

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
B24D 3/34 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 03805099.4

[45] 授权公告日 2008 年 11 月 26 日

[11] 授权公告号 CN 100436062C

[22] 申请日 2003.1.21 [21] 申请号 03805099.4

[30] 优先权

[32] 2002. 3. 5 [33] US [31] 10/091,080

[86] 国际申请 PCT/US2003/001767 2003. 1. 21

[87] 国际公布 WO2003/076136 英 2003. 9. 18

[85] 进入国家阶段日期 2004. 9. 2

[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 W·J·亨特 P·E·坎达尔

G·D·达尔基

[56] 参考文献

WO0108848A1 2001. 2. 8

US4867757A 1989. 9. 19

US5814113A 1998. 9. 29

CN1162283A 1997. 10. 15

审查员 强丽慧

[74] 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公司

代理人 周承泽

权利要求书 1 页 说明书 17 页

[54] 发明名称

涂覆金刚石磨具用的浆液

[57] 摘要

本发明涉及一种磨具和制造该磨具的方法。该磨具上的磨料涂层包含至少 20 重量%的一种超级磨粒。该磨料涂层来自于一种磨料浆液。该磨料浆液可以包含一种具有 AV 的分散剂，其中 $AV = 1000 \times [(\text{胺值}) / (Mw)]$ 。该分散剂是一种分子量 (Mw) 大于 500 克/摩尔而且 AV 大于 4.5 的聚合物，一种分子量 (Mw) 大于 10000 克/摩尔和 AV 大于 1.0 的聚合物，或一种分子量 (Mw) 大于 100000 克/摩尔而且 AV 大于 0 的聚合物。

1. 一种磨具，包括：
一个具有一个主表面的背衬；
一层位于该背衬主表面上的磨料涂层，它包含至少 20 重量%的一种超级磨粒，
该磨料涂层来自于一种磨料浆液，该磨料浆液包含：
超级磨粒；
一种连续相；和
一种分散剂，它是一种分子量 M_w 大于 500 并且 AV 大于 4.5 的聚合物；
所述 $AV=1000 \times [(\text{胺值})/(\text{分子量})]$ 。
2. 如权利要求 1 所述磨具，其特征在于该磨料涂层来自于一种含有一种分散剂的磨料浆液，该分散剂是一种分子量 M_w 在 3000 和 4000 之间和 AV 在 5 和 7.5 之间的聚合物。
3. 如权利要求 1 所述磨具，其特征在于该磨料涂层来自于一种含有一种分散剂的磨料浆液，该分散剂是一种分子量 M_w 在 8000 和 9000 之间和 AV 在 12 和 13 之间的聚合物。
4. 如权利要求 1 所述磨具，其特征在于该磨料涂层包含至少 30 重量%的一种超级磨粒。
5. 如权利要求 1 所述磨具，其特征在于该磨料涂层是一种粘合剂。
6. 如权利要求 1 所述磨具，其特征在于该超级磨粒是金刚石。
7. 如权利要求 1 所述磨具，其特征在于该分散剂包含一种分子量 M_w 大于 10000 的聚合物。
8. 如权利要求 1 所述磨具，其特征在于该磨料涂层来自于一种含有一种分散剂的磨料浆液，该分散剂是一种分子量 M_w 大于 150000 的聚合物。
9. 一种制造磨具的方法，包括
将含有超级磨粒，一种连续相和一种分散剂的磨料浆液涂覆在一个背衬上，
该分散剂中是一种平均分子量 M_w 大于 500 和 AV 大于 4.5 的聚合物，所述 $AV=1000 \times [(\text{胺值})/(\text{分子量})]$ ，该超级磨粒占该浆液中所有固体干重的至少 20%；
固化该磨料浆液。

涂覆金刚石磨具用的浆液

技术领域

本发明涉及新颖的涂覆磨具，特别涉及一种盘状，片状或卷状的磨具。

背景技术

用磨具上的颗粒磨料加工工件表面，直到该表面具有极细且控制良好的光洁度。总的来说，最好能在保持高度粒度控制的同时，获得非常平滑的表面光洁度，使制得的产品符合非常精确的光洁度和粒度标准。将表面从其初始状态研磨至最终的光洁度是一种渐进的操作，包括使用一系列包含从开始较粗糙的磨粒到最后更细粒度磨粒的磨具。研磨结果取决于多种因素，例如所用磨料的特性，磨具被按压在工件上的压力，该磨粒接触工件时磨具保持的运动方式和其他因素。

磨具是通过在一个背衬上涂覆磨料浆液，然后干燥和/或固化该浆液而制造的。通常，该磨料浆液中的金刚石磨料的形式是一种非连续相，而一种液体例如一种有机溶剂或粘合剂前体形成连续相。金刚石因为其硬度大而被用作磨具中的磨粒。

用浆液进行涂覆时，金刚石和/或其他超级磨粒受到重力而从连续相中沉淀出来。沉淀速度取决于多种因素，包括该超级磨粒的粒度和密度，该连续相的粘度，特别是该超级磨粒的聚集状态。最好有大部分超级磨粒分散至其初级粒度并在长时间内保持粒度分布。另外，聚集作用会导致最终磨具有更大的磨粒粒度，从而刮擦工件的表面。

