



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0045030

(51)^{2020.01} C08J 5/24; C08L 63/04

(13) B

(21) 1-2020-04698

(22) 11/01/2019

(86) PCT/JP2019/000709 11/01/2019

(87) WO 2019/142735 25/07/2019

(30) 2018-005147 16/01/2018 JP

(45) 25/04/2025 445

(43) 26/10/2020 391A

(71) MITSUBISHI CHEMICAL CORPORATION (JP)

1-1, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 1008251, Japan

(72) TERANISHI, Takuya (JP); OKAMOTO, Satoshi (JP); OOTA, Akira (JP); ICHINO, Masahiro (JP).

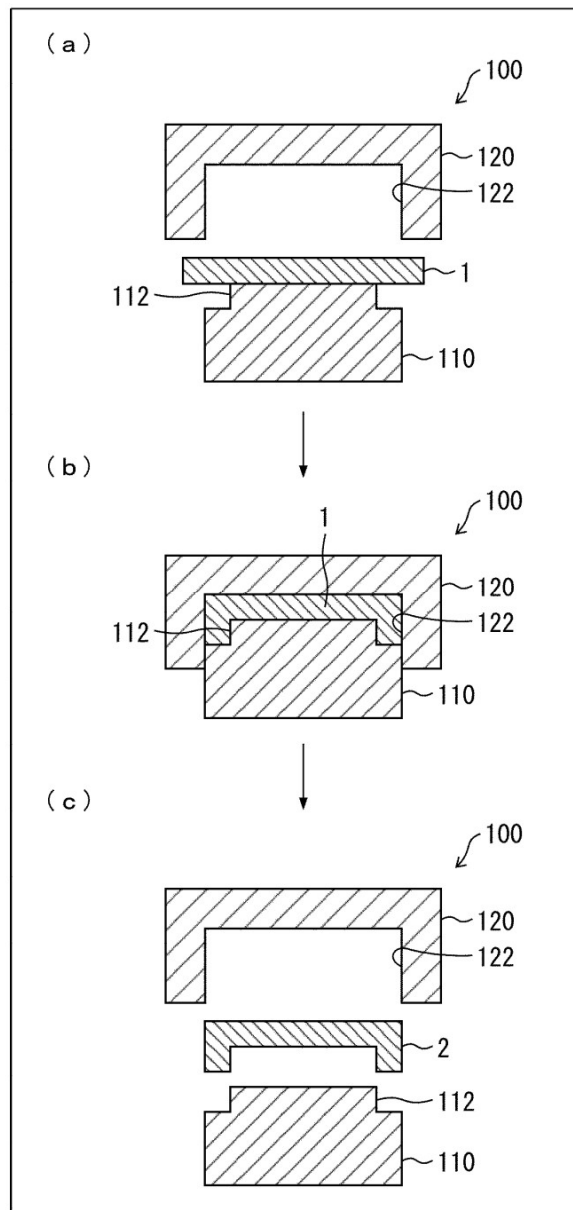
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) VẬT LIỆU TẦM TRƯỚC, VẬT LIỆU COMPOSIT ĐƯỢC GIA CƯỜNG SỢI VÀ
PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT VẬT LIỆU COMPOSIT ĐƯỢC GIA CƯỜNG SỢI

(21) 1-2020-04698

(57) Sáng chế đề cập đến vật liệu tấm trước chứa: vật liệu sợi gia cường; và chế phẩm nhựa mà được ngâm tẩm với vật liệu sợi gia cường. Chế phẩm nhựa chứa nhựa epoxy, tác nhân lưu hóa amin, và tác nhân lưu hóa imidazol. Lượng tác nhân lưu hóa amin là nhỏ hơn hoặc bằng 3,8 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của nhựa epoxy, và tổng lượng tác nhân lưu hóa amin và lượng tác nhân lưu hóa imidazol là nhỏ hơn hoặc bằng 10 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của nhựa epoxy. Vật liệu composit được gia cường sợi là sản phẩm lưu hóa của vật liệu tấm trước.

FIG. 1



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến vật liệu tấm trước (prepreg) và vật liệu composit được gia cường sợi. Đơn này xin hưởng quyền ưu tiên theo đơn xin cấp patent Nhật Bản, Tokugan, số 2018-005147 được nộp vào ngày 16 tháng 1 năm 2018, nội dung được kết hợp trong bản mô tả này bằng cách viện dẫn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các vật liệu composit được gia cường sợi chứa các sợi gia cường và các chế phẩm nhựa nền được sử dụng một cách rộng rãi trong nhiều ngành công nghiệp khác nhau như công nghiệp ô tô nhờ các đặc tính cơ học rất tốt, chẳng hạn. Các ứng dụng của các vật liệu composit được gia cường sợi đang gia tăng trong những năm gần đây. Ví dụ đã biết của vật liệu composit được gia cường sợi này là vật liệu composit được gia cường sợi mà được đúc bằng cách cho vật liệu tấm trước dưới dạng nhiều tấm mà trong đó các sợi gia cường được ngâm tẩm với các chế phẩm nhựa, trải qua quá trình gia nhiệt và ép.

Trong nhiều trường hợp, các chế phẩm nhựa nền có khả năng ngâm tẩm rất tốt và khả năng chịu nhiệt rất tốt được sử dụng. Các ví dụ của các chế phẩm nhựa nền này bao gồm các chế phẩm nhựa nhiệt rắn chứa nhựa phenol, nhựa melamin, nhựa bismaleimit, nhựa polyeste chưa no, hoặc nhựa epoxy, chẳng hạn. Trong số các chế phẩm nhựa nhiệt rắn này, chế phẩm nhựa epoxy được sử dụng một cách rộng rãi do khả năng chịu nhiệt rất tốt và khả năng đúc rất tốt của nó và do thực tế là vật liệu composit được gia cường sợi có độ bền cơ học cao hơn có thể thu được từ chế phẩm nhựa epoxy.

Đối với phương pháp đúc vật liệu composit được gia cường sợi mà được sử dụng một cách rộng rãi cho ô tô, quá trình đúc ép chu kỳ cao là đã biết (xem, ví dụ, tài liệu sáng chế 1). Trong quá trình đúc ép chu kỳ cao, chế phẩm nhựa được lưu hóa tại áp suất cao, ở xấp xỉ 100°C đến 150°C, và trong khoảng thời

gian ngắn là xấp xỉ vài phút đến vài chục phút để có thể tạo ra một lượng lớn của các sản phẩm. Chế phẩm nhựa được sử dụng trong quá trình đúc ép chu kỳ cao được yêu cầu là (i) có thể lưu hóa nhanh để có khả năng được lưu hóa ở xấp xỉ 100°C đến 150°C và trong khoảng thời gian ngắn là xấp xỉ vài phút đến vài chục phút và (ii) làm cho vật liệu composit được gia cường sợi thu được có các đặc tính cơ học.

Ngoài ra, trong quá trình đúc ép chu kỳ cao, kỹ thuật (tạo hình trước) là đã biết mà trong đó sợi gia cường được tạo hình trước để có hình dạng mà sợi được đúc thành (xem, ví dụ, tài liệu sáng chế 2). Theo kỹ thuật tạo hình trước, nói chung, tấm vải (vải) được sử dụng làm sợi gia cường nhiều hơn so với vật liệu đơn hướng như sợi, bởi vì tấm vải có các đặc tính tạo hình trước tốt. Theo kỹ thuật tạo hình trước, vật liệu tấm trước mà trong đó các lớp được cán mỏng để có độ dày nhất định được tạo hình trước, chẳng hạn.

Danh sách tài liệu trích dẫn:

Tài liệu sáng chế:

Tài liệu sáng chế 1: Công bố quốc tế số WO 2004/48435 (ngày công bố: ngày 23 tháng 3 năm 2006)

Tài liệu sáng chế 2: Công bố đơn xin cấp patent Nhật Bản Tokukai số 2009-83128 (ngày công bố: ngày 23 tháng 4 năm 2009)

Vấn đề kỹ thuật cần giải quyết:

Tuy nhiên, theo quá trình đúc ép chu kỳ cao thông thường, nếu khả năng lưu hóa nhanh đạt được bằng cách gia tăng lượng tác nhân lưu hóa trong chế phẩm nhựa hoặc bằng cách sử dụng nhựa epoxy có đương lượng epoxy nhỏ, sản phẩm lưu hóa nhựa (chế phẩm nhựa nền) có xu hướng giòn. Vì vậy, quá trình đúc ép chu kỳ cao thông thường vẫn cần cải thiện về mặt đồng thời đạt được cả khả năng lưu hóa nhanh và các đặc tính cơ học tốt.

Ngoài ra, theo kỹ thuật tạo hình trước thông thường, có các trường hợp mà trong đó vải có trọng lượng lớn trên đơn vị diện tích được sử dụng để làm giảm số lượng lớp trong vật liệu tấm trước để gia tăng hiệu quả hoạt động. Tuy

nhien, trọng lượng lớn trên đơn vị diện tích của vải có thể dẫn đến sự gia tăng độ cứng của vật liệu tấm trước, và do đó có thể gặp khó khăn khi tạo hình trước vật liệu tấm trước. Vì vậy, kỹ thuật tạo hình trước thông thường vẫn cần cải thiện về mặt đồng thời đạt được cả (i) sự gia tăng hiệu quả hoạt động bằng cách sử dụng vải có trọng lượng lớn trên đơn vị diện tích và (ii) các đặc tính tạo hình trước của vật liệu tấm trước.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích thứ nhất của khía cạnh của sáng chế là đề xuất vật liệu tấm trước mà không chỉ lưu hóa nhanh được mà còn có các đặc tính tạo hình trước rất tốt thậm chí bằng cách sử dụng vải có trọng lượng lớn trên đơn vị diện tích. Mục đích thứ hai của khía cạnh của sáng chế là đề xuất vật liệu composit được gia cường sợi có các đặc tính cơ học tốt.

Cách thức giải quyết vấn đề:

Để đạt được mục đích, vật liệu tấm trước theo khía cạnh của sáng chế chứa: vật liệu sợi gia cường; và chế phẩm nhựa mà được ngâm tẩm với vật liệu sợi gia cường này. Chế phẩm nhựa chứa nhựa epoxy, tác nhân lưu hóa amin, và tác nhân lưu hóa imidazol. Lượng tác nhân lưu hóa amin là nhỏ hơn hoặc bằng 3,8 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của nhựa epoxy. Tổng lượng tác nhân lưu hóa amin và lượng tác nhân lưu hóa imidazol là nhỏ hơn hoặc bằng 10 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của nhựa epoxy.

Vật liệu composit được gia cường sợi theo khía cạnh của sáng chế là sản phẩm lưu hóa của vật liệu tấm trước.

Hiệu quả có lợi của sáng chế:

Với khía cạnh của sáng chế, có thể tạo ra vật liệu tấm trước mà không chỉ lưu hóa nhanh được mà còn có các đặc tính tạo hình trước rất tốt thậm chí bằng cách sử dụng vải có trọng lượng lớn trên đơn vị diện tích. Ngoài ra, theo khía cạnh của sáng chế, có thể tạo ra vật liệu composit được gia cường sợi có các đặc tính cơ học tốt.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là bộ các hình vẽ (a) đến (c), (a) của Fig.1 là hình vẽ sơ đồ minh họa vật liệu tấm trước trước khi tạo hình trước theo phương án của sáng chế, (b) của Fig.1 là hình vẽ sơ đồ minh họa vật liệu tấm trước trong suốt quá trình tạo hình trước và lưu hóa, và (c) của Fig.1 là hình vẽ sơ đồ minh họa vật liệu tấm trước sau khi lưu hóa.

Fig.2 là hình vẽ minh họa vật liệu composit được gia cường sợi được tạo ra bằng phương pháp sản xuất được minh họa trên Fig.1.

Fig.3 là hình vẽ mô tả thử nghiệm trên các đặc tính xếp nếp của vật liệu tấm trước theo phương án của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Mô tả sau đây sẽ thảo luận phương án ưu tiên của sáng chế. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn theo phương án này.

<Chế phẩm nhựa>

Chế phẩm nhựa để sử dụng trong vật liệu tấm trước của sáng chế chứa nhựa epoxy, tác nhân lưu hóa amin, và tác nhân lưu hóa imidazol.

