

(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2005-518474

(P2005-518474A)

(43) 公表日 平成17年6月23日(2005.6.23)

(51) Int.Cl.⁷

C09K 3/14

F 1

C09K 3/14 550D
C09K 3/14 550G

テーマコード(参考)

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 72 頁)

(21) 出願番号 特願2003-571370 (P2003-571370)
 (86) (22) 出願日 平成14年12月12日 (2002.12.12)
 (85) 翻訳文提出日 平成16年8月18日 (2004.8.18)
 (86) 國際出願番号 PCT/US2002/039725
 (87) 國際公開番号 WO2003/072678
 (87) 國際公開日 平成15年9月4日 (2003.9.4)
 (31) 優先権主張番号 10/081,404
 (32) 優先日 平成14年2月21日 (2002.2.21)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

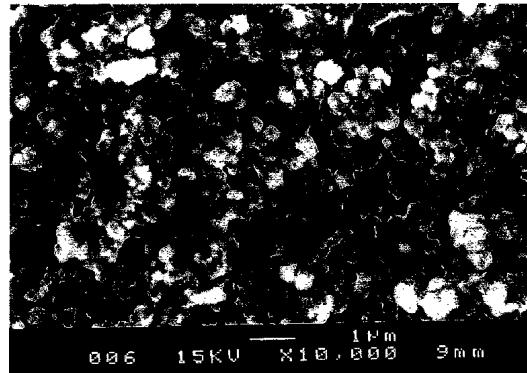
(71) 出願人 599056437
 スリーエム イノベイティブ プロパティ
 ズ カンパニー
 アメリカ合衆国、ミネソタ 55144-
 1000, セント ポール, スリーエム
 センター
 (74) 代理人 100062144
 弁理士 青山 葉
 (74) 代理人 100088801
 弁理士 山本 宗雄
 (74) 代理人 100122297
 弁理士 西下 正石

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】焼結された多結晶質ジルコニアを含有する研磨粒子

(57) 【要約】

研磨粒子および研磨粒子の製造方法が開示される。研磨粒子は、接合研磨材、被覆研磨材、不織研磨材、および研磨ブラシをはじめとする様々な研磨物品中へ組み込まれてもよい。



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも 60.0 重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニアを含む研磨粒子。

【請求項 2】

研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも 65.0 重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニアを含む、請求項 1 に記載の研磨粒子。

【請求項 3】

研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも 70.0 重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニアを含む、請求項 1 に記載の研磨粒子。 10

【請求項 4】

研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも 75.0 重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニアを含む、請求項 1 に記載の研磨粒子。

【請求項 5】

研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも 80.0 重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニアを含む、請求項 1 に記載の研磨粒子。

【請求項 6】

研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも 85.0 重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニアを含む、請求項 1 に記載の研磨粒子。

【請求項 7】

研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも 90.0 重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニアを含む、請求項 1 に記載の研磨粒子。 20

【請求項 8】

焼結された多結晶質ジルコニアが少なくとも部分的に安定化されている、請求項 1 に記載の研磨粒子。

【請求項 9】

研磨粒子の全重量を基準にして、約 14.0 重量パーセント以下の量で安定化金属酸化物をさらに含む、請求項 8 に記載の研磨粒子。

【請求項 10】

研磨粒子の全重量を基準にして、約 86.0 ~ 約 97.0 重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニアと、約 14.0 ~ 約 3.0 重量パーセントの安定化金属酸化物とを含む、請求項 9 に記載の研磨粒子。 30

【請求項 11】

焼結された多結晶質ジルコニアが、酸化カルシウム、酸化マグネシウム、酸化セリウム、酸化イットリウム、酸化ガドリニウム、酸化イッテルビウム、酸化ネオジム、酸化テルビウム、酸化プラセオジム、酸化ジスプロシウム、酸化ホルミウム、酸化サマリウム、酸化スカンジウム、酸化ランタン、酸化プロメチウム、酸化ユーロピウム、酸化エルビウム、酸化ツリウム、酸化ルテチウム、酸化チタン、酸化ゲルマニウム、酸化鉄、酸化銅、酸化亜鉛、イットリウム - ニオブ酸化物、イットリウム - タンタル酸化物、およびそれらの組合せよりなる群から選択された安定化金属酸化物で少なくとも部分的に安定化されている、請求項 8 に記載の研磨粒子。 40

【請求項 12】

研磨粒子の全重量を基準にして、40.0 重量パーセント以下の少なくとも 1 種の非安定化金属酸化物をさらに含む、請求項 1 に記載の研磨粒子。

【請求項 13】

酸化アルミニウム、酸化ハフニウム、酸化ケイ素、酸化鉄、酸化カルシウム、酸化ナトリウム、酸化マグネシウム、希土類酸化物、酸化イットリウム、酸化チタン、酸化ニッケル、およびそれらの組合せよりなる群から選択された 40.0 重量パーセント以下の少なくとも 1 種の金属酸化物をさらに含む、請求項 1 に記載の研磨粒子。

【請求項 14】

10

20

30

40

50

研磨粒子の全重量を基準にして、40.0重量パーセント以下の酸化アルミニウムをさらに含む、請求項1に記載の研磨粒子。

【請求項15】

研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも60.0～約97.0重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニア、0～約37.0重量パーセントの酸化アルミニウム、および約3.0～約8.0重量パーセントの酸化イットリウムを含む、請求項1に記載の研磨粒子。

【請求項16】

研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも60.0～約97.0重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニア、約3.0～約8.0重量パーセントの安定化酸化イットリウム、0～約37.0重量パーセントの酸化アルミニウム、および0～約10.0重量パーセントの第2の非安定化金属酸化物を含む、請求項1に記載の研磨粒子。

【請求項17】

第2の非安定化金属酸化物が酸化ランタン、酸化セリウム、酸化プラセオジム、酸化ネオジム、酸化サマリウム、酸化ユーロピウム、酸化ガドリニウム、またはそれらの組合せを含む、請求項16に記載の研磨粒子。

【請求項18】

ジルコニアの少なくとも50.0パーセントが正方晶結晶質構造を有する、請求項1に記載の研磨粒子。

【請求項19】

ジルコニアの少なくとも80.0パーセントが正方晶結晶質構造を有する、請求項18に記載の研磨粒子。

【請求項20】

ジルコニアの少なくとも90.0パーセントが正方晶結晶質構造を有する、請求項19に記載の研磨粒子。

【請求項21】

ジルコニアが約3マイクロメートル未満の平均結晶サイズを有する、請求項1に記載の研磨粒子。

【請求項22】

ジルコニアが約1マイクロメートル未満の平均結晶サイズを有する、請求項1に記載の研磨粒子。

【請求項23】

ジルコニアが約0.5マイクロメートル以下の平均結晶サイズを有する、請求項1に記載の研磨粒子。

【請求項24】

理論密度の少なくとも95.0パーセントの比密度を有する、請求項1に記載の研磨粒子。

【請求項25】

細粒から粗粒の範囲の粒度分布を有する複数の研磨粒子であって、それらの少なくとも一部が、所与の研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも60.0重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニアを含む研磨粒子である複数の研磨粒子。

【請求項26】

他の研磨粒子をさらに含む、請求項25に記載の複数の研磨粒子。

【請求項27】

細粒から粗粒の範囲の粒度分布と指定公称グレードとを有する複数の研磨粒子であって、それらの少なくとも一部が、所与の研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも60.0重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニアを含む研磨粒子である、複数の研磨粒子。

【請求項28】

前記指定公称グレードがANSI 16、ANSI 24、ANSI 36、ANSI 50

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、およびANSI 600よりなる群から選択される、請求項27に記載の複数の研磨粒子。

【請求項29】

前記指定公称グレードがP16、P24、P36、P40、P50、P60、P80、P100、P120、P150、P180、P220、P320、P400、P500、P600、P800、P1000、およびP1200よりなる群から選択される、請求項27に記載の複数の研磨粒子。

【請求項30】

前記指定公称グレードがJIS16、JIS24、JIS36、JIS46、JIS54、JIS60、JIS80、JIS100、JIS150、JIS180、JIS220、JIS240、JIS280、JIS320、JIS360、JIS400、JIS600、JIS800、JIS1000、JIS1500、JIS2500、JIS4000、JIS6000、JIS8000、およびJIS10,000よりなる群から選択される、請求項27に記載の複数の研磨粒子。

【請求項31】

バインダーと複数の研磨粒子とを含む研磨物品であって、研磨粒子の少なくとも一部が所与の研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも60.0重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニアを含む、研磨粒子である研磨物品。

【請求項32】

バッキング、バインダー、および複数の研磨粒子を含む研磨物品であって、研磨粒子の少なくとも一部が、所与の研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも60.0重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニアを含む研磨粒子である、研磨物品。

【請求項33】

研磨粒子前駆体を加熱して、研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも60.0重量パーセントの多結晶質ジルコニアを含む研磨粒子を提供する工程であって、加熱が研磨粒子の融点よりも下で行われる工程を含む研磨粒子の製造方法。

【請求項34】

ジルコニアが少なくとも部分的に安定化されている、請求項33に記載の方法。

【請求項35】

研磨粒子が、研磨粒子の全重量を基準にして、40.0重量パーセント以下の少なくとも1種の非安定化金属酸化物をさらに含む、請求項33に記載の方法。

【請求項36】

研磨粒子が、研磨粒子の全重量を基準にして、40.0重量パーセント以下の酸化アルミニウムをさらに含む、請求項33に記載の方法。

【請求項37】

研磨粒子が、研磨粒子の全重量を基準にして、約14.0重量パーセント以下の量で安定化金属酸化物をさらに含む、請求項33に記載の方法。

【請求項38】

研磨粒子が、研磨粒子の全重量を基準にして、約86.0～約97.0重量パーセントの多結晶質ジルコニア、および約14.0～約3.0重量パーセントの安定化金属酸化物を含む、請求項37に記載の方法。

【請求項39】

研磨粒子が、研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも60～約97重量パーセントの多結晶質ジルコニア、0～約37.0重量パーセントの酸化アルミニウム、および約3～約8重量パーセントの酸化イットリウムを含む、請求項37に記載の方法。

【請求項40】

研磨粒子が、研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも60.0～約97.0重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニア、約3.0～約8.0重量パーセントの安定化

10

20

30

40

50

酸化イットリウム、0～約37.0重量パーセントの酸化アルミニウム、および0～約10.0重量パーセントの第2の非安定化金属酸化物を含む、請求項37に記載の方法。

【請求項41】

第2の非安定化金属酸化物が酸化ランタン、酸化セリウム、酸化プラセオジム、酸化ネオジム、酸化サマリウム、酸化ユーロピウム、酸化ガドリニウム、またはそれらの組合せを含む、請求項40に記載の方法。

【請求項42】

研磨粒子が約1300～約1550の範囲の少なくとも1つの温度で焼結される、請求項37に記載の方法。

【請求項43】

バインダー材料と複数の研磨粒子とを含む研磨物品であって、研磨粒子の少なくとも一部が所与の研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも60.0重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニアを含む研磨物品。

【請求項44】

被覆研磨材物品であり、かつ、バッキングをさらに含む、請求項43に記載の研磨物品。

【請求項45】

接合研磨物品である、請求項43に記載の研磨物品。

【請求項46】

不織研磨物品であり、かつ、不織ウェブをさらに含む、請求項43に記載の研磨物品。

20

【請求項47】

ブラシである、請求項43に記載の研磨物品。

【請求項48】

研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも60.0重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニアを含む少なくとも1つの研磨粒子をワークピースの表面と接触させる工程と、

前記研磨粒子または前記表面の少なくとも1つを他方に対して移動させて前記表面の少なくとも一部を前記研磨粒子で研磨する工程と、
を含む、表面の研磨方法。

【発明の詳細な説明】

30

【技術分野】

【0001】

本発明は研磨粒子およびその製造方法に関する。研磨粒子は、接合(bonded)研磨材、被覆(coated)研磨材、不織研磨材、および研磨ブラシをはじめとする、様々な研磨物品中へ組み込まれてもよい。

【背景技術】

【0002】

当該技術で知られている様々な研磨粒子(例えば、ダイヤモンド粒子、立方晶窒化ホウ素粒子、溶融研磨粒子(溶融アルミナ、熱処理された溶融アルミナ、溶融アルミナ・ジルコニアなどをはじめとする)、および焼結されたセラミック研磨粒子(ゾル・ゲル由来研磨粒子をはじめとする))がある。幾つかの研磨用途では、研磨粒子は、ルーズ形またはスラリーで使用されるが、他の用途では粒子は研磨製品(接合研磨材、被覆研磨材および不織研磨材をはじめとする)中へ組み込まれる。

40

【0003】

接合研磨材は、典型的には、造形素材を形成するために一緒に接合された複数の研磨粒子を含む。被覆研磨材は、典型的には、バッキングに接合された複数の研磨粒子を含む。不織研磨材は、典型的には、嵩高い多孔質不織基材上へおよびその中へ接合された複数の研磨粒子を含む。接合研磨材用の典型的な接合材料は有機バインダー、ガラスバインダー、および金属バインダーであるが、被覆研磨材および不織研磨材用にはそれらは典型的には有機バインダーである。特定の研磨用途向けに使用される研磨粒子を選択する際に用い

50

られる判定基準には、典型的には、研磨寿命、カット速度、基材表面仕上げ、研削効率、および製品コストが含まれる。

【0004】

研磨工業界およびそれらの顧客は、これらの研磨判定基準の1つまたは複数を改善するための方法を絶えず探求中である。過去百年ほどの間、溶融アルミナ研磨粒子が広く利用されてきた。溶融アルミナ研磨粒子は、典型的には、炉にアルミナ源（アルミニウム鉱石またはボーキサイトのような）ならびに他の所望の添加剤を装入し、材料をその融点よりも上に加熱し、溶融体を冷却して凝固した塊を与える、次に凝固した塊を粒子へと破碎し、次に粒子を篩分けし、等級分けして所望の研磨粒子サイズ分布を与えることによって製造される。過去30年ほどにわたって、溶融アルミナ・ジルコニア研磨粒子（例えば、特許文献1（ラウズ（Rowse）ら）、特許文献2（ペット（Pett）ら）、特許文献3（クイナン（Quinan）ら）、特許文献4（イルマイエル（Ilmaier）ら）、特許文献5（ワトソン（Watson））、特許文献6（プーン（Poon）ら）、特許文献7（ギブソン（Gibson）ら）、および特許文献8（タマムキ（Tamamuki）ら）を参照されたい）、ならびに溶融ジルコニア研磨粒子（例えば、特許文献9（リーイ（Leahy））および特許文献10（リーイ）を参照されたい）をはじめとする、研磨粒子に関して多くの進展があった。

【0005】

溶融アルファアルミナ研磨粒子および溶融アルミナ・ジルコニア研磨粒子は、研磨用途（被覆および接合研磨製品を利用するものをはじめとする）で依然として広く使用されているが、ほぼ1980年代中頃以来多くの研磨用途向けに首位の研磨粒子は、ゾル・ゲル由来アルファアルミナ粒子（焼結されたセラミックアルファアルミナ粒子とも言われる）である。（例えば、特許文献11（レイセイザー（Leitheiser）ら）、特許文献12（レイセイザーら）、特許文献13（コットリンガー（Cottlinger）ら）、特許文献14（シュワーベル（Schwabel））、特許文献15（モンロー（Monroe）ら）、特許文献16（ウッド（Wood）ら）、特許文献17（ペロウ（Pellow）ら）、特許文献18（ウッド）、特許文献19（バーグ（Berg）ら）（特許文献20（ローエンホースト（Rowenhorst）ら）、特許文献21（ラーミー（Larmie））、特許文献22（コンウェル（Conwell）ら）、特許文献23（ラーミー）、特許文献24（ラーミー）、および特許文献25（ガーグ（Garg）ら）を参照されたい）。場合により、ゾル・ゲル由来アルファアルミナは、研磨粒子の約60重量パーセント以下の、ジルコニアをはじめとする、1つまたは複数の第2相を含有してもよい。（例えば、特許文献26）「ヒドラジンの錯化合物、ヒドラジンの錯化合物を用いた固溶体粉体、アルミナ・ジルコニア系粉体材料、アルミナ・ジルコニア系セラミック体、アルミナ・ジルコニア系砥粒及びこれらの製造方法」、1995年8月を参照されたい）。

【0006】

伝統的に、与えられたワークピースにとって許容できるカット速度を得るために、比較的高い硬度および韌性を有する研磨粒子が研磨物品に使用されなければならないと考えられてきた。硬度は、金属のようなワークピースに貫入して、ワークピースからチップ除去を引き起こす研磨粒子の能力に関係がある。韌性は、研磨粒子が破損しないように研磨工程の間ずっと力に耐える研磨粒子の能力に関係がある。研磨工業界での慣習的な知恵は、研磨粒子の硬度にかなりの力点を置いてきた。例えば、非特許文献1のテキストで「接触する本体の相対的硬度が磨損を決定する上で最重要であるから、高硬度の研磨材が望ましい」と述べている。さらに、例えば（非特許文献2のテキストで、「硬度特性は研磨材にとって非常に重要である。研磨材がワークピースに関して硬ければ硬いほど、それはより多くカットすることができる」と述べている。2つの主要な通常の研磨材、アルミナおよび炭化ケイ素は、それぞれ、約16～22 GPaおよび25～30 GPaの硬度値を有する。2つの主要な超研磨材、ダイヤモンドおよび立方晶窒化ホウ素は、40 GPaを十分に超える硬度値を有する。こうして、これら一般の研磨材のそれらよりも下の硬度値の、

ジルコニア（約12～13GPaの硬度値）のような、より柔らかい研磨材料は、伝統的に、金属除去用途で非常に有用であるとは一般に考えられてこなかったし、ほとんどのワークピースで許容できるカット速度を与えることはできないと考えられていた。

【0007】

研磨粒子の研磨特性を改善する絶え間ない努力が存在する。研磨粒子の硬度および韌性のような特性、製造のコスト、ならびに性能特性は、与えられた研磨粒子を選択する、および開発する時に考慮され続ける。典型的には、与えられた研磨粒子および研磨物品を選択する時に最重要な性能判定基準は、同じものを含有する、与えられた研磨粒子および研磨物品が破損前に行うことができる仕事の量である。

【0008】

当該技術で必要とされるものは、1種または複数種の与えられたワークピースに関して通常の研磨粒子よりも改善された作業性能および寿命を与える研磨粒子である。さらに、当該技術において必要とされるものは、研磨されるワークピースの量および速度によって測定されるように、非常に優れた研磨性能を与える研磨物品である。

【特許文献1】米国特許第3,891,408号明細書

【特許文献2】米国特許第3,781,172号明細書

【特許文献3】米国特許第3,893,826号明細書

【特許文献4】米国特許第4,059,417号明細書

【特許文献5】米国特許第4,126,429号明細書

【特許文献6】米国特許第4,457,767号明細書

【特許文献7】米国特許第5,143,522号明細書

【特許文献8】米国特許第5,248,318号明細書

【特許文献9】米国特許第3,996,702号明細書

【特許文献10】再発行米国特許第Re.31,620号明細書

【特許文献11】米国特許第4,314,827号明細書

【特許文献12】米国特許第4,518,397号明細書

【特許文献13】米国特許第4,623,364号明細書

【特許文献14】米国特許第4,744,802号明細書

【特許文献15】米国特許第4,770,671号明細書

【特許文献16】米国特許第4,881,951号明細書

【特許文献17】米国特許第4,960,441号明細書

【特許文献18】米国特許第5,139,978号明細書

【特許文献19】米国特許第5,201,916号明細書

【特許文献20】米国特許第5,366,523号明細書

【特許文献21】米国特許第5,429,647号明細書

【特許文献22】米国特許第5,547,479号明細書

【特許文献23】米国特許第5,498,269号明細書

【特許文献24】米国特許第5,551,963号明細書

【特許文献25】米国特許第5,725,162号明細書

【特許文献26】特開平07-215708号公報

【非特許文献1】ミルトン ショー (Milton Shaw) 著、「研磨加工の原理 (Principles of Abrasive Processing)」、ニューヨーク州ニューヨーク、Oxford University Press (オックスフォード大学プレス)、1996年

【非特許文献2】ステ芬 クラール (Stephen Krar)、エーネスト ラッターマン (Ernest Ratterman) 著、「超研磨材：CBNおよびダイヤモンドでの研削および機械加工 (Superabrasives: Grinding and Machining with CBN and Diamond)」、オハイオ州ウェスター・ビル (Westerville)、Glencoe/McGraw-Hill (グレンコー/マクグロー・ヒル)、1990年

10

20

30

40

50

【発明の開示】**【課題を解決するための手段】****【0009】**

本発明は、ジルコニアを含む研磨粒子を提供する。一態様では、本発明は、研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも60(65、70、75、80、85、90、95、96、97、98、99、または100でさえも)重量部の焼結された多結晶質ジルコニアを含む研磨粒子を提供する。本発明によるある種の研磨粒子については、ジルコニアは少なくとも部分的に安定化されている。

【0010】

別の態様では、本発明は、それらの少なくとも一部が本発明による研磨粒子である、細粒から粗粒までの範囲の粒度分布を有する複数の粒子を提供する。10

【0011】

別の態様では、本発明は、研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも60重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニアを含有する研磨粒子の製造方法を提供する。本発明の研磨粒子の一製造方法は、次の工程、(1)研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも60重量パーセントの多結晶質ジルコニアを含む研磨粒子組成物を調製する工程と、(2)研磨粒子組成物を焼結して1つまたは複数の焼結された物品を形成する工程と、(3)1つまたは複数の焼結された物品を焼結された多結晶質研磨粒子に変換する工程とを含み、ここで、研磨粒子組成物は上の工程において1つまたは複数の処理温度で処理され、かつ、1つまたは複数の処理温度は研磨粒子組成物の溶融温度未満である。20

【0012】

さらに別の態様では、本発明は、研磨粒子の全重量を基準にして、少なくとも60重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニアを含む少なくとも1つの研磨粒子をワークピースの表面と接触させる工程を含む、表面の研磨方法を提供する。

【0013】

本発明による研磨粒子は、被覆研磨製品、接合研磨製品、不織研磨製品、および研磨ブラシのような、研磨物品中へ例えば組み込むことができる。

【0014】

本発明の実施形態には、たとえ研磨粒子が比較的低い硬度を有しているとも、単独でまたは研磨物品中へ組み込まれた時に、非常に優れた研磨特性を有する研磨粒子が含まれる。別の態様では、本発明の実施形態には、非常に優れた強度および韌性を有する研磨粒子が含まれる。30

【0015】

本発明のこれらのおよび他の特徴および利点は、開示される実施形態の次の詳細な説明および添付の特許請求の範囲のレビュー後に明らかになるであろう。

【発明を実施するための最良の形態】**【0016】**

多数の用語が本発明の説明および特許請求の範囲全体にわたって用いられる。幾つかの用語の定義が下に与えられる。

【0017】**定義**

本明細書で用いるところでは、語句「部分的に安定化されたジルコニア」(P.S.Z.) (本明細書では時折「正方晶ジルコニア多結晶」(T.Z.P.)とも言われる)は、ジルコニアの一部が立方晶相構造にある部分に加えて正方晶相構造にあるほど十分な量の安定化金属酸化物をジルコニアが含有し、かつ、少量の单斜晶相構造(典型的には約20体積パーセント未満)のジルコニアを含んでも、または含まなくてもよいことを意味する。

【0018】

本明細書で用いるところでは、語句「十分に安定化された」は、全ジルコニアの大部分が立方晶相構造にあるほど十分な量の安定化金属酸化物を含有するジルコニアに関する。

【0019】

10

20

30

40

50

本明細書で用いるところでは、用語「焼結」は、加熱されつつある材料の溶融温度よりも下の温度で加熱して、焼きしまりと結晶子成長とを与えて強靭で硬く耐化学薬品性のセラミック材料を提供する方法に関する。「焼結された」研磨粒子は、加熱が加熱されつつある材料の溶融温度よりも上の温度で実施される溶融法によって製造されない。

