

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4969788号
(P4969788)

(45) 発行日 平成24年7月4日 (2012.7.4)

(24) 登録日 平成24年4月13日 (2012.4.13)

(51) Int.Cl.	F 1
DO 1 F 9/12 (2006.01)	DO 1 F 9/12
DO 1 F 6/52 (2006.01)	DO 1 F 6/52

請求項の数 12 (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願2005-49997 (P2005-49997)	(73) 特許権者	596092698
(22) 出願日	平成17年2月25日 (2005.2.25)		アルカテルルーセント ユーエスエー
(65) 公開番号	特開2005-240269 (P2005-240269A)		インコーポレーテッド
(43) 公開日	平成17年9月8日 (2005.9.8)		アメリカ合衆国 07974 ニュージャ
審査請求日	平成20年2月18日 (2008.2.18)		ーシー, マレイ ヒル, マウンテン アヴ
(31) 優先権主張番号	10/789154		ェニュー 600-700
(32) 優先日	平成16年2月27日 (2004.2.27)	(74) 代理人	100094112
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 岡部 譲
		(74) 代理人	100064447
			弁理士 岡部 正夫
		(74) 代理人	100085176
			弁理士 加藤 伸晃
		(74) 代理人	100106703
			弁理士 産形 和央

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 カーボン粒子ファイバのアセンブリ技術

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

カーボン粒子を少なくとも 1 本のファイバへと組み立てるための方法であって、

前記カーボン粒子と硬化可能な液体の混合物を、テーパ付きのチューブの第 1 の端部から前記テーパ付きチューブに流し落とすことによって前記カーボン粒子を整列させる工程と、

前記テーパ付きチューブの少なくとも第 2 の端部付近で前記流れている混合物を硬化させ、それによってファイバが形成し、前記ファイバは前記カーボン粒子と前記硬化可能な液体の固化された部分を含み、

前記ファイバを加熱して、前記ファイバから実質的に前記固化された部分の揮発性元素を発散させる

工程とを含む方法。

【請求項 2】

前記混合物を形成するために前記硬化可能な液体中で前記カーボン粒子を分散させる工程をさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記ファイバを捻る工程をさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記ファイバの密度を上げる工程をさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

10

20

前記ファイバ内の前記カーボン粒子の少なくともいくぶんかを焼結する工程をさらに含む、請求項1に記載の方法。

【請求項6】

前記ファイバをクラッド層で被覆する工程をさらに含む、請求項1に記載の方法。

【請求項7】

前記硬化可能な液体が、

(i) (a) メチルメタクリレートと、(b) メタクリル酸およびアンタセイルメタノール (ant h a c e y m e t h a n o l) のエステルとのコポリマーと、

(i i) シリコン樹脂および紫外光へ晒されることにより前記樹脂の重合を誘導できる開始剤を含む混合物を含む、請求項1に記載の方法。

10

【請求項8】

前記カーボン粒子が、

(i) カーボン・ナノチューブ分子と、

(i i) 少なくともカーボンの繊維（微小繊維）とで構成されるセットのうちの少なくとも一方を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項9】

前記硬化工程が少なくとも部分的には、前記混合物上に紫外光を照らすことによって実行される、請求項1に記載の方法。

【請求項10】

前記硬化工程が少なくとも部分的には、前記混合物が前記テーパ付きチューブの中に留まっている間に実行される、請求項1に記載の方法。

20

【請求項11】

前記硬化工程が少なくとも部分的には、前記混合物が前記テーパ付きチューブから出た後に実行される、請求項1に記載の方法。

【請求項12】

前記ファイバを加熱する工程が、前記ファイバが本質的に前記カーボン粒子からなるように前記固化された部分を除去する工程を含む、請求項1に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

30

本発明は、カーボン・ナノチューブ分子およびカーボン繊維といったカーボン粒子に関し、より詳細には、カーボン粒子が整列したファイバにカーボン粒子を組み立てる技術に関する。

【背景技術】

【0002】

カーボン・ナノチューブ分子およびカーボン繊維といったカーボン粒子は電氣的、機械的、および熱伝導の特性といった極めて望ましい特性の配列を有する。しかしながら粒子は相対的に短く、例えば最も長い粒子が数ミクロン程度である。残念ながら、そのような長さはカーボン粒子の特性が有益であることが判明し得る用途に概して不向きである。