[Nhựa epoxy]

Nhựa epoxy được chứa trong chế phẩm nhựa để sử dụng trong vật liệu tấm trước của sáng chế là, ví dụ, hợp chất polyme có nhóm epoxy trong phân tử. Nhựa epoxy có thể là loại đơn hoặc có thể là hai hoặc nhiều loại. Để cải thiện khả năng chịu nhiệt và các đặc tính cơ học của sản phẩm lưu hóa (sản phẩm lưu hóa nhựa) của chế phẩm nhựa, nhựa epoxy tốt hơn là có hai hoặc nhiều nhóm epoxy trong phân tử.

Nhựa epoxy tốt hơn là chứa nhựa epoxy có vòng oxazolidon trong phân tử. Các ví dụ điển hình của nhựa epoxy có vòng oxazolidon trong phân tử bao gồm hợp chất mà trong đó vòng oxazolidon được tạo ra bằng hợp chất isoxyanat và nhựa epoxy với nhau. Ngoài ra, các ví dụ của sản phẩm thương mại của nhựa epoxy có vòng oxazolidon trong phân tử bao gồm AER4152, AER4151, LSA4311, LSA4313, LSA7001 (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Asahi Kasei Corporation), EPOTOHTO YD-952 (sản xuất bởi Nippon Steel &

Sumikin Chemical Co., Ltd.; "EPOTOHTO" là nhãn hiệu đã đăng ký của Nippon Steel & Sumikin Chemical Co., Ltd.), và EPICLON TSR-400 (sản xuất bởi DIC Corporation; "EPICLON" là nhãn hiệu đã đăng ký của DIC Corporation).

Nhựa epoxy có vòng oxazolidon trong phân tử tốt hơn là được chứa với lượng lớn hơn hoặc bằng 25 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của nhựa epoxy. Lượng nhựa epoxy có vòng oxazolidon trong phân tử là lớn hơn hoặc bằng 25 phần khối lượng làm cho có thể đạt được các đặc tính cơ học tốt của sản phẩm lưu hóa nhựa. Để đạt được các đặc tính cơ học tốt này, lượng nhựa epoxy có vòng oxazolidon trong phân tử tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 30 phần khối lượng, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 32 phần khối lượng, và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 35 phần khối lượng. Lượng nhựa epoxy có vòng oxazolidon trong phân tử không bị giới hạn, với điều kiện là hiệu quả mong muốn của việc cải thiện các đặc tính cơ học thu được. Ví dụ, lượng có thể là nhỏ hơn hoặc bằng 70 phần khối lượng. Lượng nhựa epoxy có vòng oxazolidon trong phân tử có thể được xác nhận bằng cách sử dụng, ví dụ, phép phân tích bằng dụng cụ đã biết.

Với điều kiện là hiệu quả của phương án của sáng chế có thể thu được, nhựa epoxy có thể còn chứa nhựa epoxy khác ngoài nhựa epoxy có vòng oxazolidon trong phân tử. Các ví dụ của nhựa epoxy khác này bao gồm: nhựa epoxy loại glycidyl ete thu được từ (i) hợp chất có nhóm hydroxyl trong phân tử và (ii) epichlorhydrin; nhựa epoxy loại glycidylamin thu được từ (i) hợp chất có nhóm amino trong phân tử và (ii) epichlorhydrin; nhựa epoxy loại glycidyl este thu được từ (i) hợp chất có nhóm cacboxyl trong phân tử và (ii) epichlorhydrin; nhựa epoxy vòng béo thu được bằng cách oxy hóa hợp chất có liên kết đôi trong phân tử; nhựa epoxy có cấu trúc dị vòng; và nhựa epoxy mà trong đó hai hoặc nhiều cấu trúc được chọn từ nhóm amino, nhóm cacboxyl, liên kết đôi, và cấu trúc dị vòng được trộn trong phân tử.

(Nhựa epoxy loại glycidyl ete)

Các ví dụ điển hình của nhựa epoxy loại glycidyl ete bao gồm: các nhựa

epoxy loại aryl glycidyl ete như nhựa epoxy bisphenol A, nhựa epoxy bisphenol F, nhựa epoxy bisphenol S, nhựa epoxy loại resocxinon, nhựa epoxy loại phenol novolac, nhựa epoxy loại trisphenol novolac, nhựa epoxy loại naphtalen, và nhựa epoxy loại antraxen; nhựa epoxy loại polyetylen glycol; nhựa epoxy loại polypropylen glycol; nhựa epoxy loại dixyclopentadien; các đồng phân vị trí của các nhựa này; và các phần tử thế của các nhựa này, mỗi trong số các phần tử thế của chúng có nhóm alkyl hoặc halogen làm nhóm thế.

Các ví dụ của sản phẩm thương mại của nhựa epoxy bisphenol A bao gồm EPON825, jER826, jER827, jER828 (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Mitsubishi Chemical Corporation; "jER" là nhãn hiệu đã đăng ký của Mitsubishi Chemical Corporation), EPICLON850 (sản xuất bởi DIC Corporation; "EPICLON" là nhãn hiệu đã đăng ký của DIC Corporation), EPOTOHTO YD-128 (sản xuất bởi Nippon Steel & Sumikin Chemical Co., Ltd.; "EPOTOHTO" là nhãn hiệu đã đăng ký của Nippon Steel & Sumikin Chemical Co., Ltd.), DER-331, DER-332 (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Dow Chemical Japan Ltd.), Bakelite EPR154, Bakelite EPR162, Bakelite EPR172, Bakelite EPR173, và Bakelite EPR174 (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Bakelite AG).

Các ví dụ của sản phẩm thương mại của nhựa epoxy bisphenol F bao gồm jER806, jER807, jER1750, (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Mitsubishi Chemical Corporation), EPICLON830 (sản xuất bởi DIC Corporation), EPOTOHTO YD-170 EPOTOHTO YD-175 (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Nippon Steel & Sumikin Chemical Co., Ltd.), Bakelite EPR169 (sản xuất bởi Bakelite AG), GY281, GY282, và GY285 (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Huntsman Advanced Materials).

Các ví dụ của sản phẩm thương mại của nhựa epoxy bisphenol S bao gồm EPICLON EXA-1514 (sản xuất bởi DIC Corporation).

Các ví dụ của sản phẩm thương mại của nhựa epoxy loại resocxinon bao gồm DENACOL EX-201 (sản xuất bởi Nagase ChemteX Corporation; "DENACOL" là nhãn hiệu đã đăng ký của Nagase ChemteX Corporation).

Các ví dụ của sản phẩm thương mại của nhựa epoxy loại phenol novolac bao gồm jER152, jER154 (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Mitsubishi Chemical Corporation), EPICLON N-740 (sản xuất bởi DIC Corporation), EPN179, và EPN180 (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Huntsman Advanced Materials).

Các ví dụ của sản phẩm thương mại của nhựa epoxy loại trisphenolmetan bao gồm Tactix742 (sản xuất bởi Huntsman Advanced Materials; "Tactix" là nhãn hiệu đã đăng ký của Huntsman Advanced Materials), EPPN501H, EPPN501HY, EPPN502H, EPPN503H (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Nippon Kayaku Co., Ltd.; "EPPN" là nhãn hiệu đã đăng ký của Nippon Kayaku Co., Ltd.), và jER1032H60 (sản xuất bởi Mitsubishi Chemical Corporation).

Các ví dụ của sản phẩm thương mại của nhựa epoxy loại naphtalen bao gồm HP-4032, HP-4700 (mỗi trong số chúng được sản xuất DIC Corporation), và NC-7300 (sản xuất bởi Nippon Kayaku Co., Ltd.).

Các ví dụ của sản phẩm thương mại của nhựa epoxy loại dicyclopentadien bao gồm XD-100 (sản xuất bởi Nippon Kayaku Co., Ltd.) và HP7200 (sản xuất bởi DIC Corporation).

Các ví dụ của sản phẩm thương mại của nhựa epoxy loại anthracen bao gồm YL7172 và YX8800 (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Mitsubishi Chemical Corporation).

(Nhựa epoxy loại glyxidylamin)

Các ví dụ điển hình của nhựa epoxy loại glyxidylamin bao gồm các tetraglyxyldiaminodiphenylmetan, hợp chất glyxidyl của aminophenol, hợp chất glyxidyl của aminocresol, các glyxidyl anilin, và hợp chất glyxidyl của xylendiamin.

Các ví dụ của sản phẩm thương mại của các tetraglyxyldiaminodiphenylmetan bao gồm SUMI-EPOXY ELM434 (sản xuất bởi Sumitomo Chemical Co., Ltd.; "SUMI-EPOXY" là nhãn hiệu đã đăng ký của Sumitomo Chemical Co., Ltd.), Araldite MY720, Araldite MY721, Araldite

MY9512, Araldite MY9612, Araldite MY9634, Araldite MY9663 (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Huntsman Advanced Materials; "Araldite" là nhãn hiệu đã đăng ký của Huntsman Advanced Materials), jER604 (sản xuất bởi Mitsubishi Chemical Corporation), Bakelite EPR494, Bakelite EPR495, Bakelite EPR496, và Bakelite EPR497 (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Bakelite AG).

Các ví dụ của sản phẩm thương mại của hợp chất glyxidyl của aminophenol và hợp chất glyxidyl của aminocresol bao gồm jER630 (sản xuất bởi Mitsubishi Chemical Corporation), Araldite MY0500, Araldite MY0510, Araldite MY0600 (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Huntsman Advanced Materials), SUMI-EPOXY ELM120, và SUMI-EPOXY ELM100 (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Sumitomo Chemical Co., Ltd.).

Các ví dụ của sản phẩm thương mại của các glyxidyl anilin bao gồm GAN, GOT (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Nippon Kayaku Co., Ltd.; "GAN" và "GOT" là các nhãn hiệu đã đăng ký của Nippon Kayaku Co., Ltd.) và Bakelite EPR493 (sản xuất bởi Bakelite AG).

Các ví dụ của hợp chất glyxidyl của xylendiamin bao gồm TETRAD-X (sản xuất bởi Mitsubishi Gas Chemical Company, Inc.; "TETRAD" là nhãn hiệu đã đăng ký của Mitsubishi Gas Chemical Company, Inc.).

(Nhựa epoxy loại glyxidyl este)

Các ví dụ điển hình của nhựa epoxy loại glyxidyl este bao gồm este diglyxidyl của axit phtalic, este diglyxidyl của axit hexahydrophthalic, este diglyxidyl của axit isophthalic, este diglyxidyl của axit dime, và các đồng phân của các nhựa này.

Các ví dụ của sản phẩm thương mại của este diglyxidyl của axit phtalic bao gồm Epomic R508 (sản xuất bởi Mitsui Chemicals, Inc.; "Epomic" là nhãn hiệu đã đăng ký của Mitsui Chemicals, Inc.) và DENACOL EX-721 (sản xuất bởi Nagase ChemteX Corporation).

Các ví dụ của sản phẩm thương mại của các este diglyxidyl của axit

hexahydrophthalic bao gồm Epomic R540 (sản xuất bởi Mitsui Chemicals, Inc.) và AK-601 (sản xuất bởi Nippon Kayaku Co., Ltd.).

Các ví dụ của sản phẩm thương mại của este diglycidyl của axit dime bao gồm jER871 (sản xuất bởi Mitsubishi Chemical Corporation) và EPOTOHTO YD-171 (sản xuất bởi Nippon Steel & Sumikin Chemical Co., Ltd.).

(Nhựa epoxy vòng béo)

Các ví dụ điển hình của nhựa epoxy vòng béo bao gồm hợp chất polyme có vòng 1,2-epoxyxyclohexan là cấu trúc riêng phần.

Các ví dụ của sản phẩm thương mại của hợp chất có vòng 1,2-epoxyxyclohexan là cấu trúc riêng phần bao gồm CELLOXIDE2021P, CELLOXIDE2081, CELLOXIDE3000 (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Daicel Corporation; "CELLOXIDE" là nhãn hiệu đã đăng ký của Daicel Corporation), và CY179 (sản xuất bởi Huntsman Advanced Materials).

Đương lượng epoxy của nhựa epoxy tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 200 g/eq. Đương lượng epoxy là lớn hơn hoặc bằng 200 g/eq làm cho số lượng nhóm epoxy được chứa trong nhựa trở nên phù hợp, và làm cho khoảng cách giữa các nhóm epoxy trở nên phù hợp. Điều này ngăn chặn khả năng gia nhiệt của nhựa epoxy trong suốt phản ứng lưu hóa của chế phẩm nhựa không cao quá mức so với nhiệt độ lưu hóa. Nếu khả năng chịu nhiệt của nhựa epoxy là không cao quá mức so với nhiệt độ lưu hóa, các phân tử nhựa epoxy có thể di chuyển dễ dàng, và do đó có thể duy trì phản ứng. Điều này làm cho có thể duy trì tốc độ phản ứng của các nhóm epoxy không phản ứng trong nhựa epoxy. Hệ quả là, phản ứng đồng quy của chế phẩm nhựa trở nên nhanh, và do đó khả năng lưu hóa nhanh cải thiện.

