

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2014 年 1 月 3 日(03.01.2014)



(10) 国際公開番号
WO 2014/002344 A1

- (51) 国際特許分類:
D01F 9/08 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2013/002506
- (22) 国際出願日: 2013 年 4 月 12 日(12.04.2013)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2012-147286 2012 年 6 月 29 日(29.06.2012) JP
61/706,348 2012 年 9 月 27 日(27.09.2012) US
- (71) 出願人: ニチアス株式会社(NICHIA CORPORATION) [JP/JP]; 〒1048555 東京都中央区八丁堀一丁目 6 番 1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 岩田 耕治(IWATA, Koji); 〒1048555 東京都中央区八丁堀一丁目 6 番 1 号 ニチアス株式会社内 Tokyo (JP). 北原 英樹(KITAHARA, Hideki); 〒1048555 東京都中央区八丁堀一丁目 6 番 1 号 ニチアス株式会社内 Tokyo (JP). 持田 貴仁(MOCHIDA, Takahito); 〒1048555 東京都中央区八丁堀一丁目 6 番 1 号 ニチアス株式会社内 Tokyo (JP). 石川 洋一(ISHIKAWA, Yoichi); 〒

1048555 東京都中央区八丁堀一丁目 6 番 1 号 ニチアス株式会社内 Tokyo (JP). 三木 達郎(MIKI, Tatsuro); 〒1048555 東京都中央区八丁堀一丁目 6 番 1 号 ニチアス株式会社内 Tokyo (JP). 米内山 賢(YONAIYAMA, Ken); 〒1048555 東京都中央区八丁堀一丁目 6 番 1 号 ニチアス株式会社内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 渡辺 喜平, 外(WATANABE, Kihei et al.); 〒1010041 東京都千代田区神田須田町一丁目 2 6 番 芝信神田ビル 3 階 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

[続葉有]

(54) Title: HEAT-RESISTANT INORGANIC FIBER

(54) 発明の名称: 耐熱無機繊維

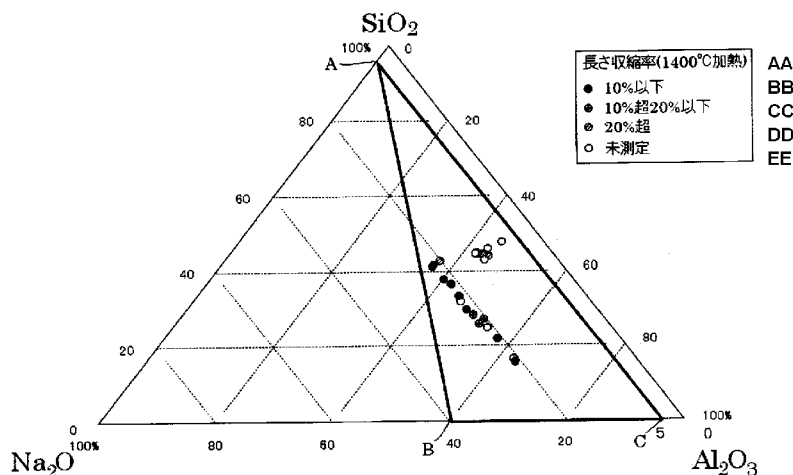


FIG. 1:

- AA Longitudinal shrinkage (heating at 1400°C)
BB Up to 10%
CC Exceeding 10% and up to 20%
DD Exceeding 20%
EE Not measured

(57) Abstract: An inorganic fiber which comprises Na₂O, SiO₂ and Al₂O₃ as main components and which does not react with alumina at 600°C.

(57) 要約: Na₂O、SiO₂ 及び Al₂O₃ を、主成分として含み、600°C でアルミナと反応しない無機繊維。

WO 2014/002344 A1



(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR),

OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称：耐熱無機繊維

技術分野

[0001] 本発明は、耐熱性に優れる生体溶解性の無機繊維に関する。

背景技術

[0002] アスベストは、軽量で扱いやすく且つ耐熱性に優れるため、例えば、耐熱性のシール材として使用されていた。しかしアスベストは人体に吸入されて肺に疾患を引き起こすため使用が禁止され、これに代わりにセラミック繊維等が使用されている。セラミック繊維等は、耐熱性がアスベストに匹敵する程高く、適切な取り扱いをすれば健康上の問題は無いと考えられているが、より安全性を求められる風潮がある。そこで、人体に吸入されても問題を起こさない又は起こしにくい生体溶解性無機繊維を目指して、様々な生体溶解性繊維が開発されている（例えば、特許文献 1， 2）。

[0003] 従来市販されている生体溶解性繊維は pH 7.4 の生理食塩水に対し高い溶解性を持つ物がほとんどであった。一方で繊維が肺に吸入されるとマクロファージに捕り込まれることが知られており、マクロファージ周囲の pH は 4.5 であることも知られている。従って、pH 4.5 の生理食塩水に対する溶解性の高い繊維は、肺内で溶解、分解されることが期待される。

[0004] また、従来の無機繊維は、アスベストと同様に、様々なバインダーや添加物とともに、定形物、不定形物に二次加工されて、熱処理装置、工業窯炉や焼却炉等の炉における目地材、耐火タイル、断熱レンガ、鉄皮、モルタル耐火物等の隙間を埋める目地材、シール材、パッキング材、断熱材等として用いられている。使用の際は高温に晒されることが多く、耐熱性を有することが求められている。

[0005] さらに、炉内の部材にアルミナが使用されていることが多く、二次加工品に含まれる繊維が、このアルミナと反応し二次加工品や部材が付着したり溶融したりする問題もあった。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特許公報第3 7 5 3 4 1 6号

特許文献2：特表2 0 0 5 - 5 1 4 3 1 8

発明の概要

[0007] 本発明の目的は、新規な耐熱性を有する生体溶解性無機繊維を提供することである。

[0008] 本発明によれば、以下の無機繊維等が提供される。

1. Na_2O 、 SiO_2 及び Al_2O_3 を、主成分として含み、 600°C でアルミナと反応しない無機繊維。

2. 図1に示す、 $\text{Na}_2\text{O}-\text{SiO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$ の状態図において、以下の点A、点B、点Cで囲まれる範囲の組成を有し、

Na_2O 、 SiO_2 及び Al_2O_3 を含むときは、前記3成分を主成分として含み、

Na_2O 及び SiO_2 を含み Al_2O_3 は含まないときは、前記2成分を主成分として含み、

Na_2O 及び Al_2O_3 を含み SiO_2 は含まないときは、前記2成分を主成分として含み、

$\text{Na}_2\text{O} + \text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 \geq 80$ 重量%である無機繊維。

