



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103562452 B

(45) 授权公告日 2016. 04. 20

(21) 申请号 201280026936. 0  
 (22) 申请日 2012. 05. 31  
 (30) 优先权数据  
 2011-125253 2011. 06. 03 JP  
 (85) PCT国际申请进入国家阶段日  
 2013. 12. 02  
 (86) PCT国际申请的申请数据  
 PCT/JP2012/064146 2012. 05. 31  
 (87) PCT国际申请的公布数据  
 W02012/165574 JA 2012. 12. 06  
 (73) 专利权人 三菱丽阳株式会社  
 地址 日本东京都  
 (72) 发明人 宫内亮 大木勋 水鸟由贵广  
 多田旭成  
 (74) 专利代理机构 北京银龙知识产权代理有限公司 11243  
 代理人 钟晶 於毓桢

(51) Int. Cl.  
*D02J 1/22*(2006. 01)  
*D01F 6/18*(2006. 01)  
*D01F 9/22*(2006. 01)  
*D02J 1/18*(2006. 01)  
 (56) 对比文件  
 JP 特开平 11-12874 A, 1999. 01. 19,  
 JP 特开平 11-12874 A, 1999. 01. 19,  
 JP 特开 2002-309438 A, 2002. 10. 23,  
 CN 1918330 A, 2007. 02. 21,  
 CN 1040230 A, 1990. 03. 07,  
 CN 1104268 A, 1995. 06. 28,  
 CN 1085965 A, 1994. 04. 27,  
 CN 101541273 A, 2009. 09. 23,  
 审查员 李陈梅

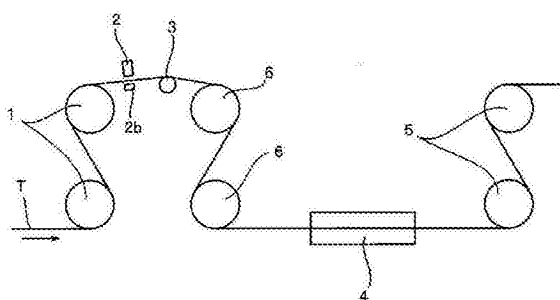
权利要求书2页 说明书12页 附图5页

(54) 发明名称

碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法

(57) 摘要

一种蒸汽拉伸装置,沿着碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的输送方向配置有:输送碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的供给辊(1),对碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 进行开纤的开纤装置(2),对于碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的宽度进行控制的宽度控制装置(3),供给蒸汽且将所述纤维束 T 加热到能够拉伸的温度的蒸汽箱(4),对碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 以比供给辊(1)的输送速度快的输送速度进行输送的牵引辊(5);通过配置于所述供给辊(1)和所述蒸汽箱(4)之间的任意位置的宽度控制装置(3)将通过宽度控制装置(3)之后的所述纤维束 T 的宽度控制为相对于导入供给辊之前的所述纤维束 T 的宽度的 65 ~ 110%。本发明提供一种通过使用由上述结构构成的蒸汽拉伸装置,从而能够高速稳定地进行高倍率拉伸的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法。



CN 103562452 B

1. 一种碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法,其特征在于,为包括以下步骤的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法:

配置有供给辊、从流体喷出喷嘴喷出流体的开纤装置、控制所述碳纤维前体丙烯腈纤维束的宽度的宽度控制装置、输送辊以及牵引辊,

将碳纤维前体丙烯腈纤维束利用所述开纤装置进行开纤,

通过所述宽度控制装置控制所述碳纤维前体丙烯腈纤维束的宽度,并利用所述输送辊导入至对碳纤维前体丙烯腈纤维束进行加热的蒸汽箱;

对于从所述流体喷出喷嘴喷出的流体使用气体,使所述气体的流量是每 1000dtex 为 7NL/ 分钟以上 16NL/ 分钟以下,并且使所述气体的流速为 130m/ 秒以上 350m/ 秒以下,在从所述流体喷出喷嘴喷出后,进行贯通碳纤维前体丙烯腈纤维束的开纤处理,

使刚刚通过所述宽度控制装置之后的所述碳纤维前体丙烯腈纤维束的宽度控制为相对于刚刚导入所述供给辊之前的碳纤维前体丙烯腈纤维束宽度的 65 ~ 110%,

使开纤处理后的碳纤维前体纤维束的宽度不变宽而利用所述输送辊将碳纤维前体纤维束导入蒸汽箱。

2. 根据权利要求 1 所述的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法,其中,所述流体喷出喷嘴为在碳纤维前体丙烯腈纤维束的宽度方向上长的矩形形状,并且使所述流体喷出喷嘴的开口宽度 W1 和开纤装置紧前方的所述供给辊上的纤维束宽度 W2 的比率 (W1/W2) 为 1.2 以上 2.0 以下。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法,其中,在配置于开纤装置紧前方和紧后方的所述供给辊和所述输送辊处,使碳纤维前体丙烯腈纤维束对辊的接触角为大于 90 度且小于 200 度。

4. 根据权利要求 1 或 2 所述的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法,其中,使所述开纤装置前后的所述供给辊和所述输送辊的直径为 300mm 以上 600mm 以下。

5. 根据权利要求 1 或 2 所述的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法,其中,使用在从所述流体喷出喷嘴喷出流体的方向上具有流体碰撞板的所述开纤装置。

6. 根据权利要求 1 或 2 所述的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法,其中,所述宽度控制装置为配置于与所述开纤装置的距离在纤维束输送方向上为 50mm 以上 1000mm 以下并且在圆周方向上具有沟槽的沟槽辊,碳纤维前体丙烯腈纤维束的宽度方向的两个端部相接触的部分的沟槽形状为圆弧或椭圆形状的一部分。

7. 根据权利要求 1 或 2 所述的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法,其中,包括将碳纤维前体丙烯腈纤维束在通过宽度控制装置之后利用加热辊将温度加热至 80 ~ 160°C,并导入至蒸汽箱。

8. 根据权利要求 6 所述的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法,其中,使所述沟槽辊为旋转辊。

9. 根据权利要求 7 所述的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法,其中,使所述沟槽辊为旋转辊。

10. 根据权利要求 6 所述的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法,其中,在所述开纤装置和宽度控制装置之间具有扁平辊。

11. 根据权利要求 7 所述的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法,其中,在所述开纤装

置和宽度控制装置之间具有扁平辊。

## 碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及使用蒸汽拉伸装置的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法。

### 背景技术

[0002] 丙烯酸系纤维束作为碳纤维前体被广泛利用,在碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造工序中,通常已知利用蒸汽拉伸装置使碳纤维前体丙烯腈纤维束在一个方向上连续移动并同时拉伸的方法。

[0003] 通过对碳纤维前体丙烯腈纤维束进行蒸汽拉伸,能够进行绒毛、断丝少的高倍率的拉伸,并且能够实现生产性的提高。

[0004] 另一方面,作为高强度碳纤维用的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造技术,通常已知在蒸汽拉伸装置的制造工序上游赋予油剂后进行干燥致密化的技术。