Theo quan điểm về khả năng lưu hóa nhanh, đương lượng epoxy tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 210 g/eq, và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 215 g/eq. Đương lượng epoxy không bị giới hạn, với điều kiện là khả năng lưu hóa nhanh mong muốn có thể thu được. Ví dụ, đương lượng epoxy có thể là nhỏ hơn hoặc bằng 500 g/eq. Đương lượng epoxy có thể được xác nhận bằng cách sử

dụng, ví dụ, phép phân tích bằng dụng cụ đã biết.

[Tác nhân lưu hóa amin]

Tác nhân lưu hóa amin theo phương án của sáng chế có thể được chọn là thích hợp từ các hợp chất mà thúc đẩy sự lưu hóa của nhựa epoxy. Tác nhân lưu hóa amin có thể là loại đơn hoặc có thể là hai hoặc nhiều loại.

Các ví dụ của tác nhân lưu hóa amin bao gồm: các amin thơm như diaminodiphenylmetan và diaminodiphenyl sulfon; amin béo; dixyandiamit; tetramethylguanidin; amin phức thiourea; và các dẫn xuất, các đồng phân, và các sản phẩm được cải biến của các tác nhân lưu hóa amin này. Để gia tăng tính ổn định lưu trữ, tác nhân lưu hóa amin tốt hơn là chất rắn kết tinh ở nhiệt độ trong phòng (25°C).

Để lưu hóa một cách hiệu quả nhựa epoxy, kích thước hạt trung bình khối của tác nhân lưu hóa amin tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 20 μm , tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 10 μm , và còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 5 μm . Tác nhân lưu hóa amin có kích thước hạt trung bình khối là nhỏ hơn hoặc bằng 20 μm được ưu tiên bởi vì tác nhân lưu hóa amin này được phân tán tốt trong chế phẩm nhựa, để thúc đẩy phản ứng lưu hóa. Lưu ý rằng kích thước hạt trung bình khối của tác nhân lưu hóa amin có thể thu được bằng cách (i) đo sự phân bố kích thước hạt bằng cách sử dụng thiết bị đo hạt (sản xuất bởi Nikkiso Co., Ltd.; tên sản phẩm: AEROTRAC SPR; mẫu: 7340, hoặc sản xuất bởi MicrotracBEL Corp.; tên sản phẩm: AEROTRAC LDSA-3500A; "AEROTRAC" là nhãn hiệu đã đăng ký của MicrotracBEL Corp.) và (ii) chuyển đổi sự phân bố kích thước hạt được đo thành giá trị D50.

Tác nhân lưu hóa amin tốt hơn là dixyandiamit hoặc dẫn xuất của dixyandiamit bởi vì các tác nhân lưu hóa amin này cho phép chế phẩm nhựa có tính ổn định lưu trữ rất tốt và cho phép sản phẩm lưu hóa nhựa có các đặc tính cơ học tốt.

Các ví dụ của dẫn xuất của dixyandiamit bao gồm các hợp chất thu được bằng cách kết dính dixyandiamit với nhiều hợp chất khác nhau như nhựa epoxy, hợp chất vinyl, hợp chất acrylic, và

9,10-dihydro-9-oxa-10-phosphorphenanthren-10-oxit.

Dẫn xuất của dixyandiamit có thể là loại đơn, có thể là hai hoặc nhiều loại, hoặc có thể được sử dụng kết hợp với dixyandiamit.

Dẫn xuất của dixyandiamit hoặc của dixyandiamit tốt hơn là dixyandiamit bởi vì hoạt tính của nó với nhựa epoxy.

Ngoài ra, dixyandiamit hoặc dẫn xuất của nó có thể là sản phẩm thương mại. Các ví dụ của sản phẩm thương mại của dixyandiamit bao gồm DICY7, DICY15 (mỗi trong số chúng được sản xuất bởi Mitsubishi Chemical Corporation), và Dicyanex 1400F (sản xuất bởi Air Products).

[Tác nhân lưu hóa imidazol]

Tác nhân lưu hóa imidazol theo phương án của sáng chế là hợp chất có vòng imodazol trong phân tử. Tác nhân lưu hóa imidazol có thể là loại đơn hoặc có thể là hai hoặc nhiều loại. Ví dụ, tác nhân lưu hóa imidazol là hợp chất có vòng imodazol trong phân tử, và ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm: hợp chất (dẫn xuất imidazol) có nhóm thế trong vòng imodazol; hợp chất (sản phẩm cộng imidazol) có cấu trúc được tạo thành bằng sự bổ sung mở vòng của imidazol hoặc dẫn xuất imidazol cho nhóm epoxy của nhựa epoxy; hợp chất (clathratimidazol) mà trong đó imidazol được trải qua xử lý clathrat hóa với các dime dị hình; imidazol được kết vi nang hoặc dẫn xuất imidazol được kết vi nang (imidazol được kết vi nang); và imidazol hoặc dẫn xuất imidazol (sản phẩm cộng imidazol) trong mỗi trong số chất ổn định hoặc tương tự của chúng được phối hợp.

Nhiệt độ bắt đầu lưu hóa mà ở đó hợp chất imidazol bắt đầu để được lưu hóa tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 100°C theo quan điểm về tính ổn định lưu trữ của chế phẩm nhựa và của vật liệu tấm trước (được mô tả sau) chứa chế phẩm nhựa. Hợp chất imidazol có nhiệt độ bắt đầu lưu hóa là lớn hơn hoặc bằng 100°C có hoạt tính thấp ở nhiệt độ tương đối thấp như nhiệt độ trong phòng. Ngoài ra, chế phẩm nhựa chứa hợp chất imidazol có nhiệt độ bắt đầu lưu hóa là lớn hơn hoặc bằng 100°C có tính ổn định nhiệt cao. Điều này làm cho tính ổn định lưu trữ của chế phẩm nhựa và của vật liệu tấm trước trở nên cao. Trong khi

đó, nhiệt độ bắt đầu lưu hóa tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 110°C để đạt được khả năng lưu hóa tốt và đặc tính thúc đẩy lưu hóa tốt ở nhiệt độ mà ở đó vật liệu tấm trước được trải qua quy trình đúc.

Lưu ý rằng nhiệt độ bắt đầu lưu hóa được đo bằng phương pháp dưới đây. Thứ nhất, 10 phần khối lượng hợp chất imidazol được bổ sung vào và được trộn với 100 phần khối lượng nhựa epoxy bisphenol A có đương lượng epoxy là 180 đến 220, sao cho chế phẩm nhựa mẫu được điều chế. Lượng nhiệt được sinh ra bởi chế phẩm nhựa mẫu được đo bằng cách sử dụng thiết bị đo nhiệt lượng quét vi sai (DSC; ví dụ Q1000 sản xuất bởi TA Instruments) tại tốc độ gia nhiệt là $10^{\circ}\text{C}/\text{phút}$. Nhiệt độ của sự giao nhau của đường tiếp tuyến tại điểm uốn của đường cong DSC thu được và đường cơ sở được coi là nhiệt độ bắt đầu lưu hóa của hợp chất imidazol.

Các ví dụ của hợp chất imidazol có nhiệt độ lưu hóa là lớn hơn hoặc bằng 100°C bao gồm: dẫn xuất imidazol; sản phẩm cộng imidazol; hợp chất mà trong đó imidazol được trải qua xử lý clathrat hóa với các dime dị hình; imidazol được kết vi nang hoặc dẫn xuất imidazol được kết vi nang; và sản phẩm cộng imidazol.

Các ví dụ của dẫn xuất imidazol có nhiệt độ bắt đầu lưu hóa là lớn hơn hoặc bằng 100°C bao gồm 2,4-diamino-6-[2'-metylimidazolyl-(1')]-etyl-s-triazin, 1-xyanoetyl-2-phenylimidazoliumtrimellitat, 2-phenyl-4,5-dihydroxymetylimidazol, và 2-phenyl-4-metyl-5-hydroxymetylimidazol. Trong số các dẫn xuất imidazol này, hợp chất imidazol có vòng triazin trong phân tử tốt hơn là bởi vì hợp chất imidazol này có tính ổn định lưu trữ cao trong chế phẩm nhựa ở nhiệt độ trong phòng và có tốc độ lưu hóa cao. Các ví dụ của hợp chất imidazol bao gồm 2,4-diamino-6-[2'-metylimidazolyl-(1')]-etyl-s-triazin.

Tác nhân lưu hóa imidazol hoạt động như tác nhân lưu hóa của nhựa epoxy, và được chứa, trong chế phẩm nhựa, cùng với tác nhân lưu hóa amin như dixyandiamit hoặc dẫn xuất của nó. Điều này làm cho cả hai tác nhân lưu hóa để

mang lại hiệu quả thúc đẩy lưu hóa, và do đó có thể lưu hóa chế phẩm nhựa trong thời gian ngắn.

Theo quan điểm về tính ổn định lưu trữ của chế phẩm nhựa và của vật liệu tẩm trước (được mô tả sau) chứa chế phẩm nhựa, tác nhân lưu hóa imidazol tốt hơn là có độ tan thấp trong nhựa epoxy ở nhiệt độ là nhỏ hơn hoặc bằng 100°C . Do đó, tác nhân lưu hóa imidazol tốt hơn là chất rắn kết tinh ở nhiệt độ trong phòng (25°C). Trong khi đó, để lưu hóa một cách hiệu quả nhựa epoxy, kích thước hạt trung bình khối của tác nhân lưu hóa imidazol tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng $20\text{ }\mu\text{m}$, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng $5\text{ }\mu\text{m}$, và còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng $2\text{ }\mu\text{m}$. Hợp chất imidazol có kích thước hạt trung bình khối là nhỏ hơn hoặc bằng $20\text{ }\mu\text{m}$ được ưu tiên bởi vì hợp chất imidazol này được phân tán tốt trong chế phẩm nhựa nhiệt rắn, để thúc đẩy phản ứng lưu hóa. Lưu ý rằng kích thước hạt trung bình khối của tác nhân lưu hóa imidazol có thể được đo bằng phương pháp giống nhau mà nhờ đó kích thước hạt trung bình khối của tác nhân lưu hóa amin được đo.

Tỷ lệ khối lượng của tác nhân lưu hóa imidazol so với tác nhân lưu hóa amin tốt hơn là 1:0,3 đến 1:3,5 xét về [tác nhân lưu hóa amin : tác nhân lưu hóa imidazol]. Đặc biệt là, tác nhân lưu hóa imidazol tốt hơn là được chứa với lượng 0,3 lần đến 3,5 lần nhiều bằng lượng tác nhân lưu hóa amin được chứa. Nếu tỷ lệ giữa tác nhân lưu hóa amin và tác nhân lưu hóa imidazol nằm trong phạm vi này, cả hai tác nhân lưu hóa amin và tác nhân lưu hóa imidazol mang lại hiệu quả thúc đẩy lưu hóa, sao cho khả năng lưu hóa nhanh có thể đạt được. Tỷ lệ tốt hơn nữa là 1:1 đến 1:3,2, và còn tốt hơn nữa là 1:1,2 đến 1:3.

[Tỷ lệ về lượng giữa nhựa epoxy và tác nhân lưu hóa]

Tác nhân lưu hóa amin được chứa trong chế phẩm nhựa với lượng nhỏ hơn hoặc bằng 3,8 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của nhựa epoxy. Nếu lượng tác nhân lưu hóa amin được chứa là nhỏ hơn hoặc bằng 3,8 phần khối lượng, có thể truyền khả năng lưu hóa nhanh rất tốt cho vật liệu tẩm trước, và truyền độ bền cơ học rất tốt cho sản phẩm lưu hóa thậm chí với thời gian lưu hóa ngắn. Lượng tác nhân lưu hóa amin được chứa tốt hơn là nhỏ hơn

hoặc bằng 3,5 phần khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 3,2 phần khối lượng, và còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 3,0 phần khối lượng. Ngoài ra, tác nhân lưu hóa amin tốt hơn là được chứa với lượng lớn hơn hoặc bằng 1 phần theo khối lượng. Điều này làm cho có thể thúc đẩy sự lưu hóa của vật liệu tấm trước. Lượng tác nhân lưu hóa amin được chứa tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 1,5% theo khối lượng.