本发明通过在浆液中使用一类聚合物分散剂，帮助微米和亚微米级超级磨粒在有机溶剂体系中的分散，解决上述问题。在本发明的浆液中，磨粒作为一个颗粒分散在连续相中，不会发生再次聚集。另外，因为相对这些颗粒的聚集物而言，重力对单个颗粒的影响有所减轻，就能防止磨粒从连续相中沉淀出来。

发明内容

本发明涉及一种磨具和制造该磨具的方法。该磨具包括一个具有一个主表面的背衬，而且该背衬主表面上的一个磨料涂层中包含至少 20 重量%的一种超级磨粒。该磨料涂层来自于一种磨料浆液，该磨料浆液含有超级磨粒，一个连续相和一种分散剂，该分散剂是一种分子量 (Mw) 大于 500 克/摩尔而且 AV 大于 4.5 的聚合物，其中 $AV=1000 \times [(\text{胺值}) / (Mw)]$ 。

在另一个实施方式中，该磨具涂层来自于一种磨料浆液，该磨料浆液含有超级磨粒，一个连续相和一种分散剂，该分散剂是一种分子量 (Mw) 大于 10000 克/摩尔而且 AV 大于 1.0 的聚合物。

在另一个实施方式中，该磨具涂层来自于一种磨料浆液，该磨料浆液含有超级磨粒，一个连续相，和一种分散剂，该分散剂是一种分子量 (Mw) 大于 100000 克/摩尔而且 AV 大于 0 的聚合物。

具体实施方式

定义

“分子量 (Mw)”表示如以下分子量测定部分中所述，利用带 Varex II ELSD 检测器的凝胶渗透色谱所测得的以克/摩尔为单位的重均分子量。

“胺值”表示根据 ASTM 标准测试 D2073-92 测量的一种聚合物的以毫克 KOH/克为单位的总胺值，或者测量后再修正为 1 克活性聚合物的值。

“结合团”表示与磨粒结合的位于分散剂上的官能团。

“粘合剂”表示将磨粒粘合于背衬的组合物。

“粘合剂前体”表示存在于浆液中的粘合剂组分。

“连续相”表示用于分散超级磨粒的溶剂，粘合剂前体，或上述两者。

本发明包括一种分散液体，其中包含呈非连续相的磨粒和在连续相中混合的一种分散剂。该分散液可以通过本领域已知的任何机械搅拌方法，例如，摇动，混合，高剪切混合，冲击研磨，介质研磨，或超声处理而形成。

磨粒

用于本发明的磨粒是超级磨粒。总的来说，每个超级磨粒的粒度通常小于大约 2 微米，例如小于 1 微米。在有些实施方式中，粒度大于 0.1 微米，例如超过大约 0.15 微米。适用磨粒的具体例子具有超过 0.2 微米的粒度，例

如超过大约 0.4 微米。超级磨粒的例子包括立方氮化硼和金刚石颗粒。这些超级磨粒可以是天然的(例如,天然金刚石)或是合成的(例如,立方氮化硼和人造金刚石)产品。超级磨粒可以是块状或针状的。超级磨粒通常不经表面涂敷。本发明的磨具可以使用超级磨粒和常规磨粒(例如氧化铝,碳化硅,氧化铈,和氧化硅)的混合料。

分散剂

用于本发明的分散剂是一类聚合物分散剂,包括一种带阳离子结合团的高分子量聚合物。高分子量通常表示分子量(Mw)超过 500,时常超过 1000。在有些实施方式中,分子量(Mw)超过 10000,而且在其他一些实施方式中,分子量(Mw)超过 150000。结合团通常包括仲,叔或季胺。分散剂还可以具有其他官能团,例如酸基(如羧酸基,硫酸根,磷酸根),硅氧烷,和碳氟化合物,其中有些官能团上还可以具有一个结合官能度。该聚合物可以是一种烃,聚丙烯酸,聚甲基丙烯酸,聚聚氨酯,聚酯,聚醚,聚亚胺,及它们的共聚物。在某些实施方式中,一种适用的分散剂是胺值大于 10 的一种聚合物。

适用分散剂是根据胺值和分子量之间的关系而选择的。其关系可以用以下等式定义:

$$AV=1000 \times [(胺值)/(Mw)]$$

适用分散剂对全部大于 500 的分子量,特别是对于大于 1000 的 Mw,具有超过 4.5 的 AV。分散剂的具体例子包括分子量(Mw)在大约 3000 和大约 4000 之间,而且 AV 在大约 5 和大约 7.5 之间的分散剂,分子量(Mw)在大约 8000 和大约 9000 之间,而且 AV 在大约 12 和大约 13 之间的分散剂。

其他适用分散剂对全部大于 10000 的 Mw 具有超过 1 的 AV。其他适用分散剂还包括 AV 超过 0,而且 Mw 大于 100000,特别是 Mw 大于 150000 的分散剂。

