

【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5区分

【発行日】令和7年5月27日(2025.5.27)

【国際公開番号】WO2023/002876

【出願番号】特願2022-544074(P2022-544074)

【国際特許分類】

D 0 6 M 13/17(2006.01)

D 0 6 M 13/03(2006.01)

D 0 6 M 15/53(2006.01)

D 0 6 M 101/40(2006.01)

10

【F I】

D 0 6 M 13/17

D 0 6 M 13/03

D 0 6 M 15/53

D 0 6 M 101:40

【手続補正書】

【提出日】令和7年5月19日(2025.5.19)

【手続補正1】

20

【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】

炭素繊維および下記(i)～(iv)の全てを満たすサイジング剤を含む炭素繊維束。

(i) 下記(a)または(b)のいずれかを満たす。

(a) サイジング剤全質量に占めるポリアルキレングリコール構造の割合が8.0質量%以上、かつ、サイジング剤の数平均分子量が120以上、300未満

30

(b) サイジング剤にアセチレン構造を含み、かつ、サイジング剤全質量に占めるポリアルキレングリコール構造の割合が2.0質量%以上

(ii) 下記測定条件で求められる熱減量率Aが5.0%以下である。

(iii) 下記測定条件で求められる熱減量率Bが11.0%以上である。

(iv) 下記測定条件で求められる熱減量率Cが90.0%以上である。

<熱減量率A>

前記サイジング剤を 10 ± 2 mgの範囲で秤量し(この秤量した質量を W_{A0} (mg)とする)、熱重量測定装置を用いて、200ミリリットル(1気圧、25における体積)/分の窒素気流中、30 から10 /分の速度で昇温し、140 に到達した際の前記サイジング剤の質量を測定し(この測定された質量を W_{A1} (mg)とする)、下記式(A)より熱減量率Aを算出する。

40

熱減量率A (%) = { ($W_{A0} - W_{A1}$) / W_{A0} } × 100 …… (A)

<熱減量率B>

前記サイジング剤を 10 ± 2 mgの範囲で秤量し(この秤量した質量を W_{B0} (mg)とする)、熱重量測定装置を用いて、200ミリリットル(1気圧、25における体積)/分の窒素気流中、30 から10 /分の速度で昇温し、250 に到達した際の前記サイジング剤の質量を測定し(この測定された質量を W_{B1} (mg)とする)、下記式(B)より熱減量率Bを算出する。

熱減量率B (%) = { ($W_{B0} - W_{B1}$) / W_{B0} } × 100 …… (B)

<熱減量率C>

50

前記サイジング剤を 10 ± 2 mg の範囲で秤量し（この秤量した質量を W_{C0} (mg) とする）、熱重量測定装置を用いて、200ミリリットル（1気圧、25 における体積）/分の窒素気流中、30 から10 /分の速度で昇温し、350 に到達した際の前記サイジング剤の質量を測定し（この測定された質量を W_{C1} (mg) とする）、下記式（C）より熱減量率Cを算出する。

$$\text{熱減量率 } C (\%) = \{ (W_{C0} - W_{C1}) / W_{C0} \} \times 100 \cdots (C)$$

【請求項2】

前記(i)(b)の場合において、前記サイジング剤の数平均分子量が120以上、300未満である請求項1に記載の炭素繊維束。

【請求項3】

前記サイジング剤が芳香環を実質的に含有しない請求項1または2に記載の炭素繊維束。

【請求項4】

前記サイジング剤含有量が0.3質量%以上、1.2質量%以下である請求項1または2に記載の炭素繊維束。

【請求項5】

前記サイジング剤付与前の炭素繊維の繊維-繊維間摩擦係数が0.25以上、0.43以下である請求項1または2に記載の炭素繊維束。

【請求項6】

前記サイジング剤付与前の炭素繊維のX線電子分光法で測定される炭素繊維の表面酸素濃度が0.11以上、0.25以下である請求項1または2に記載の炭素繊維束。

【請求項7】

請求項1または2に記載の炭素繊維束を製造する製造方法であって、前記サイジング剤を前記炭素繊維に付与する工程と、該付与工程の後に前記サイジング剤が付与された炭素繊維束を乾燥させる乾燥工程とを有する炭素繊維束の製造方法。