【0020】

本明細書で用いるところでは、用語「粒度」は粒子の最大直径に関する。

【0021】

本明細書で用いるところでは、用語「硬度」は、金属のようなワークピースに貫入して、ワークピースからチップ除去を引き起こす研磨粒子の能力に関する。硬度は、本発明で用いるところでは、米国材料試験協会(ASTM)試験方法(Test Method)E384材料の微小硬度(Microhardness of Materials)についての試験方法(1991年)に述べられているガイドラインに従って測定される。これは下で実施例3において議論される。

10

【0022】

本明細書で用いるところでは、「韌性」は、研磨粒子が粉々にならないように研磨工程の間ずっと力に耐える研磨粒子の能力に関する。韌性は、実施例19で下に議論される、「Vickers Indentation Fracture Toughness Test, Part 1(ビッカース圧痕破損韌性試験、パート1)」、Mater. Sci. & Tech., 5 [9] (1989)に記載されているように測定される。

20

【0023】

I. 本発明の研磨粒子

A. 研磨粒子の化学組成

本発明の実施形態には、少なくとも部分的に安定化された、焼結された多結晶質ジルコニアを含む研磨粒子が含まれる。部分的に安定化されたジルコニア(PSZ)は、例えば、ジルコニア構造物中への1種または複数種の安定化金属酸化物の添加によって安定化されてもよい。ジルコニア構造物中へ組み込まれる安定化金属酸化物の量は、例えば、使用される安定化金属酸化物、および所望の「安定化」の程度が含まれるが、それらに限定されない多数の因子に依存して変わってもよい。

30

【0024】

典型的には、本発明によるPSZ研磨粒子は、研磨粒子の全重量を基準にして、約14.0重量パーセント以下の量で1種または複数種の安定化金属酸化物を含む。本発明の所望の一実施形態では、PSZ/TZP研磨粒子は、それぞれの研磨粒子の全重量を基準にして、約91.0～約97.0重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニアと、約9.0～約3.0重量パーセントの1種または複数種の安定化金属酸化物とを含む。

30

【0025】

安定化金属酸化物の選択は、例えば、研磨粒子の所望の特性、および研磨粒子の最終用途が含まれるが、それらに限定されない多数の因子に依存するかもしれない。本発明での使用に好適な安定化金属酸化物には、酸化カルシウム、酸化マグネシウム、酸化セリウム、酸化イットリウム、酸化ガドリニウム、酸化イッテルビウム、酸化ネオジム、酸化テルビウム、酸化プラセオジム、酸化ジスプロシウム、酸化ホルミウム、酸化サマリウム、酸化スカンジウム、酸化ランタン、酸化プロメチウム、酸化ユーロピウム、酸化エルビウム、酸化ツリウム、酸化ルテチウム、酸化チタン、酸化ゲルマニウム、酸化鉄、酸化銅、酸化亜鉛、イットリウム-ニオブ酸化物、イットリウム-タンタル酸化物、およびそれらの組合せが含まれるが、それらに限定されない。

40

【0026】

望ましくは、本発明によるPSZ研磨粒子は、酸化カルシウム、酸化マグネシウム、酸化セリウム、酸化イットリウム、酸化スカンジウム、およびそれらの組合せから選択された1種または複数種の安定化金属酸化物によって少なくとも部分的に安定化されている。より望ましくは、本発明によるPSZ研磨粒子は、酸化カルシウム、酸化マグネシウム、酸化セリウム、酸化イットリウム、およびそれらの組合せから選択された1種または複数

50

種の安定化金属酸化物によって少なくとも部分的に安定化されている。さらにより望ましくは、本発明によるPSZ研磨粒子は、酸化イットリウム、酸化セリウム、および酸化マグネシウムの形の安定化金属酸化物によって少なくとも部分的に安定化されている。

【0027】

上に議論されたように、本発明によるPSZ研磨粒子を少なくとも部分的に安定化するために使用される安定化金属酸化物の量は、例えば、使用される特定の安定化金属酸化物に依存して変わってもよい。例えば、本発明によるPSZ研磨粒子を少なくとも部分的に安定化するのに使用されてもよい安定化酸化カルシウムの所望の量は、研磨粒子成分の全モルを基準にして、約5～約9モルパーセントである。本発明によるPSZ研磨粒子を少なくとも部分的に安定化するのに使用されてもよい安定化酸化マグネシウムの所望の量は、研磨粒子成分の全モルを基準にして、例えば、約6～約10モルパーセントである。本発明によるPSZ研磨粒子を少なくとも部分的に安定化するのに使用されてもよい安定化酸化セリウムの所望の量は、研磨粒子成分の全モルを基準にして、例えば、約8～約12モルパーセントである。本発明によるPSZ研磨粒子を少なくとも部分的に安定化するのに使用されてもよい安定化酸化イットリウムの所望の量は、研磨粒子成分の全モルを基準にして、例えば、約2～約5モルパーセントである。

【0028】

本発明のさらなる実施形態では、本発明による研磨粒子は、研磨粒子の全重量を基準にして、40重量パーセント以下の1種または複数種の追加の金属酸化物を含んでもよい。これらの金属酸化物は、生じる砥粒の物理的性質を変えるおよび/またはジルコニアを安定化するかもしれない。本明細書で用いるところでは、用語「1種または複数種の追加の金属酸化物」は、ジルコニアと組み合わせて使用されてもよい金属酸化物を意味するが、ジルコニアに安定化を提供するために使用されるものではない。本発明に従った一実施形態では、本発明による研磨粒子は、研磨粒子の全重量を基準にして、0～40重量パーセントの1種または複数種の追加の金属酸化物を含む。望ましくは、本発明による研磨粒子は、研磨粒子の全重量を基準にして、0～約2(0～約7、0～約12、0～約17、0～約22、0～約27、0～約32、または0～約37)重量パーセントの1種または複数種の追加の金属酸化物を含む。より望ましくは、本発明による研磨粒子は、研磨粒子の全重量を基準にして、約17～約22重量パーセントの1種または複数種の追加の金属酸化物を含む。

【0029】

本発明の研磨粒子での使用のための追加の(非安定化)金属酸化物の選択は、例えば、研磨粒子の所望の性質、研磨粒子の所望のコスト、および研磨粒子の最終用途を含むがそれらに限定されない多数の因子に依存する。好適な追加の金属酸化物には、酸化アルミニウム、酸化ハフニウム、酸化ケイ素、酸化鉄、酸化カルシウム、酸化ナトリウム、酸化マグネシウム、酸化ランタン、酸化イットリウム、酸化チタン、酸化ニッケル、およびそれらの組合せが含まれるが、それらに限定されない。望ましくは、本発明による研磨粒子は、酸化アルミニウム、酸化ハフニウム、酸化イットリウム、酸化ケイ素、酸化鉄、酸化マグネシウム、酸化チタン、酸化ニッケル、希土類金属酸化物、およびそれらの組合せから選択された1種または複数種の追加の金属酸化物を含む。より望ましくは、本発明による研磨粒子は酸化アルミニウムをさらに含む。

【0030】

第2の金属酸化物の量およびタイプは、生じるジルコニア研磨粒子の物理的性質を改良するために選択されてもよい。例えば、アルミナの添加は研磨粒子の全体硬度を増やすかもしれない。同様に、第2の金属酸化物の量およびタイプは、生じるジルコニア研磨粒子の破損特性および/または研削特性を変えるかもしれない。

【0031】

本発明による研磨粒子は、金属酸化物の反応生成物を含有してもよい。例えば、アルミナは、1種または複数種の希土類酸化物および/または他の金属酸化物(例えば、Mn、Co、Y、Fe、Ti、Mn、V、Cr、Co、Ni、Cu、Mg、Ca、Sr、La、

Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、およびEuの酸化物)と反応して別個化合物を形成してもよい。かかる化合物の例には、LaAl₁₁O₁₈、GdAlO₃、CeAlO₃、EuAlO₃、NdAlO₃、PrAlO₃、Dy₃Al₅O₁₂、Er₃Al₅O₁₂、およびY₃Al₅O₁₂が挙げられてもよい。結晶の第3相のモルホロジー特性(例えば、アスペクト比、幅)およびかかる相の量は、生じた研磨粒子の破損/研削特性に影響を与えるかもしれない。

【0032】

本発明の一実施形態では、本発明による研磨粒子は、少なくとも60重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニア、約14重量パーセント以下の1種または複数種の安定化金属酸化物、および0~約40重量パーセントの1種または複数種の追加の金属酸化物を含む。望ましくは、本発明による研磨粒子は、少なくとも60~約97重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニア、約3~約9重量パーセントの1種または複数種の安定化金属酸化物、および0~約37重量パーセントの1種または複数種の追加の金属酸化物を含む。より望ましくは、本発明による研磨粒子は、少なくとも60~約87重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニア、約3~約9重量パーセントの1種または複数種の安定化金属酸化物、および10~約37重量パーセントの1種または複数種の追加の金属酸化物を含む。さらにより望ましくは、本発明による研磨粒子は、少なくとも60~約77重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニア、約3~約9重量パーセントの1種または複数種の安定化金属酸化物、および20~約37重量パーセントの1種または複数種の追加の金属酸化物を含む。

10

20

30

【0033】

本発明の所望の一実施形態では、本発明による研磨粒子は、少なくとも60~約97重量パーセントの焼結された多結晶質ジルコニア、約3~約8重量パーセントの安定化酸化イットリウム、および0~約37重量パーセントの酸化アルミニウムを含む。

【0034】

B. 研磨粒子の物理的性質

本発明による研磨粒子における部分的に安定化されたジルコニアの程度または正方晶ジルコニアおよび/または立方晶ジルコニアの量は、例えば、研磨粒子組成物に使用される安定化金属酸化物の量およびタイプに依存して変わってもよい。望ましくは、本発明による研磨粒子は、少なくとも50(60、70、80、または90でさえ)体積パーセントのジルコニアが正方晶結晶質構造を有するように、部分的に安定化されている。

【0035】

本発明による研磨粒子は典型的には約5マイクロメートル未満の平均結晶サイズを有する。望ましくは、本発明による研磨粒子は約3マイクロメートル未満の平均結晶サイズを有する。より望ましくは、本発明による研磨粒子は約0.3マイクロメートル~約2.5マイクロメートルの平均結晶サイズを有する。さらにより望ましくは、本発明による研磨粒子は約0.3マイクロメートル~約1.5マイクロメートルの平均結晶サイズを有する。

【0036】

本発明による研磨粒子の最長寸法は、典型的には少なくとも約10マイクロメートルである。本明細書で記載される研磨粒子は、約5マイクロメートルよりも大きい長さで容易に製造することができ、より大きい研磨粒子(例えば、約1000マイクロメートルよりも大きいまたは約5000、10,000、または25,000マイクロメートルさえよりも大きい)もまた容易に製造することができる。一般に、好ましい研磨粒子は、他のサイズもまた有用であり、ある種の用途向けにはさらに好ましいかもしれないが、約50~約5000マイクロメートルの範囲(典型的には約100~約3000マイクロメートルの範囲)の長さを有する。別の態様では、本発明による研磨粒子は典型的には少なくとも1.2:1、好ましくは少なくとも1.51、より好ましくは少なくとも2.0:1、2.5:1でさえのアスペクト比を有する。

40

【0037】

50

本発明による研磨粒子の比密度は、例えば、研磨粒子の化学組成、および加工条件を含むがそれらに限定されない多数の因子に依存して変わってもよい。望ましくは、本発明による研磨粒子の比密度は理論密度の 85% (90%、95%、98%、または 98.5% でさえ) よりも大きい。

【0038】

本発明によるある種の研磨粒子は、少なくとも 8 GPa、望ましくは少なくとも 10 GPa、より望ましくは少なくとも 12 GPa、さらにより望ましくは少なくとも 13 GPa、少なくとも 14 GPa、または少なくとも 16 GPa でさえの平均硬度（すなわち、耐変形性、また「微小硬度」とも言われる）を有する。

【0039】

別の態様では、本発明によるある種の研磨粒子は典型的には少なくとも $4 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 、望ましくは少なくとも $5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 、より望ましくは少なくとも $6 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 、さらにより望ましくは少なくとも $7 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 、少なくとも $8 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 、または少なくとも $10 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ でさえの平均韌性（すなわち、耐破損性）を有する。

【0040】

I I . 本発明の研磨粒子の製造方法

本発明に従って研磨粒子を製造するためのジルコニア源には、商業的に入手可能なものが含まれ、粉体および前駆体材料が含まれる。ZrO₂ 源にはまた、一般に HfO₂ のような他の金属酸化物も含まれる。望ましくは、ジルコニアは粉体形にあり、HfO₂、Al₂O₃、SiO₂、Fe₂O₃、CaO、Na₂O、および他の金属酸化物のような約 2 重量パーセント未満の不純物を含有する。より望ましくは、ジルコニアは約 1 重量パーセント未満の上記不純物を含有する。本発明での使用に好適なジルコニアには、ジョージア州マリエッタ (Marietta, GA) のジルコニア・セールス (Zirconia Sales, Inc.) 社から商品名「DK-1」で入手されるジルコニア粉体；ジルコニア・セールス社から商品名「HSY3.0」で入手されるイットリア安定化ジルコニア粉体；ジルコニア・セールス社から商品名「MSZ8.0」で入手されるマグネシア安定化ジルコニア粉体；ジルコニア・セールス社から商品名「ATZ-80」で入手されるイットリア安定化ジルコニア／アルミナ粉体；ニュージャージー州バウンド・ブルック (Bound Brook, NJ) のトーソー・セラミックス・ディビジョン (Tosoh Ceramics Division) から商品名「TZ-3Y」で入手されるイットリア安定化ジルコニア粉体；トーソー・セラミックスから商品名「TZ-3Y20A」で入手されるイットリア安定化ジルコニア／アルミナ共沈殿粉体；およびジルコニア・セールス社から商品名「CEZ10」で入手されるセリア安定化ジルコニア粉体が含まれるが、それらに限定されない。

【0041】

他のジルコニア源には、ジルコニアゾル（例えば、マサチューセッツ州アッシュランド (Ashland, MA) のニヤコール・ナノ・テクノロジーズ (Nyacol Nano Technologies) から入手可能な）、水酸化ジルコニウム（例えば、ミシシッピ州ウェストポイント (West Point, MS) のサザーン・アイオニックス (Southern Ionics) から入手可能な）、酢酸ジルコニウム（例えば、ザザーン・アイオニックスから入手可能な）、およびオキシ塩化ジルコニウム（例えば、カリフォルニア州サンマテオ (San Mateo, CA) のスタンフォード・マテリアルズ・カンパニー (Stanford Materials Company) から入手可能な）が含まれるが、それらに限定されない。コロイド状ジルコニア・ベース材料の処理に関する追加の詳細は、例えば、米国特許第 4,937,212 号（Funhenbusch）に見出すことができる。本発明に従って研磨粒子を製造するのに好適な他の材料は、本開示のレビュー後に当業者には明らかであるかもしれない。本発明に従って研磨粒子を製造するためのアルミナおよび他の添加酸化物の源には、アーカンソー州ボーキサイト (Bauxite, AR) のアルコア・インダストリアル・ケミ

10

20

30

40

50

カルズ (A l c o a I n d u s t r i a l C h e m i c a l s) から商品名「A - 1 6 S G」、アリゾナ州ツーソン (T u c s o n , A Z) のコンディア・ビスタ (C o n d e a V i s t a) から商品名「セラロックス (C E R A L O X) A P A」および「セラロックス H P A」、ノースカロライナ州シャーロット (C h a r l o t t e , N C) のバイコフスキー・インターナショナル (B a i k o w s k i I n t e r n a t i o n a l) から商品名「バイカラックス (B A I K A L O X) C R」および「バイカラックス S M - 8」、日本国東京の住友化学工業株式会社から商品名「A K P」で入手される、アルファ酸化アルミニウム粉体；ドイツ国ハンブルグ (H a m b e r g) のコンディア・ケミカル (C o n d e a C h e m i c a l) から商品名「ディスペラル (D I S P E R A L)」で入手されるアルミナゾル - ゲル前駆体ベーマイト (ガンマ - アルミナー水和物) のような商業的に入手可能な粉体および他の前駆体材料が含まれる。
10

【0042】

典型的には、研磨粒子組成物成分は、水のような液体媒体と混合されて分散系または溶液を形成し、それは、粉体の分散系の場合には、次に、個々の成分を脱凝集し、それらと一緒に混合するために典型的には粉碎工程にかけられる。粉碎工程は典型的には約60時間までの間行われる。いったん組成物成分が十分に脱凝集され（必要とされるように）、一緒に混合されたら、液体媒体は除去される（すなわち、非液化される）。アルミナおよび他の金属酸化物は、混合および非液化工程後に（そして、例えば、焼成後でさえ）それと同じものおよび／またはその前駆体を例えば導入することによって本発明による研磨粒子中へ組み込まれてもよい。例えば、かかる酸化物は、金属酸化物前駆体を含有するA1および他の金属陽イオンを含む溶液または分散系での多孔質ZrO₂の含浸によって添加されてもよい。含浸に関するさらなる詳細については、例えば、米国特許第5,312,789号（ウッド）を参照されたい。
20

【0043】

一般に、組成物（例えば、分散系）の非液化（乾燥をはじめとする）技法は、液体媒体の蒸発を促進するための加熱、または単に空気中での乾燥をはじめとして、当該技術では公知である。非液化工程は一般に液体媒体のかなりの部分を組成物から除去するが、少ない部分（例えば、約10重量%以下）の液体媒体は、乾燥された組成物中に依然として存在してもよい。
30

【0044】

当事者は、本明細書での開示をレビューした後に、乾燥温度、乾燥時間、乾燥速度（加熱および／または冷却速度をはじめとする）、環境（相対湿度、圧力（すなわち、大気圧または大気圧よりも上のまたは下の圧力）をはじめとする）、および／または本明細書で具体的に提供されるもの以外の非液化または乾燥雰囲気を構成する成分のような適切な条件を選択するだけでなく、分散系を非液化するための他の技法を選択することができるはずである。より好適な非液化または乾燥条件は、例えば、次の1つまたは複数に依存するかもしれない。今問題にしている分散系（例えば、分散系のパーセント固形分、分散系の成分、分散系の成分の量または相対量、分散系の成分の粒度、および／または分散系の成分の粒度分布）、非液化技法、乾燥温度、乾燥時間、乾燥速度、および非液化または乾燥雰囲気を構成する成分。
40

【0045】

あるいはまた、例えば、混合物は乾燥前に前駆体粒子へ変換されてもよい。これは、例えば、混合物が所望の粗粒子形状および粒度分布へ加工される場合に起こってもよい。例えば、分散系または溶液がロッドへと押し出されてもよく、ロッドは後で所望の長さにカットされ、次に乾燥される。最終の焼結された研磨ロッドは、約1：1～約10：1、典型的には1.5：1～約5：1、またはより望ましくは約2：1～約5：1の範囲のアスペクト比を望ましくは有してもよい。さらに、最終の焼結された研磨ロッドは、曲線状または直線状であってもよい。あるいはまた、例えば、混合物は三角形の形状の粒子へ成形され、次に乾燥されてもよい。三角形の形状の粒子に関する追加の詳細は、米国特許第5,201,916号（バーグラ）に見出されるかもしれない。
50

【0046】

非液化または乾燥工程の後、乾燥された研磨粒子前駆体は、焼成または予備焼結工程にかけられてもよい。一般に、本質的にすべての揮発分を除去し、分散系に存在した様々な成分を酸化物へ変換する、非液化材料またはセラミック前駆体材料の焼成技法は、当該技術では公知である。かかる技法には、回転炉または固定炉を用いて、遊離水が除去されるまで、典型的にはいかなる結合揮発分の少なくとも約90重量%が除去されるまで、非液化分散系を約400～1000（典型的には約450～800）の範囲の温度に加熱することが含まれる。幾つかの場合には、非液化分散系を焼成温度へゆっくり加熱する（例えば、非液化分散系を6時間期間にわたって750へ加熱する）ことが望ましいかもしれない。

10

【0047】

当業者は、本明細書での開示をレビューした後で、焼成温度、焼成時間、焼成速度（加熱および／または冷却速度をはじめとする）、環境（相対湿度、圧力（すなわち、大気圧または大気圧よりも上のまたは下の圧力）をはじめとする）、および／または本明細書で具体的に提供されるもの以外の焼成雰囲気を構成する成分のような適切な条件を選択するだけでなく、非液化分散系の他の焼成技法を選択することができるかもしれない。より好適な焼成条件は、例えば、次の1つまたは複数に依存するかもしれない。今問題にしている分散系（例えば、分散系のパーセント固形分、分散系の成分、分散系の成分の量または相対量、分散系の成分の粒度、および／または分散系の成分の粒度分布）、焼成温度、焼成時間、焼成速度、および焼成雰囲気を構成する成分。

20

【0048】

焼成温度は典型的には900未満（より典型的には約450～約800の範囲）である。望ましくは、焼成温度は約600～約700の範囲にある。しかしながら、例えば、非液化分散系が約500よりも下の温度である時間部分的に焼成され、次に約600よりも上の温度でさらに焼成される、幾つかの異なる焼成条件（異なる温度をはじめとする）を利用することが望ましいかもしれない。例えば、電気抵抗またはガスを用いて行うことができる焼成工程のための加熱は、回分でまたは連続であることができる。

20

【0049】

焼成または予備焼結の後、焼成されたまたは予備焼結された材料は焼結される。一般に、单斜晶ジルコニアを正方晶および／または立方晶ジルコニアへ変換するのに有効な温度で加熱して、いかなる金属酸化物前駆体をもジルコニアと反応させるか、または金属酸化物を形成させるかのどちらかをし、セラミック材料の密度を高めることを含む、焼成された材料の焼結技法は、当該技術では公知である。焼成された材料は、例えば、約1200～約1650（典型的には、約1200～約1550、より典型的には、約1300～約1450、またはさらに約1350～約1450）の範囲の温度に加熱することによって（例えば、回分で（例えば、固定炉を用いて）または連続で（例えば、ロータリーキルンを用いて）、電気抵抗、マイクロ波、プラズマ、レーザー、またはガス燃焼を用いて）焼結することができる。焼成された材料が焼結温度に曝される時間の長さは、例えば、粒度、粒子の組成、および焼結温度に依存する。典型的には、焼結時間は2,3秒～約120分まで（望ましくは、約3～60分以内）の範囲である。不活性（例えば、アルゴンもしくはヘリウム）または還元雰囲気（例えば、水素含有ガス）もまた有用であるかもしれないが、焼結は典型的には酸化雰囲気で成し遂げられる。

30

【0050】

当業者は、本明細書での開示をレビューした後に、焼結温度、焼結時間、焼結速度（加熱および／または冷却速度をはじめとする）、環境（相対湿度、圧力（すなわち、大気圧または大気圧よりも上の圧力（例えば、熱間静水圧成形）または下の圧力）をはじめとする）、および／または本明細書で具体的に提供されるもの以外の焼結雰囲気を構成する成分のような適切な条件を選択するだけでなく、焼成された材料の他の焼結技法を選択することができるかもしれない。より好適な焼結条件は、例えば、次の1つまたは複数に依存するかもしれない。今問題にしている分散系（例えば、分散系のパーセント固形分、分散

40

50

系の成分、分散系の成分の量または相対量、分散系の成分の粒度、および／または分散系の成分の粒度分布)、焼結温度、焼結時間、焼結速度、および焼結雰囲気を構成する成分。

【0051】

しかしながら、例えば、焼成されたまたはセラミック前駆体材料が1200よりも下の温度である時間部分的に焼結され、次に1350よりも上の温度でさらに焼結されてもよい、幾つかの異なる焼結条件(異なる温度をはじめとする)を利用することが望ましいかもしれない。

【0052】

焼結に関する追加の詳細は、例えば、米国特許第4,314,827号(レイセイザーラ)、同第5,489,204号(コンウェルラ)、同第5,653,775号(プロブニック(Provnick)ラ)および同第5,725,162号(ガーグラ)に見出すことができる。

