



# 發明專利分割說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：**97133975**

※ 申請日期：**94.2.14**

※IPC 分類：**D01F9/12 (2006.01)**

原申請案號：**94104158**

## 一、發明名稱：(中文/英文)

碳纖維製造方法

METHOD FOR MANUFACTURING CARBON FIBER

## 二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

三菱麗陽股份有限公司

MITSUBISHI RAYON CO., LTD.

指定 為應受送達人

代表人：(中文/英文) 皇 芳之/SUMERAGI, YOSHIYUKI

住居所或營業所地址：(中文/英文)

日本東京都港區港南一丁目 6 番 41 號

6-41, KONAN 1-CHOME, MINATO-KU, TOKYO, JAPAN

國 籍：(中文/英文) 日本/JP

## 三、發明人：(共 4 人)

姓 名：(中文/英文) ID :

1. 池田 勝彥/IKEDA, KATSUHIKO

2. 下澤 信之/SHIMOZAWA, NOBUYUKI

3. 國澤 考彥/KUNISAWA, TAKAHIKO

4. 川村 篤志 KAWAMURA, ATSUSHI

國 籍：(中文/英文) 1-4. 日本/JP

#### 四、聲明事項：

主張專利法第二十二條第二項  第一款或  第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1. 日本；2004/02/13；2004-037410

無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

主張專利法第三十條生物材料：

須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

## 九、發明說明：

### 【發明所屬之技術領域】

本發明是有關於一種碳纖維製造方法。

### 【先前技術】

歷來，作為碳纖維用丙烯腈系前軀體，為了得到高強度及高彈性率的碳纖維，主要製造出較少發生斷絲和起絨毛的情況且品質佳之 3000~20000 根的細絲，即小纖維束。以此製造的碳纖維大多用於航空、宇宙、體育運動等領域。

碳纖維製造用的前軀體纖維被預先經過碳化處理，在 200°C~350°C 的氧化氣氛中進行加熱的耐火處理。耐火處理因為伴隨著反應熱，所以在纖維束內部容易蓄熱。在纖維束內部若產生剩餘的蓄熱，就容易發生細絲斷絲和纖維間的融著。因此，有必要儘量抑製由反應熱所致的蓄熱。為了抑製這種蓄熱，不得已使供給耐火爐的纖維束直徑在特定直徑以下，因為纖維束的直徑受到限制，所以使得生產率低，同時也成為使製造成本提高的因素。

為了解決這樣的問題，例如根據日本專利申請案早期公開第平 10-121325 號公報，公開了一種往容器容納時保持一根纖維束，而從容器拉出使用時，具有能夠沿可分割的延伸方向分割成多數小纖維束的可分割能力之碳纖維用前軀體纖維束。為了製造具有可分割能力的纖維束，將紡了紗的多數根絲（纖維）分割成多數群，各群有特定根數的絲，在這種分割狀態下使多數並列走行，經過製絲製程、

收尾油劑授予製程後，提供給備有折波鉗的捲縮授予製程。由該捲縮授予將特定數的多數群集束為一根纖維束的型態。不通過前述捲縮授予製程時，各小纖維束含有 10% 以上 50% 以下的水分。

如前所述的集束型態，在具有小纖維束型態的各絲條群之耳部使絲條間以 1mm 程度斜交，相互微弱交絡，以保持由多數的絲條群構成的一根纖維束型態。由於在各絲條群之耳部由絲條的斜交所致的交絡微弱，被保持為一根纖維束型態後，提供給碳纖維製造製程使用時，也能從耳部容易分割成各絲條群，能夠把被集束的纖維束分割成小纖維束型態收納到容器內。

收容在容器內具有可分割能力的碳纖維用前軀體纖維束在向耐火爐輸入前的分割製程中，被分割成前述每個小纖維束。該分割使用例如帶溝的滾筒和分割用引導棒進行。小纖維束間由於在它們的耳部以微弱的交絡被集束，所以可以容易地進行，分割時幾乎不產生絨毛和斷絲。由此，被分割成特定直徑以下的小纖維束型態的各小纖維束被輸入耐火製程進行耐火處理。此時，由於對以分割狀態的小纖維束進行耐火處理，所以不產生過剩蓄熱，也防止斷絲和纖維間產生融著。

但是根據上述日本專利申請案早期公開第平 10-121325 號公報，對集束纖維束授予可分割能力，分割成小纖維束的可分割能力授予機構是由存在於小纖維束耳部纖維單位的斜行交絡所進行，在小纖維束分割部的交絡

度為  $1\sim 10\text{m}^{-1}$ ，若被輸入到耐火製程以前由分割裝置分成小纖維束的話，會產生單絲斷絲，有可能影響碳纖維的品質。進一步來說，在日本專利申請案早期公開第平 10-121325 號公報中，說明一種小纖維束間之交絡的裝置，未揭示由在各小纖維束耳部絲條之間斜行相互微弱交絡，以維持一根小纖維束型態的捲縮授予的方法。如果就原樣地把這樣的捲縮纖維束供給碳纖維製造製程中的耐火製程，對纖維束整體均等地拉伸捲縮，要授予特定的伸展較為困難。其結果會對所得到碳纖維的目數（單位長度的重量）、對纖度產生變異（纖度變異係數）、對所得到碳纖維的品質帶來影響。為此在進行耐火製程以前，捲縮除去裝置便成為必要。但是，這樣一來設備空間增大，同時使省力化困難，且對生產力也有大的影響。

另一方面，在日本專利申請案早期公開第平 10-121325 號公報中，只記載了在不授予捲縮的直纖維束型態的情況下，水分率為  $10\%\sim 50\%$ 。意即，只記載了靠水分的表面張力小纖維束進行集束，保持一根纖維束型態的構造。該水分率是由纖維束內水所致表面張力，被收納在容器時折疊部的皺褶不會還原，其結果供給碳纖維製造製程時，皺褶和由其而引起的纖維束內細絲斜行等就此種狀態被供給，所得到碳纖維的等級受損，或者有時根據情況皺褶扭擰，在該部分有可能發生在耐火製程中過剩的蓄熱。

更進一步，姑且不管通不通過折波鉗，將集束纖維束

從容器中拉出輸入燒成製程前，必須把同集束纖維束分割成具有所需直徑的小纖維束，為此有必要專門設置分割裝置，如此一來會增大設備空間或者使省力化困難，對生產力也帶來影響。

另一方面，因為隨著碳纖維的利用擴大到汽車、土木、建築、能源等一般產業領域，當然要求以更便宜的價格提供高生產力的粗徑碳纖維，而且要求供給高強度、高彈性、高等級、高品質的粗徑碳纖維。例如，日本專利申請案早期公開第平 11-189913 號及 2001-181925 號公報中，雖然公開了粗徑碳纖維或者碳纖維前驅體纖維束的製造方法，但是不管在哪一篇文獻中，碳纖維強度表現都不足夠，就現狀來講，歷來的細絲數都達不到 12000 根以下小纖維一般的股強度和彈性率。

#### 【發明內容】

本發明的目的在於提供一種生產成本低、生產力優越、斷絲和起毛少，可以得到高等級、高品質特別是高強度的優越碳纖維製造方法。

本發明如下所述：

1) 具有以下特徵的碳纖維製造方法，其特徵在於：把一碳纖維前驅體纖維束供應至一耐火製程，由在耐火製程中發生的張力，一邊分割成小纖維束，一邊進行燒成的製造方法，其中上述碳纖維前驅體纖維束由鉤落法 (hook drop) 所得多數條的小纖維束間交絡度小於等於  $1\text{m}^{-1}$ ，收納到容器時的纖維束水分率未滿的 10 質量%，未授予捲縮

的實質上由直線纖維組成，向容器收納時及從前述容器拉出輸入到燒成製程時保持一根集合纖維束型態，有於燒成製程由在同製程發生之張力能夠向延伸方向分割成多數條的小纖維束之可分割能力。

2) 根據 1) 所記載的碳纖維製造方法，其中碳纖維前驅體纖維束之單纖維纖度在 0.7dtex 以上 1.3dtex 以下、小纖維束之單纖維數為 50000 以上 150000 以下、集合纖維束之總單纖維數為 100000 以上 600000 以下。

3) 根據 1) 所記載的碳纖維製造方法，其中碳纖維前驅體纖維束，其各小纖維束延伸方向之端部與鄰接的各小纖維束延伸方向之端部，靠單纖維的空氣流由交絡形成碳纖維前驅體纖維束之一根集合纖維束的型態。

4) 根據 1) 所記載的碳纖維製造方法，其中碳纖維前驅體纖維束之單纖維間的黏著根數在 5 根/50000 根以下，在纖維軸垂直方向的結晶尺寸為  $1.1 \times 10^{-8} \text{m}$  以上。

5) 根據 1) 所記載的碳纖維製造方法，其中碳纖維前驅體纖維束之單纖維強度為 5.0cN/dtex 以下，單纖維的纖度變異係數 (CV 值) 為 10% 以下。

6) 根據 1) 所記載的碳纖維製造方法，其中碳纖維前驅體纖維束之長邊方向的油劑附著變異係數 (CV 值) 為 10% 以下。

因為本發明的碳纖維前驅體纖維束 (集合纖維束) 在耐火處理時能夠容易分割成小纖維束並且能容易控制向小

纖維束的蓄熱，因此供給耐火處理的纖維束的直徑可以不受限制。這樣可以得到生產力優越且製造成本低廉的碳纖維。

而且由於上述的分割不誘發斷絲和起毛，不影響碳纖維的等級和品質。因此若使用這樣的前驅體纖維束的話，很少發生斷絲和起毛現象，能夠得到高等級高品質特別是強度優越的碳纖維。