适用分散剂通常能使磨粒分散至合适的粒度分布,而且当其通过上述搅拌进行恰当分散后,能明显延迟超级磨粒从溶液中沉淀出来。

适用分散剂的例子包括从 EFKA Additives USA, Inc., Stow, OH 购得的商品名为 EFKA 4400 和 EFKA 4046 的产品;和从 Avecia Pigments and Additives, Charlotte, N. C. 购得的 SOLSPERSE 24000 SC 和 SOLSPERSE 32000。

连续相

分散液是在一种连续相中形成的。该连续相可以是反应活性(例如一种可固化物质)或挥发性的(即,一种干燥溶剂)。在有些实施方式中,该连续相是一种反应活性和一种挥发性物质的混合物。连续相通常包含一种能转变成磨具粘合剂的粘合剂前体。连续相通常是有机液体。

溶剂

在某些实施方式中,该连续相就是溶剂,例如是一种挥发性溶剂。该溶剂可以是质子性的,例如是醇,乙二醇醚,乳酸酯和乙二醇醚乙酸酯,或是质子惰性的。在有些实施方式中,溶剂是一种基本质子惰性的挥发性溶剂,例如是烃,酮,醚,碳氟化合物,氢氟醚和乙酸酯。在本发明的有些实施方式中,该挥发性溶剂是甲基乙基酮。

粘合剂前体

在某些实施方式中,一种粘合剂前体,反应活性或非活性的,是分散液的连续相。例如,可以将一种反应活性的粘合剂前体加入含有挥发性溶剂的分散液中,从而形成涂覆磨具。可用于本发明的粘合剂前体选自常用于粘合剂领域的物质,应使氢键,范德华力,和类似作用力不会影响分散剂的有利之处。对粘合剂前体的选择应该使其具有磨具目标用途所需要的理想性质。非反应活性粘合剂前体是只需要干燥,而不需要进一步反应从而固化的物质。例如,一些聚酯树脂,丙烯酸类树脂和纤维素树脂就不需要另行反应固化。

一类粘合剂是由反应固化粘合剂前体形成的。这些粘合剂包括热固性粘合剂,交联粘合剂,和通过加成(链反应)聚合反应能固化的粘合剂。在制造磨具时,可以将该浆液暴露于一种能量源中,帮助引发粘合剂前体的聚合反应或固化过程,形成粘合剂。能量源的例子包括热能和辐射能(例如电子束,紫外光,和可见光辐射)。

能被加成聚合反应固化的粘合剂前体通常需要一种自由基或离子引发剂。可以向粘合剂前体中加入光引发剂或热引发剂而生成自由基或离子。在仅使用一种光引发剂时,在其被暴露于紫外辐射或可见光这样的光化辐射中时,该光引发剂能产生一种自由基或一种离子。在使用一种热引发剂时,热量会产生自由基或离子。该自由基或离子会引发粘合剂前体的聚合反应。能

在暴露于辐射或热量时产生自由基的适用引发剂例子，包括有机过氧化物，偶氮化合物，醌，二苯酮，亚硝基化合物，丙烯酰基卤化物，脲，巯基化合物，吡喃鎓化合物，三丙烯酰基咪唑，二咪唑，氯烷基三嗪，苯偶姻醚，苯偶酰缩酮，噻吨酮，苯乙酮衍生物，以及它们的混合物。

可被加成(链反应)聚合反应固化的典型粘合剂前体例子包括：聚合物，低聚物，和乙烯基不饱和的单体，例如苯乙烯，二乙烯基苯，乙烯基甲苯，和具有 α ， β 不饱和羰基侧基的氨基塑料树脂等(包括每分子或低聚物中至少具有1.1个 α ， β 不饱和羰基侧基的那些物质，如美国专利4903440中所述)；丙烯酸酯树脂，例如具有至少一个丙烯酸酯侧基的异氰酸酯树脂(例如三(羟乙基)异氰酸酯的三丙烯酸酯)，丙烯酸酯聚氨酯树脂，丙烯酸酯环氧树脂，和具有至少一个丙烯酸酯侧基的异氰酸酯衍生物。还可以使用上述粘合剂前体的混合物。术语“丙烯酸酯”是指包括单丙烯酸酯，单甲基丙烯酸酯，多丙烯酸酯和多甲基丙烯酸酯单体，低聚物和聚合物。如果溶解于合适溶剂中，则可以使用在室温下是固体的粘合剂前体。

非辐射固化的聚氨酯树脂，聚酯树脂，环氧树脂和聚合异氰酸酯也可以作为本发明浆液中的粘合剂前体。适用的聚氨酯树脂包括短链活性氢官能单体(例如，三羟甲基丙烷单烯丙基醚，乙醇胺等)，或长链活性氢官能预聚物(例如，羟基端基的聚丁二烯，聚酯树脂)，或这两者与一种聚异氰酸酯的反应产物；和一种可用的交联引发剂。可以使用聚氨酯催化剂，虽然并非必须，如美国专利4202957中所述。

