬유를 포함하는 것을 의미할 수 있다. 그러나, 다른 물질이 요망시 수지 층에 존재할 수 있음이 주지되어야 한다.
- [0018] 본 발명에 의해 생성된 프리프레그는 디스립션(disruption)된 섬유 층을 가져, 다수의 상기 프리프레그가 함께 겹쳐 쌓는 경우 수지 간지 층에 의해 분리된 디스립션된 다수의 전도성 섬유의 구조 층을 포함하는 프리프레그 스택(stack)을 생성시키고, 이후 경화되어 우수한 인성 특성을 보유하면서 z-방향에서 훨씬 큰 전도성이 수득되는 경화된 복합 라미네이트가 형성되는 것으로 밝혀졌다. 추가로, 이는 임의의 중량의 증가를 반드시 발생시키지 않고도 달성될 수 있다.
- [0019] 공지된 간지 프리프레그는 통상적으로 2 단계 방법으로 생성된다. 첫째 단계는 섬유를 간극에 진입하는 수지와 접촉시킨 후, 미립자 물질, 통상적으로 강성제(toughener) 물질을 종종 포함하는 또 다른 수지와 접촉시킨다. 이러한 둘째 단계는 단지 미립자 물질을 포함하는 수지를 밑에 둬으로써, 다수의 상기 프리프레그를 함께 겹쳐 쌓는 경우 간지 층이 되는 수지를 함유하지 않는 균일한 두께의 전도성 섬유 층을 생성시키기 위한 것이다.
- [0020] 본 발명은 요망되는 디스립션된 구조를 발생시키는 1 단계 방법을 이용한다. 이는 2 단계 방법과 같은 수지 층을 발생시키는 것으로 생각되나, 두께는 균일하지 않고, 사실상 적소에서 0이며, 이는 구조 전도성 섬유의 인접

한 층 사이의 접촉을 가능케 한다.

- [0021] 따라서, 개선된 전도성은, 디스립션된 특성에 의해 이루어질 수 있는 인접한 섬유 층 사이에 존재하는 접촉 지점에 의해 야기되는 브릿징(bridging) 효과에 의한 것으로 생각된다. 디스립션의 정도는 수지 간지 층이 본질적으로 보존되어, 생성된 경화된 복합물이 요망되는 인성을 갖는 것을 보장하도록 해야 한다. 따라서, 높은 전도성 및 높은 인성의 명백히 상충하는 필요요건을 충족시키기 위해 중간 정도의 디스립티드니스(disruptedness)가 달성된다.
- [0022] 따라서, 균일한 섬유 층이 수지를 함유하지 않는 균일한 층의 섬유에 의해 분리되어야 한다는 당 분야의 일반적인 이해와 반대로, 섬유 층의 디스립션을 허용하고 심지어는 권장하는 것이 통상적인 균일한 간지 복합물의 기계적 성능을 갖는 전도성 복합 물질을 발생시킬 수 있는 것을 발견하였다.
- [0023] 본 발명의 방법은 통상적으로 롤러에 의해 유도되는 일련의 단계를 통해 수천개의 섬유의 통과를 포함하는 연속적 방법이다. 섬유가 보통 시트 형태의 수지와 만나는 지점이 함침 단계의 시작이다.
- [0024] 섬유가 수지와 접촉하고, 함침 구역에 도달하기 전에, 섬유는 통상적으로 각각이 수천개의 필라멘트, 예를 들어, 12,000개의 필라멘트를 포함하는 다수의 토우(tow)로 통상적으로 정렬된다. 이들 토우는 보빈(bobbin)에 마운팅되고, 섬유의 평탄한 분리를 보장하는 코우밍 유닛(combing unit)에 최초로 공급된다. 보통 보보빈 공급 위치 직후의 낮은 섬유 장력이 종국적인 프리프레그에서 섬유의 디스립션에 개선을 추가로 제공하는 것으로 밝혀졌다. 따라서, 이러한 위치에서의 필라멘트 당 장력은 바람직하게는 0.007 내지 0.025 g, 바람직하게는 0.01 내지 0.015 g이다.
- [0025] 본 발명의 방법에서, 바람직하게는 열경화성 수지를 포함하는 수지의 둘째 층은 통상적으로 첫째 층과 동시에 섬유의 다른 면과 접촉되고, 수지가 섬유의 간극에 진입하도록 수지의 첫째 층과 둘째 층이 압착된다. 이러한 방법은 1 단계 방법으로 간주되는데, 이는 섬유의 각각의 면이 하나의 수지 층과 접촉되지만, 종국적인 프리프레그의 모든 수지가 1 단계로 함침되기 때문이다.
- [0026] 수지 및 섬유의 1 단계 함침 방법이 이러한 수지 및 섬유에 적용되는 높은 압력 없이 가볍게 수행되는 것이 본 발명의 본질적인 요소인 것으로 이해된다. 이는 높은 압력이 너무 높은 정도의 디스립션을 유도하는 경향이 있기 때문이다. 따라서, 요망되는 조절된 디스립션은 1 단계 함침 및 수반되는 낮은 압력의 조합에 의해 발생한다.
- [0027] 수지 함침은 통상적으로 수지 및 섬유를 다양한 방식으로 배열될 수 있는 롤러 위를 통과시키는 것을 포함한다. 2개의 주요 배열은 간단한 "닙(nip)" 배열 및 "S-랩" 배열이다.
- [0028] S-랩 단계는, 둘 모두가 시트 형태인 수지 및 섬유를 S-랩 롤러로 공지된 문자 "S"의 형태의 2개의 분리된 회전 롤러 주위로 통과시키는 것이다. 대안적 롤러 배열은, 섬유 및 수지가 2개의 인접한 회전 롤러 사이의 핀치 지점 사이를 통과함에 따라 이들이 사이에서 핀칭(pinching)되거나 니핑(nipping)되는, 널리 이용되는 "닙"을 포함한다. 수지 및 섬유에서 유도된 압력은 롤러 사이의 분리, 속도, 롤러 및 수지 및 섬유 사이의 상대적 속도, 및 롤러의 접촉 영역과 같은 파라미터에 의해 조절될 수 있다.
- [0029] S-랩이 충분한 디스립션을 제공하면서 섬유의 간극 사이에 수지의 확실하고 재현가능한 함침을 위한 이상적 조건을 제공하는 것으로 이해된다.
- [0030] 그러나, 닢 단계가 또한 가능하나, 단, 예를 들어, 인접한 롤러 사이의 갭 상에서의 조절에 의해 압력이 낮게 유지되어야 한다.
- [0031] 이론상 큰 압력이 우수한 수지 함침을 제공하나, 이들은 본 발명에 따른 1 단계 방법에서 프리프레그의 결과에 유해할 수 있는 것으로 밝혀졌다. 수지 함침이 확실하지 않을 수 있고, 요망되는 저항을 벗어날 수 있는 것으로 밝혀졌다.
- [0032] 따라서, 전도성 섬유 및 수지에 가해지는 압력은 바람직하게는 전도성 섬유 층의 폭 센티미터 당 35 kg를 초과하지 않고, 더욱 바람직하게는 센티미터 당 30 kg를 초과하지 않는다.
- [0033] 섬유로의 수지의 함침 후, 종종 냉각 단계 및 라미네이트화(laminating), 슬릿화(slitting) 및 분리와 같은 추가 처리 단계가 존재한다.
- [0034] 섬유로의 수지의 함침을 촉진하기 위해, 이를, 예를 들어, 60 내지 150℃, 바람직하게는 100 내지 130℃의 상수된 온도에서 수행하여, 수지 점성도를 감소시키는 것이 통상적이다. 이는 함침 전에 수지 및 섬유를, 예를 들