点A： $(\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 5 : 95 : 0)$

点B： $(\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 40 : 0 : 60)$

点C： $(\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 5 : 0 : 95)$

3. 以下の組成を有し、

Na_2O 、 SiO_2 及び Al_2O_3 を含むときは、前記3成分を主成分として含み、

Na_2O 及び Al_2O_3 を含み SiO_2 は含まないときは、前記2成分を主成分として含み、

Na_2O 及び SiO_2 を含み Al_2O_3 は含まないときは、前記2成分を主成

分として含む

無機繊維。

Na_2O : 5 ~ 50 重量%

SiO_2 : 0 ~ 95 重量%

Al_2O_3 : 0 ~ 95 重量%

$\text{Na}_2\text{O} + \text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 \geq 80$ 重量%

4. 以下の組成を有する3記載の無機繊維。

Na_2O : 5 ~ 40 重量%

SiO_2 : 0 ~ 75 重量%

Al_2O_3 : 20 ~ 95 重量%

5. 以下の組成を有する3記載の無機繊維。

Na_2O : 10 ~ 40 重量%

SiO_2 : 0 ~ 58 重量%

Al_2O_3 : 32 ~ 90 重量%

6. 以下の組成を有する4記載の無機繊維。

Na_2O : 15 ~ 38 重量%

SiO_2 : 0 ~ 51 重量%

Al_2O_3 : 34 ~ 85 重量%

7. 図2に示す、 $\text{Na}_2\text{O}-\text{SiO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$ の状態図において、以下の点D、点F、点C、点Eで囲まれる範囲の組成を有し、

Na_2O 、 SiO_2 及び Al_2O_3 を含むときは、前記3成分を主成分として含む、

Na_2O 及び Al_2O_3 を含み SiO_2 は含まないときは、前記2成分を主成分として含む、

$\text{Na}_2\text{O} + \text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 \geq 80$ 重量%である無機繊維。

点D : ($\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 23 : 45 : 32$)

点F : ($\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 38 : 0 : 62$)

点C : ($\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 5 : 0 : 95$)

点E：($\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 5 : 10 : 85$)

8. SiO_2 量が25重量%以下である1～7のいずれか記載の無機繊維。

9. SiO_2 量が28.5重量%～45.0重量%である1～7のいずれか記載の無機繊維。

10. Na_2O 量が15重量%～30重量%である1～9のいずれか記載の無機繊維。

11. Na_2O 量が18重量%～28重量%である10記載の無機繊維。

12. Al_2O_3 量が80重量%以下である1～11のいずれか記載の無機繊維。

13. Al_2O_3 量が70重量%以下である12記載の無機繊維。

14. 熔融法で製造する1～13のいずれか記載の無機繊維の製造方法。

[0009] 本発明によれば、新規な耐熱性を有する生体溶解性無機繊維を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0010] [図1]本発明の好適な繊維の組成及び実施例1～30の繊維の組成を示す $\text{Na}_2\text{O}-\text{SiO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$ 状態図である。

[図2]本発明の好適な繊維の組成を示す $\text{Na}_2\text{O}-\text{SiO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$ 状態図である。

発明を実施するための形態

[0011] 本発明の第1の無機繊維は、 Na_2O 、 SiO_2 、 Al_2O_3 の3成分を主成分とする。本発明は Na_2O を含むため生体溶解性を有する。

主成分とは、無機繊維が含む全ての成分のうち最も含有量（重量%）の高い3成分が Na_2O 、 SiO_2 、 Al_2O_3 であることを意味する。

[0012] 第1の無機繊維は、少なくとも600℃でアルミナと反応しない。アルミナと反応しないとは、実施例記載の方法で測定したとき、アルミナペレットが、繊維から製造したフリース又はブランケットに付着しないことを意味する。

[0013] 本発明の第2の無機繊維は、図1に示す、 $\text{Na}_2\text{O}-\text{SiO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$ の

状態図において、以下の点A、点B、点Cで囲まれる範囲の組成を有する。

Na_2O 、 SiO_2 及び Al_2O_3 を含むときは、 Na_2O 、 SiO_2 及び Al_2O_3 を主成分として含み、 Na_2O 及び SiO_2 を含み Al_2O_3 は含まないときは、 Na_2O 及び SiO_2 を主成分として含み、 Na_2O 及び Al_2O_3 を含み SiO_2 は含まないときは、 Na_2O 及び Al_2O_3 を主成分として含む。本発明において、主成分とは、無機繊維が含む全ての成分のうち最も含有量（重量％）の高い3成分又は2成分を意味する。 $\text{Na}_2\text{O} + \text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 \geq 80$ 重量％である。

点A：（ $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 5 : 95 : 0$ ）

点B：（ $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 40 : 0 : 60$ ）

点C：（ $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 5 : 0 : 95$ ）

第2の無機繊維は1000℃での耐熱性、耐アルミナ反応性に優れる。

[0014] 第3の無機繊維は、以下の組成を有する。 Na_2O 、 SiO_2 及び Al_2O_3 を含むときは、 Na_2O 、 SiO_2 及び Al_2O_3 を主成分として含み、 Na_2O 及び Al_2O_3 を含み SiO_2 は含まないときは、 Na_2O 及び Al_2O_3 を主成分として含み、 Na_2O 及び SiO_2 を含み Al_2O_3 は含まないときは、 Na_2O 及び SiO_2 を主成分として含む。

$\text{Na}_2\text{O} : 5 \sim 50$ 重量％

$\text{SiO}_2 : 0 \sim 95$ 重量％

$\text{Al}_2\text{O}_3 : 0 \sim 95$ 重量％

$\text{Na}_2\text{O} + \text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 \geq 80$ 重量％

[0015] 第3の無機繊維については、以下の組成を有する無機繊維が好ましい。

$\text{Na}_2\text{O} : 5 \sim 40$ 重量％

$\text{SiO}_2 : 0 \sim 75$ 重量％

$\text{Al}_2\text{O}_3 : 20 \sim 95$ 重量％

[0016] 以下の組成を有する無機繊維がより好ましい。

$\text{Na}_2\text{O} : 10 \sim 40$ 重量％

$\text{SiO}_2 : 0 \sim 58$ 重量％

Al_2O_3 : 32 ~ 90 重量%

[0017] 以下の組成を有する無機繊維がさらに好ましい。

Na_2O : 15 ~ 38 重量%

SiO_2 : 0 ~ 51 重量%

Al_2O_3 : 34 ~ 85 重量%

[0018] 第4の無機繊維は、図2に示す、 $\text{Na}_2\text{O}-\text{SiO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$ の状態図において、以下の点D、点F、点C、点Eで囲まれる範囲の組成を有する。 Na_2O 、 SiO_2 及び Al_2O_3 を含むときは、 Na_2O 、 SiO_2 及び Al_2O_3 を主成分として含み、 Na_2O 及び Al_2O_3 を含み SiO_2 は含まないときは、 Na_2O 及び Al_2O_3 を主成分として含む。さらに、 $\text{Na}_2\text{O} + \text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 \geq 80$ 重量%である。

点D : ($\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 23 : 45 : 32$)