环氧树脂具有一个环氧乙烷环，能通过开环发生聚合。不含乙烯基不饱和键的环氧树脂通常需要使用阳离子引发剂。这些树脂在其主链和取代基方面有很大不同。例如，主链可以是任何与环氧树脂连接的常用主链，而且其上的取代基可以是任何不含在室温时对环氧乙烷环是反应活性(或能变得具有活性)的活性氢原子的基团。可用的取代基的代表性例子包括卤素，酯基，醚基，磺酸酯基，硅氧烷基，硝基和磷酸酯基。不含乙烯基不饱和基团的环氧树脂例子包括2,2-双[4-(2,3-环氧基丙氧基)-苯基]丙烷(双酚A的二环氧甘油醚)和酚醛清漆树脂的环氧甘油醚。

阳离子光引发剂形成酸来源，引发可被加成聚合固化的粘合剂前体的聚合反应。阳离子光引发剂如Culler的美国专利5368619所述。

本发明浆液中粘合剂前体的含量通常占溶液或浆液总干重的大约10%到大

约 80%，在某些实施方式中，占溶液或浆液总干重的大约 30%到大约 70%。

添加剂

本发明磨料涂层中可以进一步包括可选用的添加剂，例如，磨粒表面改性添加剂，偶合剂，填料，膨胀剂，纤维，抗静电剂，固化剂，悬浮剂，光敏剂，润滑剂，润湿剂，表面活性剂，颜料，染料，UV 稳定剂和抗氧化剂。选择这些物质的含量用以提供要求的性质。

添加剂的具体例子包括从 Cytec Industries, Boundbrook, NJ 购得的商品名是 AEROSOL AY 50 的表面活性剂，和从 Pylam Products Co., Tempe, AZ 购得的商品名是 Pylam Liquid Oil Purple 522982 的可溶性染料。

浆液

浆液是通过混合全部上述组分而形成的，例如磨粒，连续相，分散剂和涂覆所要求的任何添加剂。

背衬

可用于本发明方法的抛光磨具的典型背衬例子，包括聚合物膜，刷过底涂料的聚合物膜，布料，纸张，非织造物和其组合，它们还可以进行某种处理。纸张或者布料背衬应该经过防水处理，使背衬不会在研磨操作时发生可察觉的损坏，因为在实施本发明的研磨操作时，通常用水来浸没磨具。

一种特定种类的背衬是聚合物膜，其例子包括聚酯膜，聚酰胺膜和共聚酯膜，带有微孔隙的聚酯膜，聚酰亚胺膜，聚酰胺膜，聚乙烯基醇膜，聚丙烯膜，聚乙烯膜等。例如，一种适用的聚合物膜是聚对苯二甲酸乙二醇酯膜。固化后的浆液对该聚合物膜背衬应该具有很好的粘着性。在许多情况下，该聚合物膜背衬上刷过底涂料。

底涂料可以是一种表面改性或化学类的底涂料。表面改性包括电晕处理，UV 处理，电子束处理，火焰处理和摩擦，以便增大表面积。化学类底涂料的例子包括如美国专利 3188265(Charbonneau 等人)所公开的乙烯丙烯酸共聚物，如美国专利 4906523(Bilkadi 等人)中所述的胶状分散液，如美国专利 4749617(Canty)中所公开的氮丙啶类物质和如美国专利 4563388(Bonk 等人)和 4933234(Kobe 等人)中所述的辐射接枝底涂料。

背衬在其与浆液涂层相背的表面上还可以具有一种固定装置，能将制得的涂覆磨具固定在承载垫或后背垫上。该固定装置可以是一种压敏粘合剂(PSA)或胶粘带，一种用于圈钩固定装置，或一种互相缠绕的固定系统。

背衬的强度应足以在预期应用条件下承载粘合剂和其中的磨粒。另外，背衬也应该足够柔软，能固定在磨具的表面上。背衬通常需要是平滑的，并且具有均匀的厚度，能用该磨具成功地加工高精度的物体。

背衬应足够厚，能提供经得起涂覆的足够强度，但是也不应太厚，从而影响其柔软度。通常，背衬的厚度应该小于大约 10 密耳(254 微米)，例如厚度是 2 密耳(50.8 微米)到 3 密耳(76.2 微米)。

制造磨具的方法

制造磨具时，例如采用本发明方法制造涂覆磨具时，首先将本发明的浆液涂覆在背衬的至少一个面上。例如，可以通过喷涂，辊涂，挤压涂覆或刮涂方法来施加浆液。然后对磨具上的浆液处理，使溶剂和粘合剂前体挥发或与所用体系适当反应，形成涂层。例如，如果用的是挥发性溶剂时，必须干燥该浆液。还要使浆液处于一定条件下，使粘合剂前体固化(例如，反应或干燥)。这些固化条件包括接受热量，紫外光照射，电子束照射，暴露于胺蒸汽和暴露于潮湿环境中。