[0005] 然而认为,干燥致密化工序中由于油剂引起碳纤维前体丙烯腈纤维的单丝之间的伪粘接,从而蒸汽不会均一地浸透到纤维束内部,无法在纤维束内部均一地发挥由蒸汽带来的增塑化效果,从而蒸汽拉伸装置中均一的拉伸性降低,引起绒毛的产生、纤维束的断裂。以解除该伪粘接为目的,例如在日本特开平 11-286845 号公报(专利文献 1)中,在将丙烯酸系长丝丝条导入至蒸汽箱之前利用流体进行开纤处理。

[0006] 另外,例如在日本特开平 7-70862 号公报(专利文献 2)中,在对碳纤维前体丙烯腈纤维束进行蒸汽拉伸之前在蒸汽箱紧前方通过丝条轧液部件对纤维束进行轧液、并导入至加压蒸汽拉伸室内,从而能够稳定地拉伸。

[0007] 现有技术文献

[0008] 专利文献

[0009] 专利文献 1:日本特开平 11-286845 号公报

[0010] 专利文献 2:日本特开平 7-70862 号公报

### 发明内容

[0011] 发明要解决的问题

[0012] 专利文献 1 记载的蒸汽拉伸装置中,有关于开纤喷嘴的压力的记载,但没有提及结构。

[0013] 另外,专利文献 1 中记载了,为了得到充分的开纤效果并且防止丝条的曲折运动,根据开纤装置紧前方和紧后方的辊间距离将丝条张力设定为 0.01 ~ 0.09g/d 的方法,但存在下述这样的问题:即,在控制丝条张力时所述开纤装置前后的辊和丝条之间发生滑动,丝条受损,特别是如果纺丝速度为高速则成为绒毛的产生、碳纤维强度降低的原因。

[0014] 另外,专利文献 1 中记载的蒸汽拉伸装置中,由于没有控制碳纤维前体丙烯腈纤维束的宽度的手段,因而在利用流体进行开纤处理时,容易丧失碳纤维前体丙烯腈纤维束的集束性,碳纤维前体丙烯腈纤维束的宽度和移动位置不稳定,另外,引起碳纤维前体丙烯腈纤维束破裂等现象。

[0015] 因此,在蒸汽箱内部引起与邻接的纤维束、壁面的接触,导致碳纤维前体丙烯腈纤维束的切断、碳纤维强度降低,对于工业上进行稳定的拉伸带来问题,或者碳纤维前体丙烯腈纤维束的厚度很可能出现不匀,对于在蒸汽箱内部进行均一的拉伸带来问题。

[0016] 另外,对于专利文献 2 中记载的蒸汽拉伸装置而言,存在下述这样的问题:由于仅在蒸汽箱的紧前方使用丝条轧液部件来控制碳纤维前体丙烯腈纤维束宽度,因此丝条中出现厚度不匀,成为蒸汽箱内部不均一拉伸的原因,在丝条轧液部件之间引起摩擦,特别是如果使纺丝速度为高速则成为绒毛的产生、之后制造的碳纤维强度下降的原因。

[0017] 本发明的问题是提供一种能够稳定地进行碳纤维前体丙烯腈纤维束的高速、高倍率的拉伸的使用蒸汽拉伸装置的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法。

[0018] 用于解决问题的手段

[0019] 为了解决上述问题,本发明的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法具有以下的基本构成。

[0020] 即,本发明的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法是包括以下步骤的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法:将碳纤维前体丙烯腈纤维束使用从流体喷出喷嘴喷出流体以进行开纤的开纤装置进行开纤后,导入至对碳纤维前体丙烯腈纤维束进行加热的蒸汽箱;所述制造方法是对于从所述流体喷出喷嘴喷出的流体使用气体、使所述气体的流量是每 1000dtex 为 7NL/ 分钟以上 16NL/ 分钟以下并且使所述气体的流速为 130m/ 秒以上 350m/ 秒以下的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法。

[0021] 本发明的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法中,优选地,所述流体喷出喷嘴的喷嘴开口在碳纤维前体丙烯腈纤维束的宽度方向上为长缝状,并且使所述流体喷出喷嘴的喷嘴开口宽度  $W_1$  和开纤装置紧前方的辊上的纤维束的宽度  $W_2$  的比率( $W_1/W_2$ )为 1.2 以上 2.0 以下。

[0022] 在本发明的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法中,优选地,在配置于开纤装置紧前方和紧后方的辊处,使碳纤维前体丙烯腈纤维束对辊的接触角为大于 90 度且小于 200 度。

[0023] 本发明的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法中,优选地,使所述开纤装置前后的辊的直径为 300mm 以上 600mm 以下。

[0024] 本发明的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法中,优选地,所述开纤装置在从所述喷出喷嘴喷出流体的方向上具有流体碰撞板。

[0025] 本发明的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法中,优选地,使用宽度控制装置,使刚刚通过宽度控制装置之后的所述碳纤维前体丙烯腈纤维束的宽度为相对于刚刚导入供给辊之前的碳纤维前体丙烯腈纤维束宽度的 65 ~ 110%,并将碳纤维前体丙烯腈纤维束导入至蒸汽箱;所述宽度控制装置为位于与所述开纤装置的距离在纤维束输送方向上为 50mm 以上 1000mm 以下并且在圆周方向上具有沟槽的沟槽辊,碳纤维前体丙烯腈纤维束的宽度方向的两个端部相接触的部分的沟槽形状为圆弧或椭圆形状的一部分截面。

[0026] 本发明的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法中,优选地,使所述沟槽辊为旋转辊。

[0027] 本发明的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法中,优选地,将碳纤维前体丙烯腈纤维束在通过宽度控制装置之后利用加热辊将温度加热至 80 ~ 160℃,并将碳纤维前体丙

烯腈纤维束导入至蒸汽箱。

[0028] 本发明的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法中,还可在所述开纤装置和宽度控制装置之间配置扁平辊。

[0029] 发明效果

[0030] 根据本发明,能够将碳纤维前体丙烯腈纤维束以高倍率并且均一稳定地进行拉伸。

## 附图说明

[0031] 图 1 为简要示出适用于本发明涉及的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法的蒸汽拉伸装置的代表性实施方式的整体侧视图;

[0032] 图 2 为示出本发明中的开纤装置的流体喷出喷嘴的缝和碳纤维前体丙烯腈纤维束的移动位置的关系的平面图;

[0033] 图 3 为简要示出本发明中的蒸汽拉伸装置的其他实施方式的整体侧视图;

[0034] 图 4 为简要示出本发明中的蒸汽拉伸装置的又一其他实施方式的整体侧视图;

[0035] 图 5 为简要示出本发明中的蒸汽拉伸装置的又一其他实施方式的整体侧视图;

[0036] 图 6 为简要示出本发明中的蒸汽拉伸装置的又一其他实施方式的整体侧视图;

[0037] 图 7 为示出来自开纤装置的流体喷出喷嘴的气体的喷出流量与断裂时的牵引辊和供给辊的速度比的相关性的图表;

[0038] 图 8 为示出蒸汽箱内的碳纤维前体丙烯腈纤维束的温度与断裂时的牵引辊和加热辊的速度比的相关性的图表;