【請求項8】

前記乾燥工程が、炭素繊維束を110~140 で乾燥させる乾燥工程である請求項7に記載の炭素繊維束の製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0011

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0011】

上述した課題を解決するための本発明は、炭素繊維および下記(i)~(iv)の全てを満たすサイジング剤を含む炭素繊維束である。

(i) 下記(a)または(b)のいずれかを満たす。

(a) サイジング剤全質量に占めるポリアルキレングリコール構造の割合が8.0質量%以上、かつ、サイジング剤の数平均分子量が120以上、300未満

(b) サイジング剤にアセチレン構造を含み、かつ、サイジング剤全質量に占めるポリアルキレングリコール構造の割合が20質量%以上

(ii) 下記測定条件で求められる熱減量率Aが5.0%以下である。

(iii) 下記測定条件で求められる熱減量率Bが11.0%以上である。

(iv) 下記測定条件で求められる熱減量率Cが90.0%以上である。

<熱減量率A>

前記サイジング剤を 10 ± 2 mg の範囲で秤量しこの秤量した質量を W_{A0} (mg) とする)、熱重量測定装置を用いて、200ミリリットル（1気圧、25 における体積）/分の窒素気流中、30 から10 /分の速度で昇温し、140 に到達した際の前記サイジング剤の質量を測定して W_{A1} (mg) とし、下記式（A）より熱減量率Aを算出する。

$$\text{熱減量率 } A (\%) = \{ (W_{A0} - W_{A1}) / W_{A0} \} \times 100 \cdots (A)$$

10

20

30

40

50

< 熱減量率 B >

前記サイジング剤を $10 \pm 2 \text{ mg}$ の範囲で秤量し（この秤量した質量を W_{B0} (mg) とする）、熱重量測定装置を用いて、200ミリリットル（1気圧、25 における体積）/分の窒素気流中、30 から10 /分の速度で昇温し、250 に到達した際の前記サイジング剤の質量を測定して W_{B1} (mg) とし、下記式（B）より熱減量率 B を算出する。

$$\text{熱減量率 B (\%)} = \{ (W_{B0} - W_{B1}) / W_{B0} \} \times 100 \cdots (B)$$

< 熱減量率 C >

前記サイジング剤を $10 \pm 2 \text{ mg}$ の範囲で秤量し（この秤量した質量を W_{C0} (mg) とする）、熱重量測定装置を用いて、200ミリリットル（1気圧、25 における体積）/分の窒素気流中、30 から10 /分の速度で昇温し、350 に到達した際の前記サイジング剤の質量を測定して W_{C1} (mg) とし、下記式（C）より熱減量率 C を算出する。

$$\text{熱減量率 C (\%)} = \{ (W_{C0} - W_{C1}) / W_{C0} \} \times 100 \cdots (C)$$

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0014】

以下において、本発明を実施するための形態について説明する。本発明のサイジング剤を含有する炭素繊維束は、炭素繊維および下記（i）～（iv）の全てを満たすサイジング剤を含む炭素繊維束である。

（i）下記（a）または（b）のいずれかを満たす。

（a）サイジング剤全質量に占めるポリアルキレングリコール構造の割合が 80質量%以上、かつ、サイジング剤の数平均分子量が120以上、300未満

（b）サイジング剤にアセチレン構造を含み、かつ、サイジング剤全質量に占めるポリアルキレングリコール構造の割合が20質量%以上

（ii）下記測定条件で求められる熱減量率 A が5.0%以下である。

（iii）下記測定条件で求められる熱減量率 B が11.0%以上である。

（iv）下記測定条件で求められる熱減量率 C が90.0%以上である。

< 熱減量率 A >

前記サイジング剤を $10 \pm 2 \text{ mg}$ の範囲で秤量し（この秤量した質量を W_{A0} (mg) とする）、熱重量測定装置を用いて、200ミリリットル（1気圧、25 における体積）/分の窒素気流中、30 から10 /分の速度で昇温し、140 に到達した際の前記サイジング剤の質量を測定し（この測定された質量を W_{A1} (mg) とする）、下記式（A）より熱減量率 A を算出する。