同時に提出され、本明細書に全文を参照で組み入れる米国特許出願番号（案件G r e y w a l l 3 4）に、光ファイバを製造するために使用される処理法から派生した処理法を使用してカーボン繊維およびカーボン・ナノチューブ分子といったカーボン粒子が整列させられたファイバへと組み立てられ得ることが開示されている。さらに特定すると、カーボン粒子がガラス中に埋め込まれ、その後、線引きされることでそれらを整列させる。整列させられることによって、局所的に近接する様々な粒子の各々の最長寸法に沿った軸が実質的に平行であることが意味される。

40

【特許文献1】米国特許出願番号（案件G r e y w a l l 3 4）

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

50

結果として得られるファイバは通常、或る量のガラス成分を留めている。そのようなガラス成分はファイバの強度を高めることが可能である。それでもやはり、例えばさらに優れた弾性を達成するためにファイバのガラス成分を除去するかまたは大幅に減少させることが望ましい可能性がある。これはしばしば文献の中で「強度」対「粘り強さ」と呼ばれる。さらに、作製されるファイバの長さは、ファイバが線引きされる初期の塊のサイズによって制限される。付け加えると、可能な限り単純な処理法を使用して室温下でファイバを形成することが可能であることが望ましいであろう。

【課題を解決するための手段】

【0004】

本発明の原理によれば、カーボン繊維およびカーボン・ナノチューブ分子といったカーボン粒子は、a) 硬化させることが可能な液体中にカーボン粒子を分散させる工程、b) 硬化可能な液体とカーボン粒子の混合物をテーパの付いたチューブに流し落とすことによってカーボン粒子を整列させる工程、およびc) 流れている硬化可能な液体とカーボン粒子の混合物をテーパ付きのチューブの端部付近全体で硬化させてファイバを形成する工程によって実質的に純粋に整列したファイバへと組み立てられ得ることを筆者らは理解した。本発明の一実施形態によると、硬化可能な液体は少なくとも部分的には、紫外光の使用を通じて硬化させられる。

【0005】

ファイバの所望の最終特性に応じて、固化された混合物をさらに処理するために場合によって設けられる様々な工程が、個別または組み合わせのいずれかで使用される可能性がある。場合によって設けられるそのような工程は、d) 固化された硬化可能な液体部分の揮発性元素をファイバから発散させるためにファイバを加熱する工程、e) 密度を上げるためにファイバを捻る工程、f) ファイバ内でカーボン粒子を焼結するためにファイバを加熱する工程、およびg) ファイバをクラッド層で覆う工程を含む。場合によって設けられる工程のいずれの実行に関する順序も、作製されるファイバに関する所望の特性に応じて決まる。その後、結果として得られるファイバは巻取りドラム上に巻かれることが可能である。

【0006】

本発明の一実施形態では、硬化工程は少なくとも部分的には、カーボン粒子と硬化可能な液体の混合物がまだテーパ付きのチューブの中にある間に実行される可能性がある。例えば、硬化可能な液体を紫外光の存在下で硬化させる場合、テーパ付きのチューブは、この混合物を所望の量だけ硬化させるように十分な量の紫外光を通す少なくとも1区画を有する可能性がある。本発明の別の実施形態では、硬化工程は硬化可能な液体の中のカーボン粒子がテーパ付きのチューブから出た後にのみ実行される。

【0007】

本発明の別の実施形態では、カーボン粒子はカーボン繊維か、またはカーボン・ナノチューブ分子のいずれかである。

本発明の他の実施形態では、単一のファイバを作製するためにカーボン繊維とカーボン・ナノチューブ分子の両方が使用される。

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

以下は単に本発明の原理を具体的に示すものである。したがって、当業者は、本明細書に明確に記述されるか、または示されていないが本発明の原理を具現化し、その精神および範囲内に含まれる様々な配列を考案することが可能であることを理解されたい。さらに、本明細書に列挙されるすべての例および言葉は主に、読者が本発明の原理および当該技術を促進するために発明人（ら）によって寄与される概念を理解することを手助けするための単なる教示目的であることを特別に意図されており、そのような特に引用された例および条件に限定するものではないと解釈されるべきである。さらに、本明細書で本発明の原理、態様、および実施形態、ならびにそれらの特定の例を列挙する記述のすべてはそれらの構造的および機能的な均等物の両方を包含するように意図されている。付け加えると

10

20

30

40

50

、そのような均等物は現在知られている均等物および将来開発される均等物、すなわち構造に関係なく同じ機能を実行するすべての開発された要素の両方を含むことが意図される。

