

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2005-509724

(P2005-509724A)

(43) 公表日 平成17年4月14日(2005.4.14)

(51) Int.Cl.⁷

C09K 3/14

F I

C09K 3/14 550F

C09K 3/14 550D

テーマコード (参考)

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2003-545748 (P2003-545748)
 (86) (22) 出願日 平成14年10月30日 (2002.10.30)
 (85) 翻訳文提出日 平成16年5月17日 (2004.5.17)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2002/034795
 (87) 国際公開番号 W02003/044121
 (87) 国際公開日 平成15年5月30日 (2003.5.30)
 (31) 優先権主張番号 09/987,863
 (32) 優先日 平成13年11月16日 (2001.11.16)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 504174825
 ダイヤモンド イノベーションズ、インク
 .
 アメリカ合衆国、オハイオ州、ウォーシン
 トン、ハントリー ロード 6325
 (74) 代理人 100104411
 弁理士 矢口 太郎
 (74) 代理人 100104215
 弁理士 大森 純一
 (74) 代理人 100099656
 弁理士 山口 康明
 (72) 発明者 サアク、アアロン、ウィルバー
 アメリカ合衆国、43230 オハイオ州
 、ガハンナ、アパートメント シー、ミル
 ク ストリート 1373

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨粒子用機能性グレード・コーティングおよびガラスマトリックス複合材料における前記コーティングの使用

(57) 【要約】

【課題】

【解決手段】 ガラスボンド・マトリックスに使用するための被覆研磨粒子であって、前記粒子は1層から約50層までのコーティング層によってコーティングされる。各コーティング層の厚さは、約0.1から50ミクロンである。各層の組成は $MC_xN_yB_zO_w$ であって、ここで、MはTiか、Siか、Vか、Crか、Zrか、Nbか、Moか、Hfか、Taか、Wか、Reか、希土類金属かの1若しくはそれ以上であり、w、x、y、zは、それぞれ0から3の範囲である。最も外側のコーティング層は、研磨粒子に直接接触する層よりも少なくとも約2倍高い酸素濃度を有する。

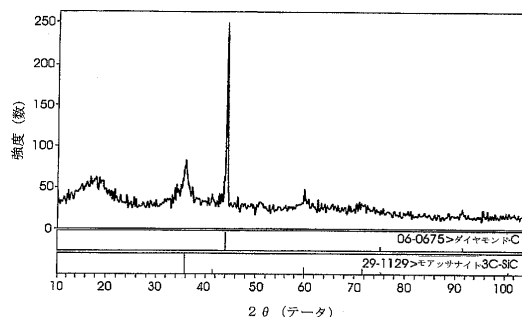


FIG. 1

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ガラスボンド・マトリックスに使用するための被覆研磨粒子であって、
1 層から約 50 層のコーティング層で被覆した研磨粒子を有し、各コーティング層の厚さは約 0.1 から 50 ミクロンであり、各層は、

$M C_x N_y B_z O_w$

の組成を有し、ここで、

M は Ti か、Si か、V か、Cr か、Zr か、Nb か、Mo か、Hf か、Ta か、W か、Re か、希土類金属かの 1 若しくはそれ以上で、

w と x と y と z は、それぞれ 0 から 3 の範囲であり、

前記最も外側のコーティング層は、研磨粒子に直接接触する層よりも少なくとも約 2 倍高い酸素濃度を有するものである。

【請求項 2】

請求項 1 の被覆研磨粒子において、最も外側のコーティング層は、研磨粒子に直接接触する層よりも少なくとも約 5 倍高い酸素濃度を有するものである。

【請求項 3】

請求項 1 の被覆研磨粒子において、前記研磨粒子に接触する前記コーティング層の w は 0 である。

【請求項 4】

請求項 1 の被覆研磨粒子において、前記研磨粒子はダイヤモンドか、立方晶窒化ホウ素 (CBN) か、炭化ケイ素かの 1 若しくはそれ以上である。

【請求項 5】

請求項 1 の被覆研磨粒子において、前記研磨粒子の粒径は約 1 ミクロンから 10 mm である。

【請求項 6】

請求項 5 の被覆研磨粒子において、前記研磨粒子は約 37 から 425 ミクロンのダイヤモンドである。

【請求項 7】

複合ガラスエレメントであって、

ガラスマトリックス内に研磨粒子が分散されたガラスマトリックスを有し、前記研磨粒子は 1 層から約 50 層のコーティング層で塗布され、各コーティング層は約 0.1 から 50 ミクロンの厚さであり、各層は、

