

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6500502号  
(P6500502)

(45) 発行日 平成31年4月17日(2019.4.17)

(24) 登録日 平成31年3月29日(2019.3.29)

(51) Int. Cl. F 1  
**DO6B 1/02 (2006.01)** DO6B 1/02  
**DO6M 15/70 (2006.01)** DO6M 15/70  
**DO6M 101/40 (2006.01)** DO6M 101:40

請求項の数 4 (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2015-40834 (P2015-40834)	(73) 特許権者	000006035 三菱ケミカル株式会社 東京都千代田区丸の内1-1-1
(22) 出願日	平成27年3月3日(2015.3.3)	(72) 発明者	木下 俊輝 愛知県豊橋市牛川通四丁目1番地の2 三菱レイヨン株式会社内
(65) 公開番号	特開2016-160555 (P2016-160555A)	(72) 発明者	野林 文彦 東京都千代田区丸の内一丁目1番1号 三菱レイヨン株式会社内
(43) 公開日	平成28年9月5日(2016.9.5)	(72) 発明者	田中 崇文 広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨン株式会社内
審査請求日	平成30年1月18日(2018.1.18)	審査官	岩本 昌大

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 炭素繊維の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

サイジング剤を含むサイジング処理液に炭素繊維束を浸漬させた後、一対のローラーからなるニップローラーで前記炭素繊維束を挟み、前記サイジング処理液を搾る処理を行うことを含む、炭素繊維束の製造方法であって、

前記一対のローラー間の隙間に気体を吹き付け、かつその風向が、前記ニップローラーの軸方向において端部側から中心側に向かう方向である、炭素繊維束の製造方法。

【請求項2】

前記気体の流速が1.0m/秒以上50.0m/秒以下である、請求項1に記載の炭素繊維束の製造方法。

【請求項3】

前記風向が、前記ニップローラーの軸方向と平行である、請求項1又は2に記載の炭素繊維束の製造方法。

【請求項4】

前記炭素繊維束が導入される側において気体を吹き付ける、請求項1～3いずれか一項に記載の炭素繊維束の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、炭素繊維束の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

炭素繊維束の製造において、サイジング処理は必須である。この際サイジング剤は必要量を炭素繊維束に付着させる必要がある。付着量は不足しても、過剰であってもいけない。

【0003】

特許文献1は、過剰な付着を減少させる方法として、炭素繊維束を薬液槽からガイドローラーで引き上げ、引き上げ方向とは逆方向の接線方向に加圧気体を噴射することを開示する。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】特開2003-293260号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら特許文献1の方法は、サイジング処理液が飛散して周囲を汚すため、頻繁な清掃が必要となる。従って必ずしも好ましい方法ではない。

【0006】

20

本発明は、上記課題を解決するためになされたものであって、清掃等の余分な作業が不要で、かつ炭素繊維束に適切な量のサイジング剤を均等に付着させることができる炭素繊維の製造方法を提供する。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明の要旨は、サイジング剤を含むサイジング処理液に炭素繊維束を浸漬させた後、一对のローラーからなるニップローラーで前記炭素繊維束を挟み、前記サイジング処理液を搾る処理を行うことを含む炭素繊維束の製造方法であって、前記一对のローラー間の隙間に気体を吹き付け、かつその風向が、前記ニップローラーの軸方向において端部側から中心側に向かう方向である、炭素繊維束の製造方法、である。

30

【発明の効果】

【0008】

本発明の製造方法によれば、サイジング処理液が飛散して周囲を汚すことがないため、清掃等の余分な作業が不要となる、かつ炭素繊維束に適切な量のサイジング剤を均等に付着させることができる

【図面の簡単な説明】

【0009】

以下に本発明を適用した一実施形態（以下、「本実施形態」と記載する）についての図面について説明する。

【図1】本実施形態の、サイジング剤液含浸炭素繊維束の製造方法の一例を説明するための装置の側面概略図である。

40

【図2】本実施形態の、サイジング剤液含浸炭素繊維束の製造方法の一例を説明するための装置の平面概略図である。。

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

以下に本実施形態について、図面を参照して説明する。なお、以下の説明で用いる図面は模式的なものであり、長さ、幅、及び厚みの比率等は実際のものとは限らず、適宜変更することができる。

