

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成 29 年 5 月 18 日 (2017.5.18)

【公開番号】特開 2015-28147 (P2015-28147A)

【公開日】平成 27 年 2 月 12 日 (2015.2.12)

【年通号数】公開・登録公報 2015-009

【出願番号】特願 2014-121105 (P2014-121105)

【国際特許分類】

C 08 J 5/24 (2006.01)

C 08 J 5/06 (2006.01)

D 06 M 15/55 (2006.01)

D 06 M 10/00 (2006.01)

D 06 M 101/40 (2006.01)

【 F I 】

C 08 J 5/24 C F C

C 08 J 5/06 C F G

D 06 M 15/55

D 06 M 10/00 L

D 06 M 10/00 A

D 06 M 101:40

【手続補正書】

【提出日】平成 29 年 4 月 3 日 (2017.4.3)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

脂肪族エポキシ化合物 (A) および芳香族化合物 (B) として少なくとも芳香族エポキシ化合物 (B1) を含むサイジング剤を炭素繊維に塗布したサイジング剤塗布炭素繊維であって、弾性率が 335 ~ 600 GPa であり、X 線源として Al K_{1,2} を用いた X 線光電子分光法によって光電子脱出角度 45° で測定される前記炭素繊維の繊維表面の酸素 (O) と炭素 (C) の原子数の比である表面酸素濃度 (O/C) が 0.15 以上であり、かつ、前記炭素繊維に塗布したサイジング剤表面を、X 線源として Al K_{1,2} を用いた X 線光電子分光法によって光電子脱出角度 15° で測定される C_{1s} 内殻スペクトルの (a) CH_x、C-C、C=C に帰属される結合エネルギー (284.6 eV) の成分の高さ (cps) と、(b) C-O に帰属される結合エネルギー (286.1 eV) の成分の高さ (cps) との比率 (a)/(b) が 0.50 ~ 0.80 であることを特徴とするサイジング剤塗布炭素繊維。

【請求項 2】

前記サイジング剤塗布炭素繊維を、400 eV の X 線を用いた X 線光電子分光法によって光電子脱出角度 55° で測定される C_{1s} 内殻スペクトルの (a') CH_x、C-C、C=C に帰属される結合エネルギー (284.6 eV) の成分の高さ (cps) と、(b') C-O に帰属される結合エネルギー (286.1 eV) の成分の高さ (cps) との比率 (a')/(b') より求められる (I) および (II) の値が、(III) の関係を満たすことを特徴とする、請求項 1 に記載のサイジング剤塗布炭素繊維。

(I) 超音波処理前の前記サイジング剤塗布炭素繊維の表面の (a')/(b') の値

(I I) 前記サイジング剤塗布炭素繊維をアセトン溶媒中で超音波処理することで、サイジング剤付着量を $0.09 \sim 0.20$ 質量%まで洗浄したサイジング剤塗布炭素繊維の表面の $(a') / (b')$ の値

(I I I) 0.50 (I) 0.80 かつ $0.6 < (I I) / (I) < 0.8$

【請求項 3】

前記サイジング剤は、溶媒を除いたサイジング剤全量に対して、少なくとも前記脂肪族エポキシ化合物 (A) を $35 \sim 65$ 質量%、前記芳香族化合物 (B) を $35 \sim 60$ 質量%含むことを特徴とする、請求項 1 または 2 に記載のサイジング剤塗布炭素繊維。

【請求項 4】

前記サイジング剤中の脂肪族エポキシ化合物 (A) と芳香族エポキシ化合物 (B 1) の質量比は、 $57 / 43 \sim 80 / 20$ であることを特徴とする、請求項 1 ～ 3 のいずれか一つに記載のサイジング剤塗布炭素繊維。

【請求項 5】

前記脂肪族エポキシ化合物 (A) は、分子内にエポキシ基を 2 以上有するポリエーテル型ポリエポキシ化合物および / またはポリオール型ポリエポキシ化合物であることを特徴とする、請求項 1 ～ 4 のいずれか一つに記載のサイジング剤塗布炭素繊維。

【請求項 6】

前記脂肪族エポキシ化合物 (A) がグリセロール、ジグリセロール、ポリグリセロール、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール、ソルビトール、およびアラビトールから選択される 1 種と、エピクロロヒドリンとの反応により得られるグリシジルエーテル型エポキシ化合物である、請求項 1 ～ 5 のいずれか一つに記載のサイジング剤塗布炭素繊維。

【請求項 7】

前記芳香族エポキシ化合物 (B 1) は、ビスフェノール A 型エポキシ化合物またはビスフェノール F 型エポキシ化合物であることを特徴とする、請求項 1 ～ 6 のいずれか一つに記載のサイジング剤塗布炭素繊維。

【請求項 8】

前記炭素繊維の試長 50 mm での単繊維強度が 2800 MPa 以上であることを特徴とする、請求項 1 ～ 7 のいずれか一つに記載のサイジング剤塗布炭素繊維。

【請求項 9】

前記炭素繊維は、X線源として $\text{Al K}_{1,2}$ を用いた X 線光電子分光法によって () 光電子脱出角度 10° で測定される前記炭素繊維の繊維表面の酸素 (O) と炭素 (C) の原子数の比である表面酸素濃度 (O / C) と、() 光電子脱出角度 90° で測定される前記炭素繊維の繊維表面の酸素 (O) と炭素 (C) の原子数の比である表面酸素濃度 (O / C) との比率 () / () が 0.85 以上であることを特徴とする、請求項 1 ～ 8 のいずれか一つに記載のサイジング剤塗布炭素繊維。

【請求項 10】

請求項 1 ～ 9 にいずれか一つに記載のサイジング剤塗布炭素繊維の製造方法であって、前記炭素繊維に前記サイジング剤を塗布した後、 $160 \sim 260$ の温度範囲で $30 \sim 600$ 秒熱処理することを特徴とするサイジング剤塗布炭素繊維の製造方法。

【請求項 11】

前記炭素繊維は、最高到達温度が $1500 \sim 3000$ で焼成を行った後、酸電解液中で 150°C/g 以上で液相電解酸化したものであることを特徴とする、請求項 10 に記載のサイジング剤塗布炭素繊維の製造方法。

【請求項 12】

前記電解液の温度を 45 以上で液相電解酸化することを特徴とする、請求項 10 または 11 に記載のサイジング剤塗布炭素繊維の製造方法。

【請求項 13】

請求項 1 ～ 9 のいずれか一つに記載のサイジング剤塗布炭素繊維と、熱硬化性樹脂とを含むことを特徴とするプリプレグ。

【請求項 1 4】

前記熱硬化性樹脂はエポキシ化合物（E）と潜在性硬化剤（F）とを含有することを特徴とする、請求項 1 3 に記載のプリプレグ。

【請求項 1 5】

請求項 1 3 または 1 4 に記載のプリプレグが成形されてなることを特徴とする炭素繊維強化複合材料。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 3 1

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 3 1】

また、本発明のプリプレグは、上記発明において、上記のいずれか一つに記載のサイジング剤塗布炭素繊維と、熱硬化性樹脂とを含むことを特徴とする。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 3 3

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 3 3】

また、本発明の炭素繊維強化複合材料は、上記発明において、上記のいずれか一つに記載のプリプレグが成形されてなることを特徴とする。