$M C_x N_y B_z O_w$

の組成を有し、ここで、

M は Ti か、Si か、V か、Cr か、Zr か、Nb か、Mo か、Hf か、Ta か、W か、Re か、希土類金属かの 1 若しくはそれ以上で、

w と x と y と z は、それぞれ 0 から 3 の範囲であり、

前記最も外側のコーティング層は、研磨粒子に直接接触する層よりも少なくとも約 2 倍高い酸素濃度を有するものである。

【請求項 8】

請求項 7 の複合ガラスエレメントにおいて、前記研磨粒子上の最も外側のコーティング層は、研磨粒子に直接接触する層よりも少なくとも約 5 倍高い酸素濃度を有するものである。

【請求項 9】

請求項 7 の複合ガラスエレメントにおいて、前記研磨粒子に接触する前記コーティング層の w は 0 である。

【請求項 10】

請求項 7 の複合ガラスエレメントにおいて、前記研磨粒子はダイヤモンドか、立方晶窒化ホウ素 (CBN) か、炭化ケイ素かの 1 若しくはそれ以上である。

【請求項 11】

10

20

30

40

50

請求項 10 の複合ガラスエレメントにおいて、前記研磨粒子の粒径は約 1 ミクロンから 10 mm である。

【請求項 12】

請求項 11 の複合ガラスエレメントにおいて、前記研磨粒子は約 37 から 425 ミクロンのダイヤモンドである。

【請求項 13】

請求項 7 の複合ガラスエレメントにおいて、前記ガラスマトリックスは SiO_2 か、 B_2O_3 か、 Na_2O か、 CaO か、 MgO かを 1 若しくはそれ以上有するガラス形成材料である。

【請求項 14】

請求項 7 の複合ガラスエレメントにおいて、前記研磨粒子の濃度は約 25 から 200 である。

【請求項 15】

研削エレメントである請求項 7 の複合ガラスエレメント。

【請求項 16】

ガラスボンド・マトリックスに使うための被覆研磨粒子を作る方法であって、

(a) M が Ti か、Si か、V か、Cr か、Zr か、Nb か、Mo か、Hf か、Ta か、W か、Re か、希土類金属かの 1 若しくはそれ以上であり、
w と x と y と z がそれぞれ 0 から 3 の範囲である

$\text{MC}_x\text{N}_y\text{B}_z\text{O}_w$ の層を研磨粒子上に付着する工程と、

(b) 最も外側のコーティング層が、研磨粒子に直接接触する層よりも少なくとも約 2 倍高い酸素濃度を持つように、最も外側の層を酸化する工程とを有するものである。

【請求項 17】

請求項 16 の方法において、工程 (a) のコーティングを化学気相蒸着 (CVD) か、バック・セメンテーションか、炭化、窒化、ホウ化のうち 1 若しくはそれ以上を後に伴う金属付着かによって生成されるものである。

【請求項 18】

請求項 17 の方法において、化学的に結合した酸化物コーティングは工程 (b) の、空気、酸素、または酸素含有ガスにおける高温アニーリングか、ガラス状マトリックスにおける焼結か、CVD 処理か、ゾル-ゲル技術か、酸素含有溶解塩での融解処理かによる、炭化物/窒化物/ホウ化物でコーティングした前記の研磨粒子と酸素の反応によって生成されるものである。

【請求項 19】

請求項 17 の方法において、前記ガラスマトリックスは SiO_2 か、 B_2O_3 か、 Na_2O か、 CaO か、 MgO かを 1 若しくはそれ以上有するガラス形成材料である。

