

【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22年12月9日(2010.12.9)

【公表番号】特表2003-516478(P2003-516478A)

【公表日】平成15年5月13日(2003.5.13)

【出願番号】特願2001-544410(P2001-544410)

【国際特許分類】

D 0 1 F	9/16	(2006.01)
D 0 3 D	15/12	(2006.01)
D 0 6 M	15/643	(2006.01)
D 0 6 M	101/06	(2006.01)

【F I】

D 0 1 F	9/16	
D 0 3 D	15/12	Z
D 0 6 M	15/643	
D 0 6 M	101:06	

【誤訳訂正書】

【提出日】平成22年10月20日(2010.10.20)

【誤訳訂正1】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】請求項5

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【請求項5】 前記材料を前記化合物に含浸するために、化合物を被膜形成剤の混合物として使用し、都合よくは溶媒に溶かした反応性または非反応性シリコーンオイルから選択されることを特徴とする、請求項4に記載の方法。

【誤訳訂正2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】請求項6

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【請求項6】 前記有機ケイ素化合物が粘度500～5000mPa・sのシリコーンオイルとの混合物として使用されることを特徴とする、請求項5に記載の方法。

【誤訳訂正3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】請求項9

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【請求項9】 前記無機添加剤が、ハロゲン化アンモニウム、硫酸アンモニウム、リン酸アンモニウム、ハロゲン化ナトリウム、硫酸ナトリウム、リン酸ナトリウム、尿素およびこれらの混合物から選択され、都合よくは塩化アンモニウム(NH₄Cl)またはリン酸ニアノニウム[(NH₄)₂HPO₄]からなることを特徴とする、請求項8記載の方法。

【誤訳訂正4】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】請求項13

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【請求項13】 前記セルロース系纖維状材料が、織物、編物、フェルト、不織布、

単向性織物または単向性テープを含むテキスタイルの糸または表面の型からなることを特徴とする、請求項1～12いずれかに記載の方法。

【誤訳訂正5】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0013

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0013】

本発明の関連範囲内から選択される有機ケイ素化合物の群は、上に定義のように、シリコーンオリゴマーおよび樹脂である。

【誤訳訂正6】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0020

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0020】

第1の好ましい変形に従い、含まれる有機ケイ素化合物(付隨的に、共に含まれる幾つかの有機ケイ素化合物について、発明の範囲から排除されないことをいう)は、MQ樹脂といわれる樹脂であり、式 SiO_4 のユニット(Q_4 ユニット)、式 $\text{SiO}_3\text{-OH}$ のユニット(Q_3 ユニット)および式 O-Si-R_3 のユニット(Mユニット)からなる。 Q_3 およびMユニットの組合せの存在が適切である。第1の好ましい変形の関連範囲内で、上記MQ樹脂は、

$$2 \leq n_1 \leq 70$$

$$3 \leq n_2 \leq 50$$

$$3 \leq n_3 \leq 50$$

で $n_1\text{Q}_4$ ユニット、 $n_2\text{Q}_3$ ユニットおよび $n_3\text{M}$ ユニットを有し、および数平均分子量2500～5000が都合よい。

このような樹脂は一般に室温で固体である。事実、 $n_1 + n_2 + n_3 \geq 10$ の場合は確実に固体である。

この型の樹脂は市販されている。

【誤訳訂正7】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0021

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0021】

第2の好ましい変形、含まれる有機ケイ素化合物(本明細書中でこれに関連して、幾つかの有機ケイ素化合物が共に含まれることもまた可能である)は、部分的に加水分解された有機ケイ酸エステルのオリゴマーから選択され、部分的に加水分解されたアルキルケイ酸エステルのオリゴマーから選択されるのが都合よく、そして好ましくは部分的に加水分解されたエチルケイ酸エステルのオリゴマーから選択される。

【誤訳訂正8】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0023

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0023】

この第2の好ましい変形の関連範囲内で、使用にとりわけ推奨されるのは、部分的に加水分解されたエチルケイ酸エステルのオリゴマー、特にこの型のオリゴマーで、シリコン工業で大スケールで製造され、名称TEOS 40で知られているもの(および特にBayerのリ