点F : ($\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 38 : 0 : 62$)

点C : ($\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 5 : 0 : 95$)

点E : ($\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 5 : 10 : 85$)

[0019] 上記の第1～第4の無機繊維（以下、本発明の無機繊維ともいう）において、 Na_2O 、 SiO_2 及び Al_2O_3 の3成分を含むことが好ましい。第1～第4の無機繊維において、各成分の配合量を適宜組み合わせることができる。

[0020] 本発明の第2～4の無機繊維において、 SiO_2 は含有しなくてもよい。本発明の無機繊維において、 SiO_2 を含むときは、例えば0.1重量%以上、0.3重量%以上、0.5重量%以上、1.0重量%以上、5重量%以上、10重量%以上、12重量%以上とすることができる。好ましくは5重量%以上、より好ましくは15重量%以上である。また、50重量%以下、45重量%以下、42.5重量%以下、又は25重量%以下とすることができる。例えば、28.5重量%～45.0重量%、又は28.5重量%～42.5重量%とすることができる。

[0021] 本発明の無機繊維において、 Na_2O 量は好ましくは5重量%以上である。

Na_2O 量は、例えば、10重量%～40重量%、好ましくは15重量%～30重量%、より好ましくは、18重量%～30重量%、18重量%～28重量%、又は18重量%～25重量%である。

[0022] 本発明の第2, 3の無機繊維において、 Al_2O_3 は含有しなくてもよい。本発明の無機繊維において、 Al_2O_3 を含むときは、好ましくは5重量%以上、より好ましくは20重量%以上、30重量%以上、32重量%以上、35重量%以上含む。 Al_2O_3 量は好ましくは80重量%以下、より好ましくは70重量%以下、さらに好ましくは67重量%以下である。

[0023] Na_2O 、 SiO_2 、 Al_2O_3 の合計を、85重量%以上、90重量%以上、93重量%以上、95重量%以上、98重量%以上、99重量%以上又は100重量%（ただし不可避不純物は含んでもよい）としてもよい。

特定する成分以外の残りは他の元素の酸化物又は不純物等である。

[0024] 本発明の無機繊維は、Sc, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Y又はこれらの混合物から選択されるそれぞれの酸化物を含んでも含まなくてもよい。これらの酸化物の量を、それぞれ5重量%以下、3重量%以下、2重量%以下、1重量%以下又は0.5重量%以下としてもよい。

[0025] Na_2O 以外のアルカリ金属酸化物（ K_2O 、 Li_2O 等）の各々は含まれても含まれなくてもよく、これらはそれぞれ又は合計で、12mol%未満、5重量%以下、3重量%以下、2重量%以下、1重量%以下又は0.5重量%以下とすることができる。

[0026] TiO_2 、 ZnO 、 B_2O_3 、 P_2O_5 、 MgO 、 CaO 、 SrO 、 BaO 、 Cr_2O_3 、 ZrO_2 、 Fe_2O_3 の各々は含まれても含まれなくてもよく、それぞれ20重量%以下、18重量%以下、15重量%以下、10重量%以下、7重量%以下、5重量%以下、3重量%以下、2重量%以下、1重量%以下又は0.5重量%以下とすることができる。

[0027] 炭化物、窒化物等の非酸化物系材料の各々も含まれていてもよく、それぞれ20重量%以下、18重量%以下、15重量%以下、10重量%以下、7

重量％以下、5重量％以下、3重量％以下、2重量％以下、1重量％以下又は0.5重量％以下とすることができる。溶融時の雰囲気を不活性雰囲気、還元雰囲気としてもよい。

[0028] 本発明の無機繊維は通常以下の物質を含まない、又は含んでもそれぞれ1.0重量％以下、0.5重量％以下、0.2重量％以下又は0.1重量％以下である。

酸化ゲルマニウム、酸化テルル、酸化バナジウム、酸化イオウ、リン化合物、スズ、コバルト、酸化マンガン、フッ化物、酸化銅。

[0029] 無機繊維は溶融法、ゾルゲル法等公知の方法で製造できるが、低コストのため溶融法が好ましい。溶融法では、通常の方法により、原料の溶融物を作製し、この溶融物を繊維化して製造する。例えば、高速回転しているホイール上に溶解した原料を流し当てることで繊維化するスピニング法及び溶解した原料に圧縮空気を当てることで繊維化するブロー法等により製造できる。

[0030] 本発明の無機繊維の平均繊維径は、通常0.1～50 μm 、好ましくは0.5～20 μm 、さらに好ましくは1～10 μm 、最も好ましくは1～8 μm である。平均繊維径は、所望の繊維径になるように回転数、加速度、圧縮空気圧力、風速、風量等、既知の製造方法で調整すればよい。

[0031] 繊維は公知の被覆材により被覆されていてもよいし被覆されていなくてもよい。界面活性剤、集束材、キレート剤、防錆剤、撥水剤、無機質成分（例えば上記段落0024～0026記載）等の表面処理剤で被覆処理してもよい。

[0032] また、本発明の無機繊維は、加熱処理してもしなくてもよい。

加熱処理する場合は、繊維形状を維持する温度であればよい。加熱温度、加熱時間により繊維物性が変化するので適宜所望の性能（耐クリープ性、収縮率、強度、弾性）がでるように処理すればよい。

所定の加熱処理により無機繊維は非晶質から結晶質へ変化するが、上記の記載のように所望の性能ができればよく、非晶質、結晶質のどちらの状態でもよく、非晶質、結晶質部分がそれぞれが混在している状態でもよい。

加熱温度は、例えば100℃以上、300℃以上、好ましくは、600℃以上、800℃以上、さらに好ましくは1000℃以上、1200℃以上、1300℃以上、1400℃以上でよく、600℃～1400℃、さらに好ましくは、800℃～1200℃、800℃～1000℃である。

[0033] 本発明の無機繊維は上記の組成を有することにより、pH4.5、pH7.4の生理食塩水に対し溶解する。さらには、加熱後（結晶化後）にも溶解性を有する。

[0034] pH4.5又は7.4の生理食塩水に対する溶解性は、実施例の測定方法で、好ましくは2.0mg/g以上、より好ましくは4.0mg/g以上、さらに好ましくは6.3mg/g以上である。pH4.5の生理食塩水に対し溶解性が1.0mg/g以上のとき生体溶解性を有するとする。

[0035] 繊維の溶解性は以下の方法でも測定できる。

繊維を、メンブレンフィルター上に置き、繊維上にマイクロポンプによりpH4.5又は7.4の生理食塩水を滴下させ、繊維、フィルターを通った濾液を容器内に貯める。貯めた濾液を24、48時間経過後に取り出し、溶出成分をICP発光分析装置により定量し、溶解度及び溶解速度定数を算出する。例えば、測定元素は主要元素であるAl、Si、Naの3元素とすることができる。尚、繊維径を測定して単位表面積・単位時間当たりの溶出量である溶解速度定数（単位：ng/cm²・h）に換算してもよい。