【請求項 20】

請求項 16 の方法において、最も外側のコーティング層は、研磨粒子に直接接触する層よりも少なくとも約 5 倍高い酸素濃度を有するものである。

【請求項 21】

請求項 16 の方法において、前記研磨粒子に接触する前記コーティング層の w は 0 である。

【請求項 22】

請求項 16 の方法において、前記研磨粒子はダイヤモンドか、立方晶窒化ホウ素 (CBN) か、炭化ケイ素かを 1 若しくはそれ以上である。

【請求項 23】

請求項 22 の方法において、前記研磨粒子の粒径は約 1 ミクロンから 10 mm である。

【請求項 24】

請求項 23 の被覆研磨粒子において、前記研磨粒子は約 37 から 425 ミクロンのダイヤモンドである。

【請求項 25】

10

20

30

40

50

ガラスボンド・マトリックスに使うための被覆研磨粒子を作る方法であって、少なくとも2層の $MC_xN_yB_zO_w$ を研磨粒子に付着させる過程を有し、ここで、

MはTiか、Siか、Vか、Crか、Zrか、Nbか、Moか、Hfか、Taか、Wか、Reか、希土類金属かの1若しくはそれ以上であり、

wとxとyとzは、それぞれ0から3の範囲であり、

前記最も外側のコーティング層は、研磨粒子に直接接触する層よりも少なくとも約2倍高い酸素濃度を有するものである。

【請求項26】

請求項25の方法において、前記層は化学気相蒸着(CVD)またはパック・セメンテーションのうち1若しくはそれ以上の方法によって生成され、前記方法において最も外側の層を生成中に酸素濃度を上昇させるものである。 10

【請求項27】

請求項25の方法において、最も外側のコーティング層は、研磨粒子に直接接触する層よりも少なくとも約5倍高い酸素濃度を有するものである。

【請求項28】

請求項25の方法において、前記研磨粒子と接触するコーティング層のwは0である。

【請求項29】

請求項25の方法において、前記研磨粒子はダイヤモンドか、立方晶窒化ホウ素(CBN)か、炭化ケイ素かの1若しくはそれ以上である。 20

【請求項30】

請求項29の方法において、前記研磨粒子の粒径は約1ミクロンから10mmである。

【請求項31】

請求項29の被覆研磨粒子において、前記研磨粒子は約37から425ミクロンのダイヤモンドである。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、金属被覆スーパーアブレイシブ粒子または砂粒を含むガラスボンド研削エレメントに関するものであり、具体的には、ガラスボンド・マトリックスによって被覆粒子の湿潤(ウェットिंग)を改善するための機能性グレード・コーティングの使用に関するものである。 30

【背景技術】

【0002】

これまで、研削エレメントとして用いるダイヤモンド、CBN、炭化ケイ素に、難溶性金属酸化物(チタニア、ジルコニア、アルミナ、シリカ)をコーティングすることが提案されている(米国特許第4,951,427号および5,104,422号参照)。これらのコーティング加工では、研磨粒子表面に元素金属(Ti, Zr, Al)を付着させ、次に前記金属を酸化物に変えるために、前記サンプルを適切な温度で酸化させる。残念ながら、酸化層本来のもろさと、酸化物と研磨粒子の熱膨張係数の不一致によって生じる残留応力とが原因となり、これらのコーティングに亀裂が生じることがしばしばである。実際には、コーティングと研磨粒子の間の接触面が弱い場合は、研削中にこれらの研磨粒子がマトリックスから離脱してしまう。 40

【0003】

ボンド内の結晶の保持は、研削ホイールの耐用期間を決定する重要な要因である。研削中のガラスボンドからの被覆結晶の離脱は、研削ホイールの主な不良形態の1つである。被覆研磨結晶を取り扱う場合に考慮すべき結合線は2つある。第1の結合線はダイヤモンド/コーティング結合線であり、第2の結合線はコーティング/マトリックス結合線である。いずれの結合の欠陥においても、被覆結晶の離脱と、被覆結晶を含む研削エレメントの寿命の短縮という結果につながる。ゆえに、本技術分野において、ガラスボンド中によ 50