Ngoài ra, nếu lượng quá mức của tác nhân lưu hóa amin và tác nhân lưu hóa imidazol được chứa trong chế phẩm nhựa, vật liệu composit được gia cường sợi, mà là sản phẩm lưu hóa của vật liệu tấm trước, có xu hướng có độ bền cơ học không đầy đủ. Để gia tăng đầy đủ độ bền cơ học, lượng tác nhân lưu hóa amin và tác nhân lưu hóa imidazol được chứa trong chế phẩm nhựa là nhỏ hơn hoặc bằng 10 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của nhựa epoxy. Nếu lượng là nhỏ hơn hoặc bằng 10 phần khối lượng, các đặc tính cơ học tốt của vật liệu composit được gia cường sợi có thể dễ dàng đạt được. Từ những quan điểm nêu trên, lượng tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 4 phần khối lượng, và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 5 phần khối lượng. Lượng không bị giới hạn, với điều kiện là hiệu quả mong muốn của sự gia tăng độ bền cơ học có thể thu được. Ví dụ, lượng tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 9 phần khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 8 phần khối lượng, và có thể là nhỏ hơn hoặc bằng 7,5 phần khối lượng. Lượng có thể được xác nhận bằng cách sử dụng, ví dụ, phép phân tích bằng dụng cụ đã biết.

[Các chất phụ gia khác]

Với điều kiện là hiệu quả của phương án của sáng chế thu được, chế phẩm nhựa có thể còn chứa (các) thành phần khác ngoài nhựa epoxy, tác nhân lưu hóa amin, và tác nhân lưu hóa imidazol. Các thành phần khác có thể là loại đơn hoặc có thể là hai hoặc nhiều loại. Lượng các thành phần khác được chứa có thể được xác định là thích hợp, với điều kiện là hiệu quả của các thành phần khác và hiệu quả của phương án của sáng chế có thể đều thu được. Các ví dụ của các thành phần khác bao gồm: chất ổn định, chất đàn hồi nhiệt dẻo, các hạt mịn đàn hồi, các hạt mịn đàn hồi loại lõi-vỏ, chất pha loãng, các hạt vô cơ như silic

oxit, các thành phần chứa cacbon như ống nano cacbon và muội than, các chất làm chậm cháy như hợp chất phospho, tác nhân tháo khuôn bên trong chứa hợp chất silic hoặc hợp chất flo, và tác nhân khử bọt.

[Thời gian hoàn thành việc lưu hóa của chế phẩm nhựa]

Thời gian hoàn thành việc lưu hóa, mà trong đó việc lưu hóa của chế phẩm nhựa được hoàn thành, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 5 phút, và tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 4,5 phút ở 140°C. Nếu việc lưu hóa được hoàn thành trong phạm vi này, chế phẩm nhựa có thể được coi là có khả năng lưu hóa nhanh đầy đủ làm chế phẩm nhựa để sử dụng trong quá trình đúc ép chu kỳ cao. Thời gian hoàn thành việc lưu hóa trong phạm vi này có thể đạt được bằng cách sử dụng kết hợp tác nhân lưu hóa amin và tác nhân lưu hóa imidazol p. Ví dụ, thời gian hoàn thành việc lưu hóa có thể còn được rút ngắn (ví dụ, khả năng lưu hóa nhanh có thể được cải thiện) theo lượng và loại của các tác nhân lưu hóa này.

Thời gian hoàn thành việc lưu hóa có thể được đo bằng cách sử dụng thiết bị kiểm tra sự lưu hóa. Thiết bị kiểm tra sự lưu hóa được tạo kết cấu để (i) cung cấp, cho chế phẩm nhựa, sự dao động sóng hình sin có biên độ không thay đổi theo cách để không phá hủy chế phẩm nhựa ở nhiệt độ không thay đổi, (ii) đo liên tục mômen xoắn được truyền từ chế phẩm nhựa đến các khuôn trên, và (iii) báo cáo, như biên độ mômen xoắn/đường cong thời gian (đường cong lưu hóa), thay đổi trong ứng suất nhót đàn hồi trong suốt quá trình trong phản ứng lưu hóa. Thời gian hoàn thành việc lưu hóa của chế phẩm nhựa thu được bằng cách (i) tạo ra, từ đường cong, giá trị mômen xoắn tối đa (Tmax) mà ở đó giá trị mômen xoắn không còn thay đổi và (ii) tính toán giá trị mômen xoắn 90% (T90) của giá trị mômen xoắn tối đa. Sau đó, khoảng thời gian từ khi bắt đầu phép đo cho đến T90 đạt được được đo, và được coi là thời gian hoàn thành việc lưu hóa (t90).

[Phương pháp sản xuất chế phẩm nhựa]

Chế phẩm nhựa có thể được sản xuất bằng phương pháp sản xuất chế phẩm nhựa nhiệt rắn thông thường đã biết để sử dụng trong vật liệu tấm trước. Chế phẩm nhựa tốt hơn là được tạo ra bằng cách sử dụng bình thủy tinh, thiết bị

khuấy, thiết bị trộn xoay, nồi gia nhiệt và khuấy điển hình, hoặc nồi gia nhiệt áp suất và khuấy điển hình.

Chế phẩm nhựa, ví dụ, tốt hơn là được tạo ra bằng phương pháp sản xuất bao gồm các bước sau đây.

Bước (1): Bước tạo ra tác nhân nhựa epoxy chính bằng cách đặt, trong bình hòa tan, nhựa epoxy và, nếu cần, phụ gia bất kỳ như nhựa dẻo nhiệt, và gia nhiệt và trộn nhựa và/hoặc chất phụ gia ở 70°C đến 150°C trong 1 giờ đến 6 giờ.

Bước (2): Bước tạo ra chế phẩm nhựa bằng cách làm mát tác nhân nhựa epoxy chính xuống 40°C đến 70°C, bổ sung nhựa epoxy còn lại, tác nhân lưu hóa amin, và tác nhân lưu hóa imidazol, và sau đó trộn nhựa và các tác nhân ở 40°C đến 70°C trong 0,5 giờ đến 2 giờ.

Trong bước (2), nhựa epoxy, tác nhân lưu hóa amin, và tác nhân lưu hóa imidazol có thể được bổ sung, vào tác nhân nhựa epoxy chính, riêng biệt hoặc theo cách trộn đồng đều (làm phụ gia màu nhựa). Phụ gia màu nhựa có thể được chuẩn bị bằng cách, ví dụ, nhào nhựa epoxy, tác nhân lưu hóa amin, và tác nhân lưu hóa imidazol ở nhiệt độ trong phòng.

<Vật liệu tẩm trước>

Vật liệu tẩm trước theo phương án của sáng chế là vật liệu tẩm trước ở dạng tẩm mà trong đó vật liệu sợi gia cường được ngâm tẩm với chế phẩm nhựa.

(Vật liệu sợi gia cường)

Vật liệu sợi gia cường là vật liệu nền mà được làm từ các sợi gia cường và cần được sử dụng cho vật liệu tẩm trước. Các ví dụ của các sợi gia cường bao gồm các sợi vô cơ, các sợi hữu cơ, các sợi kim loại, và các sợi gia cường lai thu được bằng cách kết hợp các sợi này. Các sợi gia cường có thể là loại đơn hoặc có thể là hai hoặc nhiều loại.

Các ví dụ của các sợi vô cơ bao gồm các sợi cacbon, các sợi graphit, các sợi silic cacbua, các sợi nhôm oxit, các sợi vonfam cacbua, các sợi bo, và các sợi thủy tinh. Các ví dụ của các sợi hữu cơ bao gồm các sợi aramit, các sợi polyetylen mật độ cao, các sợi nylon điển hình khác, và các sợi polyeste. Các ví

dụ của các sợi kim loại bao gồm các sợi thép không gỉ và các sợi sắt. Các ví dụ của các sợi kim loại cũng bao gồm các sợi kim loại phủ cacbon thu được bằng cách phủ các sợi kim loại bằng cacbon. Trong số này, các sợi cacbon có thể ưu tiên theo quan điểm về các đặc tính cơ học như độ bền của vật liệu composit được gia cường sợi gây ra bởi sự lưu hóa nhiệt của vật liệu tẩm trước.

Các sợi gia cường có thể là các sợi dài hoặc các sợi ngắn, và tốt hơn là các sợi dài bởi vì các sợi dài có độ cứng rất tốt.

Các ví dụ của vật liệu sợi gia cường bao gồm: tấm UD (tấm đơn hướng) mà trong đó nhiều sợi dài được sắp xếp theo một hướng; vải (tấm vải) thu được bằng cách dệt các sợi dài; và vải không dệt được làm từ các sợi ngắn. Các ví dụ của phương pháp dệt vải bao gồm dệt trơn, dệt vân chéo, dệt xa tanh, và dệt ba trục.

Trọng lượng trên đơn vị diện tích của vật liệu sợi gia cường có thể được xác định là thích hợp theo các đặc tính mong đợi của vật liệu composit được gia cường sợi. Nếu vật liệu tẩm trước được tạo hình trước sao cho vật liệu tẩm trước có độ dày nhất định như được mô tả trước đó, làm cho vật liệu tẩm trước có độ dày lớn, tức là, làm cho vật liệu sợi gia cường (ví dụ, vải) có trọng lượng lớn trên đơn vị diện tích, làm cho có thể làm giảm số lượng lớp trong vật liệu tẩm trước. Điều này cho phép hiệu quả hoạt động cao. Tuy nhiên, trọng lượng lớn quá mức trên đơn vị diện tích của vải có thể làm cho độ cứng của vật liệu tẩm trước là cao, sao cho việc lắp vật liệu tẩm trước vào khuôn đúc có thể là không đầy đủ.

Theo quan điểm về hiệu quả hoạt động và khả năng xử lý đúc trong phôi tạo hình trước, vật liệu sợi gia cường có trọng lượng trên đơn vị diện tích tốt hơn là 100 g/m^2 đến 1000 g/m^2 , tốt hơn nữa là 150 g/m^2 đến 1000 g/m^2 , và còn tốt hơn nữa là 300 g/m^2 đến 1000 g/m^2 . Trọng lượng sợi trên đơn vị diện tích của vật liệu sợi gia cường tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng giới hạn dưới của các phạm vi bởi vì, với trọng lượng sợi trên đơn vị diện tích, số lượng lớp cần thiết để thu được sản phẩm đúc có độ dày mong muốn là không lớn. Trọng lượng sợi trên đơn vị diện tích của vật liệu sợi gia cường tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng giới hạn

trên của phạm vi bởi vì, với trọng lượng sợi trên đơn vị diện tích này, dễ dàng thu được vật liệu tấm trước ở trạng thái ngấm tẩm tốt, sao cho các đặc tính xếp nếp không thấp quá mức.

Nếu hình dạng phức tạp được đúc trong quá trình đúc ép chu kỳ cao, vải tốt hơn là được làm từ vật liệu sợi gia cường bởi vì vải này thực hiện tạo hình trước dễ dàng. Vật liệu sợi gia cường, mà là vải, cũng sẽ được gọi cụ thể là "vải sợi gia cường", và vật liệu tấm trước chứa vải sợi gia cường cũng sẽ được gọi cụ thể là "vật liệu tấm trước bằng vải".

(Ngâm tẩm vật liệu sợi gia cường)

Vật liệu tấm trước được tạo thành bằng cách ngâm tẩm vật liệu sợi gia cường với chế phẩm nhựa epoxy. Vật liệu sợi gia cường được ngâm tẩm với chế phẩm nhựa bằng cách, ví dụ, (i) phủ bề mặt của giấy chống dính hoặc tương tự với chế phẩm nhựa với lượng nhất định, (ii) cung cấp cho vật liệu sợi gia cường lên trên bề mặt, và (iii) đưa, qua trục cán lăn ép, giấy chống dính mà trên đó chế phẩm nhựa và vật liệu sợi gia cường được cung cấp. Thay vào đó, vật liệu sợi gia cường được ngâm tẩm với chế phẩm nhựa bằng cách (i) phủ trực tiếp vật liệu sợi gia cường với chế phẩm nhựa với lượng nhất định và (ii) đưa vật liệu sợi gia cường qua trục cán lăn ép trong khi, nếu cần, vật liệu sợi gia cường được kẹp giữa các mảnh của giấy chống dính hoặc tương tự.

