

【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28年4月14日 (2016.4.14)

【公表番号】特表2014-525384(P2014-525384A)

【公表日】平成26年9月29日 (2014.9.29)

【年通号数】公開・登録公報2014-053

【出願番号】特願2014-527567(P2014-527567)

【国際特許分類】

C 3 0 B 29/06 (2006.01)

【F I】

C 3 0 B 29/06 5 0 1 Z

【誤訳訂正書】

【提出日】平成28年2月22日 (2016.2.22)

【誤訳訂正 1】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 1 6

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 1 6】

本発明の対象は更に、本発明による成形物品を作製するための方法であり、この方法は

a) しっかりと接着する剥離層を作製するための、 Si_3N_4 、 SiO_2 系結合剤、及び、融剤の形態でのドーパントを含むコーティング懸濁液を提供する工程、

b) 基材を提供する工程、

c) その基材にコーティング懸濁液を適用する工程、及び

d) 高温で焼結することにより、適用されたコーティング懸濁液を硬化させ、これによりしっかりと接着する剥離層を形成する工程、を含む。

【誤訳訂正 2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 4 2

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 4 2】

本発明による成形物品は、次の工程を含む方法を使用して作製することができる：

a) しっかりと接着する剥離層を作製するための、 Si_3N_4 、 SiO_2 系結合剤、及び、融剤の形態でのドーパントを含むコーティング懸濁液を提供する工程、

b) 基材を提供する工程、

c) その基材にコーティング懸濁液を適用する工程、並びに

d) 高温で焼結することにより、適用されたコーティング懸濁液を硬化させ、これによりしっかりと接着する剥離層を形成する工程。

【誤訳訂正 3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 1 0 0

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 1 0 0】

【表 1】

表 1 :

実施例 番号	結合剤 含有量 [重量%]	Naドーパント [ppm]	焼結温度 [°C]	Na含有量 [ppm]	合計 酸素量 [重量%]	ブリネル硬度 [HBW 2.5/3]	接着強度 [N/mm ²]
1	5	200	1100	6	4.9	29	0.92
2	2	150	1100	6	4.8	15	0.30
3	4	150	1100	4	4.6	20	0.47
4	5	50	300	30	1.7	12	0.39
5	5	50	500	26	1.9	14	0.22
6	5	50	750	22	2.1	15	0.38
7	5	50	1000	3	3.1	17	0.26
8	5	50	1100	2	4.5	26	0.16
9	5	120	1100	4	4.5	28	0.74
10	5	150	300	111	1.8	13	0.57
11	5	150	500	94	1.8	16	0.78
12	5	150	750	79	2.3	18	1.02
13	5	150	1000	6	3.6	22	0.71
14	5	150	1100	5	4.9	25	1.29
15	5	200	300	119	1.7	16	0.33
16	5	200	500	108	1.9	18	0.69
17	5	200	750	98	2.1	19	0.95
18	5	200	1000	9	3.9	28	0.71
19	5	350	1100	14	7.0	29	0.21
20	6	150	1100	4	4.7	28	0.71
21	3	150	1100	7	3.7	16	0.23
22	8	150	500	70	4.0	22	1.03
23	8	150	1100	7	4.2	30	1.69
V1	0	0	1000	未分析*)	2.8	未測定**)	未測定**)
V2	0	0	1000	未分析*)	2.8	2.0	0.18
V3a	15	0	500	未分析*)	8.6	2.7	0.23
V3b	15	0	500	未分析*)	8.9	3.0	0.27
V4	5	0	500	未分析*)	1.9	6.4	1.77
V5	10	0	500	未分析*)	2.8	8.0	0.64
V6	15	0	1100	未分析*)	9.2	6.7	0.56
R1	0	150	1100	22	8.2	未測定**)	未測定**)
R2	5	0	1100	<1	4.0	未測定**)	未測定**)
R3	4	0	500	未分析*)	3.5	未測定**)	未測定**)

*) 未分析

**) 測定前又は測定中に層が既に剥落していたため測定不能

以下、本発明の実施形態を列記する。

〔 1 〕

しっかりと接着する剥離層を有する基材を含み、前記剥離層は、92～98重量%の窒化ケイ素 (Si_3N_4) 及び2～8重量%の二酸化ケイ素 (SiO_2) を含み、かつ、8重量%の合計酸素含有量、及びDIN EN ISO 6506-1により、少なくとも10HB 2.5/3の硬度を有する、成形物品。

〔 2 〕

前記剥離層が、融剤の形態でのドーパントの残留含有量を更に含む、項目1に記載の成形物品。

〔 3 〕

前記ドーパントが、アルカリ金属化合物、好ましくはナトリウム化合物を含む、項目 2 に記載の成形物品。

〔 4 〕

前記ドーパントの割合が、前記剥離層のアルカリ金属含有量として表わした場合、最高 150 ppm、好ましくは最高 50 ppm である、項目 3 に記載の成形物品。

〔 5 〕

前記剥離層の合計酸素含有量が < 5 重量 % である、項目 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の成形物品。