어, 이들을 적외선 히터를 통해 통과시킴으로써 요망되는 온도로 가열함으로써 가장 통상적으로 달성된다. 상기 언급된 바와 같이, 함침 후, 형성되는 프리프레그의 두께를 감소시키기 위해 통상적으로 냉각 단계가 존재한다. 이러한 냉각 단계는 함침 단계의 종료를 확인하는데 사용될 수 있다.

- [0035] 고유의 낮은 점성도를 갖는 수지가 종국적인 경화된 복합물에서 개선된 전기적 전도성을 제공할 수 있는 것이 또한 밝혀졌다. 따라서, 바람직하게는, 수지는, 예를 들어, TA AR-2000에서 수행시, 0.25ml의 샘플 부피 및 10 rad/s의 각진동수를 갖는 진동을 이용하여 500 μm의 갭을 갖는 25mm 평행 플레이트 사이에서 측정시, 70°C의 온도에서 300 Pas 미만, 더욱 바람직하게는 100 내지 250 Pas의 점성도를 갖는다.
- [0036] 200 내지 400 mm, 더욱 바람직하게는 220 내지 350 mm, 가장 바람직하게는 240 내지 300 mm 직경의 롤러가 요망되는 디스립션된 섬유 구조를 달성하는데 올바른 조건을 제공하는 것으로 밝혀졌다.
- [0037] 예를 들어, S-랩 배열인 경우, 바람직하게는 2개의 롤러는 250 내지 500 mm, 바람직하게는 280 내지 360 mm, 가장 바람직하게는 300 내지 340 mm, 예를 들어, 320mm의 롤러의 중심 사이의 갭을 제공하도록 이격된다.
- [0038] S-랩 롤러의 2개의 인접 쌍은 바람직하게는 각각의 롤러의 중심 사이에서 200 내지 1200 mm, 바람직하게는 300 내지 900mm, 가장 바람직하게는 700 내지 900mm, 예를 들어, 800mm로 분리된다.
- [0039] 함침 롤러는 다양한 방식으로 회전할 수 있다. 이들은 자유롭게 회전하거나 구동될 수 있다. 구동되는 경우, 이들은 통상적으로, 회전 속도와 롤러 위의 수지 및 섬유의 통과 속도 사이에 차이가 없도록 구동된다. 때때로, 수지 및 섬유의 통과에 비해 약간 증가된 속도 또는 감소된 속도를 적용하는 것이 요망될 수 있다. 이러한 차이는 당 분야에서 "트림(trim)"으로 언급된다.
- [0040] 놀랍게도, 순 양수 트림으로 더욱 효과적으로 조절되는 디스립션이 달성될 수 있는 것으로 밝혀졌다. 일반적으로 모든 함침 롤러에 양수 트림을 적용하는 것은 가능하지 않으므로, 일반적으로 전체적으로는 순 양수 트림을 유지하면서 일부에는 음수 트림이 제공된다. 5% 미만, 바람직하게는 3% 미만의 순 양수 트림이 우수한 결과를 발생시키는 것으로 밝혀졌다. 예를 들어, 4개 세트의 함침 롤러에 대해 -2%/0%/+2%/+1%의 트림은 0.25%의 순 양수 트림을 발생시킨다.
- [0041] 함침 롤러는 광범위한 물질로 제조될 수 있으나, 이들은 통상적으로 금속 외부를 가진다. 크롬 도금의 롤러가 바람직한 것으로 밝혀졌다.
- [0042] 수지의 취급을 개선하기 위해, 종지와 같은 배킹(backing) 물질 상에서 지지되는 것이 통상적이다. 이후, 수지는 섬유와 접촉하게 되고, 배킹 물질이 수지 및 섬유 접촉 영역의 외부 상에 적소에 유지되도록 통상적으로 롤러로부터 공급된다. 이후의 함침 과정 동안, 배킹 물질은 수지의 평탄한 함침을 달성하기 위해 이에 압력을 적용하는데 유용한 외부 물질을 제공한다.
- [0043] 배킹 물질이 압착될 수 있는 경우, 섬유 층 상에서의 함침 과정에 의해 생성된 힘이 감소되는 것으로 밝혀졌다. 이는 압착가능한 종이 함침 동안 최초로 압착되고, 오직 이 이후에 함침 과정으로부터의 힘이 섬유로 전달되기 때문인 것으로 생각된다. 따라서, 압착가능하지 않은 종이 바람직한데, 이는 함침 동안 수지 및 섬유 상에서 작용하는 힘을 증가시킴으로써, 섬유의 보다 큰 디스립션 및 수지의 보다 나은 함침을 발생시키기 때문이다. 압착성의 적합한 척도는 소위 압착력 비로 언급되는 종이의 두께 대 이의 물질 밀도의 비이다. 0.001 kg m^{-2} 미만의 압착력 비를 갖는 배킹 종이 바람직한 것으로 밝혀졌다.
- [0044] 예를 들어, 0.00083의 압착력 인자를 갖는 글라신 기반의 광택화(glassine-based calendare) 또는 강광택화(super-calendared)된 차별적 실리콘 코팅 박리지(release paper)가 0.00127의 압착력 인자를 갖는 광택화 또는 강광택화되지 않은 또 다른 종이에 비해 잘 작용한다. 글라신 기반의 강광택화 종이는 몬디(Mondi) 및 라우펜버그(Laufenberg)와 같은 많은 시판업체로부터 시판된다.
- [0045] 수지는 열경화성 수지를 포함하며, 이는 당 분야에 통상적으로 공지된 수지, 예를 들어, 페놀 포름알데히드, 우레아-포름알데히드, 1,3,5-트리아진-2,4,6-트리아민(멜라민), 비스말레미드, 에폭시 수지, 비닐 에스테르 수지, 벤족사진 수지, 폴리에스테르, 불포화 폴리에스테르, 시아네이트 에스테르 수지, 또는 이들의 혼합물의 수지로부터 선택될 수 있다. 에폭시 수지가 특히 바람직하다. 경화제 및 임의로 촉진제가 요망시 포함될 수 있다.
- [0046] 전도성 섬유는 전기적으로 전도되는 복합 물질에 사용하기에 적합한 임의의 섬유일 수 있다. 바람직한 섬유는 탄소 섬유이다.
- [0047] 통상적으로, 구조 층 내의 섬유는 일반적으로 3 내지 20 μm, 바람직하게는 5 내지 12 μm 범위의 직경을 갖는