Ngoài ra, mức độ ngấm tẩm mà vật liệu sợi gia cường được ngâm tẩm với chế phẩm nhựa được thể hiện bởi tỷ lệ của hàm lượng chế phẩm nhựa so với vật liệu sợi gia cường của vật liệu tấm trước. Mức độ ngấm tẩm có thể thu được bằng phương pháp quan sát, bằng cách sử dụng kính hiển vi, mặt cắt ngang của vật liệu tấm trước, mặt cắt ngang mà vuông góc với hướng sợi. Mức độ ngấm tẩm có thể được tính toán từ (i) diện tích kéo của vật liệu sợi gia cường và (ii) diện tích của phần không được ngấm tẩm. Để đạt được độ bền cơ học đầy đủ và đồng đều của vật liệu composit được gia cường sợi, mức độ ngấm tẩm tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 98%, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 99%. Mức độ ngấm tẩm có thể được xác định là thích hợp, với điều kiện là các đặc tính mong đợi của vật liệu composit được gia cường sợi có thể thu được. Ví dụ, mức độ

ngâm tẩm có thể là nhỏ hơn hoặc bằng 99,8%. Lượng chế phẩm nhựa được chứa trong vật liệu composit được gia cường sợi cũng có thể được đánh giá như hàm lượng nhựa mà là tỷ lệ của lượng chế phẩm nhựa được chứa so với lượng vật liệu tẩm trước.

(Tẩm cán mỏng của các vật liệu tẩm trước)

Vật liệu tẩm trước được sử dụng làm lớp đơn hoặc, nếu cần, làm tẩm cán mỏng mà trong đó nhiều lớp được cán mỏng.

Cấu trúc tẩm cán mỏng của vật liệu tẩm trước không bị giới hạn là bất kỳ tẩm cụ thể nào. Ví dụ, trong trường hợp trong đó các vật liệu tẩm trước UD cần được sử dụng, các vật liệu tẩm trước UD được cán mỏng sao cho các trục sợi của các sợi gia cường của các vật liệu tẩm trước UD liên kề theo chiều dọc là vuông góc với nhau. Chỉ các vật liệu tẩm trước của các loại giống nhau có thể được cán mỏng, hoặc các vật liệu tẩm trước của các loại khác nhau có thể được cán mỏng.

Số lượng các vật liệu tẩm trước được cán mỏng không bị giới hạn cụ thể, và có thể được xác định là thích hợp theo các đặc điểm hoặc tương tự của vật liệu composit được gia cường sợi được yêu cầu. Tẩm cán mỏng của các vật liệu tẩm trước có thể được chuẩn bị bằng cách ngâm tẩm tẩm cán mỏng của các vật liệu sợi gia cường với chế phẩm nhựa, hoặc có thể được chuẩn bị bằng cách cán mỏng các vật liệu tẩm trước.

Giá trị trong thử nghiệm trên các đặc tính xếp nếp của vật liệu tẩm trước (sau đây cũng được gọi là "giá trị xếp nếp") tốt hơn là 20° đến 70° . Giá trị xếp nếp là chỉ số để đánh giá sự cân bằng giữa độ cứng của vật liệu tẩm trước (ví dụ, vật liệu tẩm trước khó bị biến dạng như thế nào) và các đặc tính sau đây của vật liệu tẩm trước so với khuôn đúc (ví dụ, vật liệu tẩm trước bị biến dạng dễ dàng thế nào). Giá trị xếp nếp biểu thị mức độ mà, khi một đầu của vật liệu tẩm trước đỡ theo chiều ngang được cố định làm đầu cố định và đầu còn lại được để làm đầu tự do, đầu còn lại võng xuống.

Giá trị xếp nếp có thể thu được bằng, ví dụ, phương pháp sau đây. Đầu tiên, mảnh thử nghiệm của vật liệu tẩm trước có chiều dài của 200 mm và chiều

rộng là 15 mm được điều chế. Nếu vật liệu sợi gia cường là vật liệu đơn hướng, chiều dài của mảnh thử nghiệm là chiều dài theo hướng mà trong đó sợi gia cường kéo dài. Nếu vật liệu sợi gia cường là vải, chiều dài của mảnh thử nghiệm là chiều dài theo hướng dọc của vật liệu sợi gia cường. Nếu vật liệu sợi gia cường là vật liệu đơn hướng, chiều rộng của mảnh thử nghiệm là chiều dài theo hướng vuông góc với hướng mà trong đó sợi gia cường kéo dài. Nếu vật liệu sợi gia cường là vải, chiều dài của mảnh thử nghiệm là hướng ngang của vật liệu sợi gia cường.

Sau đó, mảnh thử nghiệm được thiết lập trên bệ thử nghiệm sao cho (i) lên đến phần 50 mm cách xa một đầu của mảnh thử nghiệm được đặt lên bề mặt trên nằm ngang của bệ thử nghiệm và (ii) phần còn lại của mảnh thử nghiệm nhô ra từ bệ thử nghiệm. Sau đó, mảnh thử nghiệm được để yên ở nhiệt độ bình thường (23°C) trong 3 phút. Góc mà phần ở phía đầu tự do của mảnh thử nghiệm tạo với mặt phẳng ngang thu được, và được coi là giá trị xếp nếp. Góc là góc ở phía đầu tự do, của các góc giữa (i) đường thẳng kết nối đầu còn lại của phần của mảnh thử nghiệm trên bệ thử nghiệm với đầu tự do của mảnh thử nghiệm và (ii) mặt phẳng ngang.

Giá trị xếp nếp nhỏ quá mức có thể dẫn đến không đầy đủ các đặc tính sau đây của vật liệu tấm trước so với khuôn đúc, và giá trị xếp nếp lớn quá mức có thể làm cho vật liệu tấm trước mềm quá mức, mà khó gia công. Theo quan điểm về các đặc tính tạo hình trước và khả năng gia công của vật liệu tấm trước, giá trị xếp nếp tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 20° , tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 25° , và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 30° . Ngoài ra, để đạt được đầy đủ các đặc tính sau đây, giá trị xếp nếp tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 70° , tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 65° , và còn tốt hơn nữa là 60° . Giá trị xếp nếp có thể được điều chỉnh bằng, ví dụ, độ cứng hoặc trọng lượng trên đơn vị diện tích của vật liệu sợi gia cường.

Vật liệu tấm trước có thể còn chứa các phần tử cấu thành khác ngoài vật liệu sợi gia cường và chế phẩm nhựa, với điều kiện là hiệu quả của phương án của sáng chế có thể thu được. Các ví dụ của phần tử cấu thành này bao gồm: tấm

cán mỏng mà trong đó vải không dệt có trọng lượng trên đơn vị diện tích là 5 g/m² đến 50 g/m² được cán mỏng trên bề mặt của vật liệu tấm trước và (ii) tấm cán mỏng mà trong đó tấm được ngâm tẩm với chế phẩm nhựa được cán mỏng trên vải không dệt có trọng lượng trên đơn vị diện tích là 5 g/m² đến 50 g/m².

Bằng cách lưu hóa vật liệu tấm trước thông qua gia nhiệt và ép, vật liệu composit được gia cường sợi được tạo thành. Vật liệu composit được gia cường sợi sẽ được mô tả dưới đây.

<Vật liệu composit được gia cường sợi>

Vật liệu composit được gia cường sợi theo phương án của sáng chế là sản phẩm lưu hóa của vật liệu tấm trước, mà sản phẩm lưu hóa thu được bằng phản ứng lưu hóa của chế phẩm nhựa.

Thực tế là vật liệu composit được gia cường sợi theo phương án của sáng chế là sản phẩm lưu hóa của vật liệu tấm trước theo phương án của sáng chế có thể được xác nhận bằng các kết quả của phép phân tích bằng dụng cụ đã biết. Ví dụ, lượng tác nhân lưu hóa amin được chứa trong chế phẩm nhựa của vật liệu tấm trước có thể được coi là trên cơ sở của (i) tác nhân lưu hóa amin được chứa trong vật liệu composit được gia cường sợi, (ii) lượng dư của tác nhân lưu hóa amin, và (iii) tỷ lệ của cấu trúc liên kết ngang thu được từ tác nhân lưu hóa amin. Tương tự, lượng tác nhân lưu hóa imidazol được chứa trong chế phẩm nhựa của vật liệu tấm trước có thể được ước tính là trên cơ sở của (i) tác nhân lưu hóa imidazol được chứa trong vật liệu composit được gia cường sợi, (ii) lượng dư của tác nhân lưu hóa imidazol, và (iii) tỷ lệ của cấu trúc liên kết ngang thu được từ tác nhân lưu hóa imidazol. Dựa trên lượng ước tính này của lượng tác nhân lưu hóa amin và tác nhân lưu hóa imidazol được chứa, có thể xác nhận rằng vật liệu composit được gia cường sợi theo phương án của sáng chế là sản phẩm lưu hóa của vật liệu tấm trước theo phương án của sáng chế.

Vật liệu composit được gia cường sợi được tạo ra bằng cách cho vật liệu tấm trước trải qua gia nhiệt và ép. Ví dụ, vật liệu composit được gia cường sợi có thể được sản xuất bởi phương pháp sản xuất bao gồm bước đặt vật liệu tấm trước hoặc phôi tạo hình trước vào trong khuôn đúc và cho vật liệu tấm trước

hoặc phôi tạo hình trước trải qua gia nhiệt và ép. Phương pháp sản xuất có thể bao gồm các bước là (i) tạo ra tấm cán mỏng vật liệu tấm trước bằng cách cán mỏng các vật liệu tấm trước trong khuôn đúc và (ii) tạo hình trước tấm cán mỏng vật liệu tấm trước bằng cách nén tấm cán mỏng vật liệu tấm trước bằng cách sử dụng khuôn đúc (để tạo thành phôi tạo hình trước).

[Bước đúc (lưu hóa)]

Tấm cán mỏng vật liệu tấm trước thu được bằng cách cán mỏng số lượng cần thiết của các vật liệu tấm trước được trải qua gia nhiệt và ép bằng cách sử dụng khuôn đúc, sao cho vật liệu composit được gia cường sợi thu được.

Phương pháp đúc đã biết có thể được sử dụng làm phương pháp đúc tấm cán mỏng vật liệu tấm trước bằng cách sử dụng khuôn đúc. Các ví dụ của phương pháp đã biết bao gồm đúc hơi, đúc nung, đúc áp suất bên trong, và đúc ép.

Bằng quá trình đúc ép, so với các phương pháp đúc khác, thu được vật liệu composit được gia cường sợi có lớp nhựa được tạo thành bằng màng nhựa trên lớp bề mặt dễ dàng hơn. Tuy nhiên, đúc ép có xu hướng làm cho áp suất đúc trở nên cao, để làm cho nhựa chảy ra khỏi khuôn đúc. Tuy nhiên, chế phẩm nhựa được mô tả trước đó có khả năng lưu hóa nhanh rất tốt, và do đó có thể ngăn nhựa không chảy ra khỏi khuôn đúc trong suốt quá trình đúc. Do đó, chế phẩm nhựa được mô tả trước đó là hiệu quả hơn khi quá trình đúc ép được sử dụng trong bước đúc theo khía cạnh của sáng chế, và chế phẩm nhựa được mô tả trước đó là đặc biệt hiệu quả khi việc đúc ép chu kỳ cao được sử dụng trong bước đúc theo khía cạnh của sáng chế.

Mô tả sau đây sẽ thảo luận ví dụ của Fig.1 mà trong đó, bằng cách sử dụng khuôn đúc 100, tấm cán mỏng vật liệu tấm trước 1 được trải qua đúc ép để chuẩn bị vật liệu composit được gia cường sợi 2. Khuôn đúc 100 bao gồm (i) khuôn đúc dưới 110 có phần nhô 112 được bố trí trên phía bề mặt trên của nó và (ii) khuôn đúc trên 120 có phần lõm 122 được bố trí trên phía bề mặt đáy của nó. Khi khuôn đúc 100 được đóng kín bằng cách đưa khuôn đúc trên 120 lại gần với khuôn đúc dưới 110, khoang được tạo thành giữa phần nhô 112 và phần lõm 122

trong khuôn đúc 100 để có hình dạng bổ sung cho hình dạng của vật liệu composit được gia cường sợi đích.