り長く保持される被覆研磨結晶技術の必要性が存在している。

【発明の開示】

【課題を解決するための手段】

【0004】

ガラスボンド・マトリックス中の金属酸化物被覆スーパーアブレイシブ粒子の保持は、このガラスボンド・マトリックスに機能性グレード被覆研磨粒子を組み込むことによって向上する。この目的において、ダイヤモンド、立方晶窒化ホウ素、炭化ケイ素などの研磨粒子が有用である。前記の新規機能性グレード被覆研磨粒子は、金属炭化物、窒化物、および/またはホウ化物を原料とする、外側の酸化相コーティング層を有し、前記化合物は内側のコーティング層を生成する。前記コーティングは前記マトリックス中の研磨粒子の接着力を向上させ、工具の製造および処理中に薬品から保護する働きを持つ。

【0005】

ゆえに本発明は、ガラスボンド・マトリックスに用いる被覆研磨粒子を目的とする。前記粒子は、1層から約50層のコーティング層によってコーティングされる。各コーティング層の厚さは、約0.1から50ミクロンである。各層の組成は $MC_xN_yB_zO_w$ であり、この組成においてMはTiか、Siか、Vか、Crか、Zrか、Nbか、Moか、Hfか、Taか、Wか、Reか、希土類金属かの1若しくはそれ以上であり、w、x、y、zは、それぞれ0から3の範囲である。最も外側のコーティング層は、研磨粒子に直接接触する層よりも少なくとも約2倍高い酸素濃度を有する。

【0006】

前記コーティング層は、 $MC_xN_yB_zO_w$ の組成を持つコーティングを、1層から約50層までの範囲で付着させることによって生成することができる。前記研磨粒子と直接接触するコーティング層で少なくとも約2倍の酸素を有す最も外側の層は、炭化物/窒化物/ホウ化物でコーティングした前記の研磨粒子と酸素の反応によって生成される。

【0007】

次に、前記機能性グレード被覆研磨粒子をマトリックス材料に組み込み、ガラスボンド研削エレメントを生成することができる。マトリックス材料として、ガラスボンド材料の、 SiO_2 、 B_2O_3 、 Na_2O 、 CaO 、 MgO 、あるいはその他類似のガラス形成材料が挙げられる。本技術分野に一般的な従来の処理方法を用いて前記ガラスボンド研削エレメントを作る。そのような研削エレメントを用いることによって、研削性能が向上する。

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

ダイヤモンド粒子は天然でも合成のものでもよい。研削作業において最もよく使われるのは合成ダイヤモンドである。合成ダイヤモンドは、本技術分野でよく知られた高圧/高温(HP/HT)処理によって作ることができる。前記ダイヤモンドの粒径は、ガラスボンド研削エレメントに通常使われるサイズである。一般に、前記ダイヤモンドの砂粒は粒径にして約1ミクロンから約10mmの範囲が可能であり、約10ミクロンから1000ミクロンが有利であり、約37ミクロン(400メッシュ)から425ミクロン(40メッシュ)が好ましい。従来の研削技術に従って、狭い粒径分布が好ましい。本発明の原則に従って、立方晶窒化ホウ素(CBN)をコーティングすることができるが、SiCまたはその他の研磨粒子で特に前記ガラスボンド・マトリックスによって濡れない研磨粒子、をコーティングしてもよい。

【0009】

前記研磨粒子を、 $MC_xN_yB_zO_w$ の組成を持つ材料で少なくとも1層コーティングする。前記組成においてMはTiか、Siか、Vか、Crか、Zrか、Nbか、Moか、Hfか、Taか、Wか、Reか、希土類金属かの1若しくはそれ以上であり、w、x、y、zは、それぞれ0から3の範囲である。各層の厚さは、約0.1から50ミクロンである。最も外側のコーティング層は、研磨粒子に直接接触する層よりも少なくとも約2倍、好ましくは少なくとも約5倍高い酸素濃度を有する。