【0011】

図1及び図2は、本実施形態の、サイジング剤液含浸炭素繊維束の製造方法の一例を説

50

明するための装置の概略図である。走行する炭素繊維束4は、サイジングバス3内のサイジング処理液に浸漬され、浸漬ローラー7及びガイドローラー8を経て、サイジング処理液含浸炭素繊維束が得られる。このサイジング処理液含浸炭素繊維束を、1対のニップローラー1とニップボトムローラー2で挟み、炭素繊維束のサイジング処理液を搾る処理を行なう。加圧気体の噴射ノズル6から、1対のニップローラー(1,2)間の隙間に気体を吹き付け、かつその風向が、前記ニップローラー(1,2)の軸方向においてニップローラーの端部側からニップローラーの中心側に向かう方向となるように、噴射ノズル6が設置されている。

【0012】

[炭素繊維束]

本発明のサイジング処理された炭素繊維束の製造方法は、これに用いるサイジング処理される前の炭素繊維束については、公知の製造方法で得ることができる。例えば、以下の方法によって得ることができる。

【0013】

シート状に広げた炭素繊維前駆体繊維束を耐炎化炉に導入し、200 ~ 300 の温度範囲で耐炎化処理する。

【0014】

[炭素繊維前駆体繊維束]

炭素繊維前駆体繊維束は、例えばポリアクリロニトリル繊維、レーヨン繊維等の前駆体繊維を使用することができることが広く知られている。中でもポリアクリロニトリル繊維は、高品質の炭素繊維束を製造することができる。

【0015】

[耐炎化処理]

炭素繊維前駆体繊維束の耐炎化処理は発熱反応である。これの熱暴走を防ぐため、炭素繊維前駆体繊維束をシート状に広げた状態とし、これに熱風を当てながら熱処理を行うことも、広く知られている。熱風はシート状に広げた炭素繊維前駆体繊維束と平行に当てても、垂直に当てても良い。これを如何に行うかは、当業者であれば容易に設計することができる。

【0016】

[炭素化処理]

得られた耐炎化繊維束を炭素化炉に導入し、不活性雰囲気下、300 ~ 2500 の温度範囲で炭素化処理する。炭素化処理は、不活性ガス環境下において耐炎化繊維束を炭素化する処理である。炭素化処理の条件は、得たい炭素繊維の性質に応じて、当業者の技術常識に基づき、あるいはこれらを応用或いは改良して適宜調整すればよい。

【0017】

[表面処理]

次いで、得られた炭素繊維に対し、電解酸化等の表面処理を行い、炭素繊維の表面に官能基を導入する。表面処理の条件は、得たい炭素繊維の性質に応じて、当業者の技術常識に基づいて適宜調整すればよい。

【0018】

[サイジング処理]

このようにして得られた炭素繊維束に対し、以下の処理を行う。炭素繊維束に、サイジング剤を含むサイジング処理液を付着させる。ここで、サイジング剤は、その目的に応じて公知のサイジング剤を使用することができる。サイジング処理液を付着させる方法は、例えば、サイジング処理液を槽に入れ、炭素繊維束を槽に入れた後引き出す方法、サイジング処理液を回転するローラーに付着させ、炭素繊維束をローラーに接触させて走行させる方法、などを用いることができる。

【0019】

次いで、1対のローラーからなるニップローラーで炭素繊維束を挟み、1対のローラーを互いに反対方向に回転させて炭素繊維束のサイジング処理液を搾る。ニップローラーで

10

20

30

40

50

炭素繊維束を挟む際の圧力は、一對のローラー間の隙間の大きさと、炭素繊維束の厚みとで調節される。圧力は、付着させたいサイジング剤の量に応じて、当業者の技術常識に基づいて適宜調整すればよい。ニップローラーの軸方向は水平とすることが好ましい。

【0020】

この際、搾られたサイジング処理液は、一旦ローラーの表面に付着する。ローラーの表面に付着したサイジング処理液は、重力による下方向に向かう力を受ける。従ってニップローラーの下方には、サイジング処理液を受ける槽を配置することが好ましい。

