

【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1区分

【発行日】平成25年12月12日(2013.12.12)

【公表番号】特表2011-502100(P2011-502100A)

【公表日】平成23年1月20日(2011.1.20)

【年通号数】公開・登録公報2011-003

【出願番号】特願2010-532057(P2010-532057)

【国際特許分類】

C 0 4 B 35/16 (2006.01)

C 0 3 B 5/43 (2006.01)

【F I】

C 0 4 B 35/16 Z N M B

C 0 3 B 5/43

【誤訳訂正書】

【提出日】平成25年10月22日(2013.10.22)

【誤訳訂正1】

【訂正対象書類名】特許請求の範囲

【訂正対象項目名】全文

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

ジルコン粉末を焼結助剤と接触させる工程を有してなる、セラミック組成物の製造方法であって、

前記焼結助剤が、チタニウム含有化合物、鉄含有化合物、またはそれらの組合せのうち少なくとも1つを含み、かつ、液体、ゾル、またはそれらの組合せの形態であることを特徴とする方法。

【請求項2】

前記焼結助剤が、10nm~200nmの平均粒径を有する複数の懸濁ナノ粒子を含有するゾルを含んでなることを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項3】

前記ジルコン粉末が0.1μm~150μmの粒径範囲を有することを特徴とする請求項1または2記載の方法。

【請求項4】

最終的なセラミック組成物が焼結の際に0.01重量%~2重量%の前記焼結助剤を含有する量で、前記焼結助剤が含まれることを特徴とする請求項1~3いずれか1項記載の方法。

【請求項5】

接触後に、前記ジルコン粉末が、前記焼結助剤で実質的に均一にコーティングされることを特徴とする請求項1~4いずれか1項記載の方法。

【請求項6】

接触後に、前記接触したジルコン粉末および焼結助剤を所望の形状に成形する工程をさらに有してなり、

前記成形が、押出成形法、等方加圧法、スリップキャスト法、またはそれらの組合せのうち少なくとも1つを含むことを特徴とする請求項1~5いずれか1項記載の方法。

【請求項7】

前記所望の形状がアイソパイプを含むことを特徴とする請求項6項記載の方法。

【請求項 8】

前記所望の形状を、セラミック体を形成するのに十分な時間および温度で焼成する工程をさらに有してなることを特徴とする請求項6または7項記載の方法。

【請求項 9】

前記焼成が、前記所望の形状を1 4 0 0 ~ 1 6 5 0 の温度で1 ~ 4 8 時間加熱することを含むことを特徴とする請求項8項記載の方法。

【誤訳訂正 2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 2 8

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 2 8】

本明細書に記載するようなジルコン・アイソパイプは、予備成形された市販のジルコン材料（Ferro Corporation社（米国ニューヨーク州ペンヤン所在）製）から構成されうる。予備成形されたジルコン材料は粒径によってクラス化することができ、1つ以上のクラスを混合して、アイソパイプの形成に有用なジルコンを生産することができる。1つ以上の従来のジルコン材料は、アイソパイプなどの所望の形状に成形し、焼成し、多結晶の耐火セラミック体を生産することができる。これらの耐火セラミック体の形成における課題は、クリープに対して耐性の密な構造を達成することである。本明細書ではクリープとは、応力を軽減するために材料が移動または変形する傾向のことをいう。このような変形は、例えば高温において、材料の降伏力または極限強さ未満の応力レベルへの長時間の曝露の結果として生じうる。例えばアイソパイプなどの耐火材料のクリープ率の低下は、使用の間のたるみを減じる結果となりうる。クリープ率は、粒界および/または三重点に位置する大量の孔隙を有するものなど、低密度または高い粒界濃度の耐火材料において増大しうる。

【誤訳訂正 3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 2 9

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 2 9】

クリープは、ナバロ・ヘリング（Nabarro-Herring）クリープ（粒子内にバルク拡散させる応力）および/またはコブル（Cobble）クリープ（粒界の拡散）など、さまざまな形態で生じうる。理論に縛られることは望まないが、ナバロ・ヘリングクリープは、粒子内の孔隙の濃度および大きさに関係しうる。粒子内の孔隙の濃度および/または大きさの減少はクリープ抵抗の増大を生じうる。同様に、コブル・クリープは、多結晶の材料の粒界に沿って生じる大量輸送現象に関係しうるが、粒子サイズにさらに敏感であるのみならず、粒子サイズに対して逆方向にも関係しうる。従来のジルコンの耐火セラミックは、大きい粒子サイズを有するジルコン材料を含み、粒界を最小化し、それによってコブル・クリープを最小化する。大きい粒子サイズを有するジルコン材料の使用はコブル・クリープの影響を低減することができるが、同時に、焼結および/または緻密化の困難性の理由から、耐火物内の孔隙の濃度およびサイズを増大させる結果となりうる。

