



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101253023 B

(45) 授权公告日 2012. 04. 04

(21) 申请号 200680032164. 6

(22) 申请日 2006. 08. 14

(30) 优先权数据

11/218, 808 2005. 09. 01 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2008. 03. 03

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2006/031424 2006. 08. 14

(87) PCT申请的公布数据

W02007/030265 EN 2007. 03. 15

(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 埃里克·G·拉森

(74) 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限

责任公司 11219

代理人 郇春艳 郭国清

(51) Int. Cl.

B24D 3/02 (2006. 01)

B24D 3/28 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 85100023 A, 1985. 11. 10, 全文.

CN 1490347 A, 2004. 04. 21, 全文.

US 6551366 B1, 2003. 04. 22, 全文.

US 5152917 A, 1992. 10. 06, 全文.

US 4396657 A, 1983. 08. 02, 说明书第 3 栏第 14-45 行, 第 7 栏第 15-46 行, 第 8 栏第 9-25 行.

审查员 丁亚非

权利要求书 2 页 说明书 10 页

(54) 发明名称

研磨制品及其制备方法

(57) 摘要

本发明提供一种包含大量磨料粒子和粘结剂的研磨制品, 其中所述粘结剂包含由多异氰酸酯和聚环氧乙烷之间的反应所形成的聚合物, 其中所得的粘结剂基本上不含氨基甲酸酯键和脲桥结构。本发明还提供制备上述研磨制品的方法。

1. 一种包含大量磨料粒子和粘结剂的研磨制品,其中所述粘结剂包含由多异氰酸酯和聚环氧乙烷之间的反应所形成的聚合物,其中所得的粘结剂基本上不含氨基甲酸酯键和脲桥结构,并且其中连接聚合物主链上的烃链段的主基团是唑烷酮基团。

2. 根据权利要求 1 所述的研磨制品,其中所述多异氰酸酯的平均异氰酸酯官能度大于二。

3. 根据权利要求 1 所述的研磨制品,其中所述聚环氧乙烷的平均环氧乙烷官能度大于二。

4. 根据权利要求 1 所述的研磨制品,其中所述研磨制品具有背衬。

5. 根据权利要求 1 所述的研磨制品,其中所述大量磨料粒子被分布在所述粘结剂表面上。

6. 根据权利要求 5 所述的研磨制品,其中所述研磨制品具有胶结涂层。

7. 根据权利要求 1 所述的研磨制品,其中所述粘结剂存在于胶结涂层中。

8. 根据权利要求 1 所述的研磨制品,其中所述大量磨料粒子被分布在遍及所述粘结剂的至少一部分上。

9. 根据权利要求 1 所述的研磨制品,其中所述大量磨料粒子和所述粘结剂的形式为大量三维复合物。

10. 一种包含大量磨料粒子和粘结剂的研磨制品,其中所述粘结剂包含由多异氰酸酯和聚环氧乙烷之间的反应生成的第一聚合物和第二粘结剂组分,所述第一聚合物中连接烃链段的主基团是唑烷酮基团,其中所得的粘结剂基本上不含氨基甲酸酯键和脲桥结构,且其中第一种和第二种粘结剂组分通过两种组分的剩余官能团的反应产物以化学方式彼此相连。

11. 根据权利要求 10 所述的研磨制品,其中所述多异氰酸酯的平均异氰酸酯官能度大于二。

12. 根据权利要求 10 所述的研磨制品,其中所述聚环氧乙烷的平均环氧乙烷官能度大于二。

13. 根据权利要求 10 所述的研磨制品,其中所述研磨制品具有背衬。

14. 根据权利要求 10 所述的研磨制品,其中所述大量磨料粒子被分布在所述粘结剂表面上。

15. 根据权利要求 14 所述的研磨制品,其中所述研磨制品具有胶结涂层。

16. 根据权利要求 10 所述的研磨制品,其中所述粘结剂存在于胶结涂层中。

17. 根据权利要求 10 所述的研磨制品,其中所述大量磨料粒子被分布在遍及所述粘结剂的至少一部分上。

18. 根据权利要求 10 所述的研磨制品,其中所述大量磨料粒子和所述粘结剂的形式为大量三维复合物。

19. 根据权利要求 10 所述的研磨制品,其中由第二聚合反应生成的第二聚合物具有能够与异氰酸酯基团或环氧乙烷基团发生反应的官能团。

20. 根据权利要求 19 所述的研磨制品,其中所述第二聚合物中能够与异氰酸酯基团或环氧乙烷基团发生反应的官能团至少分别部分地与所述多异氰酸酯的异氰酸酯基团或所述聚环氧乙烷的环氧乙烷基团发生反应。