[0039] 图 9 为示出蒸汽箱内的碳纤维前体丙烯腈纤维束温度和蒸汽箱内的纤维束速度 / 加热辊速度的比值的相关性的图表。

## 具体实施方式

[0040] 以下,参照附图具体说明本发明的代表性实施方式。

[0041] 图 1 简要示出适用于本发明的碳纤维前体丙烯腈纤维束的制造方法的蒸汽拉伸装置的整体构成。本实施方式中的碳纤维前体丙烯腈纤维束的蒸汽拉伸装置(以下,简称为拉伸装置)如图 1 所示,沿着碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的输送方向配置有:输送碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的供给辊 1,对碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 进行开纤的开纤装置 2,输送碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的输送辊 7,供给蒸汽并将碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 加热至能够拉伸的温度的蒸汽箱 4,将碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 以比供给辊 1 的输送速度快的输送速度进行牵引的牵引辊 5。

[0042] 关于蒸汽拉伸前后的工序,可采用公知的方法。例如,在对碳纤维前体丙烯腈纤维进行溶液纺丝的情况下,可使用将作为原料聚合物的丙烯腈的均聚物或含有共聚单体的丙烯腈系共聚物溶解于公知的有机或无机溶剂而得的原液进行纺丝,然后在进行拉伸时进行本发明的蒸汽拉伸。这种情况下,纺丝方法可以是所谓湿式、干湿式、干式中的任一种,在其后的工序中实施脱溶剂、浴中拉伸、油剂附着处理、干燥等。蒸汽拉伸无论在工序中的哪一阶段实施都可以,但在溶液纺丝的情况下,优选在某种程度上除去丝条中的溶剂后即洗涤后或浴中拉伸后、或干燥后实施。另外,使用的油剂为哪种都可以,但特别地,若使用有机硅

系油剂,则本发明的效果变得更显著。

[0043] 本发明中使用的开纤装置 2 适于向碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 喷出流体,使流体贯通碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 从而进行开纤的方法。为了使流体贯通碳纤维前体丙烯腈纤维束 T,优选使从流体喷出喷嘴喷出的气体的流量是每 1000dtex 为 7NL/ 分钟以上 16NL/ 分钟以下并且流速为 130m/ 秒以上 350m/ 秒以下。从开纤的容易性方面来看,所述流量更优选为 10NL/ 分钟以上 14NL/ 分钟以下,所述流速更优选为 150m/ 秒以上 320 秒以下,更优选为 230 秒以下。另外,由于若进行交织,则对于在拉伸装置内均一地进行拉伸而言不优选,因此优选采用不进行交织的结构。

[0044] 例如,如图 2 所示,从在碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的宽度方向上打开为长缝状的喷嘴开口 2a 喷射流体,以对碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 进行开纤,从而能够实现对碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 在宽度方向上均一地进行开纤,能够对蒸汽箱内部的均一拉伸做出贡献。此时,对于从喷嘴开口 2a 喷出的流体而言可以使用气体、液体,但若使用气体则能够实现损伤少的均一开纤,因而是优选的。

[0045] 气体的种类没有特别限制,从操作性、成本方面来看,优选使用空气。

[0046] 若使用所述开纤装置 2 对碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 进行开纤,则碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的宽度变宽,但优选地使所述流体喷出喷嘴的喷嘴开口宽度 W1 和开纤装置紧前方的辊 1 上的碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的宽度 W2 的比率(W1/W2) 为 1.2 以上 2.0 以下。

[0047] 在配置于开纤装置 2 的紧前方和紧后方的辊 1、7 处,优选地使碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 对辊的接触角为大于 90 度且小于 210 度,利用对碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 进行开纤时的张力,能够使所述开纤装置 2 的紧前方和紧后方的辊 1、7 和碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 之间没有滑动,且降低对碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的损伤。

[0048] 另外,优选地使开纤装置的紧前方和紧后方的辊 1、7 的直径为 300mm 以上 600mm 以下,利用对碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 进行开纤时的张力,能够使开纤装置 2 的紧前方和紧后方的辊 1、7 和碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 之间没有滑动,且降低对碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的损伤。

[0049] 若从流体喷出喷嘴将流体喷射至丝条,则碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 向喷出喷嘴的相反侧逃逸,因此优选地在从喷出喷嘴喷出流体的方向上设置流体碰撞板 2b。通过使用具有流体碰撞板 2b 的开纤装置 2,能够在喷出喷嘴和碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 之间、碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 和流体碰撞板 2b 之间产生气流,有效率地进行开纤。

[0050] 如此一来,对于进行了开纤处理的碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 而言,由于失去了碳纤维前体丙烯腈纤维的集束性,容易变宽、分割,因此存在在输送辊 7 上、进入蒸汽箱 4 时碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的宽度发生变动并破裂,难以稳定地进行拉伸的情况。这种情况下,本发明的拉伸装置中,如图 4 所示,可在开纤装置 2 之后配置宽度控制装置 3。通过如此在开纤装置 2 之后配置宽度控制装置 3,能够使开纤处理后的碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的宽度不变宽,并且能够使开纤处理后的碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的宽度不发生变动和破裂。进一步,通过将进行了开纤的碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 控制为均一的厚度且均一的宽度,能够在蒸汽箱 4 的内部得到均一的拉伸性。

[0051] 本发明中的宽度控制装置 3 中,可以使用刻有与圆周方向平行的沟槽的旋转驱动

辊、自由辊、固定辊、刻有沟槽形状的引导物。刻有与圆周方向平行的沟槽的自由辊通过向碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的摩擦来抑制损伤,得到高强度且高品质的碳纤维,因而优选。

[0052] 若碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 接触的所述宽度控制装置 3 的沟槽形状为圆弧或椭圆的一部分的形状,则能够使厚度均一,因而优选。只要能够使碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的厚度均一并且不存在与纤维摩擦的问题,则沟槽形状的一部分也可以形成为平面。平面和曲面连接的部分优选地滑动连接。

[0053] 宽度控制装置 3 的材质只要不对碳纤维前体丙烯腈纤维造成损伤且为平滑的材质即可,没有特别限制,不锈钢、钛、陶瓷等在耐久性方面是优选的,可对其表面实施砂面处理、进一步的电镀处理。

[0054] 对于蒸汽箱 4,为了使构成碳纤维前体丙烯腈纤维的高分子增塑化且容易拉伸,供给蒸汽箱内压的饱和蒸汽,其温度为 120 ~ 167℃。若为 120℃ 以上的饱和蒸汽就能得到增塑化效果,使用 167℃ 以上的饱和蒸汽在实际应用中是困难的。

[0055] 本发明的拉伸装置如图 4 ~ 图 6 所示,可使输送辊 7 为加热辊 6。此时,加热辊 6 的根数和配置可任意选择。若配置加热辊 6,则碳纤维前体丙烯腈纤维的温度变得容易上升,蒸汽箱 4 内拉伸变得容易,因而优选。

[0056] 本发明的拉伸装置利用所述加热辊 6 可以将碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的温度预加热至 80 ~ 160℃。若使碳纤维前体丙烯腈纤维温度为 80℃ 以上,则在能够得到蒸汽箱内部的拉伸性方面是优选的,若为 160℃ 以下,则在抑制进入蒸汽箱内部之前被拉伸方面是优选的。