在某些实施方式中，制得的磨具具有一种三维形状。在挥发或固化之前，浆液涂覆的背衬可能与一个有图案的模具的外表面接触。浆液润湿着图案表面，形成一个中间制品。然后从模具中取出此中间制品。这通常是一个连续过程。或者，可以先将浆液施加在模具上，将浆液涂覆的模具与背衬接触，使浆液位于模具和背衬之间，而且按照需要干燥浆液，使其处于于固化条件下。一种制造磨光涂层研磨剂的方法如 Pieper 等人的美国专利 5152917 中所述，其区别在于不包括本发明中所述的新颖方面。

为了获得研磨性能，制成的磨具上的涂层中可以包含大约 20 重量%到 90 重量%的超级磨粒。该磨料涂层通常包含大约 20 重量%到 80 重量%的超级磨粒。在一些具体例子中，该磨料涂层含有至少大约 30 重量%的超级磨粒，例如大约 30 重量%到 80 重量%的超级磨粒。适用的金刚石磨具能在下文所述的平磨试验中产生 15.0-25.0 毫克的磨削量。

通过以下实施方式进一步说明本发明，这些实施方式并非对本发明范围

的限制。这些实施方式仅仅是为了说明，而不是对权利要求范围的限制。除了另有说明之外，实施方式和说明书其他部分中的份数，百分数，比例等都是重量的。

本发明优选实施方式

物质和来源：

物质名称	说明	来源
Efka 4400	聚合物分散剂	EFKA Additives USA, Inc., Stow, Ohio
Efka 4046	聚合物分散剂	EFKA Additives USA, Inc., Stow, Ohio
Solsperse PD-9000	聚合物分散剂	Avecia Pigments and Additives, Charlotte, NC
Solsperse 24000 SC	聚合物分散剂	Avecia Pigments and Additives, Charlotte, NC
Solsperse 32000	聚合物分散剂	Avecia Pigments and Additives, Charlotte, NC
Lactimon	润湿和分散添加剂	Byk-Chemie USA Inc., Palos Park, Ill.
Disperbyk-161	聚合物分散剂	Byk-Chemie USA Inc., Palos Park, Ill.
Disperbyk-164	聚合物分散剂	Byk-Chemie USA Inc., Palos Park, Ill.
Aerosol AY 50	表面活性剂	Cytec Industries, Boundbrook, NJ
Variquat CC-59	季胺润湿剂	Goldschmidt Chemical Corp., Janesville, WI
SJK*-5C3M	0-2 微米金刚石粉末	General Electric Micron Products, Deerfield Beach, FL
Tomei diamond	250 纳米金刚石粉末	Tomei Corporation of America Englewood Cliffs, NJ
YP-50S	苯氧树脂	Tohto Kasei Co. Ltd., Inabata America Corp., New York, NY
Mondur-MRS	异氰酸酯交联剂	Bayer Corporation, Pittsburgh, PA
Silwet L-7200	硅氧烷/环氧乙烷/环氧丙烷润湿剂	Osi Specialties, Greenwich, CT

研磨步骤

将大约 40 毫升的 0.5 毫米直径氧化钇稳定的氧化锆球(从 Tosoh, Hudson, OH 或从 Toray Ceramics, George Missbach & Co., Atlanta, GA 获得)置于 Hockmeyer HM-1/16 微型电动研磨机(“Hockmeyer 研磨机”)(Hockmeyer Equipment Corp., Harrison, NJ)的篮筐中。称取所需量的超级磨粒置于腔室中。然后将所述分散剂和溶剂倒在金刚石粉末上,并用刮刀略加搅拌。然后用该 Hockmeyer 研磨机以 70%的设定速度研磨制得的混合物(ca. 4200 转/分)。

分子量测定

使用凝胶渗透色谱法测定聚合物分散剂的分子量。将样品溶解在四氢呋喃中至大约 0.25%的浓度。在注射之前,用 0.2 微米 PTFE 一次性过滤器过滤该溶液。注射体积是 150 微升。过滤和注射之前,在摇动器中剧烈摇动该样品溶液至少 24 小时。所用的仪器包括一个 Waters 2690 Alliance 注射器/泵系统(Waters Corp., Milford, MA)和一个 Varex ELSD II A 质量检测器(Alltech Associates Inc., Deerfield, IL),柱:1×Jordi 混合床(50 厘米)和 1×Jordi 500A(25 厘米)(Jordi Associates, Bellingham, MA)。流量是 1.0 毫升/分。校准所用的标准是聚苯乙烯标准(Easical)(Polymer Laboratories, Inc., Amherst, MA)。

下表 1 给出利用上述步骤,从供应商处所获得分散剂物质样品的分子量(Mw)。

表 1

分散剂	Mw
Disperbyk-161	141653
Disperbyk-164	6217
Solsperse 24000 SC	3990
Solsperse 32000	3060
EFKA 4400	8121
EFKA 4046	192532