【0053】

生じた焼結された材料または、例えば、(破碎または破碎と篩分けの後に焼結される)焼成された材料でさえも、所望のサイズへとサイズが減らされてもよい。研磨粒子材料は、下に記載される技法を用いて焼成前におよび／または焼結前にサイズが減らされてもよいことが特に言及されるべきである。生じた焼結された材料は、本発明による研磨粒子に望まれるものよりもサイズが典型的には大きい。焼結された材料は、ロール破碎、カナリアミリング、ジョー破碎、ハンマーミリング、ボールミル粉碎、ジェットミリング、衝撃破碎などをはじめとする、当該技術で公知の破碎および／または細碎技法を用いてより小さな一片へと変換することができるし、典型的には変換される。幾らかの場合には、2つまたは複数の破碎工程を有することが望ましい。例えば、焼結研磨材料の比較的大きな一片または「チャンク」(例えば、5cmよりも大きい直径)は、第1破碎工程でより小さな一片を形成するために破碎されてもよい。より大きなチャンクの破碎は、ハンマーミル、衝撃破碎機、ロール破碎機またはジョークラッシャーで成し遂げられてもよい。次により小さな一片は所望の粒度分布を生み出すために後で破碎されてもよい。所望の粒度分布(時折グリットサイズまたはグレードと言われる)を生み出すために、多数の破碎工程を行うことが必要であるかもしれない。一般に、破碎条件は、所望の粒子形状および粒度分布を達成するために最適化される。

【0054】

破碎はまた、焼結または焼成の前に起こってもよい。乾燥しているが燃やされていない材料は、米国特許第5,725,162号(ガーグラ)に記載されているような爆発細碎法によってサイズが減らされてもよい。乾燥された材料が、それよりも上では蒸発性成分が爆発的に膨張して、粒子を粉々にする温度に保持された炉中へ供給されてもよい。ある高温および滞留時間で、加熱は十分に密度の上がった研磨粒子を形成するのに十分であるかもしれない。

【0055】

本発明による研磨粒子の形状は、例えば、研磨粒子の組成および／または微細構造、ならびに研磨材料が破碎される方法(すなわち、用いられる破碎技法)に依存する。破碎技法はまた、異なる所望の形状を達成するために変更されてもよい。

【0056】

本発明による研磨粒子は、ANSI(アメリカ国家規格協会)、FEPA(研磨製品製造業者欧州連合)、およびJIS(日本工業規格)のような業界公認グレーディング標準の使用をはじめとする、当該技術で周知の技法を用いて篩分けし、等級分けすることができる。本発明による研磨粒子は、広範囲の粒度で、典型的にはサイズが約0.1～約500マイクロメートル、より典型的には約1～約2000マイクロメートル、望ましくは約5～約1500マイクロメートル、より望ましくは約100～約1500マイクロメートルの範囲で使用されてもよい。

【0057】

10

20

30

40

50

与えられた粒度分布では、粗粒から細粒までの粒度の範囲があるであろう。研磨材技術では、この範囲は時折「粗」、「コントロール」、および「細」分級物と言われる。業界公認グレーディング標準に従って等級分けされた研磨粒子は、数値的限度内の各公称グレードについて粒度分布を特定する。かかる業界公認グレーディング標準には、アメリカ国家規格協会(ANSI)標準、研磨製品製造業者欧州連合(FEPA)標準、および日本工業規格(JIS)標準が含まれる。ANSIグレード呼称(すなわち、指定公称グレード(s p e c i f i e d n o m i n a l g r a d e))には、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、およびANSI 600が含まれる。FEPAグレード呼称には、P8、P12、P16、P24、P36、P40、P50、P60、P80、P100、P120、P150、P180、P220、P320、P400、P500、P600、P800、P1000、およびP1200が含まれる。JISグレード呼称には、JIS8、JIS12、JIS16、JIS24、JIS36、JIS46、JIS54、JIS60、JIS80、JIS100、JIS150、JIS180、JIS220、JIS240、JIS280、JIS320、JIS360、JIS400、JIS400、JIS600、JIS800、JIS1000、JIS1500、JIS2500、JIS4000、JIS6000、JIS8000、およびJIS10,000が含まれる。
10
20

【0058】

例えば、焼成された材料の破碎および篩分けの後、多数の異なる粒度分布またはグレード品が典型的にはあるだろう。これらの多数のグレード品は、その特定の時に製造業者のまたは供給業者のニーズにマッチしないかもしれない。在庫品を最小にするために、需要外グレード品のリサイクルが可能である。需要外グレード品は、例えば、本発明による研磨粒子の製造用の原材料源として使用されてもよい。

【0059】

本発明による研磨粒子上に表面被覆を提供することもまた本発明の範囲内である。表面被覆は、例えば、下に記載されるように研磨物品中の研磨粒子とバインダー材料との間の接合を改善することが知られている。かかる表面被覆は、例えば、米国特許第1,910,444号(ニコルソン(Nicholson))、同第3,041,156号(ラウズラ)、同第4,997,461号(マークホフ・マテニー(Markhoff-Matheny)ら)、同第5,009,675号(クンツ(Kunz)ら)、同第5,042,991号(クンツら)、および同第5,085,671号(マーチン(Martin)ら)に記載されている。さらに、幾らかの場合には、被覆の追加は研磨粒子の研磨特性を改善する。別の態様では、表面被覆は、本発明による研磨粒子とバインダーとの間の接合を改善するかもしれない。
30

【0060】

上に記載されたように調製された本発明による研磨粒子は、単独でまたは他の研磨粒子と組み合わせて使用されてもよい。さらに、本発明による研磨粒子は、被覆研磨材、接合研磨材、不織研磨材、および研磨ブラシのような様々な研磨製品中へ組み込まれてもよい。

【0061】

I I I . 複数の研磨粒子および研磨粒子混合物

本発明による研磨粒子は、単独でまたは他の研磨粒子と組み合わせて、下に記載されるような研磨物品を形成するのに使用されてもよい。研磨粒子が他の研磨粒子と組み合わせて使用される場合、少なくとも約2重量パーセント、より望ましくは少なくとも約5重量パーセント、さらにより望ましくは約30~99重量パーセントの本発明による研磨粒子を有することが望ましい。幾らかの場合には、本発明による研磨粒子は、5~75重量パーセント、約25~75重量パーセント、約40~60重量パーセント、または約50/
40
50

50重量パーセント(すなわち、等重量で)の重量パーセントで他の研磨粒子および/または希釈粒子とブレンドされてもよい。

【 0 0 6 2 】

[0 0 6 3]

研磨粒子のブレンドが存在する場合、ブレンドを形成する研磨粒子タイプは同じサイズのものであってもよい。あるいはまた、研磨粒子タイプは異なる粒度のものであってもよい。例えば、より小さなサイズの粒子が別の研磨粒子タイプであり、より大きなサイズの研磨粒子が本発明による研磨粒子であってもよい。逆に、例えば、より大きなサイズの粒子が別の研磨粒子タイプであり、より小さなサイズの研磨粒子が本発明による研磨粒子であってもよい。

[0 0 6 4]

好適な希釈粒子の例には、大理石、石膏、火打石、シリカ、酸化鉄、ケイ酸アルミニウム、ガラス（ガラス球およびガラスピーブをはじめとする）、アルミナ球、アルミナビーズおよび希釈凝集物が挙げられるが、それらに限定されない。本発明による研磨粒子はまた、互いにまたは他の研磨粒子と組み合わされて研磨凝集物を形成することができる。研磨凝集物粒子は、典型的には複数の研磨粒子、バインダー、および任意の添加剤を含む。バインダーは有機および／または無機であってもよい。研磨凝集物は、ランダム形状であっても、またはそれらに関連してあらかじめ定められた形状を有してもよい。形状はブロック、シリンダー、ピラミッド、硬貨、正方形などであってもよい。研磨凝集物粒子は、約100～約5000マイクロメートル、典型的には約250～約2500マイクロメートルの範囲の粒度を典型的には有する。研磨凝集物粒子に関する追加の詳細は、例えば、米国特許第4,311,489号（クレスナー（Kressner））、同第4,652,275号（ブローチャー（Bloecher）ら）、同第4,799,939号（ブローチャーら）、同第5,549,962号（ホームズ（Holmes）ら）、および同第5,975,988号（クリスチアンソン（Christianson））に見出されるかもしれない。

[0 0 6 5]

本発明による研磨粒子は、単独でまたは他の研磨粒子と組み合わせて、被覆研磨製品、接合研磨製品（ガラス状、樹脂様、および金属接合研削砥石、カットオフホイール、マウントポイント、ならびにホーニング砥石をはじめとする）、不織研磨製品、および研磨ブラシのような、通常の研磨製品を製造するのに使用されてもよい。典型的には、研磨製品（すなわち、研磨物品）には、バインダーおよび研磨粒子が含まれ、研磨粒子の少なくとも一部分は、バインダーによって研磨製品内に固定された本発明による研磨粒子である。

かかる研磨製品の製造方法および研磨製品の使用方法は、当業者には周知である。さらに、本発明による研磨粒子は、研磨配合物（例えば、ポリッキングコンパウンド）のスラリー、粉碎媒体、ショットblast媒体、振動ミル媒体などのような、ルーズな研磨粒子を利用する研磨用途で使用されてもよい。

10

【0066】

被覆研磨製品には、一般に、バッキング、研磨粒子、および研磨粒子をバッキング上へ保持するための少なくとも1種のバインダーが含まれる。バッキングは、クロス、ポリマー・フィルム、纖維、織布、不織ウェブ、紙、またはそれらの組合せ、もしくはそれらの処理変型を含むが、それらに限定されない任意の好適な材料であってもよい。バインダーは、無機または有機バインダー（熱硬化性樹脂および放射線硬化性樹脂を含む）をはじめとする任意の好適なバインダーであることができる。研磨粒子は被覆研磨製品の1つまたは複数の層中に存在することができる。

【0067】

被覆研磨製品の例は図1に描かれている。この図について言及すると、被覆研磨製品1はバッキング（基材）2と研磨層3とを有する。研磨層3には、マイクコート（make coat）5とサイズコート6とによってバッキング2の正面に固定された本発明による研磨粒子4が含まれる。幾らかの場合には、スーパー・サイズコート（示されていない）が用いられる。

20

【0068】

接合研磨製品には、有機、金属、またはガラス状バインダーによって一緒に保持された研磨粒子の造形塊が典型的に含まれる。かかる造形塊は、例えば、研削砥石またはカットオフホイールのような、ホイールの形であることができる。研削砥石の直径は典型的には約1cm～1メートル超であり、カットオフホイールの直径は約1cm～80cm超（より典型的には3cm～約50cm）である。カットオフホイール厚さは典型的には約0.5mm～約5cm、より典型的には約0.5mm～約2cmである。造形塊はまた、例えば、ホーニング砥石、セグメント、マウントポイント、ディスク（例えば、二重ディスク研削機）または他の通常の接合研磨形状の形であることができる。接合研磨製品は、典型的には、その全体積を基準にして、約3～50体積%接合材料、約30～90体積%研磨粒子（または研磨粒子ブレンド）、50体積%までの添加剤（研削助剤をはじめとする）、および70体積%までの穴を含む。

30

【0069】

所望の一研磨物品は研削砥石である。図2について言及すると、ホイールに成形され、ハブ12上に取りつけられた、本発明による研磨粒子11を含む、研削砥石10が描かれている。

40

【0070】

不織研磨製品には、典型的には、本発明による研磨製品が構造物の全体にわたって分配され、有機バインダーによってその中に接着して接合された、解放型多孔質の嵩高いポリマー・フィラメント構造物が含まれる。フィラメントの例には、ポリエステル纖維、ポリアミド纖維、およびポリアラミド纖維が挙げられるが、それらに限定されない。図3に、約100倍に拡大された、典型的な不織研磨製品の略図が提供されている。かかる不織研磨製品は、その上へ本発明による研磨粒子52がバインダー54によって接合されている基材として纖維状マット50を含む。

【0071】

有用な研磨ブラシには、バッキングと一体の複数の剛毛を有するものが含まれる（例え

50

ば、米国特許第5,427,595号(ピール(Pihl)ら)、同第5,443,906号(ピールら)、同第5,679,067号(ジョンソン(Johnson)ら)、および同第5,903,951号(イオンタ(Ionta)らを参照されたい)。望ましくは、かかるブラシはポリマーと研磨粒子とを射出成形することによって製造される。

【0072】

研磨製品を製造するのに好適な有機バインダーには、熱硬化性有機ポリマーが含まれる。好適な熱硬化性有機ポリマーの例には、フェノール樹脂、尿素・ホルムアルデヒド樹脂、メラミン・ホルムアルデヒド樹脂、ウレタン樹脂、アクリレート樹脂、ポリエステル樹脂、ペンダント¹⁰、-不飽和カルボニル基を有するアミノプラスチック樹脂、エポキシ樹脂、アクリレート化ウレタン、アクリレート化エポキシ、およびそれらの組合せが挙げられる。バインダーおよび/または研磨製品にはまた、纖維、滑剤、潤滑剤、チキソトロピー材料、界面活性剤、顔料、染料、帯電防止剤(例えば、カーボンブラック、酸化バナジウム、グラファイトなど)、カップリング剤(例えば、シラン、チタネート、ジルコアルミニートなど)、可塑剤、沈殿防止剤などのような添加剤が含まれてもよい。これらの任意の添加剤の量は、所望の特性を与るために選択される。カップリング剤は、研磨製品および/または充填材への接合を改善することができる。バインダー成分は、熱硬化されても、放射線硬化されてもまたはそれらの組合せであってもよい。バインダー成分に関する追加の詳細は、米国特許第4,588,419号(カール(Caul)ら)、同第4,751,137号(ツメイ(Tumei)ら)、および同第5,436,063号(フォレット(Folett)ら)に見出されるかもしれない。²⁰

【0073】

バインダー材料はまた、充填材料または研削助剤を典型的には粒状材料の形で含有してもよい。典型的には、粒状材料は無機材料である。本発明での使用に好適な充填材の例には、金属炭酸塩(例えば、炭酸カルシウム(例えば、チョーク、方解石、泥灰岩、トラバーチン、大理石、および石灰岩)、炭酸カルシウムマグネシウム、炭酸ナトリウム、炭酸マグネシウム)、シリカ(例えば、石英、ガラスビーズ、ガラス球およびガラス纖維)、ケイ酸塩(例えば、タルク、粘土、(モンモリロナイト)長石、雲母、ケイ酸カルシウム、メタケイ酸カルシウム、アルミニオケイ酸ナトリウム、ケイ酸ナトリウム)、金属硫酸塩(例えば、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、硫酸ナトリウム、硫酸アルミニウムナトリウム、硫酸アルミニウム)、石膏、バーミキュライト、木粉、アルミニウム三水和物、カーボンブラック、金属酸化物(例えば、酸化カルシウム(石灰)、酸化アルミニウム、二酸化チタン)、および金属亜硫酸塩(例えば、亜硫酸カルシウム)が挙げられるが、それらに限定されない。³⁰

【0074】

一般に、研削助剤の添加は研磨製品の可使時間を増加させる。研削助剤は、研磨の化学的および物理的プロセスに顕著な影響を有する材料であり、改善された性能をもたらす。理論によって縛られたくないが、研削助剤は(a)研磨粒子と研磨されつつあるワークピースとの間の摩擦を低下させる、(b)研磨粒子を「キャッピング」から防ぐ(すなわち、金属粒子が研磨粒子の最上面に融着されるようになるのを防ぐ)、または研磨粒子のキャップする傾向を少なくとも減らす、(c)研磨粒子とワークピースとの間の界面温度を低下させる、および/または(d)研削力を低下させると考えられる。⁴⁰

【0075】

研削助剤は、広範囲の異なる材料を包含し、無機または有機ベースであることができる。研削助剤の化学的グループの例には、ワックス、有機ハライド化合物、ハライド塩ならびに金属およびそれらの合金が挙げられるが、それらに限定されない。有機ハライド化合物は、典型的には研磨中に分解し、ハロゲン酸またはガス状ハライド化合物を放出するであろう。かかる材料の例には、テトラクロロナフタレン、ペントクロロナフタレン、およびポリ塩化ビニルのような塩素化ワックスが挙げられる。ハライド塩の例には、塩化ナトリウム、カリウム氷晶石、ナトリウム氷晶石、アンモニウム氷晶石、テトラフルオロホウ酸カリウム、テトラフルオロホウ酸ナトリウム、フッ化ケイ素、塩化カリウム、および塩⁵⁰

化マグネシウムが挙げられる。金属の例には、錫、鉛、ビスマス、コバルト、アンチモン、カドミウム、および鉄チタンが挙げられる。他の種々雑多の研削助剤には、硫黄、有機硫黄化合物、グラファイト、および金属硫化物が含まれる。異なる研削助剤の組合せを使用することもまた本発明の範囲内であり、幾らかの場合には、これは相乗効果を生み出すかもしれない。所望の一研削助剤は冰晶石である。別のもっと所望の研削助剤はテトラフルオロホウ酸カリウムである。

【0076】

研削助剤は、被覆研磨製品および接合研磨製品において特に有用であることができる。被覆研磨製品では、研削助剤は、典型的には、研磨粒子の表面の一面に塗布されているスーパーサイズコート中に使用される。しかしながら、時折、研削助剤はサイズコートに添加される。典型的には、被覆研磨製品中へ組み込まれる研削助剤の量は、約50～300g/m²（望ましくは、約80～160g/m²）である。ガラス状接合研磨製品では、研削助剤は典型的には製品の穴の中へ含浸される。

【0077】

本発明の研磨製品は、研磨物品中に一様に分配されていても、または研磨物品の選択された区域もしくは部分に濃縮されていてもよい。例えば、被覆研磨材では、研磨粒子の2層があってもよい。第1の層は本発明による研磨粒子以外の研磨粒子を含み、第2の（最外）層は本発明による研磨粒子を含む。同様に接合研磨材でも、研削砥石の2つの別個の部分があってもよい。最外部分は本発明による研磨粒子を含んでいてもよいが、最内部分はそれを含まない。あるいはまた、本発明による研磨粒子は接合研磨物品の全体にわたつて一様に分配されていてもよい。

【0078】

被覆研磨製品に関するさらなる詳細は、例えば、米国特許第4,734,104号（ブロバーグ（Broberg））、同第4,737,163号（ラーKEY（Larkey））、同第5,203,884号（ブッチャナン（Buchanan）ら）、同第5,152,917号（ピーパー（Pieper）ら）、同第5,378,251号（カラーチューラー（Colorチューラー）ら）、同第5,417,726号（スタウト（Stout）ら）、同第5,436,063号（フォレット（Foret）ら）、同第5,496,386号（ブロバーグら）、同第5,609,706号（ベネディクト（Benedict）ら）、同第5,520,711号（ヘルミン（Helmin））、同第5,954,844号（ロウ（Law）ら）、同第5,961,674号（ガグリアルディ（Gagliardi）ら）、および同第5,975,988号（クリスチナソン（Christinson））に見出すことができる。接合研磨製品に関するさらなる詳細は、例えば、米国特許第4,453,107号（ルー（Rue））、同第4,741,743号（ナラヤナン（Narayanan）ら）、同第4,800,685号（ハイネス（Haynes）ら）、同第4,898,597号（ヘイ（Hay）ら）、同第4,997,461号（マークホフ・マテニー（Markhoff-Matney））、同第5,038,453号（ナラヤナンら）、同第5,110,332号（ナラヤナンら）、および同第5,863,308号（クイ（Qi）ら）に見出すことができる。さらに、ガラス状接合研磨材に関する詳細は、例えば、米国特許第4,543,107号（ルー）、同第4,898,597号（ヘイ）、同第4,997,461号（マークホフ・マテニー（Markhoff-Matney））、同第5,094,672号（ガイルス（Giles）ら）、同第5,118,326号（シェルドン（Sheldon）ら）、同第5,131,926号（シェルドン（Sheldon）ら）、同第5,203,886号（シェルドン（Sheldon）ら）、同第5,282,875号（ウッド（Wood）ら）、同第5,738,696号（ウー（Woo）ら）、および同第5,863,308号（クイ）に見出すことができる。不織研磨製品に関するさらなら詳細は、例えば、米国特許第2,958,593号（フーバー（Hoover）ら）に見出すことができる。

【0079】

V. 本発明の研磨粒子を用いる研磨方法

本発明による研磨粒子での研磨方法は、例えば、かぎ裂き（すなわち、高圧高ストック除去）から磨き（例えば、被覆研磨ベルトでの医療移植材料の磨き）まで多岐にわたり、

10

20

30

40

50

後者は典型的にはより細かいグレードの（例えば、ANSI 220未満およびそれより細かい）研磨粒子で行われる。本発明による研磨粒子はまた、カム回転軸のガラス状接合砥石での研削のような、精密研磨用途で使用されてもよい。特定の研磨用途向けに用いられる研磨粒子のサイズは当業者には明らかであろう。

【0080】

本発明による研磨粒子での研磨は乾式または湿式で行われてもよい。湿式研磨のためにには、浸すために液体が軽ミストの形で導入供給されてもよい。一般に使用される液体の例には、水、水溶性オイル、有機減摩剤、および乳剤が挙げられるが、それらに限定されない。液体は、研磨に関連した熱を減少させるのに役立つおよび／または減摩剤としての役割を果たすかもしれない。液体は、殺菌剤、消泡剤などのような少量の添加剤を含有してもよい。

【0081】

本発明による研磨粒子は、アルミニウム金属、炭素鋼、軟鋼、工具鋼、ステンレススチール、焼入れ鋼、チタン、ガラス、セラミックス、木材、木材様材料、ペイント、塗面、有機塗布面などのようなワークピースを研磨するのに使用されてもよい。研磨中に加えられる力は典型的には約1～約100キログラムの範囲である。

【0082】

本発明の一実施形態では、本発明の研磨粒子は、1008、1012もしくは1018軟鋼のような低炭素鋼金属またはアルミニウムのような他のより低い硬度の金属を研磨するのに特に有用である。本発明の研磨粒子は、より高い加えられた負荷の下に、より粗いグレードサイズを用いて低炭素鋼を研磨する場合に意外にも申し分なく作動することが確認された。2つの所望のより粗いグレードサイズはグレード24およびグレード36である。所望の加えられる負荷は約10キログラムよりも大きい。

【実施例】

【0083】

本発明はさらに次の実施例によって例示されるが、他の条件および詳細だけでなく、これらの実施例に列挙される特定の材料およびその量も本発明を不当に限定すると解釈されるべきではない。本発明の様々な修正および変更が当業者には明らかになるであろう。特に明記しない限り、すべての部および百分率は重量による。

【0084】

実施例1

ポリエチレンボトル(1000ml、8.9cm直径)に823.8グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体(ジョージア州マリエッタのジルコニア・セールス社から商品名「HSY3.0」(残りが Al_2O_3 、 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 CaO 、および Na_2O のような不純物よりなる、94重量% ZrO_2 (+ HfO_2)、および5.4重量% Y_2O_3)の公称組成物)で入手される)、3.0グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体(カタログ#24,756-1、ウィスコンシン州ミルウォーキー(Milwaukee, WI)のアルドリッヂ・ケミカル・カンパニー(Aldrich Chemical Company)から入手される)、および405.4グラムの蒸留水を装入した。約550グラムのマグネシア安定化ジルコニア粉碎媒体(12.7mm直径、97%ジルコニア、オハイオ州エースト・パレスチン(East Palestine, OH)のユー・エス・ストーンウェア(U.S. Stoneware Corp)社から入手される)をボトルに加え、混合物を120rpmで2時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集した。

【0085】

粉碎の後、粉碎媒体を除去し、次のものを加えることによって噴霧乾燥用のスラリーを調製した。106.3グラムの蒸留水で希釈した51.9グラムのアクリル樹脂(ペンシルバニア州フィラデルフィア(Philadelphia, PA)のローム・アンド・ハース・カンパニー(Rohm and Haas Company)から商品名「デュラマックス(DURAMAX)B-1000バインダー(BINDER)」で入手される)、19.1グラムの蒸留水で希釈した5.7グラムの可塑剤(コネチカット州ダンバリー