根據本發明的碳纖維前驅體纖維束的製造方法，能適合製造上記小纖維束或者集合纖維束；根據本發明的碳纖維的製造方法，能適合製造上記的優越的碳纖維。

再者使用本發明的碳纖維前驅體纖維束的製造裝置能適合製造上記集合纖維束。

為讓本發明之上述和其他目的、特徵和優點能更明顯易懂，下文特舉較佳實施例，並配合所附圖式，作詳細說明如下。

### 【實施方式】

上記之課題由本發明的碳纖維用前驅體纖維束能夠被解決。意即，由鉤落法（hook drop）所得多數的小纖維束間交絡度小於等於  $1m^{-1}$ 、收納到容器時的纖維束水分率小於品質的 10%、未授予捲縮的實質上由直線纖維組成、向容器收納時及從前述容器拉出輸入到燒成製程時保持一根集合纖維束型態、有在燒成製程中靠在同製程發生之張力能夠向延伸方向分割成多數的小纖維束之可分割能力。

本發明的碳纖維用前驅體纖維束作為多數小纖維束

集合體的一根纖維束型態無損於等級地被維持、從容器中抽出時既維持一根纖維束的型態，同時即便不設置分割導引物，在燒成時同時產生張力，使小纖維束之間能夠不發生糾纏地進行分割。

該碳纖維用前驅體纖維束單纖維纖細程度較佳為 0.7dtex 以上 1.3dtex 以下，總細絲數較佳為 100000 以上 600000 以下，小纖維的細絲數較佳為 50000 以上 150000 以下。單纖維纖細程度若在 0.7dtex 以上的話，安定地進行丙烯纖維絲條等碳纖維前驅體纖維用原絲的紡絲能夠較為容易進行。若在 1.3dtex 以下的話，可得到能抑製斷面雙層構造的高性能碳纖維。碳纖維用前驅體纖維束的總細絲數若在 100000 以上，能夠抑制在燒成製程中實際燒成的小纖維束變少，使得能在生產力良好地狀態下進行燒成。若在 600000 以下，可以容易地把所希望長度的碳纖維用前驅體纖維束收容到容器中。另外，小纖維束的細絲數若在 50000 以上，能夠抑制分割數增加且在燒成製程的可分割能力不易發揮等問題，並能夠抑制由於小纖維束過細所致成形效率低的問題。小纖維束的細絲數若在 150000 以下，能抑制在耐火製程所產生之反應熱的蓄熱，能夠顯著地防止斷絲和融著。

從防止由單纖維間的黏著所致在後續的耐火製程、前碳化製程以及碳化製程中發生的起毛和斷束及股強度低的觀點來看，希望黏著根數盡可能少。由這一觀點看，構成碳纖維前驅體纖維束的單纖維間黏著根數較佳為 5 根

/50000 根以下。在纖維軸上垂直方向的結晶領域尺寸，較佳的是在  $110\text{\AA}$  ( $1.1 \times 10^{-8}\text{m}$ ) 以上。

碳纖維前驅體纖維束之單纖維強度較佳為  $5.0\text{ cN/dtex}$  以上，更加的為  $6.5\text{cN/dtex}$  以上，更理想的為  $7.0\text{cN/dtex}$  以上。單纖維強度如果為  $5.0\text{ cN/dtex}$  以上，能夠有效防止在燒成製程中由單絲斷絲所產生大部分的起毛而使燒成製程通過性低的問題，能夠得到較佳強度的碳纖維。

構成前驅體纖維束的單纖維纖維度變異係數(CV 值)較佳的為 10% 以下，更佳的為 7% 以下、更理想的為 5% 以下。CV 值如果在 10% 以下，能夠顯著防止在紡絲製程以及燒成製程中的斷絲、盤繞等問題。

再者，關於前驅體纖維束之長方向的油劑付著變異係數(CV 值)，較佳的為 10% 以下，更佳的為 5% 以下。該 CV 值如果為 10% 以下，能夠顯著地防止紡絲製程中黏著和融著，其結果為能夠顯著地防止單絲斷絲及斷束等問題。油劑付著變異係數若在上述範圍內的話，所得到的碳纖維在品質及性能方面（特別是在股強度方面）都令人滿意。為了得到高品質、高性能的碳纖維前驅體絲條束以及碳纖維，與小纖維束 (small tow) 及大纖維束 (large tow) 的總纖維度無關，較佳的是儘量使油劑均一地附著。

根據本發明，碳纖維前驅體纖維束為碳纖維前驅體纖維的小纖維束並列鄰接排列，由空氣流使鄰接的小纖維束之間交絡得到一根集合纖維束而得到。根據該方法，對纖

維束不授予捲縮，在燒成製程（耐火製程、碳化製程）中能夠形成具有可自然分割成原有的小纖維束之可分割能力的集合纖維束。

在獲得集合纖維束時，使前述小纖維束多數並列鄰接供給在具有扁平矩形斷面的絲道和在該扁平矩形的長邊方向被留置特定間隔配置，在此絲道上形成開口而成的多數空氣噴出孔的交絡授予裝置，由從空氣噴出孔噴出空氣使其能夠進行前述交絡。

本發明的碳纖維前驅體纖維束例如是以下列方法製造。意即，從由丙烯腈系聚合體和有機溶劑配合而成的紡絲原液，在二甲基乙醯胺水溶液中從噴絲頭口徑為  $45\mu\text{m}$  以上  $75\mu\text{m}$  以下、孔數 50000 個以上的紡絲噴絲口，以「凝固絲拉出速度/吐出線速度」比為 0.8 以下吐出，得到膨脹絲條。如果孔數在 50000 以上，可以使生產力良好。另外從抑制在耐火製程中由反應熱所致的蓄熱而發生的斷絲和融著等觀點來看，進而從能使紡絲噴絲頭配件組減小、使機台周圍生產錘數增加之觀點來看，令人滿意的孔數為 150000 以下。

「凝固絲拉出速度/吐出線速度」比率若在 0.8 以下可防止從噴絲口發生的斷絲，而容易穩定紡絲。若從均一進行凝固，抑制纖度變異係數的發生之觀點來看，此比率以 0.2 以上為理想值。

接下來，此膨脹絲條濕熱延伸之後，導入第一油浴槽授予第一油劑，用 2 根以上的導引物進行一次收攏後，繼

續在第二油浴槽授予第二油劑，經由乾燥緻密化二次延伸，使整體延伸倍率在 5 倍以上 10 倍以下，便可得到丙烯腈系前驅體纖維束。在此所說的整體延伸倍率，指的是從紡絲原液進行到得到前驅體纖維束全部延伸操作的延伸倍率，如前所述的只進行濕熱延伸和二次延伸的情況下，則是兩者延伸倍率之積。

用以作為對於紡絲原液使用的丙烯腈系聚合體的有機溶劑，例如是二甲基乙醯胺、二甲基亞砷、二甲基加酸鹽等。

其中，較佳的是二甲基乙醯，因為二甲基乙醯在溶劑加水分解很少導致惡化的情況，可以得到良好的紡絲性。

對於適於製造單纖維纖度 0.7dtex 以上 1.3dtex 以下的丙烯腈系聚合體的單纖維擠出紡絲原液用之紡絲嘴，可以使用具有 45 $\mu\text{m}$  以上 75 $\mu\text{m}$  以下孔徑的噴絲頭孔。由於使用這樣小孔徑噴絲頭，(凝固絲拉出速度) / (從噴絲口所出紡絲原液的吐出線速度) 的比容易變小 (0.8 倍以下)，能夠容易維持良好的紡絲性。

從凝固浴拉出的膨脹絲條，在進行的濕熱延伸後，能夠提高纖維的配向。該濕熱延伸為把處於膨脹狀態的膨脹纖維束在熱水中進行延伸。

進行了濕熱延伸後，乾燥前的膨脹纖維束的膨脹度在 100 質量% 以下較為理想。進行了濕熱延伸後，乾燥前的膨脹纖維束的膨脹度為 100 質量%，意味著表層部和纖維內部處於均一配向。由降低在凝固浴中製造凝固絲時 (凝

固絲拉出速度) / (從噴絲口所出紡絲原液的吐出線速度) 之比使得在凝固浴中凝固絲的凝固均一，之後將其進行濕熱延伸，能夠使得直至內部均一配向。由此可以使乾燥前纖維束之膨脹度在 100 質量%以下。

根據本發明，在碳纖維前驅體纖維束的製造方法中，由空氣的噴出授予小纖維束內細絲間的交絡和小纖維束間交絡，授予小纖維束內細絲間的交絡以及小纖維束間的集束性，能夠得到保持一根集合纖維束之型態的纖維束。此時，希望能使各小纖維束的延伸方向端部間交絡保持一根纖維束之型態。另外，最好使小纖維束間的交絡比小纖維束內細絲間的交絡弱。更進一步，此時，小纖維束間未必需要其延伸方向疊蓋，希望小纖維束之延伸方向的端部間相互鄰接，使端部處於相接的狀態。

在本發明中，根據需要可添加水，較佳的是使收納入特定容器時，各小纖維束之水分率在 10 質量%以下，更佳的是在 0.5 質量%以上 5 質量%以下。使水分添加量在 0.5 質量%以下能夠抑製靜電的產生，使得具有良好的操作性。使水分添加量在 10 質量%以下能夠防止收納時纖維束之重量和在被壓機押壓狀態下，收納到容器時所致纖維束的折疊形成皺褶，而使得纖維束延伸不穩定之現象。同時，能增加傳送效率提高經濟性。