원형 또는 거의 원형의 횡단면을 가질 것이다.

- [0048] 미립자 물질이 첫째, 및 존재시 둘째 수지 층 내에 분산되는 것이 매우 요망된다. 압착 후, 수지는 간극으로 밀려들어가고, 미립자 물질이 섬유의 구조에 대해 압축되어, 섬유의 외부 영역에 일부 입자가 이들 자신이 엠베딩되도록 이의 구조를 디스립션시키는 것을 돕도록 미립자 물질의 여과가 발생한다. 예를 들어, 수지는 5 내지 20 중량%의 미립자 물질을 포함할 수 있다.
- [0049] 따라서, 대부분의 미립자 물질은, 예를 들어, 70 중량% 이상이 첫째 및 존재시 둘째 외부 수지 층에 최종적으로 위치된다.
- [0050] 미립자 물질은 광범위한 물질로 제조될 수 있으나, 바람직하게는 이들은 추가의 유용한 기능, 예를 들어, 개선된 인성 또는 전도성을 제공한다. 적합한 물질은 폴리아미드 6, 폴리아미드 6/12, 폴리아미드 12, 페놀성 수지와 같은 수지 또는 유리 비드로부터 형성된 미립자 상의 전도성 코팅, 은, 탄소 입자 및/또는 미세입자 등과 같은 코팅을 포함한다.
- [0051] 본 발명의 방법에 의해 프리프레그가 생성된 후, 이들 중 다수는 통상적으로 함께 겹쳐 쌓여져, 첫째 및 존재시 둘째 외부 수지 층에 의해 형성된 수지 간지 층에 의해 분리된 다수의 디스립션된 전도성 섬유의 구조 층을 포함하는 프리프레그 스택이 생성된다.
- [0052] 통상적으로, 섬유의 배향은, 예를 들어, 이웃하는 섬유 층 사이의 각을 의미하는, 소위 0/90 배열에서 서로 직각이 되도록 이웃하는 층의 섬유를 배열함으로써 스택 전체에 걸쳐 다양할 것이다. 많은 다른 배열 중에서 0/+45/-45/90와 같은 다른 배열이 물론 가능하다.
- [0053] 이후, 프리프레그 스택은 열경화성 수지가 경화되는 상승된 온도에 대한 노출에 의해 경화된다. 이는 통상적으로 오토클레이브 또는 진공 백 기술과 같은 공지된 방식의 상승된 압력하에서 수행된다.
- [0054] 섬유 층의 디스립션이 필수적이거나, 생성된 라미네이트의 층을 이룬 특성은 보존된다. 따라서, 본 발명에 따른 경화된 라미네이트를 통한 단면의 사진은 이웃하는 섬유 층 사이에 단지 소수의 접촉 지점을 갖는 통상적으로 10 내지 60 마이크로미터 두께의 명백한 간지 층을 나타낸다.
- [0055] 본 발명에 따라 생성된 경화된 복합 라미네이트는 현저히 낮은 전기 저항을 가지며, 3 mm 두께의 라미네이트는 하기 기재되는 시험 방법에 따라 z-방향으로 측정시 5 Ω 미만, 바람직하게는 2 Ω 미만, 더욱 바람직하게는 1 Ω 미만의 전기 저항을 갖는 것이 가능하다. 잘 정돈된 섬유 및 간지 층을 갖는 유사한 복합체는 훨씬 큰 전기 저항을 갖는다.
- [0056] 형성된 후, 경화된 복합 라미네이트의 간지 층은 통상적으로 구조 섬유 층보다 훨씬 얇다. 따라서, 경화된 복합 라미네이트 내의 구조 층의 전체 두께 대 간지 층의 전체 두께의 비는 10:1 내지 3:1이다.
- [0057] 제 3 양태에서, 본 발명은 간극 내에 열경화성 수지를 포함하는 패키징된 단방향 전도성 섬유의 구조 층, 및 열경화성 수지를 포함하는 수지의 첫째 외부 층을 포함하는 시트-유사 프리프레그에 관한 것으로, 이러한 시트-유사 프리프레그는 하나 이상의 다른 프리프레그와 함께 층을 이루고 상승된 온도하에서 경화되는 경우 파상(undulation)의 상부 및 하부 표면을 갖는 패키징된 단방향 탄소 섬유의 경화된 구조 층을 포함하는 경화된 시트-유사 복합 물질을 생성시키며, 상기 구조 층은 일반적으로 수지의 인터레이어(interlayer)에 의해 분리되고, 상기 파상이 존재하여 인접한 구조 층 사이의 접촉 지점이 나타난다.
- [0058] 제 4 양태에서, 본 발명은 또한 수지의 인터레이어에 의해 분리된 파상 상부 및 하부 표면을 갖는 디스립션된 단방향 전도성 수지의 경화된 구조 층을 포함하는 경화된 시트-유사 복합 물질에 관한 것으로, 상기 파상이 존재하여 인접한 구조 층 사이의 접촉 지점이 나타난다.
- [0059] 제 3 및 제 4 양태에 따른 프리프레그 및 복합물은 본원에 기재된 기술적 특징 중 임의의 특징을 가질 수 있다.
- [0060] 본 발명은 이제 하기 도면을 참조로 하여 예시될 것이다:
- [0061] 도 1은 본 발명에 따른 방법의 개략적 대표도이다.
- [0062] 도 2 내지 5는 본 발명에 따라 생성된 경화된 라미네이트의 단면도의 이미지이다.
- [0063] 도 1로 돌아가서, 본 발명의 방법은 각각이 12,000개의 개별적 탄소 필라멘트를 갖는 탄소 섬유 토크(tow)의 370개의 스푼(spool)을 지지할 수 있는 크릴(creel) 유닛(8)으로 시작하여 우측에서 좌측으로 진행된다. 각각의 크릴 상의 섬유 보빈은 기계에 대한 균일한 토크 대 토크 섬유 장력을 조절하도록 하는 스트랩(strap) 및 스