【誤訳訂正 4】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 3 1

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 3 1】

本発明は、ジルコン粉末と焼結助剤を包含する新規のセラミック組成物の製造方法を提供し、ここで焼結助剤は液体、ナノ粒子ゾル、またはそれらの組合せの形態である。理論

に縛られることは望まないが、液体および/またはナノ粒子ゾルの焼結助剤の使用は、粉末化したジルコン粒子における焼結助剤の分散の改善および/またはコーティングの促進をすることができる。これらの分散の改善は、例えば低い粒界濃度を有するが、均一な微細構造、低い粒界濃度、高い粒界強度、および低クリープ率を有する、セラミック物品または耐火セラミック体を提供できる。

【誤訳訂正5】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0033

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0033】

別の態様では、焼結助剤はナノ粒子ゾルなどのゾルの形態である。本明細書では「ゾル」とは、液体中の複数の粒子の懸濁液のことを称することを意図している。ナノ粒子ゾルにおける粒子のいずれの1つまたは複数においても、大きさ、組成物、および濃度はさまざまでありうる。ナノ粒子ゾルはまた、1種類以上の液体に懸濁した1種類以上の個々の焼結助剤材料をも含む。1つの態様では、焼結助剤は約1~約1000nmの平均粒径を有する懸濁した粒子を含むナノ粒子ゾルであり、例えば、約1、2、3、5、7、9、10、20、25、30、40、50、60、80、100、150、200、250、300、400、500、650、750、800、900、または1000nmである。他の態様では、焼結助剤は約1nm~約200nmの粒径を有する懸濁した粒子を含むナノ粒子ゾルであり、例えば、約1、2、3、5、7、9、10、20、25、30、40、50、60、80、100、150、または200nmである；約10nm~約200nmであり、例えば、約10、20、25、30、40、50、60、80、100、150、または200nmである；あるいは約20nm~約80nmであり、例えば、約20、25、30、40、50、60、または80nmである。特定の態様では、焼結助剤は約50nmの平均粒径を有する懸濁した粒子を含むナノ粒子ゾルである。ナノ粒子ゾルを形成するための1種類以上の液体に懸濁したいずれの1つ以上の個々の焼結助剤材料の粒径も、分布特性を有していて差し支えなく、所定の焼結助剤材料内の特定の粒径分布はさまざまであってもよいことに留意されたい。

【誤訳訂正6】

【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】

本発明の焼結助剤は、例えば、セラミック粒子の焼結の改善、粒界の強化、またはそれらの組合せなど、セラミック組成物に1つ以上の利益を提供することができる。いずれの焼結助剤材料も、本明細書に記載される利益のうち1つ以上を提供することができる。個々の焼結助剤材料の特定の利益およびその程度は互いに他のものと違っていても差し支えなく、1つ以上の個々の焼結助剤材料を、特定の用途のための利益の、バランスの取れた、または適合した組合せを提供するために選択することができる。例えば、二酸化チタンの焼結助剤材料および/またはそれらの前駆体は、ジルコン材料のための焼結および/または粒界を強化する機能を果たすことができる。あるいは、酸化鉄の焼結材料は、セラミック組成物の焼結の改善を提供することができる。焼結助剤およびそれらの前駆体は市販されている。当業者は、本発明の方法と共に使用するための適切な液体および/またはゾル焼結助剤を容易に選択することができる。

【誤訳訂正7】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0042

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0042】

特定のジルコン粉末の平均粒径、メジアン粒径 (D_{50})、および粒径分布はさまざまであって差し支えなく、本発明は、特定の粒径または分布に限定されることを意図していない。1つの態様では、ジルコン粉末は、約 $2\ \mu\text{m}$ ~ 約 $20\ \mu\text{m}$ 、例えば、約 2、2.5、3、3.5、4、4.5、5、5.5、6、6.5、7、7.5、8、8.5、9、9.5、10、12、14、16、18、19、または $20\ \mu\text{m}$ の D_{50} ；または約 $3\ \mu\text{m}$ ~ 約 $10\ \mu\text{m}$ 、例えば、約 3、3.5、4、4.5、5、5.5、6、6.5、7、7.5、8、8.5、9、9.5、または $10\ \mu\text{m}$ の D_{50} を有する。別の態様では、ジルコン粉末は、約 $0.3\ \mu\text{m}$ の D_{10} および約 $30\ \mu\text{m}$ の D_{90} を有する幅広い粒径分布を有する。このようなジルコン粉末は、大きい平均粒径、低い粒界濃度を有することが可能であって、焼成したジルコン・セラミック物品におけるコブル・クリープを低減させることができる。