[0057] 宽度控制装置 3 中,可将通过宽度控制装置 3 之后的碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的宽度控制为相对于导入供给辊 1 之前的碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的宽度的 65 ~ 110%。

[0058] 为了在纤维束整体上均一地得到蒸汽箱 4 内的由蒸汽带来的增塑化效果,最好使碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的厚度尽可能均一,并且纤维束的厚度不要变厚。

[0059] 相对于向供给辊 1 导入之前的碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的宽度,若使通过宽度控制装置 3 之后的碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的宽度为 65% 以上的宽度,从利用蒸汽使碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 均一地增塑化的观点来看是优选的。另一方面,若利用开纤装置 2 使碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的宽度变宽,则碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 破裂,因此有必要防止这种情况发生。若设为相对于向供给辊 1 导入之前的碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的 110% 以下的纤维束宽度,则变得容易抑制碳纤维前体丙烯腈纤维束 T 的破裂。更优选地,通过使均一地变窄为 100% 以下的纤维束宽度,从而抑制纤维束破裂变得容易。

[0060] 蒸汽箱内部的蒸汽性状、图中未示出的密封装置的形状可以采用公知的方法。

[0061] 实施例

[0062] 以下,举出实施例具体说明本发明。

[0063] 以下举出的实施例和比较例中的各种数据的测定和评价如下进行。将实施例和比较例的结果示于表 1 和表 2。

[0064] (测定、评价)

[0065] < 碳纤维前体丙烯腈纤维束宽度的测定 >

[0066] 对于导入供给辊之前的碳纤维前体丙烯腈纤维束宽度,在距离供给辊的 100mm 上游位置处对碳纤维前体丙烯腈纤维束的宽度使用适合于 JIS B7516150mm1 级的直尺测定。

另外,对于开纤后的碳纤维前体丙烯腈纤维束宽度,对在距离开纤装置的 50mm 下游的位置处的碳纤维前体丙烯腈纤维束宽度、通过宽度控制装置之后的碳纤维前体丙烯腈纤维束宽度、距离宽度控制装置的 50mm 下游的位置处的碳纤维前体丙烯腈纤维束宽度分别使用相同的直尺测定。

[0067] < 移动稳定性 >

[0068] 对于距离蒸汽箱入口 100mm 上游的位置处的碳纤维前体丙烯腈纤维束宽度,使用适合于 JIS B7516150mm1 级的直尺测定,测定直至得到丝条 5000m,由测定的纤维束宽度的最大宽度、最小宽度通过 [最大宽度 - 最小宽度] 求出变动量,通过 [变动]/[最大宽度] × 100 (%) 算出变动率。该变动率为 20% 以上的情况和纤维束发生破裂的情况记为 ×,变动率小于 20% 且没有移动稳定性问题的情况记为 ○。

[0069] < 纤维束的温度的测定 >

[0070] 对于从加热辊送出时的碳纤维前体丙烯腈纤维束的温度,对在距离辊的 100mm 下游位置处的碳纤维前体丙烯腈纤维束温度利用放射温度计进行测定。

[0071] 另外,对于进入蒸汽箱时的碳纤维前体丙烯腈纤维束的温度,对在距离蒸汽箱入口的 100mm 上游位置处的碳纤维前体丙烯腈纤维束温度利用放射温度计测定。

[0072] < 碳纤维前体丙烯腈纤维束的厚度不匀 >

[0073] 对于在刚刚进入蒸汽箱之前的辊面处的碳纤维前体丙烯腈纤维束的厚度,利用 2 维激光位移测量计 (LJ-G200、(株)基恩士制) 在碳纤维前体丙烯腈纤维束移动方向上 100m 区间进行测定,对于碳纤维前体丙烯腈纤维束宽度方向的厚度不匀为 ±0.05mm 以下的情况记为 ○,对于 ±0.05mm ~ 0.08mm 的情况记为 △,对于超过 ±0.08mm 的情况记为 ×。

[0074] < 绒毛的个数 >

[0075] 对于通过牵引辊之后的碳纤维前体丙烯腈纤维束观察 5 分钟,对通过的绒毛进行计数。

[0076] < 品质 >

[0077] 对于绒毛的个数在 5 分钟内为 1 个以下的情况记为 ○,2 个以上 4 个以下的情况记为 △,5 个以上的情况记为 ×。

[0078] (实施例 1)

[0079] 将由丙烯腈 98 质量 %、甲基丙烯酸 2 质量 % 构成的特性粘度 ( $\eta$ ) 1.8 的聚合物溶解于二甲基甲酰胺,调制聚合物的浓度为 23 质量 % 的纺丝原液。将该纺丝原液用 20  $\mu$  和 5  $\mu$  的过滤器过滤,保持在 65°C,使用直径 0.15mm、孔数 2000 的喷丝头通过干湿式纺丝法纺出并得到凝固丝。这里,凝固浴的组成为二甲基甲酰胺 / 水 = 79/21 (质量 %),温度 15°C,使喷嘴面和凝固浴的距离为 4.0mm,将纺丝原液导入至凝固浴。

[0080] 将得到的凝固丝 6 根汇合,作为 12000 长丝的碳纤维前体丙烯腈纤维束的凝固丝在空中拉伸,接着在热水中进行拉伸洗涤,赋予有机硅系油剂,接着通过干燥致密化工序得到长丝数 12000 的碳纤维前体丙烯腈纤维束。

[0081] 一边将该碳纤维前体丙烯腈纤维束通过供给辊进行输送,一边使用图 2 中示出的具有在纤维束宽度方向上 42mm 开口有 1mm 的缝的流体喷出喷嘴和流体碰撞板的开纤装置,使来自流体喷出喷嘴的压缩空气以 400NL/分钟流动,对碳纤维前体丙烯腈纤维束进行开纤,一边利用输送辊 7 输送一边导入至蒸汽箱。使供给辊 1 和开纤装置 2 的距离为 350mm,

使开纤装置 2 和输送辊的距离为 900mm。此时的供给辊上丝条的总纤度为 35040dtex,从流体喷出喷嘴喷出的气体的流量是每 1000dtex 为 11.5NL/ 分钟,流速为 159m/ 秒。另外,使供给辊 1 和输送辊 7 的直径为 352mm,使丝条对供给辊 1 和输送辊 7 的接触角为 122 度。被导入蒸汽箱时的碳纤维前体丙烯腈纤维束温度为 55℃。另一方面,牵引辊以输送辊的 4 倍的旋转速度旋转,牵引碳纤维前体丙烯腈纤维束,得到纤度 0.73dtex 的碳纤维前体丙烯腈纤维束。

[0082] 此时使供给辊速度一定,同时缓慢提高牵引辊速度,以得到断裂时的牵引辊速度 / 供给辊速度。将其示于图 7。若断裂时的牵引辊速度 / 供给辊速度的值大,则表现出蒸汽箱内的拉伸容易。

[0083] (实施例 2 ~ 4)

[0084] 对流体喷出喷嘴的缝长度、压缩空气的流量如表 1 那样进行变更,除此之外,通过与实施例 1 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1、表 2 和图 7。

[0085] (实施例 5)

[0086] 将供给辊 1 和输送辊 7 的直径变更为 500mm,除此之外,通过与实施例 1 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1 和表 2。