【0021】

また、ニップローラーの下方にサイジング処理液槽を配置し、さらに一對のローラーのうち下方側のローラー（ボトムローラー）の下端を、サイジング処理液槽中のサイジング処理液と接触させると、簡便であり好ましい。

10

【0022】

ここで、本発明者らは、単にニップローラーで炭素繊維束を挟み、炭素繊維束のサイジング処理液を搾るのみでは、サイジング処理液の付着量の均一性を担保できないことを見出し、鋭意検討の結果本発明を着想するに至った。この問題及びその解決策について以下に説明する。

【0023】

ローラーの表面に付着したサイジング処理液は、重力による下方向に向かう力の他に、回転に起因する遠心力による、ローラーの軸方向において中心側から端部側に向かう力を受ける。この力を受けると、搾り出されたサイジング処理液は、一對のローラー間の隙間を、中心側から端部側に向かって移動することがある。この際、ローラーの端部においては、炭素繊維束が存在しない空間が存在する。搾り出されたサイジング処理液はこの空間に溜まる傾向がある。すると、一對のローラー間で、最も端部側に位置する炭素繊維束は、溜まったサイジング処理液に直接接した状態となる。すると、最も端部側に位置する炭素繊維束と中心側に位置する炭素繊維束との間で、サイジング処理液の付着量に差が生じる。

20

【0024】

上述の問題は、以下の構成を採用することにより解決が可能となる。即ち、一對のローラー間の隙間に気体を吹き付け、かつその風向が、前記ニップローラーの軸方向において端部側から中心側に向かう方向であると、一對のローラー間で炭素繊維束が存在しない空間に、サイジング処理液が溜まることを防止できる。また一對のローラー間の隙間に沿って気体が吹き込まれるので、サイジング処理液が飛散して周囲を汚すこともない。

30

【0025】

気体は、ノズルから噴出させることが好ましい。噴出させる気体としては、空気が好ましく用いられる。さらに、気体中に存在する塵芥などの異物を除去する為に、フィルターを通した加圧気体を噴射することが好ましい。このとき気体の流速は、一對のローラー間に溜まったサイジング処理液を除去できる速度に適宜調節すればよく、サイジング処理液の粘度、一對のローラーの間隔にもよるが、例えば、噴出気体の衝突部（噴射された加圧気体が、一對のローラー間を通過する所）で1.0m/秒以上50.0m/秒以下で調節すれば良い。気体の流速に係る範囲であると、一對のローラー間に溜まったサイジング処理液を気体によって吹き飛ばすのではなく、端部側から中心側に向かってサイジング処理液を押し戻すことができる。従ってサイジング処理液が溜まることを十分に防止できると共に、サイジング剤液が周囲に飛散し場内汚染したり、炭素繊維束を過度に乱すこともない。

40

【0026】

加圧気体を噴射する方法としては、加圧気体を吹き出す、加圧気体吹き出し口を備えた噴射ノズルを用いることができる。前記噴射ノズルには、扇形ノズル、スリットノズル、柱状ノズル等を用いることができる。また、任意の個数の噴射ノズルを配して、一對のローラー間に加圧気体を噴射しても良い。

50

## 【0027】

噴射ノズルの加圧気体吹き出し口と一对のローラー間との距離は、特に制限されるものではない。噴射ノズルの加圧気体吹き出し口と一对のローラー間との距離が1cm以上10cm以下の範囲であれば、加圧気体によって除かれたサイジング剤液が飛散して、ノズル孔の目詰まりを誘発したり、場内汚染の原因となったりすることを容易に防ぐことができ好ましい。さらに好ましくは2cm以上8cm以下とするのがよい。

## 【0028】

気体の流速は、ノズルの開口面積、噴出圧力等を適宜調整することによって、調整することができる。例えばノズルの開口面積が $0.7 \sim 0.8 \text{ mm}^2$ の場合、気体の噴出圧力を $0.1 \sim 0.4 \text{ MPa}$ とすることができる。この場合ノズルから噴出する気体の流量は20～30L/分程度、気体の流速は $5.0 \sim 20.0 \text{ m/秒}$ 程度となる。

