

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

B24D 3/00 (2006.01)

C09K 3/14 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02828130.6

[45] 授权公告日 2007 年 7 月 25 日

[11] 授权公告号 CN 1328012C

[22] 申请日 2002.12.12 [21] 申请号 02828130.6

[30] 优先权

[32] 2002. 2. 21 [33] US [31] 10/081,404

[86] 国际申请 PCT/US2002/039725 2002.12.12

[87] 国际公布 WO2003/072678 英 2003.9.4

[85] 进入国家阶段日期 2004.8.16

[73] 专利权人 3M 创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

[72] 发明人 D·T·卡斯特罗 V·W·内尔宁

A·Z·罗森弗兰 T·E·伍德

[56] 参考文献

EP0567136A1 1992.10.27

JP58-9808A 1983.1.20

JP59-227726A 1984.12.21

EP0705803A1 1996.4.10

EP0578453A1 1994.1.12

US3454385A 1969.7.8

审查员 吴红秀

[74] 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公司

代理人 朱黎明

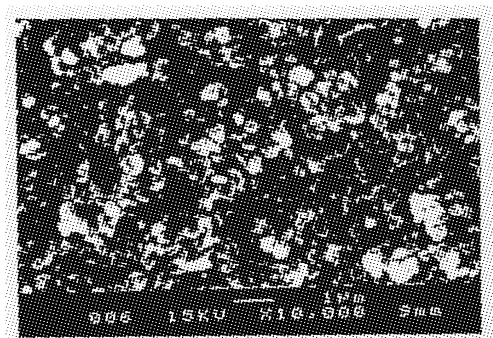
权利要求书 2 页 说明书 63 页 附图 10 页

[54] 发明名称

含烧结的多晶氧化锆的磨粒

[57] 摘要

公开了磨粒和磨粒的制备方法。该磨粒可掺入各种磨具中,包括粘结磨具、涂覆磨具、非织造磨具和研磨刷。



JIS 150、JIS 180、JIS 220、JIS 240、JIS 280、JIS 320、JIS 360、JIS 400、JIS 600、JIS 800、JIS 1000、JIS 1500、JIS 2500、JIS 4000、JIS 6000、JIS 8000 和 JIS 10,000。

9. 一种磨具的制造方法，它包括：

(i) 加热磨粒前体，形成，按磨粒的总重量计，包括至少 65.0 重量%多晶氧化锆的磨粒，所述加热是在低于所述磨粒的熔点温度下进行的，从而形成磨粒；

(ii) 提供包括粘结剂和许多磨粒的磨具，其中至少一部分所述磨粒是步骤(i)制得的磨粒；

所述磨具选自涂覆磨具、粘结磨具、非织造磨具或研磨刷。

10. 一种表面研磨方法，它包括：

使如权利要求 1-8 中任何一项所述磨具与工件表面接触；和

使至少一种磨具或所述表面相对移动以便研磨至少一部分所述表面。

含烧结的多晶氧化锆的磨粒

发明的领域

本发明涉及一种磨粒及其制备方法。所述磨粒可掺入各种磨具(包括粘结磨具、涂覆磨具、非织造磨具和研磨刷)中。

发明的背景

本领域已知有多种磨粒,例如金刚石磨粒、立方氮化硼磨粒、熔凝磨粒(包括熔凝氧化铝、经热处理的熔凝氧化铝、熔凝氧化铝氧化锆等)、以及烧结的陶瓷磨粒(包括溶胶-凝胶法磨粒)。在某些研磨用途中,使用松散状或糊浆状磨粒,而在其它用途中,将磨粒掺入磨具(包括粘结磨具、涂覆磨具和非织造磨具)中。

粘结磨具通常包括许多粘结在一起形成成型物质的磨粒。涂覆磨具通常包括许多粘结在背衬上的磨粒。非织造磨具通常包括许多粘结在蓬松的多孔非织造基片上或基片中的磨粒。用于粘结磨具的常规粘结材料为有机粘结剂、玻璃质粘结剂和金属粘结剂,而用于涂覆磨具和非织造磨具的粘结剂通常是有机粘结剂。用于特定研磨用途的磨粒的选择标准通常包括:研磨寿命、切削速度、基片表面光洁度、研磨效率和产品成本。

磨料工业及其客户一直在寻找改进一个或多个这些研磨标准的方法。在过去的近百年中,广泛使用的是熔凝氧化铝磨粒。通常,熔凝氧化铝磨粒是如下制得的:将氧化铝原料(例如铝矿石或铝土矿)以及其它所需的添加剂装入炉子中、将此物料加热至高于其熔点的温度、将熔体冷却以形成凝固的物质、将该凝固物质粉碎成颗粒、随后将颗粒过筛并分级成所需粒度分布的磨粒。在过去近30年间,已开发出许多种磨粒,包括熔凝氧化铝氧化锆磨粒(参见例如美国专利3,891,408(Rowse等)、3,781,172(Pett等)、3,893,826(Quinan等)、4,059,417(Ilmaier等)、4,126,429(Watson)、4,457,767(Poon等)、5,143,522(Gibson等)和5,248,318(Tamamki等))和熔凝氧化锆磨粒(例如参见美国专利3,996,702(Leahy)和再公告的美国专利Re 31,620(Leahy))。

尽管熔凝 α -氧化铝磨粒和熔凝氧化铝-氧化锆磨粒仍广泛用于研磨用途(包括使用涂覆磨具和粘结磨具的用途),但是自八十年代中期以来用于许多研磨用途的主要磨粒是溶胶-凝胶法 α -氧化铝磨粒(也称为烧结的陶瓷 α -氧化铝颗粒)

(参见例如美国专利 4,314,827(Leitheiser 等)、4,518,397(Leitherise 等)、4,623,364(Cottringer 等)、4,744,802(Schwabel)、4,770,671(Monroe 等)、4,881,951(Wood 等)、4,960,441(Pellow 等)、5,139,978(Wood)、5,201,916(Berg 等)、5,366,523(Rowenhorst 等)、5,429,647(Larmie)、5,547,479(Conwell 等)、5,498,269(Larmie)、5,551,963(Larmie)和 5,725,162(Garg 等))。所述溶胶-凝胶法 α -氧化铝还可任选地含有一个或多个最多约占磨粒 60 重量%的次生相(包括氧化锆)(参见例如 JP 07-215708,“用于制造固溶体粉末、材料、氧化铝-氧化锆陶瓷和氧化铝-氧化锆磨粒的胂配位化合物”,1995 年 8 月)。

为了在给定的工件上获得可接受的切削速率,一般认为应在磨具中使用相对高硬度和韧性的磨粒。硬度与磨粒贯穿工件(如金属)并导致从工件中切削碎屑的能力有关。韧性与在研磨过程中磨粒受力而不破碎的能力有关。磨料工业的常识主要着重于磨粒的硬度。例如,Milton Shaw在其教科书“磨料加工原理”Oxford University Press, New York, NY(1996)中指出:“由于在决定磨料磨损方面接触体双方的相对硬度是至关重要的,因此需要高硬度的磨料”。另外,例如 Stephen Krar 和 Ernest Ratterman在其教科书“超级磨料:用 CBN 和金刚石研磨和加工”Glencoe/McGraw-Hill Westerville, OH(1990)中提到“硬度性能对磨料是非常重要的,磨料相对工件的硬度越高,切削就越容易”。两种主要的常规磨料氧化铝和碳化硅的硬度值分别约为 16-22GPa 和 25-30GPa。两种主要的超级磨料金刚石和立方氮化硅的硬度值远高于 40GPa。因此,一般认为硬度值低于这些常见磨料硬度值的较软的磨料(如氧化锆,硬度值约为 12-13GPa)在金属切削用途中不是非常有用,对大多数工件不具有可接受的切削速率。

本领域一直在努力改进磨粒的研磨特性。在选择和开发某些磨粒时一直要考虑的性能有例如磨粒的硬度和韧性、制造成本和特性。通常,在挑选某种磨粒和磨具时最重要的性能标准是在失效前磨粒和含该磨粒的制品可完成的工作量。

本领域需要这样一种磨粒,即对于一种或多种给定的工件,与常规的磨粒相比它能提供改进的工作性能和寿命。另外,本领域需要这样一种磨具,即在研磨的工件量和速度方面它能提供优良的研磨性能。

发明的概述

本发明提供一种含氧化锆的磨粒。本发明的一个方面提供一种磨粒,按该磨粒的总重量计,它至少包括 60 重量份(可以是 65、70、75、80、85、90、95、96、97、98、99 或甚至 100 重量份)烧结的多晶氧化锆。对于某些本发明磨粒,

所述氧化锆至少是部分稳定的。

本发明的另一方面提供具有由细至粗粒度分布的许多磨粒，所述许多磨粒中至少有一部分是本发明磨粒。

本发明的另一方面提供一种磨粒的制备方法，按磨粒的总重量计，所述磨粒含有至少 60 重量%烧结的多晶氧化锆。本发明磨粒的一种制备方法包括下列步骤：（1）制备按磨粒组合物的总重量计含至少 60 重量%多晶氧化锆的磨粒组合物；（2）烧结该磨粒组合物形成一种或多种烧结制品；和（3）将该一种或多种烧结制品转化成烧结的多晶磨粒，在上述步骤中所述磨粒组合物在一个或多个加工温度下加工，并且所述一个或多个加工温度低于所述磨粒组合物的熔融温度。

本发明的另一方面提供一种表面的研磨方法，所述方法包括使至少一个磨粒与工件表面接触的步骤，按磨粒的总重量计，所述磨粒包括至少 60 重量%烧结的多晶氧化锆。

本发明磨粒可掺入例如磨具（如涂覆磨具、粘结磨具、非织造磨具和研磨刷）中。

本发明的实例包括单独或者掺入磨具中具有优良研磨性能的磨粒，尽管该磨粒具有相对低的硬度。另一方面，本发明实例包括具有优良强度和韧性的磨粒。

在阅读了下列实例的详细描述和所附的权利要求书以后，可更清楚地理解本发明的这些和其它特点和优点。

附图简述

图 1 是含本发明磨粒的涂覆磨具的局部剖面示意图；

图 2 是含本发明磨粒的磨轮的透视图；

图 3 是含本发明磨粒的非织造磨具的放大的示意图；

图 4 是实施例 1 磨料碎裂的剖面的扫描电子照片；

图 5 是实施例 1 和比较例 A 磨盘的金属切削速度与时间的关系图；

图 6 是实施例 3 磨料碎裂的剖面的扫描电子照片；

图 7 是实施例 2、3 和比较例 A 磨盘的金属切削速度与时间的关系图；

图 8 是实施例 2、3、14 和比较例 A 磨粒的强度与断裂概率的关系图；

图 9 是显示用于计算磨粒韧性的尺寸 a 和 l 的凹痕的平面图和剖面图；

图 10 是实施例 45 磨料抛光剖面的扫描电子显微照片；

图 11 是实施例 46 磨料抛光剖面的扫描电子显微照片；

图 12 是实施例 47 磨料抛光剖面的扫描电子显微照片；

图 13 是实施例 48 磨料抛光剖面的扫描电子显微照片；

图 14 是实施例 64-66 和比较例 H 和 I 磨盘在 1095 金属上的金属切削速度与时间的关系图；

图 15 是实施例 64-66 和比较例 H 和 I 磨盘在 M2 金属上的金属切削速度与时间的关系图；

图 16 是实施例 64-66 和比较例 H 和 I 磨盘在 1008 金属上的金属切削速度与时间的关系图；

图 17 是实施例 64-66 和比较例 H 和 I 磨盘在 1018 金属上的金属切削速度与时间的关系图；

图 18 是实施例 67 磨料抛光剖面的扫描电子显微照片；

图 19 是实施例 69 和比较例 J 的研磨带的金属切削速度与时间的关系图。

发明的详细描述

在本发明说明书和权利要求书中使用了一系列的术语，下面对某些术语进行定义：

定义

在本文中，术语“部分稳定的氧化锆”（PSZ）（有时也称为四方氧化锆多晶（TZP））是指这样一种氧化锆，它含有足量的用于稳定的金属氧化物，从而使一部分氧化锆呈四方晶相结构，一部分呈立方晶相结构；并且还可以含有或者不含有呈单斜晶相结构的次要部分（通常少于约 20 体积%）氧化锆。

在本文中，术语“完全稳定的”是指这样一种氧化锆，它含有足量的用于稳定的金属氧化物从而使大部分的氧化锆呈立方晶相结构。

在本文中，术语“烧结的”是指在低于要加热材料的熔融温度的温度下进行加热的方法，以使之密实并微晶生长，形成韧而硬并具有耐化学性的陶瓷材料。“烧结的”磨粒不是由熔凝法（其加热是在高于要加热材料的熔融温度的温度下进行的）制得的。

在本文中，术语“粒度”是指颗粒的最长尺寸。

在本文中，术语“硬度”是指磨粒贯穿工件（如金属）中并导致从该工件中切削碎屑的能力。在本发明中硬度是根据 ASTM 试验方法中用于材料微硬度的 E384 试验方法（1991）的准则测定的。这将在下面实施例 3 中描述。

在本文中，术语“韧性”是指在研磨过程中磨粒承受力的作用而不碎裂的能

力。韧性是如实施例 19 所述根据“Vickers Indentation Fracture Toughness Test, Part 1” Mater. Sci. & Tech., 5(9) (1989)测定的。

I. 本发明磨粒

A. 磨粒的化学组成

本发明实例包括磨粒，所述磨粒包括烧结的多晶氧化锆，所述氧化锆是至少部分稳定的。可例如通过向氧化锆结构中加入一种或多种用于稳定的金属氧化物来稳定所述部分稳定的氧化锆(PSZ)。掺入氧化锆结构中的用于稳定的金属氧化物的量例如取决于多种因素，包括但不限于使用的用于稳定的金属氧化物和所需的“稳定”程度。

通常,按磨粒的总重量计,本发明 PSZ 磨粒所含的一种或多种用于稳定的金属氧化物的量最高约 14.0 重量%。在本发明的一个较好实例中,按各个磨粒的总重量计,PSZ/TZP 磨粒包括约 91.0-97.0 重量%烧结的多晶氧化锆,和约 9.0-3.0 重量%一种或多种用于稳定的金属氧化物。在本发明的一个较好实例中,按给定磨粒的总重量计,所述磨粒包括 86.0-97.0 重量%烧结的多晶氧化锆、14.0-3.0 重量%用于稳定的金属氧化物。

用于稳定的金属氧化物的挑选取决于例如多种因素，包括但不限于磨粒所需的性能和磨粒的最终用途。适用于本发明的合适的用于稳定的金属氧化物包括，但不限于氧化钙、氧化镁、氧化铈、氧化钇、氧化钆、氧化镱、氧化钕、氧化铽、氧化镨、氧化镝、氧化钫、氧化钷、氧化钹、氧化铥、氧化铪、氧化锆、氧化钛、氧化铁、氧化铜、氧化锌、氧化铝、氧化镍及其混合物。

较好的是，本发明 PSZ 磨粒至少被一种或多种选自氧化钙、氧化镁、氧化铈、氧化钇、氧化钬及其混合物的用于稳定的金属氧化物所部分稳定。更好的是，本发明 PSZ 磨粒至少被一种或多种选自氧化钙、氧化镁、氧化铈、氧化钇及其混合物的用于稳定的金属氧化物所部分稳定。最好的是，本发明 PSZ 磨粒至少被选自氧化钇、氧化铈、氧化镁的用于稳定的金属氧化物所部分稳定。

如上所述,用于至少部分稳定本发明 PSZ 磨粒的用于稳定的金属氧化物的量取决于例如具体使用的用于稳定的金属氧化物。例如,按磨粒组分的总摩尔数计,用于至少部分稳定本发明 PSZ 磨粒的用于稳定的氧化钙的所需量约为 5-9 摩尔%。按磨粒组分的总摩尔数计,用于至少部分稳定本发明 PSZ 磨粒的用于稳定的氧化镁的所需量约为 6-10 摩尔%。按磨粒组分的总摩尔数计,用于至少部分稳定本发明 PSZ 磨粒的用于稳定的氧化铈的所需量约为 8-12 摩尔%。按磨粒组分的总摩尔数计,用于至少部分稳定本发明 PSZ 磨粒的用于稳定的氧化钕的所需

量约为 2-5 摩尔%。

在本发明的另一个实例中，按磨粒的总重量计，本发明磨粒可包括最多 40 重量%的一种或多种附加的金属氧化物。这种金属氧化物会改变形成的磨粒的物理性能和/或可稳定氧化锆。在本文中，术语“一种或多种附加的金属氧化物”是指这样的金属氧化物，它可以与氧化锆一起使用，但是不用于向氧化锆提供稳定性。在本发明的一个实例中，按磨粒的总重量计，本发明磨粒包括 0-40 重量%的一种或多种附加的金属氧化物。较好的是，按磨粒的总重量计，本发明磨粒包括约 0-2 重量%（约 0-7 重量%、约 0-12 重量%、约 0-17 重量%、约 0-22 重量%、约 0-27 重量%、约 0-32 重量%或约 0-37 重量%）一种或多种附加金属氧化物。更好的是，按磨粒的总重量计，本发明磨粒包括约 17-22 重量%一种或多种附加金属氧化物。

用于本发明磨粒的附加金属氧化物（非用于稳定的金属氧化物）的挑选取决于例如多种因素，包括但不限于磨粒所需的性能、磨粒所需的成本、磨粒的最终用途。合适的附加金属氧化物包括，但不限于氧化铝、氧化铅、氧化硅、氧化铁、氧化钙、氧化钠、氧化镁、氧化镧、氧化钇、氧化钛、氧化镍及其混合物。较好的是，本发明磨粒包括一种或多种选自氧化铝、氧化铅、氧化钇、氧化硅、氧化铁、氧化镁、氧化钛、氧化镍、稀土金属氧化物及其混合物的附加金属氧化物。更好的是，本发明磨粒还包括氧化铝。

可挑选第二种金属氧化物的含量和类型以改进形成的氧化锆磨粒的物理性能。例如，加入氧化铝可提高磨粒的总硬度。同样，第二种金属氧化物的含量和类型可改变形成的氧化锆磨粒的碎裂性能和/或研磨特性。

本发明磨粒可含有金属氧化物的反应产物。例如，氧化铝会与一种或多种稀土氧化物和/或其它金属氧化物（例如 Mn、Co、Y、Fe、Ti、Mn、V、Cr、Co、Ni、Cu、Mg、Ca、Sr、La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm 和 Eu 的氧化物）反应，形成不同的化合物。这种化合物的例子包括 $\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$ 、 GdAlO_3 、 CeAlO_3 、 EuAlO_3 、 NdAlO_3 、 PrAlO_3 、 $\text{Dy}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Er}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、和 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 。晶体第三相的形态特性（例如长宽比、宽度）和这种相的量会影响形成的磨粒的碎裂/研磨特性。

在本发明的一个实例中，本发明磨粒包括至少 60 重量%烧结的多晶氧化锆、最多约 14 重量%一种或多种用于稳定的金属氧化物、和约 0-40 重量%一种或多种附加金属氧化物。较好的是，本发明磨粒包括至少 60 重量至约 97%烧结的多晶氧化锆、约 3-9 重量%一种或多种用于稳定的金属氧化物、和约 0-37 重量%一种或多种附加金属氧化物。更好的是，本发明磨粒包括至少 60 重量至约

87%烧结的多晶氧化锆、约 3-9 重量%一种或多种用于稳定的金属氧化物、和约 10-37 重量%一种或多种附加金属氧化物。最好的是，本发明磨粒包括至少 60 重量至约 77%烧结的多晶氧化锆、约 3-9 重量%一种或多种用于稳定的金属氧化物、和约 20-37 重量%一种或多种附加金属氧化物。

在本发明的一个较好实例中，本发明磨粒包括至少 60 至约 97 重量%烧结的多晶氧化锆、约 3-8 重量%用于稳定的氧化钇和 0-约 37 重量%氧化铝。

B. 磨粒的物理性能

部分稳定的氧化锆的程度或四方晶氧化锆和/或立方晶氧化锆在本发明磨粒中的含量取决于例如在磨粒组合物中用于稳定的金属氧化物的用量和类型。较好的是，本发明磨粒是部分稳定的，从而使至少 50 体积%（60 体积%、70 体积%、80 体积%或甚至 90 体积%）的氧化锆具有四方晶体结构。

本发明磨粒的平均晶体尺寸通常小于约 5 微米。较好的是，本发明磨粒的平均晶体尺寸小于约 3 微米。更好的是，本发明磨粒的平均晶体尺寸约为 0.3-2.5 微米。最好的是，本发明磨粒的平均晶体尺寸约为 0.3-1.5 微米。

本发明磨粒的最长尺寸通常至少约 10 微米。可容易地制得长度超过约 5 微米的本文所述的磨粒，还可容易地制得更大的磨粒（例如大于约 1000 微米，或大于约 5000 微米、10,000 微米或甚至 25,000 微米的磨粒）。一般来说，较好的磨粒其长度约在 50-5000 微米（通常约 100-3000 微米），尽管其它尺寸也可使用并且对于某些用途甚至是较好的。另一方面，本发明磨粒的长宽比至少约 1.2:1，较好至少约 1.5:1，更好至少 2.0:1，甚至 2.5:1。

本发明磨粒的相对密度取决于例如多种因素，包括但不限于磨粒的化学组成、和加工条件。较好的是，本发明磨粒的相对密度超过理论密度的 85%（90%、95%、98%或甚至 98.5%）。

某些本发明磨粒的平均硬度（即抗变形性，也称为微硬度）至少为 8GPa、较好至少 10GPa、更好至少 12GPa、最好至少 13GPa、至少 14GPa 或甚至至少 16GPa。

另一方面，某些本发明磨粒的平均韧性（即抗碎裂性）一般至少为 4MPam^{1/2}、较好至少 5 MPam^{1/2}、更好至少 6 MPam^{1/2}、最好至少 7 MPam^{1/2}、至少 8 MPam^{1/2}、或甚至至少 10 MPam^{1/2}。

II. 本发明磨粒的制造方法

用于制造本发明磨粒的氧化锆来源包括市售的氧化锆、并包括粉末和前体材

料。氧化锆来源通常还包括其它金属氧化物, 例如 HfO_2 。较好的是, 氧化锆是粉末状的, 杂质(例如 HfO_2 、 Al_2O_3 、 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 CaO 、 Na_2O 和其它金属氧化物)含量小于约 2 重量%。更好的是, 氧化锆中上述杂质的含量小于约 1 重量%, 适用于本发明的合适的氧化锆包括, 但不限于以 DK-1 商品名购自 Zirconia Sales, Inc., of Marietta, GA 的氧化锆粉末、以商品名 HSY 3.0 购自 Zirconia Sales, Inc. 的氧化钇稳定的氧化锆粉末、以商品名 MSZ 8.0 购自 Zirconia Sales, Inc. 的氧化镁稳定的氧化锆粉末、以商品名 ATZ-80 购自 Zirconia Sales, Inc. 的氧化钇稳定的氧化锆/氧化铝粉末、以商品名 TZ-3Y 购自 Tosoh Ceramics Division of Bound Brook, NJ 的氧化钇稳定的氧化锆粉末、以商品名 TZ-3Y20A 购自 Tosoh Ceramics 的氧化钇稳定的氧化锆/氧化铝共沉淀粉末、以商品名 CEZ 10 购自 Zirconia Sales, Inc. 的氧化铈稳定的氧化锆粉末。