프링 배열에 의해 긴장된다. 섬유는 토크로부터 코움(comb)으로 통과한다. 이들이 코움으로 진입하기 전, 도 1의 위치(10)에서 개별적 토크 장력의 측정이 이루어진다. 개별적 12k 탄소 섬유 토크 장력이 핸드-헬드(hand held) 섬유 장력측정기로 여기서 측정된다. 스트랩 및 스프링 어셈블리로부터의 크릴 상의 섬유 브레이크 로드가 조절되어, 이 지점에서 약 160g/토크의 섬유 장력이 제공된다.

[0064] 품질 관리를 위해 공정 웹(web) 각각으로부터 10개의 토크의 무작위 선택으로 측정되고, 160g/토크의 바람직한 개별적 토크 장력으로 공칭 섬유 토크 장력이 확인된다. 이후, 섬유 토크는 코움(12)을 통해 통과한다. 섬유 코움은 탄소 섬유 토크를 분리시켜, 이들을 섬유 스프레딩 바 섹션으로 정렬시키고, 프리프레그 섬유 평량(areal weight)이 허용 범위에 존재하도록 전체 섬유 웹 폭을 조절하도록 작용한다. 이후, 섬유 토크는 탄소 섬유에 대한 전반적으로 종합 적용되는 장력을 측정하는 로드 셀(load cell) 롤러(14)를 통과한다. 이후, 섬유는 스프레더 바(16)를 통과한다. 이러한 바는 펀치 포인트(22)에서 수지 코팅된 필름과 접촉하기 전에 섬유의 최종 섬유 장력 및 배열을 조절하기 위해 섬유 장력 및 스프레딩을 조절한다.

[0065] 2개 바에 의해 형성되는 펀치 포인트(22)는 다른 바가 회전하기 전에 다른 바를 회전시키지 않도록 잠겨진다. 첫째 스프레더 바(16)는 스프레더 바 시스템에 대해 발생하는 전반적인 종합적 섬유 장력을 모니터링하는 로드 셀 롤러이다. 수지에 의한 함침의 준비에서 섬유 토크는 적외선 히터(도시되지 않음)에 의해 상기 스프레더 바 섹션에서 가열된다. 적외선 히터는 우수한 섬유 함침을 촉진시키는 것을 돕기 위해 섬유 사이징(sizing)을 경감시킨다. 섬유 사이징은 섬유 취급을 돕기 위해 제조 지점에서 탄소 섬유에 적용되는 에폭시 용액이나, 일부 경우에 사이징은 섬유 스프레딩 및 함침을 제한할 수 있다.

[0066] 2개의 미리 코팅된 수지 필름 롤(roll)이 프리프레그 기계 언와인드(unwind)에 로딩되며, 이중 하나(18)는 프리프레그 웹 상에 있으며, 하나(20)는 프리프레그 웹 하에 있다. 이들 필름 롤은 상부 필름 언와인드(18) 및 하부 필름 언와인드(20)에 의해 공급되는 수지를 제공한다. 수지 및 섬유는 펀치 지점(22)에서 만난다. 이 지점에서 현저한 함침이 발생하지 않는다.

[0067] 미리 코팅된 수지 필름은 이러한 268의 섬유 평량의 생성물에 대해 공칭상 69gsm이어서, 본 발명자는 최종 생성물에서 34 중량%의 수지 함량을 달성하였다. 수지는 강광택화된 이중면의 차별적 값의 실리콘 코팅 박리지의 단단한 면에 코팅된다. 언와인드(18 및 20)에서의 필름 롤 저지 장력이 조절되고, 고온의 S-랩 함침 구역(24, 28)을 통한 주름이 없는 프리프레그 웹을 이동시키기 위해 최종 섬유 웹 장력과 일치된다.