[0087] (实施例 6)

[0088] 如图 3 例示那样,将供给辊 1 和输送辊 7 与丝条的接触角变更为 193 度,除此之外,通过与实施例 1 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1 和表 2。

[0089] (实施例 7)

[0090] 如图 4 例示那样,在使用开纤装置 2 对碳纤维前体丙烯腈纤维束进行开纤后,使碳纤维前体丙烯腈纤维束通过位于从开纤装置 2 向纤维束输送方向 700mm 处、在圆周方向上刻有 R36 的圆弧状沟槽截面的沟槽的自由辊(以下宽度控制装置 3)的沟槽,控制该纤维束的宽度,利用加热辊 6 进行输送、并导入至蒸汽箱,除此之外,通过与实施例 1 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1 和表 2。

[0091] 在对实施例 7 进行实施时改变加热辊 6 的温度,以改变导入蒸汽箱时碳纤维前体丙烯腈纤维束的温度。将此时的结果示于表 1 和表 2。另外,使此时的加热辊速度一定,同时缓慢提高牵引辊速度,以得到断裂时的牵引辊速度 / 加热辊速度。将其示于图 8。若断裂时的牵引辊速度 / 加热辊速度的值大,则表现出蒸汽箱内的拉伸容易。

[0092] 由该结果可知,若导入蒸汽箱时的碳纤维前体丙烯腈纤维束的温度为 60℃ 以上,则拉伸性变高。

[0093] 另外,同样地改变导入蒸汽箱时的碳纤维前体丙烯腈纤维束的温度,对以加热辊的 4 倍速度牵引牵引辊时的、导入蒸汽箱时的丙烯酸系纤维束的速度利用旋转速度计进行测量,求出导入蒸汽箱时丙烯酸进纤维束速度 / 加热辊出纤维束速度。

[0094] 将其结果示于图 9。由该结果可知,若蒸汽箱进碳纤维前体丙烯腈纤维温度变高,则即使进入蒸汽箱之前碳纤维前体丙烯腈纤维也拉伸了。

[0095] (实施例 8)

[0096] 变更最终纤度,除此之外,通过与实施例 7 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1 和表 2。

[0097] (实施例 9)

[0098] 使牵引辊速度 / 供给辊速度为 3, 除此之外, 通过与实施例 8 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1 和表 2。

[0099] (实施例 10)

[0100] 作为宽度控制装置 3, 使用形成了具有圆弧状截面的沟槽的固定引导物, 通过与实施例 7 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1 和表 2。

[0101] (实施例 11)

[0102] 变更宽度控制装置 3 的沟槽形状, 除此之外, 通过与实施例 7 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1 和表 2。

[0103] (实施例 12)

[0104] 将最终纺丝速度变更为 300mm/ 分钟, 除此之外, 通过与实施例 7 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1 和表 2。

[0105] (实施例 13)

[0106] 使牵引辊速度 / 供给辊速度为 3.5, 除此之外, 通过与实施例 12 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1 和表 2。

[0107] (实施例 14)

[0108] 将与实施例 1 同样地得到的凝固丝 3 根汇合, 得到 6000 长丝的碳纤维前体丙烯腈纤维束的凝固丝。然后, 使用具有在纤维束宽度方向上 23mm 开口有 1mm 的缝的流体喷出喷嘴和流体碰撞板的开纤装置, 与实施例 7 同样地进行拉伸, 得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1 和表 2。

[0109] (实施例 15)

[0110] 使用宽度控制装置 3 的辊形状曲率小的装置, 除此之外, 通过与实施例 7 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1 和表 2。

[0111] (实施例 16 ~ 18)

[0112] 如表 1 和表 2 那样变更开纤装置 2 和宽度控制装置 3 的距离, 除此之外, 通过与实施例 7 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1 和表 2。

[0113] (实施例 19)

[0114] 如图 10 所示, 使开纤装置 2 和宽度控制装置 3 的距离为 400mm, 使开纤后的纤维束宽度 C 为 24mm, 使宽度控制后的纤维束宽度 D 为 21mm, 除此之外, 通过与实施例 19 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1 和表 2。

[0115] 使用宽度控制装置 3 的辊形状曲率小的装置, 除此之外, 通过与实施例 7 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1 和表 2。

[0116] (比较例 1)

[0117] 将从流体喷出喷嘴喷出的压缩空气的流量变更为 275NL/ 分钟, 除此之外, 通过与实施例 1 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1 和表 2。

[0118] (比较例 2)

[0119] 将流体喷出喷嘴的缝长度变更为 0.5mm, 将压缩空气的流量变更为 138NL/ 分钟, 除此之外, 欲通过与实施例 1 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束, 但在牵引辊速度达到期望的辊速度之前发生断丝, 没有得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。

[0120] (比较例 3)

[0121] 使用宽度控制装置的辊形状曲率小的装置,除此之外,通过与实施例 7 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1 和表 2。

[0122] (比较例 4,5)

[0123] 使用宽度控制装置的辊形状曲率小的装置,除此之外,通过与实施例 14 同样的步骤得到碳纤维前体丙烯腈纤维束。将其结果示于表 1 和表 2。

[0124] [表 1]

[0125]

	说明图	最终纤度 dex	长丝数 根	牵引锭 速度/供给 锭速度	蒸汽箱 进纤维束 温度 °C	最终纺丝 速度 m/min	流体喷出 喷嘴口径 宽度(A) mm	流体喷出 喷嘴长度 mm	流量 NL/分钟	每 100dtex 的气体 流量 NL/分钟	流速 m/s	供给锭 直径 mm	输送锭 直径 mm	对供给锭 的纤维束 接触角 度	对输送锭 的纤维束 接触角 度
实施例1	图1	0.73	12000	4	55	200	42	1	400	11.5	159	352	352	122	122
实施例2	图1	0.73	12000	4	55	200	42	1	530	15.7	219	352	352	122	122
实施例3	图1	0.73	12000	4	55	200	42	0.5	400	11.5	318	352	352	122	122
实施例4	图1	0.73	12000	4	55	200	42	0.5	275	7.9	219	352	352	122	122
实施例5	图1	0.73	12000	4	55	200	42	1	400	11.5	159	500	500	127	127
实施例6	图3	0.73	12000	4	55	200	42	1	400	11.5	159	352	352	193	193
实施例7	图4	0.73	12000	4	98	200	42	1	475	13.6	189	352	352	122	122
实施例8	图4	0.77	12000	4	98	200	42	1	475	13.6	189	352	352	122	122
实施例9	图4	0.77	12000	3	98	200	42	1	475	13.6	189	352	352	122	122
实施例10	图4	0.73	12000	4	98	200	42	1	475	13.6	189	352	352	122	122
实施例11	图4	0.73	12000	4	98	200	42	1	475	13.6	189	352	352	122	122
实施例12	图4	0.73	12000	4	98	300	42	1	475	13.6	189	352	352	122	122
实施例13	图4	0.73	12000	3.5	98	300	42	1	475	15.5	189	352	352	122	122
实施例14	图4	0.73	8000	4	98	200	23	1	238	13.6	173	352	352	122	122
实施例15	图4	0.73	6000	4	98	200	23	1	238	13.6	173	352	352	122	122
实施例16	图4	0.73	12000	4	55	200	42	1	475	13.6	189	352	352	122	122
实施例17	图4	0.73	12000	4	55	200	42	1	475	13.6	189	352	352	122	122
实施例18	图4	0.73	12000	4	55	200	42	1	475	13.6	189	352	352	122	122
实施例19	图5	0.73	12000	4	55	200	42	1	475	13.6	189	352	352	122	122
比较例1	图1	0.73	12000	4	55	200	42	1	275	7.9	110	352	352	122	122
比较例2	图1	0.73	12000	4	55	200	42	0.5	138	4	110	352	352	122	122
比较例3	图4	0.73	12000	4	98	200	42	1	475	13.6	189	352	352	122	122
比较例4	图4	0.73	6000	4	98	200	23	1	238	13.6	173	352	352	122	122
比较例5	图4	0.73	6000	4	98	200	23	1	238	13.6	173	352	352	122	122