Sau khi tấm cán mỏng vật liệu tấm trước 1 được bố trí trên khuôn đúc dưới 110 như được minh họa trong (a) của Fig.1, khuôn đúc 100 được đóng kín bằng cách đưa khuôn đúc dưới 110 lại gần với khuôn đúc trên 120 như được minh họa trong (b) của Fig.1. Sau đó, tấm cán mỏng vật liệu tấm trước 1 được trải qua gia nhiệt và ép để được đúc. Bởi vì tấm cán mỏng vật liệu tấm trước 1 được gia nhiệt trong khi được ép bằng khuôn đúc 100, chế phẩm nhựa trong tấm cán mỏng vật liệu tấm trước 1 được lưu hóa trong khi chảy. Sau khi lưu hóa, khuôn đúc 100 được mở và vật liệu composit được gia cường sợi 2 được lấy ra như được minh họa trong (c) của Fig.1, sao cho vật liệu composit được gia cường sợi như được minh họa trên Fig.2 thu được.

Đối với các điều kiện đúc, điều kiện đúc đã biết được công bố bất kỳ có thể được sử dụng ngoại trừ việc sử dụng tấm cán mỏng vật liệu tấm trước 1.

Nhiệt độ của khuôn đúc trong suốt quá trình đúc tốt hơn là 100°C đến 180°C , và tốt hơn nữa là 120°C đến 160°C . thực hiện quá trình gia nhiệt ở nhiệt độ lớn hơn hoặc bằng giới hạn dưới của phạm vi này, có thể lưu hóa nhanh chế phẩm nhựa. Điều này có thể làm rút ngắn chu kỳ đúc. Thực hiện quá trình gia nhiệt ở nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng giới hạn trên của phạm vi này, có thể ngăn chặn dòng nhựa trong suốt quá trình đúc. Điều này có thể làm thu được sản phẩm đúc có hình dạng tốt.

Áp suất tiếp xúc trong suốt quá trình đúc tốt hơn là 1 MPa đến 15 MPa, và tốt hơn nữa là 4 MPa đến 10 MPa. Bằng cách áp dụng áp suất là lớn hơn hoặc bằng giới hạn dưới của phạm vi này, có thể làm cho nhựa chảy dễ dàng, sao cho chế phẩm nhựa được phân bố khắp khuôn đúc. Điều này giúp dễ dàng thu được sản phẩm đúc có hình dạng tốt. Bằng cách áp dụng áp suất là nhỏ hơn hoặc bằng giới hạn trên, có thể ngăn nhựa không chảy quá mức. Điều này ngăn chặn hình dạng kém.

Thời gian đúc tốt hơn là 1 phút đến 15 phút, tốt hơn nữa là 2 phút đến 8 phút, và còn tốt hơn nữa là 2 phút đến 5 phút. Thực hiện quá trình đúc trong

khoảng thời gian lớn hơn hoặc bằng giới hạn dưới của phạm vi này, có thể điều chế chế phẩm nhựa có tính ổn định lưu trữ rất tốt và khả năng lưu hóa nhanh rất tốt. Bằng cách thực hiện quá trình đúc trong khoảng thời gian nhỏ hơn hoặc bằng giới hạn trên, có thể thực hiện quá trình đúc ép chu kỳ cao.

[Bước tạo hình trước]

Phương pháp sản xuất vật liệu composit được gia cường sợi có thể còn bao gồm, trước bước đúc, bước tạo hình trước mà tạo hình trước tấm cán mỏng vật liệu tấm trước thu được trong bước cán mỏng, để thu được phôi tạo hình trước. Đặc biệt là, phương pháp sản xuất vật liệu composit được gia cường sợi có thể là phương pháp mà trong đó bước cán mỏng, bước tạo hình trước, và bước đúc được thực hiện theo thứ tự này. Trong trường hợp này, tấm cán mỏng vật liệu tấm trước thu được trong bước cán mỏng được tạo thành, trong bước tạo hình trước, thành phôi tạo hình trước có hình dạng về cơ bản là giống hình dạng mong muốn của sản phẩm đúc. Sau đó, trong bước đúc, phôi tạo hình trước được trải qua gia nhiệt và ép để được đúc thành hình dạng mong muốn của sản phẩm đúc. Điều này tạo ra vật liệu composit được gia cường sợi. Số lượng lớp được cán mỏng trong tấm cán mỏng vật liệu tấm trước được trải qua bước tạo hình trước có thể được chọn là thích hợp theo độ dày được yêu cầu của sản phẩm đúc.

Phương pháp tạo hình trước tấm cán mỏng vật liệu tấm trước chỉ cần là phương pháp mà trong đó tấm cán mỏng vật liệu tấm trước có thể được tạo hình trước thành hình dạng trung gian xét về hình dạng của vật liệu composit được gia cường sợi đích. Phương pháp đã biết bất kỳ có thể được sử dụng, với điều kiện là tấm cán mỏng vật liệu tấm trước theo phương án của sáng chế được sử dụng.

Độ bền của vật liệu composit được gia cường sợi có thể được xác định là thích hợp theo mục đích mong muốn của vật liệu composit được gia cường sợi. Ví dụ, vật liệu composit được gia cường sợi cần được sử dụng cho bộ phận ô tô, độ bền uốn 90° của vật liệu composit được gia cường sợi tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 80 MPa, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 100 MPa, và còn tốt hơn nữa là

lớn hơn hoặc bằng 110 MPa.

Vật liệu tẩm trước theo phương án của sáng chế chứa: vật liệu sợi gia cường; và chế phẩm nhựa mà được ngâm tẩm với vật liệu sợi gia cường. Chế phẩm nhựa chứa nhựa epoxy, tác nhân lưu hóa amin, và tác nhân lưu hóa imidazol. Lượng tác nhân lưu hóa amin là nhỏ hơn hoặc bằng 3,8 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của nhựa epoxy. Tổng lượng tác nhân lưu hóa amin và lượng tác nhân lưu hóa imidazol là nhỏ hơn hoặc bằng 10 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của nhựa epoxy.

Với kết cấu nên trên, có thể đạt được vật liệu tẩm trước mà khả năng lưu hóa nhanh trong quá trình đúc ép chu kỳ cao và các đặc tính cơ học tốt đều khả thi.

Để gia tăng đầy đủ khả năng lưu hóa nhanh của vật liệu tẩm trước, hiệu quả hơn là sắp xếp vật liệu tẩm trước sao cho lượng tác nhân lưu hóa imidazol là 0,3 lần đến 3,5 lần nhiều như lượng tác nhân lưu hóa amin về tỷ lệ khối lượng.

Để gia tăng đầy đủ độ bền cơ học của vật liệu composit được gia cường sợi mà là sản phẩm lưu hóa của vật liệu tẩm trước, thậm chí hiệu quả hơn để sắp xếp vật liệu tẩm trước sao cho: nhựa epoxy chứa vòng oxazolidon mà chứa vòng oxazolidon trong phân tử; và lượng nhựa epoxy chứa vòng oxazolidon là lớn hơn hoặc bằng 25 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của nhựa epoxy.

Để gia tăng đầy đủ khả năng lưu hóa nhanh của vật liệu tẩm trước, thậm chí hiệu quả hơn để sắp xếp vật liệu tẩm trước sao cho nhựa epoxy có đương lượng epoxy là lớn hơn hoặc bằng 200 g/eq.

Để gia tăng tính ổn định lưu trữ của chế phẩm nhựa và các đặc tính cơ học của sản phẩm lưu hóa nhựa, thậm chí hiệu quả hơn để sắp xếp vật liệu tẩm trước sao cho tác nhân lưu hóa amin là dixyandiamit.

Để gia tăng tính ổn định lưu trữ của tác nhân lưu hóa ở nhiệt độ trong phòng trong chế phẩm nhựa và để gia tăng tốc độ lưu hóa của chế phẩm nhựa, thậm chí hiệu quả hơn để sắp xếp vật liệu tẩm trước sao cho tác nhân lưu hóa

imidazol là hợp chất imidazol có vòng triazin trong phân tử.

Theo vật liệu tấm trước theo phương án của sáng chế, thời gian hoàn thành việc lưu hóa của chế phẩm nhựa được đo bằng cách sử dụng thiết bị kiểm tra sự lưu hóa là nhỏ hơn hoặc bằng 5 phút ở 140°C .

Với kết cấu nêu trên, có thể đạt được vật liệu tấm trước mà không chỉ có khả năng lưu hóa nhanh và các đặc tính cơ học tốt mà còn các đặc tính tạo hình trước rất tốt thậm chí bằng cách sử dụng vải có trọng lượng lớn trên đơn vị diện tích.

Vật liệu tấm trước có thể được sắp xếp sao cho: vật liệu sợi gia cường có trọng lượng trên đơn vị diện tích là 100 g/m^2 đến 1000 g/m^2 ; vật liệu sợi gia cường được ngâm tẩm với chế phẩm nhựa đến mức độ ngâm tẩm là lớn hơn hoặc bằng 98%; và vật liệu tấm trước mang lại giá trị từ 20° đến 70° trong thử nghiệm trên các đặc tính xếp nếp.

Kết cấu nêu trên thậm chí hiệu quả hơn để (i) làm cho dễ dàng điều chỉnh độ dày của tấm cán mỏng vật liệu tấm trước, (ii) đạt được các đặc tính cơ học đầy đủ bằng cách lưu hóa của chế phẩm nhựa, và (iii) đạt được các đặc tính tạo hình trước tốt của vật liệu tấm trước.

Theo quan điểm về hiệu quả hoạt động và khả năng tiến hành đúc của phôi tạo hình trước, hiệu quả hơn là sắp xếp vật liệu tấm trước sao cho: vật liệu sợi gia cường là vải sợi gia cường; và vải sợi gia cường có trọng lượng trên đơn vị diện tích là 150 g/m^2 đến 1000 g/m^2 .

Ngoài ra, theo quan điểm về hiệu quả hoạt động và khả năng tiến hành đúc của phôi tạo hình trước, thậm chí hiệu quả hơn để sắp xếp vật liệu tấm trước sao cho vải sợi gia cường có trọng lượng trên đơn vị diện tích là 300 g/m^2 đến 1000 g/m^2 .

Vật liệu composit được gia cường sợi, mà là sản phẩm lưu hóa của vật liệu tấm trước theo phương án của sáng chế, có các đặc tính cơ học rất tốt.

Sáng chế không bị giới hạn bởi các phương án, nhưng có thể được thay đổi bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực nằm trong phạm vi của bộ

yêu cầu bảo hộ. Sáng chế cũng bao gồm, trong phạm vi kỹ thuật của nó, bất kỳ phương án nào có được bằng cách kết hợp các phương tiện kỹ thuật được mô tả khác với các phương án.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Mô tả sau đây sẽ thảo luận sáng chế một cách chi tiết dưới đây bằng các ví dụ. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn bởi mô tả sau đây.

[Các vật liệu thô được sử dụng]

Các vật liệu thô được sử dụng trong các ví dụ được thể hiện dưới đây.

(Nhựa epoxy)

jER828: Nhựa epoxy bisphenol A (tên sản phẩm: "jER 828"; đương lượng epoxy: 189; sản xuất bởi Mitsubishi Chemical Corporation)

TSR-400: Nhựa epoxy chứa vòng oxazolidon (tên sản phẩm: "TSR-400"; đương lượng epoxy: 339; sản xuất bởi DIC Corporation).

N740: Nhựa epoxy loại phenol novolac (tên sản phẩm: "N740"; đương lượng epoxy: 182; sản xuất bởi DIC Corporation)

N775: Nhựa epoxy loại phenol novolac (tên sản phẩm: "N775"; đương lượng epoxy: 189; sản xuất bởi DIC Corporation)

(Tác nhân lưu hóa amin)

1400F: Dixyandiamit (tên sản phẩm "Dicyanex 1400F"; sản xuất bởi Air Products Ltd.; kích thước hạt trung bình: 4,5 μm)

(Tác nhân lưu hóa imidazol)

2MZA-PW: 2,4-diamino-6-(2'-metylimidazolyl(1'))-etyl-s-triazin (kích thước hạt trung bình khối: 1,4 μm ; tên sản phẩm: "CUREZOL 2MZA-PW"; sản xuất bởi Shikoku Chemicals Corporation)

(Sợi gia cường)

Bó sợi cacbon: tên sản phẩm "TRW40 50L"; sản xuất bởi Mitsubishi Chemical Corporation; độ bền kéo: 4,1 GPa; môđun đàn hồi kéo: 240 GPa; số

lượng sợi: 50000; trọng lượng trên đơn vị diện tích: 3,75 g/m²

(Tạo ra phụ gia màu nhựa)

Các thành phần được nhào theo tỷ lệ khối lượng được thể hiện Bảng 1 dưới đây. Sau đó, bằng cách sử dụng máy nghiền ba trục cán, các thành phần được phân tán đồng đều, sao cho các phụ gia màu nhựa I-1 đến I-6 và II-1 được tạo ra. Các giá trị số trong Bảng 1 biểu thị chúng theo phần khối lượng.