其它氧化锆来源包括, 但不限于氧化锆溶胶(购自例如 Nyacol Nano Technologies of Ashland, MA)、氢氧化锆(购自例如 Southern Ionics of West Point, MS)、乙酸锆(购自例如 Southern Ionics)和二氯化锆(购自例如 Satnford Materials Company of San Mateo, CA)。有关胶体氧化锆基材料的加工细节可参见例如美国专利 4,937,212(Funhenbusch 等)。在阅读了本发明公开的内容后, 用于制造本发明磨粒的其它合适的材料对本领域的普通技术人员来说是显而易见的。用于制造本发明磨粒的氧化铝和其它附加氧化物的来源包括市售的粉末或其它前体材料, 例如 α -氧化铝粉末(以商品名 A-16SG 购自 Alcoa Industrial Chemicals of Bauxite, AR、以商品名 CERALOX APA 和 CERALOX HPA 购自 Condea Vista of Tucson, AZ、以商品名 BAIKALOX CR 和 BAIKALOX SM-8 购自 Baikowski International of Charlotte, NC、以商品名 AKP 购自 Sumitomo Chemical Co. of Tokyo, Japan)、氧化铝溶胶凝胶前体勃姆石(γ -氧化铝单水合物, 以商品名 DISPERAL 购自 Condea Chemical, Hamberg, Germany)。

通常, 磨粒组合物组分与液体介质(例如水)相混合形成分散体或溶液, 在粉末分散体的情况下, 随后对其进行研磨以使各种组分解团聚, 随后使之相混合。研磨步骤通常持续最多约 60 小时。一旦组合物的组分发生足够的解团聚(根据需要)并混合在一起时, 除去液体介质(即脱液)。可在混合和脱液步骤后(以及甚至在例如锻烧后), 例如加入氧化铝和其它金属氧化物和/或其前体使之混入本发明磨粒中。例如, 用含铝或其它金属阳离子的金属氧化物前体的溶液或分散体浸渍多孔氧化锆, 来加入这种氧化物。浸渍方法的详细情况可参见例如美国专利 5,312,789(Wood)。

一般来说,使组合物(例如分散体)脱液(包括干燥)的技术是本领域众所周知的,它包括加热以促进液体介质的蒸发、或简单地在空气中干燥。脱液步骤通常从组合物中除去大部分液体介质,但是,在干燥的组合物中仍存在少量(例如约 10 重量%或更少)的液体介质。

在阅读了本发明公开的内容后,本领域的普通技术人员应该能选择不同于本文所述的其它分散体脱液技术以及选择合适的脱液条件,例如干燥温度、干燥时间、干燥速度(包括加热和冷却速度)、环境条件(包括相对湿度、压力(即大气压或高于或低于大气压的压力))、和/或构成脱液或干燥气氛的气氛组成。更合适的脱液或干燥条件取决于例如一种或多种下列因素:具体的分散体(例如分散体的百分固体量、分散体的组分、分散体组分的量或相对含量、分散体组分的粒度和/或分散体组分的粒度分布)、脱液技术、干燥温度、干燥时间、干燥速度和构成脱液或干燥气氛的气氛组成。

或者,可例如在干燥前将混合物转化成前体颗粒。如果例如需将混合物加工成所需的磨粒形状和粒度分布,则可采用该方法。例如可将分散体或溶液挤出成棒,接着将其切割成所需的长度,随后干燥。最后烧结的磨料棒宜具有长宽比约为 1: 1-10: 1、较好约 1.5: 1-5: 1、更好约 2: 1-5: 1。另外,最终烧结的棒可以是弯曲的或者是直的。或者,例如将混合物模塑成三角形颗粒,随后干燥。有关三角形颗粒的其它细节可参见美国专利 5,201,916(Berg 等)。

在脱液或干燥步骤后,干燥的磨粒前体可进行锻烧或预烧结加工。一般来说,锻烧经脱液的材料即陶瓷前体材料(其中基本所有的挥发物已被除去并且存在于分散体中的各种组分已转化成氧化物)的技术是本领域众所周知的。这种技术包括使用旋转炉或固定炉在约 400-1000℃(通常约 450-800℃)的温度下加热经脱液的分散体,直至除去游离的水分,并且通常加热至除去至少约 90 重量%结合的挥发物。在某些情况下,最好将经脱液的分散体缓慢加热至锻烧温度(例如在 6 小时内将脱液的分散体加热至 750℃)。

在阅读了本发明公开的内容后,本领域的普通技术人员应能挑选不同于本文所述的其它技术来锻烧经脱液的分散体,并能选择适当的条件,例如锻烧温度、锻烧时间、锻烧速度(包括加热和/或冷却速度)、环境(包括相对湿度、压力(即大气压或高于或低于大气压的压力))、和/或构成锻烧气氛的气氛组成。更合适的锻烧条件取决于例如一种或多种下列因素:具体的分散体(例如分散体的百分固体量、分散体的组成、分散体组分的量或相对含量、分散体组分的粒度和/或分散体组分的粒度分布)、锻烧温度、锻烧时间、锻烧速度和构成锻烧气

氛的气氛组成。

锻烧温度通常低于 900℃ (较好约 450-800℃)。较好的是, 锻烧温度约为 600-700℃。但是, 可能最好使用多种不同的锻烧条件(包括不同的温度), 例如在低于约 500℃ 的温度下将经脱液的分散体部分锻烧一段时间, 随后在高于约 600℃ 的温度下进一步锻烧。锻烧步骤中的加热(例如采用电阻加热或气体加热)可以是根据连续法或者间歇法的加热。

在锻烧或预烧结后, 对经锻烧或预烧结的材料进行烧结。一般来说, 用于烧结经锻烧材料的技术(它包括在有效地将单斜晶氧化锆转化成四方晶和/或立方晶氧化锆的温度下进行加热, 使金属氧化物前体与氧化锆反应或形成金属氧化物, 提高陶瓷材料的密度)是本领域众所周知的。可在约 1200-1650℃ (通常约 1200-1550℃, 更好约 1300-1450℃, 甚至约 1350-1450℃) 的温度下通过例如加热(例如根据间歇法(例如使用固定炉)或连续法(例如使用旋转窑)进行电阻加热、微波加热、等离子体加热、激光加热或气体燃烧加热)烧结经锻烧的材料。锻烧材料置于置于烧结温度中的时间取决于例如颗粒的粒度、组成和烧结温度。通常, 烧结时间由数秒至最高约 120 分钟(较好在约 3-60 分钟内)。烧结通常在氧化性气氛中进行, 尽管也可使用惰性(例如氩气或氦气)或还原性(例如含氢气体)气氛中进行。

在阅读了本发明公开的内容后, 本领域的普通技术人员应能挑选不同于本文所述的其它技术来烧结经锻烧的材料, 并能选择适当的条件, 例如烧结温度、烧结时间、烧结速度(包括加热和/或冷却速度)、环境(包括相对湿度、压力(即大气压或高于(例如等压热压)或低于大气压的压力))、和/或构成锻烧气氛的气氛组成。更合适的烧结条件取决于例如一种或多种下列因素: 具体的分散体(例如分散体的百分固体量、分散体的组成、分散体组分的量或相对含量、分散体组分的粒度和/或分散体组分的粒度分布)、烧结温度、烧结时间、烧结速度和构成烧结气氛的气氛组成。

但是, 可能最好采用多种不同的烧结条件(包括不同的温度), 其中, 在低于 1200℃ 的温度下将经锻烧即陶瓷前体材料部分烧结一段时间, 随后在高于 1350℃ 的温度下进一步烧结。

有关烧结的其它细节可参见例如美国专利 4,314,827(leitheiser 等)、5,489,204(Conwell 等)、5,653,775(Plovnick 等)和 5,725,162(Garg 等)。

可将形成的烧结材料或甚至例如锻烧材料(它将在粉碎或者粉碎并过筛后烧结)的尺寸降至所需的尺寸。应注意可在锻烧前/或在烧结前使用下面所述的技

术降低磨粒材料的尺寸。形成的烧结材料的尺寸通常大于本发明磨粒材料所需的尺寸。可以并且通常使用本领域已知的粉碎和/或磨碎技术（包括辊式粉碎、canary 研磨、颚式轧碎、锤式粉碎、球磨、喷射研磨、冲击粉碎等）将烧结材料转化成更小的片。在某些情况下，需要使用两个或多个粉碎步骤。例如，在第一步粉碎步骤中将相对大的烧结磨料片即“大块”磨料（例如直径大于 5cm 的磨料）粉碎成小的片。粉碎大块磨料可采用锤式粉碎机、冲击粉碎机、辊式粉碎机或颚式轧碎机。随后粉碎较小的片形成所需的粒度分布。为了获得所需的粒度分布（有时称为磨料尺寸或等级），需要实施多个粉碎步骤。通常优化粉碎条件以获得所需的磨料形状和粒度分布。

可在烧结或锻烧前进行粉碎。可采用例如美国专利 5,725,162 (Garg 等)所述的爆破粉碎法降低干燥但未烧制材料的尺寸。可将经干燥的材料加入温度保持在高于可挥发组分爆破性膨胀的温度的炉子中，使各颗粒分开，在一定高温和停留时间下加热还形成完全密实的磨粒。

本发明磨粒的形状取决于例如磨粒的组成和/或微结构、以及磨料的粉碎方法（即采用的粉碎技术）。还可改变粉碎技术以获得所需的形状。

还可使用本领域已知的技术将本发明磨粒过筛并分级，包括使用工业上认可的分级标准，例如 ANSI（美国国家标准研究所）、FEPA（Federation Europeenne des Fabricants de Produits Abrasifs）、和 JIS（日本工业标准）。可使用的本发明磨粒具有各种粒度，通常粒度为约 0.1-5000 微米、较好约 1-2000 微米、更好约 5-1500 微米，最好约 100-1500 微米。

在一个给定的粒度分布中具有由粗颗粒至细颗粒的粒度范围。在磨料领域中有时将该范围称为“粗”部分、“控制”部分和“细”部分。根据工业上可接受的分级标准规定各个标称级别的粒度分布数值范围对磨粒分级。这种工业上可接受的分级标准包括已知的美国国家标准研究有限公司 (ANSI) 的标准、欧盟磨料产品制造者 (FEPA) 的标准和日本工业标准 (JIS) 的标准。ANSI 指定级别名称（即规定的标称级别）包括 ANSI 4、ANSI 6、ANSI 8、ANSI 16、ANSI 24、ANSI 36、ANSI 40、ANSI 50、ANSI 60、ANSI 80、ANSI 100、ANSI 120、ANSI 150、ANSI 180、ANSI 220、ANSI 240、ANSI 280、ANSI 320、ANSI 360、ANSI 400 和 ANSI 600；FEPA 级别名称包括 P8、P12、P16、P24、P36、P40、P50、P60、P80、P100、P120、P150、P180、P220、P320、P400、P500、P600、P800、P1000 和 P1200；JIS 级别名称包括 JIS 8、JIS 12、JIS 16、JIS 24、JIS 36、JIS 46、JIS 54、JIS 60、JIS 80、JIS 100、JIS 150、JIS 180、JIS 220、JIS 240、JIS 280、

JIS 320、JIS 360、JIS 400、JIS 500、JIS 600、JIS 800、JIS 1000、JIS 1500、JIS 2500、JIS 4000、JIS 6000、JIS 8000 和 JIS 10,000。

在例如对经锻烧材料进行粉碎和过筛后，通常会有许多不同的粒度分布或级别。这许多级别在特定的时间可能不能符合生产者或供应者的要求。为了减少库存，可以回收不需要的磨粒级别。该不需要的级别可例如作为原料来源制造本发明磨粒。

在本发明磨粒上提供一层表面涂层也在本发明范围内。已知表面涂层用于例如如下所述在磨料制品中改进磨粒和粘合剂材料之间的粘合性。这种表面涂层描述在例如美国专利 1,910,444(Nicholson)、3,041,156(Rowse 等)、4,997,461(Markhoff-Matheny 等)、5,009,675(Kunz 等)、5,042,991(Kunz 等)和 5,085,671(Martin 等)。另外，在某些情况下，加入涂层改进磨粒的研磨特性。在另一方面，表面涂层可改进本发明磨粒和粘合剂之间的粘合性。

如上所述制得的本发明磨粒可单独使用或与其它磨粒组合使用。另外，本发明磨粒可掺入各种磨具（例如涂覆磨具、粘结磨具、非织造磨具和研磨刷）中。

III. 许多磨粒和磨粒混合物

本发明磨粒可单独使用或与其它磨粒组合使用，如下所述形成磨具。当与其它磨粒组合使用时，本发明磨粒的含量至少约 2 重量%，较好至少约 5 重量%，更好约 30-99 重量%。在某些情况下，本发明磨粒可与其它磨粒和/或稀释颗粒掺混在一起，其用量为 5-75 重量%、约 25-75 重量%、约 40-60 重量%，或者约 50/50 重量%（即等重量）。

用于与本发明磨粒掺混的合适的常规磨粒的例子包括，但不限于熔凝氧化铝（包括白色熔凝氧化铝、经热处理的氧化铝和棕色氧化铝）、碳化硅、碳化硼、碳化钛、金刚石、立方氮化硼、石榴石、熔凝氧化铝氧化锆、溶胶凝胶法磨粒等。所述溶胶凝胶法磨粒可以是加晶种的或不加晶种的。同样，所述溶胶凝胶法磨粒可具有无规形状或者具有与本发明磨粒相关的形状，例如棒形或三角形。溶胶凝胶法磨粒的例子可参见美国专利 4,314,827(Leitheiser 等)、4,518,397(Leitheiser 等)、4,623,364(Cottringer 等)、4,744,802(Schwabel)、4,770,671(Monroe 等)、4,881,951(Wood 等)、5,011,508(Wald 等)、5,090,968(pellow)、5,139,978(Wood)、5,201,916(Berg 等)、5,227,104(Bauer)、5,366,523(Rowenhorst 等)、5,429,647(Larmie)、5,498,269(Larmie)和 5,551,963(Larmie)。其它有关使用氧化铝粉末作为原料制得的烧结氧化铝磨

粒的细节可参见例如美国专利 5,259,147(Falz)、5,593,467(Monroe)和 5,665,127(Moltgen)。在某些情况下,与包括 100%任一种磨粒的磨具相比,磨粒的掺混物会导致磨具呈现改进的研磨特性。

如果使用磨粒掺混物,构成掺混物的磨粒可具有相同的尺寸。或者,构成掺混物的磨粒可具有不同的尺寸。例如,较大尺寸的磨粒是本发明磨粒,而较小尺寸的磨粒是另一种磨粒。相反,例如较小尺寸的磨粒可以是本发明磨粒,较大尺寸的磨粒可以是另一种磨粒。

合适的稀释颗粒的例子包括但不限于大理石、石膏、燧石、二氧化硅、氧化铁、硅酸铝、玻璃(包括玻璃泡和玻璃球)、氧化铝泡、氧化铝珠和稀释的团聚物。本发明磨粒还可相互组合或与其它磨粒组合成磨料团聚物。磨料团聚物颗粒通常包括许多磨粒、粘结剂和任选的添加剂。所述粘结剂可以是有机和/或无机粘结剂。磨料团聚物可具有无规形状或具有与其有关的预定形状。所述形状可以是块状、圆柱形、棱锥、圆锥、正方体等。磨料团聚物颗粒的粒度通常约 100-5000 微米,较好约 250-2500 微米。有关磨料团聚物颗粒的其它细节可参见例如美国专利 4,311,489(kressner)、4,652,275(Bloecher 等)、4,799,939(Bloecher 等)、5,549,962(Holmes 等)和 5,975,988(Christianson)。

IV. 含本发明磨粒的磨具

本发明磨粒可单独使用或与其它磨粒组合使用,制造常规磨具,例如涂覆磨具、粘结磨具(包括玻璃质粘结的、树脂粘结的和金属粘结的磨轮、切割轮、镶嵌尖端和磨刀石)、非织造磨具和研磨刷。通常,磨具(即研磨制品)包括粘结剂和用该粘结剂固定在磨具中的磨粒(至少一部分是本发明磨粒)。这种磨具的制造混合和使用方法是本领域普通技术人员已知的。另外,本发明磨粒可应用于使用松散磨粒(例如研磨化合物(如抛光化合物)浆料、研磨介质、喷砂介质、振动研磨介质等)的研磨用途中。

涂覆磨具一般包括背衬、磨粒和至少一种将磨粒固定在背衬上的粘结剂。所述背衬可以是任何合适的材料,包括但不限于布料、聚合物膜、纤维、织造织物、非织造织物、纸或其组合、或者这些材料经处理后形成的材料。所述粘结剂可以是任何合适的粘结剂,包括无机或有机粘结剂(包括可热固化的树脂和可辐照固化的树脂)。磨粒可存在于一层或多层涂覆磨具中。

涂覆磨具的一个例子可参见图 1。由该图可见,涂覆磨具 1 具有背衬(基片)2 和研磨层 3。研磨层 3 包括由构造涂层(make coat)5 和上胶涂层 6 固定在背衬 2

主表面上的本发明磨粒 4。在某些情况下，使用超级上胶(supersize)涂层(未显示)。

粘结磨具通常包括由有机、金属或玻璃质粘结剂结合在一起的磨粒成形物。这种成形物可例如是轮状的(例如磨轮或切割轮)。磨轮的直径通常约 1 厘米至超过 1 米；切割磨轮的直径约 1 厘米至超过 80 厘米(更好 3-约 50cm)。切割轮的厚度通常约 0.5mm-5cm，更好约 0.5mm-2cm。所述成形物还可以是例如磨刀石、块、镶嵌尖端、圆盘(例如双盘研磨器)或其它常规的粘结磨料形状。按粘结磨具的总体积计，所述粘结磨具通常包括约 3-50 体积%粘结材料、约 30-90 体积%磨粒(或磨粒掺混物)、最多 5 体积%添加剂(包括研磨助剂)和最多 70 体积%孔隙。

一种所需的磨具是磨轮。参见图 2，该图描述的磨轮 10 包括本发明磨粒 11，其模塑在轮中并且安装在轴套 12 上。

非织造磨具通常包括一个敞开的多孔蓬松聚合物长丝结构，本发明磨粒分布在整個结构中并由有机粘结剂粘附于该结构中。长丝的例子包括，但不限于聚酯纤维、聚酰胺纤维和聚芳酰胺纤维。图 3 给出放大约 100 倍的非织造磨具的示意图。这种非织造磨具包括纤维垫 50 作为基片，和在该基片上通过粘结剂 54 粘附的本发明磨粒 52。

适用的研磨刷包括带有与背衬形成一体的许多硬毛的研磨刷，例如可参见美国专利 5,427,595(Pihl 等)、5,443,906(Pihli 等)、5,679,067(Johnson 等)和 5,903,951(Ionta 等)。较好的是，这种研磨刷由聚合物和磨粒的混合物注塑而成。

用于制造磨具的合适的有机粘结剂包括热固性有机聚合物。合适的热固性有机聚合物的例子包括酚醛树脂、脲醛树脂、蜜胺-甲醛树脂、聚氨酯、脲树脂、丙烯酸酯树脂、聚酯树脂、具有侧接的 α , β -不饱和羰基的氨基塑料树脂、环氧树脂、丙烯酸化的氨基甲酸酯、丙烯酸化的环氧化物及其混合物。粘结剂和/或磨具还可包括添加剂，如纤维、润滑剂、湿润剂、触变材料、表面活性剂、颜料、染料、抗静电剂(例如炭黑、氧化钨、石墨等)、偶合剂(例如硅烷、钛酸酯、锆铝酸盐等)、增塑剂、悬浮剂等。可选择这些任选添加剂的量以提供所需的特性。偶合剂可改进与磨粒和/或填料的粘合性。所述粘结剂的化学性能使之可热固化、辐照固化或两者的结合。有关粘结剂化学性能的其他细节可参见美国专利 4,588,419(Caul 等)、4,751,137(Tumey 等)和 5,436,063(Follett 等)。

粘结剂材料还可含有填料或研磨助剂(通常是颗粒状的)。通常所述颗粒状

材料是无机材料。适用于本发明的合适的填料的例子包括，但不限于金属碳酸盐（例如碳酸钙（如白垩、方解石、泥灰岩、石灰华、大理石和石灰石）、碳酸钙镁、碳酸钠、碳酸镁）、二氧化硅（例如石英、玻璃珠、玻璃泡和玻璃纤维）、硅酸盐（例如滑石、粘土、蒙脱石、长石、云母、硅酸钙、偏硅酸钙、铝硅酸钠、硅酸钠）、金属硫酸盐（例如硫酸钙、硫酸钡、硫酸钠、硫酸铝钠、硫酸铝）、石膏、蛭石、木粉、氢氧化铝、炭黑、金属氧化物（例如氧化钙（石灰）、氧化铝、二氧化钛）和金属亚硫酸盐（例如亚硫酸钙）。

一般来说，加入研磨助剂可提高磨具的使用寿命。研磨助剂是一种对研磨的化学和物理过程产生明显影响的材料，它导致性能的改善。尽管不愿与理论相结合，但是相信研磨助剂可以(a)降低磨粒和要研磨的工件之间的摩擦、(b)防止磨粒“被盖住”（即防止金属颗粒焊接在磨粒的顶部）或者至少降低磨粒被盖住的趋势、(c)降低磨粒和工件之间的界面温度和/或(d)降低研磨力。

研磨助剂包括各种不同的材料，可以是无机材料或有机材料。研磨助剂化学类别的例子包括但不限于蜡、有机含卤化合物、卤盐和金属及其合金。在研磨过程中有机含卤化合物通常会分解，释放卤酸或气态含卤化合物。这种材料的例子包括氯化蜡状的四氯萘、五氯萘和聚氯乙烯。卤盐的例子包括氯化钠、冰晶石钾、冰晶石钠、冰晶石铵、四氟硼酸钾、四氟硼酸钠、氟化硅、氯化钾和氯化镁。金属的例子包括锡、铅、铋、钴、铈、镉和铁钛。其它各种研磨助剂包括硫、有机硫化物、石墨和金属硫化物。使用不同研磨助剂的混合物也在本发明范围内，在某些情况下，这会产生协同效果。一种较好的研磨助剂是冰晶石。另一种更好的研磨助剂是四氟硼酸钾。

研磨助剂特别适用于涂覆磨具和粘结磨具。在涂覆磨具中，研磨助剂一般用于施涂在磨粒表面上的超级上胶涂层。但是，有时研磨助剂被施加至上胶涂层中。通常，加至涂覆磨具的研磨助剂的量约为 $50\text{--}300\text{g/m}^2$ (较好约 $80\text{--}160\text{g/m}^2$)。在玻璃质粘结的磨具中，研磨助剂通常浸渍入磨具的孔隙中。

本发明磨粒可均匀分布在磨具中或者富集在磨具的选定区域或选定部分中。例如，在涂覆磨料中可具有两层磨粒。第一层包括非本发明磨粒的磨粒，第二层（最外层）包括本发明磨粒。同样在粘结磨料中存在两个不同的磨轮部分，最外层部分包括本发明磨粒，而最内层部分则不包括本发明磨粒。或者，本发明磨粒均匀地分布在整個粘结磨具中。

有关涂覆磨具的更详细情况可参见例如美国专利 4,734,104(Broberg)、4,737,163(Larkey)、5,203,884(Buchanan 等)、5,152,917(Pieper 等)、