〔 6 〕

前記剥離層が、94 ~ 98 重量 % の Si_3N_4 及び 2 ~ 6 重量 % の SiO_2 、好ましくは > 95 ~ 97 重量 % の Si_3N_4 及び 3 ~ < 5 重量 % の SiO_2 を含む、項目 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の成形物品。

〔 7 〕

記剥離層の硬度が、DIN EN ISO 6506 - 1 により、少なくとも 15 HBW 2.5 / 3、好ましくは少なくとも 20 HBW 2.5 / 3 である、項目 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の成形物品。

〔 8 〕

前記基材が、セラミックスからなり、好ましくは SiO_2 (溶融シリカ) からなる、項目 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の成形物品。

〔 9 〕

下記の工程：

a) しっかりと接着する剥離層を作製するための、 Si_3N_4 、 SiO_2 系結合剤、及び、融剤の形態でのドーパントを含むコーティング懸濁液を提供する工程、

b) 基材を提供する工程、

c) 前記基材に前記コーティング懸濁液を適用する工程、並びに

d) 高温で焼結することにより、前記適用されたコーティング懸濁液を硬化させ、これによりしっかりと接着する剥離層を形成する工程、を含む、項目 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の成形物品を作製するための方法。

〔 10 〕

前記工程 a) が、下記のサブ工程：

1) SiO_2 系結合剤原材料、分散媒体、及び前記ドーパントを混合することにより、前駆体 A を作製する工程、

2) 窒化ケイ素粉末及び所望により補助剤を前記前駆体 A 中に分散させることにより、前記コーティング懸濁液を作製する工程、を含む、項目 9 に記載の方法。

〔 11 〕

前記工程 a) が、下記のサブ工程：

1) 前記ドーパントを分散媒体中に沈殿させ、ドーピングされた分散媒体に窒化ケイ素粉末を分散させて、一緒に共破砕することにより、前駆体 B を作製する工程、

2) 前記前駆体 B を、前記 SiO_2 系結合剤原材料、及び所望により補助剤と一緒に共破砕することで、均質化することによって、前記コーティング懸濁液を作製する工程、を含む、項目 9 に記載の方法。

〔 12 〕

前記コーティング懸濁液が、固体粒子と前記ドーパントとの懸濁液を含み、前記固体粒子が、88 ~ 98 重量 % の窒化ケイ素、及び 2 ~ 12 重量 % の SiO_2 系結合剤とを含む、項目 10 又は 11 に記載の方法。

〔 13 〕

前記 SiO_2 系結合剤が、粒子状 SiO_2 、及び / 又は、300 超の温度で焼結することにより SiO_2 を形成する化合物からなる、項目 9 ~ 12 のいずれか一項に記載の化合物。

〔 1 4 〕

前記窒化ケイ素が、 $0.5 \sim 20 \mu\text{m}$ 、好ましくは $1 \sim 5 \mu\text{m}$ 、特に好ましくは $1.5 \sim 3 \mu\text{m}$ の範囲の平均粒径又は粒塊寸法 (d_{50}) を有する、項目 9 ～ 13 のいずれか一項に記載の方法。

〔 1 5 〕

前記コーティング懸濁液の前記ドーパントが、アルカリ金属化合物、好ましくはナトリウム化合物を含む、項目 9 ～ 14 のいずれか一項に記載の方法。

〔 1 6 〕

前記コーティング懸濁液のアルカリ金属含有量が、 $30 \sim 500 \text{ppm}$ 、より好ましくは $50 \sim 400 \text{ppm}$ 、特に好ましくは $80 \sim 300 \text{ppm}$ であり、前記ドーパントの量は、前記結合剤の熱分解後に前記コーティング懸濁液の合計固形物含有量に基づく、項目 15 に記載の方法。

〔 1 7 〕

前記ドーパントが、不溶性又は難溶性の化合物として前記コーティング懸濁液中に存在する、項目 9 ～ 16 のいずれか一項に記載の方法。

〔 1 8 〕

前記工程 d) の硬化が、前記コーティングを、空气中又は低酸素分圧下において、 $300 \sim 1300$ 、好ましくは $900 \sim 1200$ 、より好ましくは $1000 \sim 1100$ で焼結することにより実施される、項目 9 ～ 17 のいずれか一項に記載の方法。

〔 1 9 〕

分散媒体中での、固体粒子と、融剤の形態でのドーパントとの懸濁液を含み、前記固体粒子は、 $88 \sim 98$ 重量%の Si_3N_4 、及び $2 \sim 12$ 重量%の SiO_2 系結合剤を含む、項目 9 に記載の成形物品を作製するための方法に使用するためのコーティング懸濁液。

〔 2 0 〕

腐食性非鉄金属融解物分野における、項目 1 ～ 8 のいずれか一項に記載の成形物品の使用で、特に、シリコン融解物作製のための溶融るつぼの形態での成形物品の使用。

【誤訳訂正 4】

【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】

しっかりと接着する剥離層を有する基材を含み、前記剥離層は、 $92 \sim 98$ 重量%の窒化ケイ素 (Si_3N_4)、 $2 \sim 8$ 重量%の二酸化ケイ素 (SiO_2)、及び融剤の形態でのドーパントの残留含有量を含み、かつ、 < 5 重量%の合計酸素含有量、及び DIN EN ISO 6506 - 1 により、少なくとも $10 \text{HB} \ 2.5/3$ の硬度を有する、成形物品。