[0036] 溶解速度定数は、好ましくは10ng/cm²・h以上、30ng/cm²・h以上、50ng/cm²・h以上、100ng/cm²・h以上、150ng/cm²・h以上、200ng/cm²・h以上、300ng/cm²・h以上、500ng/cm²・h以上、1000ng/cm²・h以上、1500ng/cm²・h以上である。

[0037] 本発明の無機繊維は、アルミナ反応性が低いことが好ましい。アルミナ反応性は、実施例の測定方法で、好ましくは溶融せず、さらに好ましくは溶融も付着もないことである。

[0038] 本発明の無機繊維は、好ましくは600℃以上、800℃以上、1000℃

℃以上、1100℃以上、1200℃以上、1300℃以上、1400℃以上で耐熱性を有する。具体的には、直径約7mm、高さ約15mmの円柱状サンプルを800～1400℃の所定温度で8時間加熱して求めた体積収縮率(%)が、1400℃－8時間で好ましくは35%以下、より好ましくは20%以下、最も好ましくは10%以下である。1300℃－8時間で好ましくは35%以下、より好ましくは20%以下、最も好ましくは10%以下である。1200℃－8時間で好ましくは35%以下、より好ましくは20%以下、最も好ましくは10%以下である。1100℃－8時間で好ましくは35%以下、より好ましくは20%以下、最も好ましくは10%以下である。1000℃－8時間で好ましくは35%以下、より好ましくは20%以下、最も好ましくは10%以下である。800℃－8時間で好ましくは35%以下、より好ましくは20%以下、最も好ましくは10%以下である。

[0039] 繊維の加熱収縮率は、繊維からフリース又はブランケットを製造して、600℃～1600℃の所定の温度で、8時間焼成した前後で測定することができる。製造した各サンプル表面に白金ピンを2点以上打ち込み、その白金ピン間の距離を加熱前後で測定し、その寸法変化率を加熱収縮率とする。

加熱収縮率は、各温度(600℃、800℃、1000℃、1100℃、1200℃、1300℃、1400℃、1500℃、1600℃)において、好ましくは50%以下、45%以下、40%以下、35%以下、30%以下、25%以下、20%以下、15%以下、さらに好ましくは10%以下、8%以下、最も好ましくは5%以下、3%以下、1%以下である。

[0040] さらに、本発明の無機繊維は、必須成分の種類が少なくできるので、配合過程の工数が減り、コスト減となる。また微妙な配合量を調整する成分の種類が少ないことは製造の困難性を低減する。

[0041] 本発明の繊維から、バルク、ブランケット、ブロック、ロープ、ヤーン、紡織品、界面活性剤を塗布した繊維、ショット(未繊維化物)を低減または取り除いたショットレスバルクや、水等の溶媒を使用し製造するボード、モールド、ペーパー、フェルト、コロイダルシリカを含浸したウェットフェル

ト等の定形品が得られる。また、それら定形品をコロイド等で処理した定形品が得られる。また、水等の溶媒を使用し製造する不定形材料（マスチック、キャスト、コーティング材等）も得られる。

また、上記定形品、不定形品と各種発熱体を組み合わせた構造体も得られる。

[0042] 本発明の繊維の具体的な用途として、熱処理装置、工業窯炉や焼却炉等の炉における目地材、耐火タイル、断熱レンガ、鉄皮、モルタル耐火物等の隙間を埋める目地材、シール材、パッキング材、クッション材、断熱材、耐火材、防火材、保温材、保護材、被覆材、ろ過材、フィルター材、絶縁材、目地材、充填材、補修材、耐熱材、不燃材、防音材、吸音材、摩擦材（例えばブレーキパット用添加材）、ガラス板・鋼板搬送用ロール、自動車触媒担体保持材、各種繊維強化複合材料（例えば繊維強化セメント、繊維強化プラスチック等の補強用繊維、耐熱材、耐火材の補強繊維、接着剤、コート材等の補強繊維）等が例示される。

実施例

[0043] 実施例 1 ～ 196, 比較例 1

表 1 に示す組成を有する繊維を熔融法で製造し、以下の方法で耐熱性とアルミナ反応性について検討した。結果を表 1 に示す。

また、実施例 4, 11, 19, 33, 40, 41, 47, 51, 54, 58, 59, 62, 63, 76, 77, 87, 93, 94, 102, 107, 111, 124, 143, 149, 158, 161, 168, 176, 180, 190 の組成を図 1 に示す。

[0044] (耐熱性)

繊維の耐熱性の評価として加熱収縮率を測定した。

繊維の加熱収縮率は、繊維からフリース又はブランケット（縦横 50 mm、厚み 5 ～ 50 mm）を製造して、600℃～1400℃の所定の温度で、8 時間焼成した前後で測定した。

製造した各サンプル表面に白金ピンを 2 点以上打ち込み、その白金ピン間

の距離を加熱前後で測定し、その寸法変化率を加熱収縮率とした。

[0045] (アルミナ反応性)

純度99%以上のアルミナ粉末約1gを、直径17mmの金型でプレス成形しペレットとした。このペレットを、繊維から製造したフリース状またはブランケット（縦横50mm、厚み5～50mm）のサンプル上に置いて、この状態で加熱し、加熱後の反応性を確認した。ペレットと全く反応していない場合を○、サンプルと軽い付着（簡単に手でペレットがはがせ、外観でペレットとサンプルが溶融していない状態）を△、反応有り（ペレットとサンプルが溶融し付着している状態）を×とした。

[0046] (生体溶解性)

以下の方法で、未加熱の繊維の生体溶解性、及び1400℃、8時間での加熱後の繊維の生体溶解性を測定した。

繊維を、メンブレンフィルター上に置き、繊維上にマイクロポンプによりpH4.5又はpH7.4の生理食塩水を滴下させ、繊維、フィルターを通った濾液を容器内に貯めた。貯めた濾液を24時間経過後に取り出し、溶出成分をICP発光分析装置により定量し、溶解度を算出した。測定元素は主要元素であるAl、Si、Naの3元素とした。平均繊維径を測定して単位表面積・単位時間当たりの溶出量である溶解速度定数（単位： $\text{ng}/\text{cm}^2 \cdot \text{h}$ ）に換算した。

平均繊維径は以下の方法で測定した。

400本以上の繊維を、電子顕微鏡で観察・撮影した後、撮影した繊維について、その径を計測し、全計測繊維の平均値を平均繊維径とした。

[0047] (製織性)

スピニング法又はブロー法での製織性について評価した。

いずれかの方法において製織され吸引チャンバーにて集綿した際の際の原綿が、フリース状になる場合を◎、フリース状になるが大ショットが多い場合を○、繊維状物質は得られるがフリース状にならない場合を△、繊維状物質が得られない場合を×とした。