10

20

30

40

50

(Danbury, CT) のユニオン・カーバイド (Union Carbide) から商品名「カーボワックス・ポリエチレン・グリコール (CARBOWAX POLYETHYLENE GLYCOL) 400」で入手される)、0.3グラムの分散剤 (ユニオン・カーバイドから商品名「ターキトール・ミン・フォーム・1X・界面活性剤 (TERGITOL MIN-FOAM 1X SURFACTANT)」で入手される)、0.4グラムの水酸化アンモニウム (マサチューセッツ州ワード・ヒル (Ward Hill, MA) のアルファ・エーサー (Alpha Aesar) から入手される)、および溶液中に閉じ込められた空気を減らすための0.5グラムの脱泡剤 (サウスカロライナ州グリービル (Greenville, SC) のクルーシブル・ケミカル・カンパニー (Crucible Chemical Company) から商品名「フォームキル (FOAM KILL) 852」で入手される)。生じたスラリーを磁気攪拌棒で混合し、噴霧乾燥した (ニューヨーク州ウェストベリー (Westbury, NY) のブリンクマン・インスツルメンツ (Brinkman Instruments) から入手されるブッチ・ミニ・スプレー・ドライヤー (Buchi Mini Spray Dryer) B-191 を用いて)。噴霧乾燥中の入口温度は約195 度あり、出口温度は約100 度であった。生じた粉体は凝集しておらず、さらさらして、ペレットへ容易に圧縮成形可能であった。

【0086】

カーバー・ラボラトリリー・プレス (Carver Laboratory Press) から入手した成形機 (モデルM、インディアナ州ウォバッシュ (Wabash, IN) のカーバー (Carver Inc.) 社) を用いて約100 MPaの加圧を用いて、粉体を約14.5グラムの重さがあるペレットへ圧縮成形した。ペレットの直径は3.18 cm であり、高さは約0.5 cm であった。ペレットを炉中約1 / 分の加熱速度で空气中約690 度に加熱し、約690 度の温度に1時間保持し、炉への電力を切ってペレットを室温に放冷することによって有機成分をペレットから焼き尽くした。次に、電気加熱炉 (ニュージャージー州ブルームフィールド (Bloomfield, NJ) のシーエム・ファーネシズ (CM Furnaces) から商品名「ラピッド・テンプ・ファーネス・タイプ (RAPID TEMP FURNACE TYPE) 1706FL」で入手される) 中で約20 / 分の速度で1400 度にペレットを加熱することによってペレットを予備焼結した。温度を1400 度に2時間保持した後、炉を約20 / 分の制御した冷却速度で冷却した。

【0087】

生じた予備焼結ペレットは、理論密度であると考えられるものの98.2 %である、約5.94 g / cm³ の密度を有した。熱間静水圧成形 (HIP) 装置 (モデルNo. IPS イーグル (Eagle) 6-45、オハイオ州コロンバス (Columbus, OH) のインターナショナル・プレシャー・サービス (International Pressure Services) / アメリカン・アイソ STATIC プレス (American Isostatic Presses) 製の) でペレットを熱間静水圧成形 (HIPed) した。ペレットを約207 MPaの圧力でアルゴン中1375 度に加熱することによってそれらを熱間静水圧成形した。ペレットを20 / 分の加熱速度で室温～1200 度まで加熱し、次に13 / 分の加熱速度で1200 度～1375 度まで加熱した。ペレットを1375 度の温度に1時間保持した。次にペレットを約30 / 分の冷却速度で1375 度から室温に冷却した。生じた実施例1材料の密度は、理論密度であると考えられるものの99.8 %である、6.04 g / cm³ であった。

【0088】

図4は、実施例1材料の破面の走査電子顕微鏡 (SEM) 顕微鏡写真のデジタル画像である。実施例1の一片を小さな一片へと粉々にした。新たに露出された破面を、アルミニウムSEMスタブ上に載せ、金・パラジウムの薄層で被覆し、走査電子顕微鏡 (商品名「JEOL SEM」(日本国昭島の日本電子株式会社製のモデルJSM6400) で入手される) を用いて観察した。材料は、約0.5マイクロメートルの平均粒度で、高密度で

あることが観察された。

【0089】

「チップムンク (C h i p m u n k) 」ジョークラッシャー (カリフォルニア州バーバンク (B u r b a n k , C A) のビコ (B I C O I n c .) 社によって製造されたモデル N o . 2 4 1 - 3 4 、タイプ V D) を用いて、実施例 1 の熱間静水圧成形した材料を (研磨) 粒子へ破碎し、 - 2 5 + 3 0 および - 3 0 + 3 5 メッシュ分級物を保有するべく等級分けした。これらの 2 メッシュ分級物を 5 0 / 5 0 重量パーセントブレンドを与るために組み合わせた。 - 2 5 + 3 0 および - 3 0 + 3 5 メッシュ分級物の約 3 0 グラムの 5 0 / 5 0 ブレンドを各被覆研磨ディスク中へ組み込んだ。

【0090】

通常の手順に従って被覆研磨ディスクを製造した。炭酸カルシウム充填フェノール系メイク樹脂 (m a k e r e s i n) (水およびグリコールエーテルで 8 1 重量 % 固形分に希釈した、 4 8 重量 % レゾールフェノール樹脂、 5 2 重量 % 炭酸カルシウム) と通常の氷晶石充填フェノール系サイズ樹脂 (s i z e r e s i n) (水およびグリコールエーテルで 7 8 重量 % 固形分に希釈した、 3 2 重量 % レゾールフェノール樹脂、 2 重量 % 酸化鉄、 6 6 重量 % 氷晶石) とを用いて、焼結した研磨粒子を 1 7 . 8 c m 直径、 0 . 8 m m 厚さのバルカナイズドファイバーパッキング (2 . 2 c m 直径の中心穴を有する) に接合した。湿ったメイク樹脂コーティングは約 1 8 5 g / m² の塗布量で塗布した。メイクコートを塗布した後直ちに、焼結した研磨粒子を静電気的に被覆した。メイク樹脂を 8 8 で 1 2 0 分間予備硬化させた。次に氷晶石充填フェノール系サイズコートをメイクコートおよび研磨粒子の一面に被覆した。湿ったサイズコーティングを約 5 0 0 g / m² の塗布量で塗布した。サイズ樹脂を 9 9 で 1 2 時間硬化させた。被覆研磨ディスクを試験前に屈曲させた。

【0091】

比較例 A

比較例 A 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりにゾル - ゲル由来研磨粒子 (商品名 「 3 2 1 キュービトロン (C U B I T R O N) 」 でミネソタ州セントポール (S t . P a u l , M N) の 3 M カンパニー (C o m p a n y) によって市販されている) を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように製造した。

【0092】

比較例 A 研磨粒子の有効一軸引張強度は、 - 1 4 + 1 6 メッシュ分級物を保有するべく粒子の粗い分級物を等級分けすることによって測定した。個々の粒子の破損荷重は、材料試験ワークステーション (ミネソタ州エデン・プレイリー (E d e n P r a i r i e , M N) のエムティエス・システムズ・コーポレーション (M T S S y s t e m s C o r p o r a t i o n) から入手可能な、商品名 「 シンテック (S i n t e c h) 1 0 / D 」 で入手される) を用いて測定した。試験されるべき各粒子の代表的な直径は、マイクロメーターを用いて 0 . 0 0 1 m m と測定された。

【0093】

粒子をマイクロメーターの水平に配置された固定金具上に置き、同じ相対的位置の試験型枠に移した。 1 . 2 7 c m の直径を有する W C ロッド (ペンシルベニア州アーヴィング (I r w i n , P A) のカービディ (C a r b i d i e) から商品名 「 グレード (G r a d e) C D - 6 3 0 」 で入手される) を負荷ロッド用に用いた。高速度ダイヤモンド鋸 (イリノイ州レークプラフ (L a k e B l u f f , I L) のビューラー (B u e h l e r L t d .) 社から商品名 「 ビューラー・アイソメット (B u e h l e r I s o m e t) 2 0 0 0 」 で入手される) でそれらの末端を切り取ることによって、 W C ロッドの面を試験測定用に準備した。ダイヤモンド研磨ベルト (ミネソタ州セントポールの 3 M カンパニーから入手可能な商品名 「 3 M フレックス・ダイヤモンド・サンディング・ベルト (F l e x D i a m o n d S a n d i n g B e l t) - 7 4 μ m 」 で入手される) でロッド面のエッジに斜角をつけ、ロッドの面を 9 マイクロメートルのダイヤモンド懸架 (イリノイ州レークプラフのビューラー社から商品名 「 オートメット 3 ポリッシャー (A U T O 50

M E T 3 P o l i s h e r) 」で入手される) および研磨布(ピューラー社から商品名「テクスメット(TEXMET)」研磨布で入手される)で磨いた。

【0094】

粒子を試験する前には、WCロッドは鏡のような仕上げを有した。個々の粒子を下方の負荷ロッド上に置き、上方負荷ロッドが検体にちょうど触れるまでそれを下げる。破損するまで粒子に0.50mm/分のクロスヘッド速度で荷重をかけた。名目上、各材料の15粒子を試験した。

【0095】

破損での荷重が記録されるように、荷重・変位(LD)曲線を記録した。典型的にはLD曲線は破損に一次ではなかったが、試験検体のクラッキングおよびチッピングに対応すると考えられた1つまたは複数の負荷降下を含んだ。たまに、検体を、ほぼ平らな面が負荷ロッドに接触するように配置した。これらの検体は通常、最高の破損荷重を示した。これらの場合、円筒状のまたは球状の検体の直径圧縮試験で典型的な誘起引張応力の代わりに圧縮応力が存在したと考えられる。粒子の有効な一軸引張強度は、ジェイ・エヌ・ブレッカー(J.N.Brecker)による論文、「研磨粒子の破損強度(The Fracture Strength of Abrasive Particles)」、J. Eng. Ind., 96 [4] 1253-57 (1974)に与えられている方程式によって測定した。球体および立方体の強度の平均値から測定された(最大歪み理論によって測定されるように)、この方程式における引張強度は、

【数1】

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

(式中、Pは破損荷重であり、aは粒度である)

で与えられる。

【0096】

比較例Aについての平均引張強度および標準偏差は、この技法で測定されるところでは、161MPa±71MPaであった。ワイブル(Weibull)弾性率は2.33であった。

【0097】

実施例1および比較例Aの研削性能

実施例1および比較例A研磨ディスクを次の通り評価した。各被覆研磨ディスクを、斜角付きアルミニウム・バックアップ・パッド上に取り付け、あらかじめ秤量した1.26cm×17.8cm×10.2cm、1018軟鋼ワークピースの面を研削するのに用いた。バックアップ・パッドの斜縁の上を覆うディスクの部分が試験の最初の24分間10.1kgの負荷でワークピースに接触している間ずっと、ディスクを5,000rpmで駆動した。24分の後、負荷を試験の最終6分間17.3kgに増やした。各ディスクを1分間隔で次々に個々のワークピースを研削するのに用いた。総カット量は、試験期間の全体にわたってワークピースから除去された材料の量の合計であった。各分について記録されたカット量を図5にプロットして示す。12、24、および30分後の総カット量を下の表1に報告する。

【0098】

表1

実施例	12分 総カット量、g	24分 総カット量、g	30分 総カット量、g
比較例A	1138	1404	1404
1	1338	2706	3702

【0099】

10

20

30

40

50

実施例 2

ポリエチレンボトルに 295.7 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体（「H S Y 3.0」）、0.8 グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体（カタログ # 24, 756-1）、および 128.6 グラムの蒸留水を装入した。0.4 グラムの分散剤（「ターギトール・ミン・フォーム・1 X・界面活性剤（T E R G I T O L M I N - F O A M 1 X S U R F A C T A N T ）」）と溶液中に閉じ込められた空気を減らすための 0.5 グラムの脱泡剤（「フォームキル（F O A M K I L L ）852」）とを混合物に加えた。約 470 グラムのマグネシア安定化ジルコニア粉碎媒体（12.7 mm 直径、97% ジルコニア、ユー・エス・ストーンウェア社から入手される）をボトルに加え、混合物を 1.5 時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集した。

10

【0100】

粉碎の後、粉碎媒体を除去し、スラリーをガラス（「パイレックス（P Y R E X ）」）皿中へ注いだ。粉体の沈降を防ぐために皿をゆっくりと振動させながら、スラリーから約 46 cm (18 インチ) に保持したヒート・ガンを用いてスラリーを乾燥させた。ヒート・ガンで乾燥させた後、皿を 90° で追加の 30 分間乾燥オーブン中に入れて材料をより完全に乾燥させた。乾燥した粉体床にスパチュラで刻み目を入れ、皿から剥がして材料の小さなフレークを形成した。各フレークは約 0.5 ~ 3 グラムの重さがあった。フレークを炉中空气中で約 1 / 分の加熱速度で室温から 690° まで加熱することによって有機成分をフレークから焼き尽くした。温度を 690° に 1 時間保持し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。

20

【0101】

約 140 グラムの生じたフレークを、制御大気炉（モデル No. 1000-4560 FP、カリフォルニア州サンタバーバラ（Santa Barbara, CA）のアストロ・インダストリーズ（A s t r o I n d u s t r i e s ））を用いてアルゴン中 1500° で 1 時間焼結した。フレークを約 10 / 分で室温から 1500° まで加熱し、1500° に 1 時間保持し、約 10 / 分の冷却速度で 800° まで冷却し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。生じたフレークは、理論密度であると考えられるものの 99.2 % である、約 6.00 g / cm³ の密度を有した。

【0102】

実施例 2 の平均引張強度を比較例 A について記載したように測定した。実施例 2 の平均引張強度および標準偏差は 685 MPa ± 529 MPa であった。ワイブル弾性率は 1.65 であった。

30

【0103】

焼結したフレークを実施例 1 に記載したように破碎し、等級分けした。-25 + 30 および -30 + 35 メッシュ分級物の 50 / 50 ブレンドを調製した。実施例 2 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに実施例 2 の 50 / 50 ブレンドを使用したこと除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0104】

実施例 3

690° に加熱した約 140 グラムの実施例 2 フレークを、制御大気炉（モデル No. 1000-4560 FP）を用いてアルゴン中 1450° で 1 時間予備焼結した。フレークを約 10 / 分の加熱速度で室温から 1450° まで加熱し、1450° に 1 時間保持し、約 10 / 分の冷却速度で 800° まで冷却し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。

40

【0105】

生じたフレークは、理論密度であると考えられるものの 98.7 % である、約 5.97 g / cm³ の粘度を有した。次にフレークを実施例 1 に記載したように熱間静水圧成形した。生じた実施例 3 材料の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.3 % である、6.07 g / cm³ であった。

【0106】

50

実施例 3 の平均引張強度および標準偏差は、比較例 A に従って測定したところでは、 $672 \text{ MPa} \pm 402 \text{ MPa}$ であった。ワイブル弾性率は 2.20 であった。

【0107】

図 6 は、実施例 3 熱間静水圧成形材料の破面の走査電子顕微鏡 (SEM) 顕微鏡写真のデジタル画像である。実施例 3 の一片を小さな一片へと粉々にした。新たに露出された破面を、アルミニウム SEM スタブ上に載せ、金 - パラジウムの薄層で被覆し、走査電子顕微鏡（商品名「JEOL SEM」（日本国昭島の日本電子株式会社製のモデル JSM 6400）で入手される）を用いて観察した。実施例 3 材料の平均粒度は約 0.5 マイクロメートルであった。

【0108】

実施例 3 熱間静水圧成形材料の平均微小硬度は、加工したフレークを取り付けることによって測定した。より具体的には、実施例 3 材料を $3.18 \text{ cm} (1.25 \text{ インチ})$ 直径、 $1.9 \text{ cm} (0.75 \text{ インチ})$ 高さの樹脂のシリンダー中に固定した。取り付けた試料を、ダイヤモンド・ラッピング・フィルム（メネソタ州セントポールの 3M カンパニーから商品名「インペリアル・ダイヤモンド・ラッピング・フィルム（IMPERIAL DIAMOND LAPPING FILM）」で入手される）を用いて、試料の磨かれた横断面を得るために最終磨き工程では 0.5 マイクロメートルのダイヤモンド・フィルムを用いて磨いた。

【0109】

硬度測定は、500 グラム・インデント荷重を用いるビッカース (Vickers) 圧子を備えた通常の微小硬度試験機（日本国東京のミツトヨ（Mitutoyo Corp.）社から商品名「ミツトヨ MVK-VL」で入手される）を用いて行った。硬度測定は、米国材料試験協会（ASTM）試験方法 E 384 材料の微小硬度についての試験方法（Test Methods for Microhardness of Materials）（1991 年）に従って行った。報告される硬度値は 10 測定値の平均である。実施例 3 熱間静水圧成形材料の平均微小硬度は 13.2 GPa であった。

【0110】

実施例 3 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに実施例 3 研磨粒子を使用したこと除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0111】

実施例 2 ~ 3 および比較例 A の研削性能

試験の長さが 18 分であり、負荷が 17.3 kg であったことを除いて、見出し「実施例 1 および比較例 A の研削性能」のところで上に記載したように実施例 2 および 3 ならびに比較例 A 被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。各分について記録されたカット量を図 7 にプロットして示す。12、および 18 分の研削後の総カット量を下の表 2 に報告する。

【0112】

表 2

実施例	12分 総カット量、g	18分 総カット量、g
比較例 A	1245	*
2	2371	3041
3	2572	3737

* 18 g / 分の低いカット速度のため 12 分後に試験を停止した。

【0113】

実施例 4

ポリエチレンボトルに 384.2 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体（「HSY

10

20

30

40

50

3 . 0 」)、0 . 7 グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体(カタログ# 24 , 756 - 1)、および350 . 6 グラムの蒸留水を装入した。アリゾナ州ツーソンのコンディア・ビスター・カンパニーから商品名「MgO入りセラロックス APA 0 . 5」(残りがSiO₂、Fe₂O₃、CaO、およびNa₂Oのような不純物よりなる、99 . 97重量% Al₂O₃および500 ppm MgOの公称組成物)で入手される100 . 2 グラムのマグネシア添加アルミナ粉体を混合物に加えた。約500 グラムのマグネシア安定化ジルコニア粉砕媒体(12 . 7 mm および9 . 53 mm 直径(2 サイズ、約40 % のより大きなサイズ、および約60 % のより小さなサイズ)、97 % ジルコニア、ユー・エス・ストーンウェア社から入手される)をボトルに加え、混合物を54 時間粉砕機にかけて粉体を脱凝集し、混合した。

10

【0114】

粉碎の後、実施例4のプレ研磨材料のフレークを実施例2に記載したように調製した。フレークを空气中で670 に1時間加熱することによって有機成分をフレークから焼き尽くした。フレークを約1 / 分の加熱速度で室温から670 まで加熱し、670 に1時間保持し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。

【0115】

約160 グラムの生じたフレークを、制御大気炉(モデルNo. 1000 - 4560 FP)を用いてアルゴン中1600 で2時間焼結した。フレークを約10 / 分の加熱速度で室温から1600 まで加熱し、1600 に2時間保持し、約10 / 分の冷却速度で800 まで冷却し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。

20

【0116】

実施例4被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに実施例4研磨粒子を使用したこと除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0117】

実施例5

670 に加熱した約160 グラムの実施例4フレークを、電気加熱炉(「ラピッド・テンプ・ファーネス・タイプ1706 FL」)を用いて空气中1600 で2時間焼結した。フレークを約20 / 分の加熱速度で室温から1600 まで加熱した。温度を1600 に2時間保持した後、炉を約20 / 分の制御した冷却速度で冷却した。生じたフレークは、理論密度であると考えられるものの99 . 0 % である、約5 . 42 g / cm³ の密度を有した。

30

【0118】

実施例5被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに実施例5研磨粒子を使用したこと除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0119】

実施例6

ポリエチレンボトルに384 . 7 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体(「HSY 3 . 0 」)、0 . 7 グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体(カタログ# 24 , 756 - 1)、および359 . 8 グラムの蒸留水を装入した。100 . 0 グラムのマグネシア添加アルミナ粉体(「MgO入りセラロックス APA 0 . 5」)を混合物に加えた。約500 グラムのマグネシア安定化ジルコニア粉砕媒体(12 . 7 mm および9 . 53 mm 直径(2 サイズ、約40 % のより大きなサイズ、および約60 % のより小さなサイズ)、97 % ジルコニア、ユー・エス・ストーンウェア社から入手される)をボトルに加え、混合物を54 時間粉砕機にかけて粉体を脱凝集し、混合した。

40

【0120】

粉碎の後、粉碎媒体を除去し、スラリーをプラスチックビーカー中へ注いだ。プラスチックビーカーを回転攪拌棒付き熱板上に置き、水をスラリーから蒸発させた。さらに、ビーカー上方に取り付けた赤外線ランプを用いて水の蒸発をさらに促進した。乾燥した粉体ケーキを大きなチャンクとしてビーカーから剥がした。各チャンクは約10 ~ 約25 グラムの重さがあった。チャンクを空气中670 で1時間加熱することによって有機成分を

50

チャンクから焼き尽くした。チャンクを約1 / 分の加熱速度で室温から670まで加熱し、670に1時間保持し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。

【0121】

670での焼き尽くしの後、粉体粒子すべてが#70篩を通過するように、乳鉢と乳棒とを用いて粉体チャンクを破碎した。次に粉体粒子を、冷間静水圧成形機（モデル#I P 4 - 2 2 - 6 0、ペンシルバニア州エリー（E r i e , P A）のオートクレーブ・エンジニアーズ（A u t o c l a v e E n g i n e e r s ））とゴム冷間静水圧成形バッグ（1.6mm壁厚さ、7.62cm直径×61.0cm長さ、オハイオ州ラベンナ（R a v e n n a , O H ）のトレックスラー・ラバー・カンパニー（T r e x l e r R u b b e r C o m p a n y ））とを用いることによって大きな塊へと固めた。172MPaの冷間静水圧を1分間かけた。固めた大きな塊を静水圧成形バッグから取り出した後、大きな粉体塊を、再び乳鉢と乳棒とを用いて、材料のより小さな0.5~10グラムチャンクへと粉々にした。10

【0122】

約175グラムの生じたチャンクを制御大気炉（モデルNo. 1 0 0 0 - 4 5 6 0 F P ）を用いてアルゴン中1600で2時間焼結した。チャンクを約10 / 分の加熱速度で室温から1600まで加熱し、1600に2時間保持し、約10 / 分の冷却速度で800まで冷却し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。

【0123】

実施例6被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに実施例6研磨粒子を使用したこと除いて、実施例1に記載したように調製した。20

【0124】

実施例7

冷間静水圧成形した約175グラムの実施例6チャンクを、電気加熱炉（ニュージャージー州ブルームフィールドのシーエム・ファーネシズから商品名「ラピッド・テンプ・ファーネス・モデル（R A P I D T E M P F U R N A C E M O D E L ）1700S-D」で入手される）を用いて空気中約1600で2時間焼結した。チャンクを約20 / 分の加熱速度で室温から1600まで加熱し、1600に2時間保持し、次に約20 / 分の制御した冷却速度で室温に冷却した。生じたフレークは、理論密度であると考えられるものの98.8%である、約5.41g / cm³の密度を有した。30

【0125】

実施例7被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに実施例7研磨粒子を使用したこと除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0126】

実施例4~7および比較例Aの研削性能

試験の長さが12分であり、負荷が17.3kgであったことを除いて、見出し「実施例1および比較例Aの研削性能」のところで上に記載したように実施例4~7および比較例A被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12分の研削後の総カット量を下の表3に報告する。

【0127】

表3

実施例	12分 総カット量、g
比較例A	1245
4	2044
5	1802
6	1075
7	1251

【0128】

10

20

30

40

50

実施例 8

ポリエチレンボトルに 310.2 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体（「HSY 3.0」）、0.7 グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体（カタログ # 24, 756-1）、および 349.8 グラムの蒸留水を装入した。175.1 グラムのマグネシア添加アルミナ粉体（「MgO入りセラロックス APA 0.5」）を混合物に加えた。約 500 グラムのマグネシア安定化ジルコニア粉碎媒体（12.7 mm および 9.53 mm 直径（2 サイズ、約 40% のより大きなサイズ、および約 60% のより小さなサイズ）、97% ジルコニア、ユー・エス・ストーンウェア社から入手される）をボトルに加え、混合物を 54 時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集し、混合した。