21. 一种制备上述任一项权利要求所述的研磨制品的方法,所述方法包括提供大量磨料粒子;提供包含由多异氰酸酯和聚环氧乙烷的反应产物所形成的聚合物的粘结剂,其中所得的粘结剂基本上不含氨基甲酸酯键和脲桥结构,并且其中连接聚合物主链上的烃链段的主基团是唑烷酮基团;将所述磨料粒子和所述粘结剂分布在背衬上。

研磨制品及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种研磨制品及制备研磨制品的方法,更具体地讲,涉及适于制作研磨制品的粘结剂。

背景技术

[0002] 某些形式的研磨制品包含大量磨料粒子和粘结剂。可获得很多不同类型的研磨制品。其中包括:(1) 涂布研磨制品,其中粘结剂在背衬材料(如砂纸)上制作粘结磨料粒子的涂层;(2) 抛光涂布研磨制品,其中磨料粒子分散在粘结剂中形成复合研磨剂,然后再将复合研磨剂粘结到背衬上形成研磨制品;(3) 三维成型复合研磨制品,其中磨料粒子分散在粘结剂中形成大量复合研磨剂,然后再将这些复合研磨剂粘结到背衬上形成研磨制品;(4) 固结研磨制品,其中粘结剂将磨料粒子粘结在一起形成成型物(如砂轮或刷子);以及(5) 非织造研磨制品,其中粘结剂将磨料粒子以头胶或分散的方式粘结到非织造纤维底物的纤维上。研磨制品中的粘结剂通常通过固化粘结剂前体而形成。在制备研磨制品的过程中,将粘结剂前体暴露于能源,这通常会导致通过聚合物或树脂的聚合反应或交联来形成固体粘结剂。能源可提供热能或辐射能,如电子束、紫外线或可见光。

发明内容

[0003] 简单来讲,本发明提供包含大量磨料粒子和粘结剂的研磨制品,其中,粘结剂包含由多异氰酸酯和聚环氧乙烷通过反应生成的聚合物,所得的粘结剂基本上不含氨基甲酸酯键和脲桥结构。粘结剂是多异氰酸酯和聚环氧乙烷在下列条件下的反应产物:连接聚合物主链上的烃链段的主基团是唑烷酮基团。

[0004] 在一些实施例中,也可能存在第二种粘结剂组分,前提条件是所述第二种粘结剂组分也基本上不含氨基甲酸酯键和脲桥结构。在另一个实施例中,该发明提供一种由大量磨料粒子和粘结剂构成的研磨制品,其中粘结剂包含两种聚合物:第一种聚合物由多异氰酸酯和聚环氧乙烷通过反应生成,第二种聚合物是由第二聚合反应生成,所得的粘结剂基本上不含氨基甲酸酯键和脲桥结构。

[0005] 在其它实施例中,该发明提供包含大量磨料粒子和粘结剂的研磨制品。在这方面,粘结剂可以包含这样的第一种聚合物:是多异氰酸酯和聚环氧乙烷的反应产物,反应条件是连接烃链段的主基团是唑烷酮基团;以及基本上不含氨基甲酸酯键和脲桥结构的第二种粘结剂组分,其中第一种和第二种粘结剂组分通过两种组分的剩余官能团的反应产物以化学方式彼此相连。

[0006] 在另一方面,该发明提供制作上述研磨制品的方法:该研磨制品包含大量磨料粒子和粘结剂,粘结剂包含多异氰酸酯和聚环氧乙烷的反应产品所形成的聚合物,其中所得的粘结剂基本上不含氨基甲酸酯键和脲桥结构,且磨料粒子和粘结剂被分布在背衬上。

具体实施方式

[0007] 在此所用的术语“基本上不含”是指组合物所含特定官能团的数量不超过偶然发生的数量,所发现的数量通常小于这种官能团可能位置的百分之一。当这种偶然发生的官能团的含量达到可测量的程度时,则可以被视作杂质。

[0008] 本发明描述了多种粘结剂组合物及产生适合在研磨制品中使用的粘结剂组合物的聚合反应和 / 或交联反应。虽然人们担忧氨基甲酸酯键对水解的易感性,尤其是在高温情况下(如研磨加工中可能遇到的情形)的易感性,但聚亚安酯(包括丙烯酸聚亚安酯)一直是用于研磨制品的流行粘结剂。人们对带有脲桥结构的聚合物也提出了类似的担忧。

[0009] 已经发现的是,易得的多异氰酸酯和聚环氧乙烷在适当条件下相互反应,会导致生成具有沿主链分布的唑烷酮环状结构的聚合物。只要环结构达到易于水解的程度,开环产物就会保持连续的碳-碳粘结键序,而不会形成典型的氨基甲酸酯或尿素分裂产物。