[0048] (繊維状態)

上記の評価にて◎及び○のサンプルにてフリース状サンプルの繊維状態を評価した。

フリース状でのハンドリングが良好な場合を◎、ハンドリングは良好であるが大ショットが多い場合を○、ハンドリングするとフリースが部分的に千切れる場合を△、ハンドリングするだけでフリースが崩れる場合を×とした

。

[0049]

[表1-2]

[illegible]

[表1-3]

[illegible]

[表1-4]

	組成(wt%)								加熱収縮率(%):各温度×8hr					溶解性 (ng/cm ² ・h)		1400°C加熱後 溶解性 (ng/cm ² ・h)				平均 纖維径 (μm)	製 織 性	纖 維 狀 態
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	MgO	CaO	Fe ₂ O ₃	ZrO ₂	600°C	800°C	1000°C	1200°C	1400°C	PH4.5	PH7.4	PH4.5	PH7.4	600°C	1000°C	1200°C	1400°C		
実施例 49	38.4	41.5	20.0	0.0	0.0	0.0	0.0															◎
実施例 50	38.2	42.2	19.5	0.0		0.0					7.7	14.4										◎
実施例 51	41.1	36.7	22.2		0.0	0.0	0.0			5.3		3.3										◎
実施例 52	24.1	51.0	24.8			0.1						2.2										◎
実施例 53	23.7	52.0	23.9	0.3		0.0						2.2										◎
実施例 54	17.5	61.3	21.2		0.0	0.0	0.0			2.9		5.9										◎
実施例 55	38.0	41.9	20.0	0.0	0.0	0.0	0.0		0.6	5.5	5.4	23.2										◎
実施例 56	24.6	39.9	19.3			0.0	16.1				2.4	2.6								2.8		◎
実施例 57	30.9	45.4	23.7			0.0			0.0	0.7	0.8	1.5										◎
実施例 58	40.3	37.2	22.5		0.0	0.0	0.0			2.8		3.6										◎
実施例 59	39.1	38.3	22.5		0.0	0.0	0.0			3.2		4.5										◎
実施例 60	31.5	47.1	21.2	0.0	0.0	0.0	0.0															◎
実施例 61	30.2	48.4	21.3	0.0	0.0	0.0	0.0															◎
実施例 62	16.5	62.8	20.7		0.0	0.0	0.0															◎
実施例 63	15.7	63.4	20.9		0.0	0.0	0.0	0.2	0.8	1.8	2.6	5.5	1557	543	1764	1004	○	○	○	○	1.8	◎

[表1-5]

[illegible]

[表1-6]

	組成(wt%)								加熱収縮率(%):各温度×9hr					溶解性 (ng/cm ² ・h)		1400°C加熱後 溶解性 (ng/cm ² ・h)				平均 纖維徑 (μm)	製 纖維 性	纖 維 狀 態
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	MgO	CaO	Fe ₂ O ₃	ZrO ₂	600°C	800°C	1000°C	1200°C	1400°C	PH4.5	PH7.4	PH4.5	PH7.4	600°C	1000°C	1200°C	1400°C		
実施例 80	37.9	37.3	24.6			0.1	0.0		1.0	1.7	6.1	9.8										◎
実施例 81	19.0	55.6	25.2								1.6	3.8										◎
実施例 82	18.4	55.7	25.8									3.8										◎
実施例 83	29.2	44.4	25.2	1.1		0.0						2.1										◎
実施例 84	28.7	45.0	23.4			0.0	2.9				2.0	2.6										◎
実施例 85	36.1	38.5	23.0			0.0	2.2		0.1	3.0	2.5	2.8										◎
実施例 86	38.2	34.8	26.8			0.1																◎
実施例 87	29.8	48.2	22.0		0.0	0.0	0.0			8.4		9.7										◎
実施例 88	23.7	50.0	23.2	3.0		0.1						1.9										◎
実施例 89	22.8	49.5	23.5	4.0	0.1	0.1						2.1	1770	547			○	○	○	○	2.2	◎
実施例 90	22.6	48.6	22.9	5.5	0.2	0.1																◎
実施例 91	21.3	53.6	25.1	0.0	0.0	0.0	0.0															◎
実施例 92	33.8	40.7	25.5	0.0	0.0	0.0	0.0		0.9	0.9	1.2	2.0										◎
実施例 93	28.2	50.1	21.7		0.0	0.0	0.0			10.1		11.4										◎
実施例 94	25.9	52.2	21.9		0.0	0.0	0.0	0.3	0.4	10.5	8.7	13.0	2782	1037	3637	1554	○	○	○	○	2.8	◎

[表1-7]

[illegible]

[表1-8]

[illegible]

[表1-9]

	組成(wt%)								加熱収縮率(%):各温度×8hr						溶解性 (ng/cm2・h)		1400℃加熱後 溶解性 (ng/cm2・h)				耐アルミナ反応性				平均 繊維径 (μm)	製 織 性	織 維 状 態
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	MgO	CaO	Fe ₂ O ₃	ZrO ₂	600℃	800℃	1000℃	1200℃	1400℃	PH4.5	PH7.4	PH4.5	PH7.4	600℃	1000℃	1200℃	1400℃							
実施例 127	23.1	51.0	24.4	1.5		0.1						2.2	3081	1100			○	○	○	○		3.6	◎	◎			
実施例 128	23.1	50.7	24.2	1.9		0.1						1.6											◎	◎			
実施例 129	31.5	42.4	26.1						0.7	0.6	0.9	2.1	5865	2236			○	○	○	○		4.1	◎	◎			
実施例 130	31.1	45.1	23.7			0.0			0.3	1.1	1.4	1.7	3208	1739	3078	1149	○	○	○	○		3.1	◎	◎			
実施例 131	30.6	44.9	24.4			0.1			0.0	1.2	1.5	1.9											◎	◎			
実施例 132	18.6	54.3	26.0	0.0	0.8	0.0	0.0		0.6	1.0	1.7	3.5											◎	◎			
実施例 133	44.3	36.7	18.9								29.0												◎	◎			
実施例 134	41.7	37.0	21.1			0.0																	◎	◎			
実施例 135	40.9	37.0	22.1			0.0					11.4	20.8											◎	◎			
実施例 136	33.9	42.4	23.7	0.0	0.0	0.0	0.0				1.1	2.4											◎	◎			
実施例 137	22.4	54.6	22.9		0.0	0.1					2.0	3.8	3727	2280			○	○	○	○		3.8	◎	◎			
実施例 138	35.8	40.5	23.5			0.1	0.0																◎	◎			
実施例 139	35.4	40.5	24.0				0.2		0.1	1.5	1.6	2.0											◎	◎			
実施例 140	33.1	42.5	24.4			0.0			0.8	0.9	0.9	1.7	5809	2134			○	○	○	○		4.0	◎	◎			
実施例 141	34.8	40.4	24.7	0.0	0.0	0.0	0.0				1.0	1.6											◎	◎			
実施例 142	27.8	44.6	23.3			0.1	4.2				2.1	2.8	4789	1306			○	○	○	○		3.6	◎	◎			