【0129】

粉碎の後、焼き尽くした（すなわち、670 で 1 時間焼成した）プレ研磨材料のフレークを実施例 4 に記載したように調製した。

【0130】

約 160 グラムの生じたフレークを実施例 4 に記載したようにアルゴン中 1600 で 2 時間焼結した。

【0131】

実施例 8 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに実施例 8 研磨粒子を使用したこと�除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0132】

実施例 9

670 に加熱した約 225 グラムの実施例 8 フレークを、実施例 5 に記載したように空気中 1600 で 2 時間焼結した。生じたフレークは、理論密度であると考えられるものの 99.3% である、約 5.07 g / cm³ の密度を有した。

【0133】

実施例 9 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに実施例 9 研磨粒子を使用したこと除外して、実施例 1 に記載したように調製した。

【0134】

実施例 10

ポリエチレンボトルに 309.1 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体（「HSY 3.0」）、0.8 グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体（カタログ # 24, 756-1）、および 350.3 グラムの蒸留水を装入した。175.0 グラムのマグネシア添加アルミナ粉体（「MgO入りセラロックス APA 0.5」）を混合物に加えた。約 500 グラムのマグネシア安定化ジルコニア粉碎媒体（12.7 mm および 9.53 mm 直径（2 サイズ、約 40% のより大きなサイズ、および約 60% のより小さなサイズ）、97% ジルコニア、ユー・エス・ストーンウェア社から入手される）をボトルに加え、混合物を 54 時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集し、混合した。

【0135】

粉碎の後、焼き尽くし冷間静水圧成形したプレ研磨材料のチャックを実施例 6 に記載したように調製した。

【0136】

約 175 グラムの生じたチャックを実施例 6 に記載したようにアルゴン中 1600 で 2 時間焼結した。

【0137】

実施例 10 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに実施例 10 研磨粒子を使用したこと除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0138】

実施例 11

冷間静水圧成形した約 175 グラムの実施例 10 チャックを実施例 7 に記載したように空気中 1600 で 2 時間焼結した。生じたフレークは、理論密度であると考えられるものの 99.6% である、約 5.09 g / cm³ の密度を有した。

10

20

40

50

30

【0139】

実施例11被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに実施例11研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0140】

実施例8～11および比較例Aの研削性能

試験の長さが12分であり、負荷が17.3kgであったことを除いて、見出し「実施例1および比較例Aの研削性能」のところで上に記載したように実施例8～11および比較例A被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12分の研削後の総カット量を下の表4に報告する。

【0141】

表4

実施例	12分 総カット量、g
比較例A	1245
8	1990
9	1500
10	1080
11	936

【0142】

実施例12

約500グラムのイットリア安定化ジルコニア／アルミナ共沈殿粉体粒子（ジョージア州マリエッタのジルコニア・セールス社から商品名「ATZ-80」（残りがSiO₂、Fe₂O₃、CaO、およびNa₂Oのような不純物よりなる、75重量%ZrO₂（+HfO₂）、4.1重量%Y₂O₃、19.5重量%A1₂O₃の公称組成物）で入手される）を、実施例6に記載したような手順を用いて冷間静水圧成形機（モデル#IP4-22-60）を用いることによって小さなチャンクへと固め、破碎した。

【0143】

約180グラムの生じたチャンクを、電気加熱炉（「ラピッド・テンプ・ファーネス・タイプ1706FL」）を用いて空気中約1500で2.1時間焼結した。チャンクを約20/分の加熱速度で室温から1500まで加熱し、1500に2.1時間保持し、次に約20/分の制御した冷却速度で室温に冷却した。生じたフレークは、理論密度であると考えられるものの100.0%である、約5.50g/cm³の密度を有した。

【0144】

実施例12被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに実施例12研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0145】

実施例13

冷間静水圧成形した約175グラムの実施例12チャンクを、電気加熱炉（「ラピッド・テンプ・ファーネス・タイプ1706FL」）を用いて空気中1470で2.1時間予備焼結した。チャンクを約20/分の加熱速度で室温から1470まで加熱し、1470に2.1時間保持し、次に約20/分の制御した冷却速度で室温に冷却した。

【0146】

生じた予備焼結チャンクは、理論密度であると考えられるものの97.5%である、約5.36g/cm³の密度を有した。次にチャンクを熱間静水圧成形装置（モデルNo.IPSイーグル6-45）で熱間静水圧成形した。チャンクを約207MPaの圧力でアルゴン中1400に1時間加熱することによってそれらを熱間静水圧成形した。チャンクを20/分の加熱速度で室温から1200まで加熱し、13/分の加熱速度で1200から1400まで加熱し、1400に1時間保持し、次に30/分の制御

10

20

30

40

50

した冷却速度で室温に冷却した。生じた実施例 1 3 材料の密度は、理論密度であると考えられるものの 98.9 % である、 5.44 g/cm^3 であった。

【0147】

実施例 1 3 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに実施例 1 3 研磨粒子を使用したことなどを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0148】

実施例 1 4

約 2000 グラムのイットリア安定化ジルコニア / アルミナ共沈殿粉体粒子（ニュージャージー州バウンド・ブルックのトーソー・セラミックス・ディビジョンから商品名「TZ-3 Y 20A」（残りが SiO_2 、 Fe_2O_3 および Na_2O のような不純物よりなる、76.0 重量% ZrO_2 (+ HfO_2)、3.9 重量% Y_2O_3 、20.0 重量% Al_2O_3 の公称組成物）で入手される）を、実施例 6 に記載したような手順を用いて冷間静水圧成形機（モデル # IP4-22-60）を用いることによって小さなチャンクへと固め、破碎した。

【0149】

約 750 グラムの生じたチャンクを、電気加熱炉（「ラピッド・テンプ・ファーネス・モデル 1700S-D」）を用いて空気中約 1500 で 1.5 時間焼結した。チャンクを約 15 / 分の加熱速度で室温から 1500 まで加熱し、1500 に 1.5 時間保持し、次に約 15 / 分の制御した冷却速度で室温に冷却した。

【0150】

実施例 1 4 材料の平均引張強度を比較例 A に記載したように測定した。実施例 1 4 材料の平均引張強度および標準偏差は $556 \text{ MPa} \pm 339 \text{ MPa}$ であった。ワイブル弾性率は 1.73 であった。比較例 A ならびに実施例 2、3 および 1 4 で製造された材料についての強度データのプロットを図 8 に示す。

【0151】

実施例 1 4 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 36 グラムの実施例 1 4 研磨粒子を使用することを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0152】

実施例 1 5

冷間静水圧成形した約 750 グラムの実施例 1 4 チャンクを、乳鉢と乳棒とを用いて粒子へと破碎し、+40 メッシュ分級物（米国標準試験篩（USA Standard Testing Sieves））を保有するべく等級分けした。+40 メッシュ分級物粒子を実施例 1 4 について記載したように空気中 1500 で 1.5 時間焼結した。

【0153】

実施例 1 5 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 36 グラムの実施例 1 5 研磨粒子を使用することを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0154】

実施例 1 2 ~ 1 5 および比較例 A の研削性能

試験の長さが 12 分であり、負荷が 17.3 kg であったことを除いて、見出し「実施例 1 および比較例 A の研削性能」のところで上に記載したように実施例 1 2 ~ 1 5 および比較例 A 被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12 分の研削後の総カット量を下の表 5 に報告する。

【0155】

表 5

実施例	12分 総カット量、g
比較例A	1245
12	2146
13	2370
14	2433
15	2486

【0156】

実施例16

空気中1500で1.5時間焼結した約480グラムの実施例15研磨粒子を熱間静水圧成形装置（モデルNo. SL-1、ミニ・ヒッパー（M i n i - H i p p e r）、オハイオ州ダブリン（D u b l i n , O H ）のコナウェイ・プレッシャー・システム（C o n a w a y P r e s s u r e S y s t e m s I n c . ）社）で熱間静水圧成形した。研磨粒子を約172 MPaの圧力でアルゴン中1450で1時間加熱することによって粒子を熱間静水圧成形した。粒子を16/分の加熱速度で室温から1450まで加熱し、1450に1時間保持し、次に30/分の制御した冷却速度で室温に冷却した。

10

【0157】

実施例16被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに36グラムの実施例15研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

20

【0158】

比較例B

比較例B被覆研磨ディスクを、30グラムの実施例1研磨粒子の代わりに27グラムのゾル・ゲル由来研磨粒子（「321キュービトロン」）を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

30

【0159】

実施例16および比較例Eの研削性能

試験の長さが18分であり、負荷が17.3 kgであったことを除いて、見出し「実施例1および比較例Aの研削性能」のところで上に記載したように実施例16および比較例B被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12および18分の研削後の総カット量を下の表6に報告する。

30

【0160】

表6

実施例	12分, 総カット量、g	18分 総カット量、g
比較例B	1126	*
16	2570	3385

40

* 3 g / 分の低いカット速度のため12分後に試験を停止した。

【0161】

実施例17

被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに22グラムの実施例15研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように実施例15研磨粒子を使用して調製した。

40

【0162】

実施例18

被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに22グラムの実施例16研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように実施例16研磨粒子を使用して調製し

50

た。

【0163】

比較例C

比較例C被覆研磨ディスクを、30グラムの実施例1研磨粒子の代わりに20グラムのゾル・ゲル由来研磨粒子（「321キュービトロン」を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0164】

実施例17～18および比較例Cの研削性能

試験の長さが18分であり、負荷が17.3kgであったことを除いて、見出し「実施例1および比較例Aの研削性能」のところで上に記載したように実施例17～18および比較例C被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12および18分の研削後の総カット量を下の表7に報告する。
10

【0165】

表7

実施例	12分, 総カット量、g	18分 総カット量、g
比較例C	1210	*
17	2710	3690
18	2637	3817

20

* 5 g / 分の低いカット速度のため12分後に試験を停止した。

【0166】

実施例19

焼き尽くしたプレ研磨材料のフレークを実施例2に記載したように（すなわち、690に1時間加熱して）調製した。690に加熱した約375グラムのこれらのフレークを制御大気炉（モデルNo.1000-4560FP）を用いてアルゴン中1465に65分間予備焼結した。フレークを約10 / 分の加熱速度で室温から1465まで加熱し、1465に65分間保持し、約10 / 分の冷却速度で800まで冷却し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。生じたフレークは、理論密度であると考えられるものの99.3 %である、約6.01 g / cm³の密度を有した。
30

【0167】

次にフレークを約207 MPaの圧力でアルゴン中1385に65分間加熱することによってそれを熱間静水圧成形した。フレークを約20 / 分の加熱速度で室温から1200まで加熱し、約13 / 分の加熱速度で1200から1385まで加熱し、1385に65分間保持し、次に約30 / 分の冷却速度で1385から室温まで冷却した。生じた実施例19材料の密度は、理論密度であると考えられるものの100.1 %である、6.06 g / cm³であった。

【0168】

実施例19材料の平均微小硬度を実施例3について記載したように測定した。実施例19材料の平均微小硬度は13.5 GPaであった。
40

【0169】

実施例19材料の平均押込靭性（indentation toughness）を、微小硬度試験機（商品名「ライツ・ミニロード（Leitz Miniload）」でドイツ国ヴェッツラー（Wetzlar）のイー・ライツ（E. Leitz, Inc.）社から入手される）で2000グラム負荷を用いて作られたビックカースインデントの先端から伸びる亀裂長さ測定することによって計算した。圧痕靭性（K_c）は、方程式

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

（式中、F = 圧子にかかる力のニュートン、
a および 1 は図9に示すように定義される）
50

に従って計算した。

【0170】

この方程式は、シー・ビー・ポントン(C. B. Ponton)およびアール・ディ・ローリングス(R. D. Rawlings)著、「ビックカース圧痕破損靭性試験、パート1」、Mater. Sci. & Tech., 5 [9] (1989)中の幾つかから選択された。該方程式は、パームクビスト(Palmquist)型亀裂系についてのものである。靭性用の試料は、微小硬度試験について上に記載したように調製した。報告する圧痕靭性値は5測定値の平均である。亀裂(c)およびインデント対角線長さ(a)を走査電子顕微鏡(「JEOL SEM」(モデルJSM6400))を用いて撮られた顕微鏡写真に関してデジタル側径器で測定した。実施例19の熱間静水圧成形材料の平均圧痕靭性は $8.0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ であった。

【0171】

実施例19の半定量的位相解析を与えるために、計算されたX線回折強度パターンを測定されたX線回折強度パターンに合わせるリートベルト(Rietveld)パラメーター微調整をソフトウェア(オーストラリア国キャンベラ(Canberra)のベルコネン(Belconnen)のシートロニクス(Sheetronics)から商品名「シリクアント(SIROQUANT)」で入手可能)を用いて行った。この技法により、実施例19は、約93.0重量%(±0.5重量%)立方晶/正方晶ジルコニアと7.0重量%(±0.5重量%)单斜晶ジルコニアとよりなることが分かった。

【0172】

実施例19被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに27グラムの実施例19研磨粒子を使用したこと(20)を除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0173】

実施例20

焼き尽くしたプレ研磨材料のフレークを実施例2に記載したように(すなわち、690に1時間加熱して)調製した。690に加熱した約250グラムのフレークを、電気加熱炉(「ラピッド・テンプ・ファーネス・タイプ1706FL」)を用いて空気中1470で65分間予備焼結した。フレークを約10/分の加熱速度で室温から1470まで加熱し、1470に65分間保持し、約10/分の冷却速度で800まで冷却し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。

【0174】

次にフレークを実施例19に記載したように熱間静水圧成形した。生じた実施例20材料の密度は、理論密度であると考えられるものの100.0%である、6.05g/cm³であった。

【0175】

実施例20の平均微小硬度を実施例3で記載したように測定した。実施例20の平均微小硬度は13.1GPaであった。

【0176】

実施例20の半定量的相分析を実施例19について記載したように行った。この技法によって、実施例20は、約89.1重量%(±0.4重量%)立方晶/正方晶ジルコニアと10.9重量%(±0.4重量%)单斜晶ジルコニアとよりなることが分かった。

【0177】

実施例20被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに27グラムの実施例20研磨粒子を使用したこと(40)を除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0178】

実施例21

プレ研磨材料(焼き尽くしていない)の乾燥粉体床フレークを、実施例2に記載したように(すなわち、ヒート・ガンで、および乾燥オープン中90で30分間乾燥して)調製した。「チップムンク」ジョークラッシャー(モデルNo. 241-34)を用いてフレークを粒子へと破碎し、-18+20、-20+25および-25+30メッシュ分級

10

20

30

40

50

物（米国標準試験篩）を保有するべく等級分けした。粒子を空气中 690 で 1 時間加熱することによって有機成分を 160 グラムの粒子から焼き尽くした。粒子を炉中約 1 / 分の加熱速度で室温から 690 まで加熱し、690 に 1 時間保持し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。

【0179】

690 に加熱した約 160 グラムのこれらの粒子を、実施例 19 に記載したようにアルゴン中 1465 で 65 分間予備焼結した。次に粒子を実施例 19 に記載したように熱間静水圧成形した。生じた実施例 21 粒子の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.2 % である、 6.06 g/cm^3 であった。

【0180】

実施例 21 の平均微小硬度を実施例 3 について記載したように測定した。実施例 21 材料の平均微小硬度は 13.5 GPa であった。

【0181】

実施例 21 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 21 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0182】

実施例 22

-70 メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく破碎し、等級分けした、実施例 21 フレークからの粉体を使用して実施例 22 材料を製造した。ポリエチレンボトルに 295.7 グラムの -70 実施例 21 粉体、0.2 グラムの分散剤（「ターキートール・ミン・フォーム・1X・界面活性剤」）、および 128.7 グラムの蒸留水を装入した。約 470 グラムのマグネシア安定化ジルコニア粉碎媒体（12.7 mm 直径、97 % ジルコニア、ユー・エス・ストーンウェア社から入手される）をボトルに加え、混合物を 1.5 時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集した。

【0183】

粉碎の後、実施例 2 に記載したようにスラリーを乾燥し、フレークを焼き尽くした。690 に加熱した約 210 グラムのフレークを実施例 19 に記載したようにアルゴン中 1465 で 65 分間予備焼結した。生じたフレークは、理論密度であると考えられるものの 98.0 % である、約 5.93 g/cm^3 の密度を有した。

【0184】

次に粒子を実施例 19 に記載したように熱間静水圧成形した。生じた実施例 22 フレークの密度は、理論密度であると考えられるものの 100.0 % である、 6.05 g/cm^3 であった。

【0185】

実施例 22 の平均微小硬度を実施例 3 について記載したように測定した。実施例 22 の平均微小硬度は 13.5 GPa であった。

【0186】

実施例 22 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 22 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0187】

実施例 23

-70 メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく破碎し、等級分けした、実施例 21 フレークからの粉体を使用して実施例 23 材料を製造した。ポリエチレンボトルに 295.4 グラムの -70 実施例 21 粉体、0.2 グラムの分散剤（「ターキートール・ミン・フォーム・1X・界面活性剤」）、および 128.6 グラムの蒸留水を装入した。約 470 グラムのマグネシア安定化ジルコニア粉碎媒体（12.7 mm 直径、97 % ジルコニア、ユー・エス・ストーンウェア社から入手される）をボトルに加え、混合物を 1.5 時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集した。

【0188】

粉碎の後、スラリーを実施例 2 に記載したように乾燥した。乾燥した粉体床フレークブ

10

20

30

40

50

レ研磨材料（焼き尽くしていない）を、「チップムンク」ジョークラッシャー（モデルNo. 241-34）を用いて粒子へと破碎し、-18+20、-20+25および-25+30メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく等級分けした。次に、実施例21に記載したように生じた粒子を空気中690で1時間加熱することによって、有機成分をそれらから焼き尽くした。

【0189】

690に加熱した約100グラムのこれらの粒子を、実施例19に記載したようにアルゴン中1465で65分間予備焼結した。生じた粒子は、理論密度であると考えられるものの99.0%である、約5.99g/cm³の密度を有した。

【0190】

次に粒子を実施例19に記載したように熱間静水圧成形した。生じた実施例23粒子の密度は、理論密度であると考えられるものの100.1%である、6.06g/cm³であった。

【0191】

実施例23粒子の平均微小硬度を実施例3について記載したように測定した。実施例23の平均微小硬度は13.5GPaであった。

【0192】

実施例23被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに27グラムの実施例23研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0193】

実施例24

焼き尽くしたプレ研磨材料のフレークを実施例2に記載したように（すなわち、690に1時間加熱して）調製した。「チップムンク」ジョークラッシャー（モデルNo. 241-34）を用いてこれらのフレークを粒子へと破碎し、-18+20、-20+25および-25+30メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく等級分けした。約100グラムのこれらの（研磨）粒子を、実施例19に記載したようにアルゴン中1465で65分間予備焼結した。生じた粒子は、理論密度であると考えられるものの99.5%である、約6.02g/cm³の密度を有した。

【0194】

次に粒子を実施例19に記載したように熱間静水圧成形した。生じた実施例24粒子の密度は、理論密度であると考えられるものの100.1%である、6.06g/cm³であった。

【0195】

実施例24粒子の平均微小硬度を実施例3に記載したように測定した。実施例24の平均微小硬度は13.6GPaであった。

【0196】

実施例24被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに27グラムの実施例24研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0197】

実施例25

-70メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく破碎し、等級分けした、実施例24フレークからの粉体を使用して実施例25材料を製造した。ポリエチレンボトルに295.7グラムの-70実施例24粉体、0.8グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体（カタログ#24,756-1）、および128.6グラムの蒸留水を装入した。0.4グラムの分散剤（「ターギトール・ミン・フォーム・1X・界面活性剤」）と溶液中に閉じ込められた空気を減らすための0.5グラムの脱泡剤（「フォームキル852」）とを混合物に加えた。約470グラムのマグネシア安定化ジルコニア粉碎媒体（12.7mm直径、97%ジルコニア、ユー・エス・ストーンウェア社から入手される）をボトルに加え、混合物を1.5時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集した。

【0198】

10

20

30

40

50

粉碎の後、スラリーを乾燥し、フレークを実施例2について記載したように焼き尽くした。690に加熱した約290グラムのこれらのフレークを実施例19に記載したようにアルゴン中1465で65分間予備焼結した。生じたフレークは、理論密度であると考えられるものの99.2%である、約 6.00 g/cm^3 の密度を有した。

【0199】

次にフレークを実施例19に記載したように熱間静水圧成形した。生じた実施例25フレークの密度は、理論密度であると考えられるものの100.2%である、 6.06 g/cm^3 であった。

【0200】

実施例25の平均微小硬度を実施例3に記載したように測定した。実施例25の平均微小硬度は12.7GPaであった。10

【0201】

実施例25被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに27グラムの実施例25研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0202】

実施例26

-70メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく破碎し、等級分けした、実施例24フレークからの粉体を使用して実施例26材料を製造した。ポリエチレンボトルに295.7グラムの-70実施例24粉体、0.8グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体（カタログ#24,756-1）、および128.6グラムの蒸留水を装入した。0.4グラムの分散剤（「ターギトール・ミン・フォーム・1X・界面活性剤」）と溶液中に閉じ込められた空気を減らすための0.5グラムの脱泡剤（「フォームキル852」）とを混合物に加えた。約470グラムのマグネシア安定化ジルコニア粉碎媒体（12.7mm直径、97%ジルコニア、ユー・エス・ストーンウェア社から入手される）をボトルに加え、混合物を1.5時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集した。20

【0203】

粉碎の後、スラリーを乾燥し、フレークを実施例2について記載したように焼き尽くした。焼き尽くした材料を「チップムンク」ジョークラッシャー（モデルNo.241-34）を用いて粒子へと破碎し、-18+20、-20+25および-25+30メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく等級分けした。約110グラムのこれらの粒子を実施例19に記載したように予備焼結し、熱間静水圧成形した。生じた実施例26粒子の密度は、理論密度であると考えられるものの100.1%である、 6.05 g/cm^3 であった。30

【0204】

実施例26の平均微小硬度を実施例3に記載したように測定した。実施例25材料の平均微小硬度は13.5GPaであった。

【0205】

実施例26被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに27グラムの実施例26研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0206】

実施例27

焼き尽くした材料のフレークを実施例2に記載したように（すなわち、690に1時間加熱して）調製した。690に加熱した約300グラムのフレークを実施例19に記載したようにアルゴン中1465で65分間予備焼結した。生じたフレークは、理論密度であると考えられるものの99.0%である、約 5.99 g/cm^3 の密度を有した。40

【0207】

「チップムンク」ジョークラッシャー（モデルNo.241-34）を用いてこれらのフレークを粒子へと破碎し、-18+20、-20+25および-25+30メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく等級分けした。次に、120グラムの生じた粒子を、実施例19に記載したように熱間静水圧成形した。生じた実施例27材料の密度は、50

理論密度であると考えられるものの 100.0 % である、 6.05 g/cm^3 であった。

【0208】

実施例 27 の平均微小硬度を実施例 3 に記載したように測定した。実施例 27 の平均微小硬度は 13.3 GPa であった。

【0209】

実施例 27 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 27 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0210】

実施例 28

約 345 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体粒子（「HSY3.0」）を、実施例 6 に記載したように冷間静水圧成形機（モデル # IP4-22-60）を用いることによって小さなチャンクへと固め、破碎した。両方とも実施例 19 に記載したように、材料のより小さなチャンクをアルゴン中で予備焼結し、次に熱間静水圧成形した。生じた実施例 28 材料の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.3 % である、 6.07 g/cm^3 であった。

【0211】

実施例 28 の平均微小硬度を実施例 3 に記載したように測定した。実施例 28 の平均微小硬度は 13.2 GPa であった。

【0212】

実施例 28 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 28 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0213】

実施例 29

約 345 グラムのプレ研磨材料の小さなチャンクを実施例 28 に記載したように調製した。冷間静水圧成形した（CIPed）材料の小さなチャンクを乳鉢と乳棒とを用いて手動で粒子へと破碎し、-18+20、-20+25 および -25+30 メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく等級分けした。次に、両方とも実施例 19 に記載したように、約 120 グラムの生じた粒子をアルゴン中で予備焼結し、熱間静水圧成形した。生じた実施例 29 材料の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.1 % である、 6.06 g/cm^3 であった。