如前所述的碳纖維前驅體，能夠通過由具有多數根小纖維束被空氣噴出，以並列狀態結合的集合纖維束製造製程之碳纖維前驅體纖維束的製造方法製造。意即，其基本

之構成是：一種使小纖維束延伸方向端部間緩慢交絡後，把於分割狀態製絲的多數根小纖維束向容器收納的碳纖維前驅體纖維束的製造方法。向容器收納時用最好用齒輪滾筒、輓軋滾筒等操作，就此收納進容器的話，纖維束型態則更為安定。

對鄰接的小纖維束間授予交絡是通過如下的裝置進行，意即，在交絡授予裝置上，具有呈扁平矩形斷面的絲道，在該扁平矩形斷面之長邊方向留置特定間隔，配置多數空氣噴出孔的前述絲道可以使多數的小纖維束鄰接並列供給此絲道，從前述空氣噴出孔使空氣噴出來進行。再者，在本說明書中，把對小纖維束間授予交絡，製造集合纖維束所用的交絡裝置稱為第二交絡授予裝置，在下述的授予小纖維束內交絡的交絡裝置稱為第一交絡授予裝置。

對小纖維束授予交絡之前，可以預先通過第一交絡授予裝置，授予小纖維束自體纖維束延伸的控制和集束性。在此情況下，可以由在具有圓形斷面的絲道和在該圓形斷面絲道內形成開口而成的空氣噴出孔的空氣交絡授予裝置上，使小纖維束通過且使空氣從空氣噴出孔噴出。或者，可以由在具有扁平矩形斷面的絲道和在該扁平矩形斷面的長邊方向留置特定間隔，在絲道內形成開口而成的多數空氣噴出孔的空氣交絡授予裝置上使小纖維束通過，使空氣從空氣噴出孔噴出，授予所希望的纖維束延伸以及集束性。

在該情況下，預先在第一交絡授予裝置進行小纖維束專用的小纖維束延伸控制 and 確保集束性，進而為了繼續使

小纖維束間集束一體化，使小纖維束間鄰接並列，供給與前述第一交絡授予裝置鄰接配置具有扁平矩形斷面絲道的第二交絡授予裝置，能夠使預先完成交絡的鄰接的多數小纖維束間一體集束。

另外在本發明中，也可以預先不對小纖維束自體進行特別交絡授予，同時授予各自分別鄰接的小纖維束內細絲間的交絡和鄰接的小纖維束間的交絡。也就是說，也可以在集合纖維束製造製程中，對小纖維束內纖維間授予交絡。在此情況下，使多數交絡前的小纖維束鄰接並列，供給在具有扁平矩形絲道斷面形狀的絲道的扁平矩形斷面之長邊方向留置特定間隔，配置有多數空氣噴氣孔的交絡裝置，使空氣從該空氣噴出孔噴出，能夠同時授予小纖維束內的交絡和鄰接的小纖維束間的交絡。

用於小纖維束內細絲間交絡的上述扁平矩形斷面的絲道形狀，由小纖維束的總體纖度不同而有所不同，但是扁平矩形斷面之寬邊的高度方向較佳的是 1mm 以上 5mm 以下，更佳的是 2mm 以上 4mm 以下。若高度小，即纖維束的厚度被限制，由空氣流所致細絲的移動被限制，交絡度比低之傾向則為不利因素。反之，若高度大，因為與長邊尺寸相關的纖維束厚度變大，交絡度比低之傾向則為不利因素。

能夠用於小纖維束細絲間交絡的具有扁平矩形斷面形狀的絲道，具有在前述扁平矩形斷面形狀之長邊方向留置特定間隔被多數配置的空氣噴出孔的交絡裝置，具有例

如圖 2 所示的結構。相對於長邊尺寸，從小纖維束總纖度和其纖維束延伸之控制點來看，存在有較為合適的範圍。顯示此合適範圍的數值是小纖維束 1 的總纖度  $D(\text{dtex})$  與扁平斷面絲道 4 的長邊尺寸  $L(\text{mm})$  之比  $D/L$  的值，其值較佳的是在  $2000\text{dtex}/\text{mm}$  以上  $12000\text{dtex}/\text{mm}$  以下。此時，空氣噴出孔 5b、6b 的孔徑（直徑）較佳的是在  $0.3\text{mm}$  以上  $1.2\text{mm}$  以下，更佳的是在  $0.5\text{mm}$  以上  $1.0\text{mm}$  以下。

進而若從得到均一的交絡來看，其空氣噴出口的配列較佳的是在以  $0.8\text{mm}$  以上  $1.6\text{mm}$  以下等間距配置。絲道 4 之長度，即交絡授予裝置之長度較佳的是  $10\text{mm}$  以上  $40\text{mm}$  以下。若該長度超過  $40\text{mm}$  的話，被認為在各自分別絲道的兩端部由噴射空氣流混亂起因的纖維束的混亂而發生紊亂，容易形成交絡不均一之傾向的缺點。

如果對鄰接小纖維束授予交絡，如圖 3 所示，能夠使多數的小纖維束鄰接，供給在具有扁平矩形絲道斷面的絲道上有在該扁平矩形的長邊方向留置特定間隔被多數配置的空氣噴出孔的交絡裝置。相對於扁平矩形長邊尺寸  $L$ ，由小纖維束總纖度和使集合的細絲（纖維）之根數，即相對於集合纖維束的總纖度控制纖維束延伸的話，一定存在有合適的範圍。

意即，用小纖維束總纖度  $D(\text{dtex})$  與使集合小纖維束的根數  $n$  之積表示的集合纖維束總纖度  $n \cdot D(\text{dtex})$  和長邊尺寸  $L(\text{mm})$  之比  $n \cdot D/L$  的值為範圍。此比值較佳的是  $2000\text{dtex}/\text{mm}$  以上  $12000\text{dtex}/\text{mm}$  以下。此時，空氣噴出孔

各孔徑口徑較佳的是在 0.3mm 以上 1.2mm 以下，更佳的是在 0.5mm 以上 1.0mm 以下。

更進一步，若從得到均一的交絡這一觀點看，空氣噴出口的配列較佳的是 0.8mm 以上 1.6mm 以下的等間距配列。若從抑制由被噴出的空氣所致纖維束的混亂以及紊亂的發生這一觀點看，空氣噴出口之等間距較佳的是在 0.8mm 以上為理想值。若從抑製纖維束內單纖維旋回產生交絡變異係數這一觀點看，較佳的是小於 1.6mm。

絲道的長度，即交絡授予裝置的長度較佳的是 10mm 以上 40mm 以下。長度若超過 40mm，被認為在各自分別絲道的兩端部由噴射空氣流混亂起因的纖維束的混亂、紊亂的發生，容易形成交絡不均一的傾向之缺點。

在對鄰接小纖維束間授予交絡的交絡授予裝置，具有扁平矩形絲道斷面的絲道，在其扁平矩形狀的長邊方向留置特定間隔多數配置形成空氣噴出孔，正如圖 5 所示，在欲使之集合的小纖維束間鄰接端部之位置，能夠形成延伸在絲道長邊方向的溝。由於具有這樣的溝，在扁平矩形斷面絲道內要得到纖維束交絡的小纖維束之鄰接的端部，能夠形成細絲自由移動所容許之空間，可以有效地授予鄰接小纖維束間的交絡。

溝的斷面（相對於纖維束通過方向）形狀，可以形成如半圓形等圓的一部分之形狀和如圖 5 所示的台形形狀等。但是在半圓形溝的情況下，在接至細絲的部分若產生角，有可能使纖維束損壞，為了避免此情形發生，最好在

面對溝絲道的角部設置弧形。最好是把具有圓一部分之斷面形狀的溝被使用台形溝取而代之。在台形溝的情況下，也最好在面對溝絲道一側的角部設置弧形。圖 8、圖 5 所示為面對台形形狀的溝 18c 絲道側之各部設置了溝角部的弧形 30 的例子。絲道下側的台形溝 19c 也可以設置同樣的弧形。

具體來說，溝之大小，若是半圓形等圓的一部分的情況下，圓的直徑較佳的是在 2mm 以上 10mm 以下為理想，更佳的是在 3mm 以上  $\leq 8$ mm 以下，溝的深度較佳的是在 1.5mm 以上 4mm 以下程度為佳。再者，台形溝的情況下，也被設置在扁平絲道之長邊部分的台形溝邊長的尺寸較佳的是在 2mm 以上 10mm 以下為佳，更佳的是在 3mm 以上 8mm 以下，相當於溝底的短邊尺寸較佳的是在 1.5mm 以上 6mm 以下。為了對在溝內鄰接的小纖維束端部間授予交絡，在溝內設置噴出空氣的空氣噴出孔。從小纖維束安定走行及均一交絡之觀點看，較佳的是設置在位於溝形狀內左右均等配置或者在溝底的中心線上。此設置是因為考慮到由在絲道上設置溝，從噴射空氣的交絡授予裝置的排出可能會較為順暢，但實際上也可能得到在向交絡授予裝置的進入側鄰接走行的小纖維束的型態和走行變得安定之效果。

更進一步，本發明中具有上述溝的噴絲頭、如圖 6 所示，空氣噴出口只設了溝部的噴絲頭也是可行的。由此，授予較小纖維束內細絲間交絡弱的交絡於小纖維束間，使

得容易保持一根纖維束型態。

由上所述得到的碳纖維前驅體纖維束，由鈎落法（hook drop）所得多數的小纖維束間交絡度較佳的是未滿  $1\text{m}^{-1}$ 。由於使纖維束交絡度未滿  $1\text{m}^{-1}$ ，僅以碳纖維製造製程的耐火製程中或者碳化製程中產生之張力便可分割成小纖維束，沒有必要使用分割引導棒，抑制由伴隨擦過所致的纖維束損傷、單絲斷絲等，容易得到高等級碳纖維。