[0010] 尽管在文献中可见具有含唑烷酮基团的粘结剂的研磨制品,但那些基团已被形成聚氨基酯的末端,或已被用作聚亚安酯和 / 或聚脲粘结剂的交联点或交联剂。

[0011] 本发明将唑烷酮基团的形成作为形成研磨制品粘结剂的聚合物主链的主要机构,并提供在烃链段之间基本上不含氨基甲酸酯键和脲桥结构的聚合物主链。所存在的任何氨基甲酸酯键或脲桥结构均来自污染和 / 或杂质。通常,在烃基团之间的基团中,氨基甲酸酯基团或尿素基团不超过约 1%。这些粘结剂通常对溶剂、水摄入和热降解具有抗耐性。这些粘结剂通常对磨粒和普通基底(如果有的话)具有极好的附着力。

[0012] 除了这些特性外,已经发现的是,更硬的研磨制品的粘结剂在涂布研磨应用中往往会提供更好的性能。由多异氰酸酯和聚环氧乙烷的反应生成、且基本上不含氨基甲酸酯键和脲桥结构的粘结剂,比起适合作为研磨构造中的粘结剂使用的快固化、零挥发性有机化合物(VOC)的可供选择的粘结剂,往往具有更大的硬度。

[0013] 在一些实施例中,本发明的研磨制品可以包含任何已为人们所知的磨料粒子,包括单一颗粒、团簇颗粒、研磨剂团聚物以及它们的组合。在大多数实施例中,磨料粒子将是无机的。同样,有机颗粒可以代替更为传统的无机磨料粒子使用,也可以作为其补充使用。

[0014] 在一些实施例中,研磨制品将包含背衬。当使用背衬时,所述背衬通常可以以至少部分被粘结剂覆盖的薄片或纤维的形式存在。在一些实施例中,磨料粒子可以被分布到粘结剂的至少一部分中。在一些实施例中,磨料粒子可以被分布到遍及粘结剂的至少一部分。在其他实施例中,可以将粘结剂作为面漆涂料或超面漆涂料应用到研磨涂层中。在一些实施例中,磨料粒子可以被分布到遍及整个粘结剂。在其他实施例中,磨料粒子可以被分布到遍及粘结剂的至少一部分。另一方面,粘结剂可以形成分布在研磨表面上的大量三维纹理复合材料。这些复合材料可在适当的位置形成,也可在单独的步骤中形成并分布在粘结剂上。在一些实施例中,研磨制品将以成型物(诸如砂轮或研磨刷)的形式存在。

[0015] 在一些实施例中,研磨制品可以包含诸如填料、增强剂、润滑剂、助割剂、增塑剂等已为人们所知的任何添加剂。

[0016] 尽管为了确保所得的聚合物主链包含来自分别通过唑烷酮基团相连的前体的交替层叠残余,多异氰酸酯和聚环氧乙烷前体的官能度优选地为 2,但在所选的实施例中,为了控制分子量和 / 或交联作用,包含一官能或多官能异氰酸酯或环氧乙烷部分也是可取的。在一些实施例中,多异氰酸酯每个分子将平均含有两个以上的活性异氰酸酯基团。在一些实施例中,聚环氧乙烷每个分子将平均含有两个以上的活性环氧乙烷基团。如果前体

官能度大于二,则容易提供交联作用,并可能为与第二种粘结剂组分的活性耦合提供残余官能团。

[0017] 本发明的研磨制品可以通过已为人们所知的任何方法制备。更具体地讲,该发明可用于涂布研磨制品、固结研磨制品和类似的研磨制品。一方面,根据本发明,可以通过以下方法制备研磨制品:提供包含由多异氰酸酯和聚环氧乙烷的反应产物所形成的聚合物的粘结剂,其中所得的粘结剂基本上不含氨基甲酸酯键和脲桥结构,并将大量磨粒粒子和该粘结剂分布在基底或背衬上。可以使用已为人们所知的任何研磨制品背衬,如布料、薄膜、箔、纸、纤维材料、聚合物膜和类似材料。

[0018] 实例

[0019] 材料列表

[0020] AA07-球形氧化铝颗粒,平均粒度 $0.7\ \mu\text{m}$ -(可得自 Summit Specialty Chemicals, Fort Lee, NJ)

[0021] 添加剂 7-氟代硅氧烷空气隔离剂(可得自 Dow Corning Chemical Corp., Midland, MI)

[0022] CD1010,三芳基硫六氟磷酸盐(可得自 Sartomer Corp., Exton, PA)

[0023] Desmorapid DB-N, N-二甲基苄胺(可得自 Bayer Corp., Pittsburgh, PA)

[0024] Desmodur CB 75-芳族异氰酸酯预聚物(TDI(甲苯二异氰酸酯)基)(可得自 Bayer)

[0025] Desmodur IL-芳族异氰酸酯三聚物(TDI基)(可得自 Bayer)

[0026] Desmodur HL-芳族/脂族异氰酸酯预聚物(TDI/HDI(六亚甲基二异氰酸酯)基)(可得自 Bayer)