10

20

30

40

50

【0010】

前記機能性グレード研磨粒子を生成する第1の段階において、 $MC_xN_yB_z$ である材料の層を、化学気相蒸着(CVD)か、パック・セメンテーションか、炭化、窒化、ホウ化を後に伴う金属付着か、本技術分野で行なわれているその他の方法か、あるいはそのような方法の組み合わせによって付着させる。各層の厚さは約0.1から約50 μ であり、層の数は1から約50である。単一層は、特に比較的厚いものであれば、その外側の表面を酸化させ、本発明の原則に従った機能性グレード研磨粒子を作ることができる。

【0011】

次に、化学的に結合した酸化コーティングを、空気、酸素、または酸素含有ガスにおける高温アニーリングか、ガラス状マトリックスにおける焼結か、CVD処理か、ゾル-ゲル技術か、アルカリ硝酸塩、アルカリ水酸化物、またはアルカリ炭化物の少なくとも1つのような酸素含有溶解塩での融解処理か、あるいは金属炭化物/窒化物/ホウ化物の酸化のための方法として本技術分野で実際に使われているその他の方法によって、炭化物/窒化物/ホウ化物被覆した研磨粒子と酸素を反応させることによって生成される。前記ガラスボンド自体がガラスマトリックスを生成することにより、最も外側の酸化物層の生成および前記ガラスマトリックス複合材料の焼結が、1つの加工段階の中で起きるようにすることができる。そのようにして生成された酸化物層の組成は $MC_xN_yB_zO_w$ であり、前記組成においてMは最も外側の層にある金属または合金であり、x、y、z、wは0から3の範囲である。

【0012】

また別の実施形態においては、 $MC_xN_yB_z$ 層の最も外側の部分を酸化させるのではなく、酸化物の豊富な前記の表面層を直接付着させる。酸化物の豊富な前記表面層は、CVD、パック・セメンテーション、あるいは本技術分野で実際に使われているその他の方法によって付着することができる。そのようにして生成した酸化物層の組成は $MC_xN_yB_zO_w$ であり、前記Mは最も外側の層にある金属または合金であり、x、y、z、wは0から3の範囲である。

【0013】

次に、前記の新規機能性グレード研磨粒子をガラスマトリックス複合材料と混合させることができる。次に、前記ガラスボンド技術において一般的な手順に従って、前記混合物を焼結またはホットプレスすることができる。例えばガラスボンド研削ホイールの場合には、前記機能性グレード研磨粒子を SiO_2 、 B_2O_3 、 Na_2O 、 CaO 、 MgO 、あるいはその他類似のガラス形成材料と混合し、ホットプレスする。機能的にコーティングされたダイヤモンドの濃度およびそのようなホイールの製作は、本技術において従来がよく知られたものである。広くは、そのような濃度は約25から200の範囲であり(従来、本技術において濃度100は4.4カラット/ cm^3 であり、1カラットは0.2gに等しく、前記ダイヤモンド・グレイン濃度はその単位毎カラット体積濃度と直線的な関係にある)。好ましくは、ダイヤモンド砂粒の濃度の範囲は約50~100である。前記機能性グレード研磨粒子を用いて生産した研削エレメント(例えばホイール)は、様々な金属、セラミック、関係複合材料の研削に有用である。

【0014】

好ましい実施形態を参考にして本発明を説明してきたが、本技術分野に精通する者であれば、本発明の範囲から逸脱することなく、様々な変更の実施が可能であり、前述のエレメントに代わる同等品の使用が可能であることを理解するであろう。さらに、本発明の本質的な範囲から逸脱せず、特定の状況または材料を採用するために、本発明の開示に多くの変更を行なうことができる。ゆえに、本発明は、本発明を実行するための最良の形態として開示される具体的な実施形態に限定されることはなく、添付の請求項の範囲に含まれるすべての実施形態を含むものと意図される。特に明示がない限り、この用途において、すべての単位はメートル法によるものであり、すべての量とパーセンテージは重量によるものである。また、本明細書に参照されている全ての引用は、参照によって本明細書に明示的に組み込まれている。