10

## 【0029】

ノズルから、一对のローラー間の隙間までの距離は、気体の流速が実質的に減速しない範囲で適宜調整すればよい。

## 【0030】

気体の吹き付ける風向は、ニップローラーの軸方向において端部側から中心側に向かう方向であると、本願発明における一定の効果を得ることはできる。気体の吹き付ける風向は、ニップローラーの軸方向と平行であることが最も好ましい。風向をローラーの軸方向に平行にすれば、一对のローラー間に溜まったサイジング処理液を気体によって吹き飛ばすことなく、端部側から中心側に向かってサイジング処理液を押し戻すことができ、サイジング処理液が溜まることを十分に防止できると共に、サイジング剤液が周囲に飛散し場内汚染したり、炭素繊維束を過度に乱すこともない。

20

## 【0031】

気体の吹き付けは、ニップローラーの少なくとも一方の端部側について行うと、本願発明における一定の効果を得ることはできる。両方の端部について行うことがより好ましい。両方の端部側について行う場合、気体の吹き付ける風向は、ニップローラーの両方の端部から中心側に向かって対向する。

## 【0032】

また、炭素繊維束が導入される側において気体を吹き付けることが好ましい。炭素繊維束が導入される側のほうが、サイジング処理液がより多く搾り出されるからである。

30

## 【0033】

ニップローラーは、円筒形であっても良いし、中央部に対して両端部の径が小さくなる形状であってもよい。後者の場合サイジング処理液が溜まり難くなる。また気体が隙間の内部に入りやすくなる。

## 【実施例】

## 【0034】

以下実施例により、本発明を更に詳細に説明する。  
複数本の炭素繊維束を横方向に並べてシート状として、図1に示す構造のニップローラーで炭素繊維束を挟み、サイジング処理液を搾った。ニップローラーの下方にはサイジングバスを配置し、サイジングバス中にはサイジング処理液を入れた。サイジング処理液は、エピコート828（製品名、ジャパンエポキシレジン（株）製）80質量部、乳化剤としてプルロニックF88（製品名、旭電化（株）製）20質量部を含む水分散液であり、5.0質量%に希釈してサイジングバス3に投入した。

40

## 【0035】

## [サイジング剤の付着斑]

ニップローラー端部を走行した炭素繊維束のサイジング剤の付着量 $T_1$ （質量%）と、ニップローラー中心部を走行した炭素繊維束のサイジング剤の付着量 $T_2$ （質量%）を測定した。ここで、サイジング剤の付着量（質量%）とは、サイジング剤付与前の炭素繊維束を100質量%としたときの、サイジング剤の付着量（質量%）である。サイジング剤の付着斑を、以下の基準により三段階評価した。

50

: 97 T1 / T2 × 100 103  
 : 103 < T1 / T2 × 100 110  
 × : 110 < T1 / T2

## 【0036】

## [ニップローラーの端錘の状態]

炭素繊維束を1時間連続して走行した後の、ニップローラーの表面におけるサイジング剤の固着状態を観察し、以下の基準により三段階評価した。

: ニップローラー表面上で、炭素繊維束が走行する部位と走行しない部位の両方に、サイジング剤の固着は見られなかった。

: ニップローラーの端部のローラー表面上に、僅かにサイジング剤の固着が観察されたが、炭素繊維束の巻き付きは発生しない。

× : ニップローラーの端部のローラー表面上に、サイジング剤の固着が観察され、炭素繊維束の巻き付きが発生した。

## 【0037】

## [実施例1]

サイジング剤付与前の炭素繊維束（商品名：パイロフィルTR 50S、三菱レイヨン（株）製：フィラメント数15000本、総繊度10000dtex、繊維径7μm）60本を、炭素繊維束間に隙間が出来ないように、それぞれ6mm間隔の並列状態（炭素繊維束60本が形成する処理幅360mm）に配置し、シート状にした。該炭素繊維束のシートを、上述したサイジング処理液を満たした、図1に示すサイジングバス3内のサイジング処理液中に浸漬し、走行させた。

## 【0038】

図1及び図2に示すように、サイジングバス3内のサイジング処理液に浸漬され、浸漬ローラー2及びガイドローラー7を経たサイジング処理液含浸炭素繊維束を、1対のニップローラー1とニップボトムローラー2で挟み、炭素繊維束のサイジング処理液を搾る処理を行った。一対のニップローラー間の隙間に気体を吹き付け、かつその風向が、前記ニップローラーの軸方向において端部側から中心側に向かう方向となるように、気体を噴出するためのノズルを設置した。ノズルから噴出す気体の流量は30L/min、気体の噴出圧力は0.4MPa、気体の流速は25m/秒であった。気体の流速は、噴射された加圧気体が、一対のローラー間を通過する位置において、風速計を用いて測定した。