[0027] Epalloy 8220-双酚F环氧树脂(可得自 CVC Specialty Chemical Co., Moorestown, NJ)

[0028] Epon 828-环氧树脂(可得自 Resolution Performance Products LLC, Houston, TX)

[0029] ERL 4221-脂环族环氧树脂-7-氧杂二环[4.1.0]庚烷-3-羧酸,7-氧杂二环[4.1.0]庚-3-基甲基酯(可得自 Dow Chemical Corp., Midland, MI)

[0030] Irgacure 651-2,2-二甲氧基-2-苯基苯乙酮光引发剂(可得自 Ciba Specialty Chemicals Corp., Basel, Switzerland)

[0031] Irgacure 819-二(2,4,6-三甲基苯甲酰)苯基氧化膦光引发剂(可得自 Ciba Specialty Chemicals)

[0032] Mondur MR-芳族异氰酸酯(MDI(亚甲基联苯异氰酸酯)基)预聚物(可得自 Bayer)

[0033] OX-50-无定形热解法二氧化硅颗粒(可得自 DeGussa Corp. Parsippany, NJ)

[0034] P120 褐色氧化铝(可得自 Triebacher Schleifmittel Corp., Niagara Falls, NY)

[0035] PAPI 27-芳族异氰酸酯预聚物(MDI基)(可得自 Dow Chemical Corp.)

[0036] PAPI 580N-芳族异氰酸酯(MDI基)三聚物(可得自 Dow Chemical Corp.)

[0037] PWA3-3 微米白色氧化铝(可得自 Fujimi Corporation, Elmhurst, IL)

[0038] Silwet L-7604 有机硅表面活性剂(可得自 OSi Specialties, Inc.,

Sistersville, WV)

[0039] Solsperser 24000- 聚合物分散剂 (可得自 Avecia Corp., Wilmington, DE)

[0040] Solsperser 32000- 聚合物分散剂 (可得自 Avecia)

[0041] SP1086- 研磨玻璃粉 (可得自 Specialtyglass, Inc., Wilmington, DE)

[0042] SR 368- 三 (2- 羟基乙基) 异氰脲酸酯三丙烯酸酯 (得自 Sartomer)

[0043] STADDEX 230- 糊精 (可得自 A.E. Staley Manufacturing Co., Decatur, IL)

[0044] TMPTA- 三羟甲基丙烷三丙烯酸酯 (SR 351 可得自 Sartomer)

[0045] Wollastonite-CaSiO₃ 商品名 Nyad 400 (可得自 Nyco Minerals Inc., Willsboro, NY)

[0046] 在以下例子中, micron 或 μm 是指微米。

[0047] 制备涂布研磨制品的一般工序

[0048] 包含附聚物磨粒的涂布研磨制品通常按照美国专利 No. 5, 152, 917 (Pieper 等人) 中的描述进行制备。表 1 中各例子中的成分均被搅拌成浆液。该浆液被涂布到具有逼近以下尺寸的气孔的聚合物 (聚丙烯) 模具中: 0.350mm (高) $\times$ 1.3mm (宽) $\times$ 1.3mm (长)。浆液上方放置有一层厚 0.125mm 的聚酯薄膜背衬, 并用橡胶辊碾压聚酯薄膜背衬, 以填实气孔并移除模具和聚酯薄膜背衬表面之间多余的浆液。使模具、浆液和背衬组合以 30 英尺 / 分钟 (9 米 / 分钟 (m/min)) 的速度从两个中压汞球 (400 瓦特 / 英寸, 157.5 瓦特 / 厘米) (可得自 American Ultra Violet Company, Lebanon, IN) 下方通过, 先后进行三次, 以使浆液部分硬化。将与聚酯薄膜背衬粘附在一起且部分硬化过的浆液从模具中移除。然后将每个样本放入烘箱中进行后热硬化两小时, 烘箱温度设置为 125°C。

[0049] 抛光测试工序

[0050] 采用已经过如下改进的单侧抛光机 (商品名 “6Y-1”, 得自 R. Howard Strasbaugh, Inc., Long Beach, CA) 对实例 1-6 的涂布研磨制品 (使用双面压敏粘结剂安装的 30.5cm 圆盘 (商品名 “442PC”, 得自 3M Company, St. Paul, MN)) 的研磨性能进行了评估。