另外，在本發明中，授予小纖維束內單纖維間交絡後，也可以使用彎曲嚮導等，使鄰接小纖維束間側端部相接，規製多數小纖維束的絲道，供給小纖維束間的交絡授予裝置。

綜上所述，先把被集束的碳纖維用前驅體纖維束收納入容器，然後重新從容器取出，輸入耐火製程和碳化製程等，但在取出時一根集合纖維束之型態也不零亂，進一步由在燒成製程間產生之張力，能夠自然地將前述碳纖維用前驅體纖維束分割成多數的小纖維束進行安定的燒成，得到高品質的碳纖維。

根據本發明所得到的碳纖維，股強度（JIS R7601-1986）例如是 4100Mpa 以上，較佳的是在 4400Mpa 以上，更佳的是 4900Mpa 以上的碳纖維。若股強度在 4100Mpa 以上，使得需要與小纖維束同等高強度的一般產業領域也容易適用。

本發明的碳纖維，可以用眾所周知的方法，由前述的丙烯腈系前驅體纖維束燒成而得，但是其中較較佳的方法

是將碳纖維前驅體纖維束在從低溫到高溫各區域溫度調節到 220°C~250°C 的耐火爐中，一邊限制收縮一邊連續地進行耐火處理，得到密度為 1.36g/cm<sup>3</sup> 程度的耐火纖維絲條。隨後，在 300°C~700°C 溫度分佈的氮素氣氛的碳化爐中，一邊限制收縮一邊進行 1 分~5 分的碳化處理。然後，繼續在由 1000°C~1300°C 溫度分佈含氮的碳化爐中，一邊限制收縮一邊進行 1 分~5 分的碳化處理。

#### (單纖維接著根數的測定方法)

單絲間接著可以把前驅體纖維束截成 5mm，使其分散在 100mL 丙酮中，以 100rpm 攪拌 1 分後，以黑色濾紙過濾，測定單絲纖維的接著根數，依次來斷定。

#### (結晶領域尺寸的測定方法)

結晶領域尺寸可以用以下的方法測定。意即，把丙烯腈系前驅體纖維束截成 5mm 長，精秤取其 35mg，使試料纖維軸正確地平行拉齊後，使用試料調整用設備備齊寬 1mm 厚度均一的纖維試料束。讓纖維試料束浸在醋酸乙烯/甲醇溶液，使其型態不失去原形地固定後，將其固定在廣角 X 線衍射試料台。X 線源，例如是使用 Rigaku 公司生產的 CuK $\alpha$  線 (使用鎳膠捲) X 線產生裝置，同樣使用由 Rigaku 公司生產的晶體測角計，以透過法由閃爍計數管檢測出相當於石墨面指數 (100)  $2\theta=17^\circ$  附近的衍射峰。輸出功率在 40KV-100mA 下測定。從在衍射峰值半值延伸用下式求結晶領域尺寸  $L_a$ 。意即， $L_a=K\lambda/\beta_0\cos\theta$  (公式中，K 是謝樂(Scherrer)常數 0.9、 $\lambda$  是所使用的 X 線的波長 (在

此因為使用  $\text{CuK}\alpha$  線，為  $1.5418\text{\AA}$ ）， $\theta$  是 Bragg 的衍射角， $\beta_0$  是半寬值延伸， $\beta_0 = \beta_E - \beta_I$  ( $\beta_E$  是外觀半寬值延伸、 $\beta_I$  是裝置常數、在此該常數為  $1.5 \times 10^2 \text{rad}$ )。

#### (單纖維強度的測定方法)

使用單纖維制動拉張強伸度測定機 (商品名：UTM II-20，オリエック公司生產)，把貼在底座上的單纖維裝在載荷管的夾頭上、以  $20.0\text{mm/分鐘}$  的速度進行長拉試驗、根據測定強伸度所求得。

#### (單纖維的纖度變異係數 (CV 值) 測定方法)

單纖維的纖度變異係數 (CV 值) 可以由以下的方法測定。意即，在內徑為  $1\text{mm}$  的聚氯乙烯樹脂管內通入測定用丙烯腈系聚合體纖維後，將其用小刀切成圓片，準備試料。接下來，使丙烯腈系聚合體纖維斷面向上將該試料與掃描型電子顯微鏡 (SEM) 試料台接著，進而噴鍍約  $10\text{nm}$  厚度的金 (Au) 後，用 PHILIPS 公司生產，商品名為 XL20 掃描型電子顯微鏡在加速電壓為  $7.00\text{kV}$  且動作距離  $31\text{mm}$  的條件下觀察斷面，然後抽樣 300 個測定單纖維的纖維斷面算出纖度。

$$\text{CV 值 (\%)} = (\text{標準偏差} / \text{平均纖度}) \times 100$$

式中的標準偏差以及平均纖度分別是上述纖度的標準偏差以及平均。

#### (油劑的長邊方向付著變異係數的測定)

靠油劑長邊方向的付著變異係數可以通過在前驅體絲條長邊方向取  $N$  個樣品 ( $N=10$ ) 進行取樣，然後使用理

學電子工業公司生產的波長分散型螢光 X 線分析裝置（商品名：ZSXmini）進行測定，以測定油劑付著變異係數。

（膨漲度的測定方法）

根據把在膨漲狀態的纖維束付著液用離心分離機（3000rpm、15 分鐘）除去後的品質  $w$  和將其在  $105^{\circ}\text{C}$  的熱風乾燥機中乾燥 2 小時後的質量  $w_0$ ，可以用公式：

$$\text{膨漲度 (\%)} = (w - w_0) \times 100 / w_0$$

來求出膨漲度。

（水分率的測定方法）

在濕潤狀態下碳纖維前驅體纖維束的質量  $w$  和將其在  $105^{\circ}\text{C}$  的熱風乾燥機中乾燥 2 小時後的質量  $w_0$ ，可以用下列公式：

$$\text{水分率 (\%)} = (w - w_0) \times 100 / w_0$$

求出，得到的值為（質量%）。

（交絡的評價方法）

採用鉤落法評價。使纖維束不要零亂，在其尖部掛吊 10g/3000 丹尼爾(denier)的荷重（10g/330Tex）。在從尖部 20mm 被折彎成直角的直徑為 1mm 的金屬線上吊掛 10g 的重量，若使此重量從纖維間掛起自由落下時的落下長為  $X\text{m}$ ，則交絡度 =  $1/X$ 。反復進行 30 次測定，使用從 30 個數值中 20 點的平均值。

【實施例】

以下根據本發明的碳纖維前驅體纖維的小纖維束之製造方法，以具有代表性的實施例具體進行說明。

## [實施例 1]

## 小纖維束製造方法 ( I )

在有丙烯腈、丙烯醯胺、甲基丙烯酸、過硫酸銨-亞硫酸氫銨以及硫酸鐵存在，由水系懸浮聚合進行共聚合，由丙烯腈單位/丙烯醯胺/甲基丙烯酸單位比=96/3/1 (質量比)，可以得到丙烯腈系聚合體。將該丙烯腈系聚合體在二甲基乙醯胺中溶解，調製 21 質量%的紡絲原液。

把該紡絲原液通過孔數 50000，孔徑為 45 $\mu$ m 的紡絲嘴，使其從由濃度為 60 質量%，溫度為 35 $^{\circ}$ C 的二甲基乙醯胺水溶液組成的凝固浴中吐出，成為凝固絲以紡絲原液吐出線速度的 0.40 倍之拉出速度拉出。

接下來，把纖維在熱水中洗淨，同時進行 5.4 倍的濕熱延伸，輸入調製成 1.5 質量%的氨基矽酮系油劑的第一油浴槽授予第一油劑，用數根引導進行一次收攏後，繼續在調製成 1.5 質量%的氨基矽酮系油劑的第二油浴槽授予第二油劑。使用熱滾筒把纖維乾燥，由在熱滾筒間進行 1.3 倍的二次延伸使整體延伸倍率達到 7.0。其後，在接觸滾筒中調整纖維的水分率，得到單纖維纖度為 1.2dtex 的碳纖維前驅體纖維束 (小纖維束)。

使用 3 根由此得到的碳纖維前驅體纖維束的小纖維束 1，分別各自用如圖 1 所示的噴霧器 2 授予離子交換水後，把被供絲的 3 根小纖維束 1 以如圖 2 所示的小纖維束單位分別各自供給 3 個授予交絡的第一交絡授予裝置 3。對各個小纖維束 1 授予交絡的交絡授予裝置 3 具有如圖 2 所示

的結構。意即，該第一交絡授予裝置 3 備置了在中央部有貫穿纖維束走行方向的扁平矩形狀絲道 4 的上下噴絲頭 5 以及 6。該上下噴絲頭 5 及 6 夾著前述絲道 4 呈上下對稱之結構，具有壓縮空氣導入部 5a 和 6a 和分別與壓縮空氣導入部 5a 和 6a 連通，沿該空氣導入方向對面形成開口而成的多數的空氣噴出孔 5b 及 6b。前述絲道 4 的絲道延伸為 8mm、絲道高度為 3mm、絲道長（小纖維束走行方向）為 20mm、前述空氣噴出孔 5b 及 6b 之噴出開口口徑為 1mm、其配置間距為 1.5mm、使所供給空氣壓力為 50kPa-G(G 為壓力計所示壓力)。