胺值测定

采用滴定方法测定分散剂的总胺值。这些滴定步骤使用一个 Metrohm 751 Titrino™自动滴定仪 (Metrohm, Ltd., Herisau, Switzerland) 和一个 Ross 复合玻璃电极 (Orion Research, Inc., Cambridge, MA)。该动态滴定的参数是：pH 测量模式，常规滴定速率，最低增量 10 微升，0.0995 摩尔/升 HCl 的异丙醇作为滴定剂。所用方法是测量总胺值的 ASTM 标准测试 D2073-92。将供应商提供的分散剂溶解在 50 毫升的甲苯与异丙醇 1:1 混合物中。然后滴定溶液至终点。每个样品都分析三次。然后计算 1 克活性组分的胺值并记录在表 2 中。

表 2

分散剂	测得值	活性组分重量百分数 (由供应商提供)	胺值 (经过校正)
Disperbyk-161	12.4	30	41.3
Disperbyk-164	16.6	60	27.7
Solsperse 24000 SC	28.0	100	28.0
Solsperse 32000	17.2	100	17.2
EFKA 4400	42.2	40	105.5
EFKA 4046	15.2	40	38.0
Solsperse PD-9000	0.0	100	0.0

利用以下等式计算每个样品的 AV

$$AV = 1000 \times [(\text{胺值}) / (M_w)]$$

结果记录在表 3 中。

表 3

分散剂	胺值	M _w	AV
Disperbyk-161	41.3	141653	0.29
Disperbyk-164	27.7	6217	4.45
Solsperse 24000 SC	28.0	3990	7.02
Solsperse 32000	17.2	3060	5.62
EFKA 4400	105.5	8121	12.99
EFKA 4046	38.0	192532	0.197
Solsperse PD-9000	0.0	N/a	0

实施例 1-3 和对比例 A-C

观察超声处理样品的外观从而选择分散剂，该样品中包含 3 克金刚石 (SJK*-5C3M 金刚石，标称 1 微米直径)，0.2 克活性分散剂和足量甲基乙基酮，样品总重量是 10 克。先用一个木棒混合金刚石，分散剂和甲基乙基酮，然后在一个台上玻璃器皿超声清洁池中超声处理 10 分钟。然后让样品静置 1 小时。观察外观，并在 1-甲氧基-2-丙醇中用 Coulter N4+动态光散射设备 (Coulter Corp. Miami, FL) 在 25℃ 下测量粒度。结果报告在表 4 中。

表 4

实施例	分散剂	外观	测得粒度
对比例 A	无	3 分钟时液体透明，底部有一个灰色块	未作测量
对比例 B	Lactimon	3 分钟时液体透明，底部有一个灰色块	>3 微米
实施例 1	Efka 4046	1 小时，不透明分散液	779.6 纳米
对比例 C	Solsperse PD-9000	1 小时，不透明分散液	87% 557.0 纳米 13% 1915.9 纳米
实施例 2	Solsperse 32000	1 小时，不透明分散液	65% 941.6 纳米 35% 414.0 纳米
实施例 3	Disperbyk-161	1 小时，不透明分散液	64% 1556.2 纳米 36% 498.2 纳米

实施例 4-7 和对比例 D-G

观察超声处理样品的外观从而选择分散剂，该样品中包含 2 克金刚石 (SJK*-5C3M 金刚石，标称 1 微米直径)，0.5 克活性分散剂和足量甲基乙基酮，样品总重量是 5 克。先用一个木棒混合金刚石，分散剂和甲基乙基酮，然后以 300 瓦，20 千赫连续功率超声处理 25 秒 (GE600-5 型超声处理器和一个 1/2 英寸直径的“微尖”扬声器，Ace Glass Inc., Vineland, N.J.)。然后让样品静置 1 小时。观察外观，在 1-甲氧基-2-丙醇中用 Coulter N4+动态光散射设备 (Coulter Corp. Miami, FL) 在 25℃ 下测量粒度。除非另有说明，5 分钟或在更短时间沉降后仍为透明层的样品，不进行粒度测量。结果报告在表 5 中。

表 5

实施例	分散剂	5 分钟外观	测得粒度
4	Efka 4046	浑浊	790 纳米
5	Efka 4400	浑浊	768 纳米
6	Solsperse 32000	浑浊	780 纳米
对比例 D	PD-9000	透明	不测
7	Disperbyk-164	透明	790-1500 纳米
对比例 E	十二烷基硫酸钠	透明	不测
对比例 F	鲸蜡基三甲基溴化铵	透明	不测
对比例 G	Silwet L-7200	透明	>3 微米

实施例 8-13 和对比例 H-I

制备一系列金刚石分散液(使用 SJK*-5C3M 金刚石),并在活性组分占金刚石含量为 10%水平下进行测试。称取分散剂置于 25 毫米直径的玻璃小瓶中,并加入甲基乙基酮至物质总量为 9.00 克,制备初始浆液。使分散剂溶解,然后加入指定量的金刚石(SJK*-5C3M)。制备得到样品之后,用手摇动,并静置 5 分钟。所观察到分散液的沉淀是位于浅灰色溶剂层和悬浮金刚石之下的深灰色层,从小瓶底部对其进行测量,记录毫米高度。然后以 300 瓦 20 千赫连续功率对每个小瓶超声处理 20 秒(GE600-5 型超声处理器和一个 1/2 英寸直径的“微尖”扬声器, Ace Glass Inc., Vineland, N.J.)。让样品再次静置 5 分钟,重复测量沉淀的分散液。再让样品继续静置 25 分钟(超声处理之后总计 30 分钟)并再次测量沉淀的分散液。然后打开小瓶,将一个木制搅拌棒(3 毫米直径)轻轻降入分散液中,确定是否能接触到底部的结块物质。封闭小瓶,轻轻侧放,目视观察是否存在结块物质。实际重量如下表 6 中所示。