【0214】

実施例 29 の平均微小硬度を実施例 3 に記載したように測定した。実施例 29 の平均微小硬度は 13.3 GPa であった。

【0215】

実施例 29 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 29 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0216】

実施例 30

-70 メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく破碎し、等級分けした、実施例 29 チャンクからの粉体を使用して実施例 30 材料を製造した。約 225 グラムの -70 実施例 29 粉体を、実施例 6 について記載したように、冷間静水圧成形機を用いることによって大きな塊へと固め、次により小さなチャンクへと粉々にした。次に、冷間静水圧成形した材料の小さなチャンクを実施例 29 について記載したように粒子へと破碎し、等級分けした。次に、両方とも実施例 19 に記載したように、約 80 グラムの生じた粒子をアルゴン中で予備焼結し、熱間静水圧成形した。生じた実施例 30 材料の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.2 % である、 6.06 g/cm^3 であった。

【0217】

実施例 30 の平均微小硬度を実施例 3 に記載したように測定した。実施例 30 の平均微小硬度は 13.3 GPa であった。

【0218】

10

20

30

40

50

実施例 30 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 30 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0219】

実施例 19 ~ 30 および比較例 A の研削性能

試験の長さが 18 分であり、負荷が 17.3 kg であったことを除いて、見出し「実施例 1 および比較例 A の研削性能」のところで上に記載したように実施例 19 ~ 30 および比較例 A 被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12 および 18 分の研削後の総カット量を下の表 8 に報告する。

【0220】

表 8

実施例	12分 総カット量、g	18分 総カット量、g
比較例 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	3168
27	2475	3455
28	2432	3343
29	2455	3301
30	2171	3004

10

20

30

* 1 g / 分の低いカット速度のため 13 分後に試験を停止した。

** 13 分後にディスクが破損

【0221】

実施例 31

295.7 グラムの「HSY3.0」粉体の代わりに 295.9 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体（ジョージア州マリエッタのジルコニア・セールス社から商品名「HSY3.0U」（残りが Al_2O_3 、 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 CaO 、および Na_2O のような不純物よりなる、94 重量 % ZrO_2 (+ HfO_2 ）、および 5.4 重量 % Y_2O_3 の公称組成物）で入手される）を使用したことを除いて実施例 2 に記載したように（すなわち、690 に 1 時間加熱して）、焼き尽くしたプレ研磨材料のフレークを調製した。（「HSY3.0U」粉体は、「HSY3.0」粉体の約 $6.5 \text{ m}^2 / \text{g}$ の表面積に比べて約 $20 \text{ m}^2 / \text{g}$ の表面積を有する）。

【0222】

690 に加熱した約 375 グラムのこれらのフレークを、制御大気炉（モデル No. 1000 - 4560 F P）を用いてアルゴン中 1448 で 70 分間予備焼結した。フレークを約 10 / 分の加熱速度で室温から 1448 まで加熱し、1448 に 70 分間保持し、約 10 / 分の冷却速度で 800 まで冷却し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。

40

【0223】

次にフレークを約 207 MPa の圧力でアルゴン中 1395 に 70 分間加熱することによってそれらを熱間静水圧成形した。フレークを約 20 / 分の加熱速度で室温から 1200 まで加熱し、約 13 / 分の加熱速度で 1200 から 1395 まで加熱し、次に約 30 / 分の冷却速度で室温に冷却した。生じた実施例 31 材料の密度は、理論密

50

度であると考えられるものの 100.2 % である、 6.06 g/cm^3 であった。

【0224】

実施例 31 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 31 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0225】

実施例 32

345 グラムの「HSY3.0」粉体の代わりに 325 グラムの「HSY3.0U」を使用したことによって実施例 28 に記載したように（冷間静水圧成形後に乳鉢と乳棒によって粉々にして）プレ研磨材料の小さなチャンクを調製した。両方とも実施例 31 に記載したように、材料のより小さなチャンクをアルゴン中で予備焼結し、次に熱間静水圧成形した。生じた実施例 32 材料の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.5 % である、 6.08 g/cm^3 であった。10

【0226】

実施例 32 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 32 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0227】

実施例 33

345 グラムの「HSY3.0」粉体の代わりに 325 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体（ニュージャージー州バウンド・ブルックのトーソー・セラミックス・ディビジョンから商品名「TZ-3Y」（残りが Al_2O_3 、 SiO_2 、 Fe_2O_3 および Na_2O のような不純物よりなる、94.8 重量% ZrO_2 (+ HfO_2 ）、および 5.1 重量% Y_2O_3 の公称組成物）で入手される）を使用したことを除いて実施例 28 に記載したように（冷間静水圧成形後に乳鉢と乳棒によって粉々にして）プレ研磨材料の小さなチャンクを調製した。約 155 グラムの材料のより小さなチャンクを電気加熱炉（ニュージャージー州ブルームフィールドのシーエム・ファーネシズから商品名「ラピッド・テンプ・ファーネス・モデル # 920001」で入手される）を用いて空気中 1525 で 70 分間予備焼結した。チャンクを約 10 / 分の加熱速度で室温から 1525 まで加熱し、1525 に 70 分間保持し、次に約 10 / 分の冷却速度で室温に冷却した。次にフレークを実施例 31 に記載したように熱間静水圧成形した。生じた実施例 33 材料の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.3 % である、 6.07 g/cm^3 であった。20

【0228】

実施例 33 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 33 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0229】

実施例 34

ポリエチレンボトルに 295.7 グラムのマグネシア安定化ジルコニア粉体（ジョージア州マリエッタのジルコニア・セールス社から商品名「MSZ8.0」（残りが CaO 、および Na_2O のような不純物よりなる、95.3 重量% ZrO_2 (+ HfO_2 ）、および 3.0 重量% MgO の公称組成物）で入手される）、0.3 グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体（カタログ # 24, 756-1）、および 257.6 グラムの蒸留水を装入した。0.5 グラムの分散剤（「ターギトール・ミン・フォーム・1X・界面活性剤」）と溶液中に閉じ込められた空気を減らすための 0.5 グラムの脱泡剤（「フォームキル 852」）とを混合物に加えた。約 470 グラムのマグネシア安定化ジルコニア粉碎媒体（12.7 mm 直径、97% ジルコニア、ユー・エス・ストーンウェア社から入手される）をボトルに加え、混合物を 1.5 時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集した。40

【0230】

粉碎の後、実施例 2 に記載したようにスラリーを乾燥し、フレークを焼き尽くした。焼き尽くしたフレークを、電気加熱炉（「ラピッド・テンプ・ファーネス・モデル # 920001」）を用いて空気中 1555 で 70 分間予備焼結した。フレークを約 10 / 分

10

20

30

40

50

の加熱速度で室温から 1555 まで加熱し、1555 に 70 分間保持し。次に約 10 / 分の冷却速度で室温に冷却した。次にフレークを実施例 31 に記載したよう熱間静水圧成形した。生じた実施例 34 材料の密度は、理論密度であると考えられるものの 98.7 % である、5.72 g / cm³ であった。

【0231】

実施例 34 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 34 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0232】

実施例 35

345 グラムの「HSY3.0」粉体の代わりに 325 グラムのマグネシア安定化ジルコニア粉体「MSZ-8.0」を使用したことを除いて実施例 28 に記載したように（冷間静水圧成形後に乳鉢と乳棒とによって粉々にして）プレ研磨材料の小さなチャンクを調製した。約 225 グラムの材料のより小さなチャンクを制御大気炉（モデル No. 1000-4560FP）を用いてアルゴン中 1465 で 70 分間予備焼結した。フレークを約 10 / 分の加熱速度で室温から 1465 まで加熱し、1465 に 70 分間保持し、約 10 / 分の冷却速度で 800 まで冷却し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。次にチャンクを実施例 31 に記載したように熱間静水圧成形した。生じた実施例 35 材料の密度は、理論密度であると考えられるものの 98.8 % である、5.73 g / cm³ であった。

【0233】

実施例 35 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 35 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0234】

実施例 36

ポリエチレンボトルに 295.7 グラムのセリア安定化ジルコニア粉体（ジョージア州マリエッタのジルコニア・セールス社から商品名「CEZ10」（残りが CaO、および Na₂O のような不純物よりなる、86 重量% ZrO₂ (+ HfO₂)、および 13.3 重量% CeO₂ の公称組成物）で入手される）、2.3 グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体（カタログ # 24, 756-1）、および 257.6 グラムの蒸留水を装入した。0.4 グラムの分散剤（「ターキートール・ミン・フォーム・1X・界面活性剤」）と溶液中に閉じ込められた空気を減らすための 0.5 グラムの脱泡剤（「フォームキル 852」）とを混合物に加えた。約 470 グラムのマグネシア安定化ジルコニア粉碎媒体（12.7 mm 直径、97 % ジルコニア、ユー・エス・ストーンウェア社から入手される）をボトルに加え、混合物を 1.5 時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集した。

【0235】

粉碎の後、実施例 2 に記載したようにスラリーを乾燥し、フレークを焼き尽くした。焼き尽くしたフレークを実施例 34 について記載したように空気中 1555 で 70 分間予備焼結した。空気中で予備焼結した後のフレークの密度は、理論密度であると考えられるものの 99.7 % である、6.18 g / cm³ であった。次にフレークを実施例 31 に記載したように熱間静水圧成形した。生じた実施例 36 材料の密度は、理論密度であると考えられるものの 96.5 % である、5.98 g / cm³ であった。

【0236】

実施例 36 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 36 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0237】

実施例 37

345 グラムの「HSY3.0」粉体の代わりに 290 グラムのセリア安定化ジルコニア粉体（「CEZ-10」）を使用したことを除いて実施例 28 に記載したように（冷間静水圧成形後に乳鉢と乳棒とによって粉々にして）プレ研磨材料の小さなチャンクを調製した。小さなチャンクを実施例 34 について記載したように空気中 1555 で 70 分間

10

20

30

40

50

予備焼結した。空気中で予備焼結した後のフレークの密度は、理論密度であると考えられるものの 96.8 % である、 6.00 g/cm^3 であった。次にチャンクを実施例 31 に記載したように熱間静水圧成形した。生じた実施例 37 材料の密度は、理論密度であると考えられるものの 98.7 % である、 6.12 g/cm^3 であった。

【0238】

実施例 37 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 37 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0239】

実施例 38

295.7 グラムの「HSY3.0」粉体の代わりに 295.7 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体（ジョージア州マリエッタのジルコニア・セールス社から商品名「HSY8.0」（残りが Al_2O_3 、 CaO 、および Na_2O のような不純物よりなる、85.7 重量% ZrO_2 (+ HfO_2)、および 13.7 重量% Y_2O_3 の公称組成物）で入手される）を使用したことを除いて実施例 2 に記載したように（すなわち、690 に 1 時間加熱して）焼き尽くしたプレ研磨材料のフレークを調製した。（「HSY8.0」粉体はジルコニアを「十分に安定化する」のに十分なイットリアを含有するが、「HSY3.0」粉体は「部分的に安定化されて」いるにすぎない）。両方とも実施例 31 に記載したように、焼き尽くした材料のフレークをアルゴン中で予備焼結し、次に熱間静水圧成形した。生じた実施例 38 材料の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.7 % である、 5.94 g/cm^3 であった。

10

20

30

40

50

【0240】

実施例 38 材料の平均微小硬度を実施例 3 に記載したように測定した。実施例 38 材料の平均微小硬度は 12.8 GPa であった。

【0241】

実施例 38 材料の平均圧痕韌性を、500 グラムの圧痕荷重を用いたことを除いて、実施例 19 に記載したように測定した。さらに、「レイツ・ミニロード（LEITZ MINI LOAD）」の代わりに実施例 3 の「ミツトヨ MVK-VL」硬度試験機を用い、圧痕亀裂長さを測定するのに光学顕微鏡を用いた。実施例 38 材料の平均圧痕韌性は $2.9 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ であった。

【0242】

実施例 38 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 38 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0243】

実施例 39

345 グラムの「HSY3.0」粉体の代わりに 325 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体「HSY8.0」を使用したことを除いて実施例 28 に記載したように（熱間静水圧成形後に乳鉢と乳棒とによって粉々にして）プレ研磨材料の小さなチャンクを調製した。材料の小さなチャンクを実施例 35 に記載したようにアルゴン中 1465 で 70 分間予備焼結した。次にチャンクを実施例 31 に記載したように熱間静水圧成形した。生じた実施例 39 材料の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.7 % である、 5.94 g/cm^3 であった。

【0244】

実施例 39 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 39 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0245】

実施例 40

345 グラムの「HSY3.0」粉体の代わりに 325 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体（ニュージャージー州バウンド・ブルックのトーソー・セラミックス・ディビジョンから商品名「TZ-8Y」（残りが Al_2O_3 、 SiO_2 、 Fe_2O_3 、および Na_2O のような不純物よりなる、96.5 重量% ZrO_2 (+ HfO_2)、および 13.

50

3重量%Y₂O₃の公称組成物)で入手される)を使用したことを除いて実施例28に記載したように(冷間静水圧成形後に乳鉢と乳棒とによって粉々にして)プレ研磨材料の小さなチャンクを調製した。(「TZ-8Y」粉体はジルコニアを「十分に安定化する」のに十分なイットリアを含有するが、「TZ-3Y」粉体は「部分的に安定化されて」いるにすぎない)。約155グラムの材料の小さなチャンクを実施例33に記載したように空気中1525で70分間予備焼結した。次にチャンクを実施例31に記載したように熱間静水圧成形した。生じた実施例40材料の密度は、理論密度であると考えられるものの101.1%である、5.96g/cm³であった。

【0246】

実施例40被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに27グラムの実施例40研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。 10

【0247】

実施例41

焼き尽くしたプレ研磨材料のフレークを実施例2に記載したように(すなわち、690に1時間加熱して)調製した。約300グラムのフレークを、制御大気炉(モデルNo.1000-4560FP)を用いてアルゴン中1140で1時間熱処理した。フレークを約10/分の加熱速度で室温から1140まで加熱し、1140に1時間保持し、約10/分の冷却速度で800まで冷却し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。

【0248】

熱処理したフレークを実施例29に記載したように粒子へと破碎し、等級分けした。次に約120グラムの生じた粒子を実施例35に記載したようにアルゴン中で予備焼結し、次に実施例31に記載したように熱間静水圧成形した。 20

【0249】

実施例41被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに27グラムの実施例41研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0250】

実施例31~41および比較例Aの研削性能

試験の長さが18分であり、負荷が17.3kgであったことを除いて、見出し「実施例1および比較例Aの研削性能」のところで上に記載したように実施例31~41および比較例A被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12および18分の研削後の総カット量を下の表9に報告する。 30

【0251】

表9

実施例	12分 総カット量、g	18分 総カット量、g
比較例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

* 1g/分の低いカット速度のため13分後に試験を停止した。 50

** 1 g / 分の低いカット速度のため 15 分後に試験を停止した。

*** 3 g / 分の低いカット速度のため 13 分後に試験を停止した。

**** 3 g / 分の低いカット速度のため 10 分後に試験を停止した。

^ 2 g / 分の低いカット速度のため 8 分後に試験を停止した。

^ ^ 5 g / 分の低いカット速度のため 4 分後に試験を停止した。

^ ^ ^ 1 g / 分の低いカット速度のため 3 分後に試験を停止した。

【 0 2 5 2 】

実施例 4 2

ポリエチレンボトルに 300 . 0 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体（「 H S Y 3 . 0 」）、1 . 5 グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体（カタログ # 24 , 756 - 10 1 ）、および 80 . 2 グラムの蒸留水を装入した。約 470 グラムのマグネシア安定化ジルコニア粉碎媒体（12 . 7 mm 直径、97 % ジルコニア、ユー . エス . ストーンウェア社から入手される）をボトルに加え、混合物を 1 . 5 時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集した。

【 0 2 5 3 】

粉碎の後、焼き尽くしたプレ研磨材料のフレークを実施例 2 に記載したように調製した。690 に加熱した約 280 グラムのフレークを、制御大気炉（モデル No . 1000 - 4560 F P ）を用いてアルゴン中 1440 で 70 分間予備焼結した。フレークを約 10 / 分の加熱速度で室温から 1440 まで加熱し、1440 に 70 分間保持し、約 10 / 分の冷却速度で 800 まで冷却し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。次にフレークを約 207 MPa の圧力でアルゴン中 1385 で 65 分間熱間静水圧成形した。フレークを約 20 / 分の加熱速度で室温から 1200 まで加熱し、約 13 / 分の加熱速度で 1200 から 1385 まで加熱し、1385 に 65 分間保持し、次に約 30 / 分の冷却速度で室温に冷却した。生じた実施例 4 2 材料の密度は、理論密度であると考えられるものの 100 . 3 % である、6 . 07 g / cm³ であった。

【 0 2 5 4 】

実施例 4 2 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 4 2 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【 0 2 5 5 】

実施例 4 3

ポリエチレンボトルに 300 . 3 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体（「 H S Y 3 . 0 」）、1 . 5 グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体（カタログ # 24 , 756 - 1 ）、および 100 . 4 グラムの蒸留水を装入した。約 470 グラムのマグネシア安定化ジルコニア粉碎媒体（12 . 7 mm 直径、97 % ジルコニア、ユー . エス . ストーンウェア社から入手される）をボトルに加え、混合物を 1 . 5 時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集した。

【 0 2 5 6 】

粉碎の後、焼き尽くしたプレ研磨材料のフレークを実施例 2 に記載したように調製した。両方とも実施例 4 2 に記載したように約 280 グラムのフレークをアルゴン中で予備焼結し、熱間静水圧成形した。生じた実施例 4 3 材料の密度は、理論密度であると考えられるものの 100 . 1 % である、6 . 06 g / cm³ であった。

【 0 2 5 7 】

実施例 4 3 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 4 3 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【 0 2 5 8 】

実施例 4 4

ポリエチレンボトルに 300 . 3 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体（「 H S Y 3 . 0 」）、1 . 6 グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体（カタログ # 24 , 756 - 1 ）、および 120 . 0 グラムの蒸留水を装入した。約 470 グラムのマグネシア安定化 50

ジルコニア粉碎媒体（12.7 mm 直径、97% ジルコニア、ユー・エス・ストーンウェア社から入手される）をボトルに加え、混合物を1.5時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集した。

【0259】

粉碎の後、焼き尽くしたプレ研磨材料のフレークを実施例2に記載したように調製した。両方とも実施例42に記載したように約280グラムのフレークをアルゴン中で予備焼結し、熱間静水圧成形した。

【0260】

実施例44被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに27グラムの実施例44研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0261】

実施例42～44および比較例Aの研削性能

試験の長さが18分であり、負荷が17.3 kg であったことを除いて、見出し「実施例1および比較例Aの研削性能」のところで上に記載したように実施例42～44および比較例A被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12および18分の研削後の総カット量を下の表10に報告する。

【0262】

表10

実施例	12分 総カット量、g	18分 総カット量、g
比較例A	1150	1152*
42	2425	3461
43	2373	3298
44	2391	3514

* 2 g / 分の低いカット速度のため13分後に試験を停止した。

【0263】

実施例45

0.25ガロン(946 ml)ポリウレタン・ミル・ジャー(ニュージャージー州リトル・フォールズ(Little Falls, NJ)のポール・アップベ(Paul Abbe, Inc.)社から商品名「アップベサン・ジャー(abbethane jar)」で入手される)に399.9グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体('HSY3.0')、99.9グラムのアルミナ粉体('APA0.5')、1.6グラムのクエン酸水素アンモニウム(カタログ#24,756-1)、および151.5グラムの蒸留水を装入した。約1200グラムのイットリア安定化ジルコニア粉碎媒体(9.53 mm 直径、95%ジルコニア、ニュージャージー州バウンド・ブルックのトーソー・セラミックス・ディビジョンから入手される)をミル・ジャーに加え、混合物を48時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集し、混合した。

【0264】

粉碎の後、スラリーを実施例2に記載したように乾燥した。フレークを空气中600で1時間加熱することによって有機成分をそれから焼き尽くした。フレークを約1 / 分の加熱速度で室温から600まで加熱し、600に1時間保持し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。約250グラムの焼き尽くしたフレークを、電気加熱炉(カリフォルニア州ピコ・リベラ(Pico Rivera, CA)のケイス・ファーネシズ(Keith Furnaces)から商品名「モデルKKSK-666-3100」で入手される)を用いて空气中1475で2時間焼結した。フレークを約20 / 分の加熱速度で室温から1475まで加熱し、1475に2時間保持し、次に約20 / 分の冷却速度で室温に冷却した。

【0265】

10

20

30

40

50

実施例 4 5 材料の平均微小硬度を実施例 3 に記載したように測定した。実施例 4 5 材料の平均微小硬度は 14.8 GPa であった。

【0266】

図 10 は、実施例 4 5 材料の磨かれた表面の走査電子顕微鏡 (SEM) 顕微鏡写真のデジタル画像である。磨かれた表面を微小硬度試験向けに実施例 3 に記載したように調製した。磨かれた表面をカーボンの薄層で被覆し、走査電子顕微鏡（日本国昭島の日本電子株式会社から商品名「JEOL モデル 840SEM」で入手される）を用いて後方散乱電子画像形成 (BSEI) モードで、磨かれた面に垂直な角度で観察した。実施例 4 5 材料中の Al_2O_3 相（暗相）の平均粒度は約 0.9 マイクロメートル (0.4 ~ 1.6 マイクロメートルの範囲で) であった。

10

【0267】

実施例 4 5 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 25 グラムの実施例 4 5 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したような手順を用いて調製した。

【0268】

実施例 4 6

0.25 ガロン (946 ml) ポリウレタン・ミル・ジャー（「アッベサン・ジャー」）に 300.5 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体（「HSY3.0」）、200.5 グラムのアルミナ粉体（「APA0.5」）、1.6 グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体（カタログ # 24, 756-1）、および 152.9 グラムの蒸留水を装入した。約 1200 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉碎媒体 (9.53 mm 直径、95% ジルコニア、トーソー・セラミックスから入手される) をミル・ジャーに加え、混合物を 48 時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集し、混合した。

20

【0269】

粉碎の後、スラリーを実施例 2 に記載したように乾燥した。フレークを実施例 4 5 に記載したように 600 に加熱して有機成分を焼き尽くした。約 250 グラムの焼き尽くしたフレークを実施例 4 5 に記載したように空気中 1475 で 2 時間焼結した。実施例 4 6 材料の平均微小硬度を実施例 3 に記載したように測定した。実施例 4 6 材料の平均微小硬度は 16.7 GPa であった。

【0270】

図 11 は、実施例 4 6 材料の磨かれた表面の走査電子顕微鏡 (SEM) 顕微鏡写真のデジタル画像である。磨かれた表面を実施例 4 5 に記載したように調製し、画像形成した。実施例 4 6 材料における Al_2O_3 相（暗相）の平均粒度は約 1.1 マイクロメートル (0.6 ~ 1.8 マイクロメートルの範囲で) であった。

30

【0271】

実施例 4 6 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 25 グラムの実施例 4 6 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0272】

実施例 4 5 ~ 4 6 および比較例 C の研削性能

試験の長さが 18 分であり、負荷が 17.3 kg であったことを除いて、見出し「実施例 1 および比較例 A の研削性能」のところで上に記載したように実施例 4 5 ~ 4 6 および比較例 C 被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12 および 18 分の研削後の総カット量を下の表 11 に報告する。

40

【0273】

表 11

実施例	12分 総カット量、g	18分 総カット量、g
比較例C	1169*	-
45	2747	3738
46	2765	3645

* 3 g / 分の低いカット速度のために 12 分後に試験を停止した。

【0274】

実施例 4 7

約 200 グラムの実施例 4 5 の焼き尽くしたフレークを実施例 4 2 に記載したように、アルゴン中で予備焼結し、次に熱間静水圧成形した。生じた実施例 4 7 材料の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.3 % である、5.49 g / cm³ であった。