[0068] 이후, 수지 및 섬유는 첫째 S-랩 콤팩터(compact, 24), 이후, 추가 가열을 위해 또 다른 적외선 가열 단계(26)를 통과한다. 프리프레그는 IR 히터에서 120 내지 130°C로 가열되어, 12k 탄소 섬유 토크의 구조적 섬유 층으로의 수지 함침을 위해 도 1에 도시된 바와 같이 웹이 둘째, 셋째 및 넷째로 가열되는 S-랩 롤 세트에 진입하기 전에 수지 점성도가 감소된다. 과정의 본 단계에서, IR 히터(26) 후, 수지는 섬유로의 함침을 위해 충분히 낮은 점성도를 갖는다.

[0069] 수지 및 섬유는 확실하고 충분한 함침을 갖는 디스립션된 섬유 층을 생성시키기 위해 함침이 발생하는 3개 이상의 S-랩 콤팩터(28)를 통과한다. 이러한 S-랩 롤러 세트는 135 내지 140°C로 가열되고, 이는 270 mm 직경이고, 이들 사이에 350 내지 450mm의 갭을 형성하도록 분리된다.

[0070] 이들 롤러에서의 회전 속도는 웹을 둘러싸는 힘이 프리프레그 웹이 구조 섬유 층을 디스립션시키도록 작용하고, 우수한 함침을 위해 탄소 섬유로의 높은 수지 유동이 달성되도록 하기 위해 상기 웹을 둘러싸는 힘이 높도록 조절된다. S-랩을 둘러싸는 힘에 의한 구조 섬유 층의 디스립션이 낮은 저항 값에 필요한 것으로 밝혀졌고, 함침이 통상적인 과정에서 자동화된 프리프레그 테이프 설치 작업의 성공에 필요하다.

[0071] 이후, 섬유 및 수지는 냉각된 플레이트(30) 상을 통과한다. 프리프레그 웹은 상기 냉각 플레이트에서 냉각되고, 프리프레그가 20 내지 22°C로 냉각됨으로써, 냉각 플레이트에 후속하며, 본원에서는 제시되지 않았으나, 당업자에게 공지된 추가의 통상적인 처리인 프리프레그 처리 단계 전에 공정 종이 제거될 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0072] 실시예

[0073] 복합 라미네이트의 저항 시험 방법

[0074] 300mm x 300mm x 3mm 크기의 패넬을 오토클레이브 경화에 의해 제조하였다. 패넬의 레이업(layerup)은 0/90이었다. 이후, 36mm x 36mm인 시험 견본(통상적으로 3 내지 4개)을 패넬로부터 절단하였다. 탄소 섬유에 노출시키

기 위해 견본의 정사각형 면이 샌딩(sanding)(예를 들어, 리니셔(Linisher) 기계 상에서 샌딩됨)되어야 한다. 이는 경화 동안 필 플라이(peel ply)가 사용되는 경우 필요하지 않다. 과도한 샌딩은 피해야 하는데, 이는 첫째 플라이를 지나 침투하기 때문이다. 이후, 정사각형 면을 스퍼터러(sputterer)를 통해 전기적으로 전도성 물질, 통상적으로 박층의 금으로 코팅하였다. 견본 면 상의 임의의 금 또는 금속은 시험 전에 샌딩에 의해 제거되어야 한다. 낮은 접촉 저항을 보장하기 위해 금속 코팅이 필요하다.

[0075] 전압 및 전류 둘 모두를 다양화시킬 수 있는 전원(TTi EL302P 프로그램화가능한 30V/2A 전원 장치 유닛, Thurlby Thandar Instruments, Cambridge, UK)을 저항을 결정하는데 사용하였다. 견본을 전원의 전극(얇은 구리 끈)과 접촉시키고, 클램프를 이용하여 적소에 위치시켰다(위(false) 결과를 발생시킬 수 있으므로 전극이 서로 접촉하지 않거나 다른 금속 표면과 접촉하지 않도록 함). 클램프가, 하나의 끈으로부터 다른 끈으로의 전기 경로를 방지하는 비-전도성 코팅 또는 층을 갖도록 하였다. 1 암페어의 전류를 적용시키고, 전압을 기록하였다. 오옴 법칙을 이용하여, 이후에 저항을 계산하였다(V/I). 절단된 견본 각각에 대해 시험을 수행하여, 다양한 값을 발생시켰다. 시험에서 확실성을 보장하기 위해 각 견본을 2회로 시험하였다.

[0076] 충격 후 압착(CAI) 시험 방법

[0077] 실온에서의 충격 후 압착(CAI) 시험을 항공우주 복합 시험 분야 당업자에게 널리 공지된 시험 프로토콜에 따라 수행하였다. 이러한 작업을 위해 따른 특정 시험 방법은 AITM 1-0010이었다. 관련 로드(load) 범위에서 1% 이내로 정확하게 ISO 7500-1의 Class1으로 교정된 시험 기계를 이용하여 압착 측정을 수행하였다. 시험을 23°C ± 2°C에서 EN 2565 방법 B에 따라 제조된 약 4mm 두께의 유사(Quasi) 등방성 라미네이트로 수행하였다. 충격 전에 패널이 검출가능한 결함을 포함하지 않는 것을 보장하기 위해 패널을 비파괴 시험(C-스캔)으로 확인하였다. 샘플을 하기 물질로 제조된 반구체 충격으로 충격을 주었다: EN 2760에 따라 $R_m = 2000$ MPa인 강철 또는 동등한 경도의 강철. 인덴터(indenter) 첨단은 16 ± 0.5 mm의 직경 및 $R_a < 0.8$ mm의 조도를 갖는 8 ± 0.25 mm의 반구체 직경을 가졌다. 충격을 받는 견본의 인덴트 깊이를 직경 3 mm의 반구체 어댑터를 갖고, 0.01 mm 내로 교정된 깊이 게이지를 이용하여 측정하였다. 깊이 측정을 충격 30분 이내에 수행하였다.