表 6: 金刚石分散液的制备

实施例	分散剂	分散剂重量(克)	金刚石重量(克)
实施例 8	Solsperse 24000 SC	0.1	1.12
实施例 9	Solsperse 32000	0.1	1.00
实施例 10	Efka 4400	0.25	1.02
实施例 11	Efka 4046	0.25	1.00
实施例 12	Disperbyk-161	0.33	1.13
实施例 13	Disperbyk-164	0.17	1.02
对比例 H	Lactimon	0.20	1.02
对比例 I	Solsperse PD9000	0.10	1.00

测试结果总结在下表 7 中:

表 7: 超声处理之前和之后对 1 微米金刚石分散液的分析

实施例	5 分钟沉淀 *(毫米)	5 分钟沉淀 **(毫米)	30 分钟沉 淀**(毫米)	木棒是否检 测到结块? (是/否)	是否目视观 察到结块 (是/否)?
实施例 8	23	26	25	否	否
实施例 9	23	25	22	否	否
实施例 10	23	26	24	否	否
实施例 11	23	25	24	否	否
实施例 12	23	25	23	是	是
实施例 13	7	10	3	是	是
对比例 H	5	6	5	是	是
对比例 I	22	24	24	否	否

*超声处理之前

**超声处理之后

“沉淀的分散液”的高度越大(即, 沉淀得越少), 则分散效果越好。小瓶底部没有可见结块是分散更好的另一种主观指示。

最后, 用手摇动小瓶, 必要时将样品稀释在另外的甲基乙基酮中, 在 Horiba

光散射粒度分析仪(Horiba Instruments Company, Irvine, CA, LA-910 型)中分析粒度。样品制备好(稀释在样品管中)之后尽快进行分析,在完成第一次分析之后再次分析 3 分钟,以便观察样品管中的絮凝物(如果有的话)。结果总结在下表 8 中:

表 8: 分散液分析

实施例	初次分析			再次分析		
	d_{50} (微米)	$d_{99.5}$ (微米)	<1.5 微米 的百分数	d_{50} (微米)	$d_{99.5}$ (微米)	<1.5 微米 的百分数
8	0.995	2.587	86.2	0.981	2.560	87.0
9	0.988	2.612	86.3	0.993	2.659	85.7
10	1.042	2.796	82.7	1.046	2.807	82.4
11	1.034	2.772	83.2	1.055	2.781	82.3
12	1.067	2.615	86.0	1.026	2.745	83.8
13	1.103	2.977	78.2	1.103	2.963	78.4
对比例 H	1.814	5.359	35.2	1.800	5.217	35.6
对比例 I	1.259	3.631	65.5	1.265	3.642	65.1

d_{50} 和 $d_{99.5}$ 值越低,分散效果越好。低于 1.5 微米的百分数越高,分散效果越好。“初次”和“再次”分析彼此越接近,分散效果越好。

实施例 14

将甲基乙基酮中的 40%分散剂溶液(Solsperse 32000(15.1 克))与 402.4 克甲基乙基酮混合,并如上文研磨步骤所述,倒在 400.6 克金刚石(SJK*-5C3M 金刚石粉末)上。在 $t=0, 1, 2.5, 5.0, 10.0,$ 和 20.0 分钟时进行取样,并用 Horiba 光散射粒度分析仪(Horiba Instruments Company, Irvine, CA, LA-910 型)分析样品。还用 Hegman 研细度规检查 $t=10$ 和 20 分钟的样品。结果如表 9 中所示。

表 9

时间(分钟)	D ₅₀ (微米)	Hegman 观察情况
0	1.002	未观察到
1	1.097	未观察到
2.5	0.975	未观察到
5	0.881	未观察到
10	0.888	分散液外观好；很少聚集物
20	0.990	分散液外观好；很少聚集物

实施例 15

称取分散剂(Solsperse 24000 SC(6.0 克))和 395.7 克甲基乙基酮，置于一个干净的烧杯中，用刮刀搅拌，直至分散剂溶解，然后如上文研磨步骤所述倒在 400.6 克金刚石(SJK*-5C3M 金刚石粉末)上。研磨机以 50%的功率(约 3000 转/分)操作 20 分钟。在 t=0, 1, 2.5, 5.0, 10.0, 和 20.0 分钟时取样，用 Horiba 光散射粒度分析仪(Horiba Instruments Company, Irvine, CA, LA-910 型)分析样品。还用 Hegman 研细度规检查 t=20 分钟的样品。结果如表 10 所示。