[0126] [表 2]

[0127]

实施例	宽度控制装置形状	开纤装置2和宽度控制装置3或为平辊3的距离 mm	导入供给辊前的纤维束宽度(B) mm	开纤后纤维束宽度(C) mm	(A) / (C) × 100	宽度控制后的纤维束宽度(D) mm	(D) / (B) × 100	宽度控制后纤维束宽度变动量 mm	纤维束宽度变动率 %	移动稳定性	蒸汽箱前方的纤维束的厚度不均匀	绒毛 个/5分针	品质
实施例1	-	-	22	26	17	-	-	-	-	○	○	2	○
实施例2	-	-	22	26	17	-	-	-	-	○	○	1	○
实施例3	-	-	22	26	17	-	-	-	-	○	○	1	○
实施例4	-	-	22	26	17	-	-	-	-	○	○	2	○
实施例5	-	-	22	26	17	-	-	-	-	○	○	2	○
实施例6	-	-	22	26	17	-	-	-	-	○	○	2	○
实施例7	R36圆形辊	400	22	24	18	19	86	1.5	6	○	○	0	○
实施例8	R36圆形辊	400	23	25	17	21	91	1.5	7	○	○	0	○
实施例9	R36圆形辊	400	20	22	2	16	80	1	6	○	○	1	○
实施例10	R36圆形引导物	400	22	24	18	23	105	2	9	○	○	1	○
实施例11	长轴36短轴30椭圆形辊	400	22	24	18	18	82	1.5	8	○	○	1	○
实施例12	R36圆形辊	400	27	30	1.4	21	76	3	14	○	○	1	○
实施例13	R36圆形辊	400	27	29	1.5	20	74	2	10	○	○	1	○
实施例14	R36圆形辊	400	15	18	1.3	14	93	1.5	11	○	○	1	○
实施例15	R36圆形辊	400	15	18	1.3	10	67	1.5	15	○	○	1	○
实施例16	R36圆形辊	50	22	24	1.8	20	91	1	3	○	○	0	○
实施例17	R36圆形辊	650	22	24	1.8	17	77	1	6	○	○	1	○
实施例18	R36圆形辊	800	22	25	1.7	16	73	2	8	○	△	1	○
实施例19	R36圆形辊	400	22	24	1.8	21	95	1.5	7	○	○	1	○
比较例1	-	-	22	23	1.9	-	-	-	-	×	○	8	△
比较例2	-	-	22	23	1.9	-	-	-	-	-	-	-	-
比较例3	R12圆形辊	400	22	24	1.8	9	41	1	4	○	×	5	×
比较例4	R12圆形辊	400	15	18	1.3	8	53	1	13	○	○	3	△
比较例5	R18圆形辊	400	15	18	1.3	9	60	1	11	○	○	2	△

[0128] 附图标记说明

[0129] 1 供给辊

- [0130] 2 开纤装置
- [0131] 2a 喷嘴开口
- [0132] 2b 流体碰撞板
- [0133] 3 宽度控制装置(沟槽辊)
- [0134] 4 蒸汽箱
- [0135] 5 牵引辊
- [0136] 6 加热辊
- [0137] 7 输送辊
- [0138] 8 扁平辊(平坦的自由辊)。