[0078] 샘플을 인덴트 깊이에 대한 충격 에너지의 효과, 박리 및 잔여 압착 강도가 1 mm 이상의 인덴트 깊이로부터 현저하게 적은 인덴트 깊이를 나타내는 샘플 전역에 대해 결정될 수 있도록 선택된 다양한 에너지로 충격을 주었다.

[0079] 올림푸스 옴니스캔(Olympus Omniscan) 장비를 이용하여 C-스캔을 이용하여 박리 영역을 측정하였다. 충격 및 측정 후, 가이드로의 로드 전달을 최소화시키도록 설계된 안티버클링(antibuckling) 측면 가이드가 장비된 압착 도구를 이용하여 실패한 샘플을 로딩함으로써 잔여 압착 강도를 결정하였다.

[0080] 변형 게이지(strain gauge) 및 적합한 자동화 변형 기록 장비를 압착 로딩 도구의 교정에 사용하였다. BVID 1mm CAF를 경험적으로 인덴트 1mm 깊이를 발생시키도록 결정된 에너지로 충격을 준 샘플에서 삼중 측정으로 결정하였다.

[0081] 실시예 1 내지 6

[0082] 본 실시예에서, 수지를 액체 및 분말 성분을 먼저 블렌딩한 후, 알케마(Arkema)사로부터의 오르가솔(Orgasol)인 공칭 20 마이크론 직경의 강화 폴리아미드 6 입자 및 경화제인 추가 분말 성분과 다시 혼합하는 고온-용해 방법으로 혼합시켰다.

[0083] 경화제 및 강화 입자를 과다가열 및 과도한 수지 유동 또는 발열 반응의 위험 없이 혼합 용기로부터 수지를 이동시키기 위해 "유동가능한 점성도"를 가능케 하도록 높은 전단 및 적합한 온도(80°C)로 첫째 단계의 블렌드로 혼합하였다. 이러한 혼합 단계를, 예를 들어, 연속적 혼합 및 코팅 기계로 향하는 고온의 수지의 공급을 위한 트윈 스크류 사출기를 이용한 연속적 혼합 방법 또는 배치형 방법으로 완료할 수 있었다.

[0084] 본 실시예에서, 배치 혼합 방법을 완료한 경우, 완전히 혼합된 수지 포몰레이션을 혼합 용기로부터 역진 롤 필름(filming) 기계 상의 코팅 배스(bath)로 이동시켰다. 필름 방법은 고온-용해 역진 롤 수지 코팅 실시예 통상적이다. 계량기 롤 및 어플리케이터(applicator) 롤을 본 발명의 방법의 온도(85°C)로 가열하고, 코팅 갭을 이들 사이로 설정하였다. 라인 속도(line speed), 코팅 갭 및 어플리케이터 롤 속도를 공칭 69gm²의 수지 코팅이 라우펜버그(Laufenberg) 또는 몬디(Mondi)와 같은 공급업체로부터 산업적으로 통상적으로 사용되는 것과 같은 강광택화 글래스 기반의 이중면의 박리지로 코팅되는 것을 가능케 하도록 조절하였다. 필름의 롤을 상기 코팅 중량으로 제조한 후, 사용을 위해 프리프레그 라인에 적용시켰다.