5,378,251(Culler 等)、5,417,726(Stout 等) 5 436,063(Follett 等)、5,496,386(Broberg 等)、5,609,706(Benedict 等)、5,520,711(Helmin)、5,954,844(Law 等)、5,961,674(Gagliardi 等)、和 5,975,988(Christnason)。有关粘结磨具的更详细情况可参见例如美国专利 4,453,107(Rue)、4,741,743(Narayanan 等)、4,800,685(Haynes 等)、4,898,597(Hay 等)、4,997,461(Markhoff-Matheny 等)、5,083,453(Narayanan 等)、5,110,332(Narayanan 等)和 5,863,308(Qi 等)。有关玻璃质粘结的磨料的更详细情况可参见例如美国专利 4,543,107(Rue)、4,898,597(Hay)、4,997,491(Markhoff-Matheny 等)、5,094,672(Giles 等)、5,118,326(Sheldon 等)、5,131,926(Sheldon 等)、5,203,886(Sheldon 等)、5,282,875(Wood 等)、5,738,696(Wu 等)和 5,863,308(Qi)。有关非织造磨具的更详细情况可参见例如美国专利 2,958,593(Hoover 等)。

V. 使用本发明磨粒的研磨方法

使用本发明磨粒进行研磨的方法包括例如由粗磨(即坯料高压高切削(high stock removal))至抛光(即用涂覆研磨带抛光医用植入物),其中抛光通常使用较精细级(例如小于 ANSI 220 或更细)的磨粒。本发明磨粒还可用于用于精密研磨用途,例如用玻璃质粘结磨轮研磨凸轮轴。用于具体研磨用途的磨粒尺寸是本领域普通技术人员众所周知的。

可在干燥或湿的条件下用本发明磨粒进行研磨。对于湿研磨,可以薄雾状至完全溢流提供液体。常用液体的例子包括但不限于水、水溶性油、有机润滑剂和乳液。所述液体用于降低与研磨有关的热量和/或作为润滑剂。该液体可含有少量添加剂,例如杀菌剂、消泡剂等。

本发明磨粒用于研磨工件,例如铝金属、碳钢、低碳钢、工具钢、不锈钢、淬化钢、钛、玻璃、陶瓷、木材、木材状材料、油漆、油漆表面、有机物涂覆表面等。研磨过程中施加的力常约 1-100kg。

在本发明的一个实例中,本发明磨粒常用于研磨低碳钢,例如 1008 低碳钢、1012 低碳钢、1018 低碳钢或者其它低硬度金属,例如铝。已测定在施加的高负荷下使用较粗级别尺寸的本发明磨粒研磨低碳钢时,本发明磨粒呈现优良的性能。两种较好的较粗级别尺寸为 24 级和 36 级。较好施加的负荷大于约 10kg。

实施例

下列实施例用于进一步说明本发明，但是这些实施例中提到的具体材料和用量以及其它条件和细节不应视为对本发明的限制。本领域的普通技术人员可容易地对本发明进行各种改进和变化。除非另有说明，否则所有份和百分数均以重量计。

实施例 1

向一聚乙烯瓶（1000ml、8.9cm 直径）中加入 823.8g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末（以商品名 HSY 3.0 购自 Zirconia Sales, Inc. of Marietta, GA, 标称组成为 94 重量% ZrO_2 (+ HfO_2) 和 5.4 重量% Y_2O_3 , 余量为杂质, 例如 Al_2O_3 、 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 CaO 和 Na_2O)、3.0g 柠檬酸氢铵粉末（购自 Aldrich Chemical Company of Milwaukee, WI, 目录号为#24,756-1）和 405.4g 蒸馏水。向该瓶中加入约 550 克氧化镁稳定的氧化锆研磨介质（12.7mm 直径, 97% 氧化锆, 购自 U. S. Stoneware Corp. of East Palestine, OH），并在 120rpm 将该混合物研磨 2 小时，使粉末解团聚。

研磨后，除去研磨介质并加入下列物料制得用于喷雾干燥的浆料：用 106.3g 蒸馏水稀释的 51.9g 丙烯酸树脂（以商品名 DURAMAX B-1000 BINDER 购自 Rohm and Haas Company of Philadelphia, PA）、用 19.1g 蒸馏水稀释的 5.7g 增塑剂（以 CARBOWAX POLYETHYLENE GLYCOL 400 购自 Union Carbide of Danbury, CT）、0.3g 分散剂（以 TERGITOL MIN-FOAM 1X SURFACTANT 购自 Union Carbide）、0.4g 氢氧化铵（购自 Alfa Aesar of Ward Hill, MA）和 0.5g 消泡剂（以商品名 FOAMKILL 852 购自 Crucible Chemical Company of Greenville, SC）以减少夹杂在溶液中的空气。用磁力搅拌条混合形成的浆料并将其喷雾干燥（使用购自 Brinkman Instruments of Westbury, NY 的 Buchi Mini Spray Dryer B-191）。在喷雾干燥过程中的入口温度约为 195℃、出口温度约为 100℃。形成的粉末是非团聚的、可自由流动的并且容易压制成小圆片。

使用购自 Carver Laboratory Press (M 型, Carver Inc., Wabash, IN) 的压机施加约 100MPa 的压力将该粉末压制成重约 14.5g 的小圆片。小圆片的直径为 3.18cm、高约 0.5cm。在一炉子中以约 1℃/分钟的加热速率在空气中将该小圆片加热至约 690℃以烧去小圆片中的有机组分，在 690℃将温度保持 1 小时，随后关闭炉子的电源使小球冷却至室温。接着在电加热炉（以商品名 RAPID TEMP FURNACE TYPE 1706FL 购自 CM Furnaces of Bloomfield, NJ）中以约 20℃/分钟

的加热速率将小圆片加热至 1400℃对其进行预烧结。在 1400℃保温 2 小时以后，以约 20℃/分钟的受控冷却速度冷却该炉子。

形成的预烧结的小圆片的密度约为 5.94g/cm³，相信其是理论密度的 98.2%。在 HIP 单元（IPS Eagle 6-45 型，购自 International Pressure Services/American Isotatic Presses, Columbus, OH）中等压热压(HIP)这些小圆片。在约 207MPa 的压力下在氩气氛中将这些小圆片加热至 1375℃对其进行等压热压。由室温加热至 1200℃的加热速率为 20℃/分钟，由 1200℃至 1375℃的加热速率为 13℃/分钟。将小圆片在 1375℃保温 1 小时。随后以约 30℃/分钟的冷却速率将这些小圆片由 1375℃冷却至室温。形成的实施例 1 材料的密度为 6.04g/cm³，相信其是理论密度的 99.8%。

图 4 是实施例 1 材料碎裂的表面的扫描电子显微(SEM)照片。将一片实施例 1 的材料破碎成许多小片。将新露出的碎裂表面固定在扫描电子显微镜的铝短柱(stub)上并涂覆一层金-钼薄层，用扫描电子显微镜（以 JEOL SEM 的商品名购自 JEOL Ltd of Akishima, Japan, JSM 6400 型）进行观察。观察到的材料是密实的、平均粒度约为 0.5 微米。

使用 Chipmunk 颚式轧碎机(241-34 型 VD 式，BICO Inc., of Burbank, CA 制造)将实施例 1 的等压热压的材料粉碎成磨粒并分级，保留-25+30 和-30+35 目部分。混合这两个粒度部分形成 50/50 重量比的掺混物。在每个涂覆磨盘中加入约 30 克所述-25+30 和-30+35 目部分的 50/50 掺混物。

用常规方法制得涂覆磨盘。使用常规的碳酸钙填充的酚醛构造树脂（48 重量%可溶酚醛树脂、52 重量%碳酸钙，用水和二元醇醚稀释至 81 重量%固体）和常规的冰晶石填充的酚醛上胶树脂（32 重量%可溶性酚醛树脂、2 重量%氧化铁、66 重量%冰晶石，用水和二元醇醚稀释至 78 重量%固体）将烧结的磨粒粘结在 17.8cm 直径、0.8mm 厚的硫化的纤维背衬（具有一个 2.2cm 直径的中央孔）上。湿的构造树脂涂层以约 185g/m² 的涂覆重量施涂。施涂构造涂层后，立即静电涂覆烧结的磨粒。将构造树脂在 88℃预固化 120 分钟。随后在构造涂层和磨粒上涂覆冰晶石填充的酚醛上胶涂层。湿的上胶涂层以约 500g/m² 的涂覆重量施涂。将上胶涂层在 99℃固化 12 小时，在试验前所述涂覆磨盘是挠性的。

比较例 A

如实施例 1 所述制得比较例 A 的涂覆磨盘，但是使用溶胶凝胶法磨粒（以 321 CUBITRON 商品名由美国 3M 公司出品）代替实施例 1 的磨粒。

如下测定比较例 A 磨粒的有效单轴拉伸强度：将磨粒分级成一系列粒度部分，保留-14+16 目部分，使用材料试验工作站(以 Sintech 10/D 的商品名购自 MTS Systems Corporation of Eden Prairie, MN)测定各个颗粒的断裂负荷。使用千分尺将要试验的各个颗粒的代表性直径测量至 0.001mm。

将颗粒放置在千分尺的水平方向固定测量头上，并将其转移到同一相对方向上的试验架上。使用多根直径 1.27cm 的 WC 棒(以 Grade CD-630 购自 Carbidie of Irwin, PA)作为负荷棒。使用高速金刚石锯(以 Buehler Isomet 2000 购自 Buehler Ltd. of Lake Bluff, IL)割去其端部(end)形成 WC 棒的表面用于试验测量。用金刚石研磨带(以 3M Flex Diamond Sanding Belt-74μm 购自美国 3M 公司)将该棒表面的边缘研磨成斜面，并使用 9 微米 of 的金刚石悬浮液(以 AUTOMET 3 Polisher 购自 Buehler Ltd. of Lake Bluff, IL)和抛光布(以 TEXMET 抛光布的商品名购自 Buehler Ltd.) 抛光该棒的表面。

在对磨粒进行试验前，WC 棒具有似镜的光洁度，将单个颗粒置于下负荷棒上，并下降上负荷棒直至其刚好接触试样。以 0.50mm/min 的十字头速度对颗粒施加负荷直至其断裂。通常每种材料试验 15 个颗粒。

记录负荷-位移(LD)曲线，同时记录断裂时的负荷。通常负荷-位移曲线在断裂前并非是线性的而是带有一个或多个负荷降低，据信这对应于试样开裂和碎裂。有时对试样定向以使几乎平的表面与负荷棒相接触。这些试样通常呈现最高的断裂负荷。在这些情况下，相信存在压缩应力而不是常在圆柱形和球形试样径向压缩试验中引起的拉伸应力。磨粒的有效单轴拉伸强度可根据 J. N. Brecker 在名称为“磨粒的断裂强度” J. Eng. Ind., 96(4) 1253-57(1974)的论文中记载的公式算得。在该公式中拉伸强度(由球体和立方体(由最大应变理论得到)的强度平均值得到)由下式算得：

$$\sigma = 1.37 \frac{P}{a^2}$$

其中，P 是断裂负荷、a 是磨粒直径。

用该技术测定的比较例 A 试样的平均拉伸强度和标准偏差为 161±71MPa，Weibull 模量为 2.33。

实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能

如下评价实施例 1 和比较例 A 磨盘的研磨性能：将各个涂覆磨盘固定在倾斜的铝支承垫上，用其研磨预先称重的 1.26×17.8×10.2cm1018 低碳钢工件，磨盘的转速为 5,000rpm。在试验的第一个 24 分钟以 10.1kg 的负荷位于支承垫倾斜

边缘上的磨盘部分与工件接触。24 分钟后，将负荷增至 17.3kg，再最后试验 6 分钟。各个磨盘以 1 分钟的间隔依次研磨各个工件。总切削量是整个试验过程中从工件上除去材料的总量。每分钟记录的切削量图示于图 5。12、24 和 30 分钟后的总切削量示于下表 1。

表 1

	12 分钟总切削量 (g)	24 分钟总切削量 (g)	30 分钟总切削量 (g)
比较例 A	1138	1404	1404
实施例 1	1338	2706	3702

实施例 2

向一聚乙烯瓶中加入 295.7g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末(HSY 3.0)、0.8g 柠檬酸氢铵粉末(目录号为#24,756-1)和 128.6g 蒸馏水。向该混合物中加入约 0.4 克分散剂(TERGITOL MIN-FOAM 1X SURFACTANT)和 0.5g 消泡剂(FOAMKILL 852)以减少夹杂在溶液中的空气。向该瓶中加入约 470g 经氧化镁稳定的氧化锆研磨介质(12.7mm 直径, 97%氧化锆, 购自 US Stoneware Corp), 将该混合物研磨 1.5 小时以使粉末解聚集。

研磨后, 除去研磨介质并将浆料倒入一个玻璃(PYREX)盘中。在缓慢振荡该玻璃盘以防止粉末沉积的同时使用离浆料约 46cm(18 英寸)的加热枪干燥该浆料。在用加热枪干燥后, 将玻璃盘置于干燥烘箱中在 90℃再放置 30 分钟以更完全干燥该材料。干燥的粉末床用刮刀划割(score)并从玻璃盘上刮下, 形成小薄片材料。各个片称得的重量约为 0.5-3 克。以约 1℃/min 的加热速率在炉子中在空气中将这些薄片由室温加热至 690℃以烧去其中的有机组分。在 690℃保温 1 小时, 随后关闭炉子电源使之冷却至室温。

使用一个气氛受控的炉子(1000-4560FP 型, Astro Industries of Santa Barbara, CA)将约 140g 形成的薄片在 1500℃在氩气氛中烧结 1 小时。以约 10℃/min 的加热速率将薄片由室温加热至 1500℃, 在 1500℃保温 1 小时, 以约 10℃/min 的冷却速率冷却至 800℃, 随后关闭炉子电源冷却至室温。形成的薄片密度约为 6.00g/cm³, 据信它是理论密度的 99.2%。

如比较例 A 所述测量实施例 2 试样的平均拉伸强度。实施例 2 试样的平均拉伸强度和标准偏差为 685±529MPa。Weibull 模量为 1.65。

如实施例 1 所述对烧结薄片进行粉碎和分级, 制得-25+30 和-30+35 目部分的 50/50 掺混物。如实施例 1 所述制得实施例 2 的涂覆磨盘, 但是使用实施例

2 的 50/50 掺混物代替实施例 1 的磨粒。

实施例 3

使用一个气氛受控的炉子 (1000-4560FP 型) 将约 140g 已加热至 690℃ 的实施例 2 薄片在 1450℃ 在氩气氛中预烧结 1 小时。以约 10℃/min 的加热速率将薄片由室温加热至 1450℃, 在 1450℃ 保温 1 小时, 以约 10℃/min 的冷却速率冷却至 800℃, 随后关闭炉子电源冷却至室温。

形成的薄片密度约为 5.97g/cm³, 据信它是理论密度的 98.7%。随后如实施例 1 所述对所述薄片进行等压热压。得到的实施例 3 材料的密度为 6.07g/cm³, 据信它是理论密度的 100.3%。

如比较例 A 所述测得实施例 3 材料的平均拉伸强度和标准偏差为 672±402MPa, Weibull 模量为 2.20。

图 6 是实施例 3 经等压热压材料破碎表面的扫描电子显微照片。将一片实施例 3 材料破碎成小薄片, 将新露出的碎裂表面固定在扫描电子显微镜的铝短柱 (stub) 上并涂覆一层金-钼薄层, 用扫描电子显微镜 (以 JEOL SEM 的商品名购自 JEOL Ltd of Akishima, Japan, JSM 6400 型) 进行观察。实施例 3 材料的平均粒度约为 0.5 微米。

将实施例 3 经加工的薄片固定在固定树脂上 (以 EPOXIDE 购自 Buehler Ltd., Lake Bluff, IL) 测量该经等压热压的薄片的平均微硬度。更具体地说, 将实施例 3 的材料固定于 3.18cm (1.25 英寸) 直径、1.9cm (0.75 英寸) 高的圆柱体树脂中。使用金刚石抛光膜 (以 IMPERIAL DIAMOND LAPPING FILM 的商品名购自美国 3M 公司) 抛光该固定的试样, 最后的抛光步骤使用 0.5 微米金刚石膜以获得试样经抛光的横截面。

使用常规的带有 Vickers 压头的微硬度试验机 (以 MITUTOYO MVK-VL 购自 Mitutoyo Corp. of Tokyo, Japan) 采用 500 克压痕负荷进行硬度测量。该硬度是测量根据 ASTM 试验方法中用于材料微硬度的 E384 试验方法 (1991) 进行的。记录的硬度值是 10 次测量的平均值。实施例 3 经等压热压材料的平均微硬度值是 13.2GPa。

如实施例 1 所述制得实施例 3 的涂覆磨盘, 但是用实施例 3 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 2-3 和比较例 A 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述，评价实施例 2 和 3 以及比较例 A 涂覆磨盘的研磨性能，但是试验时间为 18 分钟，负荷为 17.3kg。每分钟记录的切削量示于图 7。研磨 12 和 18 分钟后的总切削量列于下表 2：

表 2

	12 分钟切削总量(g)	18 分钟切削总量(g)
比较例 A	1245	*
2	2371	3041
3	2572	3737

*由于 18g/min 的低切削速率，因此 12 分钟后中止试验

实施例 4

向一聚乙烯瓶中加入 384.2g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末(HSY 3.0)、0.7g 柠檬酸氢铵粉末(目录号为#24,756-1)和 350.6g 蒸馏水。向该混合物中加入 100.2 克掺杂氧化镁的氧化铝粉末(以 CERALOX APA 0.5 with MgO(标称组成为 99.97 重量% Al_2O_3 和 500ppmMgO, 余量为杂质, 例如 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 CaO 和 Na_2O)购自 Condea Vista Company of Tucson, AZ)。向该瓶中加入 500 克氧化镁稳定的氧化锆研磨介质(12.7mm 和 9.53mm 直径(两种尺寸, 较大尺寸约占 40%, 而较小尺寸约占 60%)), 97%氧化锆, 购自 U. S. Stoneware Corp), 将该混合物研磨 54 小时, 使粉末解团聚并相互混合。

研磨后, 如实施例 2 所述制得实施例 4 的磨料前体薄片。将该薄片在空气中在 670℃加热 1 小时以烧去薄片中的有机组分。以约 1℃/分钟的加热速率将薄片由室温加热至 670℃、在 670℃保温 1 小时, 随后关闭炉子的电源使之冷却至室温。

使用一个气氛受控的炉子(1000-4560FP 型)将约 160g 得到的薄片在 1600℃在氩气氛中烧结 2 小时。以约 10℃/min 的加热速率将薄片由室温加热至 1600℃, 在 1600℃保温 2 小时, 以约 10℃/min 的冷却速率冷却至 800℃, 随后关闭炉子电源冷却至室温。

如实施例 1 所述制得实施例 4 的涂覆磨盘, 但是使用实施例 4 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 5

使用一个电加热炉 (RAPID TEMP FURNACE TYPE 1706FL) 将约 160g 已加热至 670℃ 的实施例 4 薄片在 1600℃ 在气氛中烧结 2 小时。以约 20℃/min 的加热速率将薄片由室温加热至 1600℃, 在 1600℃ 保温 2 小时, 以约 20℃/min 的受控冷却速率冷却炉子。形成的薄片密度约为 5.42g/cm³, 据信它是理论密度的 99.0 %。

如实施例 1 所述制得实施例 5 的涂覆磨盘, 但是使用实施例 5 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 6

向一聚乙烯瓶中加入 384.7g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末 (HSY 3.0)、0.7g 柠檬酸氢铵粉末 (目录号为 #24, 756-1) 和 359.8g 蒸馏水。向该混合物中加入 100.0 克掺杂氧化镁的氧化铝粉末 (CERALOX APA 0.5 with MgO)。向该瓶中加入 500 克氧化镁稳定的氧化锆研磨介质 (12.7mm 和 9.53mm 直径 (两种尺寸, 较大尺寸约占 40%, 而较小尺寸约占 60%)), 97% 氧化锆, 购自 U. S. Stoneware Corp), 将该混合物研磨 54 小时, 使粉末解团聚并相互混合。

研磨后, 除去研磨介质并将浆料倒入塑料烧杯。将该塑料烧杯置于带旋转搅拌条的加热板上, 以从浆料中蒸去水分。另外, 使用固定在烧杯上方的红外灯进一步帮助蒸发水分。从烧杯中以大块状刮出干燥的粉饼。各个块称得的重量约为 10-25 克。将这些材料块在空气中在 670℃ 加热 1 小时以烧去有机组分。以约 1℃/min 的加热速率将这些块由室温加热至 670℃、在 670℃ 保温 1 小时、关闭炉子的电源使之冷却至室温。

在 670℃ 烧去有机组分后, 使用研钵和研杵粉碎该粉末块, 从而使所有粉末均可通过 70 目筛网。使用等压冷压机 (#IP4-22-60 型, 购自 Autoclave Engineers of Erie, PA) 和橡胶等压冷压袋 (壁厚 1.6mm、7.62cm 直径×61.0cm 长, Trexler Rubber Company of Ravenna, OH) 将粉末颗粒合并成大块。施加 172MPa 的等压冷压力 1 分钟。随后从等压冷压袋取出合并的大块, 使用研钵再将该大块粉末粉碎成 0.5-10 克的材料小块。

使用一个气氛受控的炉子 (1000-4560FP 型) 将约 175g 得到的材料块在 1600℃ 在氩气氛中烧结 2 小时。以约 10℃/min 的加热速率将料块由室温加热至 1600℃, 在 1600℃ 保温 2 小时, 以约 10℃/min 的冷却速率冷却至 800℃, 随后关闭炉子电源冷却至室温。

如实施例 1 所述制得实施例 6 的涂覆磨盘，但是使用实施例 6 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 7

使用一个电加热炉（以 1700S-D 型 RAPID TEMP FURNACE 购自 CM Furnaces of Bloomfield, NJ）将约 175g 已经等压冷压的实施例 6 料块在 1600℃在空气氛中烧结 2 小时。以约 20℃/min 的加热速率将料块由室温加热至 1600℃，在 1600℃保温 2 小时，接着以约 20℃/min 的受控冷却速率冷却至室温。形成的薄片密度约为 5.41g/cm³，据信它是理论密度的 98.8%。

如实施例 1 所述制得实施例 7 的涂覆磨盘，但是使用实施例 7 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 4-7 和比较例 A 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述，评价实施例 4-7 以及比较例 A 涂覆磨盘的研磨性能，但是试验时间为 12 分钟，负荷为 17.3kg。研磨 12 分钟后的总切削量列于下表 3：

表 3

	12 分钟切削总量(g)
比较例 A	1245
4	2044
5	1802
6	1075
7	1251

实施例 8

向一聚乙烯瓶中加入 310.2g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末(HSY 3.0)、0.7g 柠檬酸氢铵粉末(目录号为#24,756-1)和 349.8g 蒸馏水。向该混合物中加入 175.1 克掺杂氧化镁的氧化铝粉末(CERALOX APA 0.5 with MgO)。向该瓶中加入 500 克氧化镁稳定的氧化锆研磨介质(12.7mm 和 9.53mm 直径(两种尺寸,较大尺寸约占 40%，而较小尺寸约占 60%)，97%氧化锆，购自 U.S. Stoneware Corp)，将该混合物研磨 54 小时，使粉末解团聚并相互混合。

研磨后，如实施例 4 所述制得烧去有机组分（即在 670℃锻烧 1 小时）的磨料前体薄片。

如实施例 4 所述将 160 克获得的薄片在氩气氛中在 1600℃ 烧结 2 小时。

如实施例 1 所述制得实施例 8 的涂覆磨盘，但是使用实施例 8 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 9