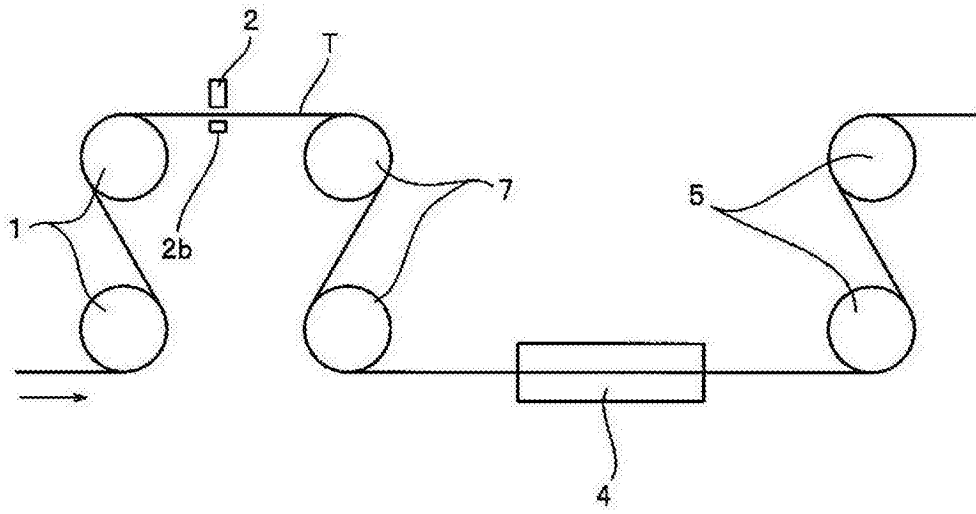


图 1

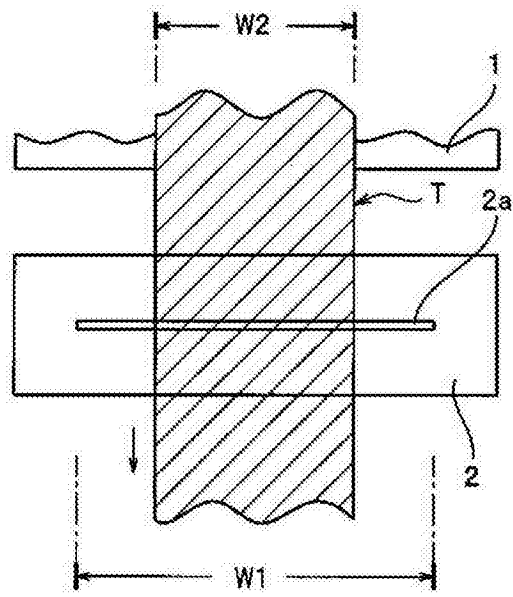


图 2

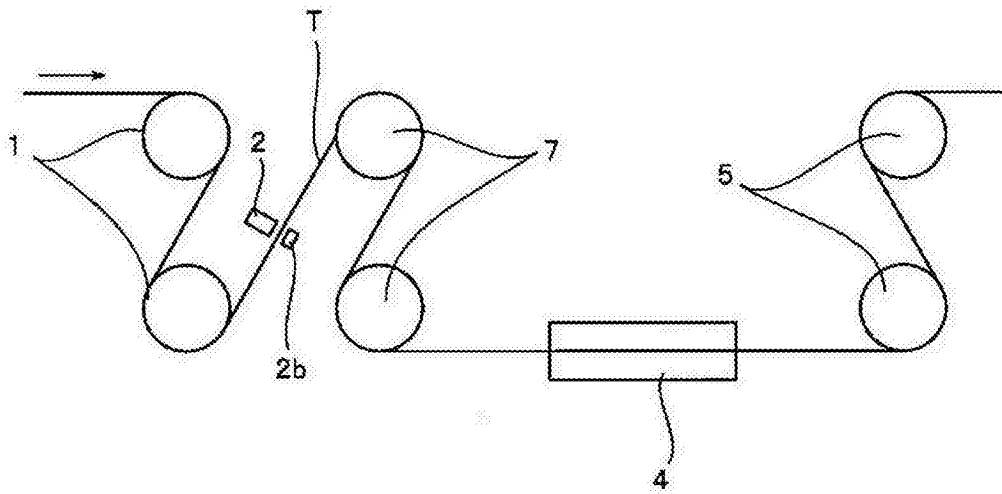


图 3

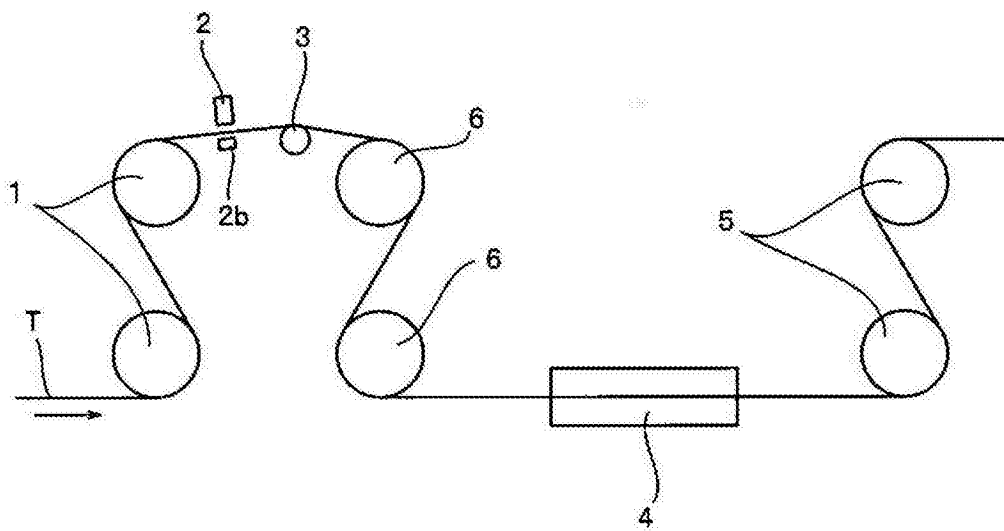


图 4

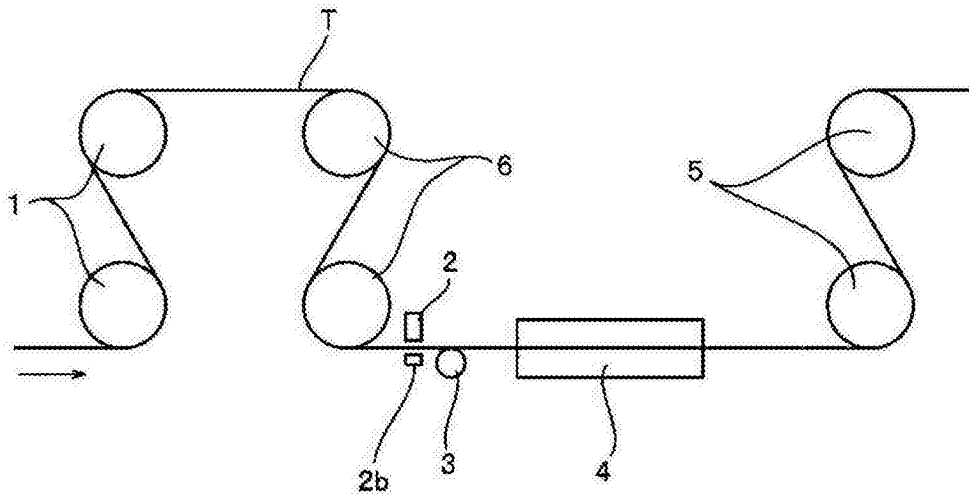