- [0085] 프리프레그 라인을 수지 유형이 70℃에서 345 Pas의 점성도를 갖는 WO 2008/040963호의 배치 1349 및 1351에서 사용된 것과 같은 프리프레그를 제조하도록 설정하였다. 프리프레그에서의 수지의 공칭량은 34 중량%이고, 이는 공칭상 69gm-2이고, 전체적으로 138gm-2인 각각의 층을 갖는 코팅된 필름의 2개 층을 이용하여 달성된다. 프리프레그의 섬유 평량 등급은 프리프레그 생성물 중 268 gm-2의 섬유이다. 섬유 등급 유형은 IMA(Hexcel)이며, 이는 하나의 IMA 탄소 섬유 토우에서 약 6 마이크론 직경의 탄소 필라멘트의 12,000의 공칭 수를 갖는 IMA 섬유에서와 같은 사이징 유형을 갖는다.
- [0086] 탄소 섬유 유형 IMA는 공칭상 0.445g m-1의 단위 길이 당 질량을 갖는다. 산업에서 널리 공지된 계산을 이용하여, 370 스펀의 IMA 12k 탄소 섬유 토우를 탄소 섬유 크릴 유닛에 로딩시키고, 각각의 토우를 프리프레그 라인에 장착시켰다. 이는 약 615mm의 폭이 넓고, 공칭상 268gm-2인 탄소 섬유 웹을 형성시켰다. 2개의 코팅된 수지 필름을, 하나의 수지 층이 탄소 섬유 웹의 상부 표면에 적용되고, 하나의 수지 필름이 탄소 섬유 웹의 하부 표면에 수지 층을 적용시키도록, 프리프레그 기계에 로딩시켰다. 이는 프리프레그 가공에 대한 통상적인 1 단계 방법이다.
- [0087] 수지/섬유/수지 층인 "프리프레그 웹"을 닢 단계가 이용되지 않는 4개의 연속적 S-랩 단계를 통하거나, 하나의 S-랩 및 3개의 닢 단계를 이용하여 프리프레그 라인을 통해 전달하였다. 함침 구역을 상기 수지 시스템에 적합한 온도(120℃)로 가열하고, 라인 속도를, 프리프레그 웹이 상기 고온 함침 구역 내에서 유지되는 시간 동안 수지 유동이 달성되도록 조절하였다. 닢 단계는 전도성 섬유의 폭 센티미터 당 42 kg의 압력을 유도하는 것으로 계산하였고, 이는 본 발명의 범위에 포함되지 않는다. S-랩 단계는 전도성 섬유의 센티미터 당 30 kg 미만의 압력을 유도하였다.
- [0088] 비교 목적을 위해, 디스립션을 야기시키지 않는 섬유로의 수지의 함침, 및 저온에서 레이업 동안 인터레이어를 생성시키는 수지의 추가 층과 접촉시키는 둘째 단계를 포함하는 통상적인 2 단계 방법을 또한 이용하였다.
- [0089] 프리프레그 방법은 또한 다공을 포함하지 않는 두꺼운 라미네이트 구조에 대해 요망되는 수준의 섬유 웨트-아웃(wet-out)(함침)을 갖는 프리프레그를 생성시키기 위해 탄소 섬유 토우 장력(코움 영역에서 120 내지 160g/토우의 발생 장력), 온도(120℃), S-랩으로부터의 압력 및 속도(5 m/분)를 조절하였다. 프리프레그를 코어에 권취시켰고, 여기서 하나의 필름 코팅 박리지는 유지되었고, 하나의 코팅 박리지가 플레인 폴리에틸렌 보호층으로 대체되었다.
- [0090] 이후, 프리프레그를 이러한 프리프레그에 대해 통상적인 경화 주기로 경화되는 300mm x 300mm의 12 플라이 0° 90° 라미네이트를 제조하는데 사용하였다. 상기 주기는 2시간의 경화 동안 180℃로의 2℃/분 가열 속도 후, 모두 약 6bar 압력하에서의 주위 온도로의 냉각이다.
- [0091] 이후, 이러한 라미네이트를 절단하여 약 38mmx 38mm의 8개의 정사각형을 생성시켰다. 이후, 경화된 라미네이트의 상기 정사각형의 가장자리를 리니싱(linishing) 기계에서 평탄화시켜 충분히 깨끗하고 평탄한 가장자리 및 약 36mm x 36mm의 최종 직경을 발생시켰다. 이후, 정사각형 라미네이트 샘플을 하기 기재되는 바와 같이 저항에 대해 측정하였다. 측정은 둘 모두의 라미네이트 면에 적용되는 전도성 층(금 스퍼터)을 갖는 3mm 두께 및 약 36mm x 36mm의 경화된 복합물을 포함한다. 이후, 저항은 오옴으로 측정된다.
- [0092] 라미네이트를 또한 기재된 절차에 따라 이의 충격 후 압착(CAI) 특성에 대해 시험하였다. 저항 및 CAI 시험의 결과가 하기 표 1에 제시된다. 비교예 A 내지 D는 본 발명의 범위에 포함되지 않는다.

[0093] 표 1

실시예	방법	저항 (Ω)	인텐트 깊이 25J (mm)	박리 영역 25J (cm ²)	CAI 25J (MPa)	CAI BVID 1mm (MPa)
A	2 단계	7.0	0.21	8.1	289	214
B	1 단계 1 x S-랩 3x 닙	0.4 내지 0.7	0.21	4.61	291.5	210
C		0.1	0.23	8.82	232.3	205
		0.25	9.69	283.9	209	
D		0.1	-	-	-	-
1	1 단계 3x S-랩	1.63	0.25	5.90	261.3	208
2		1.82	-	-	-	-
3		1.34	-	-	-	-
4		1.66	-	-	-	-
5		1.48	-	-	-	-
6		1.45	-	-	-	-

[0094]

[0095] 본 발명에 따른 프리프레그에서 섬유를 디스립션시키는 것이 기계적 강도에 영향을 미치지 않고 전도성에서 급격한 증가를 발생시키는 것이 관찰될 수 있다.

[0096] 비교예 B 내지 D가 매우 낮은 전기 저항을 가지나, 이는 고압 닙 단계에 의해 도입된 증가된 디스립션과 관련된 것으로 생각되는 것이 주지되어야 한다. 그러나, 디스립션의 정도에서, 저항 값은 재현성이 덜했고, 수지 함침의 정도는 요구되는 엄격한 허용치에 포함하지 않았다. 실시예 1 내지 6만이 우수한 전도성 및 우수한 기계적 성능을 제공한다.

[0097] 실시예 7 내지 8

[0098] 상기 실시예를 반복하였으나, 이번에는 전도성 섬유의 폭 센티미터 당 36 kg의 압력이 가해지고, 이에 따라 본 발명의 범위에 속하는 닙 롤러를 포함하는 함침 롤러의 다양한 배열을 이용하였다. 당 분야에서 광범위하게 사용되는 다양한 기계적 특성, 예를 들어, 층간 전단 강도(Interlaminar Shear Strength), 최대 인장 강도(Ultimate Tensile Strength), 개방 홀 장력(Open Hole Tension) 및 충격 후 압착(Compression After Impact) 결과가 하기 표 2에 제시된다.

[0099] 표 2

실시예	방법	저항 (Ω)	ILSS	ILSS UD	UTS	OHT	CAI
7	1 단계 1 x S-랩 3x 닙	0.8	65	96	3250	769	260
8	1 단계 3 x S-랩 1x 닙	1.93	65	92	3194	801	-

[0100]

[0101] 실시예 9 내지 10

[0102] 실시예 6을 반복하였으나, 이번에는 전도성 섬유 및 이를 통과하는 수지의 속도에 비해 롤러의 속도를 변화시켰다. 이러한 변화는 당 분야에서 "트림"으로 언급되고, 이는 양수(롤러가 섬유보다 빨리 구동됨)이거나, 음수(롤러가 섬유보다 늦게 구동됨)일 수 있다.

[0103] 결과는 하기 표 3에 제시된다.

[0104] 표 3

실시예	방법	저항 (Ω)
9	1 단계 3 x S-랩, 음수 트립	1.40
10	1 단계 3 x S-랩, 1% 양수 트립	1.14

[0105]

[0106] 실시예 11

[0107] 실시예 6을 다시 반복하였으나, 이번에는 70°C에서 241 Pas의 점성도를 갖는 저 점성도 수지를 이용하였다.