如实施例 5 所述将约 225g 已加热至 670℃ 的实施例 8 薄片在 1600℃ 在空气中烧结 2 小时。形成的薄片密度约为 5.07g/cm³，据信它是理论密度的 99.3%。

如实施例 1 所述制得实施例 9 的涂覆磨盘，但是使用实施例 9 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 10

向一聚乙烯瓶中加入 309.1g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末(HSY 3.0)、0.8g 柠檬酸氢铵粉末(目录号为#24,756-1)和 350.3g 蒸馏水。向该混合物中加入 175.0 克掺杂氧化镁的氧化铝粉末(CERALOX APA 0.5 with MgO)。向该瓶中加入 500 克氧化镁稳定的氧化锆研磨介质(12.7mm 和 9.53mm 直径(两种尺寸，较大尺寸约占 40%，而较小尺寸约占 60%)，97%氧化锆，购自 U.S.Stoneware Corp)，将该混合物研磨 54 小时，使粉末解团聚并相互混合。

研磨后，如实施例 6 所述制得烧去有机组分并且等压冷压的磨料前体块。

如实施例 6 所述将约 175 克获得的料块在氩气氛中在 1600℃ 烧结 2 小时。

如实施例 1 所述制得实施例 10 的涂覆磨盘，但是使用实施例 10 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 11

如实施例 7 所述将约 175g 已经等压冷压的实施例 10 料块在 1600℃ 在空气中烧结 2 小时。形成的薄片密度约为 5.09g/cm³，据信它是理论密度的 99.6%。

如实施例 1 所述制得实施例 11 的涂覆磨盘，但是使用实施例 11 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 8-11 和比较例 A 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述，评价实施例 8-11 以及比较例 A 涂覆磨盘的研磨性能，但是试验时间为 12 分钟，负荷为 17.3kg。研磨 12 分钟后的总切削量列于下表 4：

表 4

	12 分钟切削总量(g)
比较例 A	1245
8	1990
9	1500
10	1080
11	936

实施例 12

使用实施例 6 所述方法使用等压冷压机(#IP4-22-60)将约 500 克经氧化钇稳定的氧化锆/氧化铝共沉淀粉末颗粒(以商品名 ATZ-80 购自 Zirconia Sales, Inc. of Marietta, GA, 标称组成为 75 重量% ZrO_2 (+ HfO_2)、4.1 重量% Y_2O_3 、19.5 重量% Al_2O_3 、余量为杂质, 例如 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 CaO 和 Na_2O) 合并成小块并粉碎。

使用一个电加热炉(RAPID TEMP FURNACE TYPE 1706FL)将约 180g 得到的料块在 1500℃在空气氛中烧结 2.1 小时。以约 20℃/min 的加热速率将料块由室温加热至 1500℃, 在 1500℃保温 2.1 小时, 接着以约 20℃/min 的受控冷却速率冷却至室温。形成的薄片密度约为 5.50g/cm³, 据信它是理论密度的 100.0%。

如实施例 1 所述制得实施例 12 的涂覆磨盘, 但是使用实施例 12 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 13

使用一个电加热炉(RAPID TEMP FURNACE TYPE 1706FL)将约 175g 已经等压热压的实施例 12 料块在 1470℃在空气氛中预烧结 2.1 小时。以约 20℃/min 的加热速率将料块由室温加热至 1470℃, 在 1470℃保温 2.1 小时, 随后以约 20℃/min 的受控冷却速率冷却至室温。

形成的预烧结的料块的密度约为 5.36g/cm³, 相信其是理论密度的 97.5%。在 HIP 单元(IPS Eagle 6-45 型)中等压热压(HIPed)这些料块。在约 207MPa 的压力下在氩气氛中将料块在 1400℃加热 1 小时对其进行等压热压料块。由室温加热至 1200℃的加热速率为 20℃/分钟, 由 1200℃至 1400℃的加热速率为 13℃/分钟, 在 1400℃保温 1 小时, 随后以约 30℃/分钟的受控冷却速率将这些料块冷却至室温。形成的实施例 13 材料的密度为 5.44g/cm³, 相信其是理论密度的 98.9%。

如实施例 1 所述制得实施例 13 的涂覆磨盘, 但是使用实施例 13 的磨粒代替

实施例 1 的磨粒。

实施例 14

使用实施例 6 所述方法使用等压冷压机(#IP4-22-60)将约 2000 克经氧化钇稳定的氧化锆/氧化铝共沉淀粉末颗粒(以商品名 TZ-3Y20A 购自 Tosoh Ceramics Division of Bound Brook, NJ, 标称组成为 76.0 重量% ZrO_2 (+ HfO_2)、3.9 重量% Y_2O_3 、20.0 重量% Al_2O_3 、余量为杂质, 例如 SiO_2 、 Fe_2O_3 和 Na_2O) 合并成小块并粉碎。

使用一个电加热炉(1700S-D 型 RAPID TEMP FURNACE)将约 750g 得到的料块在 1500°C 在气氛中烧结 1.5 小时。以约 15°C/min 的加热速率将料块由室温加热至 1500°C, 在 1500°C 保温 1.5 小时, 接着以约 15°C/min 的受控冷却速率冷却至室温。

如比较例 A 所述测得实施例 14 材料的平均拉伸强度。实施例 14 材料的平均拉伸强度和标准偏差为 $556 \pm 339 \text{ MPa}$ 。Weibull 模量为 1.73。比较例 A 和实施例 2、3、14 制得的材料的强度值图示于图 8。

如实施例 1 所述制得实施例 14 的涂覆磨盘, 但是使用实施例 14 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 15

使用研钵和研杵将约 750 克经等压冷压的实施例 14 的料块粉碎成颗粒并分级以保留 +40 目(美国标准筛网)颗粒部分。如实施例 14 所述在空气中在 1500°C 将该 +40 目颗粒部分烧结 1.5 小时。

如实施例 1 所述制得实施例 15 的涂覆磨盘, 但是使用 36 克实施例 15 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 12-15 和比较例 A 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述, 评价实施例 12-15 以及比较例 A 涂覆磨盘的研磨性能, 但是试验时间为 12 分钟, 负荷为 17.3kg。研磨 12 分钟后的总切削量列于下表 5:

表 5

	12 分钟切削总量(g)
比较例 A	1245
12	2146
13	2370
14	2433
15	2486

实施例 16

将约 480 克已经在 1500℃ 空气中烧结 1.5 小时的实施例 15 磨粒在 HIP 单元 (SL-1 型, 购自 Mini-Hipper, Conaway Pressure Systems Inc., of Dublin, OH) 中等压热压 (HIPed)。在约 172MPa 的压力下在氩气氛中将这些磨粒在 1450℃ 下加热 1 小时对其进行等压热压。磨粒由室温加热至 1450℃ 的加热速率为 16℃/分钟, 在 1450℃ 保温 1 小时, 随后以约 30℃/分钟的受控冷却速率冷却至室温。

如实施例 1 所述制得实施例 16 的涂覆磨盘, 但是使用 36 克实施例 16 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

比较例 B

如实施例 1 所述制得比较例 B 的涂覆磨盘, 但是使用 27 克溶胶凝胶法磨粒 (321CUBITRON) 代替 30 克实施例 1 的磨粒。

实施例 16 和比较例 B 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述, 评价实施例 16 以及比较例 B 涂覆磨盘的研磨性能, 但是试验时间为 18 分钟, 负荷为 17.3kg。研磨 12 和 18 分钟后的总切削量列于下表 6:

表 6

	12 分钟切削总量(g)	18 分钟切削总量(g)
比较例 B	1126	*
16	2570	3385

*由于 3g/min 的低切削速率, 因此 12 分钟后中止试验

实施例 17

如实施例 1 所述使用实施例 15 磨粒制得涂覆磨盘, 但是使用 22 克实施例 15 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 18

如实施例 1 所述使用实施例 16 磨粒制得涂覆磨盘,但是使用 22 克实施例 16 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

比较例 C

如实施例 1 所述制得比较例 C 的涂覆磨盘,但是使用 20 克溶胶凝胶法磨粒 (321 CUBITRON) 代替 30 克实施例 1 的磨粒。

实施例 17-18 和比较例 C 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述,评价实施例 17-18 以及比较例 C 涂覆磨盘的研磨性能,但是试验时间为 18 分钟,负荷为 17.3kg。研磨 12 和 18 分钟后的总切削量列于下表 7:

	12 分钟切削总量 (g)	18 分钟切削总量 (g)
比较例 C	1210	*
17	2710	3690
18	2637	3817

*由于 5g/min 的低切削速率,因此 12 分钟后中止试验

实施例 19

如实施例 2 所述制得烧去有机组分 (即在 690℃ 加热 1 小时) 的磨料前体薄片。使用一个气氛受控的炉子 (1000-4560FP 型) 将约 375g 已经加热至 690℃ 的所述薄片在 1465℃ 在氩气氛中预烧结 65 分钟。以约 10℃/min 的加热速率将薄片由室温加热至 1465℃,在 1465℃ 保温 65 分钟,以约 10℃/min 的冷却速率冷却至 800℃,随后关闭炉子电源冷却至室温。形成的薄片密度约为 6.01g/cm³,据信它是理论密度的 99.3%。

随后等压热压 (HIPed) 所述薄片,在约 207MPa 的压力下在氩气氛中将这些薄片在 1385℃ 加热 65 分钟。薄片由室温加热至 1200℃ 的加热速率约为 20℃/分钟,由 1200℃ 加热至 1385℃ 的加热速率约为 13℃/分钟,在 1385℃ 保温 65 分钟,随后以约 30℃/分钟的冷却速率由 1385℃ 冷却至室温。形成的实施例 19 材料的密度约为 6.06g/cm³,据信它是理论密度的 100.1%。

如实施例 3 所述测得实施例 19 材料的平均微硬度。实施例 19 材料的平均微硬度为 13.5GPa。

如下算得实施例 19 材料的平均压痕韧性：用微硬度试验机（以 Leitz Miniload 的商品名购自 E. Leitz, Inc. of Wetzlar, Germany）测量由 2000 克负荷造成的从 Vickers 压头顶点延伸的裂缝长度。由下式算得压痕韧性(K_c)：

$$K_c = 0.0319F/[a(l)^{1/2}]$$

其中， F =压头上的牛顿力；

a 和 l 的规定如图 9 所示。

该式来自 C. B. Ponton 和 R. D. Rawlings 的“Vickers Indentation Fracture Toughness Test, Part 1”, Mater. Sci. & Tech., 5(9) (1989)。该式用于 Palmqvist 型裂缝系统。如上面微硬度试验所述制得用于测量韧性的试样。给出的压痕韧性值是 5 次测量的平均值。裂缝(c)和压痕对角线长度(a)是在扫描电子显微镜(JEOL SEM, JSM 6400 型)制得的显微照片上用数码卡尺测得的。实施例 19 经等压热压材料的平均压痕韧性为 $8.0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 。

使用软件(以 SIROQUANT 的商品名购自 Sietronics of Belconnen, Canberra, Australia)将算得的 x-射线衍射强度图用 Rietveld 参数精细拟合测得的 x-射线衍射强度图，对实施例 19 进行半定量相分析。用这种技术，发现实施例 19 由约 93.0 重量% (± 0.5 重量%) 立方/四方晶氧化锆和 7.0 重量% (± 0.5 重量%) 单斜晶氧化锆组成。

如实施例 1 所述制得实施例 19 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 19 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 20

如实施例 2 所述制得烧去有机组分（即在 690°C 加热 1 小时）的磨料前体薄片。使用一个电加热炉（RAPID TEMP FURNACE TYPE 1706FL）将约 250g 已经加热至 690°C 的所述薄片在 1470°C 在空气中预烧结 65 分钟。以约 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 的加热速率将薄片由室温加热至 1470°C ，在 1470°C 保温 65 分钟，以约 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 的冷却速率冷却至 800°C ，随后关闭炉子电源冷却至室温。

如实施例 19 所述对薄片进行等压热压。形成的实施例 20 材料的密度为 $6.05 \text{ g}/\text{cm}^3$ ，据信它是理论密度的 100.0%。

如实施例 3 所述测得实施例 20 材料的平均微硬度。实施例 20 材料的平均微硬度为 13.1 GPa 。

如实施例 19 所述对实施例 20 材料进行半定量相分析。用这种技术，发现实施例 20 由约 89.1 重量% (± 0.4 重量%) 立方/四方晶氧化锆和 10.9 重量% (± 0.4

重量%)单斜晶氧化锆组成。

如实施例 1 所述制得实施例 20 的涂覆磨盘,但是使用 27 克实施例 20 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 21

如实施例 2 所述制得磨料前体(未烧去有机组分)的干燥(即用加热枪并在 90℃的干燥烘箱中干燥 30 分钟)的粉末床薄片。使用 Chipmink 颚式轧碎机(241-34 型)将薄片粉碎成颗粒,分级以保留-18+20、-20+25 和-25+30 目颗粒部分(美国标准筛网)。将 160g 颗粒在空气中在 690℃加热 1 小时以烧去有机组分。在一个炉子中以约 1℃/min 的加热速度将颗粒由室温加热至 690℃,在 690℃保温 1 小时,随后关闭炉子电源将其冷却至室温。

如实施例 19 所述将约 160g 已经加热至 690℃的所述颗粒在 1465℃在氩气中预烧结 65 分钟。随后如实施例 19 所述对颗粒进行等压热压。形成的实施例 21 颗粒的密度为 6.06g/cm³,据信它是理论密度的 100.2%。

如实施例 3 所述测得实施例 21 材料的平均微硬度。实施例 21 材料的平均微硬度为 13.5GPa。

如实施例 1 所述制得实施例 21 的涂覆磨盘,但是使用 27 克实施例 21 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 22

使用已经粉碎并分级保留-70 目(美国标准试验筛网)部分的实施例 21 薄片的粉末制造实施例 22 的材料。在一个聚乙烯瓶子中装入 295.7g -70 目的实施例 21 的粉末、0.2g 分散剂(TERGITOL MIN-FOAM 1X SURFACTANT)和 128.7 克蒸馏水。向该瓶中加入约 470 克氧化镁稳定的氧化锆研磨介质(12.7mm 直径,97%氧化锆,购自 U.S.Stoneware Corp),将该混合物研磨 1.5 小时,使粉末解团聚。

研磨后,如实施例 2 所述干燥该浆料并烧去薄片的有机组分。如实施例 19 所述将约 210 克已经加热至 690℃的薄片在氩气中在 1465℃预烧结 65 分钟。形成的薄片的密度约为 5.93g/cm³,据信它是理论密度的 98.0%。

如实施例 19 所述对颗粒进行等压热压。形成的实施例 22 薄片的密度为 6.05g/cm³,据信它是理论密度的 100.0%。

如实施例 3 所述测得实施例 22 材料的平均微硬度。实施例 22 材料的平均微硬度为 13.5GPa。

如实施例 1 所述制得实施例 22 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 22 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 23

使用已经粉碎并分级保留-70 目（美国标准试验筛网）部分的实施例 21 薄片的粉末制造实施例 23 的材料。在一个聚乙烯瓶子中装入 295.4g -70 目的实施例 21 的粉末、0.2g 分散剂(TERGITOL MIN-FOAM 1X SURFACTANT)和 128.6 克蒸馏水。向该瓶中加入约 470 克氧化镁稳定的氧化锆研磨介质(12.7mm 直径，97%氧化锆，购自 U. S. Stoneware Corp)，将该混合物研磨 1.5 小时，使粉末解团聚。

研磨后，如实施例 2 所述干燥该浆料。使用 Chipmunk 颚式轧碎机(241-34 型)将该干燥的磨料前体粉末床薄片(未烧去有机组分)粉碎成颗粒并分级以保留-18+20、-20+25、-25+30 目（美国标准筛网）颗粒部分。如实施例 21 所述将所得颗粒在 690℃在空气中加热 1 小时以烧去有机组分。

如实施例 19 所述将约 100 克已经加热至 690℃的颗粒在氩气中在 1465℃预烧结 65 分钟。形成的颗粒的密度约为 5.99g/cm³，据信它是理论密度的 99.0%。

如实施例 19 所述对颗粒进行等压热压。形成的实施例 23 颗粒的密度为 6.06g/cm³，据信它是理论密度的 100.1%。

如实施例 3 所述测得实施例 23 颗粒的平均微硬度。实施例 23 颗粒的平均微硬度为 13.5GPa。

如实施例 1 所述制得实施例 23 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 23 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 24

如实施例 2 所述制得烧去有机组分（即在 690℃加热 1 小时）的磨料前体薄片。使用 Chipmunk 颚式轧碎机(241-34 型)将该薄片粉碎成颗粒并分级以保留-18+20、-20+25、-25+30 目（美国标准筛网）颗粒部分。如实施例 19 所述将约 100g 所述磨粒在 1465℃在氩气氛中预烧结 65 分钟。形成的颗粒的密度约为 6.02g/cm³，据信它是理论密度的 99.5%。

如实施例 19 所述对颗粒进行等压热压。形成的实施例 24 颗粒的密度为 6.06g/cm³，据信它是理论密度的 100.1%。

如实施例 3 所述测得实施例 24 颗粒的平均微硬度。实施例 24 颗粒的平均微硬度为 13.6GPa。

如实施例 1 所述制得实施例 24 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 24 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 25

使用已经粉碎并分级以保留-70 目（美国标准试验筛网）部分的实施例 24 薄片的粉末制造实施例 25 的材料。在一个聚乙烯瓶子中装入 295.7g -70 目的实施例 24 的粉末、0.8 g 柠檬酸氢铵粉末（目录号为#24,756-1）和 128.6 克蒸馏水。向该混合物中加入 0.4g 分散剂（TERGITOL MIN-FOAM 1X SURFACTANT）和 0.5g 消泡剂（FOAMKILL 852）以减少溶液中夹杂的空气。向该瓶中加入约 470 克氧化镁稳定的氧化锆研磨介质（12.7mm 直径，97%氧化锆，购自 U.S.Stoneware Corp），将该混合物研磨 1.5 小时，使粉末解团聚。

研磨后，如实施例 2 所述干燥该浆料并烧去薄片的有机组分。如实施例 19 所述将约 290 克已经加热至 690℃的薄片在氩气中在 1465℃预烧结 65 分钟。形成的薄片的密度约为 6.00g/cm³，据信它是理论密度的 99.2%。

如实施例 19 所述对颗粒进行等压热压。形成的实施例 25 薄片的密度为 6.06g/cm³，据信它是理论密度的 100.2%。

如实施例 3 所述测得实施例 25 材料的平均微硬度。实施例 23 材料的平均微硬度为 12.7GPa。

如实施例 1 所述制得实施例 25 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 25 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 26

使用已经粉碎并分级以保留-70 目（美国标准试验筛网）粒度部分的实施例 24 薄片的粉末制造实施例 26 的材料。在一个聚乙烯瓶子中装入 295.7g -70 目的实施例 24 的粉末、0.8 g 柠檬酸氢铵粉末（目录号为#24,756-1）和 128.6 克蒸馏水。向该混合物中加入 0.4g 分散剂（TERGITOL MIN-FOAM 1X SURFACTANT）和 0.5g 消泡剂（FOAMKILL 852）以减少溶液中夹杂的空气。向该瓶中加入约 470 克氧化镁稳定的氧化锆研磨介质（12.7mm 直径，97%氧化锆，购自 U.S.Stoneware Corp），将该混合物研磨 1.5 小时，使粉末解团聚。

研磨后，如实施例 2 所述干燥该浆料并烧去薄片的有机组分。使用 Chipmunk 颚式轧碎机（241-34 型）将该烧去有机组分的材料粉碎成颗粒并分级以保留-18+20、-20+25、-25+30 目（美国标准筛网）颗粒部分。如实施例 19 所述将约 100g

所述颗粒预烧结并等压热压。形成的实施例 26 颗粒的密度约为 6.05g/cm^3 ，据信它是理论密度的 100.1%。

如实施例 3 所述测得实施例 26 材料的平均微硬度。实施例 26 材料的平均微硬度为 13.5GPa。

如实施例 1 所述制得实施例 26 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 26 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 27

如实施例 2 所述制得烧去有机组分（即在 690°C 加热 1 小时）的薄片。如实施例 19 所述将约 300g 已经加热至 690°C 的所述薄片在 1465°C 在氩气氛中预烧结 65 分钟。形成的薄片密度约为 5.99g/cm^3 ，据信它是理论密度的 99.0%。

使用 Chipmunk 颚式轧碎机 (241-34 型) 将该薄片粉碎成颗粒并分级以保留 -18+20、-20+25、-25+30 目（美国标准筛网）颗粒部分。如实施例 19 所述将 120g 所述颗粒等压热压。形成的实施例 27 颗粒的密度约为 6.05g/cm^3 ，据信它是理论密度的 100.0%。

如实施例 3 所述测得实施例 27 材料的平均微硬度。实施例 27 材料的平均微硬度为 13.3GPa。

如实施例 1 所述制得实施例 27 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 27 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 28

如实施例 6 所述使用等压冷压机 (#IP4-22-60) 将约 345 克经氧化钇稳定的氧化锆粉末颗粒 (HSY 3.0) 合并成小块并粉碎。如实施例 19 所述将该小块材料在氩气中预烧结，随后等压热压。形成的实施例 28 材料的密度约为 6.07g/cm^3 ，据信它是理论密度的 100.3%。

如实施例 3 所述测得实施例 28 材料的平均微硬度。实施例 28 材料的平均微硬度为 13.2GPa。

如实施例 1 所述制得实施例 28 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 28 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 29

如实施例 28 所述制得约 345g 前体磨料小块。将经等压冷压的小块材料用研

钵和研杵手工粉碎成颗粒，并分级以保留-18+20、-20+25、-25+30 目（美国标准筛网）颗粒部分。如实施例 19 所述将约 120g 所得颗粒在氩气中预烧结并等压热压。形成的实施例 29 材料的密度约为 $6.06\text{g}/\text{cm}^3$ ，据信它是理论密度的 100.1%。

如实施例 3 所述测得实施例 29 材料的平均微硬度。实施例 29 材料的平均微硬度为 13.3GPa。

如实施例 1 所述制得实施例 29 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 29 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 30

使用已经粉碎并分级以保留-70 目（美国标准试验筛网）部分的实施例 29 块料的粉末制造实施例 30 的材料。如实施例 6 所述使用等压冷压机将约 225g -70 目的实施例 29 的粉末合并成大块，随后粉碎成小块。接着如实施例 29 所述将该经等压冷压的材料小块粉碎并分级成颗粒。如实施例 19 所述将约 80 克形成的颗粒在氩气中预烧结并等压热压。得到的实施例 30 材料的密度约为 $6.06\text{g}/\text{cm}^3$ ，据信它是理论密度的 100.2%。

如实施例 3 所述测得实施例 30 材料的平均微硬度。实施例 23 材料的平均微硬度为 13.3GPa。

如实施例 1 所述制得实施例 30 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 30 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 19-30 和比较例 A 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述，评价实施例 19-30 以及比较例 A 涂覆磨盘的研磨性能，但是试验时间为 18 分钟，负荷为 17.3kg。研磨 12 和 18 分钟后的总切削量列于下表 8：

表 8

	12 分钟切削总量(g)	18 分钟切削总量(g)
比较例 A	1142	1143*
19	2565	3742
20	2364	3234
21	2314	3026
22	2335	3259
23	2387	2569**
24	2250	3086
25	2481	3460
26	2285	3268
27	2475	3455
28	2432	3343
29	2455	3301
30	2171	3004

