

【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( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )またはリン酸二アンモニウム[( $\text{NH}_4$ )<sub>2</sub>HP $\text{O}_4$ ]からなることを特徴とする、請求項 8 に記載の方法。

【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】 前記セルロース系繊維状材料が、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系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(付随的に、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  $\text{SiO}_4$  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  $\text{O-Si-R}_3$  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  $n_1$   $Q_4$  ユニット、 $n_2$   $Q_3$  ユニットおよび  $n_3$  M ユニットの有し、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 $\text{SiO}_4$ 四面体)と、9までの $\text{SiO}_4$ 四面体を含み $\text{SiO}_3\text{-OH}$ ユニット( $\text{Q}_3$ 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種のこのような有機ケイ素化合物を用いる)、セルロース系繊維状材料の含浸で、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繊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( $-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{-O})_n$ または( $-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{-O-Si}(\text{C}_5\text{H}_6)_2\text{-O})_n$ )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およそ400℃で解重合し、推測では繊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。この橋かけは系の弱化をもたらす。

【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( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )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、テキスタイルの系または表面の形態(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繊維からなり得る。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った。

## 【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 $\mu$ m)を有する、3680 dtex高靱性セルロース系(スーパー3タイプ)を、ペルクク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、ペルククロエチレン中、上記混合物の3.5重量%溶液に、糸を沈めて行なった。ペルクク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：

- 空气中、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パ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 $\mu$ 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、ペルクク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に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ルツボ中に含ませ、そして繊維の半分以下で温度を永続的に維持した；これを繊維の温度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 $\mu$ mで、強度930MPa、モジュラス38GPaを有していた。炭化での繊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系を糊抜きし、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%  $\text{NH}_4\text{Cl}$  水溶液に通して、8重量%  $\text{NH}_4\text{Cl}$  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  $\text{NH}_4\text{Cl}$  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  $\mu\text{m}$  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。

【誤訳訂正 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系を糊抜きし、実施例 1 の有機ケイ素添加剤に含浸させた。それから、空气中170 /90分工程を(1/1)  $\text{HCl} / \text{N}_2$  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  $\mu\text{m}$  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。