

【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】平成 24 年 12 月 6 日 (2012.12.6)

【公開番号】特開 2010-255159 (P2010-255159A)
 【公開日】平成 22 年 11 月 11 日 (2010.11.11)
 【年通号数】公開・登録公報 2010-045
 【出願番号】特願 2009-279121 (P2009-279121)
 【国際特許分類】

D 0 1 F 6/18 (2006.01)

D 0 1 F 9/22 (2006.01)

D 0 1 D 5/06 (2006.01)

【F I】

D 0 1 F 6/18 E

D 0 1 F 9/22

D 0 1 D 5/06 1 0 2

【手続補正書】

【提出日】平成 24 年 10 月 18 日 (2012.10.18)

【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】

繊維を構成するポリアクリロニトリル系重合体の Z 平均分子量 $M_z(F)$ が 60 万 ~ 200 万であり、多分散度 $M_z(F)/M_w(F)$ ($M_w(F)$ は、繊維を構成するポリアクリロニトリル系重合体の重量平均分子量を表す) が 2 ~ 5 であり、原子間力顕微鏡で 3 μ m の範囲で測定した自乗平均面粗さ R_{ms} が 15 ~ 40 nm であり、単繊維繊度が 0.3 ~ 1.5 d t e x であり、単繊維断面直径の変動係数が 0 ~ 5 % である炭素繊維前駆体繊維。

【請求項 2】

R A M A N 分光法により求められ、明細書で規定する R 値が 2.7 ~ 3.0 であり、単繊維強度が 6 ~ 9 c N / d t e x であり、原系結晶配向度が 91 ~ 94 % である、請求項 1 に記載の炭素繊維前駆体繊維。

【請求項 3】

真円度が 0.85 ~ 1 である、請求項 1 または 2 に記載の炭素繊維前駆体繊維。

【請求項 4】

短径が 75 ~ 200 mm、孔数 3000 ~ 30000 個である紡糸口金を用い、凝固浴液の紡糸条件での凝固温度における粘度が 7 ~ 15 m P a · s の条件で凝固浴液中を凝固系が 35 ~ 200 m / 分の速度で走行するように乾湿式紡糸する炭素繊維前駆体繊維の製造方法であって、Z 平均分子量 ($M_z(P)$) が 80 万 ~ 600 万で、多分散度 ($M_z(P)/M_w(P)$) ($M_w(P)$ は、重量平均分子量を表す) が 2.7 ~ 10 であるポリアクリロニトリル系重合体を含む紡糸溶液を用い、紡糸ドラフトを 5 ~ 50 とし、紡糸口金の最外孔からの吐出した紡糸溶液の紡糸口金面鉛直方向との角度を 5 ~ 15 ° とすることを特徴とする炭素繊維前駆体繊維の製造方法。

【請求項 5】

前記紡糸溶液を凝固価が 23 ~ 40 g である凝固浴条件の凝固浴中に吐出する、請求項 4 に記載の炭素繊維前駆体繊維の製造方法。

【請求項 6】

前記凝固系の引き取りローラーからの合計延伸倍率が 10 ~ 20 倍、前駆体繊維束の巻き取り速度が 600 ~ 2000 m/分である、請求項 4 または 5 に記載の炭素繊維前駆体繊維の製造方法。

【請求項 7】

前記凝固系の引き取り速度が 50 ~ 200 m/分である、請求項 4 ~ 6 のいずれかに記載の炭素繊維前駆体繊維の製造方法。

【請求項 8】

沈み込む前の凝固浴液面と紡糸口金との距離を 5 ~ 10 mm に設定し、紡糸によって凝固浴液面が沈み込む深さを 5 ~ 20 mm に制御する、請求項 4 ~ 7 のいずれかに記載の炭素繊維前駆体繊維の製造方法。