*由于 1g/min 的低切削速率，因此 13 分钟后中止试验

**13 分钟后磨盘破裂

实施例 31

如实施例 2 所述制得烧去有机组分（即在 690℃加热 1 小时）的磨料前体薄片，但是使用 295.9 克经氧化钇稳定的氧化锆粉末（以商品名 HSY 3.0U 购自 Zirconia Sales, Inc. of Marietta, GA，标称组成为 94 重量% ZrO_2 （+ HfO_2 ）、和 5.4 重量% Y_2O_3 、余量为杂质，例如 Al_2O_3 、 SiO_2 、 Fe_2O_3 、CaO 和 Na_2O ）代替 295.7 克 HSY 3.0 粉末（该 HSY3.0U 粉末的表面积约为 $20m^2/g$ ，而 HSY 3.0 粉末的表面积约为 $6.5m^2/g$ ）。

使用一个气氛受控炉子(1000-4560FP 型)将约 375 克已经加热至 690℃的所述薄片在氩气中在 1448℃预烧结 70 分钟。以约 10℃/min 的加热速率将薄片由室温加热至 1448℃，在 1448℃保温 70 分钟，接着以约 10℃/min 的冷却速率冷却至 800℃，随后关闭炉子电源将其冷却至室温。

接着等压热压(HIPed)所述薄片，在约 207MPa 的压力下在氩气氛中将这些薄片加热至 1395℃达 70 分钟。薄片由室温加热至 1200℃的加热速率约为 20℃/分钟，由 1200℃加热至 1395℃的加热速率约为 13℃/分钟，随后以约 30℃/分钟的冷却速率冷却至室温。形成的实施例 31 材料的密度约为 $6.06g/cm^3$ ，据信它是理论密度的 100.2%。

如实施例 1 所述制得实施例 31 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 31 的磨

粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 32

如实施例 28 所述制得磨料前体的小块（等压冷压后用研钵和研杵粉碎），但是使用 325 克 HSY 3.0U 代替 345 克 HSY 3.0 粉末。如实施例 31 所述在氩气中预烧结所述材料小块并等压热压之。形成的实施例 32 材料的密度约为 6.08g/cm^3 ，据信它是理论密度的 100.5%。

如实施例 1 所述制得实施例 32 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 32 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 33

如实施例 28 所述制得磨料前体的小块（等压冷压后用研钵和研杵粉碎），但是使用 325 克经氧化钇稳定的氧化锆粉末（以商品名 TZ-3Y 购自 Tosoh Ceramics Division of Bound Brook, NJ，标称组成为 94.8 重量% ZrO_2 （+ HfO_2 ）、和 5.1 重量% Y_2O_3 、余量为杂质，例如 Al_2O_3 、 SiO_2 、 Fe_2O_3 和 Na_2O ）代替 345 克 HSY 3.0 粉末。使用一个电加热炉（以 #920001 型 RAPID TEMP FURNACE 购自 CM Furnaces of Bloomfield, NJ）将约 155g 所述较小块在 1525°C 在气氛中预烧结 70 分钟。以约 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 的加热速率将料块由室温加热至 1525°C ，在 1525°C 保温 70 分钟，接着以约 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 的冷却速率冷却至室温。如实施例 31 所述对薄片进行等压热压。形成的实施例 33 材料的密度为 6.07g/cm^3 ，据信它是理论密度的 100.3%。

如实施例 1 所述制得实施例 33 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 33 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 34

向一聚乙烯瓶中加入 295.7g 经氧化镁稳定的氧化锆粉末（以商品名 MSZ 8.0 购自 Zirconia Sales, Inc. of Marietta, GA，标称组成为 95.3 重量% ZrO_2 （+ HfO_2 ）和 3.0 重量% MgO ，余量为杂质，例如 CaO 和 Na_2O ）、3.0g 柠檬酸氢铵粉末（目录号为 #24,756-1）和 275.6g 蒸馏水。向该混合物中加入 0.5 克分散剂（TERGITOL MIN-FOAM 1X SURFACTANT）和 0.5 克消泡剂（FOAMKILL 852）以减少溶液中夹杂的空气。向该瓶中加入约 470 克氧化镁稳定的氧化锆研磨介质（12.7mm 直径，97%氧化锆，购自 U. S. Stoneware Corp.），将该混合物研磨 1.5 小时，使粉末解团聚。

研磨后，如实施例 2 所述将浆料干燥并烧去薄片中的有机组分。使用电加热炉（#920001 型 RAPID TEMP FURNACE）将该烧去有机组分的薄片在空气中在 1555℃ 预烧结 70 分钟。以约 10℃/分钟的加热速率将薄片由室温加热至 1555℃，在 1555℃ 保温 70 分钟，随后以约 10℃/分钟的冷却速度冷却至室温。随后如实施例 31 所述对薄片进行等压热压。形成的实施例 34 材料的密度为 5.72g/cm³，相信其是理论密度的 98.7%。

如实施例 1 所述制得实施例 34 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 34 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 35

如实施例 28 所述制得磨料前体的小块（等压冷压后用研钵和研杵粉碎），但是使用 325 克经氧化镁稳定的氧化锆粉末 MSZ-8.0 代替 345 克 HSY 3.0 粉末。使用一个气氛受控的炉子（1000-4560FP 型）将约 225g 所述材料较小块在 1465℃ 在氩气中预烧结 70 分钟。以约 10℃/min 的加热速率将料块由室温加热至 1465℃，在 1465℃ 保温 70 分钟，接着以约 10℃/min 的冷却速率冷却至 800℃，再关闭炉子电源将其冷却至室温。如实施例 31 所述对料块进行等压热压。形成的实施例 35 材料的密度为 5.73g/cm³，据信它是理论密度的 98.8%。

如实施例 1 所述制得实施例 35 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 35 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 36

向一聚乙烯瓶中加入 295.7g 经氧化铈稳定的氧化锆粉末（以商品名 CEZ 10 购自 Zirconia Sales, Inc. of Marietta, GA，标称组成为 86 重量%ZrO₂（+HfO₂）和 13.3 重量%CeO₂，余量为杂质，例如 CaO 和 Na₂O）、2.3g 柠檬酸氢铵粉末（目录号为#24,756-1）和 257.6g 蒸馏水。向该混合物中加入 0.4 克分散剂（TERGITOL MIN-FOAM 1X SURFACTANT）和 0.5 克消泡剂（FOAMKILL 852）以减少溶液中夹杂的空气。向该瓶中加入约 470 克氧化镁稳定的氧化锆研磨介质（12.7mm 直径，97%氧化锆，购自 U.S. Stoneware Corp.），将该混合物研磨 1.5 小时，使粉末解团聚。

研磨后，如实施例 2 所述将浆料干燥并烧去薄片中的有机组分。如实施例 34 所述在空气中在 1555℃ 将该烧去有机组分的薄片预烧结 70 分钟。在空气中预烧结后薄片的密度为 6.18g/cm³，相信其是理论密度的 99.7%。如实施例 31 所述对

薄片进行等压热压。形成的实施例 36 材料的密度为 5.98g/cm^3 ，相信其是理论密度的 96.5%。

如实施例 1 所述制得实施例 36 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 36 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 37

如实施例 28 所述制得磨料前体的小块（等压冷压后用研钵和研杵粉碎），但是使用 290 克经氧化铈稳定的氧化锆粉末 CEZ-10 代替 345 克 HSY 3.0 粉末。如实施例 34 所述在空气中在 1555°C 将所述小块预烧结 70 分钟。在空气中预烧结后薄片的密度为 6.00g/cm^3 ，相信其是理论密度的 96.8%。如实施例 31 所述对材料块进行等压热压。形成的实施例 37 材料的密度为 6.12g/cm^3 ，相信其是理论密度的 98.7%。

如实施例 1 所述制得实施例 37 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 37 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 38

如实施例 2 所述制得烧去有机组分（即在 690°C 加热 1 小时）的磨料前体薄片，但是使用 295.7 克经氧化钇稳定的氧化锆粉末（以商品名 HSY 8.0 购自 Zirconia Sales, Inc. of Marietta, GA，标称组成为 85.7 重量% ZrO_2 （+ HfO_2 ）、和 13.7 重量% Y_2O_3 、余量为杂质，例如 Al_2O_3 、 CaO 和 Na_2O ）代替 295.7 克 HSY 3.0 粉末（该 HSY 8.0 粉末含有足够的氧化钇以完全稳定所述氧化锆，而 HSY 3.0 粉末仅是部分稳定的）。如实施例 31 所述在氩气氛中预烧结该烧过的材料的薄片，随后等压热压之。形成的实施例 38 材料的密度为 5.94g/cm^3 ，据信它是理论密度的 100.7%。

如实施例 3 所述测得实施例 38 材料的平均微硬度。实施例 38 材料的平均微硬度为 12.8GPa。

如实施例 19 所述测定实施例 38 材料的平均压痕韧性，但是使用 500 克压痕负荷。另外，使用实施例 3 的 MITUTOYO MVK-VL 硬度试验机代替 LEITZ MINILoad，并使用光学显微镜测量压痕裂缝长度。实施例 38 材料的平均压痕韧性为 $2.9\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 。

如实施例 1 所述制得实施例 38 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 38 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 39

如实施例 28 所述制得磨料前体的小块（等压冷压后用研钵和研杵粉碎），但是使用 325 克经氧化钇稳定的氧化锆粉末 HSY 8.0 代替 345 克 HSY 3.0 粉末。如实施例 35 所述在氩气中在 1465℃ 将所述材料小块预烧结 70 分钟。随后如实施例 31 所述对材料块进行等压热压。形成的实施例 39 材料的密度为 5.94g/cm³，相信其是理论密度的 100.7%。

如实施例 1 所述制得实施例 39 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 39 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 40

如实施例 28 所述制得磨料前体的小块（等压冷压后用研钵和研杵粉碎），但是使用 325 克经氧化钇稳定的氧化锆粉末（以商品名 TZ-8Y 购自 Tosoh Ceramics Division of Bound Brook, NJ，标称组成为 96.5 重量% ZrO₂（+HfO₂）、和 13.3 重量% Y₂O₃、余量为杂质，例如 Al₂O₃、SiO₂、Fe₂O₃ 和 Na₂O）代替 345 克 HSY 3.0 粉末。（该 TZ-8Y 粉末含有足够的氧化钇以完全稳定所述氧化锆，而 TZ-3Y 粉末仅是部分稳定的）。如实施例 33 所述在空气中在 1525℃ 将约 155g 所述材料小块预烧结 70 分钟。随后如实施例 31 所述对材料块进行等压热压。形成的实施例 40 材料的密度为 5.96g/cm³，相信其是理论密度的 101.1%。

如实施例 1 所述制得实施例 40 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 40 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 41

如实施例 2 所述制得烧去有机组分（即在 690℃ 加热 1 小时）的磨料前体薄片。使用一个气氛受控的炉子（1000-4560FP 型）将约 300g 所述薄片在 1140℃ 在氩气氛中热处理 1 小时。以约 10℃/min 的加热速率将薄片由室温加热至 1140℃，在 1140℃ 保温 1 小时，以约 10℃/min 的冷却速率冷却至 800℃，随后关闭炉子电源冷却至室温。

如实施例 29 所述将经热处理的薄片粉碎并分级成颗粒。如实施例 35 所述在氩气氛中预烧约 120 克得到的颗粒，随后如实施例 31 所述等压热压之。

如实施例 1 所述制得实施例 41 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 41 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 31-41 和比较例 A 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述，评价实施例 31-41 以及比较例 A 涂覆磨盘的研磨性能，但是试验时间为 18 分钟，负荷为 17.3kg。研磨 12 和 18 分钟后的总切削量列于下表 9：

表 9

	12 分钟切削总量(g)	18 分钟切削总量(g)
比较例 A	1161	1162*
31	2284	3310
32	2400	3541
33	1279	1309**
34	1454	1457***
35	1617	1863
36	569****	—
37	457 [^]	—
38	102 ^{^^}	—
39	75 ^{^^^}	—
40	62 ^{^^^}	—
41	2488	3717

*由于 1g/min 的低切削速率，因此 13 分钟后中止试验

**由于 1g/min 的低切削速率，因此 15 分钟后中止试验

***由于 3g/min 的低切削速率，因此 13 分钟后中止试验

****由于 3g/min 的低切削速率，因此 10 分钟后中止试验

[^]由于 2g/min 的低切削速率，因此 8 分钟后中止试验

^{^^}由于 5g/min 的低切削速率，因此 4 分钟后中止试验

^{^^^}由于 1g/min 的低切削速率，因此 3 分钟后中止试验

实施例 42

向一聚乙烯瓶中加入 300.0g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末(HSY 3.0)、1.5g 柠檬酸氢铵粉末(目录号为#24,756-1)和 80.2g 蒸馏水。向该瓶中加入约 470 克氧化镁稳定的氧化锆研磨介质(12.7mm 直径, 97%氧化锆, 购自 U. S. Stoneware Corp.)，将该混合物研磨 1.5 小时，使粉末解团聚。

研磨后，如实施例 2 所述制得烧去有机组分的磨料前体薄片。使用一个气氛受控的炉子(1000-4560FP 型)将约 280 克已经加热至 690℃的所述薄片在氩气中在 1440℃预烧结 70 分钟。以约 10℃/min 的加热速率将薄片由室温加热至 1440

℃，在 1440℃保温 70 分钟，接着以约 10℃/min 的冷却速率冷却至 800℃，再关闭炉子电源将其冷却至室温。在约 207MPa 的压力下在氩气中将薄片在 1385℃等压热压 65 分钟。以约 20℃/min 的加热速率将薄片由室温加热至 1200℃，以约 13℃/分钟的加热速率由 1200℃加热至 1385℃，在 1385℃保温 65 分钟，接着以约 30℃/min 的冷却速率冷却至室温。形成的实施例 42 材料的密度为 6.07g/cm³，据信它是理论密度的 100.3%。

如实施例 1 所述制得实施例 42 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 42 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 43

向一聚乙烯瓶中加入 300.3g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末(HSY 3.0)、1.5g 柠檬酸氢铵粉末（目录号为#24,756-1）和 100.4g 蒸馏水。向该瓶中加入约 470 克氧化镁稳定的氧化锆研磨介质(12.7mm 直径，97%氧化锆，购自 U.S.Stoneware Corp.)，将该混合物研磨 1.5 小时，使粉末解团聚。

研磨后，如实施例 2 所述制得烧去有机组分的磨料前体薄片。如实施例 42 所述在氩气氛中预烧约 280 克薄片，随后等压热压。形成的实施例 43 材料的密度为 6.06g/cm³，据信它是理论密度的 100.1%。

如实施例 1 所述制得实施例 43 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 43 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 44

向一聚乙烯瓶中加入 300.3g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末(HSY 3.0)、1.6g 柠檬酸氢铵粉末（目录号为#24,756-1）和 120.0g 蒸馏水。向该瓶中加入约 470 克氧化镁稳定的氧化锆研磨介质(12.7mm 直径，97%氧化锆，购自 U.S.Stoneware Corp.)，将该混合物研磨 1.5 小时，使粉末解团聚。

研磨后，如实施例 2 所述制得烧去有机组分的磨料前体薄片。如实施例 42 所述在氩气氛中预烧约 280 克薄片，随后等压热压。

如实施例 1 所述制得实施例 44 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 44 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 42-44 和比较例 A 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述，评价实

施例 42-44 以及比较例 A 涂覆磨盘的研磨性能，但是试验时间为 18 分钟，负荷为 17.3kg。研磨 12 和 18 分钟后的总切削量列于下表 10：

表 10

	12 分钟切削总量(g)	18 分钟切削总量(g)
比较例 A	1150	1152*
42	2425	3461
43	2373	3298
44	2391	3514

*由于 2g/min 的低切削速率，因此 13 分钟后中止试验

实施例 45

向一 0.25 加仑(946ml)的聚氨酯研磨罐（以 Abbethane Jar 购自 Paul Abbe, Inc. of Little Falls, NJ）中加入 399.9g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末(HSY 3.0)、99.9 克氧化铝粉末(APA 0.5)、1.6g 柠檬酸氢铵粉末（目录号为#24, 756-1）和 151.5g 蒸馏水。向该研磨罐中加入 1200 克氧化钇稳定的氧化锆研磨介质（9.53mm 直径，95%氧化锆，购自 Tosoh Ceramics Division of Bound Brook, NJ），将该混合物研磨 48 小时，使粉末解团聚并混合粉末。

研磨后，如实施例 2 所述干燥浆料。将其在 600℃的空气中加热 1 小时以烧去薄片中的有机组分。以约 1℃/min 的加热速率将薄片由室温加热至 600℃，在 600℃保温 1 小时，接着关闭炉子电源将其冷却至室温。使用一个电加热炉（以 KKSK-666-3100 型的商品名购自 Keith Furnaces of Pico Rivera, CA）在空气中在 1475℃将约 250 克该烧去有机组分的薄片烧结 2 小时。以约 20℃/min 的加热速率将薄片由室温加热至 1475℃，在 1475℃保温 2 小时，接着以约 20℃/min 的冷却速率冷却至室温。

如实施例 3 所述测得实施例 45 材料的平均微硬度。实施例 45 材料的平均微硬度为 14.8GPa。

图 10 是实施例 45 材料的抛光表面的扫描电子显微镜(SEM)的数码照片。所述抛光表面是如实施例 3 所述制备用于微硬度试验的。在该抛光表面上涂覆一层碳薄层，随后使用以背散射电子成象(BSEI)模式的扫描电子显微镜（以 JEOL 840 型 SEM 的商品名购自 JEOL, Ltd. of Akishima, Japan）以垂直于抛光表面的角度观察。在实施例 45 材料中氧化铝相(深色相)的平均粒度约为 0.9 微米（范围 0.4-1.6 微米）。

如实施例 1 所述制得实施例 45 的涂覆磨盘，但是使用 25 克实施例 45 的磨

粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 46

向一 0.25 加仑(946ml)的聚氨酯研磨罐 (Abbethane Jar) 中加入 300.5g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末(HSY 3.0)、200.5 克氧化铝粉末(APA 0.5)、1.6g 柠檬酸氢铵粉末 (目录号为#24,756-1) 和 152.9g 蒸馏水。向该研磨罐中加入 1200 克氧化钇稳定的氧化锆研磨介质(9.53mm 直径, 95 %氧化锆, 购自 Tosoh Ceramics), 将该混合物研磨 48 小时, 使粉末解团聚并混合粉末。

研磨后, 如实施例 2 所述干燥浆料。如实施例 45 所述将薄片加热至 600℃ 以烧去有机组分。如实施例 45 所述在空气中在 1475℃ 将约 250 克该烧去有机组分的薄片烧结 2 小时。如实施例 3 所述测得实施例 46 材料的平均微硬度。实施例 46 材料的平均微硬度为 16.7GPa。

图 11 是实施例 46 材料的抛光表面的扫描电子显微镜(SEM)的数码照片。如实施例 45 所述制得所述抛光表面并成象。在实施例 46 材料中氧化铝相(深色相)的平均粒度约为 1.1 微米 (范围 0.6-1.8 微米)。

如实施例 1 所述制得实施例 46 的涂覆磨盘, 但是使用 25 克实施例 46 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 45-46 和比较例 C 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述, 评价实施例 45-46 以及比较例 C 涂覆磨盘的研磨性能, 但是试验时间为 18 分钟, 负荷为 17.3kg。研磨 12 和 18 分钟后的总切削量列于下表 11:

表 11

	12 分钟切削总量(g)	18 分钟切削总量(g)
比较例 C	1169*	-
45	2747	3738
46	2765	3645

*由于 3g/min 的低切削速率, 因此 12 分钟后中止试验

实施例 47

如实施例 42 所述将约 200 克已烧去有机组分的实施例 45 薄片在氩气中预烧结, 随后等压热压。形成的实施例 47 材料的密度为 5.49g/cm³, 据信它是理论密度的 100.3%。

如实施例 3 所述测得实施例 47 材料的平均微硬度。实施例 47 材料的平均微硬度为 15.3GPa。

图 12 是实施例 47 材料的抛光表面的扫描电子显微镜(SEM)的数码照片。所述抛光表面是如实施例 45 所述制备并成象的。在实施例 47 材料中氧化铝相(深色相)的平均粒度约为 0.5 微米(范围 0.3-0.8 微米)。

如实施例 1 所述制得实施例 47 的涂覆磨盘,但是使用 24 克实施例 47 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 48

如实施例 42 所述将约 200 克已烧去有机组分的实施例 46 薄片在氩气中预烧结,随后等压热压。形成的实施例 48 材料的密度为 5.01g/cm³,据信它是理论密度的 100.4%。如实施例 3 所述测得实施例 48 材料的平均微硬度。实施例 48 材料的平均微硬度为 17.4GPa。

图 13 是实施例 48 材料的抛光表面的扫描电子显微镜(SEM)的数码照片。所述抛光表面是如实施例 45 所述制备并成象的。在实施例 47 材料中氧化铝相(深色相)的平均粒度约为 0.6 微米(范围 0.4-1.2 微米)。

如实施例 1 所述制得实施例 48 的涂覆磨盘,但是使用 22 克实施例 48 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 49

如实施例 42 所述制得烧去有机组分(即在 690℃加热 1 小时)的材料薄片。随后如实施例 41 所述在氩气氛中在 1140℃将薄片热处理 1 小时。如实施例 29 所述使用研钵和研杵将薄片手工粉碎并分级以制得颗粒。

使用一个气氛受控的炉子(1000-4560FP 型)将形成的颗粒在 1455℃在氩气氛中预烧结 70 分钟。以约 10℃/min 的加热速率将颗粒由室温加热至 1455℃,在 1455℃保温 70 分钟,以约 10℃/min 的冷却速率冷却至 800℃,随后关闭炉子电源冷却至室温。接着如实施例 19 所述对颗粒进行等压热压。

如实施例 3 所述测得实施例 49 材料的平均微硬度。实施例 49 材料的平均微硬度为 13.2GPa。

如实施例 1 所述制得实施例 49 的涂覆磨盘,但是使用 26.5 克实施例 49 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

比较例 D

如实施例 1 所述制得比较例 D 的涂覆磨盘，但是使用 17.6 克溶胶凝胶法磨粒（321 CUBITRON）代替 30 克实施例 1 的磨粒。

实施例 47-49 和比较例 D 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述，评价实施例 47-49 以及比较例 D 涂覆磨盘的研磨性能，但是试验时间为 18 分钟，负荷为 17.3kg。研磨 12 和 18 分钟后的总切削量列于下表 12：

表 12

	12 分钟切削总量(g)	18 分钟切削总量(g)
比较例 D	1384	1401*
47	2719	3834
48	2521	3258
49	2592	3320

*由于 3g/min 的低切削速率，因此 14 分钟后中止试验

实施例 50

如实施例 1 所述制得实施例 50 的涂覆磨盘，但是使用 24 克实施例 19 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。所述实施例 19 的磨粒已经分级以保留-40+45 和-45+50 目（美国标准筛网）磨粒部分。两种粒度的磨粒部分合并成 50/50 掺混物。

比较例 E

如实施例 1 所述制得比较例 E 的涂覆磨盘，但是使用 24 克溶胶凝胶法磨粒（321 CUBITRON）代替 30 克实施例 1 的磨粒。所述溶胶凝胶法磨粒已经分级以保留-40+45 和-45+50 目（美国标准筛网）磨粒部分。两种粒度的磨粒部分合并成 50/50 掺混物。