ファレンスTES 40)である。これは、後に部分的に加水分解して得られるテトラエチルオルトケイ酸エステル(TEOS 28)のオリゴマーである。

【誤訳訂正 9】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0024

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0024】

実際、市販品は、エチルケイ酸エステル(1分子に対して1のケイ素原子を有する1のSiO₄四面体)と、9までのSiO₄四面体を含みSiO₃-OHユニット(Q₃ユニット)を有する末端分子を含む上記ケイ酸エステルのオリゴマーとの混合物である。上記生成物は、室温から500まで段々と蒸発する。

【誤訳訂正 10】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0028

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0028】

炭化する前の、このような非揮発性有機ケイ素化合物を用いる(このような1種の有機ケイ素化合物または少なくとも2種のこのように有機ケイ素化合物を用いる)、セルロース系纖維状材料の含浸で、上記化合物は一般的に溶媒に溶かして使用され、この溶媒(ペルクロロエチレンなど)は炭化前に容易に取り除かれる。上記化合物を上記溶媒に適切に溶かし、そしてとりわけ含浸したセルロース系纖維状材料の表面上で均一な被膜を得るために、(少なくとも)1種の被膜形成剤を溶液中に含めることが強く推奨される。これらの被膜形成剤は、適した粘度のシリコーンオイルから選択されるのが都合よい(上記粘度は一般に500~10000mPa·sであり、500~5000mPa·sが都合よい)。これらのオイルは、特に以下の式(-Si(CH₃)₂-O)_nまたは(-Si(CH₃)₂-O-Si(C₅H₆)₂-O)_nのどちらか一方である。

【誤訳訂正 11】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0029

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0029】

これらのオイルはおよそ400で解重合し、推測では纖維の表面の化学強化で役割を果たさない。しかしながら、これらはフィラメントとセルロース熱分解生成物(タール)との橋かけを防ぐ。この橋かけは糸の弱化をもたらす。

【誤訳訂正 12】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0030

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0030】

しかしながら、本出願人は、反応性-OH官能基を有するシリコーンオイルの使用は、上記有機ケイ素化合物(類)にある-OH官能基の反応によって、セルロース基材の表面での上記化合物(類の)被膜の高温での安定化を可能にすることを注記する。

【誤訳訂正 13】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0031

【訂正方法】変更

【訂正の内容】**【0031】**

従って、炭化する材料の表面の良好な含浸のために、非揮発性有機ケイ素化合物を、被膜形成剤との混合物として(非反応性および反応性シリコーンオイルから選択されるのが都合よい)、溶媒中に溶解して使用するのが推奨される。

【誤訳訂正14】**【訂正対象書類名】明細書****【訂正対象項目名】0038****【訂正方法】変更****【訂正の内容】****【0038】**

上記無機添加剤は、特に、ハロゲン化アンモニウム、硫酸アンモニウム、リン酸アンモニウム、ハロゲン化ナトリウム、硫酸ナトリウム、リン酸ナトリウム、尿素およびこれらの混合物から選択され得る。

塩化アンモニウム(NH_4Cl)またはリン酸二アンモニウム[$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$]からなるのが都合よい。

【誤訳訂正15】**【訂正対象書類名】明細書****【訂正対象項目名】0039****【訂正方法】変更****【訂正の内容】****【0039】**

従って、この方法は、炭化されるセルロース系繊維状材料の2つの逐次含浸(一方は非揮発性有機ケイ素化合物、他方は無機添加剤、任意の順序)、または揮発性有機ケイ素化合物の存在下で炭化される前の、上記の繊維状材料の1の含浸(無機添加剤と共に含浸)を含み得る。この変形は限定されるものではない。

【誤訳訂正16】**【訂正対象書類名】明細書****【訂正対象項目名】0045****【訂正方法】変更****【訂正の内容】****【0045】**

セルロース系繊維状材料は、特に、テキスタイルの糸または表面の形態(織物、編物、フェルト、不織布、単向性織物、単向性テープなど)であり得る。

【誤訳訂正17】**【訂正対象書類名】明細書****【訂正対象項目名】0046****【訂正方法】変更****【訂正の内容】****【0046】**

上記セルロース系繊維状材料は、特に、任意の型のレーヨンまたは短纖維からなり得る。本発明の方法は、この場合、特に有用である：広く市販されている製品を使用して、高品質の繊維状炭素材料が得られるからである。先行技術によると、このような高品質材料は、非常に特殊な型のセルロース系繊維状材料からしか得ることができなかつた。