【0009】

したがって、例えば、本明細書のブロック図が本発明の原理を具現化する概念的な図を表わし得ることは当業者によって理解されるであろう。同様に、どのようなフローチャート、フロー図、状態遷移図、擬似コードなども、必ずしも必要ではないがコンピュータで読み取り可能な媒体内で実質的に表現され、かつそれゆえにコンピュータもしくはプロセッサによって実行されることが可能な様々な処理を表わし得ることも理解されるであろう。

10

【0010】

特許請求の範囲では、特定の機能を実行するための手段として表現されたあらゆる要素はその機能を実行するあらゆる方式も包含すると意図される。これは、例えばa) その機能を実行する電氣的または機械的要素の組み合わせ、またはb) あらゆる形式の、したがってファームウェア、マイクロコードなどを含めたソフトウェアであって、そのソフトウェアを実行してその機能を実行するための適切な回路と組み合わされたソフトウェア、ならびにソフトウェアで制御された回路に結合したあらゆる機械的要素を含む。そのような特許請求の範囲によって規定される本発明は、列挙される様々な手段によって提供される機能が、特許請求の範囲が指示する方式で組み合わせられ、まとめられるという事実にある。

20

したがって出願人はそれらの機能を提供することが可能なあらゆる手段を本明細書に示されたそれらと均等であると考える。

本明細書で明確に特定しない限り、図面は原寸に比例して示されていない。

【0011】

図1は、カーボン繊維、カーボン・ナノチューブ分子といったカーボン粒子を、整列したファイバへと組み立てるための本発明の原理に従った例の処理法を示している。整列させられることによって、局所的に近接する様々な粒子の各々の最長寸法に沿った軸が実質的に平行であることが意味される。

【0012】

図1に示されているものはa) ビーカ101、b) ポンプ103、c) 供給出口105、d) テーパ付きのチューブ107、e) 紫外線硬化用ランプ109、f) プーリ111、g) ヒータ113、h) 捻り処理プラットホーム115、i) ヒータ117、j) クラッド層塗布器119、およびk) 巻取りドラム121である。

30

【0013】

カーボン粒子、例えばカーボン・ナノチューブ分子、カーボン繊維、もしくはそれらの組み合わせがビーカ101に含まれた紫外線硬化液体の中に分散処理される。本発明の一実施形態では、硬化可能な液体は少なくとも部分的には紫外光の使用を通じて硬化させられる。本発明の例の実施形態では、紫外線硬化可能な液体はメタクリル酸とアンタセイルメタノール (ant h a c e y l m e t h a n o l) のエステル (5%) とメチルメタクリレート (95%) のコポリマーである。そのような紫外線硬化可能な液体は紫外光、例えば350nmの光の存在下で硬化する。流量特性を制御するためにこのポリマーは溶剤トルエンで希釈される可能性がある。本発明の別の実施形態では、紫外線硬化可能な液体はUnited Chemical Technologiesから市販入手可能なPS2067であってもよい。

40

【0014】

ポンプ103は硬化可能な液体の中に分散したカーボン粒子の混合物をビーカ101から供給出口105を経由してテーパ付きチューブ107へと送り込む。テーパ付きのチューブ107を通して流れることによってカーボン粒子は整列させられる。テーパ付きのチューブ107が必ずしも単一の単位片である必要はなく、複数の区画で作製される可能性があり、それらの区画が異なる材料で作製される可能性があることに留意されたい。長さ、オリフィスのサイズ、およびテーパ率といったテーパ付きチューブ107の様々な特性

50

はカーボン粒子の整列の度合い、およびそれゆえに結果的に得られるファイバの最終特性に影響を与える。本発明の一実施形態では、この流管は5mmの入り口径と100ミクロンの出口径を備えた長さ20cmの石英チューブである。同様に、硬化可能な液体中のカーボン粒子の濃度および流速もやはりカーボン粒子の整列の度合い、およびそれゆえに結果的に得られるファイバの最終特性に影響を与える。

【0015】

本発明の一実施形態では、流れている硬化可能な液体の混合物はその上に紫外線硬化用ランプ109から紫外光を照らすことによってテーパ付きチューブの端部付近全体で硬化させられ、それによってファイバを形成する。例えば、紫外線硬化用ランプ109は350nmの光を放出する500Wの高圧紫外線ランプであり得る。硬化工程は、少なくとも部分的には、流れている紫外線硬化液体の混合物がまだテーパ付きチューブ107にある間に実行される可能性がある。この目的のために、テーパ付きチューブ107はある程度の硬化を可能にするために十分な量の紫外光を通す少なくとも1つの区画を有する可能性がある。例えば、テーパ付きチューブ107の一部分は紫外線透過性の非晶質石英で作製される可能性がある。本発明の別の実施形態では、流れている紫外線硬化可能な液体の混合物がテーパ付きチューブ107から出た後にのみ硬化が実行される。紫外光以外の因子の適用を通じて少なくとも部分的に硬化可能な液体が代替として、または追加的に使用される可能性があることを当業者は容易に理解するであろう。そのような他の因子を適用するための手段が紫外線硬化用ランプ109に置き換えられるか、または補完される可能性がある。