於 3 個第一交絡授予裝置 3 中，分別將被交絡的 3 根小纖維束 1 拉齊，先通過驅動滾筒 7，將其送至對鄰接的小纖維束 1 間授予交絡的第二交絡授予裝置 8。第二交絡授予裝置 8 具備有如圖 3 所示的結構。其基本構造與上記小纖維束專用第一交絡授予裝置 3 同樣，但是因為小纖維束被預先交絡，絲道 9 的延伸以是第一交絡授予裝置 3 倍以上的寬延伸形成，同時絲道高度設定得比第一交絡授予裝置 3 略微低。

此外，第二交絡授予裝置 8 被設定為絲道延伸為 24mm、絲道高度為 2.5mm、絲道長（小纖維束走行方向）為 20mm、空氣噴出孔 10b 及 11b 之噴出開口口徑為 0.5mm、其配置間距為 0.8mm、所供給壓縮空氣導入部 10a 和 11a 的空氣壓力為 300kPa-G(G 為壓力計所示壓力)。將由此得到的一根碳纖維前驅體纖維束供絲給齒輪滾筒 13

拉出，以此原態通過滑行道 14，再存入容器 15。在容器 15 被收納時的碳纖維前驅體纖維束 12 具有 3 根小纖維束 1 集合為 1 根小纖維束型態（集合纖維束）。此時碳纖維前驅體纖維束 12 收納入容器後的水分率為品質的 2%。所得到的纖維束在存入容器 15 時用齒輪滾筒 13 被授予了波紋，且波紋峰與鄰接峰的間距是 25mm。將由此所得碳纖維前驅體纖維束 12 之交絡度進行了評價，其結果為  $1\text{m}^{-1}$  以下。（以樣品長度 1m 進行實驗，因為 10g 的荷重都從 1m 以上落下，不可能進行測定）。

將得到的碳纖維前驅體纖維束 12 從容器 15 中拉出，不分割成小纖維束供給耐火製程，經 70 分鐘耐火處理，再進行了 3 分鐘的碳化處理。從容器將碳纖維前驅體纖維束拉出之時，把碳纖維前驅體纖維束向上方提升，多次使引導棒通過拉齊小纖維束。把被拉齊的碳纖維前驅體纖維束沒有分割成小纖維束供給耐火製程。

在此期間，用於纖維束走行的所有的滾筒都是平滾筒，沒有進行使用表面有溝的滾筒分割小纖維束或者控制纖維束的型態等操作。在耐火製程中，伴隨著反應的進行，特別是不用分割引導等也能自然地以小纖維束分割。碳化處理後所得到的碳纖維束也是沒有起毛且品質優越的纖維束。另外，所得到的碳纖維之股強度為 4900Mpa。

#### [實施例 2]

與實施例 1 同樣得到的細絲數 50000 的小纖維束 1 如圖 4 所示，在接觸滾筒 16 授予離子交換水，把各小纖維束

分別單獨地供給如圖 2 所示的第一交絡授予裝置 3。小纖維束專用的第一交絡授予裝置 3 的基本結構與實施例 1 同樣，但絲道延伸是實施例 1 的 2 倍為 16mm、絲道高度稍微小點為 2.5mm、絲道長同樣為 20mm、空氣噴出孔 5b 及 6b 之噴出開口口徑也一樣為 1mm、其配置間距定為 1mm、此時所供給的空氣壓力是實施例 1 的 2 倍為 100kPa-G。

接下來，把所得到的 3 根小纖維束 1 拉齊，送到使鄰接小纖維束 1 間交絡且具備有如圖 5 所示構造的第二交絡授予裝置 17。

該第二交絡授予裝置 17 與圖 3 所示的第二交絡授予裝置 8 所不同的是相對於上述絲道 9 只是有扁平矩形狀斷面，而被適用於該實施例的第二交絡授予裝置 17 的上下噴絲頭 18 及 19，在與 3 根鄰接的各小纖維束 1 的鄰接位置相對應部位的前述扁平矩形斷面的上下，更進一步分別具有台形斷面的溝部 18c 及 19c。其他的構造與上述實施例 1 並無實質上的改變。在本實施例中，前面所記載的第二交絡授予裝置 17 的絲道 20 之延伸比上述實施例 1 寬 21mm 為 45mm、絲道高度一樣為 2.5mm、空氣噴出孔 18b 及 19b 之開口口徑也相同為 0.5mm、其配置間距為 1.0mm、台形溝斷面之長邊尺寸為 7mm、相當於溝底的短邊尺寸為 3mm、所供給壓縮空氣的空氣壓力是實施例 1 的 2/3，設定為 200kPa-G。把如此得到的碳纖維前驅體纖維束 12 供給附屬於存入機的齒輪滾筒 13，通過滑行道 14，存入容器 15。此時收納到容器後的含水率為品質的 2%。

從第二交絡授予裝置 17 所出時碳纖維前驅體纖維束 12 具有 3 根小纖維束 1 集合的一根纖維束的型態。存入到容器 15 時的碳纖維前驅體纖維束 12 由作為存入機並設的齒輪滾筒 13 被授予波紋，波紋峰與鄰接峰的間距是 25mm。將由此所得碳纖維前驅體纖維束之交絡度進行了評價，其結果為  $1\text{m}^{-1}$  以下。(以樣品長度 1m 進行實驗，因為 10g 的荷重都從 1m 以上落下，不可能進行測定)。

與實施例 1 相同，將得到的碳纖維前驅體纖維束 12 從容器 15 中拉出，不分割成小纖維束供絲給耐火製程，經 70 分鐘耐火處理，再進行 3 分鐘的碳化處理。在此期間，用於碳纖維前驅體纖維束 12 走行的所有滾筒都是平滾筒，完全沒有進行使用表面有溝的滾筒分割小纖維束或者控制纖維束的型態等操作。伴隨著耐火製程中反應的進行，特別是不用分割引導等也能自然地以小纖維束分割。碳化處理後所得到的碳纖維束是沒有起毛且品質優越的纖維束。另外，所得到的碳纖維之股強度為 4900Mpa。

### [實施例 3]

如圖 6 所示，使用了在與絲道 21 連通的溝部 22c 以及 23c 形成多數的空氣噴出孔 22b、23b，同時除了在溝部以外部分沒有形成空氣噴出孔外，具備有與實施例 2 同樣構造的授予小纖維束 1 間交絡的第二交絡授予裝置 24，得到了具有與實施例 2 同樣的集合 3 根小纖維束為一根纖維束型態的碳纖維前驅體纖維束。將由此得到的一根碳纖維前驅體纖維束供絲給齒輪滾筒 13 拉出，以此原態以通過滑

行道 14，並存入容器 15。此時收納到容器後的含水率為 4 質量%。收納到容器 15 時的碳纖維前驅體纖維束 12 具有 3 根小纖維束 1 集合為一根的纖維束型態。此時的碳纖維前驅體纖維束 12 收納到容器後的水分率為 2 質量%。所得到纖維束存入容器 15 時，由所用的齒輪滾筒 13 被授予波紋，波紋峰與鄰接峰的間距是 25mm。將由此所得碳纖維前驅體纖維束之交絡度進行了評價，其結果為  $1\text{m}^{-1}$  以下。（以樣品長度 1m 進行實驗，因為 10g 的荷重都從 1m 以上落下，不可能進行測定。）

與實施例 1 同樣，將所得到的碳纖維前驅體纖維束 12 從容器 15 中拉出，不分割成小纖維束供絲給耐火製程，經 70 分鐘耐火處理，進而進行了 3 分鐘的碳化處理。

在此期間，用於纖維束走行的所有滾筒都是平滾筒、完全沒有進行使用表面有溝的滾筒分割小纖維束或者控制纖維束的型態等操作。伴隨著耐火製程中反應的進行，特別是不用分割引導等也能自然地向小纖維束分割。碳化處理後所得到的碳纖維束是沒有起毛且品質優越的纖維束。另外，所得到的碳纖維之股強度為 4900Mpa。

#### [實施例 4]

作為授予鄰接小纖維束間交絡的第二交絡授予裝置，除了使用了如圖 7 所示構造的交絡授予裝置 25 以外，以與實施例 3 同樣的交絡程式將碳纖維前驅體纖維束 12 存入到了容器 15。除了在扁平矩形斷面的絲道 26 的 3 根小纖維束 1 鄰接部位的上下形成了斷面呈半圓形其直徑為

6mm、其溝深為 3mm 的溝部 27c 以及 28c 以外，第二交絡授予裝置 25 與實施例 3（圖 6）的交絡授予裝置同樣，與實施例 3 同樣從多數的空氣噴出孔 27b 以及 28b 噴出空氣，進行了小纖維束間的交絡。

將所得到碳纖維前驅體纖維束之交絡度進行了評價，其結果為  $1\text{m}^{-1}$  以下。（以樣品長度 1m 進行實驗，因為 10g 的荷重都從 1m 以上落下，不可能進行測定。）

與實施例 1 同樣，將由此所得到的碳纖維前驅體纖維束 12 從容器 15 中拉出，不分割成小纖維束供絲給耐火製程，經 70 分鐘耐火處理，進而在碳化製程中進行了 3 分鐘的碳化處理。在此期間，用於纖維束走行的所有滾筒都是平滾筒，完全沒有進行使用表面有溝的滾筒分割小纖維束或者控制纖維束的型態等操作。伴隨著耐火製程中反應的進行，特別是不用分割引導等也能自然地向小纖維束開始分割，經碳化處理後所得到的碳纖維束完全被分割成小纖維束，是沒有起毛且等級優越的纖維束。另外，所得到的碳纖維之股強度為 5100Mpa。