[表1-10]

[illegible]

[表1-11]

	組成(wt%)								加熱収縮率(%):各温度×8hr					溶解性 (ng/cm ² ・h)		耐アルミナ反応性				平均 繊維径 (μm)	製 織 性	織 維 状 態	
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	MgO	CaO	Fe ₂ O ₃	ZrO ₂	600℃	800℃	1000℃	1200℃	1400℃	PH4.5	PH7.4	600℃	1000℃	1200℃	1400℃					
実施例 158	27.2	52.2	20.6		0.0	0.0	0.0			10.8		13.1										◎	◎
実施例 159	32.2	43.2	24.5			0.0			0.0	0.7	0.9	1.3	4403	2115	6372	2139	○	○	○	○	3.9	◎	◎
実施例 160	37.0	38.2	24.8	0.0	0.0	0.0	0.0				7.3	12.0										◎	◎
実施例 161	44.4	43.5	12.1		0.0	0.0	0.0															◎	◎
実施例 162	37.5	37.0	25.4	0.0	0.0	0.0	0.0															◎	◎
実施例 163	36.2	39.1	24.6			0.0					1.8	6.0										◎	◎
実施例 164	35.0	40.2	24.7			0.0					1.5	2.8										◎	◎
実施例 165	38.8	35.7	25.4	0.0	0.0	0.0	0.0															◎	◎
実施例 166	33.0	43.2	23.8			0.0					1.9	2.8										◎	◎
実施例 167	23.1	56.5	20.4	0.0	0.0	0.0	0.0															◎	◎
実施例 168	33.4	45.0	21.6		0.0	0.0	0.0	0.2	0.3	5.9	4.4	6.7	6268	2563	8853	1636	○	○	○	○	4.0	◎	◎
実施例 169	27.4	43.6	22.0			0.1	6.9				2.1	2.8										◎	◎
実施例 170	35.8	38.5	25.5	0.0	0.0	0.0	0.0				4.6	7.4										◎	◎
実施例 171	38.0	36.0	25.9			0.0																◎	◎
実施例 172	29.3	47.0	23.4			0.1	0.2				1.6	2.5	4408	1697			○	○	○	○	3.5	◎	◎
実施例 173	16.3	63.5	20.1						0.0	2.2	3.1	5.5	2576	889			○	○	○	○	2.3	◎	◎

[表1-12]

	組成(wt%)							加熱収縮率(%):各温度×8hr					溶解性 (ng/cm ² ・h)		1400°C加熱後 溶解性 (ng/cm ² ・h)				平均 纖維径 (μm)	製 織 性	纖 維 狀 態
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	MgO	CaO	Fe ₂ O ₃	ZrO ₂	600°C	800°C	1000°C	1200°C	1400°C	PH4.5	PH7.4	PH4.5	PH7.4	600°C	1000°C	1200°C	1400°C	
実施例 174	35.5	43.4	21.1	0.0	0.0	0.0	0.0														◎
実施例 175	20.3	59.6	19.5				0.6				3.2	7.0									◎
実施例 176	44.2	44.6	11.2		0.0	0.0	0.0			15.8		44.8									◎
実施例 177	31.4	44.8	23.7			0.1					2.0	2.5									◎
実施例 178	30.7	44.8	24.3			0.0			0.6	1.2	1.8	2.3									◎
実施例 179	32.5	35.2	22.2			0.1	9.9		0.2	1.6	1.6	2.4	4438	1793		1571	○	○	○	○	◎
実施例 180	21.0	58.5	20.5		0.0	0.0	0.0			3.9		7.3									◎
実施例 181	31.1	43.9	23.0	1.9		0.1						2.5									◎
実施例 182	30.0	42.7	23.9	3.3		0.1						2.6	3476	938			○	○	○	○	◎
実施例 183	35.5	39.5	24.9	0.0	0.1	0.0	0.0				1.3	4.9									◎
実施例 184	30.8	43.9	25.2								0.5	1.7									◎
実施例 185	31.4	47.2	21.3																		◎
実施例 186	29.4	44.8	24.8	0.9		0.1						2.0									◎
実施例 187	38.0	36.1	26.0	0.0	0.0	0.0	0.0		1.3	2.7											◎
実施例 188	31.8	34.1	19.9			0.1	14.1		0.4	3.8	3.8	4.5	3917	1484		1288	○	○	○	○	◎
実施例 189	32.2	42.5	25.3			0.0						1.6									◎

[表1-13]

[illegible]

[0050] 実施例 197～216

表 2 に示す繊維組成について以下のように検討した。

まず、表 2 に示す組成となるように原料を混合し、プレス加工して成形体を得た。この成形体を加熱溶融し、急冷して得られた物を粉砕しサンプルを得た。このサンプルを用いて以下の方法で評価した。比較のため比較例 1 の繊維も同様に評価した。その結果を表 2 に示す。

[0051] (生体溶解性)

サンプル 1 g を、pH 4.5 の生理食塩水 150 mL が入った三角フラスコ（容積 300 mL）に入れた。このフラスコを、37℃のインキュベーター内に設置して、毎分 120 回転の水平振動を 2.5 時間継続した。その後、ろ過により得られた濾液に含有されている各元素の量 (mg) を ICP 発光分析装置により測定し、その合計を溶出量とした (mg/サンプル 1 g)。

[0052] (アルミナ反応性)

サンプルを成形して、直径約 7 mm、厚み約 5 mm の円柱状サンプルを得た。この円柱状サンプルをアルミナ板に載せて、1400℃8 時間加熱して、付着や溶融の有無を観察した。円柱状サンプルが溶融したときは 4、付着したときは 3、付着しないが痕が残ったときは 2、付着もせず痕も残らないときは 1 とした。

[0053]

[表2]

	組成(wt%)							溶出量 (mg/試料 g)	耐アルミ 反応性
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	MgO	CaO	Fe ₂ O ₃	ZnO	pH4.5	1400°C-8h
実施例 197	32.12	42.22	25.46		0.14		0.04	19.1	1
実施例 198	24.50	54.99	20.25	0.15	0.06		0.04	14.9	1
実施例 199	12.23	72.14	15.61			0.04	0.02	15.0	1
実施例 200	5.49	75.32	18.96	0.18		0.05		2.9	1
実施例 201	9.65	69.70	20.56		0.04	0.05		3.3	1
実施例 202	15.29	67.10	17.41	0.11		0.05		2.1	1
実施例 203	19.44	67.24	13.27			0.05		1.2	1
実施例 204	22.43	63.86	13.67			0.05		11.6	1
実施例 205	25.94	54.69	19.24		0.07	0.06		13.5	1
実施例 206	33.93	43.76	21.93	0.13	0.17	0.07		17.5	1
実施例 207	41.53	22.92	35.55		0.00			51.1	4
実施例 208	55.54	12.70	31.41	0.25	0.10			109.2	4
実施例 209	38.32	15.30	45.91	0.30	0.17			52.8	4
実施例 210	36.36	27.66	35.89		0.09			101.1	4
実施例 211	30.21	50.48	19.02	0.15	0.10	0.03		2.8	1
実施例 212	14.90	67.46	17.59		0.05			2.9	1
実施例 213	37.20	16.71	45.86		0.19	0.04		268.8	4
実施例 214	34.75	45.49	19.69		0.08			3.3	1
実施例 215	14.25	66.26	19.35		0.10	0.04		8.2	1
実施例 216	30.46	33.23	35.65	0.20	0.34			122.1	4
比較例 1	70.30	1.40		0.50	26.76			6.2	4