比较例 F

如实施例 1 所述制得比较例 F 的涂覆磨盘，但是使用 24 克溶胶凝胶法磨粒（美国 3M 公司制，商品名为 222 CUBITRON）代替 30 克实施例 1 的磨粒。所述溶胶凝胶法磨粒已经分级以保留-40+45 和-45+50 目（美国标准筛网）磨粒部分。两种粒度的磨粒部分合并成 50/50 掺混物。

比较例 G

如实施例 1 所述制得比较例 G 的涂覆磨盘，但是使用 24 克溶胶凝胶法磨粒（美国 3M 公司制，商品名为 201 CUBITRON）代替 30 克实施例 1 的磨粒。所述溶胶凝胶法磨粒已经分级以保留-40+45 和-45+50 目（美国标准筛网）磨粒部分。两种粒度的磨粒部分合并成 50/50 掺混物。

实施例 50 和比较例 E-G 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述，评价实施例 50 以及比较例 E-G 涂覆磨盘的研磨性能，但是试验时间最长为 16 分钟，负荷为 6.4、7.3、10.1 和 17.3kg。研磨 12 和 16 分钟后的总切削量分别列于下表 13(6.4kg)、14(7.3kg)、15(10.1kg) 和 16(17.3kg)：

表 13

	12 分钟切削总量(g)	16 分钟切削总量(g)
实施例 50	669	857
比较例 E	846	1035
比较例 F	916	1065
比较例 G	720	906

表 14

	12 分钟切削总量(g)	16 分钟切削总量(g)
实施例 50	746	924
比较例 E	736	847
比较例 F	828	894
比较例 G	809	950

表 15

	12 分钟切削总量(g)	16 分钟切削总量(g)
实施例 50	1130	1199
比较例 E	726	727*
比较例 F	623**	-
比较例 G	972	1052

*由于 1g/min 的低切削速率，因此 13 分钟后中止试验

**由于 2g/min 的低切削速率，因此 11 分钟后中止试验

表 16

	12 分钟切削总量(g)
实施例 50	998*
比较例 E	463**

*由于 2g/min 的低切削速率，因此 9 分钟后中止试验

**由于 2g/min 的低切削速率，因此 7 分钟后中止试验

实施例 51

向一 0.25 加仑(946ml)的聚氨酯研磨罐 (Abbethane Jar) 中加入 501.4g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末(HSY 3.0)、1.5g 柠檬酸氢铵粉末(目录号为#24,756-1)和 150.8g 蒸馏水。向该研磨罐中加入 1150 克氧化钇稳定的氧化锆研磨介质(9.53mm 直径, 95%氧化锆, 购自 Tosoh Ceramics), 将该混合物研磨 54 小时, 使粉末解团聚并研磨粉末。

研磨后, 如实施例 2 所述干燥浆料并将薄片加热至 690°C 以烧去有机组分。如实施例 41 所述将薄片在氩气中在 1140°C 热处理 1 小时。接着用研钵和研杵手工将薄片粉碎成颗粒, 并分级以保留-16+18 目、-18+20 目、-20+25 目、-25+30 目和-30+35 目(美国标准筛网)的颗粒部分。随后使用一个气氛受控的炉子(1000-4560FP 型)将约 100 克形成的颗粒在 1415°C 在氩气氛中预烧结 70 分钟。以约 10°C/min 的加热速率将颗粒由室温加热至 1415°C, 在 1415°C 保温 70 分钟, 以约 10°C/min 的冷却速率冷却至 800°C, 随后关闭炉子电源冷却至室温。形成的实施例 51 颗粒的密度为 6.05g/cm³, 据信它是理论密度的 100.0%。

在约 207MPa 的压力下在氩气中将薄片在 1365°C 等压热压 60 分钟。以约 20°C/min 的加热速率将薄片由室温加热至 1200°C, 以约 13°C/分钟的加热速率由 1200°C 加热至 1365°C, 在 1365°C 保温 60 分钟, 接着以约 30°C/min 的冷却速率冷却至室温。形成的实施例 51 颗粒的密度为 6.06g/cm³, 据信它是理论密度的 100.1%

如实施例 1 所述制得实施例 51 的涂覆磨盘, 但是使用 26.5 克实施例 51 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 52

使用一个气氛受控的炉子(1000-4560FP 型)将约 100g 经热处理、粉碎和分级的实施例 51 颗粒在 1430°C 在氩气中烧结 70 分钟。以约 10°C/min 的加热速率将颗粒由室温加热至 1430°C, 在 1430°C 保温 70 分钟, 接着以约 10°C/min 的冷却速率冷却至 800°C, 再关闭炉子电源将其冷却至室温。形成的实施例 52 颗粒的密度为 6.06g/cm³, 据信它是理论密度的 100.1%。

如实施例 1 所述制得实施例 52 的涂覆磨盘, 但是使用 26.5 克实施例 52 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 53

如实施例 42 所述制得烧去有机组分（即在 690℃加热 1 小时）的磨料前体薄片。如实施例 41 所述将所述薄片在 1140℃在氩气氛中热处理 1 小时。随后使用 Chipmunk 颚式轧碎机(241-34 型)将该薄片机械粉碎成颗粒并分级以保留-16+18、-18+20、-20+25、-25+30 和-30+35 目（美国标准筛网）颗粒部分。

如实施例 49 所述将形成的颗粒在氩气中在 1455℃预烧结 70 分钟。形成的颗粒的密度为 6.05g/cm³，据信它是理论密度的 100.0%。如实施例 19 所述对颗粒进行等压热压。形成的实施例 53 颗粒的密度为 6.06g/cm³，据信它是理论密度的 100.1%。

如实施例 1 所述制得实施例 53 的涂覆磨盘，但是使用 26.5 克实施例 53 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 51-53 和比较例 B 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述，评价实施例 51-53 以及比较例 B 涂覆磨盘的研磨性能，但是试验时间最长为 24 分钟，负荷为 17.3kg。研磨 12、18 和 24 分钟后的总切削量分别列于下表 17：

表 17

实施例	12 分钟切削总量(g)	18 分钟切削总量(g)	24 分钟切削总量(g)
比较例 B	1317*	*	*
51	2376	3561	4521
52	2563	3656	4306
53	2504	3651	4222

*由于 5g/min 的低切削速率，因此 12 分钟后中止试验

实施例 54-57

向一 0.25 加仑(946ml)的聚氨酯研磨罐（Abbethane Jar）中加入 500.0g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末(HSY 3.0)、1.5g 柠檬酸氢铵粉末（目录号为#24,756-1）和 150.0g 蒸馏水。向该研磨罐中加入 1050 克氧化钇稳定的氧化锆研磨介质（9.53mm 直径，95%氧化锆，购自 Tosoh Ceramics），将该混合物研磨 54 小时，使粉末解团聚并研磨粉末。

研磨后，如实施例 2 所述干燥浆料并将薄片加热至 690℃以烧去有机组分。如实施例 41 所述将薄片在氩气中在 1140℃热处理 1 小时。接着用实施例 53 所述方法使用 Chipmunk 颚式轧碎机将薄片粉碎成颗粒，并分级以保留-20+25 目、-25+30 目、-30+35 目、-35+40 目和-40+45 目（美国标准筛网）的颗粒部分。

随后使用一个气氛受控的炉子（1000-4560FP 型）将形成的颗粒在 1420℃ 在氩气氛中预烧结 70 分钟。以约 10℃/min 的加热速率将颗粒由室温加热至 1420℃，在 1420℃ 保温 70 分钟，以约 10℃/min 的冷却速率冷却至 800℃，随后关闭炉子电源冷却至室温。接着在约 207MPa 的压力下在氩气中将薄片在 1365℃ 等压热压 65 分钟。以约 20℃/min 的加热速率将颗粒由室温加热至 1200℃，以约 13℃/分钟的加热速率由 1200℃ 加热至 1365℃，接着以约 30℃/min 的冷却速率冷却至室温。形成的实施例 54 颗粒的密度为 6.05g/cm³，据信它是理论密度的 100.0%。

如实施例 3 所述测得实施例 54 材料的平均微硬度。实施例 54 材料的平均微硬度为 13.2GPa。如实施例 19 所述测定实施例 54 材料的平均压痕韧性。实施例 54 材料的平均压痕韧性为 6.3MPa·m^{1/2}。

制得多批实施例 54 的磨粒以进行下述研磨步骤。在所述多批磨粒中各种原料的确切用量与所述标准用量相差小于 0.5%。加工温度与上述标准温度相差小于 ±5℃。

如实施例 1 所述制得实施例 54、55、56 和 57 的涂覆磨盘，但是分别使用 17.5 克、22.0 克、26.5 克和 31.5 克实施例 54 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 54-57 和比较例 B 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述，评价实施例 54-57 以及比较例 B 涂覆磨盘的研磨性能，但是试验时间最长为 30 分钟，负荷为 17.3kg。研磨 12、18、24 和 30 分钟后的总切削量分别列于下表 18：

表 18

实施例	12 分钟 切削总量 (g)	18 分钟 切削总量 (g)	24 分钟 切削总量 (g)	30 分钟 切削总量 (g)
比较例 B	1133	1140*	*	*
54	2293	3356	**	**
55	2568	3828	4865	***
56	2463	3658	4783	5836
57	2391	3261	****	****

*由于 7g/min 的低切削速率，因此 13 分钟后中止试验

**18 分钟后中止试验，此时切削速率为 165g/min

***24 分钟后中止试验，此时切削速率为 153g/min

****18 分钟后中止试验，此时切削速率为 89g/min

实施例 58-60

如实施例 1 所述制得实施例 58-60 的涂覆磨盘，但是分别使用 18 克、22 克和 26 克实施例 54 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。所述实施例 54 的磨粒已经分级以保留-35+40 和-40+45 目（美国标准筛网）磨粒部分。两种粒度的磨粒部分合并成 50/50 掺混物。

比较例 H

如实施例 1 所述制得比较例 H 的涂覆磨盘，但是使用 14.9 克溶胶凝胶磨粒（321 CUBITRON）代替 30 克实施例 1 的磨粒。所述溶胶凝胶磨粒已经分级以保留-35+40 和-40+45 目（美国标准筛网）磨粒部分。两种粒度的磨粒部分合并成 50/50 掺混物。

实施例 58-60 和比较例 H 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”节所述，评价实施例 58-60 以及比较例 H 涂覆磨盘的研磨性能，但是试验长度为 18 分钟，负荷为 10.1kg。研磨 12 和 18 分钟后的总切削量列于下表 19：

表 19

实施例	12 分钟切削总量(g)	18 分钟切削总量(g)
比较例 H	1105	1366
58	1504	2134
59	1468	2125
60	1438	1979

实施例 61

向一 0.25 加仑(946ml)的聚氨酯研磨罐（Abbethane Jar）中加入 265.7g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末(HSY 3.0)、29.5 克氧化铝粉末(APA 0.5)、0.9g 柠檬酸氢铵粉末（目录号为#24,756-1）和 90.0g 蒸馏水。向该研磨罐中加入约 470 克氧化钇稳定的氧化锆研磨介质(9.53mm 直径，95%氧化锆，购自 Tosoh Ceramics)，将该混合物研磨 54 小时，使粉末解团聚并研磨粉末。

研磨后，如实施例 2 所述干燥浆料并将薄片加热至 690℃。使用一个气氛受控的炉子(1000-3560-FP20 型，购自 Astro Industries of Santa Barbara, CA)在氩气中在 1220℃将该薄片热处理 1 小时。以约 10℃/min 的加热速率将薄片由室温加热至 1220℃，在 1220℃保温 1 小时，以约 10℃/min 的冷却速率冷却至 800

℃，随后关闭炉子电源以冷却至室温。

随后如实施例 53 所述使用 Chipmunk 颚式轧碎机将该薄片机械粉碎成颗粒，如实施例 54 所述在氩气中在 1420℃ 将形成的颗粒预烧结 70 分钟。形成的预烧结颗粒的密度约为 5.73g/cm³，据信它是理论密度的 99.6%。如实施例 54 所述在 1365℃ 将所述颗粒等压热压 65 分钟。形成的实施例 61 颗粒的密度为 5.75g/cm³，据信它是理论密度的 100.0%。

如实施例 3 所述测得实施例 61 材料的平均微硬度。实施例 61 材料的平均微硬度为 14.0GPa。

如实施例 1 所述制得实施例 61 的涂覆磨盘，但是使用 25.2 克实施例 61 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 62

向一 0.25 加仑(946ml)的聚氨酯研磨罐 (Abbethane Jar) 中加入 280.56g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末(HSY 3.0)、14.8 克氧化铝粉末(APA 0.5)、1.0g 柠檬酸氢铵粉末(目录号为#24,756-1)和 90.1g 蒸馏水。向该研磨罐中加入约 470 克氧化钇稳定的氧化锆研磨介质(9.53mm 直径，95%氧化锆，购自 Tosoh Ceramics)，将该混合物研磨 54 小时，使粉末解团聚并研磨粉末。

研磨后，如实施例 2 所述干燥浆料并将薄片加热至 690℃。如实施例 61 所述将薄片在氩气中在 1220℃ 热处理 1 小时。

随后如实施例 53 所述使用 Chipmunk 颚式轧碎机将该薄片机械粉碎成颗粒，如实施例 54 所述在氩气中在 1420℃ 将形成的颗粒预烧结 70 分钟。形成的预烧结颗粒的密度约为 5.89g/cm³，据信它是理论密度的 99.8%。如实施例 54 所述在 1365℃ 将所述颗粒等压热压 65 分钟。形成的实施例 62 颗粒的密度为 5.90g/cm³，据信它是理论密度的 100.1%。

如实施例 3 所述测得实施例 62 材料的平均微硬度。实施例 62 材料的平均微硬度为 13.7GPa。

如实施例 1 所述制得实施例 62 的涂覆磨盘，但是使用 25.8 克实施例 62 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 61-62 和比较例 B 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述，评价实施例 61-62 以及比较例 B 涂覆磨盘的研磨性能，但是试验时间为 18 分钟，负荷

为 17.3kg。研磨 12 和 18 分钟后的总切削量列于下表 20:

表 20

实施例	12 分钟切削总量(g)	18 分钟切削总量(g)
比较例 B	1157	1162*
61	2356	3381
62	2384	3511

*由于 5g/min 低的切削速率，因此 13 分钟后中止试验

实施例 63

向一 0.25 加仑(946ml)的聚氨酯研磨罐 (Abbethane Jar) 中加入 400g 未经稳定的氧化锆粉末(以商品名 DK-1 购自 Zirconia Sales, Inc. of Marietta, GA, 标称组成为 99.5 重量% ZrO_2 (+ HfO_2), 余量为杂质, 例如 Al_2O_3 、 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 TiO_2 和 Na_2O)、100g 氧化铝粉末(APA 0.5)、2.4g 柠檬酸氢铵粉末(目录号为 #24,756-1)和 316.2g 蒸馏水。向该研磨罐中加入约 990 克氧化钇稳定的氧化锆研磨介质(9.53mm 直径, 95%氧化锆, 购自 Tosoh Ceramics), 将该混合物研磨 48 小时, 使粉末解团聚并混合粉末。

研磨后, 如实施例 2 所述干燥浆料, 如实施例 45 所述将薄片在空气中在 600℃加热 1 小时以烧去有机组分。用 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 水溶液(目录号为 #237957, 购自 Aldrich Chemical Company of Milwaukee, WI)浸渍约 250 克所述烧去有机组分的薄片, 干燥并在空气中在 600℃锻烧 1 小时。以约 1℃/min 的加热速率将薄片由室温加热至 600℃, 在 600℃保温 1 小时, 随后关闭炉子电源以冷却至室温。浸渍液中 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的浓度应使得锻烧的薄片中的 Y_2O_3 的量为 7.3 重量% (带有 18.5 重量% Al_2O_3 和 74.2 重量% ZrO_2)。如实施例 45 所述将约 250 克所述经浸渍、锻烧的薄片在 1475℃在空气中烧结 2 小时。

如实施例 1 所述制得实施例 63 的涂覆磨盘, 但是使用 25 克实施例 63 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 63 和比较例 C 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述, 评价实施例 63 以及比较例 C 涂覆磨盘的研磨性能, 但是试验时间为 12 分钟, 负荷为 17.3kg。研磨 12 分钟后的总切削量列于下表 21:

表 21

实施例	12 分钟切削总量(g)
比较例 C	1153
63	2357

实施例 64

如实施例 1 所述制得实施例 64 的涂覆磨盘，但是使用 23.1 克实施例 54 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。所述实施例 54 的磨粒已经分级以保留-35+40 和-40+45 目（美国标准筛网）磨粒部分。两种粒度的磨粒部分合并成 50/50 掺混物。

实施例 65

向一 1.6 加仑(6054ml)的聚氨酯研磨罐（以 Abbethane Jar 的商品名购自 Paul Abbe, Inc. of Little Falls, NJ）中加入 3200g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末(HSY 3.0)、800 克氧化铝粉末(APA 0.5)、12.4g 柠檬酸氢铵粉末（目录号为#24,756-1）和 1050g 蒸馏水。向该研磨罐中加入约 3500 克氧化钇稳定的氧化锆研磨介质(9.53mm 直径，95%氧化锆，购自 Tosoh Ceramics)，将该混合物研磨 48 小时，使粉末解团聚并混合粉末。

研磨后，如实施例 2 所述干燥浆料。如实施例 45 所述将薄片加热至 600℃ 以烧去有机组分。接着用研钵和研杵将该薄片手工粉碎成颗粒，并分级以保留-18+20 目、-20+25 目、-25+30 目和-30+35 目（美国标准筛网）的颗粒部分。如实施例 45 所述将颗粒在空气中在 1475℃ 烧结 2 小时。形成的实施例 65 颗粒的密度为 5.46g/cm³，据信它是理论密度的 99.7%。

如实施例 3 所述测得实施例 65 材料的平均微硬度。实施例 65 材料的平均微硬度为 14.6GPa。如实施例 19 所述测定实施例 65 材料的平均压痕韧性。实施例 65 材料的平均压痕韧性为 12.0MPa·m^{1/2}。

制得多批实施例 65 的磨粒以进行下述研磨步骤。在所述多批磨粒中各种原料的确切用量与所述标准用量相差小于 0.5%。加工温度与上述标准温度相差小于±5℃。

如实施例 1 所述制得实施例 65 的涂覆磨盘，但是使用 20.9 克实施例 65 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 66

向一 1.6 加仑(6054ml)的聚氨酯研磨罐（Abbethane Jar）中加入 2400g 经

氧化钇稳定的氧化锆粉末(HSY 3.0)、1600 克氧化铝粉末(APA 0.5)、12.4g 柠檬酸氢铵粉末(目录号为#24,756-1)和 1050g 蒸馏水。向该研磨罐中加入约 3500 克氧化钇稳定的氧化锆研磨介质(9.53mm 直径, 95%氧化锆, 购自 Tosoh Ceramics), 将该混合物研磨 48 小时, 使粉末解团聚并混合粉末。

研磨后, 如实施例 2 所述干燥浆料。如实施例 45 所述将薄片加热至 600°C 以烧去有机组分。接着用实施例 65 所述方法将该薄片手工粉碎成颗粒。如实施例 45 所述将颗粒在空气中在 1475°C 烧结 2 小时。形成的实施例 66 颗粒的密度为 5.00g/cm³, 据信它是理论密度的 100.0%。

如实施例 3 所述测得实施例 66 材料的平均微硬度。实施例 66 材料的平均微硬度为 15.6GPa。如实施例 19 所述测定实施例 66 材料的平均压痕韧性。实施例 66 材料的平均压痕韧性为 6.3MPa·m^{1/2}。

制得多批实施例 66 的磨粒以进行下述研磨步骤。在所述多批磨粒中各种原料的确切用量与所述标准用量相差小于 0.5%。加工温度与上述标准温度相差小于±5°C。

如实施例 1 所述制得实施例 66 的涂覆磨盘, 但是使用 19.1 克实施例 66 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

比较例 I

如实施例 1 所述制得比较例 I 的涂覆磨盘, 但是使用 14.8 克溶胶凝胶法磨粒(201 CUBITRON)代替 30 克实施例 1 的磨粒。所述溶胶凝胶法磨粒已经分级以保留-35+40 和-40+45 目(美国标准筛网)磨粒部分。两种粒度的磨粒部分合并成 50/50 掺混物。

实施例 64-66 和比较例 H-I 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述, 评价实施例 64-66 以及比较例 H-I 涂覆磨盘的研磨性能, 但是试验时间为 12 或 18 分钟, 负荷为 10.1 或 7.3kg。另外, 如下表所示改变金属的类型。对于不同的金属在 10.1kg 下研磨 12 分钟、在 7.3kg 下研磨 12 分钟、在 10.1kg 下研磨 18 分钟和在 7.3kg 研磨 18 分钟后的总切削量分别列于下表:

表 22

金属	比较例 H	比较例 I	实施例 64	实施例 65	实施例 66
1008	925g	638g	1142g	1079g	1209g
1012	1200g	1145g	1456g	1389g	1327g
1018	1126g	1093g	1442g	1424g	1402g
1035	1068g	1050g	840g	1007g	1018g
1045	895g	810g	317g	392g	491g
1095	802g	612g	55g*	136g	436g
4140	943g	950g	138g**	254g***	626g
M2	455g	479g	11g****	89g	284g
304ss	243g	179g	134g	147g	178g

*由于 2g/min 的低切削速率，因此 8 分钟后中止试验

**由于 3g/min 的低切削速率，因此 8 分钟后中止试验

***由于 1g/min 的低切削速率，因此 11 分钟后中止试验

****由于 1g/min 的低切削速率，因此 3 分钟后中止试验

而且，上表 22 中对于 1095 和 M2 金属的实施例研磨数据分别示于图 14 和 15。

表 23

金属	比较例 H	比较例 I	实施例 64	实施例 65	实施例 66
1008	595g	351g	932g	856g	873g
1012	1196g	858g	1010g	1194g	1125g
1018	1003g	848g	1031g	1068g	1014g
1035	817g	738g	550g	644g	661g
1045	650g	594g	220g	220g	342g
1095	558g	476g	35g*	100g	436g
4140	690g	683g	90g	168g	435g
M2	377g	314g	3g**	19g***	97g
304ss	143g	88g	50g****	55g****	88g*****

*由于 2g/min 的低切削速率，因此 7 分钟后中止试验

**由于 1g/min 的低切削速率，因此 2 分钟后中止试验

***由于 1g/min 的低切削速率，因此 5 分钟后中止试验

****由于 1g/min 的低切削速率，因此 8 分钟后中止试验

*****由于 1g/min 的低切削速率，因此 10 分钟后中止试验

而且，上表 23 中对于 1008 金属的实施例研磨数据示于图 16。

表 24

金属	比较例 H	比较例 I	实施例 64	实施例 65	实施例 66
1008	1288g	888g	1221g	1149g	1354g
1012	1304g	1355g	1720g	1618g	1477g
1018	1363g	1326g	1998g	1866g	1730g
1035	1498g	1469g	1040g	1202g	1305g

而且，上表 24 中对于 1018 金属的实施例研磨数据示于图 17。

实施例 64 和比较例 H 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述，评价实施例 64 以及比较例 H 涂覆磨盘的研磨性能，但是试验时间为 18 分钟，负荷为 14.0kg。研磨 12 和 18 分钟后的总切削量分别列于下表 25：