[0051] 对于玻璃测试而言, 工件是外径为 65mm 的硼硅酸盐玻璃盘。工件夹持器利用内径为 65mm 的弹簧支承乙缩醛树脂环在研磨过程中固定玻璃盘。工件夹持器的钢垫板上安装有一个直径为 65mm 的支承垫 (商品名 “DF2000”, 得自 Rodel, Newark, DE)。与待研磨表面背对的玻璃盘表面被放置于用水润湿的支承垫上。在不施加任何外力的情况下, 乙缩醛树脂环的表面伸出玻璃盘表面之外。将工件夹持器与涂布研磨制品相接触, 以使乙缩醛树脂环收缩, 从而使玻璃盘与涂布研磨制品直接接触。施以足够的外力, 以使得玻璃盘上的压力达到约 281g/cm²。玻璃盘中心的初始位置偏离涂布研磨制品中心约 70mm。涂布研磨制品以 150 转 / 分钟 (rpm) 的速度沿从上往下看的顺时针方向旋转。工件夹持器同样沿顺时针方向以 50rpm 的速度旋转。将容积比 (vol%) 10% 的合成润滑剂水溶液 (商品名 “Sabrelube 9016”, 可得自 Chemetall-Oakite, Berkeley Heights, NJ) 直接滴到涂布研磨制品上, 流速为约 50mL / 分钟。玻璃盘在涂布研磨制品上径向摆动, 摆动幅度为约 25mm。摆动周期为约 15 秒钟。为了预处理涂布磨具, 将粗糙的玻璃盘 (Ra 为约 1-2 μm) 以 281g/cm² 的压力在涂布研磨制品上研磨约 5 分钟。将按照上述方法制备和安装的光滑玻璃盘插入工件夹持器中, 然后以 281g/cm² 左右的压力研磨约 5 分钟。继续使光滑的玻璃盘插入工件夹持器中, 然后以 281g/cm² 左右的压力研磨约 5 分钟。在每个周期前后对玻璃盘试件进行称重, 以确

定磨掉的部分的总克数。当玻璃盘密度为 $2.4\text{g}/\text{cm}^3$, 玻璃盘面积为 33.18cm^2 时, 可将磨掉的材料的质量换算成等同的微米 / 分钟 ($\mu\text{m}/\text{min}$)。

[0052] 对硅晶片进行测试时, 工件是外径 100mm 的单晶硅晶片。工件夹持器利用内径 100mm 的弹簧支承乙缩醛树脂环, 在研磨过程中固定硅晶片。工件夹持器的钢垫板上安装有直径 100mm 的支承垫 (商品名“DF2000”, 得自 Rodel, Newark, DE)。将与待研磨表面背对的硅晶片表面贴在用水润湿过的支承垫上。在不施加外力的情况下, 乙缩醛树脂环的表面伸出硅晶片表面之外。将工件夹持器与涂布研磨制品相接触, 以使乙缩醛树脂环收缩, 从而使硅晶片与涂布研磨制品直接接触。施以足够的力, 以使在硅晶片上产生的压力达到约 $211\text{g}/\text{cm}^2$ 。硅晶片中心的初始位置偏离涂布研磨制品中心约 50mm。涂布研磨制品以约 150rpm 的速度沿从上往下看的顺时针方向旋转。工件夹持器同样沿顺时针方向以 50rpm 的速度旋转。将 10vol% 的合成润滑剂水溶液 (“Sabrelube 9016”) 直接滴到涂布研磨制品上, 流速为约 $50\text{mL}/\text{min}$ 。玻璃盘在涂布研磨制品上径向摆动, 摆动幅度为约 25mm。摆动周期为约 15 秒钟。为了预处理涂布研磨制品, 将粗糙的玻璃盘 (R_a 约 $1-2\mu\text{m}$) 以 $281\text{g}/\text{cm}^2$ 的压力在涂布研磨制品上研磨约 5 分钟。然后, 将测试硅晶片插入工件夹持器中, 再以约 $211\text{g}/\text{cm}^2$ 的压力研磨 3 分钟。使测试硅晶片继续插入在工件夹持器中, 再以约 $211\text{g}/\text{cm}^2$ 的压力研磨 3 分钟。在每个周期前后均对测试硅晶片进行称重, 以确定所磨掉的总克数。与玻璃测试相似的是, 将磨掉的材料的质量换算成等同的 $\mu\text{m}/\text{min}$ 值。

[0053] Schiefer 测试工序

[0054] 将每个实例中的涂布研磨制品换成直径 10.2cm 的圆盘, 并用压敏粘结剂固定到泡沫衬垫上。将涂布研磨制品圆盘和衬垫组件安装到 Schiefer 测试机 (可得自 Frazier Precision Company, Gaithersburg, MD) 上, 然后用涂布研磨制品研磨得自 Seelye Plastics Inc., Bloomington, MN 的乙酸纤维素丁酸盐聚合物圆环 (10.2cm 外径 (OD) $\times$ 5.1cm 内径 (ID))。负荷为 4.5kg。测试周期为涂布研磨制品圆盘旋转 500 转或周。测试结束时, 对乙酸纤维素丁酸盐聚合物被磨去的重量和表面光洁度 (R_a 和 R_{tm}) 进行测量。 R_a (划痕的算术平均尺寸, 单位 μm) 和 R_{tm} (峰到谷的最大高度平均值, 单位 μm) 使用 MahrPerthometer 轮廓曲线仪 (得自 Mahr Federal Inc., Providence, RI) 进行测量。