【請求項 9】

請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の炭素繊維前駆体繊維、または、請求項 4 ~ 8 のいずれかに記載の製造方法によって得られた炭素繊維前駆体繊維を、200 ~ 300 の温度の空气中において耐炭化する耐炭化工程と、耐炭化工程で得られた繊維を、300 ~ 800 の温度の不活性雰囲気中において予備炭化する予備炭化工程と、予備炭化工程で得られた繊維を 1,000 ~ 3,000 の温度の不活性雰囲気中において炭化する炭化工程を順次経て炭素繊維を得る炭素繊維の製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0012

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0012】

上記の目的を達成するために、本発明の炭素繊維用前駆体繊維の製造方法は次の構成を有するものである。

(1) 繊維を構成するポリアクリロニトリル系重合体の Z 平均分子量 $M_z(F)$ が 60 万 ~ 200 万であり、多分散度 $M_z(F)/M_w(F)$ ($M_w(F)$ は、繊維を構成するポリアクリロニトリル系重合体の重量平均分子量を表す) が 2 ~ 5 であり、原子間力顕微鏡で 3 μm の範囲で測定した自乗平均面粗さ R_{ms} が 15 ~ 40 nm であり、単繊維強度が 0.3 ~ 1.5 dtex であり、単繊維断面直径の変動係数が 0 ~ 5 % である炭素繊維前駆体繊維。

(2) RAMAN 分光法により求められ、明細書で規定する R 値が 2.7 ~ 3.0 であり、単繊維強度が 6 ~ 9 cN/dtex であり、原系結晶配向度が 91 ~ 94 % である、前記 (1) に記載の炭素繊維前駆体繊維。

(3) 真円度が 0.85 ~ 1 である、前記 (1) または (2) に記載の炭素繊維前駆体繊維。

(4) 短径が 75 ~ 200 mm、孔数 3000 ~ 30000 個である紡糸口金を用い、凝固浴液の紡糸条件での凝固温度における粘度が 7 ~ 15 mPa·s の条件で凝固浴液中を凝固系が 35 ~ 200 m/分の速度で走行するように乾湿式紡糸する炭素繊維前駆体繊維の製造方法であって、Z 平均分子量 ($M_z(P)$) が 80 万 ~ 600 万で、多分散度 ($M_z(P)/M_w(P)$) ($M_w(P)$ は、重量平均分子量を表す) が 2.7 ~ 10 であるポリアクリロニトリル系重合体を含む紡糸溶液を用い、紡糸ドラフトを 5 ~ 50 とし、紡糸口金の最外孔からの吐出した紡糸溶液の紡糸口金面鉛直方向との角度を 5 ~ 15 ° とすることを特徴とする炭素繊維前駆体繊維の製造方法。

(5) 前記紡糸溶液を凝固価が 23 ~ 40 g である凝固浴条件の凝固浴中に吐出する、前記 (4) に記載の炭素繊維前駆体繊維の製造方法。

(6) 前記凝固系の引き取りローラーからの合計延伸倍率が 10 ~ 20 倍、前駆体繊維束の巻き取り速度が 600 ~ 2000 m/分である、前記 (4) または (5) に記載の炭素繊維前駆体繊維の製造方法。

(7) 前記凝固系の引き取り速度が $50 \sim 200$ m / 分である、前記 (4) ~ (6) のいずれかに記載の炭素繊維前駆体繊維の製造方法。

(8) 沈み込む前の凝固浴液面と紡糸口金との距離を $5 \sim 10$ mm に設定し、紡糸によって凝固浴液面が沈み込む深さを $5 \sim 20$ mm に制御する、前記 (4) ~ (7) のいずれかに記載の炭素繊維前駆体繊維の製造方法。

(9) 前記 (1) ~ (3) のいずれかに記載の炭素繊維前駆体繊維、または、前記 (4) ~ (8) のいずれかに記載の製造方法によって得られた炭素繊維前駆体繊維を、 $200 \sim 300$ の温度の空气中において耐炎化する耐炎化工程と、耐炎化工程で得られた繊維を、 $300 \sim 800$ の温度の不活性雰囲気中において予備炭化する予備炭化工程と、予備炭化工程で得られた繊維を $1,000 \sim 3,000$ の温度の不活性雰囲気中において炭化する炭化工程を順次経て炭素繊維を得る炭素繊維の製造方法。