

リオトロピック液晶特性に基づく紡糸用メソフェーズピッチの高収率調製に関する研究

真塩, 昂志

<https://hdl.handle.net/2324/6787640>

出版情報 : Kyushu University, 2022, 博士 (工学), 課程博士
バージョン :
権利関係 :



氏名：真塩 昂志

題目：リオトロピック液晶特性に基づく紡糸用メソフェーズピッチの高収率調製に関する研究

<要旨>

高性能炭素繊維は、軽量で高強度という特性から航空宇宙・スポーツ分野などへの応用は活発だが、高価格ゆえに自動車・建築分野など一般向け製品への適用は限定的である。本研究グループは炭素繊維の用途拡大のためメソフェーズピッチ系炭素繊維に注目し、その製造コストの低減に向けて継続的に研究している。メソフェーズピッチ系炭素繊維の製造コストが高くなる原因の1つとして、前駆体であるメソフェーズピッチの低い製造収率が挙げられる。そこで本博士論文では、炭素繊維紡糸用メソフェーズピッチの高収率調製法の開発を目的とした。

メソフェーズピッチとは光学的に異方性を示すピッチであり、この異方性の発現はピッチ中の平板状分子の積層に由来するものだと考えられている。近年、本研究グループはメソフェーズピッチの1種であるARピッチは、分子積層を形成している「メソゲン成分」と高温熔融状態でメソゲン成分の自由挙動を許容する「溶媒成分」で構成されている「リオトロピック液晶」と見なすことができることを示した。もしメソフェーズピッチ全般がリオトロピック液晶であるならば、メソフェーズピッチの調製方法には改善の余地があり、メソフェーズピッチの収率を大きく向上できる可能性がある。例えば、現行のメソフェーズピッチ製造ではメソゲン成分と溶媒成分の双方を含む原料を同時に処理するため、工程の1つである水素化処理ではメソゲン成分も低分子化されてしまい、過剰な量の溶媒成分が生成する。この過剰な溶媒成分は後続の熱処理において除去されるため、メソフェーズピッチの収率は非常に低いものとなる。これに対し、リオトロピック液晶であるという認識に基づけば、それぞれの成分に対して別々に適切な処理を調製した後にそれらを混ぜ合わせることでメソフェーズピッチを得うる。つまり、片方の成分には必要だが、もう片方の成分には不要もしくは悪影響を及ぼす処理を避けることができ、メソフェーズピッチ製造の自由度が向上するのみならず高収率化が期待できると考えた。

以下に本論文における各章の内容を示す。

第1章では、メソフェーズピッチの用途や従来の製造方法、液晶的特性に関する先行研究について述べた。

第2章では、「メソフェーズピッチはリオトロピック液晶特性を示す」ということの一般性について検討した。さまざまな原料や製造方法により得られたメソフェーズピッチを用意し、それらのリオトロピック液晶特性の有無を確認した。その結果、用意したすべてのメソフェーズピッチがリオトロピック液晶特性を示すことが確認でき、原料や製造方法に関係なくメソフェーズピッチはリオトロピック液晶特性を有していると結論付けた。また、リオトロピック液晶特性はメソフェーズピッチの種類に影響されないものの、TC値（メソフェーズピッチが100 vol.%異方性を示すために必要なメソゲン成分の最少量）はメソフェーズピッチによって異なった。そして、これはメソフェーズピッチ中のメソゲン成分や溶媒成分の物性の違いによるものだと推察した。

第2章での考察の結果を基に、続く第3章ではメソゲン成分の種類によって、第4章では溶媒成分の種類によって、それぞれ得られるメソフェーズピッチへの影響を調査した。

第3章では、溶媒成分をARピッチ由来成分（AR-THFS）に統一し、さまざまなメソゲン成分と加熱混合

した。その結果より、メソゲン成分の種類ごとにメソフェーズピッチの TC 値や軟化点が異なり、メソゲン成分の違いはメソフェーズピッチの物性に影響を及ぼすことを見出した。

続く第 4 章では、AR ピッチ由来のメソゲン成分に対して、さまざまなメソフェーズピッチ由来の溶媒成分を加熱混合することで、メソフェーズピッチの物性に影響が現われるかを調査した。さらに、別途調製した等方性ピッチが溶媒成分として機能するかどうかを評価するため、スラリーオイルやコールタールピッチを原料として異なる物性を持つ等方性ピッチを調製した。その結果、溶媒成分の種類によってメソフェーズピッチの物性が異なり、メソフェーズピッチの物性は溶媒成分によっても左右されることがわかった。また、メソゲン成分混合割合の増加とともに得られたメソフェーズピッチの異方性組織の含有量が増加し、リオトロピック液晶特性が確認できた。これは、別途調製した等方性ピッチが、メソフェーズピッチの溶媒成分として機能していることを意味している。このように第 3 章および第 4 章の研究結果から、メソゲン成分や溶媒成分はいずれもメソフェーズピッチの物性を決定する重要なファクターであることが確認できた。

第 5 章では、メソフェーズピッチのリオトロピック液晶特性に基づいて、別々に調製したメソゲン成分と溶媒成分を用いたメソフェーズピッチの高収率調製を試みた。スラリーオイルやコールタールを原料として、低収率化の原因である水素化処理の代わりに加圧熱処理および窒素吹き熱処理を施すことで、メソゲン成分や溶媒成分をそれぞれ調製した。これらの 2 成分を加熱混合することで、100 vol.% の異方性を持つメソフェーズピッチを水素化処理なしで高収率で調製することに成功した。

第 6 章では、本研究により得られた主な研究成果について総括した。