## 【0039】

ニップローラー1とニップボトムローラー2は幅方向に均一に濡れており、炭素繊維束が走行する部位と走行しない部位（60本の炭素繊維束が形成するシートの両端）との間で差は見られなかった。また、ニップローラー1とニップボトムローラー2表面におけるサイジング剤の固着、炭素繊維束の巻き付きは生じなかった。サイジング剤付与処理後の炭素繊維束におけるサイジング剤の付着量は炭素繊維束の両端部で0.80質量%、中央部で0.78質量%であった。

## 【0040】

## [比較例1]

1対のニップローラー1とニップボトムローラー2の隙間に気体を吹き付ける処理を行わなかった以外は、実施例1と同様の方法でサイジング処理液含浸炭素繊維束を得た。サイジング剤の付着斑とニップローラー端錘の状態の観察結果を表1に記載した。ニップローラーの端部のローラー表面上に、サイジング剤の固着が観察され、炭素繊維束の巻き付きが発生した。

## 【0041】

## [実施例2～4]

ノズルから噴出す気体の流量、気体の噴出圧力、気体の流速を表1に記載の通りとした以外は、実施例1と同様にして、炭素繊維束のサイジング処理液を搾る処理を行った。サイジング剤の付着斑とニップローラー端錘の状態の観察結果を表1に記載した。

10

20

30

40

【表 1】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1
ノズルから噴出す気体の流量(L/min)	30	30	30	20	0
気体の噴出圧力(MPa)	0.40	0.20	0.10	0.10	0.00
気体の流速(m/秒)	25	12	6	4	0
両端部のサイジング付着量:T1(質量%)	0.80	0.85	0.90	1.04	1.98
中心部のサイジング付着量:T2(質量%)	0.78	0.83	0.88	1.00	1.02
サイジング剤の付着斑	○	○	○	△	×
ニップローラーの端錘の状態	○	○	△	△	×

10

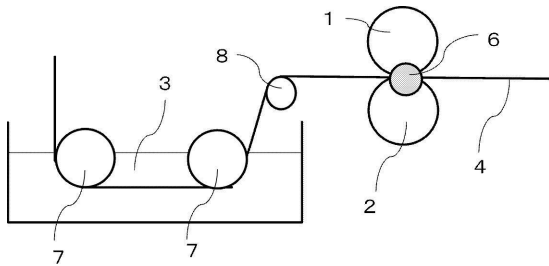
## 【符号の説明】

## 【 0 0 4 2 】

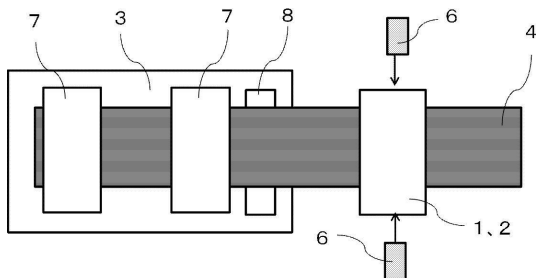
- 1 ニップローラー
- 2 ニップボトムローラー
- 3 サイジングバス
- 4 炭素繊維束
- 5 水切り液用槽
- 6 加圧気体の噴射ノズル
- 7 浸漬ローラー
- 8 ガイドローラー

20

【図 1】



【図 2】



---

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2011-256486(JP,A)  
特開平08-218268(JP,A)  
特開2002-020966(JP,A)  
実開昭56-028097(JP,U)  
特開平02-061162(JP,A)  
特開2003-293260(JP,A)  
米国特許第04691450(US,A)  
中国特許第104562495(CN,B)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

D06B 1/00 - 23/30  
D06M 13/00 - 15/715  
B29B 7/00 - 17/04  
D01F 1/00 - 6/96、9/00 - 9/32  
D02G 1/00 - 3/48  
D02J 1/00 - 13/00