[0055] 钢环测试工序

[0056] 本测试使用的 507 型 Coburn 精研机得自 Gerber Coburn Optical Inc., South Windsor, CT, 配有与磨盘相连的铝制平磨轮。将每个实例中的涂布研磨制品转换成直径 10.2cm 的圆盘, 并用压敏粘结剂构件将其固定到铝制平磨轮上。将销轴压力调节到 13.6kg, 将扫描行程设定为零, 将主轴转速设定为约 675rpm。采用 5551A 号 ILOCUT 珩磨油 (得自 Castrol Industrial, N. Aurora, IL), 滴速为 1 滴 / 秒。将尺寸为 5.28cm OD $\times$ 4.45cm ID 的钢环工件 (1026 低碳钢) 用夹具固定在适当位置。测试时间为一分钟。测试结束时, 测量钢环工件上磨掉的 1026 钢的重量和表面光洁度 (R_a 和 R_{tm})。与 Schiefer 测试相同, R_a 和 R_{tm} 采用轮廓曲线仪进行测量。

[0057] JA 测试工序

[0058] 本测试使用客户安装的伺服马达驱动精密磨床, 它具有无心磨床的特点, 用于模拟自动凸轮轴和曲轴抛光。冷却剂为 5% 的 Cimtech500 (得自 Milacron Marketing Company, Cincinnati, OH) 自来水溶液。工件为 1018 钢制圆柱环 (5.3cm OD $\times$ 4.4cm

ID×1.7cm 高)。将研磨测试样本切割成 22.9cm×1.91cm 的尺寸。将氨基甲酸酯橡胶箍插件(90 硬度测验器,肖氏硬度 A)安装到箍中(均可得自 ImpcoMachine Tools,Lansing,MI)。将冷却剂流速设定为 200mL/分钟。将工件夹到轴柄上,然后将研磨测试样本夹在箍组件和工件之间,研磨侧朝向工件。将力调节到 22.7kg,将摆动频率设定为 600rpm,振幅为 1mm,将传动轴转速设为 120rpm。对于给定的测试时间,轴在测试时间的上半时将向前旋转,下半时将向后旋转。每次测试结束时,测量磨掉的 1018 钢的重量以及钢制圆柱环工件的表面光洁度(Ra 和 Rtm)。Ra 和 Rtm 采用上述轮廓曲线仪进行测量。

[0059] 金刚石附聚物的制备

[0060] 以下实例中使用的玻璃/金刚石附聚物按照美国专利 No. 6,551,366 中规定的方法进行制备,除非另有说明,否则,对 1.5 和 0.5 μm 金刚石附聚物使用实例 7(第 22 列第 59 行到第 23 列第 26 行)中给定的工序。浆液的制备步骤如下。用带有 Cowles 刀片的空气搅拌器搅拌 15 分钟,使 17.5g 糊精(“STADDEX 230”)溶解到约 57.8g 去离子水中。接下来,在溶液中加入约 0.5g 有机硅表面活性剂(“SilwetL-7604”)。然后,再向溶液中添加约 35g 研磨玻璃粉(“SP1086”)。该玻璃粉在使用前已被研磨成约 2.5 μm 的中值粒度。然后,再将约 35g 3-6 μm 的金刚石粉(Beta Diamond Co., Yorba Linda, CA)添加到浆液中。在将以上所有组分都添加到溶液中后,继续使用空气搅拌机将浆液连续搅拌 30 分钟。使用出口温度为约 90-95°C 的喷雾烘干机将浆液以喷雾的方式干燥。喷雾烘干机出口处会收集前体附聚物磨粒。根据干燥的前体附聚物磨粒的重量,将以喷雾的方式干燥的前体附聚物磨粒与约 20wt% 的 3 μm 氧化铝(“PWA3”)混合在一起,按照美国专利 No. 6,551,366 实例 1 中所述方法在炉中加热,然后通过 90 μm 目筛网进行筛分。

[0061] 尺寸为 1.5 μm 的金刚石附聚物按照该实例 7 中的工序进行制备,但金刚石进料为 1-2 μm 金属结合金刚石(得自 GE Superabrasives, Worthington, OH),炉温为 750°C。

[0062] 尺寸为 0.5 μm 的金刚石附聚物按照该实例 7 中的工序进行制备,但金刚石进料为 500 纳米金属结合合成金刚石粉(得自 Tomei Corporation of America, Englewood Cliffs, NJ),炉温为 720°C,且前体附聚物磨粒在放入炉中加热之前不与任何氧化铝颗粒混合。