表 25

实施例	12 分钟的切削总量(g)	18 分钟的切削总量(g)
比较例 H	1370	1522
64	1898	2654

实施例 67

向一 0.25 加仑(946ml)的聚氨酯研磨罐（Abbethane Jar）中加入 390.4g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末(HSY 3.0)、97.6 克氧化铝粉末(APA 0.5)、12.9g 氧化镧粉末(购自 Molycorp, Inc., Brea, CA)、1.6 克柠檬酸氢铵粉末（目录号为 #24,756-1）和 170.4g 蒸馏水。向该研磨罐中加入约 1100 克氧化钇稳定的氧化锆研磨介质(9.53mm 直径，95%氧化锆，购自 Tosoh Ceramics)，将该混合物研磨 48 小时，使粉末解团聚并混合粉末。

研磨后，如实施例 2 所述干燥浆料。将薄片在 600℃在空气中加热 1 小时以烧去有机组分。以约 1℃/min 的加热速率将薄片由室温加热至 600℃，在 600℃保温 1 小时，随后关闭炉子电源使之冷却至室温。

使用一个电加热炉（KKSK-666-3100 型）在空气中在 1475℃将约 250 克该烧去有机组分的薄片烧结 2 小时。以约 20℃/min 的加热速率将薄片加热至 1475℃，在 1475℃保温 2 小时，接着以约 20℃/min 的冷却速率冷却至室温。

图 18 是实施例 67 材料的抛光表面的扫描电子显微镜(SEM)的数码照片。所述抛光表面是如实施例 3 所述制备用于微硬度试验的。在该抛光表面上涂覆一层

碳薄层，随后使用以背散射电子成象(BSEI)模式的扫描电子显微镜(以 JEOL 840 型 SEM 的商品名购自 JEOL, Ltd. of Akishima, Japan)以垂直于抛光表面的角度观察。参见图 18，除了分散的 Al_2O_3 相(各向等大的/圆形的并且深色的)和氧化锆相(浅色相)以外，该微结构还含有第三相(也是深色的)，其形状为细长棒/小片状。少量的第三相不能用用过的 X-射线技术直接相测量，但是，能量分散 x-射线分析(EDAX)该相表明它是 β -六铝酸盐($\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$)。

实施例 68

如实施例 1 所述制得实施例 68 的涂覆磨盘，但是使用 27 克实施例 45 的磨粒代替实施例 1 的磨粒。

实施例 67-68 和比较例 A 材料的研磨性能

如上面标题为“实施例 1 和比较例 A 材料的研磨性能”的部分所述，评价实施例 67-68 以及比较例 A 涂覆磨盘的研磨性能，但是试验时间为 24 分钟，负荷为 7.3kg。研磨 12 和 24 分钟后的总切削量列于下表 26：

表 26

实施例	12 分钟切削总量(g)	24 分钟切削总量(g)
比较例 A	986	1918
67	1155	2245
68	946	1817

实施例 69

如实施例 54 所述制得实施例 69 磨粒，不同之处在于：向 1.6 加仑(6054ml)的聚氨酯研磨罐(Abbethane Jar)中加入 3000g 经氧化钇稳定的氧化锆粉末(HSY 3.0)、9.0g 柠檬酸氢铵粉末(目录号为#24,756-1)和 900g 蒸馏水。向该研磨罐中加入约 3240 克氧化钇稳定的氧化锆研磨介质(9.53mm 直径，95%氧化锆，购自 Tosoh Ceramics)，将该混合物研磨 54 小时，使粉末解团聚并研磨粉末。

研磨后，如实施例 2 所述干燥浆料并将薄片加热至 690℃。使用气氛受控的炉子(HTG-7010 型，购自 Astro Industries of Santa Barbara, CA)将薄片在氩气中在 1140℃热处理 1 小时。以约 10℃/min 的加热速率将薄片加热至 1140℃，在 1140℃保温 1 小时，以约 10℃/min 的冷却速率冷却至 800℃，随后关闭炉子电源将其冷却至室温。

接着如实施例 53 所述使用 Chipmunk 颚式轧碎机将薄片机械粉碎，并如实施

例 54 所述分级形成颗粒。使用一个气氛受控的炉子 (HTG-7010 型) 将形成的颗粒在 1420℃ 在氩气氛中预烧结 70 分钟。以约 10℃/min 的加热速率将颗粒由室温加热至 1420℃, 在 1420℃ 保温 70 分钟, 以约 10℃/min 的冷却速率冷却至 800℃, 随后关闭炉子电源冷却至室温。接着如实施例 54 所述对薄片进行等压热压。形成的实施例 69 颗粒的密度为 6.07g/cm³, 据信它是理论密度的 100.3%。

制得多批实施例 69 的磨粒以进行下述研磨带研磨。在所述多批磨粒中各种原料的确切用量与所述标准用量相差小于 0.5%。加工温度与上述标准温度相差小于 ±5℃。

用下列方法制得实施例 69 的涂覆研磨带。将下表 27 所示的分级颗粒合并形成“36 级”颗粒(mineral)掺混物:

表 27

颗粒	粗粒+32GG	控制-32GG+38GG	细粒-38GG
69	14%	44%	42%
比较例 J	12%	45%	43%
比较例 K	12%	46%	42%
比较例 L	13%	45%	42%

将组成与实施例 1 相同的酚醛构造树脂涂覆在 8.9cm 宽的连续 YF 布背衬上。湿的构造树脂重量约为 310g/m²。在施涂构造涂层以后, 立即将烧结的磨粒静电涂覆在涂覆构造涂层的布背衬上。该研磨涂层重约 1250g/m²。在 88℃ 将构造树脂预固化 120 分钟。随后在构造涂层和磨粒上涂覆填充冰晶石的酚醛上胶涂层。湿的上胶涂层重量约为 400g/m²。在 99℃ 将上胶树脂固化 12 小时。用已知的方法将涂覆的背衬转换成两种不同尺寸的研磨带 (6.35×96.5cm 和 7.6×335.3cm)。试验前该涂覆研磨带是挠性的。

比较例 J

如实施例 69 所述制得比较例 J 的涂覆研磨带, 但是使用上表 27 所示的已经分级并合并形成“36 级”的溶胶凝胶法磨粒 (321 CUBITRON) 代替实施例 69 的磨粒。研磨涂层重量约为 740g/m²。

比较例 K

如实施例 69 所述制得比较例 K 的涂覆研磨带, 但是使用上表 27 所示的已经分级并合并形成“36 级”的溶胶凝胶法磨粒 (201 CUBITRON) 代替实施例 69 的磨粒。研磨涂层重量约为 720g/m²。

比较例 L

如实施例 69 所述制得比较例 L 的涂覆研磨带，但是使用上表 27 所示的已经分级并合并形成“36 级”的溶胶凝胶法磨粒（222 CUBITRON）代替实施例 69 的磨粒。研磨涂层重量约为 730g/m²。

实施例 69 和比较例 J-L 研磨带的研磨性能

使用研磨带研磨机（#CFD 60 型，购自 Hammond Machinery of Kalamazoo, MI）评价实施例 69 和比较例 J-L 涂覆研磨带（6.35×96.5cm）的研磨性能。使用在研磨带背面施加约 47psi（0.32MPa）空气压力并且在研磨带速率为约 1143 表面米/min 的条件下以 15 秒倒角循环的方式研磨尺寸为 1.91×1.91×40.6cm 长的 1018 低碳钢工件。在每一循环的切削速率达到其最大持续的切削速率的 75% 后停止研磨带研磨。结果列于下表 28 和图 19：

表 28

颗粒	最大持续的切削速率 (g/15 秒循环)	达到 75% 最大持续的切削速率所需的循环数	总切削量 (g)
69	16.2	230	3396
比较例 J	12.9	100	1126

在 Thompson 表面研磨机（#C12 型，购自 Thompson Grinder Company, Springfield, OH）上评价实施例 69 和比较例 J-L 研磨带（7.6×335.3cm）的研磨性能。使用 12mil（0.3048mm）恒定的横向进磨（in-feed）速度直至达到约 1340g（1 个工件）终点的方式干研磨 1018 低碳钢工件（尺寸为 1.26×17.8×10.2cm）。工作台速度约为 762cm/min，研磨带速度约 1524m/min。测量 1340g 终点的法向压力，结果列于下表 29：

表 29

实施例	终点法向压力 MPa
69	0.697
比较例 J	0.900
比较例 K	1.124
比较例 L	0.862

终点压力越小，则研磨带性能越佳。

实施例 70

如实施例 69 所述制得实施例 70 的磨粒，但是不同之处在于：通过筛选和掺混 40 重量％-60+70 目、40 重量％-70+80 目和 20 重量％-80+100 目颗粒将磨

粒分级成“80级”。使用环氧-丙烯酸酯构造树脂将该80级磨粒粘附在C称量纸的25.4cm×45.7cm部分上,所述构造树脂的组成为40.7重量%双酚A环氧树脂(环氧当量为185-192,以EPON 828商品名购自Shell Chemical, Houston, TX)、0.6重量%草酸二叔戊酯(购自美国3M公司)、4.5重量%TMPTA三羟甲基丙烷三丙烯酸酯(以SR351商品名购自Sartomer Co., Exton, PA)、2.8重量%1,4-环己烷二甲醇(以CHDM商品名购自Eastman Chemical Company, Kingsport, CT)、29.5重量%双酚A表氯醇基环氧树脂(环氧重量当量为525-550,以EPON 1001F商品名购自Shell Chemical, Houston, TX) 20.3重量%高分子量聚酯(以DYNAPOL S-1227商品名购自Creanova, Piscataway, NJ) 1.0重量% 2,2-二甲氧基-1,2-二苯基-1-乙酮(以IRGACURE 651商品名购自Ciba Gergy Company, Ardsley, NY)和0.6重量%六氟锑酸 η -(二甲苯(混合的异构体))- η -环戊二烯基铁(II)(购自美国3M公司)。

用刮涂机在82℃施涂该构造涂层,涂覆重量约25-30g/m²。接着使该树脂以50英尺/min(15.2m/min)的速度通过一个紫外光处理器(EPIQ 6000,购自Fusion Systems Corp., Rockville, MD,它带有一个Fusion D灯泡,功率为79W/cm)一次来活化该树脂,立即静电沉涂覆经烧结的磨粒(约345g/m²)并在127℃将试样热固化15分钟。

将具有下列组成的环氧-丙烯酸酯上胶树脂辊涂在所述构造涂层和磨粒上,湿涂覆重量约为150g/m²。所述上胶树脂的组成为:44.0重量%脂环族环氧树脂(以ERL 4221商品名购自Dow Chemical, Midland, MI)、19.0重量%三羟甲基丙烷三丙烯酸酯(以SR 351商品名购自Sartomer Co., Exton, PA)、1.0重量%光引发剂(以DAROCURE 1173商品名购自Ciba Specialty Chemicals, Tarrytown, NY)、3.0重量%六氟锑酸三芳基铈(以UVI 6974商品名购自Union Carbide Corp., Hahnville, LA)和33.0重量%无水铝硅酸钾钠填料(以MINEX-3商品名购自L.V.Lomas Ltd., Brampton, Ontario, Canada)。在与构造涂层相同的条件使该试样通过紫外光处理器两次对其进行辐照,随后在138℃热固化15分钟。在23℃放置过夜后,试样是挠性(flexed)的,接着将其附着在压敏粘合剂背衬上,转化成12.7cm或15.2cm的磨盘。

比较例 M

如实施例70所述制得比较例M的涂覆磨盘,但是使用磨粒是溶胶凝胶法氧化铝基磨粒(222 CUBITRON,购自美国3M公司,筛分并掺混成80级)。研磨涂

层重量约为 215g/m^2 。

比较例 N

如实施例 70 所述制得比较例 N 的涂覆磨盘，但是使用磨粒是蓝色熔凝氧化铝磨粒（以 FSX 商品名购自 Treibacher Co., Villach, Austria, 筛分并掺混成 80 级）代替烧结的 80 级氧化锆磨粒。研磨涂层重量约为 215g/m^2 。

比较例 O

如实施例 70 所述制得比较例 O 的涂覆磨盘，但是使用磨粒是碳化硅磨粒（以 SiC 商品名购自 Washington Mills Co., Niagara Falls, NY, 筛分并掺混成 80 级）代替烧结的氧化锆磨粒。研磨涂层重量约为 170g/m^2 。

比较例 P

如实施例 70 所述制得比较例 P 的涂覆磨盘，但是使用磨粒是熔凝氧化铝-氧化锆磨粒（以 NZX 商品名购自 Norton Company, Worcester, MA, 筛分并掺混成 80 级）代替烧结的氧化锆磨粒。研磨涂层重量约为 240g/m^2 。

比较例 Q

比较例 Q 是 P80 涂覆磨盘，以 IMPERIAL 商品名购自美国 3M 公司。

将 12.7cm 直径的实施例 70 和比较例 M-P 的样品附着在双功能打磨机（购自 National Detroit, Inc., Rockford, IL）上。使用 80psi (550kPa) 空气压力在 1018 钢面板部分上使磨盘钝化 30 秒。接着在漆黑色的第一道涂层/透明涂层的冷轧钢板工件（E-涂覆：ED5000、底漆：764-204、第一道涂层：542AB921、透明涂层：K8010A, 购自 ACT Laboratories, Inc., Hillsdale, MI）上在 80psi (550kPa) 的打磨机压力下以 30 秒间隔进行 2 分钟研磨试验。打磨机与工件的运行夹角为 15° 。工件的重量损失作为切削总重量（单位为克）列于下表 3：

表 3

实施例	2 分钟总切削量(g)
70	18.8
比较例 M	14.7
比较例 N	14.1
比较例 O	6.7
比较例 P	12.5

另外，按用于 12.7cm 磨盘的方法评价 15.2cm 直径磨盘，但是省去在 1018 钢上的预钝化步骤，并且在 90psi (619kPa) 的空气压力下运行无规轨道的打磨机 (购自 Hutchins Co., Pasadena, CA)，切削值列于下表 31。

表 31

实施例	2 分钟切削总量 (g)
实施例 70	12.1
比较例 Q	8.9

尽管说明书以具体实例进行了详细描述，但是在理解了前面的详细描述以后，本领域的普通技术人员可容易地对这些实例进行改变、变化和等同。因此，本发明的范围由所附权利要求是及其等同物确定。