産業上の利用可能性

[0054] 本発明の無機繊維は、断熱材、またアスベストの代替品として、様々な用途に用いることができる。

[0055] 上記に本発明の実施形態及び／又は実施例を幾つか詳細に説明したが、当業者は、本発明の新規な教示及び効果から実質的に離れることなく、これら例示である実施形態及び／又は実施例に多くの変更を加えることが容易である。従って、これらの多くの変更は本発明の範囲に含まれる。

この明細書に記載の文献及び本願の pari 優先の基礎となる日本出願明細書及び米国仮出願明細書の内容を全てここに援用する。

請求の範囲

- [請求項1] Na_2O 、 SiO_2 及び Al_2O_3 を、主成分として含み、 600°C でアルミナと反応しない無機繊維。
- [請求項2] 図1に示す、 $\text{Na}_2\text{O}-\text{SiO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$ の状態図において、以下の点A、点B、点Cで囲まれる範囲の組成を有し、
 Na_2O 、 SiO_2 及び Al_2O_3 を含むときは、前記3成分を主成分として含み、
 Na_2O 及び SiO_2 を含み Al_2O_3 は含まないときは、前記2成分を主成分として含み、
 Na_2O 及び Al_2O_3 を含み SiO_2 は含まないときは、前記2成分を主成分として含み、
 $\text{Na}_2\text{O} + \text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 \geq 80$ 重量%である無機繊維。
点A：($\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 5 : 95 : 0$)
点B：($\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 40 : 0 : 60$)
点C：($\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 5 : 0 : 95$)
- [請求項3] 以下の組成を有し、
 Na_2O 、 SiO_2 及び Al_2O_3 を含むときは、前記3成分を主成分として含み、
 Na_2O 及び Al_2O_3 を含み SiO_2 は含まないときは、前記2成分を主成分として含み、
 Na_2O 及び SiO_2 を含み Al_2O_3 は含まないときは、前記2成分を主成分として含む
無機繊維。
 $\text{Na}_2\text{O} : 5 \sim 50$ 重量%
 $\text{SiO}_2 : 0 \sim 95$ 重量%
 $\text{Al}_2\text{O}_3 : 0 \sim 95$ 重量%
 $\text{Na}_2\text{O} + \text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 \geq 80$ 重量%
- [請求項4] 以下の組成を有する請求項3記載の無機繊維。

Na_2O : 5 ~ 40 重量%

SiO_2 : 0 ~ 75 重量%

Al_2O_3 : 20 ~ 95 重量%

[請求項5] 以下の組成を有する請求項3記載の無機繊維。

Na_2O : 10 ~ 40 重量%

SiO_2 : 0 ~ 58 重量%

Al_2O_3 : 32 ~ 90 重量%

[請求項6] 以下の組成を有する請求項4記載の無機繊維。

Na_2O : 15 ~ 38 重量%

SiO_2 : 0 ~ 51 重量%

Al_2O_3 : 34 ~ 85 重量%

[請求項7] 図2に示す、 $\text{Na}_2\text{O}-\text{SiO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$ の状態図において、以下の点D、点F、点C、点Eで囲まれる範囲の組成を有し、

Na_2O 、 SiO_2 及び Al_2O_3 を含むときは、前記3成分を主成分として含み、

Na_2O 及び Al_2O_3 を含み SiO_2 は含まないときは、前記2成分を主成分として含み、

$\text{Na}_2\text{O} + \text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 \geq 80$ 重量%である無機繊維。

点D : ($\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 23 : 45 : 32$)

点F : ($\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 38 : 0 : 62$)

点C : ($\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 5 : 0 : 95$)

点E : ($\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 5 : 10 : 85$)

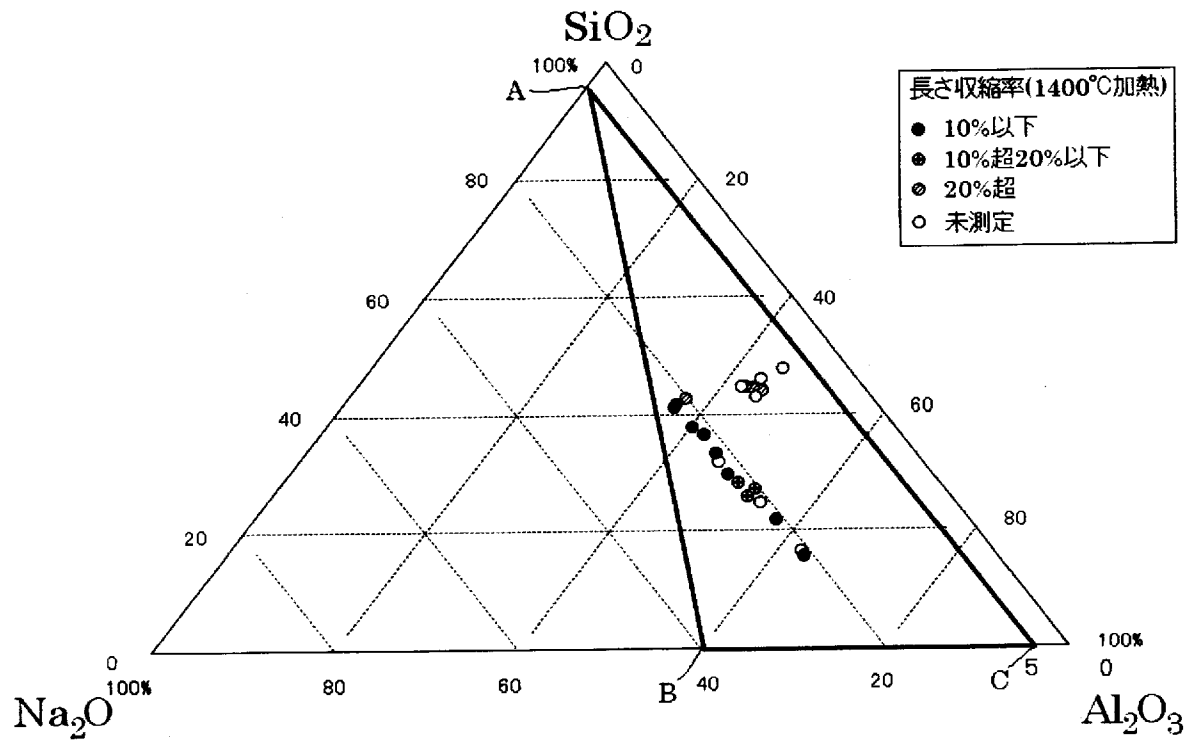
[請求項8] SiO_2 量が25重量%以下である請求項1~7のいずれか記載の無機繊維。