10

20

30

40

50

【実施例 1】

【0015】

CVD 処理を用い、SiC でダイヤモンド粒子 (500 / 425 μ または 35 / 40 μ シュ) に平均約 2.7 重量パーセントのコーティングを塗布する。前記コーティングの X 線回折解析を行なった。前期 X 線回折結果を示す図 1 で明らかにされているように、前記コーティングが SiC であることが確認された。

【0016】

熱重量分析 (TGA) により、前記被覆ダイヤモンドの酸化性状を確認した。TGA ファーネスの温度は静的空気において 1 分間に 10 の割合で 25 から 1100 まで上昇した。TGA で測定した前記粒子の重量増は、980 未満の温度でコーティングの最も外側の部分に酸化物層が作られることを示した。これらの結果は、温度の関数として重量パーセントを描いた図 2 に示されている。熱処理に続き、前記サンプルの X 線解析も行なった。これらの結果を図 3 に示してある。2 (テータ) の低角側にある (ピーク 10) 幅広い無定形ピークの強度の高まりは、前記コーティングの最も外側の部分における SiC_xO_w 層の形成を示唆するものである。SiC ピークの継続 (ピーク 12 および 14) は、前記コーティングの酸化が完了していないことを示している。前記 SiC コーティングの最も外側の表面から内側に向かって酸化が進むので、これらの結果は、外側の表面が、前記ダイヤモンド / SiC 表面に比べ、はるかに高い酸化物濃度を持つ機能性グレード・コーティングの合成であることを示している。

【0017】

コーティングされていないダイヤモンド結晶を空气中で約 700 以上に熱すると、エッチングおよび黒鉛化によって表面に激しい損傷を与えられ、大幅な重量損失につながる。この例で用いたダイヤモンド結晶にはオキシカーバイドの保護コーティングがあるため、約 980 までの加熱の間に観察できる損傷は見られなかった。コーティングされていないダイヤモンド結晶 (ライン 18) と、前記コーティング (ライン 16) の保護性を比較するために、静的空気における温度の関数としての重量変化のグラフ (重量%) を図 4 に示す。

【実施例 2】

【0018】

前記の新規機能性グレード被覆ダイヤモンド粒子の適用性を示すために、ダイヤモンド結晶およびホウケイ酸ガラスをそれぞれ、無被覆のものと SiC_xO_w 被覆したものとを用意し、ガラスエレメントを製作した。無被覆および SiC 被覆ダイヤモンド結晶およびガラスをグラファイト型に入れ、標準実験室箱型ファーネスを使い静的空気中で加熱した。ファーネスの温度を、2 時間以上かけて常温から 850 まで上昇させた。図 3 が示すように、加熱中に、外側にあるオキシカーバイドの層が、初めに SiC 被覆したダイヤモンド粒子の表面に形成される。ファーネスを 1 時間 850 で保った後、約 4 時間冷ました。次に、温度が 50 未満になってから前記サンプルをファーネスから取り出した。

【0019】

この加熱処理の後、ガラスエレメントを破壊し、破断面を走査電子顕微鏡 (SEM) で調べることによってダイヤモンドとガラスの接触面を分析した。図 5 および 6 は、ガラスマトリックスが無被覆結晶を湿潤しなかったことを示している。さらに、ダイヤモンド結晶表面は滑らかでガラスの残留がなかった。これに対し、図 7 および 8 が示すように、ガラスマトリックスは SiC_xO_w 被覆したダイヤモンド結晶を湿潤した。SiC_xO_w 被覆したダイヤモンド結晶とガラスマトリックスの間には、継続的な接触面が存在する。

【図面の簡単な説明】

【0020】

【図 1】図 1 は、例 1 の SiC 被覆ダイヤモンド研磨粒子の X 線回折解析を示す。

【図 2】図 2 は、例 1 の酸化 SiC 被覆ダイヤモンド研磨粒子の熱重量分析 (TGA) 結果を示す。

【図 3】図 3 は、外側の酸化層を有する例 1 の SiC 被覆ダイヤモンド研磨粒子の X 線回

10

20

30

40

50

折解析を示す。

【図4】図4は、コーティングされていないダイヤモンド結晶と比較した例1の機能性グレートSiC被覆ダイヤモンド研磨粒子の熱重量分析(TGA)結果を示す。

【図5】図5および図6は、コーティングされていないダイヤモンド結晶をホウケイ酸ガラスと混合して作ったガラスエレメントを、走査電子顕微鏡(SEM)で写した顕微鏡写真である(図5は62倍、図6は110倍)。