[0063] 实例 1-4

[0064] 此处使用表 1 中给定的制剂按照制备涂布研磨制品的“一般工序”进行制备。

[0065] 表 1:涂布研磨制品制剂(重量:g)

[0066]

	实例 1	实例 2	实例 3	实例 4
TMPTA	50	33	22.5	29
Epon 828	28.5	27.8	15.3	37
Mondur MR	21.5	—	—	—
PAPI 580N	—	22.2	13.6	33
Solsperse 32000	1	0.8	0.5	1

Irgacure 819	1	0.8	0.5	1
添加剂 7	0.1	0.08	0.05	0.1
OX 50	0.5	0.4		
Desmorapid DB	0.2	0.16	0.1	0.2
硅灰石	96	77	47.8	98
1.5 μm 金刚石附聚物	2.5	2.1	--	--
0.5 μm 金刚石附聚物	--	--	2.1	4.4
AA07	--	--	12.5	25

[0067] 然后按照 Strasbaugh 测试工序使用玻璃盘和硅晶片工件对研磨制品进行测试。以下表 2-4 给出了性能数据。在表 2 中,实例 1-2 在硅晶片上使用 1.5 μm 金刚石附聚物研磨样本,实例 3-4 则在硅晶片上使用 0.5 μm 金刚石附聚物研磨样本。本发明的材料展示了稳定且高速的切割的效果。

[0068] 表 2 :Strasbaugh 测试结果

[0069] 对硅晶片的切割 速度 ($\mu\text{m}/\text{min}$)

[0070]

	1.5 μm 研磨样本		0.5 μm 研磨样本	
时间 (min)	实例 1	实例 2	实例 3	实例 4
3	4.74	10.94	2.47	5.71
6	3.96	10.53	1.92	6.12
9	4.00	10.42	1.83	7.72
12	4.06	10.51	3.08	7.44
15	3.66	10.32	2.06	6.08

[0071] 表 3 :Strasbaugh 测试结果

[0072] 对硅晶片的切割 切割速度 ($\mu\text{m}/\text{min}$)

[0073]

	0.5 μm 研磨样本	
时间 (min)	实例 3	实例 4
5	0.289	0.985

10	0.286	0.685
15	0.352	0.516
20	0.300	0.567
25	0.404	0.559

[0074] 实例 5-7

[0075] 在涂布面漆涂料之前,先获取 60 μm 精滚光薄膜 (268L, 可得自 3M Company, Saint Paul, MN), 以作为这些实例的基底材料使用。实例 6-8 的面漆树脂是用 45g TMPTA、61g Epon 828、54.2g MondurMR、1.5g Irgacure 651 和 0.5g Desmorapid DB 配制的溶液。按照表 4 给定的包衣重量 (面漆重量) 涂布面漆树脂之后, 将其以 11m/min 的速度从 236 瓦特 / 厘米的紫外线灯 (得自 Fusion UV Systems Inc., Gaithersburg, MD) 下通过一次以进行硬化, 然后再使用 D 灯在 110℃ 的强制通风烘箱中烘 2 分钟。然后将所有样本以卷筒形式在 125℃ 下进行 5 小时的后硬化。然后, 对试样进行 Schiefer 测试和钢环测试, 测试结果汇总在下文表 4 中。

[0076] 表 4 :Schiefer 测试和钢环测试的结果

[0077]

		钢环测试			Schiefer 测试		
	面漆重量 (g/m^2)	切削量 (g)	Ra (μm)	Rtm (μm)	切削量 (g)	Ra (μm)	Rtm (μm)
实例 5	40	1.24	17	113	0.652	44	311
实例 6	45	1.27	17	117	0.736	46	335
实例 7	52	1.17	16	109	0.565	42	327

[0078] 实例 8-10

[0079] 在涂布面漆涂料之前,先获取 80 μm 精滚光薄膜 (373L, 可得自 3M Company), 以作为这些实例的基底材料使用。实例 8-10 的面漆树脂是用 20g TMPTA、40g Epon 828、40g Mondur MR、1g Irgacure 819 和 0.2g Desmorapid DB 配制的溶液。使用刷子将面漆涂料溶液涂布到精滚光薄膜上, 然后用软辊碾压, 使溶液分布均匀, 并除去多余的溶液。按照表 5 所示包衣重量涂布面漆树脂后, 将树脂以 11m/min 的速度从 236 瓦特 / 厘米的紫外线灯 (Fusion Systems, D 灯) 下面经过一次, 使其硬化, 然后在 110℃ 的强制风烘箱中烘 2 分钟。然后将所有样本以卷筒形式在 125℃ 下进行 5 小时的后硬化。最后, 使用 JA 测试评估这些实例的效果, 结果在表 5 中给出。