[0108] 결과는 하기 표 4에 제시된다.

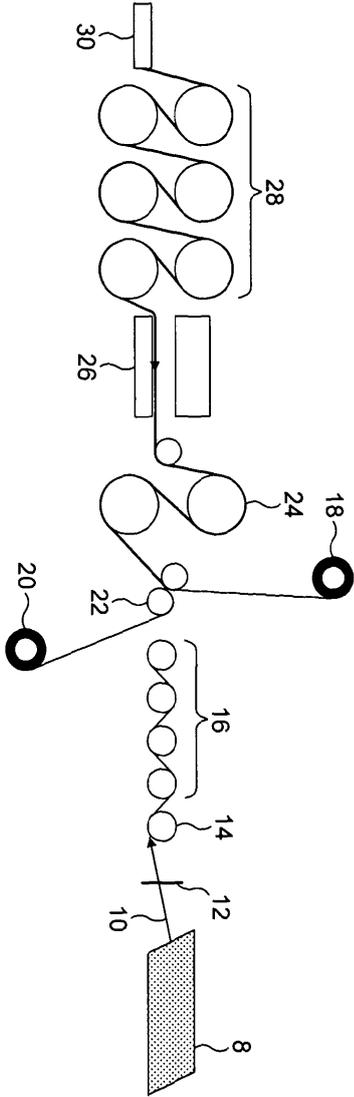
[0109] 표 4

실시예	방법	저항 (Ω)
6	1 단계 3 x S-랩	1.40
11	1 단계 3 x S-랩, 저 점성도 수지	0.93

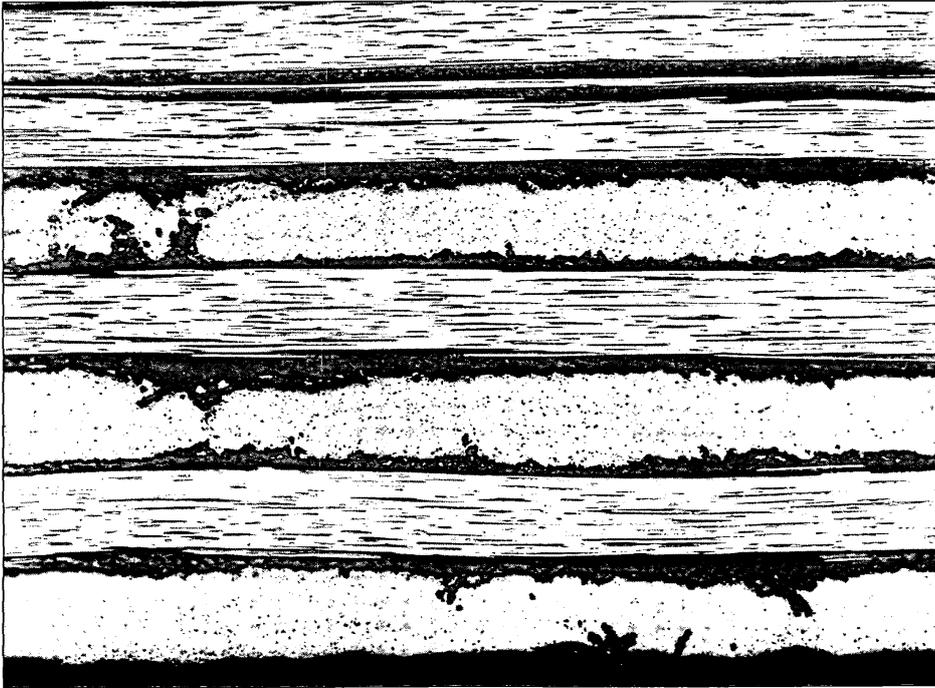
[0110]

도면

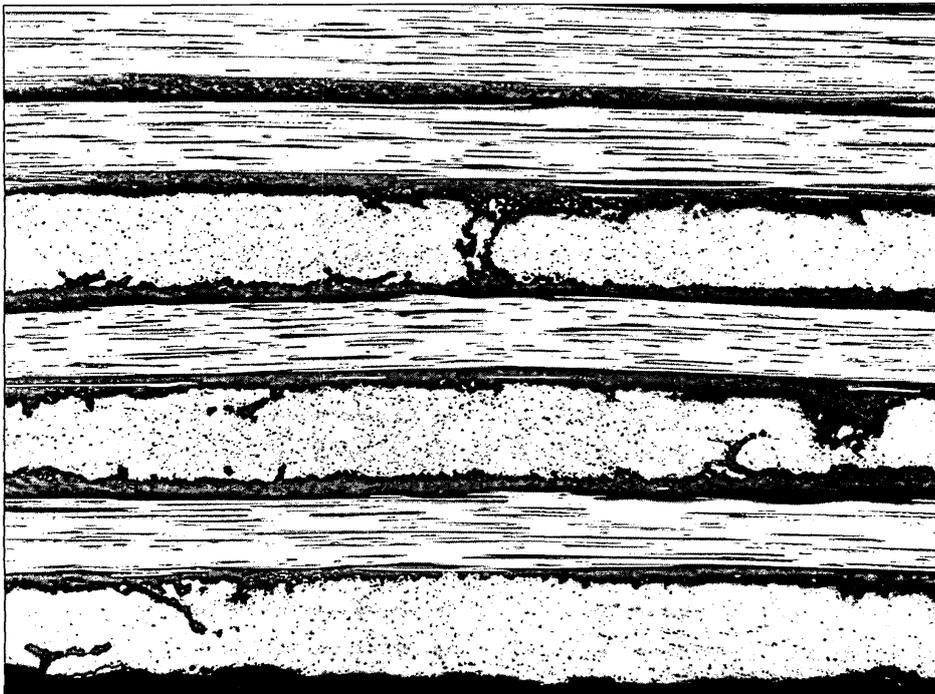
도면1



도면2



도면3



도면4



도면5