【0016】

テーパ付きチューブ107を出て硬化させられた後に、結果として得られたファイバ110は例えばその勢いから、または重力に起因して移動し続けることが可能である。場合によって為される追加的なファイバの処理が着手されることが可能である。

【0017】

例えば、ファイバはプーリ111の周りで経路設定され、固化した硬化可能な液体部分の揮発性元素をファイバから実質的に発散させるようにファイバを加熱するヒータ113へと向けられることが可能である。この時点で、ファイバは実質的にカーボンのみにされる。

【0018】

捻り処理プラットフォームに装着された追加のプーリ111が使用されることでファイバを捻ってその密度を上げることが可能である。

その後、ファイバは場合によって設けられるヒータ117を通過して経路設定される可能性があり、それがファイバ内のカーボン粒子を焼結するようにファイバを加熱する。捻り処理がファイバ内のカーボン粒子を緻密に一体化させるので、捻り処理の後にファイバを焼結することが有利である可能性がある。

【0019】

クラッド層塗布器119は場合によって付けられるクラッド層でファイバを被覆することが可能である。例えば、電気用途で使用するために、非導電性のクラッド層でファイバを被覆することが有利である可能性がある。他方で、防弾チョッキのような用途に使用するためにはクラッド層が無いことが望ましい可能性がある。

【0020】

加熱工程、捻り工程、焼結工程、およびクラッド層塗布工程が存在するときのそれらの順序は実施者の自由裁量で決められ、作製されるファイバに関する所望の特性によって決められるだけであることに留意されたい。その後、最終的なファイバが巻取りドラム121上に巻かれることが可能である。

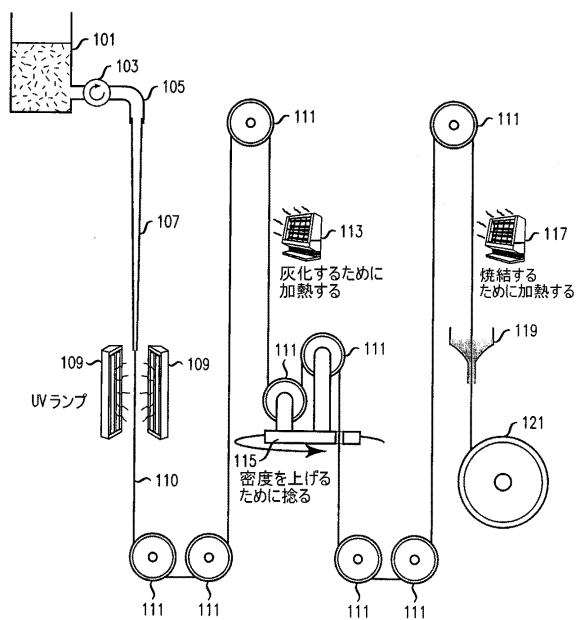
好ましくは、カーボン以外のどのような不純物も実質的に含まない、整列されたカーボン粒子ファイバが作製される。

【図面の簡単な説明】

【0021】

【図 1】 カーボン繊維およびカーボン・ナノチューブ分子といったカーボン粒子を整列したファイバへと組み立てるための本発明の原理に従った例の処理法の図式的表現を示す図である。

【図 1】



フロントページの続き

(74)代理人 100096943

弁理士 臼井 伸一

(74)代理人 100101498

弁理士 越智 隆夫

(74)代理人 100096688

弁理士 本宮 照久

(74)代理人 100104352

弁理士 朝日 伸光

(74)代理人 100128657

弁理士 三山 勝巳

(72)発明者 デニス エス. グレイウォール

アメリカ合衆国 08889 ニュージャージー, ホワイトハウス ステーション, サウス ライ
ランド ロード 9

(72)発明者 ベルナルド ユルク

アメリカ合衆国 07060 ニュージャージー, プレーンフィールド, エッジウッド アヴェニ
ュー 1011

審査官 加賀 直人

(56)参考文献 国際公開第2002/055769 (WO, A1)

特表2003-524084 (JP, A)

特表2003-512286 (JP, A)

特開昭61-019805 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

D01F