【誤訳訂正8】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0043

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0043】

本発明のセラミック組成物は、本明細書に記載される1種類以上の焼結助剤を、任意の適切な量で含みうる。セラミック組成物における焼結助剤の具体的な濃度は、例えば焼成したセラミック物品の、例えば意図される用途および所望の特性に応じて変わりうる。さまざまな態様では、セラミック組成物は、1種類以上の焼結助剤を、固形物に基づいて、約 0.01 重量% ~ 約 1 重量%、例えば、約 0.01、0.02、0.03、0.05、0.08、0.10、0.12、0.14、0.16、0.18、0.20、0.24、0.28、0.30、0.35、0.4、0.45、0.5、0.6、0.8、0.9、または 1.0 重量% 含みうる；または約 0.01 重量% ~ 約 0.5 重量%、例えば、約 0.01、0.02、0.03、0.05、0.08、0.10、0.12、0.14、0.16、0.18、0.20、0.24、0.28、0.30、0.35、0.4、0.45、または 0.5 重量% 含みうる。他の態様では、セラミック組成物は、1種類以上の焼結助剤を、0.01 重量% 未満で、または 0.5 重量% を超えて含みうる。本発明の液体および/またはゾル焼結助剤は、とりわけジルコン粉末粒子を伝統的な粉末化焼結助剤よりも効率的にコーティングおよび/または分散することができ、したがって、従来の方法および材料と比較して焼結助剤の濃度を低減することができる。約 1 重量% を超える量の焼結助剤もセラミック組成物に用いることができるが、そのような濃度は、さまざまな用途において、不純物として作用しうる、および/または、軟らかいセラミック物品を生じる結果となりうる。好ましい態様では、焼成したセラミック物品の所望の特性を提供するために必要な量の焼結助剤のみがセラミック組成物に存在する。

【誤訳訂正9】

【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】

ジルコンのアイソパイブ固形物の調製

本発明のセラミック組成物は、さまざまな態様において、ジルコン粉末を液体および/またはゾル焼結助剤と接触および/または混合することにより調製されうる。他の態様では、同一または異なる粒径分布を有する1つ以上のジルコン粉末を、1種類以上の液体および/またはゾル焼結助剤と接触させることができる。ジルコン粉末と焼結助剤を混合する方法はさまざまであってよく、焼結助剤をジルコン粉末上にコーティングおよび/または実質的に均一に分散させることができる任意の適切な方法でありうる。1つの態様では

、接触方法は、焼結助剤を均一に分散してジルコン粉末粒子のそれぞれの表面にコーティングを提供する。別の態様では、接触方法は、ボールミル粉碎の工程を含んでもよく、ここでジルコン粉末は液体またはゾル焼結助剤でコーティングされる。

【誤訳訂正 10】

【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 1 - ジルコンのアイソパイプ・バーの調製

第 1 の実施例では、下記表 1 に示すジルコン組成物からセラミック物品を調製した。形成の前に、粉末体積のさらなる減少が生じなくなるまで、メス・シリンダー中の粉末を 3 ~ 5 分間、軽く叩くことによって、各ジルコン組成物のタップ密度を測定した。次に粉末を 124100 kPa (18,000 psi) で 30 ~ 60 秒間、等方加圧した。1600 で 24 時間焼成することによってジルコン・セラミックを調製した。ジルコンのアイソ・バー (iso-bars) (3 mm x 5 mm x 160 mm のバー) 上で幾何学的密度を測定した。次に、周囲条件で、4 点破壊応力 (MOR) 試験によって機械的強度を測定した。クリープ率もまた、1000 psi の負荷を用いて 1180 で測定し、材料のクリープの第 2 段階 (クリープ安定段階) を示した。

【表 1】

表 1 添加物の有無とジルコンの特性

サンプル	タップ密度 (g/cm ³)	幾何学的密度 (g/cm ³)	MOR (psi)	クリープ率 (10 ⁻⁶ /時間)	コーティング	コメント
A	1.89	3.859	17,650	1.78	なし	乾燥混合物
B	2.00	3.837	18,350	1.74	なし	噴霧乾燥形態の H ₂ O
C	2.22	3.924	18,184	1.26	なし	噴霧乾燥形態の IPA
D	2.38	4.101	21,924	0.73	あり	TiO ₂ /IPA 使用 噴霧乾燥形態の IPA
E	2.33	3.987	18,151	0.42	あり	TiO ₂ /H ₂ O 使用 噴霧乾燥形態の H ₂ O

【誤訳訂正 11】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0055

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0055】

例えばサンプル A からサンプル B への、タップ密度における改善は、噴霧乾燥工程によるものでありうる。さらには、サンプル B および C からサンプル D および E への、例えば密度および / または MOR の増大における差異の原因は、助剤の使用に起因しうる。さらに重要なことに、サンプル D のクリープ率は、従来のジルコン材料 (例えばサンプル A) のクリープ率の約 41% であった。