【誤訳訂正18】**【訂正対象書類名】明細書****【訂正対象項目名】0047****【訂正方法】変更****【訂正の内容】****【0047】**

従って、このような広く市販されているセルロース基材(例えば強化タイヤ用としてこれまで意図されてきたレーヨン)の炭化での本発明の方法(上記の有機ケイ素化合物の使用)の実行が推奨される。

もちろん、上記方法の適用の分野は、これらの基材の炭化のみに限定されない。

【誤訳訂正 19】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0049

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0049】

実施例 1 :

強度50cN/tex(フィラメント直径 $12.7\text{ }\mu\text{m}$)を有する、3680 dtex高韌性セルロース糸(スーパー3タイプ)を、ペルクロロエチレンで糊抜きし、そしてMQ樹脂と触媒作用を及ぼさない反応性シリコーンオイル(Rhodia Siliconesから購入(リファレンス: RHODORSIL RTV 121)3重量%混合物に含浸した。

含浸は、ペルクロロエチレン中、上記混合物の3.5重量%溶液に、糸を沈めて行なった。ペルクロロエチレンを取り除いた後、糸を、自由縮みで(0.0049 N; 0.5 gf)、下記の熱プロファイルで熱分解した:

- 空気中、170 で90分間
- 続けて: 230 、 285 、 315 、 330 、 400 、 485 、 555 および655 、窒素中、これらの温度それぞれで5分間
- 窒素中、1200 で2.5分間

この熱分解は、実施例の関連範囲内でバッチ的に行なったが、連続的に行なうこともできる。

糸から引き出された炭素フィラメントは、直径 $5.8\text{ }\mu\text{m}$ で、強度1125MPa、モジュラス40GPaを有していた。炭化での縮みは40%であった。

炭化収率は16%であった。

【誤訳訂正 20】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0052

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0052】

実施例 4 :

実施例1と同一のセルロース糸を、ペルクロロエチレンで糊抜きした後、最高485までの熱分解をテトラエチルオルトケイ酸エステル蒸気を豊富化した窒素中で行なう以外は実施例1に記載の熱プロファイルに従って直接熱分解した。上記のテトラエチルオルトケイ酸エステルをシリカるつぼ中に含ませ、そして纖維の半分以下で温度を永続的に維持した;これを纖維の温度485に達するまで行ない、この温度で上記テトラエチルオルトケイ酸エステルを取り除いた。使用したテトラエチルオルトケイ酸エステルは、Bayerから購入した(リファレンス: TES 40)。

糸から引き出された炭素フィラメントは、直径 $5.5\text{ }\mu\text{m}$ で、強度930MPa、モジュラス38GPaを有していた。炭化での纖維の軸に沿った縮みは38%であった。

炭化収率は14.5%であった。

【誤訳訂正 21】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0053

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0053】

実施例 5 :

実施例 1 と同一のセルロース糸を糊抜きし、それから実施例 1 の有機ケイ素添加剤に含浸した。それから、13重量% NH₄Cl 水溶液に通して、8重量% NH₄Cl で含浸させた。

糸を100℃、30分で乾燥させ、蒸留水で数秒すすいで過剰の NH₄Cl を取り除いた。

上記糸を100℃で1時間乾燥させ、それから実施例 1 のように、1200℃で熱分解を行なった。

上記炭化糸から引き出された炭素フィラメントの引張り強度は1200MPaであり、直径8.3 μmでモジュラスは45GPaであった。炭化での縮みは32.3%であった。

炭化収率は30%であった。

【誤訛訂正 2 2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 5 4

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 5 4】

実施例 6 :

実施例 1 と同一のセルロース糸を糊抜きし、実施例 1 の有機ケイ素添加剤に含浸させた。それから、空気中170℃/90分工程を(1/1)HC1/N₂混合物中170℃/90分工程とした以外は実施例 1 の熱プロファイルに従って、熱分解した。

上記炭化糸から引き出された炭素フィラメントの引張り強度は1350MPaであり、モジュラスは50MPa、直径は8.6 μmであった。炭化での縮みは31.5%であった。

炭化収率は27%であった。