Bảng 1

Phụ gia màu nhựa	I-1	I-2	I-3	I-4	I-5	I-6	II-1
jER828	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
1400F	2,0	2,0	3,0	1,0	2,5	3,0	5,0
2MZA-PW	4,0	5,0	3,0	4,0	5,0	6,0	3,5

Ví dụ 1

22,5 phần khối lượng jER828, 42,5 phần khối lượng TSR400, và 25,0 phần khối lượng N740 được đưa vào trong bình hòa tan, và được hòa tan ở 80°C. sau đó, sản phẩm thu được được làm mát đến 60°C. Sau đó, 16 phần khối lượng phụ gia màu nhựa I-1 được bổ sung, và sản phẩm thu được còn được khuấy và trộn ở 60°C. Từ đây tạo ra chế phẩm nhựa (C-1).

Vì vậy, chế phẩm nhựa (C-1) thu được được áp dụng lên trên giấy chống dính ở 50°C bằng cách sử dụng thiết bị phủ đa dụng (sản xuất bởi HIRANO TECSEED Co., Ltd.; mẫu: M-500), sao cho màng nhựa C-1 thu được. Bằng cách sử dụng cuộn dây trống, bó sợi cacbon được cuốn trên bề mặt của màng nhựa C-1 mà trên đó nhựa được áp dụng, và sau đó bó sợi cacbon được kẹp bằng màng nhựa C-1, để ngâm tẩm bó sợi cacbon với chế phẩm nhựa (C-1). Từ đây tạo ra vật liệu tẩm trước đơn hướng C-1. Trong vật liệu tẩm trước đơn hướng C-1, trọng lượng trên đơn vị diện tích của bó sợi cacbon là 250 g/m², và hàm lượng nhựa là 30,0% theo khối lượng. Ngoài ra, mức độ ngâm tẩm của chế phẩm nhựa (C-1) trong vật liệu tẩm trước đơn hướng C-1 là 100%. Vật liệu tẩm

trước đơn hướng C-1 được cắt thành các mảnh có kích thước là 298 mm (theo hướng song song với các sợi) $\times$ 298 mm (theo hướng vuông góc với các sợi). 10 trong số các mảnh này được cán mỏng để có các hướng sợi bằng nhau. Từ đây tạo ra tấm cán mỏng vật liệu tấm trước C-1.

Việc đúc ép được thực hiện trong 5 phút dưới các điều kiện mà (i) áp lực tiếp xúc được áp dụng cho tấm cán mỏng vật liệu tấm trước C-1 là 4 MPa và (ii) nhiệt độ khuôn đúc là 140°C. Sau đó, các gờ sắc được loại bỏ khỏi sản phẩm đúc thu được. Từ đây tạo ra vật liệu composit được gia cường sợi dạng tấm phẳng C-1.

[Các ví dụ 2 đến 7]

Các chế phẩm nhựa (C-2) đến (C-7) được điều chế như trong ví dụ 1 ngoại trừ là các chế phẩm của các thành phần và các hàm lượng nhựa được thay đổi như được thể hiện trong Bảng 2. Ngoài ra, sản phẩm tấm cán mỏng vật liệu tấm trước C-2 đến C-7 được tạo ra như trong ví dụ 1 ngoại trừ là chế phẩm nhựa (C-1) được thay thế lần lượt bằng các chế phẩm nhựa (C-2) đến (C-7). Sau đó, các vật liệu composit được gia cường sợi C-2 đến C-7 được tạo ra như trong ví dụ 1 ngoại trừ là tấm cán mỏng vật liệu tấm trước C-1 được thay thế lần lượt bằng sản phẩm tấm cán mỏng vật liệu tấm trước C-2 đến C-7.

Ví dụ so sánh 1

Chế phẩm nhựa (X-1) được điều chế như trong ví dụ 1 ngoại trừ là các chế phẩm của các thành phần và các hàm lượng nhựa được thay đổi như được thể hiện trong Bảng 2. Sau đó, tấm cán mỏng vật liệu tấm trước X-1 được tạo ra như trong ví dụ 1 ngoại trừ là chế phẩm nhựa (C-1) được thay thế bằng chế phẩm nhựa (X-1). Vật liệu composit được gia cường sợi X-1 được tạo ra như trong ví dụ 1 ngoại trừ là tấm cán mỏng vật liệu tấm trước C-1 được thay thế bằng tấm cán mỏng vật liệu tấm trước X-1.

[Đánh giá]

(1) Thời gian hoàn thành việc lưu hóa (t_{90})

Đối với mỗi trong số các chế phẩm nhựa (C-1) đến (C-7) và (X-1) thu

được, thời gian hoàn thành việc lưu hóa t_{90} của chế phẩm nhựa thu được bằng phương pháp dưới đây. Thời gian hoàn thành việc lưu hóa của chế phẩm nhựa là khoảng thời gian cần thiết để đạt được giá trị mômen xoắn 90% của giá trị mômen xoắn tối đa.

Đầu tiên, bằng cách sử dụng "CURELASTOMETER (nhãn hiệu đã đăng ký) 7 Type P" (thiết bị kiểm tra sự lưu hóa sản xuất bởi JSR Trading Co., Ltd., thay đổi giá trị mômen xoắn (N·m) ở nhiệt độ khuôn là 140°C được đo. Sau đó, từ đường cong, giá trị mômen xoắn tối đa (T_{max}) mà ở đó giá trị mômen xoắn không còn thay đổi thu được, và giá trị mômen xoắn 90% (T_{90}) của giá trị mômen xoắn tối đa được tính toán. Sau đó, khoảng thời gian từ khi bắt đầu phép đo cho đến T_{90} đạt được được đo, và được coi là thời gian hoàn thành việc lưu hóa (t_{90}) của thiết bị kiểm tra sự lưu hóa. Khi thời gian hoàn thành việc lưu hóa là nhỏ hơn hoặc bằng 10 phút, chế phẩm nhựa có thể được đánh giá là có khả năng lưu hóa nhanh thực tế. Khi thời gian hoàn thành việc lưu hóa là nhỏ hơn hoặc bằng 5 phút, chế phẩm nhựa được đánh giá là có khả năng lưu hóa nhanh tức là phù hợp với việc đúc ép chu kỳ cao. Các điều kiện phép đo là như sau.

Thiết bị: CURELASTOMETER (sản xuất bởi JSR Trading Co., Ltd.; "CURELASTOMETER 7 Type P" (thiết bị kiểm tra sự lưu hóa))

Đường kính lỗ khoan hiệu quả của khuôn: $\phi 160$ mm

Nhiệt độ đo: 140°C

(2) Thử nghiệm uốn 90° trên vật liệu composit được gia cường sợi

Bằng cách sử dụng thiết bị cắt kim cương loại ướt, vật liệu composit được gia cường sợi C-1 thu được được cắt thành mảnh có kích thước của chiều dài (theo hướng vuông góc với các sợi) là 63 mm và chiều rộng (theo hướng song song với các sợi) là 12,7 mm. Sau đó, bề mặt đầu của mảnh được đánh bóng bằng cách sử dụng giấy ráp #1000. Từ đây tạo ra mảnh thử nghiệm C-1.

Độ bền uốn 90° (FS90) của mảnh thử nghiệm C-1 được tính toán thông qua việc thực hiện thử nghiệm uốn ba điểm bằng cách sử dụng máy kiểm tra phổ dụng (Instron (nhãn hiệu đã đăng ký) 4465 sản xuất bởi Instron; phần mềm phân

tích: Bluehill) dưới các điều kiện sau đây phù hợp với ASTM D790: (i) vết lõm R: 5,0; (ii) L/D: 16; và (iii) tốc độ con trượt: 0,92 mm/phút đến 0,94 mm/phút. Khi độ bền uốn 90° là lớn hơn hoặc bằng 40 MPa, vật liệu composit được gia cường sợi có thể được đánh giá là có độ bền uốn 90° hữu ích. Khi độ bền uốn 90° là lớn hơn hoặc bằng 90 MPa, có thể được xác định rằng chế phẩm nhựa không có vấn đề gì trong việc thực hiện đúc ép chu kỳ cao.

Các mảnh thử nghiệm C-2 đến C-7 và X-1 được tạo ra như với mảnh thử nghiệm C-1 ngoại trừ là chế phẩm nhựa được thay thế bằng các chế phẩm nhựa (C-2) đến (C-7) và (X-1), và giá trị tương ứng của độ bền uốn 90° (FS90) thu được. Lưu ý rằng trong trường hợp của mảnh thử nghiệm X-1, vật liệu tấm trước không được lưu hóa dưới các điều kiện nêu trên, và do đó không được tạo thành trong mảnh thử nghiệm. Do đó, độ bền uốn 90° không được đo.

Bảng 2 thể hiện các chế phẩm và các lần hoàn thành lưu hóa của các chế phẩm nhựa và các kết quả của thử nghiệm uốn 90° trên các vật liệu composit được gia cường sợi. Trong Bảng 2, " $R_{I/A}$ " biểu thị tỷ lệ khối lượng của tác nhân lưu hóa imidazol so với tác nhân lưu hóa amin trong chế phẩm nhựa, và " R_c " biểu thị tổng phần khối lượng tác nhân lưu hóa imidazol và tác nhân lưu hóa amin trong chế phẩm nhựa. Ngoài ra, " E_e " biểu thị đương lượng epoxy của nhựa epoxy trong chế phẩm nhựa, " t_{90} " biểu thị thời gian hoàn thành việc lưu hóa của thiết bị kiểm tra sự lưu hóa, và "FS90" biểu thị độ bền uốn 90° .

Bảng 2

		Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7	Ví dụ so sánh 1
Nhựa epoxy	jER828	22,5	10,0	22,5	22,5	10,0	30,0	32,5	22,5
	TSR400	42,5	45,0	42,5	42,5	-	20,0	42,5	42,5
	N740	25,0	35,0	25,0	25,0	35,0	-	-	25,0
	N775	-	-	-	-	45,0	40,0	25,0	-
Phụ gia màu nhựa	I-1	16,0	-	-	-	-	-	-	-
	I-2	-	17,0	-	-	-	-	-	-
	I-3	-	-	16,0	-	-	-	-	-
	I-4	-	-	-	15,0	-	-	-	-
	I-5	-	-	-	-	17,5	17,5	-	-
	I-6							19,0	
	II-1	-	-	-	-	-	-	-	18,5
Tác nhân lưu hóa amin (Phần khối lượng)		2,0	2,0	3,0	1,0	2,5	2,5	3,0	5,0
R _{I/A} (-)		2,0	2,5	1,0	4,0	2,0	2,0	2,0	0,7
R _c (-)		6,0	7,0	6,0	5,0	7,5	7,5	9,0	8,5
Ee (g/eq)		230	232	230	230	186	207	230	230
t ₉₀ (phút)		4,26	3,02	5,64	7,08	5,73	2,78	2,96	5,63
FS90 (MPa)		111	125	61	52	46	42	101	Không đo được

Như được thể hiện trong Bảng 2, các chế phẩm nhựa (C-1) đến (C-7) của các ví dụ 1 đến 7 có khả năng lưu hóa nhanh thực tế. Ngoài ra, các vật liệu composit được gia cường sợi tạo thành từ các vật liệu tấm trước bằng cách sử dụng các chế phẩm nhựa (C-1) đến (C-7) của các ví dụ 1 đến 7 có độ bền uốn 90° hữu ích.

Trong trường hợp của chế phẩm nhựa (X-1) của ví dụ so sánh 1, lượng tác nhân lưu hóa amin so với 100 phần khối lượng của nhựa epoxy không đạt được giá trị nhỏ hơn hoặc bằng 3,8 phần khối lượng. Do đó, vật liệu tấm trước không được lưu hóa đầy đủ dưới các điều kiện đánh giá, và do đó không thể đánh giá độ bền uốn 90°.