图 5

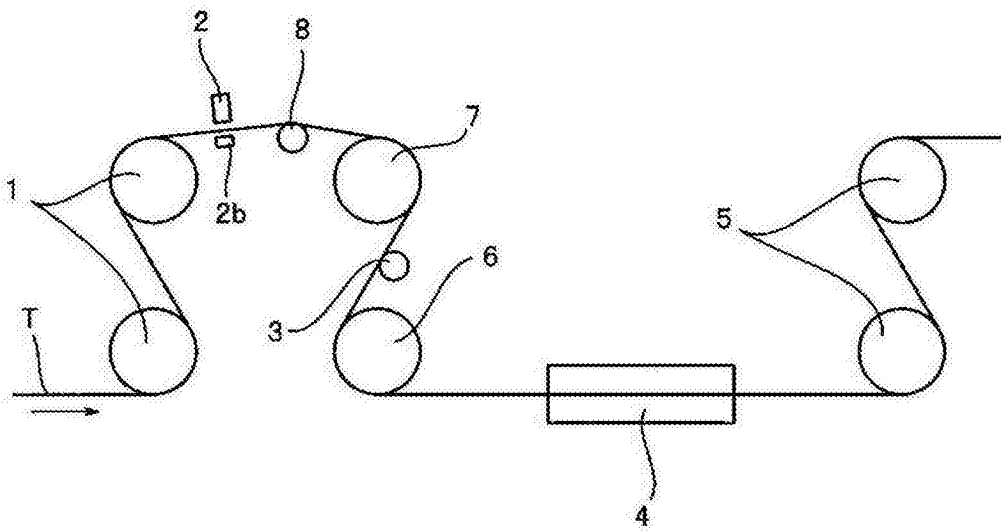


图 6

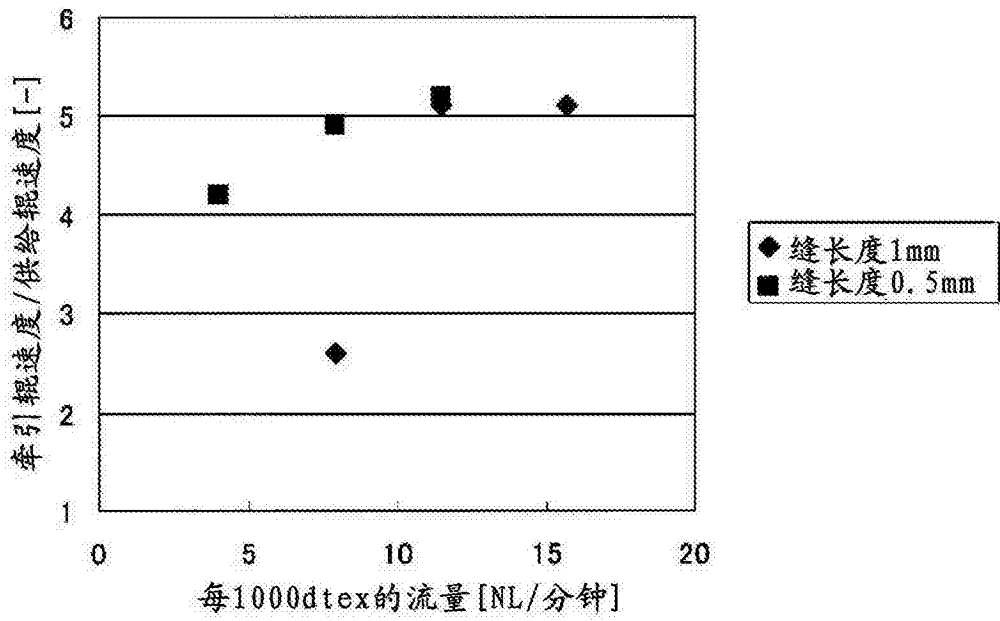


图 7

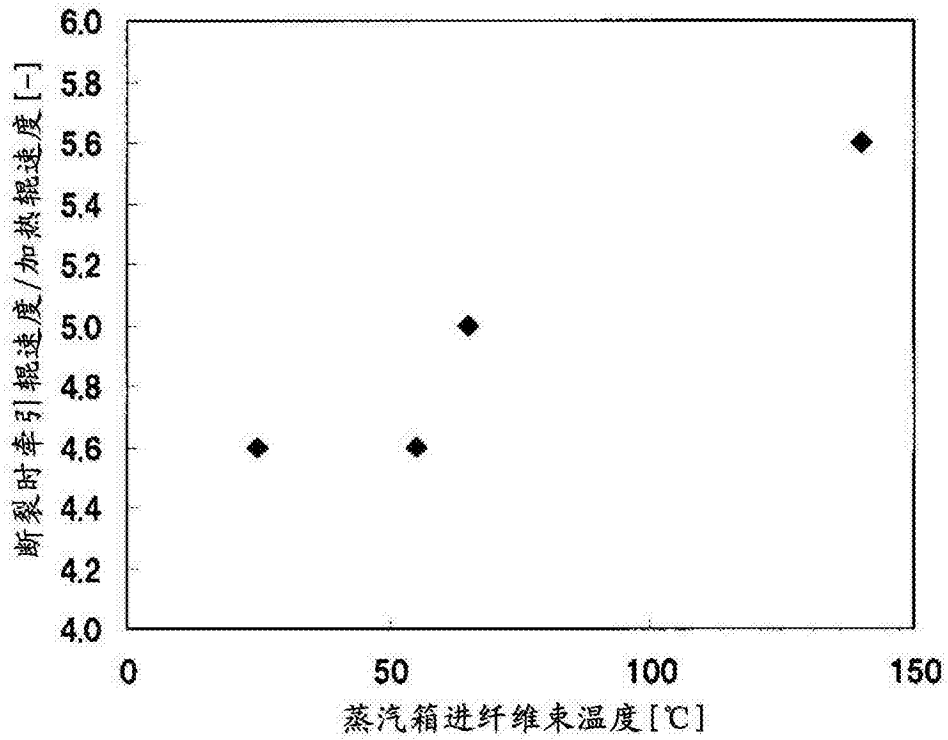


图 8

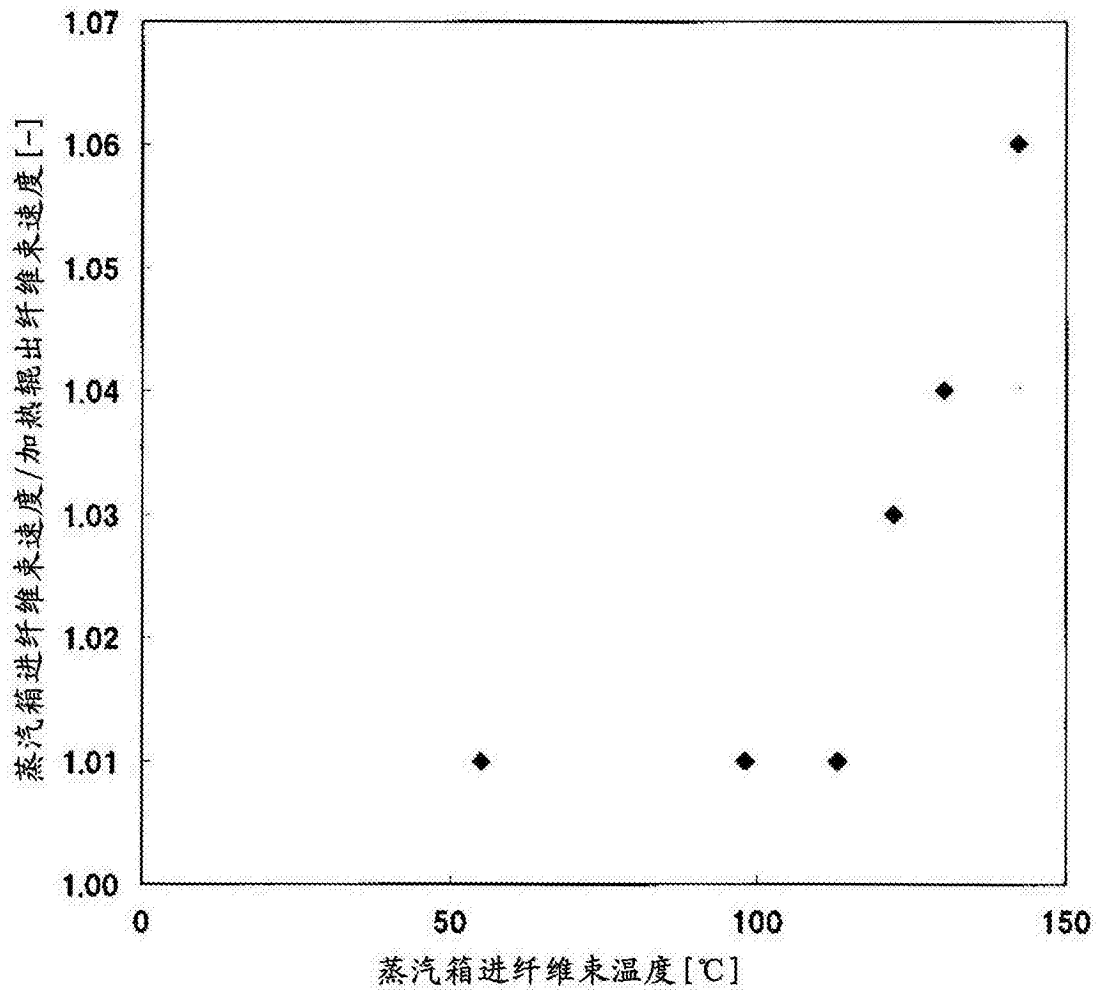


图 9