【0275】

実施例 4 7 の平均微小硬度を実施例 3 に記載したように測定した。実施例 4 7 の平均微小硬度は 15.3 GPa であった。

【0276】

図 12 は、実施例 4 7 材料の磨かれた表面の走査電子顕微鏡 (SEM) 顕微鏡写真のデジタル画像である。磨かれた表面を実施例 4 5 に記載したように調製し、画像形成した。実施例 4 7 材料における Al₂O₃ 相 (暗相) の平均粒度は約 0.5 マイクロメートル (0.3 ~ 0.8 マイクロメートルの範囲で) であった。

【0277】

実施例 4 7 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 24 グラムの実施例 4 7 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0278】

実施例 4 8

約 200 グラムの実施例 4 6 の焼き尽くしたフレークを実施例 4 2 に記載したようにアルゴン中で予備焼結し、次に熱間静水圧成形した。生じた実施例 4 8 材料の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.4 % である、5.01 g / cm³ であった。実施例 4 8 材料の平均微小硬度を実施例 3 に記載したように測定した。実施例 4 8 材料の平均微小硬度は 17.4 GPa であった。

【0279】

図 13 は、実施例 4 8 材料の磨かれた表面の走査電子顕微鏡 (SEM) 顕微鏡写真のデジタル画像である。磨かれた表面を実施例 4 5 に記載したように調製し、画像形成した。実施例 4 8 材料における Al₂O₃ 相 (暗相) の平均粒度は約 0.6 マイクロメートル (0.4 ~ 1.2 マイクロメートルの範囲で) であった。

【0280】

実施例 4 8 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 22 グラムの実施例 4 8 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0281】

実施例 4 9

焼き尽くした材料のフレークを、実施例 4 2 に記載したように (すなわち、690 に 1 時間加熱して) 調製した。次にフレークを実施例 4 1 に記載したようにアルゴン中 1140 で 1 時間熱処理した。実施例 2 9 に記載したようにフレークを乳鉢と乳棒とを用いて手動で破碎して粒子を製造した。

【0282】

生じた粒子を次に制御大気炉 (モデル No. 1000 - 4560 FP) を用いてアルゴン中 1455 で 70 分間予備焼結した。粒子を約 10 / 分の加熱速度で室温から 1455 まで加熱し、1455 に 70 分間保持し、約 10 / 分の冷却速度で 800 まで冷却し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。次に粒子を実施例 1 9 に

10

20

30

40

50

記載したように熱間静水圧成形した。

【0283】

実施例49材料の平均微小硬度を実施例3に記載したように測定した。実施例49材料の平均微小硬度は13.2GPaであった。

【0284】

実施例49被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに26.5グラムの実施例49研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0285】

比較例D

比較例D被覆研磨ディスクを、30グラムの実施例1研磨粒子の代わりに17.6グラムのゾル・ゲル由来研磨粒子（「321キュービトロン」）を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0286】

実施例47～49および比較例Dの研削性能

試験の長さが18分であり、負荷が17.3kgであったことを除いて、見出し「実施例1および比較例Aの研削性能」のところで上に記載したように実施例47～49および比較例D被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12および18分の研削後の総カット量を下の表12に報告する。

【0287】

表12

実施例	12分 総カット量、g	18分 総カット量、g
比較例D	1384	1401*
47	2719	3834
48	2521	3258
49	2592	3320

* 3 g / 分の低いカット速度のために14分後に試験を停止した。

【0288】

実施例50

実施例50被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに24グラムの実施例19研磨粒子を使用したこと、かつ、実施例19粒子を-40+45および-45+50メッシュ分級物（米国標準試験篩）に等級分けしたことを除いて、実施例1に記載したように調製した。これら2つのメッシュ分級物を50/50ブレンドを与えるために組み合わせた。

【0289】

比較例E

比較例E被覆研磨ディスクを、30グラムの実施例1研磨粒子の代わりに、-40+45および-45+50メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく等級分けし、50/50ブレンドを与えるために組み合わせた24グラムのゾル・ゲル由来研磨粒子（「321キュービトロン」）を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0290】

比較例F

比較例F被覆研磨ディスクを、30グラムの実施例1研磨粒子の代わりに、-40+45および-45+50メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく等級分けし、50/50ブレンドを与えるために組み合わせた24グラムのゾル・ゲル由来研磨粒子（商品名「222キュービトロン」でミネソタ州セントポールの3Mカンパニーによって市販されている）を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

10

20

30

40

50

【0291】

比較例G

比較例G被覆研磨ディスクを、30グラムの実施例1研磨粒子の代わりに、-40+45および-45+50メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく等級分けし、50/50ブレンドを与えるために組み合わせた24グラムのゾル・ゲル由来研磨粒子（商品名「201キューピトロン」でミネソタ州セントポールの3Mカンパニーによって市販されている）を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0292】

実施例50および比較例E～Gの研削性能

試験の長さが16分までであり、加えた負荷が6.4、7.3、10.1および17.3kgであったことを除いて、見出し「実施例1および比較例Aの研削性能」のところで上に記載したように実施例50および比較例E～G被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12および16分の研削後の総カット量を下のそれぞれ、表13(6.4kg)、14(7.3kg)、15(10.1kg)および16(17.3kg)に報告する。

【0293】

表13

実施例	12分 総カット量、g	16分 総カット量、g
50	669	857
比較例E	846	1035
比較例F	916	1065
比較例G	720	906

【0294】

表14

実施例	12分 総カット量、g	16分 総カット量、g
50	746	924
比較例E	736	847
比較例F	828	894
比較例G	809	950

【0295】

表15

実施例	12分 総カット量、g	16分 総カット量、g
50	1130	1199
比較例E	726	727*
比較例F	623**	-
比較例G	972	1052

* 1g/分の低いカット速度のために13分後に試験を停止した。

** 2g/分の低いカット速度のために11分後に試験を停止した。

【0296】

表16

実施例	12分 総カット量、g
50	998*
比較例E	463**

* 2 g / 分の低いカット速度のために 9 分後に試験を停止した。

** 2 g / 分の低いカット速度のために 7 分後に試験を停止した。

【0297】

実施例 5 1

0.25 ガロン (946 ml) ポリウレタン・ミル・ジャー（「アッベサン・ジャー」）に 501.4 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体（「HSY3.0」）、1.5 グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体（カタログ # 24,756-1）、および 150.8 グラムの蒸留水を装入した。約 1150 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉碎媒体（9.53 mm 直径、95% ジルコニア、トーソー・セラミックスから入手される）をミル・ジャーに加え、混合物を 54 時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集し、粉碎した。

【0298】

粉碎の後、実施例 2 に記載したようにスラリーを乾燥し、フレークを 690 に加熱して有機成分を焼き尽くした。次にフレークを実施例 4 1 に記載したようにアルゴン中 1140 で 1 時間熱処理した。次にフレークを乳鉢と乳棒とを用いて手動で破碎して粒子を製造し、それを -16 + 18、-18 + 20、-20 + 25、-25 + 30 および -30 + 35 メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく等級分けした。次に約 100 グラムの生じた粒子を制御大気炉（モデル No. 1000-4560FP）を用いてアルゴン中 1415 で 70 分間予備焼結した。粒子を約 10 / 分の加熱速度で室温から 1415 まで加熱し、1415 に 70 分間保持し、約 10 / 分の冷却速度で 800 まで冷却し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。生じた実施例 5 1 粒子の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.0 % である、6.05 g / cm³ であった。

【0299】

次に粒子を約 207 MPa の圧力でアルゴン中 1365 に 60 分間加熱することによって粒子を熱間静水圧成形した。粒子を約 20 / 分の加熱速度で室温から 1200 まで加熱し、約 13 / 分の加熱速度で 1200 から 1365 まで加熱し、1365 に 60 分間保持し、次に約 30 / 分の冷却速度で室温に冷却した。生じた実施例 5 1 粒子の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.1 % である、6.06 g / cm³ であった。

【0300】

実施例 5 1 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 26.5 グラムの実施例 5 1 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0301】

実施例 5 2

熱処理し、破碎し、等級分けした約 100 グラムの実施例 5 1 粒子を、制御大気炉（モデル No. 1000-4560FP）を用いてアルゴン中 1430 で 70 分間焼結した。粒子を約 10 / 分の加熱速度で室温から 1430 まで加熱し、1430 に 70 分間保持し、約 10 / 分の冷却速度で 800 まで冷却し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。生じた実施例 5 2 粒子の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.1 % である、6.06 g / cm³ であった。

【0302】

実施例 5 2 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 26.5 グラムの実施例 5 2 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0303】

10

20

30

40

50

実施例 5 3

焼き尽くしたプレ研磨材料のフレークを実施例 4 2 に記載したように（すなわち、690 に 1 時間加熱して）調製した。次にフレークを実施例 4 1 に記載したようにアルゴン中 1140 で 1 時間熱処理した。次にフレークを「チップムンク」ジョークラッシャー（モデル No. 241-34）を用いて粒子へと機械的に破碎し、-16+18、-18+20、-20+25、-25+30、および -30+35 メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく等級分けした。

【0304】

次に、生じた粒子を実施例 4 9 に記載したようにアルゴン中 1455 で 70 分間予備焼結した。生じた粒子の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.0 % である、6.05 g / cm³ であった。次に粒子を実施例 19 に記載したように熱間静水圧成形した。生じた実施例 5 3 粒子の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.1 % である、6.06 g / cm³ であった。

【0305】

実施例 5 3 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 26.5 グラムの実施例 5 3 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0306】

実施例 5 1 ~ 5 3 および比較例 B の研削性能

試験の長さが 24 分までであり、負荷が 17.3 kg であったことを除いて、見出し「実施例 1 および比較例 A の研削性能」のところで上に記載したように実施例 5 1 ~ 5 3 および比較例 B 被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12、18 および 24 分の研削後の総カット量を下の表 17 に報告する。

【0307】

表 17

実施例	12分 総カット量、g	18分 総カット量、g	24分 総カット量、g
比較例B	1317*	*	*
51	2376	3561	4521
52	2563	3656	4306
53	2504	3651	4222

* 5 g / 分の低いカット速度のために 12 分後に試験を停止した。

【0308】

実施例 5 4 ~ 5 7

0.25 ガロン (946 ml) ポリウレタン・ミル・ジャー（「アッベサン・ジャー」）に 500.0 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体（「HSY3.0」）、1.5 グラムのケン酸水素アンモニウム粉体（カタログ # 24, 756-1）、および 150.0 グラムの蒸留水を装入した。約 1050 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉碎媒体（9.53 mm 直径、95 % ジルコニア、トーソー・セラミックスから入手される）をミル・ジャーに加え、混合物を 54 時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集し、粉碎した。

【0309】

粉碎の後、実施例 2 に記載したようにスラリーを乾燥し、フレークを 690 に加熱した。次にフレークを実施例 4 1 に記載したようにアルゴン中 1140 で 1 時間熱処理した。次に「チップムンク」ジョークラッシャーを用いて実施例 5 3 に記載したような手順を用いてフレークを機械的に破碎して粒子を製造し、それを -20+25、-25+30、-30+35、-35+40 および -40+45 メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく等級分けした。

【0310】

次に、生じた粒子を、制御大気炉（モデル No. 1000-4560 FP）を用いてア

10

20

30

40

50

ルゴン中 1420 で 70 分間予備焼結した。粒子を約 10 / 分の加熱速度で室温から 1420 まで加熱し、1420 に 70 分間保持し、約 10 / 分の冷却速度で 800 まで冷却し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。次に粒子を約 207 MPa の圧力でアルゴン中 1365 に 65 分間加熱することによって粒子を熱間静水圧成形した。粒子を約 20 / 分の加熱速度で室温から 1200 まで加熱し、約 13 / 分の加熱速度で 1200 から 1365 まで加熱し、次に約 30 / 分の冷却速度で室温に冷却した。生じた実施例 54 粒子の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.0 % である、6.05 g / cm³ であった。

【0311】

実施例 54 材料の平均微小硬度を実施例 3 に記載したように測定した。実施例 54 材料の平均微小硬度は 13.2 GPa であった。実施例 54 材料の平均圧痕韌性を実施例 19 に記載したように測定した。実施例 54 材料の平均圧痕韌性は 6.3 MPa · m^{1/2} であった。

【0312】

下に記載する研削工程を行うために多数バッチの実施例 54 (研磨) 粒子を製造した。これらの多数バッチでの様々な原材料の正確な量は、上述した標準量から 0.5 % 未満だけ変動した。処理温度は上述した標準温度から ± 5 未満だけ変動した。

【0313】

実施例 54、55、56 および 57 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりにそれぞれ 17.5 グラム、22.0 グラム、26.5 グラムおよび 31.5 グラムの実施例 54 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0314】

実施例 54 ~ 57 および比較例 B の研削性能

試験の長さが 30 分までであり、負荷が 17.3 kg であったことを除いて、見出し「実施例 1 および比較例 A の研削性能」のところで上に記載したように実施例 54 ~ 57 および比較例 B 被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12、18、24 および 30 分の研削後の総カット量を下の表 18 に報告する。

【0315】

表 18

実施例	12分 総カット量、g	18分 総カット量、g	24分 総カット量、g	30分 総カット量、g
比較例 B	1133	1140*	*	*
54	2293	3356	**	**
55	2568	3828	4865	***
56	2463	3658	4783	5836
57	2391	3261	****	****

* 7 g / 分の低いカット速度のために 13 分後に試験を停止した。

** 16.5 g / 分のカット速度で 18 分後に試験を停止した。

*** 15.3 g / 分のカット速度で 24 分後に試験を停止した。

**** 8.9 g / 分のカット速度で 18 分後に試験を停止した。

【0316】

実施例 58 ~ 60

実施例 58 ~ 60 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに、それぞれ、18、22、および 26 グラムの実施例 54 研磨粒子を使用したこと、かつ、実施例 54 粒子を -35 + 40 および -40 + 45 メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく等級分けしたことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。これらの 2 メッシュ分級物を 50 / 50 ブレンドを与えるために組み合わせた。

【0317】

比較例 H

10

20

30

40

50

比較例 H 被覆研磨ディスクを、30グラムの実施例 1 研磨粒子の代わりに、-35+40および-40+45メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく等級分けし、50/50ブレンドを与えるために組み合わせた14.9グラムのゾル・ゲル由来研磨粒子（「321キュービトロン」）を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0318】

実施例 58～60 および比較例 H の研削性能

試験の長さが18分であり、負荷が10.1kgであったことを除いて、見出し「実施例 1 および比較例 A の研削性能」のところで上に記載したように実施例 58～60 および比較例 H 被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12 および 18 分の研削後の総カット量を下の表 19 に報告する。

【0319】

表 19

実施例	12分 総カット量、g	18分 総カット量、g
比較例H	1105	1366
58	1501	2134
59	1468	2125
60	1438	1979

10

20

【0320】

実施例 61

0.25ガロン（946ml）ポリウレタン・ミル・ジャー（「アッベサン・ジャー」）に 265.7グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体（「HSY3.0」）、29.5グラムのアルミナ粉体（「APA0.5」）、0.9グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体（カタログ # 24, 756-1）、および 90.0 グラムの蒸留水を装入した。約 470 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉碎媒体（9.53mm 直径、95% ジルコニア、トーソー・セラミックスから入手される）をミル・ジャーに加え、混合物を 54 時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集し、粉碎した。

30

【0321】

粉碎の後、実施例 2 に記載したようにスラリーを乾燥し、フレークを 690 に加熱した。次にフレークを制御大気炉（モデル No. 1000-3560-FP20、カリフォルニア州サンタバーバラのアストロ・インダストリーズから入手可能）を用いてアルゴン中 1220 で 1 時間熱処理した。フレークを約 10 / 分の加熱速度で室温から 1220 まで加熱し、1220 に 1 時間保持し、約 10 / 分の冷却速度で 800 まで冷却し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。

【0322】

次にフレークを実施例 53 に記載したように「チップムンク」ジョークラッシャーを用いて機械的に破碎して粒子を製造した。生じた粒子を次に実施例 54 に記載したようにアルゴン中 1420 で 70 分間予備焼結した。生じた予備焼結粒子は、理論密度と考えられるものの 99.6 % である、約 5.73 g / cm³ の密度を有した。次に粒子を実施例 54 に記載したように 1365 で 65 分間熱間静水圧成形した。生じた実施例 61 粒子の密度は、理論密度であると考えられるものの 100.0 % である、5.75 g / cm³ であった。

【0323】

実施例 61 材料の平均微小硬度を実施例 3 に記載したように測定した。実施例 61 材料の平均微小硬度は 14.0 GPa であった。

40

【0324】

実施例 61 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 25.2 グラムの実施例

50

6.1 研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0325】

実施例6.2

0.25ガロン(946ml)ポリウレタン・ミル・ジャー(「アッベサン・ジャー」)に280.56グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体(「HSY3.0」)、14.8グラムのアルミナ粉体(「APA0.5」)、1.0グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体(カタログ#24,756-1)、および90.1グラムの蒸留水を装入した。約470グラムのイットリア安定化ジルコニア粉碎媒体(9.53mm直径、95%ジルコニア、トーソー・セラミックスから入手される)をミル・ジャーに加え、混合物を54時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集し、粉碎した。

10

【0326】

粉碎の後、実施例2に記載したようにスラリーを乾燥し、フレークを690に加熱した。次にフレークを実施例6.1について記載したようにアルゴン中1220で1時間熱処理した。

【0327】

次にフレークを実施例5.3に記載したように「チップムンク」ジョークラッシャーを用いて機械的に破碎して粒子を製造した。生じた粒子を次に実施例5.4に記載したようにアルゴン中1420で70分間予備焼結した。生じた予備焼結粒子は、理論密度であると考えられるものの99.8%である、約5.89g/cm³の密度を有した。次に粒子を実施例5.4に記載したように1365で65分間熱間静水圧成形した。生じた実施例6.2粒子の密度は、理論密度であると考えられるものの100.1%である、5.90g/cm³であった。

20

【0328】

実施例6.2材料の平均微小硬度を実施例3に記載したように測定した。実施例6.2材料の平均微小硬度は13.7GPaであった。

【0329】

実施例6.2被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに25.8グラムの実施例6.2研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0330】

実施例6.1～6.2および比較例Bの研削性能

30

試験の長さが18分であり、負荷が17.3kgであったことを除いて、見出し「実施例1および比較例Aの研削性能」のところで上に記載したように実施例6.1～6.2および比較例B被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12および18分の研削後の総カット量を下の表2.0に報告する。

【0331】

表2.0

実施例	12分 総カット量、g	18分 総カット量、g
比較例B	1157	1162*
6.1	2356	3381
6.2	2384	3511

40

* 5g/分の低いカット速度のために13分後に試験を停止した。

【0332】

実施例6.3

0.25ガロン(946ml)ポリウレタン・ミル・ジャー(「アッベサン・ジャー」)に400.0グラムの非安定化ジルコニア粉体(ジョージア州マリエッタのジルコニア・セルス社から商品名「DK-1」(残りがAl₂O₃、SiO₂、Fe₂O₃、TiO₂およびNa₂Oのような不純物よりなる、99.5重量%ZrO₂(+HfO₂)の

50

公称組成物)で入手される)、100.0グラムのアルミナ粉体(「A P A 0 . 5」)、2.4グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体(カタログ#24,756-1)、および316.2グラムの蒸留水を装入した。約990グラムのイットリア安定化ジルコニア粉碎媒体(9.53mm直径、95%ジルコニア、トーソー・セラミックスから入手される)をミル・ジャーに加え、混合物を48時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集し、混合した。

【0333】

粉碎の後、スラリーを実施例2に記載したように乾燥した。フレークを実施例45に記載したように空気中600に1時間加熱することによって有機成分をそれから焼き尽くした。約250グラムの焼き尽くしたフレークにY(NO₃)₃·6H₂O(カタログ#237957、ウィスコンシン州ミルウォーキーのアルドリッヂ・ケミカル・カンパニー製)の水溶液を浸潤させ、乾燥し、空気中600で1時間焼成した。フレークを約1/分の加熱速度で室温から600まで加熱し、600に1時間保持し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。浸潤溶液中のY(NO₃)₃·6H₂O濃度は、焼成したフレーク中のY₂O₃の生じた量が7.3重量%(18.5重量%A₁₂O₃および74.2重量%ZrO₂と共に)であるようなものであった。浸潤し、焼成した約250グラムのフレークを実施例45に記載したように空気中1475で2時間焼結した。

【0334】

実施例63被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに25グラムの実施例63研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0335】

実施例63および比較例Cの研削性能

試験の長さが12分であり、負荷が17.3kgであったことを除いて、見出し「実施例1および比較例Aの研削性能」のところで上に記載したように実施例63および比較例C被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12分の研削後の総カット量を下の表21に報告する。

【0336】

表21

実施例	12分 総カット量、g
比較例C	1153
63	2357

【0337】

実施例64

実施例64被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに23.1グラムの実施例54研磨粒子を使用したこと、かつ、実施例54粒子を-35+40および-40+45メッシュ分級物(米国標準試験篩)に等級分けしたことを除いて、実施例1に記載したように調製した。これら2つのメッシュ分級物を50/50ブレンドを与えるために組み合わせた。

【0338】

実施例65

1.6ガロン(6054ml)ポリウレタン・ミル・ジャー(ニュージャージー州リトル・フォールズのポール・アッベ社から商品名「アッベサン・ジャー」で入手される)に3200グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体(「HSY3.0」)、800グラムのアルミナ粉体(「A P A 0 . 5」)、12.4グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体(カタログ#24,756-1)、および1050グラムの蒸留水を装入した。約350グラムのイットリア安定化ジルコニア粉碎媒体(9.53mm直径、95%ジルコニア、トーソー・セラミックスから入手される)をミルに加え、混合物を48時間粉碎機にか

10

20

30

40

50

けて粉体を脱凝集し、粉碎し、混合した。

【0339】

粉碎の後、スラリーを実施例2に記載したように乾燥した。フレークを実施例45に記載したように600に加熱して有機成分を焼き尽くした。次にフレークを乳鉢と乳棒とを用いて手動で破碎して粒子を製造し、それを-18+20、-20+25、-25+30および-30+35メッシュ分級物(米国標準試験篩)を保有するべく等級分けした。粒子を実施例45に記載したように空気中1475で2時間焼結した。生じた実施例65粒子の密度は、理論密度であると考えられるものの99.7%である、5.46g/cm³であった。

【0340】

実施例65材料の平均微小硬度を実施例3に記載したように測定した。実施例65材料の平均微小硬度は14.6GPaであった。実施例65材料の平均圧痕韌性を実施例19に記載したように測定した。実施例65材料の平均圧痕韌性は12.0MPa·m^{1/2}であった。

【0341】

下に記載する研削工程を行うために多数バッチの実施例65研磨粒子を製造した。これらの多数バッチでの様々な原材料の正確な量は、上述した標準量から0.5%未満だけ変動した。処理温度は上述した標準温度から±5未満だけ変動した。

【0342】

実施例65被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに20.9グラムの実施例65研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0343】

実施例66

1.6ガロン(6054ml)ポリウレタン・ミル・ジャー(「アッベサン・ジャー」)に2400グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体(「HSY3.0」)、1600グラムのアルミナ粉体(「APA0.5」)、12.4グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体(カタログ#24,756-1)、および1050グラムの蒸留水を装入した。約3500グラムのイットリア安定化ジルコニア粉碎媒体(9.53mm直径、95%ジルコニア、トーソー・セラミックスから入手される)をミルに加え、混合物を48時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集し、粉碎し、混合した。

【0344】

粉碎の後、スラリーを実施例2に記載したように乾燥した。フレークを実施例45に記載したように600に加熱して有機成分を焼き尽くした。次にフレークを実施例65に記載したような手順を用いて手動で破碎して粒子を製造した。粒子を実施例45に記載したように空気中1475で2時間焼結した。生じた実施例66粒子の密度は、理論密度であると考えられるものの100.0%である、5.00g/cm³であった。

【0345】

実施例66材料の平均微小硬度を実施例3に記載したように測定した。実施例66材料の平均微小硬度は15.6GPaであった。実施例66材料の平均圧痕韌性を実施例19に記載したように測定した。実施例66材料の平均圧痕韌性は6.3MPa·m^{1/2}であった。