#### [實施例 5]

使用具有平表面的輥軋滾筒以取代在實施例 4 中的齒輪滾筒，除此之外，與實施例 4 同樣，把碳纖維前驅體纖維束存入了容器 15。其後，與實施例 4（實施例 1）一樣，得到了碳纖維股。

被收納到容器 15 時的碳纖維前驅體纖維束 12 具有 3 根小纖維束 1 集合為一根的纖維束型態。此時碳纖維前驅

體纖維束 12 的水分率為 2 質量%。

將由此所得到碳纖維前驅體纖維束 12 之交絡度進行了評價，其結果為  $1\text{m}^{-1}$  以下。(以樣品長度 1m 進行實驗，因為 10g 的荷重都從 1m 以上落下，不可能進行測定。)

與實施例 1 同樣，將所得到的碳纖維前驅體纖維束 12 從容器 15 中拉出，不分割成小纖維束供絲給耐火製程，經 70 分鐘耐火處理，進而在碳化製程中進行了 3 分鐘的碳化處理。

在此期間，用於纖維束走行的所有滾筒都是平滾筒，完全沒有進行使用表面有溝的滾筒分割小纖維束或者控制纖維束的型態等操作。伴隨著在耐火製程中反應的進行，特別是不用分割引導等也能自然地 toward 小纖維束分割，經碳化處理後所得到的碳纖維束是品質優越的纖維束。另外，所得到的碳纖維之股強度為 4900Mpa。

#### [實施例 6]

除了使整體延伸倍率為 9 倍以外，其餘與實施例 1 相同，而得到了碳纖維股。

#### [實施例 7]

除了噴絲頭孔徑為  $75\mu\text{m}$  及使整體延伸倍率為 9 倍以外，其餘與實施例 1 相同，得到了碳纖維股。

#### [比較例]

使用用小纖維束製造方法(1)所得到的的小纖維束與實施例 1 同樣在小纖維束內授予交絡，將由此得到的 3 根小纖維束供給圖中未示的捲縮授予裝置，由捲縮進行了集

束。集束的纖維束與實施例 1 同樣收納到容器中。

將由此所得到的碳纖維前驅體纖維束從容器中拉出，經過 70 分鐘耐火處理，進一步進行了 3 分鐘的碳化處理。從容器中碳纖維前驅體纖維束的拉出的方法與實施例 5 相同，一次把碳纖維前驅體纖維束向上方提升，多次使引導棒通過拉齊小纖維束。被拉齊的碳纖維前驅體纖維束沒有分割成小纖維束，供絲至耐火製程，經過 70 分鐘耐火處理後，再進行 3 分鐘的碳化處理。用於纖維束走行的所有滾筒都是平滾筒，完全沒有進行使用表面有溝的滾筒分割或者控制型態等操作。伴隨著在耐火製程中反應的進行，特別是不用分割引導等也能自然地分割成小纖維束。但是，經碳化處理後所得到的碳纖維束多有起毛，不是品質優越的纖維束。被認為起毛的原因是在耐火製程中向滾筒的盤繞多次發生所致。進而，得到的碳纖維之股強度為 3600Mpa。

雖然本發明已以較佳實施例揭露如上，然其並非用以限定本發明，任何熟習此技藝者，在不脫離本發明之精神和範圍內，當可作些許之更動與潤飾，因此本發明之保護範圍當視後附之申請專利範圍所界定者為準。

#### 【圖式簡單說明】

圖 1 係繪示由空氣噴出授予交絡的碳纖維用前驅體纖維束製造製程之一例的概略製程圖。

圖 2 係繪示由空氣噴出對小纖維束內授予交絡的第一交絡授予裝置之構造例的模式圖。(a) 是由纖維束的走行

方向所視的主視斷面圖，(b)是側視斷面圖，(c) 俯視斷面圖。

圖 3 係繪示由空氣噴出對小纖維束間授予交絡的第二交絡授予裝置之構造例的模式圖。(a) 是由纖維束的走行方向所視的主視斷面圖，(b)是側視斷面圖。

圖 4 係繪示由空氣噴出授予交絡的碳纖維用前驅體纖維束製造製程之另一例的概略製程圖。

圖 5 係繪示對小纖維束間授予交絡、具備有溝的第二交絡授予裝置之構造例的模式圖。(a) 是由纖維束的走行方向所視的主視斷面圖，(b)是側視斷面圖。

圖 6 係繪示對小纖維束間授予交絡、只在溝內部備有空氣噴出孔的第二交絡授予裝置之構造例的模式圖。(a) 是由纖維束的走行方向所視的主視斷面圖，(b) 是側視斷面圖。

圖 7 係繪示對小纖維束間授予交絡、只在溝內部備有空氣噴出孔的第二交絡授予裝置之另一例的模式圖。(a) 是由纖維束的走行方向所視的主視斷面圖，(b)是側視斷面圖。

圖 8 係繪示為用於說明溝的角部之圓弧形的模式圖。

#### 【主要元件符號說明】

- 1：小纖維束
- 2：噴霧器
- 3：第一交絡授予裝置
- 4、9、20、21、26：絲道

5：上噴絲頭

6：下噴絲頭

5a、6a、10a、11a：壓縮空氣導入部

5b、6b、10b、11b、18b、19b、22b、23b、27b、28b：

空氣噴出孔

7：驅動滾筒

8、17、24、25：第二交絡授予裝置

12：集合纖維束

13：齒輪滾筒

14：滑行道

15：容器

16：接觸滾筒

18c、19c、22c、23c、27c、28c：溝

30：溝角部的弧形

### 五、中文發明摘要：

一種優越的碳纖維製造方法，其特徵在於：能把多數條小纖維束容易地集束成一根，又備有燒成時能自然地分割成原有的小纖維束的可分割能力。本發明的碳纖維的製造方法是把本發明的碳纖維前驅體纖維束供應至一耐火製程，其中碳纖維前驅體纖維束是小纖維束間交絡度為  $1\text{m}^{-1}$  以下，收納在容器時的纖維束之水分率為未滿 10 質量% 的、不被捲縮、實質上是直線的纖維構成，往容器收納時及從容器拉出導入燒成製程時保持一根集合纖維束型態。由在上述耐火製程中發生的張力，一邊分割成小纖維束，一邊進行燒成。

### 六、英文發明摘要：

The present invention provides a method for manufacturing carbon fiber. The method is characterized in that a plurality of small tows can be easily combined into a piece, which can be divided into the original small tows after a sintering process. The method for manufacturing carbon fiber is to provide a precursor fiber bundle of the present invention for a flame-resisting step, wherein the precursor fiber bundle consists of small tows that the confounding degree is  $\leq 1\text{m}^{-1}$  between the tows and the moisture percentage of the tows not rolled, as substantially straight fiber when kept in a container, is less than 10%. When kept

in the container and taken out from the container, the tows take the form of a combined piece. The combined piece is divided into a plurality of the original small tows and sintered by the tension generated in the flame-resisting step.

## 十、申請專利範圍：

1.一種碳纖維製造方法，其特徵在於：

把一碳纖維前驅體纖維束供應至一耐火製程，由在該耐火製程中發生的張力，一邊分割成小纖維束，一邊進行燒成，其中該碳纖維前驅體纖維束由鉤落法（hook drop）所得多數條小纖維束間交絡度小於等於  $1\text{m}^{-1}$ ，收納到一容器時的纖維束水分率未滿 10 質量%，未被授予捲縮的由直線纖維組成，向容器收納時及從該容器拉出輸入到燒成製程時保持一集合纖維束型態，有於燒成製程由在同製程發生之張力能夠向延伸方向分割成多數條的小纖維束之可分割能力。

2.如申請專利範圍第 1 項所述之碳纖維製造方法，其中該碳纖維前驅體纖維束之單纖維纖度在 0.7dtex 以上 1.3dtex 以下、該些小纖維束之單纖維數為 50000 以上 150000 以下、該集合纖維束之總單纖維數為 100000 以上 600000 以下。

3.如申請專利範圍第 1 項所述之碳纖維製造方法，其中該碳纖維前驅體纖維束之各該小纖維束延伸方向之端部與鄰接的各該小纖維束延伸方向之端部，通過單纖維的空氣流由交絡形成該碳纖維前驅體纖維束之一集合纖維束的型態。

4.如申請專利範圍第 1 項所述之碳纖維製造方法，其中該碳纖維前驅體纖維束之單纖維間的黏著根數在 5 根 / 50,000 根以下，在纖維軸垂直方向的結晶領域尺寸為

$1.1 \times 10^{-8} \text{m}$  以上。

5.如申請專利範圍第 1 項所述之碳纖維製造方法，其中該碳纖維前驅體纖維束之單纖維強度為  $5.0 \text{cN/dtex}$  以上，單纖維的纖度變異係數為 10% 以下。