[0080] 实例 11-13

[0081] 在根据这些实例涂布面漆涂料之前,先获取与实例 8 中相同的精滚光薄膜,以作为基底材料使用。实例 11-13 中的面漆树脂是用 41gEpon 828、40g Mondur MR 和 0.2g Desmorapid DB 配制的溶液。使用刷子将面漆涂料溶液涂布到精滚光薄膜上,然后用软辊碾压,使溶液分布均匀,并除去多余的溶液。按照表 5 所示包衣重量涂布面漆树脂后,按照实例 8 的方法将树脂硬化和后硬化,并进行测试。结果列下表 5 中。

[0082] 比较实例 A(CE-A)

[0083] 使用的是市售 80 μm 精滚光薄膜 (373L, 可得自 3M Company)。

[0084] 表 5 :JA 测试结果

[0085]

	面漆重量 (g/m^2)	16 秒切 削量 (g)	16 秒 Ra (μm)	16 秒 Rtm (μm)	48 秒 切削量 (g)	48 秒 Ra (μm)	48 秒 Rtm (μm)
实例 8	80	0.1215	21	211	0.2952	20	182
实例 9	75	0.1312	20	197	0.2735	19	182
实例 10	64	0.1351	19	197	0.2900	22	211
实例 11	72	0.1349	20	203	0.2572	23	185
实例 12	64	0.1459	20	188	0.2856	23	187
实例 13	82	0.1177	21	212	0.2464	24	193
CE A	65	0.1318	18	186	0.2642	15	152

[0086] 实例 14-18

[0087] 使用 Tukon 硬度测试仪 (Tukon LR 型, 得自 Wilson Mechanical Instruments, Bridgeport, CT) 对与制作研磨制品常用的树脂相混合的各种聚恶唑烷酮进行了硬度 (100g 负荷) 测量。在玻璃显微镜载片上将每种制剂涂布厚度为 381 μm 的薄膜,然后将所得薄膜以 10m/min 的速度从 236 瓦特/厘米的紫外线灯 (Fusion D) 下经过两次,使其硬化,再/或者按表 6 所示,在设为 125 $^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘 6 小时,使其热硬化。制剂和硬度结果 (KHN 为努普硬度值) 也在表 6 中给出。

[0088] 比较实例 B 和 C(CE-B 和 CE-C)

[0089] 在 CE-B 中,面漆涂料树脂的硬度测试按照实例 14 准备,不同的是所使用的面漆树脂是 98 重量份 (pbw) ERL 4221 和 2pbwCD1010 三芳基硫六氟磷酸盐配制而成的溶液。在 CE-C 中,面漆涂料树脂的硬度测试按照实例 14 准备,不同的是所使用的面漆树脂包含 70 份 TMPTA、30 份 SR 368 和 1 份 Irgacure 819(I-819) 的溶液。

[0090] 表 6 :硬度结果

[0091]

实例	制剂	重量份	紫外线硬化	热硬化	KHN
14	PAPI580N/Epon 828/Desmorapid DB	40/50/0.5	否	是	27.5
15	PAPI 27/Epon 828/Desmorapid DB	39/50/0.5	否	是	26.3
16	Desmodur CB75N/Epon 828/Desmorapid DB	94/50/0.5	否	是	30.1
17	Desmodur HL/Epon 828/Desmorapid DB	116.5/50/0.6	否	是	28.4
18	Desmodur IL/Epon 828/Desmorapid DB	122.4/40/0.6	否	是	33.7
CE-B	ERL 4221/CD1010	98/2	是	是	19.8
CE-C	TMPTA/SR368/I-819	70/30/1	是	是	22.1

[0092] 实例 19

[0093] 将 114g Epalloy 8220、87g Mondur MR、8g Solsperse 24000、2g OX50 和 900g P120 褐色氧化铝混合，制成树脂与矿物浆液的糊剂。将矿物质搅拌至完全分散后，加入 0.5g Desmorapid DB，然后继续搅拌约两分钟。然后，将该混合物填入内径 7.62cm (3 英寸)、外径 15.24cm (6 英寸)、宽 2.54cm (1 英寸) 的轮状模具中。接着，封闭该模具，并在设为 100℃ 的烘箱中加热 75 分钟。从模具中取出轮状物，并在设为 145℃ 的烘箱中后焙烤 10 小时。

[0094] 将所得轮状物放在主轴 3 英寸 (7.62cm) 的车床上以 1750rpm 的转速进行整形和测试。整形器是用来实现该目的的常规金刚石工具。整形之后，使用轮状物清理钢部件的毛刺并进行消闪，并用来磨快剪刀和刀刃。结果显示，其切削量良好、光洁度典型，同时磨损较低，也未在任何工件上留下灼痕。

[0095] 对于本领域的技术人员而言，从以上描述中可以明显看出，可以在不脱离本发明范围和原理的前提下进行各种改进，并且应当理解，本发明不应被不当地限制在上文给出的示例性实施例。