【図6】図5および図6は、コーティングされていないダイヤモンド結晶をホウケイ酸ガラスと混合して作ったガラスエレメントを、走査電子顕微鏡(SEM)で写した顕微鏡写真である(図5は62倍、図6は110倍)。

【図7】図7および図8は、 SiC_xO_w 被覆したダイヤモンド結晶をホウケイ酸ガラスと混合して作ったガラスエレメントを、走査電子顕微鏡(SEM)で写した顕微鏡写真である(図7は78倍、図9は101倍)。

【図8】図7および図8は、 SiC_xO_w 被覆したダイヤモンド結晶をホウケイ酸ガラスと混合して作ったガラスエレメントを、走査電子顕微鏡(SEM)で写した顕微鏡写真である(図7は78倍、図9は101倍)。

10

【図1】

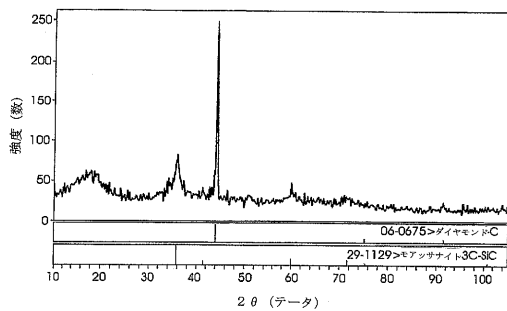


FIG. 1

【図2】

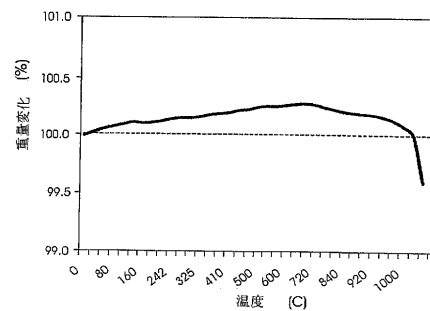
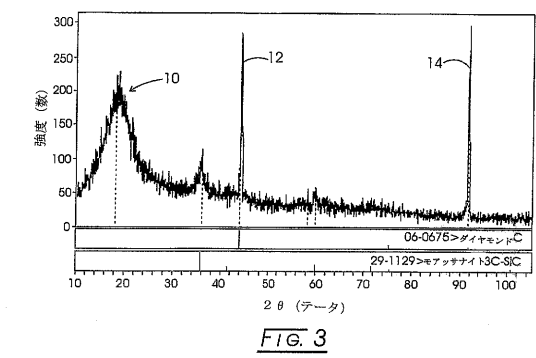
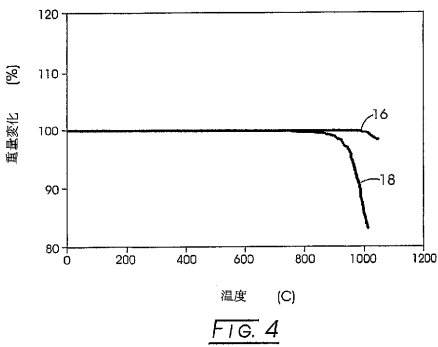