表 10

时间	D ₅₀ (微米)	Hegman 观察情况
0	0.906	未观察到
1	0.923	未观察到
2.5	0.887	未观察到
5	0.896	未观察到
10	0.944	未观察到
20	0.924	分散液外观好；很少聚集物

实施例 16

称取分散剂(Solsperse 24000 SC(40.8 克))和 239.7 克甲基乙基酮，置于 Hockmeyer 研磨机中，如上文研磨步骤所述加入 681 克 Tomei 金刚石。用

手搅拌各组分，直至“没有团块”。研磨机以大约 4200 转/分操作 20 分钟。以所示时间间隔取样，用 Horiba 光散射粒度分析仪 (Horiba Instruments Company, Irvine, CA, LA-910 型) 分析 $t=20$ 分钟的样品。还用 Hegman 研细度规检查 $t=20$ 分钟的样品。结果如表 11 所示。

表 11

时间(分钟)	D_{50} (微米)	Hegman 观察情况
0	N/A	无法取样-矿物聚集物沉淀太快。
5	N/A	取样；很少明显的聚集物。
10	N/A	分散液外观好；存在非常少量的小聚集物。
20	0.296	分散液外观非常好；没有发现聚集物。

实施例 17

向混合釜中装入 4.5 克的表面活性剂 (Aerosol AY-50)，533.0 克甲基乙基酮，132.0 克甲苯和 36.5 克 1-甲氧基-2-丙醇。向釜中加入 270.8 克上述实施例 15 的分散液 (含有 201 克金刚石 (SJK*-5C3M)，3.0 克分散剂 (Solsperser 24000 SC) 和 66.8 克甲基乙基酮)，然后用手搅拌混合物。加入 5.1 克染料 (Pylam Liquid Oil Purple 522982, Pylam Products Co. Tempe, AZ)；三(四丙氧基化)三羟甲基丙烷的单磷酸酯 (12.1 克，甲苯中 75 重量%)；5.0 克 Variquat CC-59；由 21% 新戊基乙二醇，29% 聚-ε-己内酯和 50% MDI-异氰酸酯通过常规聚酯缩合反应合成的一种聚酯聚聚氨酯树脂 (246.0 克甲基乙基酮中的 35% 溶液)；和一种苯氧基树脂 (YP-50S 苯氧基树脂 (123.0 克甲基乙基酮中的 30% 溶液))。将制得的浆液搅拌 10 分钟，将 24.5 克异氰酸酯交联剂 (Mondur-MRS) 混入釜中。将制得的分散液以 30 英尺/分 (9.1 米/分) 和 1.3 密耳 (33 微米) 的刀隙刮涂至 3 密耳 (73.5 微米) 聚对苯二甲酸乙二醇酯薄膜上，在 225° F (107.2 °C) 200 英尺 (60.6 米) 长箱式烘箱中进行干燥，卷绕成卷。将从烘箱中取出的卷材置于另一个 165° F (73.7 °C) 的箱式烘箱中处理 24 小时，然后取出卷材，冷却至室温后进行测试。

平磨试验

将粒度为 $1/16'' \times 1/4'' \times 1''$ (1.58 毫米 \times 6.35 毫米 \times 25.4 毫米) 的两片碳化物 (#STB-28A, Kennametal, Lisle, IL) 用氰基丙烯酸酯粘合剂沿着 $1/16'' \times 1''$ (1.58 毫米 \times 25.4 毫米) 边缘粘合在一个 $1/4'' \times 1'' \times 1''$ (6.35 毫米 \times 25.4 毫米 \times 25.4 毫米) 铝板的平面上, 使粘合的碳化物片垂直于金属板并彼此平行, 而且间隔 $3/4''$ (19 毫米)。然后对该工件进行称重, 并固定在一个杠杆臂下, 该杠杆臂将两片碳化物按压在一个 $4-1/2'' \times 5''$ (114 毫米 \times 127 英寸) 上述制得的研磨膜即磨具上, 使这两片碳化物平压在研磨膜上。然后将研磨膜夹在由一个马达和偏心轮驱动的钢板上, 使其作轨道运动。选择偏心轮推动钢板作环行运动, 每圈在 x 和 y 方向上的位移是 $\pm 3/4''$ (19 毫米)。用 5 磅 (22 牛顿) 大小的力将工件按压在研磨膜上, 底板和研磨膜以 304 ± 6 转/分的速度旋转 5000 圈, 同时用 1-2 滴/秒的 95/5 DI 水和清洁剂 (Contrad 70, 从 Fisher Scientific, Pittsburgh, PA 获得) 混合物对研磨界面进行润滑。5000 圈结束后, 取出工件, 清除掉剩余的润滑剂和金属屑, 再次称重。记录以毫克为单位的重量差, 作为样品观察到的磨削量。实施例 17 所制造的磨具即研磨膜产生的重量差是 15.1 毫克。市售金刚石研磨膜在本试验中给出 15.0-25.0 毫克的磨削量。

不超出本发明原理和范围的各种改进和变化对本领域技术人员而言是显而易见的。