[請求項9] SiO_2 量が28.5重量%~45.0重量%である請求項1~7のいずれか記載の無機繊維。

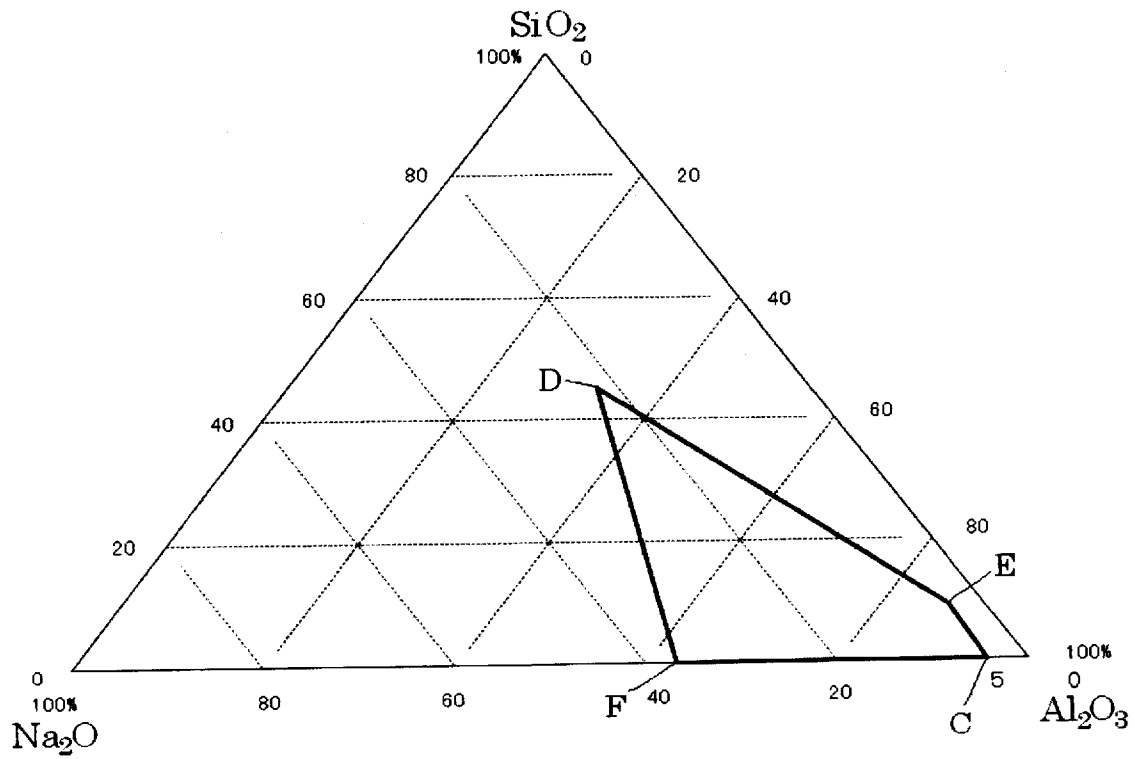
[請求項10] Na_2O 量が15重量%~30重量%である請求項1~9のいずれか記載の無機繊維。

- [請求項11] Na_2O 量が18重量%～28重量%である請求項10記載の無機繊維。
- [請求項12] Al_2O_3 量が80重量%以下である請求項1～11のいずれか記載の無機繊維。
- [請求項13] Al_2O_3 量が70重量%以下である請求項12記載の無機繊維。
- [請求項14] 熔融法で製造する請求項1～13のいずれか記載の無機繊維の製造方法。

[図1]



[図2]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/002506

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

D01F9/08(2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

D01F9/08-9/32, C03C1/00-14/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2013

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2013 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2013

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	JP 05-097426 A (Mizusawa Industrial Chemicals, Ltd.), 20 April 1993 (20.04.1993), claim 1; examples (Family: none)	1-7, 9-13 8, 14
X A	WO 2011/017343 A2 (PPG INDUSTRIES OHIO, INC.), 10 February 2011 (10.02.2011), claims 1, 24 to 26; examples & JP 2013-500938 A & US 2011/0028606 A1 & EP 2462068 A2 & CN 102471132 A	1, 3, 10-14 2, 4-9

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
09 July, 2013 (09.07.13)Date of mailing of the international search report
16 July, 2013 (16.07.13)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/002506

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2005-514318 A (The Morgan Crucible Company PLC), 19 May 2005 (19.05.2005), claim 1; paragraph [0017] & WO 2003/059835 A1 & US 2004/0254056 A1 & EP 1474366 A1 & CN 1612845 A	1-14
A	JP 2008-534421 A (Saint-Gobain Isover), 28 August 2008 (28.08.2008), claim 1 & WO 2006/103377 A2 & US 2009/0042030 A1 & KR 10-2007-0114771 A & EP 1868952 A2	1-14

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. D01F9/08(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. D01F9/08-9/32, C03C1/00-14/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 3 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 3 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 3 年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X A	JP 05-097426 A (水澤化学工業株式会社) 1993. 04. 20, [請求項 1], 実施例 (ファミリーなし)	1-7, 9-13 8, 14
X A	WO 2011/017343 A2 (PPG INDUSTRIES OHIO, INC.) 2011. 02. 10, 請求の範囲第 1 項, 第 24 項 - 第 26 項, 実施例 & JP 2013-500938 A & US 2011/0028606 A1 & EP 2462068 A2 & CN 102471132 A	1, 3, 10-14 2, 4-9

☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の 1 以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

0 9 . 0 7 . 2 0 1 3

国際調査報告の発送日

1 6 . 0 7 . 2 0 1 3

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号

特許庁審査官 (権限のある職員)

宮崎 大輔

4 S

4 6 7 6

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 7 4

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2005-514318 A (ザ・モーガン・クルーシブル・カンパニー・ピーエルシー) 2005.05.19, [請求項1], [0017] & WO 2003/059835 A1 & US 2004/0254056 A1 & EP 1474366 A1 & CN 1612845 A	1-14
A	JP 2008-534421 A (サンーゴバン・イソベール) 2008.08.28, [請求項1] & WO 2006/103377 A2 & US 2009/0042030 A1 & KR 10-2007-0114771 A & EP 1868952 A2	1-14