6.如申請專利範圍第 1 項所述之碳纖維製造方法，其中該碳纖維前驅體纖維束之長邊方向的油劑附著變異係數為 10% 以下。

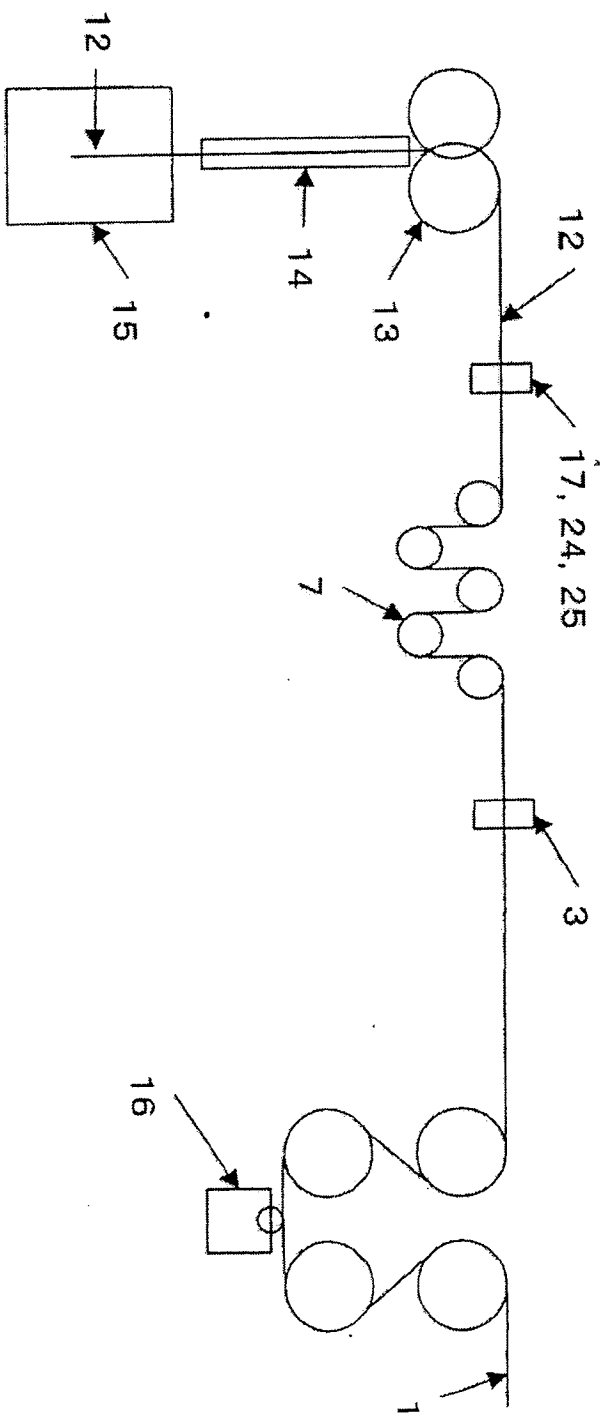


圖 4

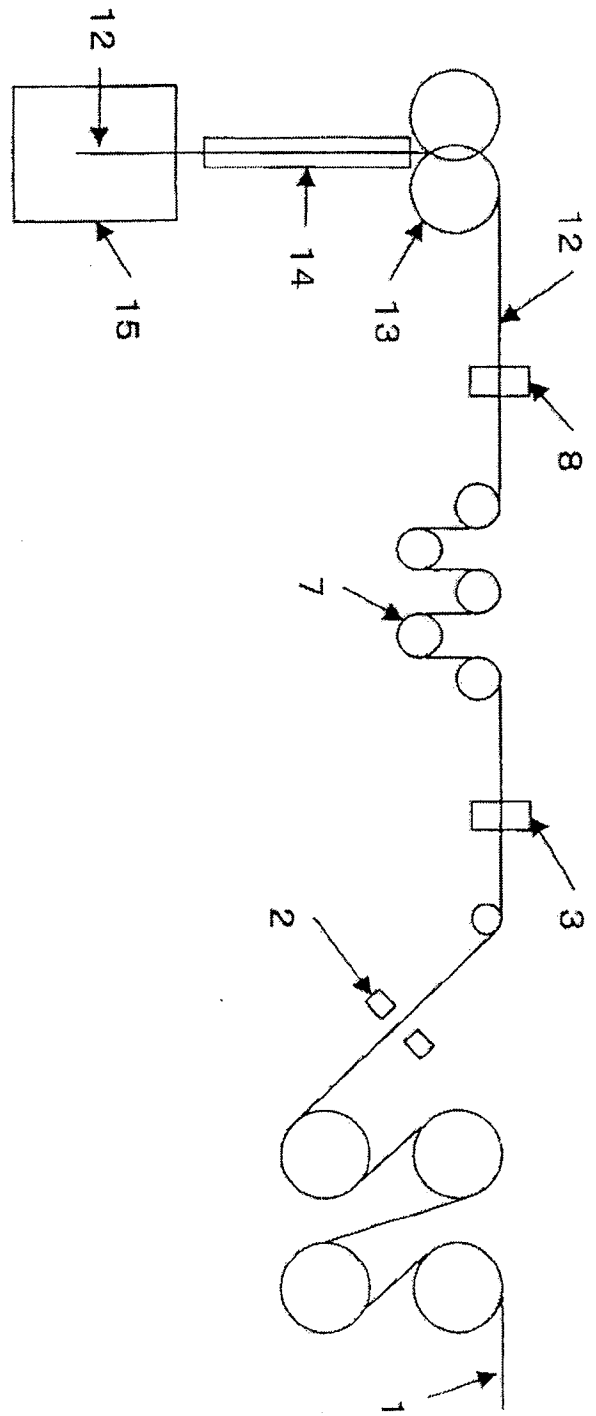


圖 1

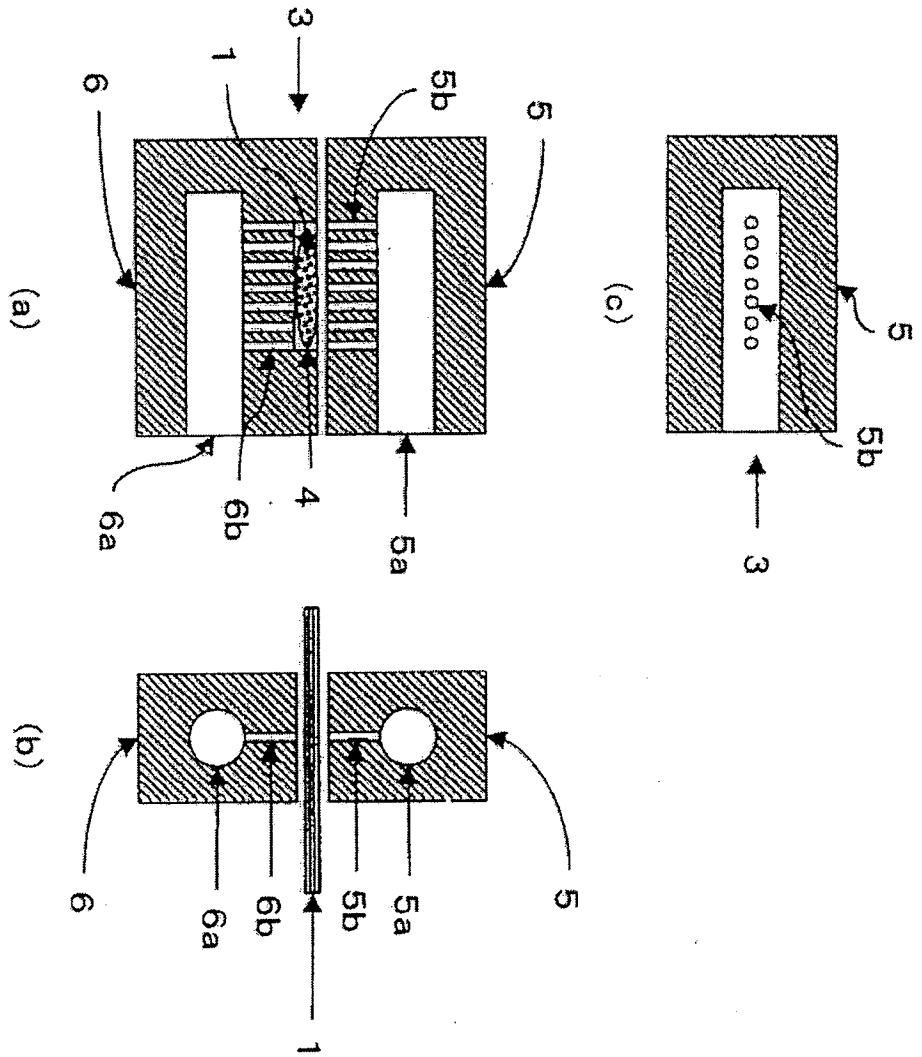


圖 2

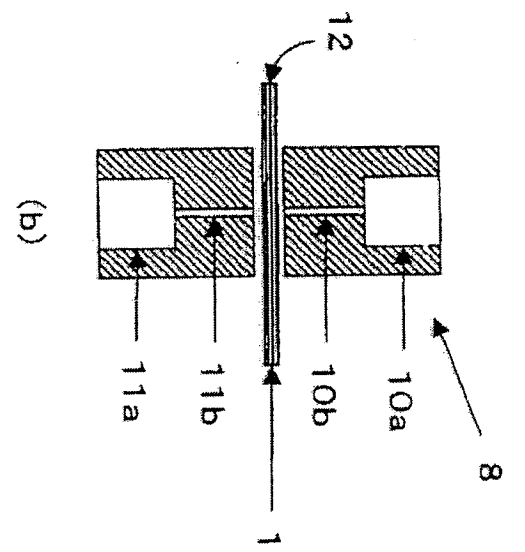
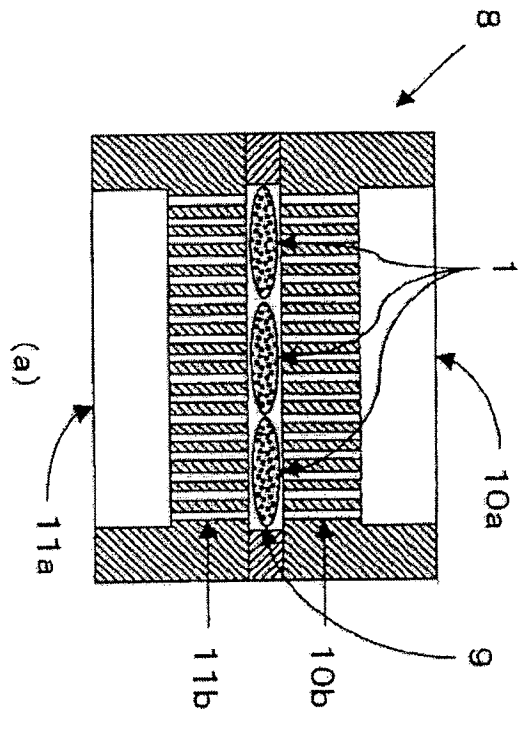