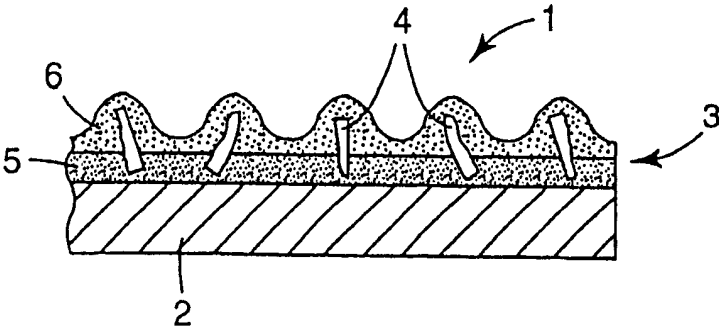


图 1

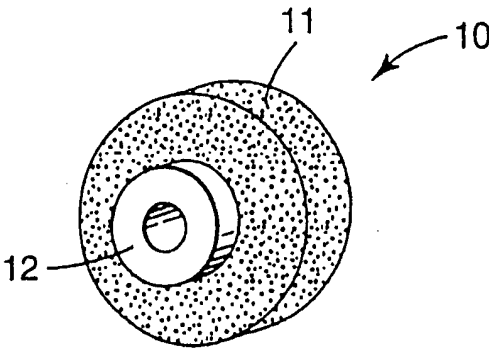


图 2

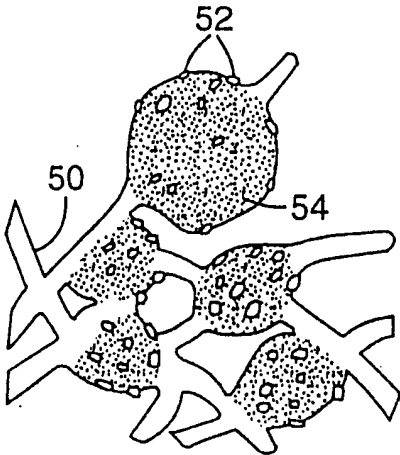


图 3

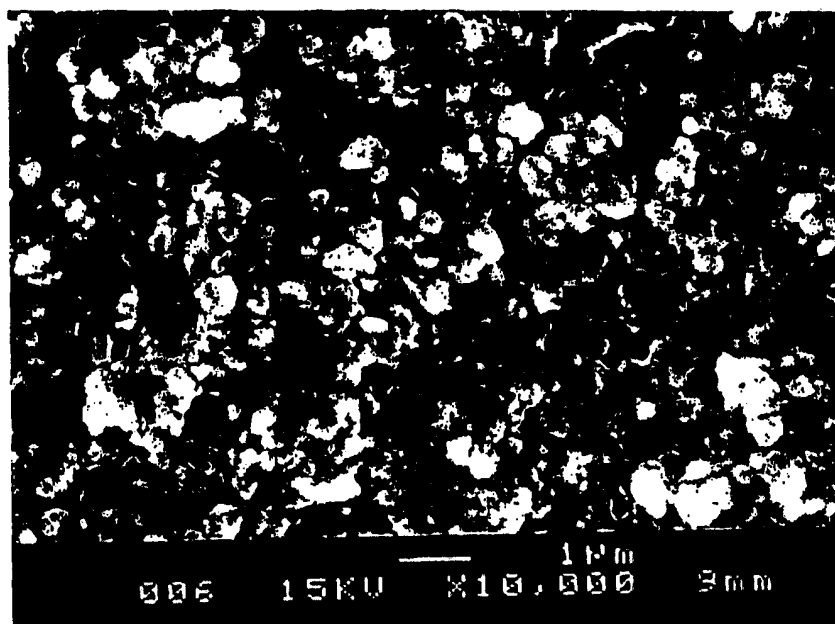


图 4

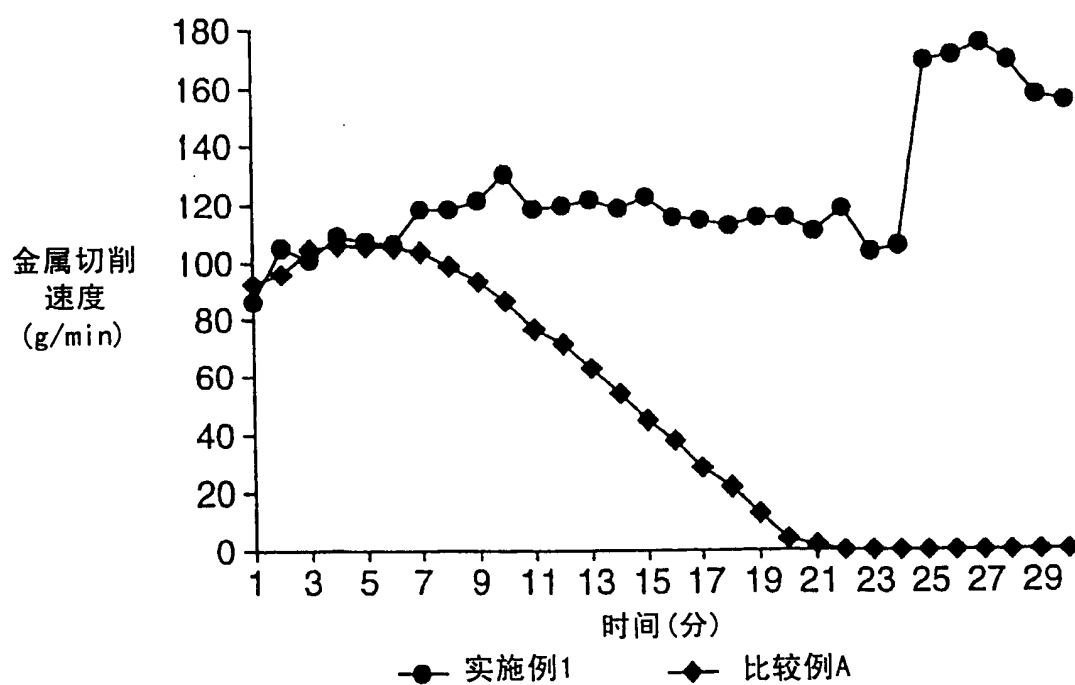


图 5

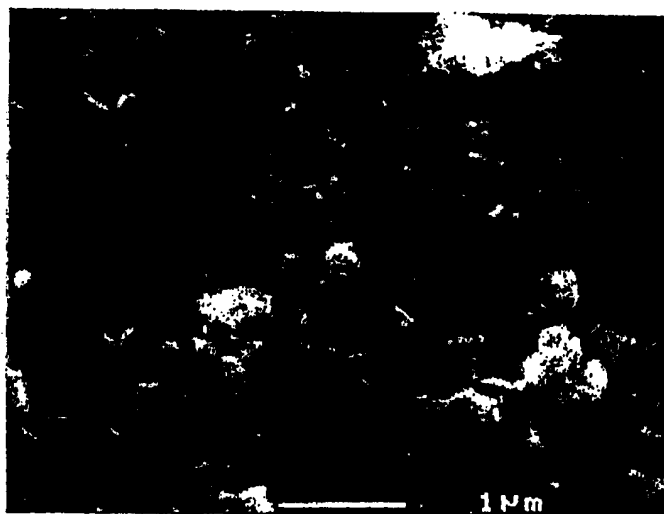


图 6

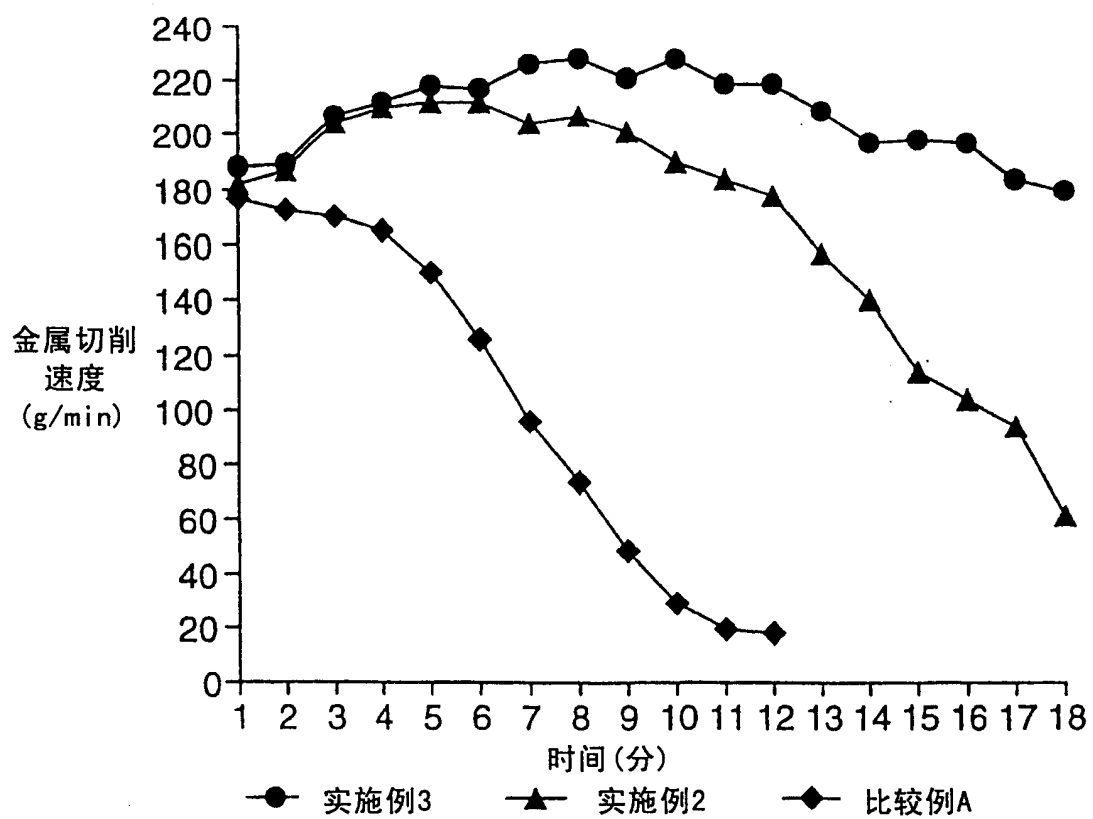


图 7

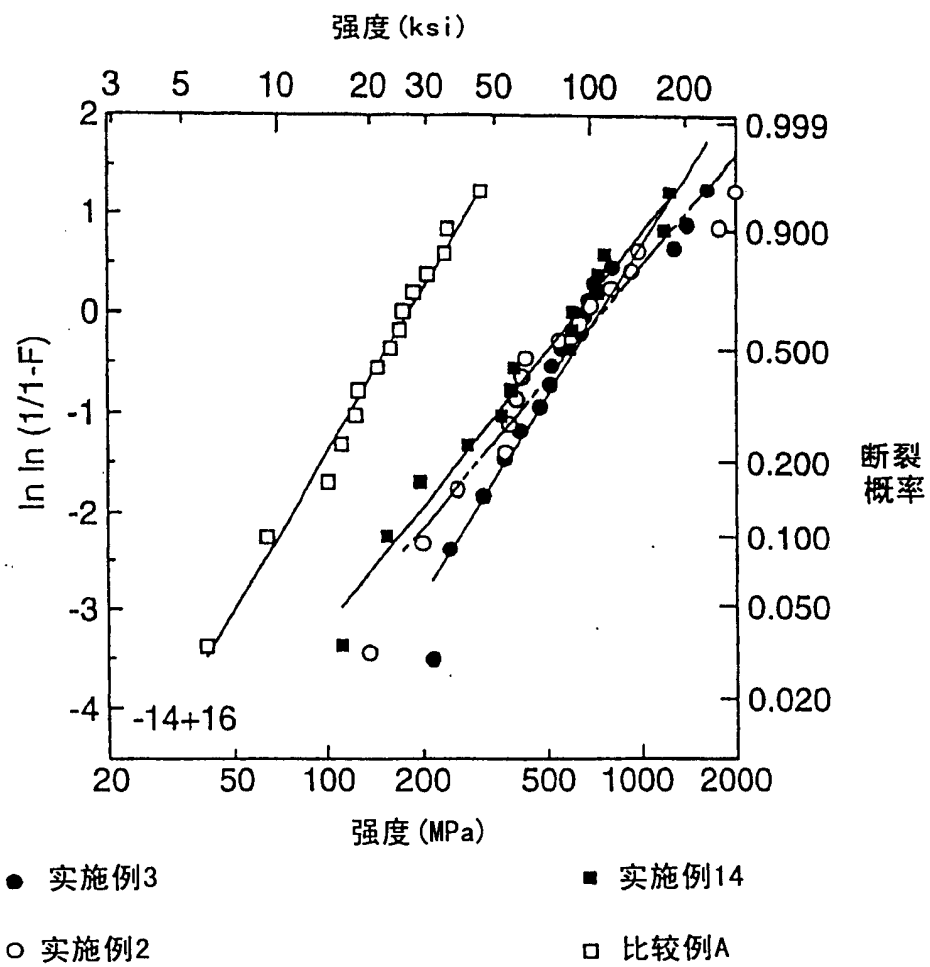


图 8

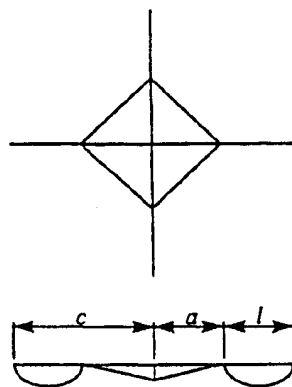


图 9

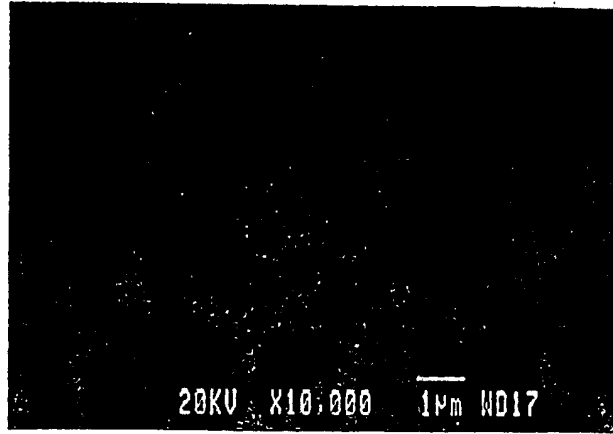


图 10

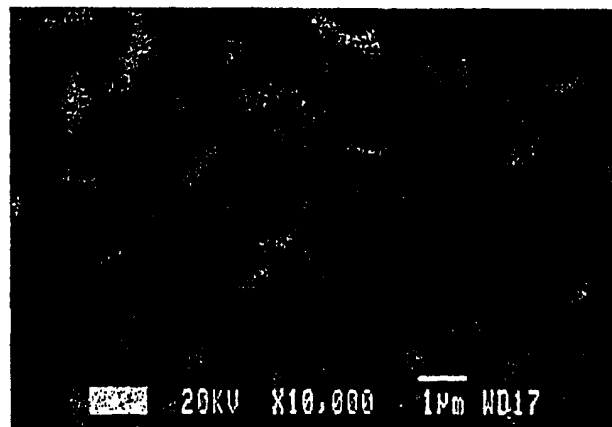


图 11

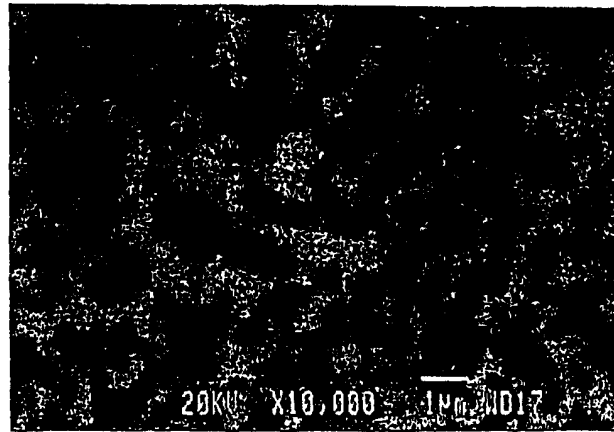


图 12

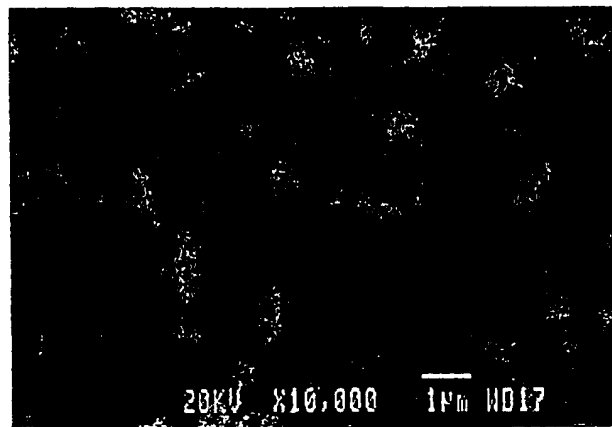


图 13

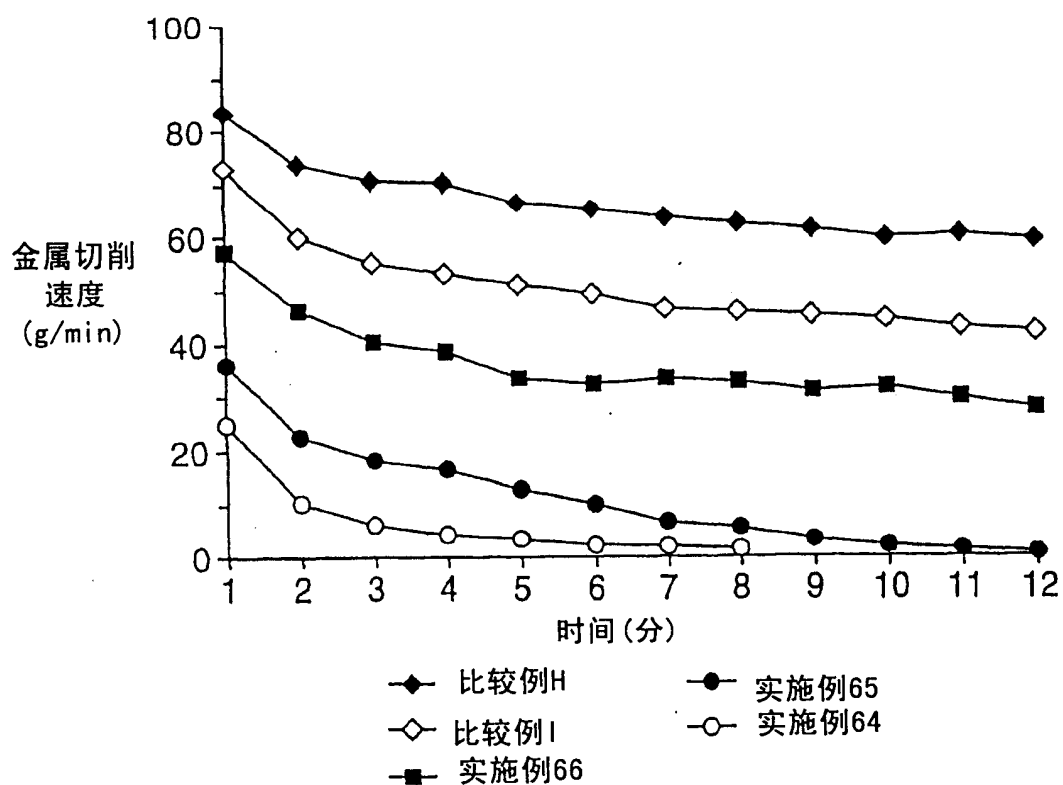


图 14

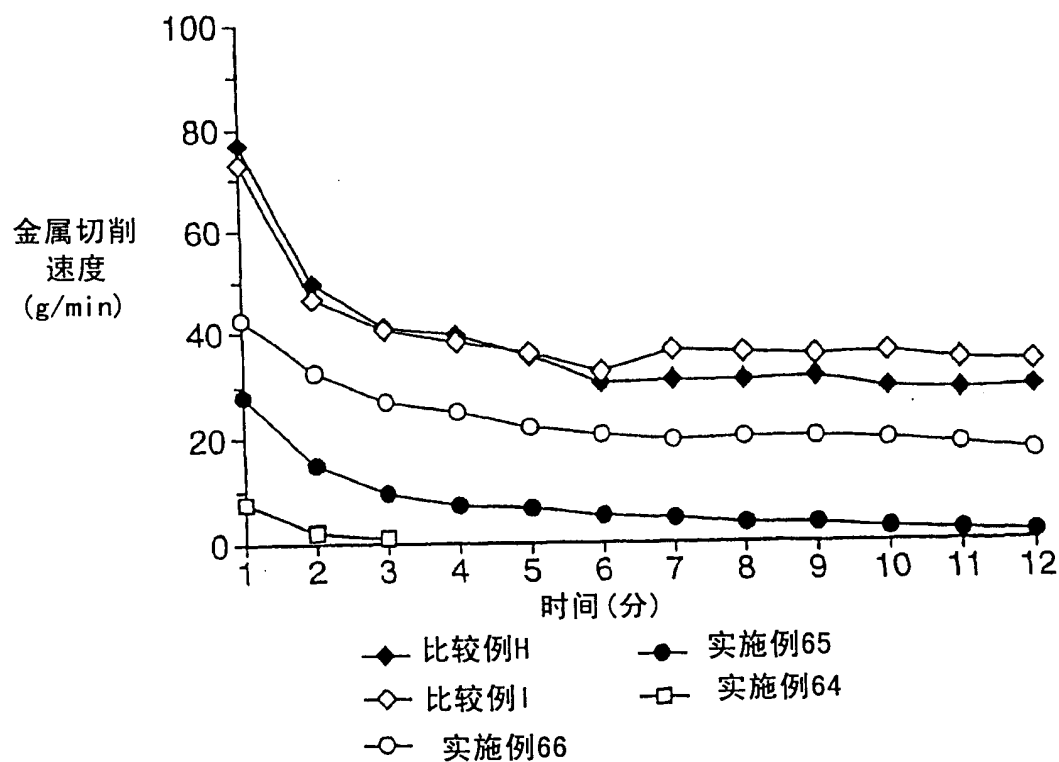


图 15

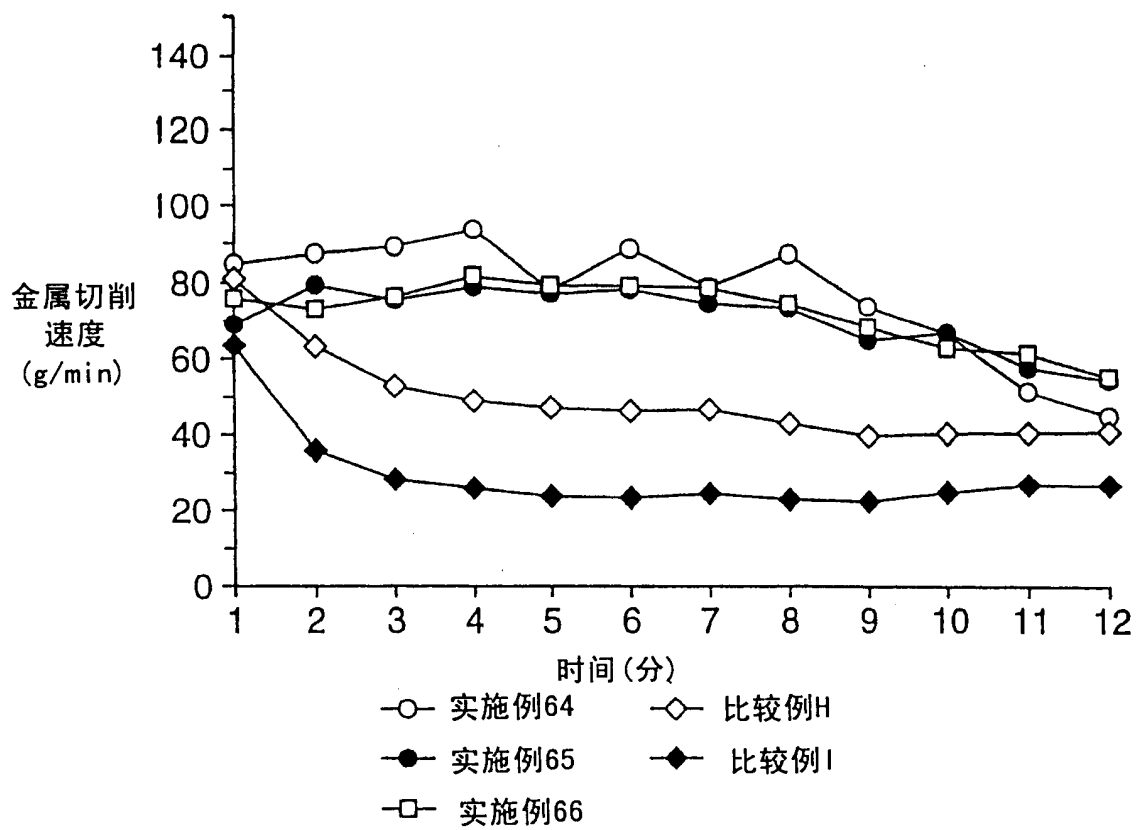


图 16

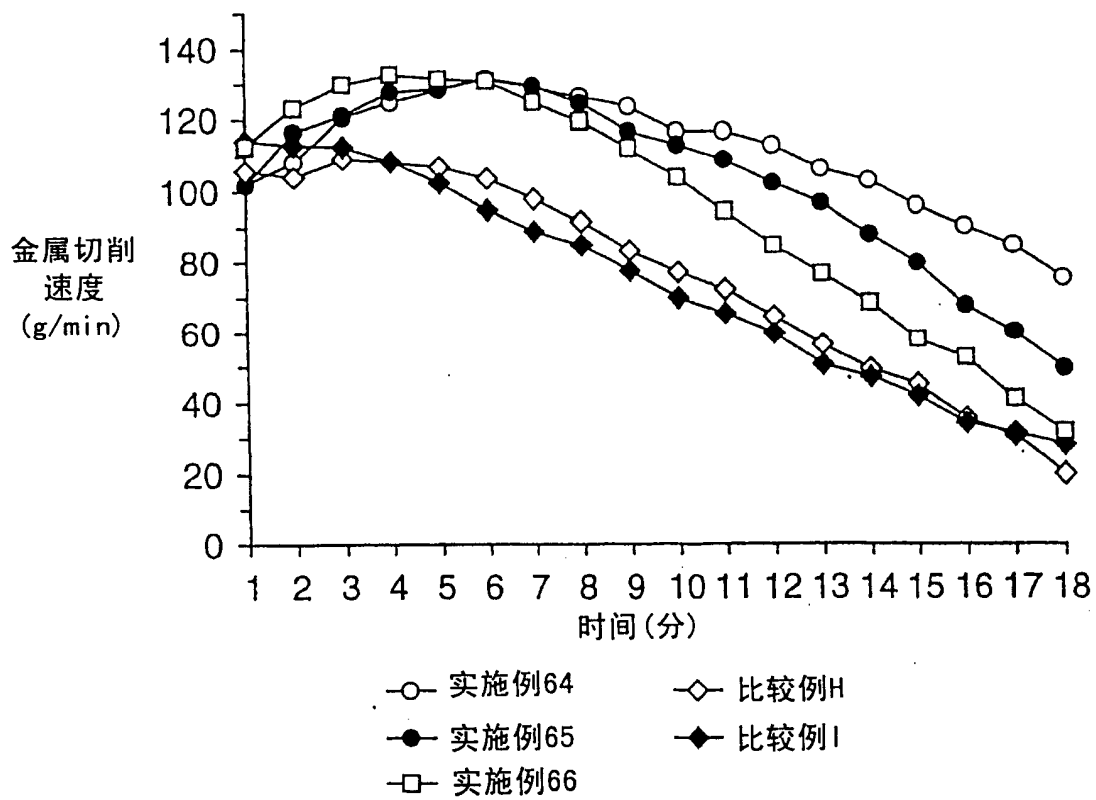


图 17

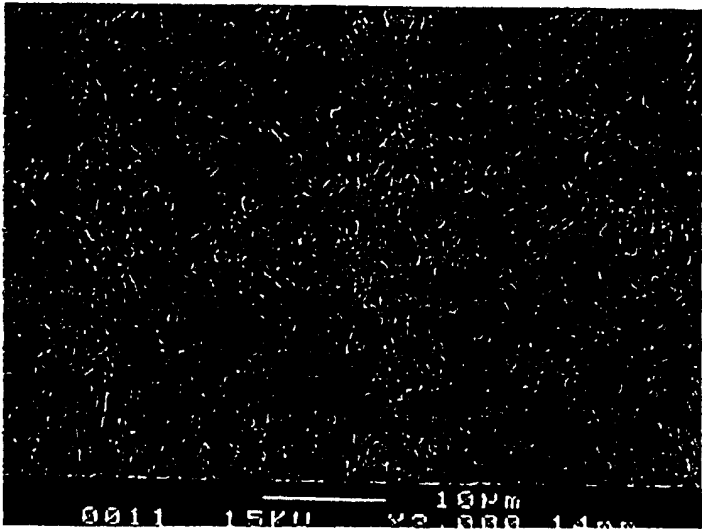


图 18

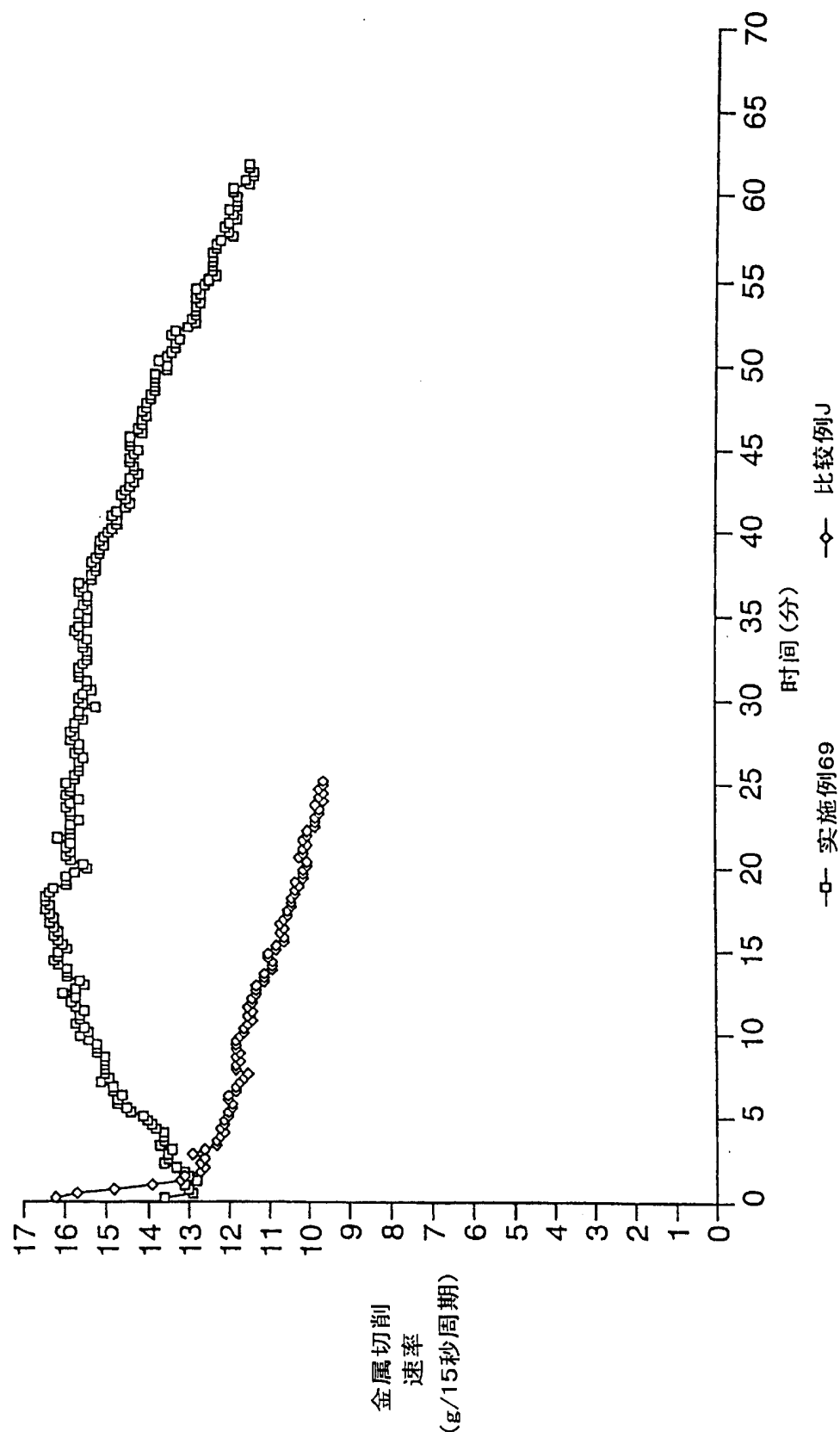


图 19