【請求項 2】

前記ドーパントが、アルカリ金属化合物、好ましくはナトリウム化合物を含む、請求項 1 に記載の成形物品。

【請求項 3】

前記ドーパントの割合が、前記剥離層のアルカリ金属含有量として表わした場合、最高 150ppm 、好ましくは最高 50ppm である、請求項 2 に記載の成形物品。

【請求項 4】

前記剥離層が、 $94 \sim 98$ 重量%の Si_3N_4 及び $2 \sim 6$ 重量%の SiO_2 、好ましくは $> 95 \sim 97$ 重量%の Si_3N_4 及び $3 \sim < 5$ 重量%の SiO_2 を含む、請求項 1 ～ 3 のいずれか一項に記載の成形物品。

【請求項 5】

前記剥離層の硬度が、DIN EN ISO 6506 - 1 により、少なくとも 15H

B W 2.5 / 3、好ましくは少なくとも 20 H B W 2.5 / 3 である、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の成形物品。

【請求項 6】

前記基材が、セラミックスからなり、好ましくは SiO_2 （溶融シリカ）からなる、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の成形物品。

【請求項 7】

下記の工程：

a) しっかりと接着する剥離層を作製するための、 Si_3N_4 、 SiO_2 系結合剤、及び融剤の形態でのドーパントを含むコーティング懸濁液を提供する工程

b) 基材を提供する工程、

c) 前記基材に前記コーティング懸濁液を適用する工程、並びに

d) 高温で焼結することにより、前記適用されたコーティング懸濁液を硬化させ、これによりしっかりと接着する剥離層を形成する工程、を含む、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の成形物品を作製するための方法。

【請求項 8】

前記工程 a) が、下記のサブ工程：

1) SiO_2 系結合剤原材料、分散媒体、及び前記ドーパントを混合することにより、前駆体 A を作製する工程、

2) 窒化ケイ素粉末及び所望により補助剤を前記前駆体 A 中に分散させることにより、前記コーティング懸濁液を作製する工程、を含む、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

前記工程 a) が、下記のサブ工程：

1) 前記ドーパントを分散媒体中に沈殿させ、ドーピングされた分散媒体に窒化ケイ素粉末を分散させて、一緒に共破砕することにより、前駆体 B を作製する工程、

2) 前記前駆体 B を、前記 SiO_2 系結合剤原材料、及び所望により補助剤と一緒に共破砕することで、均質化することによって、前記コーティング懸濁液を作製する工程、を含む、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 10】

前記コーティング懸濁液が、固体粒子と前記ドーパントとの懸濁液を含み、前記固体粒子が、88 ~ 98 重量%の窒化ケイ素、及び 2 ~ 12 重量%の SiO_2 系結合剤とを含む、請求項 8 又は 9 に記載の方法。

【請求項 11】

前記 SiO_2 系結合剤が、粒子状 SiO_2 、及び / 又は、300 超の温度で焼結することにより SiO_2 を形成する化合物からなる、請求項 7 ~ 10 のいずれか一項に記載の化合物。

【請求項 12】

前記窒化ケイ素が、0.5 ~ 20 μm 、好ましくは 1 ~ 5 μm 、特に好ましくは 1.5 ~ 3 μm の範囲の平均粒径又は粒塊寸法 (d_{50}) を有する、請求項 7 ~ 11 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 13】

前記コーティング懸濁液の前記ドーパントが、アルカリ金属化合物、好ましくはナトリウム化合物を含む、請求項 7 ~ 12 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 14】

前記コーティング懸濁液のアルカリ金属含有量が、30 ~ 500 ppm、より好ましくは 50 ~ 400 ppm、特に好ましくは 80 ~ 300 ppm であり、前記ドーパントの量は、前記結合剤の熱分解後に前記コーティング懸濁液の合計固形物含有量に基づく、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 15】

前記ドーパントが、不溶性又は難溶性の化合物として前記コーティング懸濁液中に存在する、請求項 7 ~ 14 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 16】

前記工程 d) の硬化が、前記コーティングを、空气中又は低酸素分圧下において、300～1300、好ましくは900～1200、より好ましくは1000～1100で焼結することにより実施される、請求項7～15のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 17】

分散媒体中での、固体粒子と、融剤の形態でのドーパントとの懸濁液を含み、前記固体粒子は、88～98重量%の Si_3N_4 、及び2～12重量%の SiO_2 系結合剤を含む、請求項7に記載の成形物品を作製するための方法に使用するためのコーティング懸濁液。

【請求項 18】

腐食性非鉄金属融解物分野における、請求項1～6のいずれか一項に記載の成形物品の使用で、特に、シリコン融解物作製のための溶融るつぼの形態での成形物品の使用。