圖 3

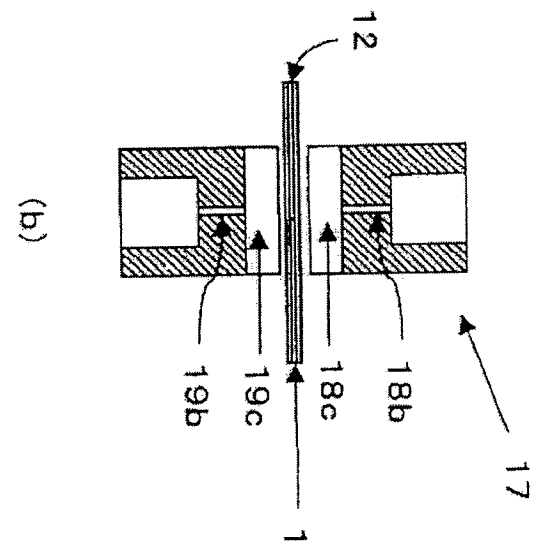
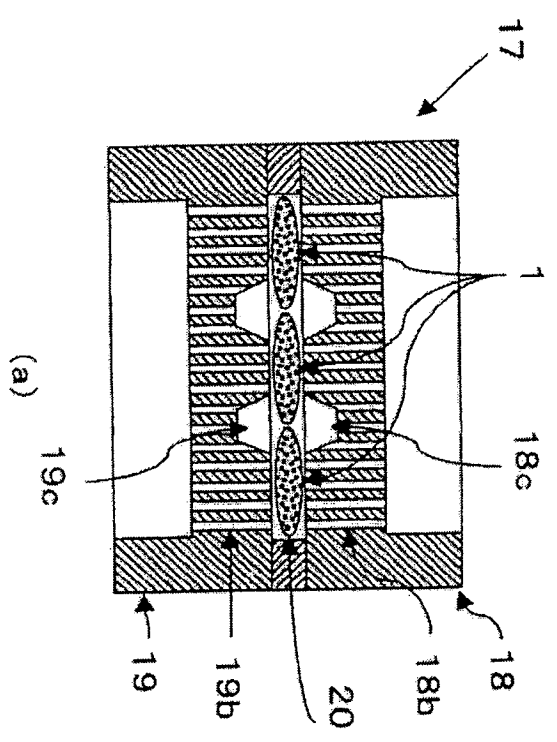


圖 5

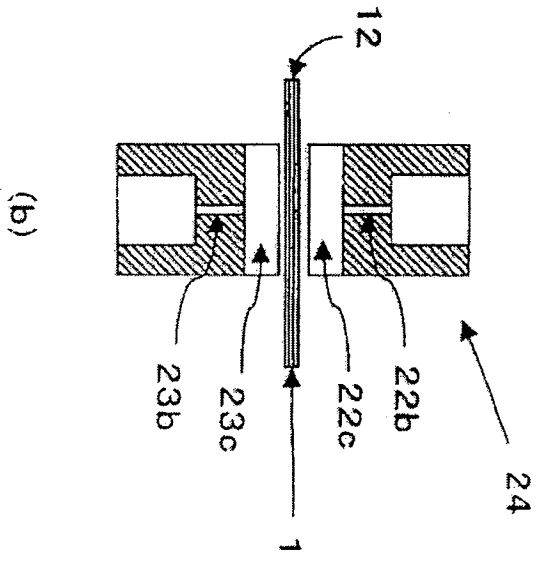
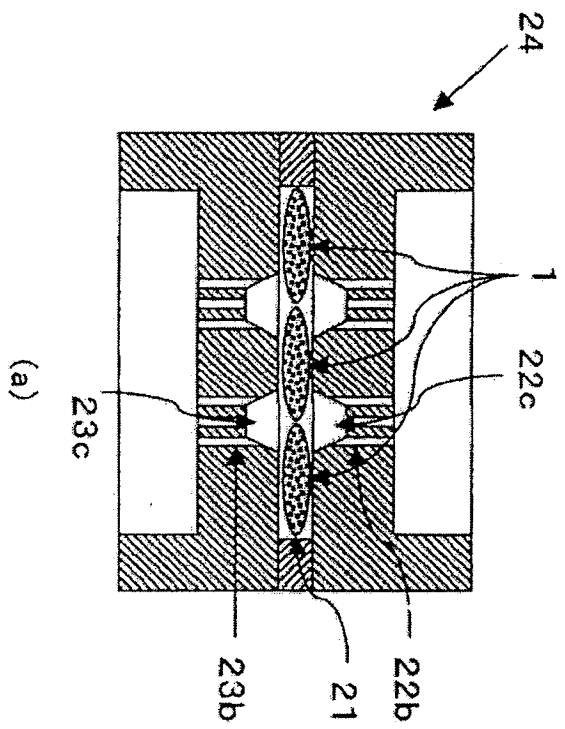


圖 6

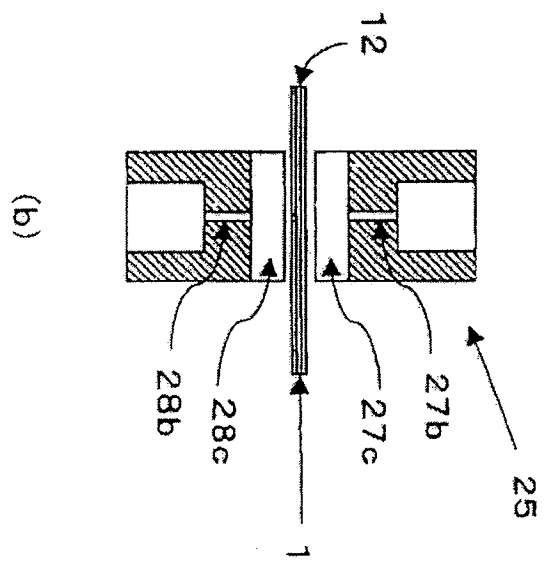
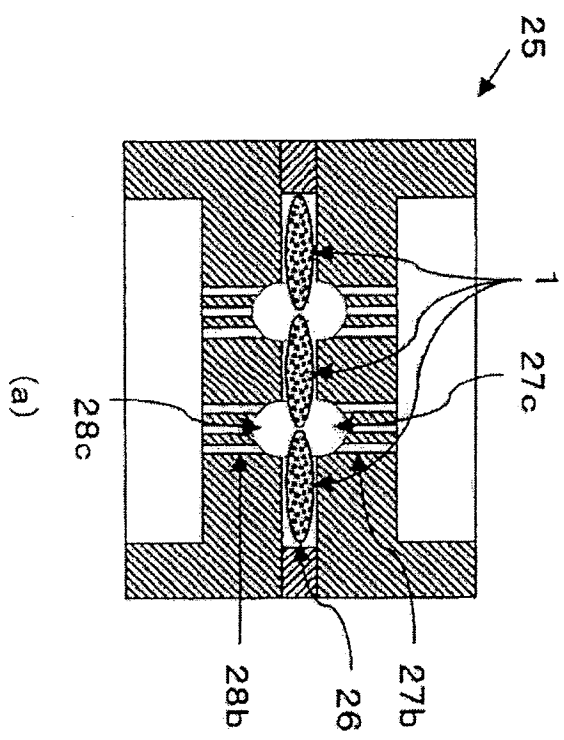


圖 7

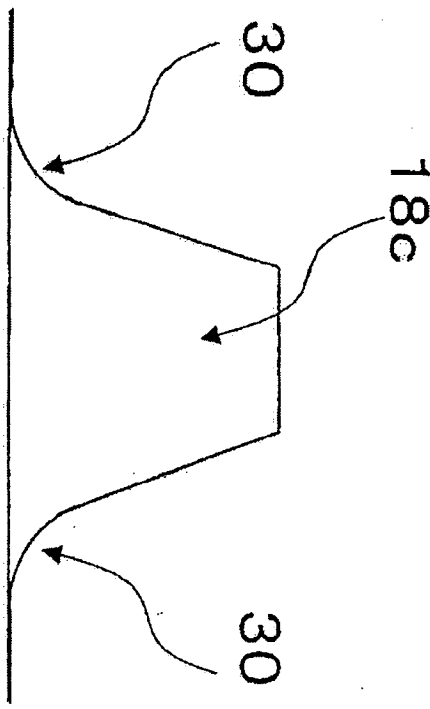


圖 8

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：圖 1。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

- 1：小纖維束
- 2：噴霧器
- 3：第一交絡授予裝置
- 7：驅動滾筒
- 8：第二交絡授予裝置
- 12：集合纖維束
- 13：齒輪滾筒（齒輪滾筒）
- 14：滑行道
- 15：容器

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無。