$$\text{熱減量率 A (\%)} = \{ (W_{A0} - W_{A1}) / W_{A0} \} \times 100 \cdots (A)$$

< 熱減量率 B >

前記サイジング剤を $10 \pm 2 \text{ mg}$ の範囲で秤量し（この秤量した質量を W_{B0} (mg) とする）、熱重量測定装置を用いて、200ミリリットル（1気圧、25 における体積）/分の窒素気流中、30 から10 /分の速度で昇温し、250 に到達した際の前記サイジング剤の質量を測定し（この測定された質量を W_{B1} (mg) とする）、下記式（B）より熱減量率 B を算出する。

$$\text{熱減量率 B (\%)} = \{ (W_{B0} - W_{B1}) / W_{B0} \} \times 100 \cdots (B)$$

< 熱減量率 C >

前記サイジング剤を $10 \pm 2 \text{ mg}$ の範囲で秤量し（この秤量した質量を W_{C0} (mg) とする）、熱重量測定装置を用いて、200ミリリットル（1気圧、25 における体積）/分の窒素気流中、30 から10 /分の速度で昇温し、350 に到達した際の前記サイジング剤の質量を測定し（この測定された質量を W_{C1} (mg) とする）、下記式

(C)より熱減量率Cを算出する。

熱減量率C(%) = { (Wc0 - Wc1) / Wc0 } x 100 . . . (C)。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0016

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0016】

本発明を構成するサイジング剤は下記(a)または(b)のいずれかを満たす必要がある。

(a)サイジング剤全質量に占めるポリアルキレングリコール構造の割合が80質量%以上、かつ、サイジング剤の数平均分子量が120以上、300未満

(b)サイジング剤にアセチレン構造を含み、かつ、サイジング剤全質量に占めるポリアルキレングリコール構造の割合が20質量%以上。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0105

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0105】

【表1】

表2

Table with 9 columns: Unit, Example 1, Reference 1, Reference 2, Example 4, Example 5, Reference 3, Reference 4. Rows include: 炭素繊維の表面酸素濃度, 炭素繊維の繊維-繊維間摩擦係数, 第1の(A)成分, 第2の(A)成分, ポリアルキレングリコール構造の割合, アセチレン構造の割合, 熱減量率A, 熱減量率B, 熱減量率C, サイジング剤の数平均分子量Mn, サイジング剤中の芳香環の割合, 乾燥工程の乾燥温度, 加熱処理前のサイジング剤含有量, 加熱処理の温度, 加熱処理の時間, 加熱処理後のサイジング剤含有量, 加熱処理後の炭素繊維表面の光電子強度比率(b)/(a), CF擦過毛羽.

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0106

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0106】

(参照例1)

第2の工程においてサイジング剤を(A-1)を90質量%、(A-11)を10質量%の比率で混合して含有させた以外は、実施例1と同様にしてサイジング剤を含有する炭素繊維束を得て、各種評価を行った。結果は表2に示す通りであり、取り扱い性が非常に良好であり、サイジング剤の熱分解性が非常に高く、炭素繊維表面が参考例1に示す元の値に十分に近いことがわかった。

10

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0107

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0107】

(参照例2)

第2の工程においてサイジング剤を(A-1)を80質量%、(A-12)を20質量%の比率で混合して含有させた以外は、実施例1と同様にしてサイジング剤を含有する炭素繊維束を得て、各種評価を行った。結果は表2に示す通りであり、取り扱い性が非常に良好であり、サイジング剤の熱分解性が非常に高く、炭素繊維表面が参考例1に示す元の値に十分に近いことがわかった。