Ví dụ 8

Màng nhựa của chế phẩm nhựa (C-1) thu được trong ví dụ 1 được dán

lên cả hai bề mặt của TRK510M (sản xuất bởi Mitsubishi Chemical Corporation; trọng lượng trên đơn vị diện tích: 646 g/m^2) mà là vải của sợi cacbon. Bằng cách ngâm tấm vải sợi cacbon với chế phẩm nhựa (C-1), vật liệu tấm trước bằng vải thu được. Hàm lượng nhựa của vật liệu tấm trước bằng vải này là 39,5% theo khối lượng. Ngoài ra, mức độ ngâm tấm của chế phẩm nhựa (C-1) trong vật liệu tấm trước bằng vải là 100%. Vì vậy, vật liệu tấm trước bằng vải thu được được trải qua thử nghiệm trên các đặc tính xếp nếp bằng phương pháp dưới đây.

[Thử nghiệm trên các đặc tính xếp nếp của vật liệu tấm trước]

Fig.3 là hình vẽ mô tả thử nghiệm trên các đặc tính xếp nếp của vật liệu tấm trước bằng vải. Vật liệu tấm trước bằng vải được cắt thành các mảnh có chiều dài của 200 mm và chiều rộng là 15 mm. Ba mảnh được tạo ra. Chiều dài mở rộng theo hướng dọc của vải, và chiều rộng mở rộng theo hướng ngang của vải.

Như được minh họa trên Fig.3, mảnh thử nghiệm 200 được thiết lập trên bộ thử nghiệm 201 sao cho (i) lên đến phần 50 mm cách xa một đầu của mảnh thử nghiệm 200 theo chiều dọc được đặt lên bề mặt trên nằm ngang của bộ thử nghiệm 201 và (ii) phần còn lại của mảnh thử nghiệm 200 nhô ra từ bộ thử nghiệm 201. Tấm nhôm 202 kích thước $50 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$ được đặt lên phần trên của bộ thử nghiệm 201. Sau đó, trọng lượng 203 có trọng lượng 200g được đặt lên tấm nhôm 202 để cố định mảnh thử nghiệm 200.

Mảnh thử nghiệm 200 được giữ theo chiều ngang. Sau đó, mảnh thử nghiệm 200 được tháo ra, và được để yên ở nhiệt độ bình thường (23°C) trong 3 phút. Sau đó, góc θ giữa bộ thử nghiệm 200 và phần của mảnh thử nghiệm 200 ở phía đầu tự do võng xuống được đo. Bằng hoạt động giống nhau, các phép đo được thực hiện ba lần cho các mảnh thử nghiệm tương ứng. Sau đó, giá trị trung bình của các phép đo được coi là giá trị xếp nếp của vật liệu tấm trước bằng vải. Khi giá trị xếp nếp là 20° đến 70° , nó có thể được xác định rằng các đặc tính xếp nếp của vật liệu tấm trước không có vấn đề gì trong sử dụng thực tế.

Các đặc tính xếp nếp của vật liệu tấm trước bằng vải được đo, và được

tìm ra là $27,2^\circ$. Điều này thể hiện rằng vật liệu tấm trước bằng vải có các đặc tính xếp nếp cao, và do đó sở hữu những đặc tính tạo hình trước tốt.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Sáng chế có thể được áp dụng tới nhiều mục đích khác nhau. Cụ thể, sáng chế là hữu ích cho mục đích công nghiệp thông thường, đặc biệt là vật liệu cho ô tô.

Danh sách trích dẫn số chỉ dẫn

[0146]

1	tấm cán mỏng vật liệu tấm trước
2	vật liệu composit được gia cường sợi
100	khuôn đúc
110	khuôn đúc dưới
112	phần nhô
120	khuôn đúc trên
122	phần lõm
200	mảnh thử nghiệm
201	bộ thử nghiệm
202	tấm nhô
203	trọng lượng

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Vật liệu tấm trước (prepreg) chứa:

vật liệu sợi gia cường; và

chế phẩm nhựa epoxy mà được ngâm tẩm với vật liệu sợi gia cường này, chế phẩm nhựa epoxy này chứa

thành phần nhựa epoxy chứa nhựa epoxy bisphenol A, nhựa epoxy loại phenol novalac, và nhựa epoxy chứa vòng oxazolidon mà chứa vòng oxazolidon trong phân tử,

tác nhân lưu hóa amin, và

tác nhân lưu hóa imidazol,

trong đó hàm lượng tác nhân lưu hóa amin trong chế phẩm nhựa epoxy là nằm trong khoảng từ 1 đến 3,8 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của thành phần nhựa epoxy,

trong đó tổng hàm lượng tác nhân lưu hóa amin và hàm lượng tác nhân lưu hóa imidazol trong chế phẩm nhựa epoxy là nằm trong khoảng từ 5 đến 10 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của thành phần nhựa epoxy, và

trong đó hàm lượng của nhựa epoxy chứa vòng oxazolidon trong chế phẩm nhựa epoxy lớn hơn hoặc bằng 25 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của thành phần nhựa epoxy.

2. Vật liệu tấm trước theo điểm 1, trong đó hàm lượng tác nhân lưu hóa imidazol là nằm trong khoảng từ 1 lần đến 3,5 lần nhiều như hàm lượng tác nhân lưu hóa amin trong chế phẩm nhựa epoxy về tỷ lệ khối lượng.

3. Vật liệu tấm trước theo điểm 1, trong đó hàm lượng nhựa epoxy chứa vòng oxazolidon trong chế phẩm nhựa epoxy là lớn hơn 25 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của thành phần nhựa epoxy.

4. Vật liệu tấm trước theo điểm 1, trong đó thành phần nhựa epoxy có đương lượng epoxy là lớn hơn hoặc bằng 200 g/eq trong chế phẩm nhựa epoxy.

5. Vật liệu tấm trước theo điểm 1, trong đó tác nhân lưu hóa amin bao gồm

dixyandiamit.

6. Vật liệu tẩm trước theo điểm 1, trong đó tác nhân lưu hóa imidazol bao gồm hợp chất imidazol có vòng triazin trong phân tử.

7. Vật liệu tẩm trước theo điểm 6, trong đó hợp chất imidazol chứa 2,4-diamino-6-[2'-metylimidazoly1-(1')]-etyl-s-triazin.

8. Vật liệu tẩm trước theo điểm 1, trong đó thời gian hoàn thành việc lưu hóa của chế phẩm nhựa epoxy được đo bằng thiết bị kiểm tra sự lưu hóa là nhỏ hơn hoặc bằng 5 phút ở 140°C.

9. Vật liệu tẩm trước theo điểm 1, trong đó vật liệu sợi gia cường có trọng lượng trên đơn vị diện tích là nằm trong khoảng từ 100 g/m² đến 1000 g/m².

10. Vật liệu tẩm trước theo điểm 9, trong đó vật liệu sợi gia cường được ngâm tẩm với chế phẩm nhựa epoxy trong vật liệu tẩm trước đến mức độ ngâm tẩm là lớn hơn hoặc bằng 98%; và

vật liệu tẩm trước mang lại giá trị nằm trong khoảng từ 20° đến 70° trong thử nghiệm trên các đặc tính xếp nếp.

11. Vật liệu tẩm trước theo điểm 9, trong đó vật liệu sợi gia cường có trọng lượng trên đơn vị diện tích là nằm trong khoảng từ 150 g/m² đến 1000 g/m².

12. Vật liệu tẩm trước theo điểm 11, trong đó vật liệu sợi gia cường có trọng lượng trên đơn vị diện tích là nằm trong khoảng từ 300 g/m² đến 1000 g/m².

13. Vật liệu tẩm trước theo điểm 1, trong đó vật liệu tẩm trước là vật liệu tẩm trước vải.

14. Vật liệu composit được gia cường sợi mà là sản phẩm lưu hóa của vật liệu tẩm trước theo điểm 1.

15. Phương pháp sản xuất vật liệu composit được gia cường sợi, bao gồm:

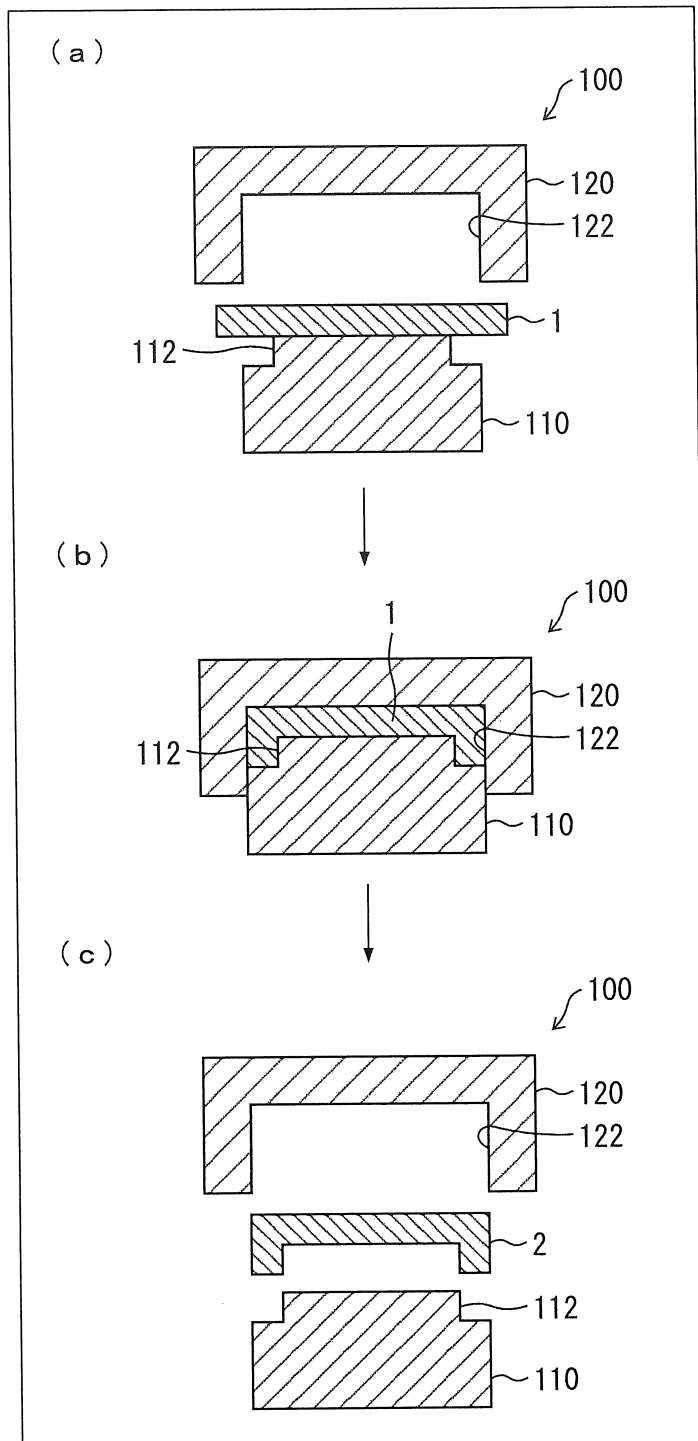
lưu hóa vật liệu tẩm trước theo điểm 1.

16. Vật liệu tẩm trước theo điểm 1, trong đó hàm lượng của nhựa epoxy chứa vòng oxazolidon trong chế phẩm nhựa epoxy là nằm trong khoảng từ 32 đến 70 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của thành phần nhựa epoxy.

17. Vật liệu tẩm trước theo điểm 16, trong đó hàm lượng của nhựa epoxy chứa vòng oxazolidon trong chế phẩm nhựa epoxy là nằm trong khoảng từ 42,5 đến 70 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của thành phần nhựa epoxy.
18. Vật liệu tẩm trước theo điểm 17, trong đó thành phần nhựa epoxy có đương lượng epoxy là lớn hơn hoặc bằng 200 g/eq trong chế phẩm nhựa epoxy.
19. Vật liệu tẩm trước theo điểm 18, trong đó tác nhân lưu hóa amin bao gồm dixyandiamit.

1/2

FIG. 1



2/2

FIG. 2

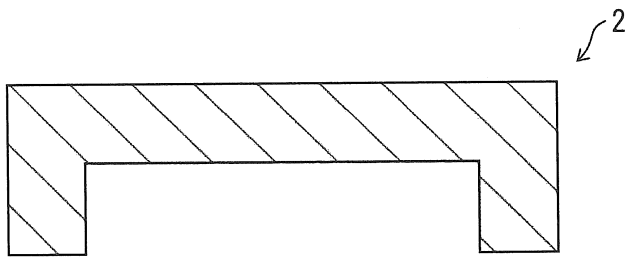


FIG. 3