FIG. 2

【 図 3 】



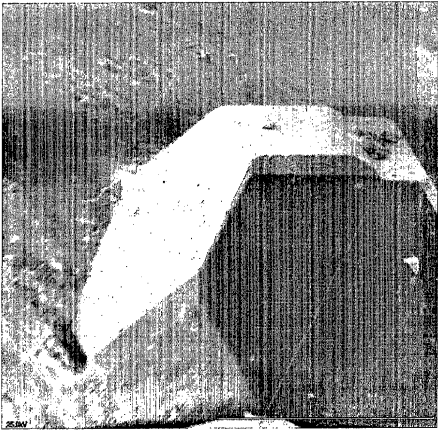
【 図 4 】



【 図 5 】



【 図 6 】



【図 7】



FIG. 7

【図 8】

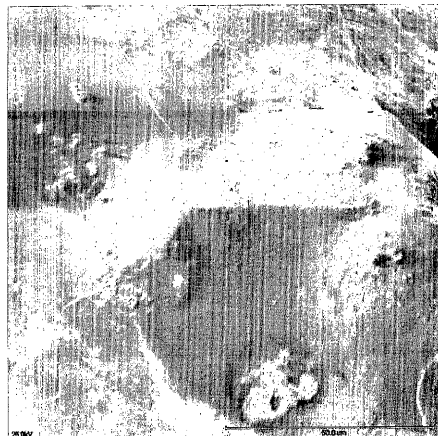


FIG. 8

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

		internati Application No PCT/US 02/34795
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 C09K3/14 B24D3/14 B24D3/06		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 C09K B24D		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, PAJ		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	US 5 104 422 A (ST PIERRE PHILIPPE D) 14 April 1992 (1992-04-14) column 2, line 64-68; claims 1-13 column 3, line 9-12 column 3, line 39-50; examples 1,2	1,2,4,7, 8,10 3,5,6,9, 11-31
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 199, no. 609, 31 August 1995 (1995-08-31) & JP 07 108461 A (MITSUBISHI MATERIALS CORP.), 25 April 1995 (1995-04-25) abstract	1,2,7,8
A	abstract	3-6,9-31
X	EP 0 400 322 A (GEN ELECTRIC) 5 December 1990 (1990-12-05) column 3, line 23-35; claims 1-51	1,7
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.		
* Special categories of cited documents : *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance *E* earlier document but published on or after the international filing date *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) *C* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art *&* document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 18 February 2003		Date of mailing of the international search report 26/02/2003
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Wengeler, H

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internat	Application No
PCT/US	02/34795

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5104422	A	14-04-1992	US 4951427 A	28-08-1990
			AT 117013 T	15-01-1995
			CA 2013350 A1	30-11-1990
			DE 69015880 D1	23-02-1995
			DE 69015880 T2	22-06-1995
			EP 0400322 A1	05-12-1990
			JP 2843111 B2	06-01-1999
			JP 3095288 A	19-04-1991
			KR 179982 B1	01-04-1999
<hr/>				
JP 07108461	A	25-04-1995	NONE	
<hr/>				
EP 0400322	A	05-12-1990	US 4951427 A	28-08-1990
			AT 117013 T	15-01-1995
			CA 2013350 A1	30-11-1990
			DE 69015880 D1	23-02-1995
			DE 69015880 T2	22-06-1995
			EP 0400322 A1	05-12-1990
			JP 2843111 B2	06-01-1999
			JP 3095288 A	19-04-1991
			KR 179982 B1	01-04-1999
			US 5104422 A	14-04-1992
<hr/>				

フロントページの続き

(81)指定国 AP(GH,GM,KE,LS,MW,MZ,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT, BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,IE,IT,LU,MC,NL,PT,SE,SK,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW, ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC,EE,ES, FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KP,KR,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX,MZ,N O,NZ,OM,PH,PL,PT,RO,RU,SD,SE,SG,SI,SK,SL,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,UZ,VN,YU,ZA,ZM,ZW

(72)発明者 デエベリン、マーク、フィリップ

アメリカ合衆国、1 2 3 0 9 ニューヨーク州、ニスカユナ、パインヘイブン ドライブ 2 2 9
5

(72)発明者 キム、チュング、エス.

アメリカ合衆国、4 3 2 3 5 オハイオ州、コロンブス、アパートメント ナンバービー、ターン
ストーン ロード 2 8 1

(72)発明者 ジーマン、マイケル、エイチ.

アメリカ合衆国、4 3 0 8 1 オハイオ州、ウェスタービル、ウォーシントン パーク ブールバ
ード 1 4 6 3

(72)発明者 ウェップ、スティーブン、ウィリアム

アメリカ合衆国、4 3 0 8 5 オハイオ州、ウォーシントン、ウェイドン ロード 2 5 3