20

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0110

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0110】

(参照例3)

第2の工程においてサイジング剤を(A-4)に変更した以外は、実施例1と同様にしてサイジング剤を含有する炭素繊維束を得て、各種評価を行った。結果は表2に示す通りであり、取り扱い性が非常に良好であり、サイジング剤の熱分解性が十分に高く、炭素繊維表面が参考例1に示す元の値に十分に近いことがわかった。

30

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0111

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0111】

(参照例4)

第2の工程においてサイジング剤を(A-5)に変更した以外は、実施例1と同様にしてサイジング剤を含有する炭素繊維束を得て、各種評価を行った。結果は表2に示す通りであり、取り扱い性が非常に良好であり、サイジング剤の熱分解性が十分に高く、炭素繊維表面が参考例1に示す元の値に十分に近いことがわかった。

40

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0113

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0113】

50

【表 2】

表 3

	単位	実施例 8	実施例 9	実施例 10	実施例 11	参照例 5	参照例 6	実施例 14	実施例 15
炭素繊維の表面酸素濃度	—	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18	0.05	0.18
炭素繊維の繊維-繊維間摩擦係数	—	0.42	0.42	0.42	0.42	0.42	0.42	0.23	0.42
第 1 の(A)成分	—	A-1	A-1	A-2	A-3	A-4	A-5	A-1	A-1
第 2 の(A)成分	—	—	—	—	—	—	—	—	A-10
ポリアルキレングリコール構造の割合	質量%	88	88	91	30	94	90	88	87
アセチレン構造の割合	質量%	0	0	0	8	0	0	0	0
熱減量率 A	%	4.8	4.8	3.0	2.2	1.9	1.5	4.8	4.7
熱減量率 B	%	99.5	99.5	55.0	39.5	19.5	13.0	99.5	94.6
熱減量率 C	%	99.8	99.8	99.6	99.1	99.5	99.6	99.8	95.3
サイジング剤の数平均分子量 Mn	—	150	150	200	290	300	400	150	185
サイジング剤中の芳香環の割合	質量%	0	0	0	0	0	0	0	3
乾燥工程の乾燥温度	℃	120	120	120	120	120	120	120	120
加熱処理前のサイジング剤含有量	質量%	0.4	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.7	0.7
加熱処理の温度	℃	250	250	250	250	250	250	250	250
加熱処理の時間	秒	20	20	20	20	20	20	20	20
加熱処理後のサイジング剤含有量	質量%	A(0.04)	A(0.04)	A(0.04)	A(0.05)	B(0.06)	B(0.06)	A(0.02)	B(0.07)
加熱処理後の炭素繊維表面の光電子強度比率 (b) / (a)	—	A(0.4)	A(0.4)	A(0.5)	A(0.5)	C(0.7)	C(0.7)	C(0.2)	C(0.8)
CF 擦過毛羽	個/m	A(2)	B(4)	B(4)	B(4)	B(4)	B(4)	A(2)	A(2)

10

20

【手続補正 11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0114

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0114】

(実施例 9 ~ 11)

第 2 の工程においてサイジング剤と加熱処理前のサイジング剤含有量を表 3 に示す通りに変更した以外は、実施例 1 と同様にしてサイジング剤を含有する炭素繊維束を得て、各種評価を行った。結果は表 3 に示す通りであり、取り扱い性が十分に良好であり、サイジング剤の熱分解性が非常に高く、炭素繊維表面が参考例 1 に示す元の値に非常に近いことがわかった。

【手続補正 12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0115

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0115】

(参照例 5、6)

第 2 の工程においてサイジング剤と加熱処理前のサイジング剤含有量を表 3 に示す通りに変更した以外は、実施例 1 と同様にしてサイジング剤を含有する炭素繊維束を得て、各種評価を行った。結果は表 3 に示す通りであり、取り扱い性が十分に良好であり、サイジング剤の熱分解性が十分に高く、炭素繊維表面が参考例 1 に示す元の値に十分に近いことがわかった。

30

40

50