【0346】

下に記載する研削を行うために多数バッチの実施例66研磨粒子を製造した。これらの多数バッチでの様々な原材料の正確な量は、上述した標準量から0.5%未満だけ変動した。処理温度は上述した標準温度から±5未満だけ変動した。

【0347】

実施例66被覆研磨ディスクを、実施例1研磨粒子の代わりに19.1グラムの実施例66研磨粒子を使用したことを除いて、実施例1に記載したように調製した。

【0348】

比較例I

10

20

30

40

50

比較例 I 被覆研磨ディスクを、30グラムの実施例 1 研磨粒子の代わりに、-35+40および-40+45メッシュ分級物（米国標準試験篩）を保有するべく等級分けし、50/50ブレンドを与えるために組み合わせた、14.8グラムのゾル・ゲル由来研磨粒子（「201キュービトロン」）を使用したことを除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0349】

実施例 64～66 および比較例 H～I の研削性能

試験の長さが 12 分かまたは 18 分かのどちらかであり、加えた負荷が 10.1kg かまたは 7.3kg かであったことを除いて、見出し「実施例 1 および比較例 A の研削性能」のところで上に記載したように実施例 64～66 および比較例 H～I 被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。さらに、金属タイプが下の表に示すように変わった。様々な金属に関して 10.1kg で 12 分後、7.3kg で 12 分後、10.1kg で 18 分後および 7.3kg で 18 分後の総カット量をそれぞれ下の表 22、23、および 24 に報告する。

【0350】

表 22

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

* 2 g / 分の低いカット速度のために 8 分後に試験を停止した。

** 3 g / 分の低いカット速度のために 8 分後に試験を停止した。

*** 1 g / 分の低いカット速度のために 11 分後に試験を停止した。

**** 1 g / 分の低いカット速度のために 3 分後に試験を停止した。

【0351】

さらに、表 22（上の）での実施例についての研削データを、1095 および M2 金属について、それぞれ、図 14 および 15 に示す。

【0352】

表 23

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

* 2 g / 分の低いカット速度のために 7 分後に試験を停止した。

10

20

30

40

50

** 1 g / 分の低いカット速度のために 2 分後に試験を停止した。

*** 1 g / 分の低いカット速度のために 5 分後に試験を停止した。

**** 1 g / 分の低いカット速度のために 8 分後に試験を停止した。

***** 1 g / 分の低いカット速度のために 10 分後に試験を停止した。

【0353】

さらに、表 23 (上の)での実施例についての研削データを、1008 金属について図 16 に示す。

【0354】

表 24

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

10

【0355】

さらに、表 24 (上の)での実施例についての研削データを、1018 金属について図 17 に示す。

【0356】

実施例 64 および比較例 H の研削性能

試験の長さが 18 分であり、加えた負荷が 14.0 kg であったことを除いて、見出しひ「実施例 1 および比較例 A の研削性能」のところで上に記載したように実施例 64 および比較例 H 被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12 および 18 分の研削後の総カット量を下の表 25 に報告する。

【0357】

表 25

実施例	12分 総カット量、g	18分 総カット量、g
比較H	1370	1522
64	1898	2654

20

30

【0358】

実施例 67

0.25 ガロン (946 ml) ポリウレタン・ミル・ジャー (「アッペサン・ジャー」) に 390.4 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体 (「HSY3.0」)、97.6 グラムのアルミナ粉体 (「APA0.5」)、12.9 グラムの酸化ランタン粉体 (カリフォルニア州ブレア (B r e a , C A) のモリコーポ (M o l y c o r p , I n c .) 社から入手される)、1.6 グラムのクエン酸水素アンモニウム粉体 (カタログ # 24, 756-1)、および 170.4 グラムの蒸留水を装入した。約 1100 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉碎媒体 (9.53 mm 直径、95% ジルコニア、トーソー・セラミックスから入手される) をミル・ジャーに加え、混合物を 48 時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集し、混合した。

【0359】

粉碎の後、スラリーを実施例 2 に記載したように乾燥した。フレークを空気中 600 度 1 時間加熱することによって有機成分をそれから焼き尽くした。フレークを約 1 / 分の加熱速度で室温から 600 度まで加熱し、600 度に 1 時間保持し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。

【0360】

40

50

約 250 グラムの焼き尽くしたフレークを電気加熱炉（「モデル K K S K - 666 - 3100」）を用いて空気中 1475 度で 2 時間焼結した。フレークを約 20 / 分で 1475 度まで加熱し、1475 に 2 時間保持し、約 20 / 分で室温に冷却した。

【0361】

図 18 は、実施例 67 の磨かれた表面の走査電子顕微鏡（SEM）顕微鏡写真のデジタル画像である。磨かれた表面を微小硬度試験向けに実施例 3 に記載したように調製した。磨かれた表面をカーボンの薄層で被覆し、走査電子顕微鏡（日本国昭島の日本電子株式会社から商品名「JEOL モデル 840 SEM」で入手される）を用いて後方散乱電子画像形成（BSEI）モードで、磨かれた面に垂直な角度で観察した。図 18 について言及すると、分散された Al_2O_3 相（等軸 / 円形および暗い）とジルコニア（明相）とに加えて、微細構造物は、伸びたロッド / 小板の形状で存在した第 3 の相（また暗い）を含有する。少量の第 3 相は用いられた X 線技法による直接相決定を妨げた。しかしながら、この相のエネルギー分散 X 線分析（EDAX）は、それが - ヘキサアルミニート（ $\text{LaAl}_1\text{O}_{18}$ ）であることを示唆する。

10

20

30

【0362】

実施例 68

実施例 68 被覆研磨ディスクを、実施例 1 研磨粒子の代わりに 27 グラムの実施例 45 研磨粒子を使用したことと除いて、実施例 1 に記載したように調製した。

【0363】

実施例 67 ~ 68 および比較例 A の研削性能

試験の長さが 24 分であり、負荷が 7.3 kg であったことを除いて、見出し「実施例 1 および比較例 A の研削性能」のところで上に記載したように実施例 67 ~ 68 および比較例 A 被覆研磨ディスクの研削性能を評価した。12 および 24 分の研削後の総カット量を下の表 26 に報告する。

【0364】

表 26

実施例	12分 総カット量、g	24分 総カット量、g
比較例 A	986	1918
67	1155	2245
68	946	1817

【0365】

実施例 69

実施例 69 を、次を除いて実施例 54 について記載したように調製した。1.6 ガロン（6054 ml）ポリウレタン・ミル・ジャー（「アッベサン・ジャー」）に 3000 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉体（「HSY3.0」）、9.0 グラムのケエン酸水素アンモニウム粉体（カタログ # 24, 756-1）、および 900 グラムの蒸留水を装入した。約 3240 グラムのイットリア安定化ジルコニア粉碎媒体（9.53 mm 直径、95% ジルコニア、トーソー・セラミックスから入手される）をミルに加え、混合物を 54 時間粉碎機にかけて粉体を脱凝集し、粉碎した。

40

【0366】

粉碎の後、実施例 2 に記載したようにスラリーを乾燥し、フレークを 690 に加熱した。次にフレークを制御大気炉（モデル No. HTG-7010、カリリフォルニア州サンタバーバラのアストロ・インダストリーズから入手可能な）を用いてアルゴン中 1140 度で 1 時間熱処理した。フレークを約 10 / 分の加熱速度で室温から 1140 まで加熱し、1140 に 1 時間保持し、約 10 / 分の冷却速度で 800 まで冷却し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。

【0367】

50

次にフレークを実施例 5 3 に記載したように「チップムンク」ジョークラッシャーを用いて機械的に破碎し、実施例 5 4 に記載したように等級分けして粒子を製造した。生じた粒子を次に制御大気炉（モデル No. HTG-7010）を用いてアルゴン中 1420 で 70 分間予備焼結した。粒子を約 10 / 分の加熱速度で室温から 1420 まで加熱し、1420 に 70 分間保持し、約 10 / 分の冷却速度で 800 まで冷却し、次に炉への電力を切ることによって室温に冷却した。次に粒子を実施例 5 4 に記載したように熱間静水圧成形した。生じた実施例 6 9 物品の密度は、理論密度と考えられるものの 100 . 3 % である、6 . 07 g / cm³ であった。

【 0 3 6 8 】

下に記載するベルト研削を行うために多数バッチの実施例 6 9 研磨粒子を製造した。これらの多数バッチでの様々な原材料の正確な量は、上述した標準量から 0 . 5 % 未満だけ変動した。処理温度は上述した標準温度から ± 5 未満だけ変動した。

【 0 3 6 9 】

実施例 6 9 被覆研磨ベルトを次のように調製した。鉱物の「グレード 3 6 」ブレンドを、下の表 2 7 に示すように等級分けした粒子を組み合わせることによって製造した。

【 0 3 7 0 】

表 2 7

鉱物	粗い +32GG	コントロール -32GG+38GG	細かい -38GG
69	14%	44%	42%
比較例 J	12%	45%	43%
比較例 K	12%	46%	42%
比較例 L	13%	45%	42%

【 0 3 7 1 】

実施例 1 に記載したのと同じ組成のフェノール系メイク樹脂を 8 . 9 cm 幅の連続 Y F クロスバッキング上へ被覆した。湿ったメイク樹脂重量は約 310 g / m² であった。メイクコートを塗布した直後に、焼結研磨粒子をメイクコートしたクロスバッキング上へ静電的に被覆した。研磨材コーティング重量は約 1250 g / m² であった。メイク樹脂を 88 で 120 分間予備硬化させた。次に氷晶石充填フェノール系サイズコートをメイクコートおよび研磨粒子の一面に被覆した。湿ったサイズ重量は約 400 g / m² であった。サイズ樹脂を 99 で 12 時間硬化させた。被覆したバッキングを、公知の方法を用いて 2 つの異なるサイズのベルト（6 . 35 cm × 96 . 5 cm および 7 . 6 cm × 33 . 3 cm ）へ変換した。被覆研磨ベルトを試験実施前に屈曲させた。

【 0 3 7 2 】

比較例 J

比較例 J 被覆研磨ベルトを、実施例 6 9 研磨粒子の代わりに表 2 7 (上の) に示したように等級分けして「グレード 3 6 」を製造するために組み合わせたゾル - ゲル由来研磨粒子「321 キュービトロン」を使用したことを除いて、実施例 6 9 に記載したように調製した。研磨材コーティング重量は約 740 g / m² であった。

【 0 3 7 3 】

比較例 K

比較例 K 被覆研磨ベルトを、実施例 6 9 研磨粒子の代わりに表 2 7 (上の) に示したように等級分けして「グレード 3 6 」を製造するために組み合わせたゾル - ゲル由来研磨粒子「201 キュービトロン」を使用したことを除いて、実施例 6 9 に記載したように調製した。研磨材コーティング重量は約 720 g / m² であった。

【 0 3 7 4 】

比較例 L

比較例 L 被覆研磨ベルトを、実施例 6 9 研磨粒子の代わりに表 2 7 (上の) に示したよ

10

20

30

40

50

うに等級分けして「グレード36」を製造するために組み合わせたゾル・ゲル由来研磨粒子「222キュービトロン」を使用したことを除いて、実施例69に記載したように調製した。研磨材コーティング重量は約730g/m²であった。

【0375】

実施例69および比較例J～Lの研削性能

研磨ベルト研削機（ミシガン州カラマズー（Kalamazoo, MI）のハモンド・マシナリー（Hammond Machinery）から入手可能なモデル#CFD60）を用いて実施例69および比較例J～L被覆研磨ベルト（6.35cm×96.5cm）の研削性能を評価した。1.91cm×1.91cm×40.6cmの長さがある1018軟鋼ワークピースを、約47psi（0.32MPa）のベルトへのバックアップ空気圧と約1143表面メートル毎分のベルト速度とを利用する15秒面サイクルで研削した。サイクル当たりのカット速度がそれらの最大維持カット速度（maximum sustained cut rate）の75%になるまでベルトを研削した。結果を表28（下の）および図19に示す。

【0376】

表28

鉱物	最大維持カット速度 (g/15秒サイクル)	最大維持カット速度の 75%に達するための サイクルの#	総カット量、g
69	16.2	230	3396
比較例J	12.9	100	1126

【0377】

実施例69および比較例J～L被覆研磨ベルト（7.6cm×335.3cm）の研削性能を、トンプソン・サーフェイス・グラインダー（Thompson Surface Grinder）（モデル#C12、オハイオ州スプリングフィールド（Springfield, OH）のトンプソン・グラインダー・カンパニー（Thompson Grinder Company）から入手可能な）で評価した。1.26cm×17.8cm×10.2cmの長さがある1018軟鋼ワークピースを、約1340g（1ワークピース）の終点まで一定の12ミル（0.3048mm）送込み速度を用いて、乾式研削した。テーブル速度は約762cm/分であり、ベルト速度は約1524メートル/分であった。1340グラム終点標準圧力を測定した。その結果を下の表29に示す。

【0378】

表29

実施例	終点標準圧力、MPa
69	0.697
比較例J	0.900
比較例K	1.124
比較例L	0.862

【0379】

終点圧力が低ければ低いほど、ベルトはより良く作動した。

【0380】

実施例70

実施例70を、次を除いて実施例69に記載したように調製した。砥粒を篩分けし、40重量% - 60 + 70メッシュ、40重量% - 70 + 80メッシュ、および20重量% - 80 + 100メッシュをブレンドすることによってグレード80に等級分けした。組成（テキサス州ヒューストン（Houston, TX）のシェル・ケミカル（Shell C

10

20

30

40

50

hemical)から商品名「エポン(E P O N)828」で入手される、185~192のエポキシ当量を有する40.7重量%のビスフェノールAエポキシ樹脂、ミネソタ州セントポールの3Mカンパニーから入手される、0.6重量%シュウ酸ジ-t-アミル、ペンシルバニア州エクストン(Exton, PA)のサートマー(Sartomer Co.)社から商品名「SR351」で入手される、4.5重量%TMPTAトリメチロールプロパントリアクリレート、コネチカット州キングスポート(Kingsport, CT)のイーストマン・ケミカル・カンパニー(Eastman Chemical Company)から商品名「CHDM」で入手される、2.8重量%1,4-シクロヘキサンジメタノール、テキサス州ヒューストンのシェル・ケミカルから商品名「エポン1001F」で入手される、29.5重量%のビスフェノール-Aエピクロロヒドリン系エポキシ樹脂、525~550のエポキシ当量、ニュージャージー州ピスカタウェイ(Piscataway, NJ)のクリーノバ(Creanova)から商品名「ダイナポール(DYNAPOL)S-1227」で入手される、20.3重量%の高分子量ポリエステル、ニューヨーク州アーズリー(Ardsley, NY)のチバ・ガイギー・カンパニー(Ciba Geigy Company)から商品名「イルガキュア(IRGACURE)651」で入手される、1.0重量%2,2-ジメトキシ-1,2-ジフェニル-1-エタノン、およびミネソタ州セントポールの3Mカンパニーから入手される、0.6重量%-[キシレン(混合異性体)]--シクロペニタジエニル鉄(II)-ヘキサフルオロアンチモン酸塩)を有するエポキシ-アクリレートメイク樹脂を用いてグレード80研磨粒子をC重量紙の25.4cm×45.7cm部分に接合した。

10

20

30

40

【0381】

メイク樹脂を約25~30g/m²の塗布量を与えるため82のナイフ塗布機で塗布した。次に樹脂を、メリーランド州ロックビル(Rockville, MD)のフュージョン・システムズ(Fusion Systems Corp.)社から入手可能な、79ワット/cmおよび50ft/min(15.2m/min)のフュージョンDバルブ付きUV処理装置(Processor)、商品名「エピック(EPIQ)6000」に1回通すことによって活性化した。焼結したジルコニア研磨粒子を約345g/m²で直ちに静電的に被覆し、試料を127で15分間熱硬化させた。

【0382】

次の組成を有するエポキシ-アクリレートサイズ樹脂を約150g/m²の湿り塗布量でマイクロートおよび研磨粒子の一面にロール塗りした。ミシガン州ミッドランド(Midland, MI)のダウ・ケミカル(Dow Chemical)から商品名「ERL4221」で入手される、44.0重量%の脂環式エポキシ樹脂、ペンシルバニア州エクストンのサートマー社から商品名「SR351」で入手される、19.0重量%トリメチロールプロパントリアクリレート、ニューヨーク州タリタウン(Tarrytown, NY)のチバ・スペシャルティ・ケミカルズ(Ciba Specialty Chemicals)から商品名「ダロキュア(DAROCURE)1173」で入手される、1.0重量%光開始剤、ルイジアナ州ハーンビル(Hahnville, LA)のユニオン・カーバイド(Union Carbide Corp.)社から商品名「UVI6974」で入手される。3.0重量%トリアリールスルホニウムヘキサフルオロアンチモン酸、およびカナダ国オンタリオ州ブランプトン(Brampton, Ontario)のエル・ブイ・ローマス(L.V. Lomas Ltd.)社から商品名「ミネックス(MINEX)-3」で入手される、33.0重量%無水アルミノケイ酸ナトリウムカリウム充填材。試料を、マイクロートに適用した同じ条件下でUV処理装置に2回通すことによって照射し、次に138で15分間熱硬化させた。23で一晩放置した後、試料を屈曲させ、次に感圧接着剤のバッキングにつけ、12.7cmディスクまたは15.2cmディスクかのどちらかへ変換した。

30

40

【0383】

比較例M

比較例M被覆研磨ディスクを、砥粒が3Mカンパニーによって商品名「キュービトロン

50

(CUBITRON) 222」で市販されている、篩分けられ、グレード80にブレンドされたゾル・ゲル由来アルミナベースの砥粒であったことを除いて、実施例70に記載したように調製した。研磨材コート重量は約215g/m²であった。

【0384】

比較例N

比較例N被覆研磨ディスクを、砥粒がオーストリア国フィラッハ(Vienna)のトライバッチャー(Treibacher Co.)社から商品名「FSX」で入手可能な、篩分けられ、グレード80にブレンドされたブルー溶融アルミナ研磨粒子であり、焼結されたグレード80ジルコニア粒子の代わりに使用されたことを除いて、実施例70に記載したように調製した。研磨材コート重量は約215g/m²であった。

10

【0385】

比較例O

比較例O被覆研磨ディスクを、砥粒が商品名「SiC」でニューヨーク州ナイアガラフォールズ(Niagara Falls, NY)のワシントン・ミルズ(Washington Mills Co.)社から入手可能な、篩分けられ、グレード80にブレンドされた炭化ケイ素研磨粒子であり、焼結ジルコニア粒子の代わりに使用されたことを除いて、実施例70に記載したように調製した。研磨材コート重量は約170g/m²であった。

20

【0386】

比較例P

比較例P被覆研磨ディスクを、砥粒が商品名「NZX」でマサチューセッツ州ウースター(Worcester, MA)のノートン・カンパニー(Norton Company)から入手可能な、篩分けられ、グレード80にブレンドされた溶融アルミナ-ジルコニア研磨粒子であり、焼結ジルコニア粒子の代わりに使用されたことを除いて、実施例70に記載したように調製した。研磨材コート重量は約240g/m²であった。

【0387】

比較例Q

比較例Pは、ミネソタ州セントポールの3Mカンパニーから商品名「インペリアル(IMPERIAL)」で入手可能なP80被覆研磨ディスクであった。

30

【0388】

実施例70および比較例M～Pの12.7cm直径円形検体をイリノイ州ロックフォード(Rockford, IL)のナショナル・デトロイト(National Detroit, Inc.)社から入手可能な二重作用研磨機につけた。ディスクを80psi(550kPa)空気圧を用いて1018鋼のパネル部分上で30秒間鈍くした。次に研磨試験を、黒色ベースコート/クリアコート塗布冷間圧延鋼パネルワークピース(E-コート:ED5000、プライマー:764-204、ベースコート:542AB921、クリアコート:K8010A、ミシガン州ヒルズデール(Hillsdale, MI)のACTラボラトリーズ(Laboratories, Inc.)から購入した)上で、80psi(550kPa)の研磨機圧で、30秒間隔で2分間実施した。研磨機をワークピースに対して15°の角度で運転した。ワークピースの損失重量をグラム単位の総カット量として下の表30にリストする。

40

【0389】

表30

例	2分総カット量、g
実施例70	18.8
比較例M	14.7
比較例N	14.1
比較例O	6.7
比較例P	12.5

【0390】

さらに、1018鋼に関するプレ鈍化工程を省略し、かつ、ランダム軌道研磨機（カリ10
フォルニア州パサディナ（Pasadena, CA）のハッチンス（Hutchins Co.）社から入手可能な）を90psi（619kPa）の空気圧で運転したことを除いて、15.2cm直径ディスクを12.7cmディスクについて用いた方法に従って評価した。カット値を下の表31にリストする。

【0391】

表31

例	2分総カット量、g
実施例70	12.1
比較例Q	8.9

【0392】

明細書はその具体的な実施形態に関して詳細に記載されてきたが、当業者が、上述のことについて理解に達すると、これらの実施形態の変更、変形、および等価物を容易に思いつくかもしれないことは認識されるであろう。従って、本発明の範囲は、添付の特許請求の範囲およびその任意の等価物の範囲として評価されるべきである。

【図面の簡単な説明】

【0393】

【図1】本発明による研磨粒子を含む被覆研磨物品の断片横断面略図である。

【図2】本発明による研磨粒子を含む研磨砥石の斜視図である。

【図3】本発明による研磨粒子を含む不織研磨物品の拡大略図である。

【図4】実施例1研磨材料の破断面の走査電子顕微鏡写真である。

【図5】実施例1および比較例Aの研磨ディスクについての金属除去速度対時間のグラフプロットである。

【図6】実施例3研磨材料の破断面の走査電子顕微鏡写真である。

【図7】実施例2および3、ならびに比較例Aの研磨ディスクについての金属除去速度対時間のグラフプロットである。

【図8】実施例2、3および14、ならびに比較例Aの研磨粒子についての強度対破損確率のグラフプロットである。

【図9】研磨粒子の韌性を計算するのに用いられる寸法aおよびlを示すインデントの平面図および断面図である。

【図10】実施例4～5研磨材料の磨かれた横断面の走査電子顕微鏡写真である。

【図11】実施例4～6研磨材料の磨かれた横断面の走査電子顕微鏡写真である。

【図12】実施例4～7研磨材料の磨かれた横断面の走査電子顕微鏡写真である。

【図13】実施例4～8研磨材料の磨かれた横断面の走査電子顕微鏡写真である。

【図14】1095金属上での実施例6～6～6、ならびに比較例HおよびIの研磨ディスクについての金属除去速度対時間のグラフプロットである。

【図15】M2金属上での実施例6～6～6、ならびに比較例HおよびIの研磨ディスクについての金属除去速度対時間のグラフプロットである。

【図16】1008金属上での実施例6～6～6、ならびに比較例HおよびIの研磨ディスクについての金属除去速度対時間のグラフプロットである。

【図17】1018金属上での実施例6～6～6、ならびに比較例HおよびIの研磨ディ50

スクについての金属除去速度対時間のグラフプロットである。

【図18】実施例67研磨材料の磨かれた横断面の走査電子顕微鏡写真である。

【図19】実施例69および比較例Jの研磨ベルトについての金属除去速度対時間のグラフプロットである。

【図1】

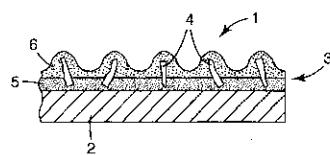


Fig. 1

【図2】

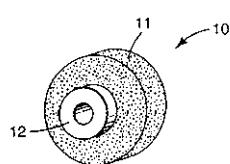


Fig. 2

【図3】

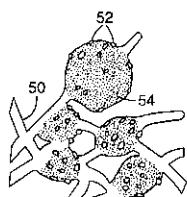


Fig. 3

【図4】

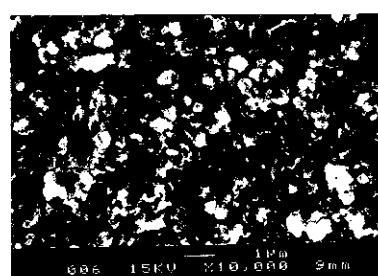


Fig. 4

【図5】

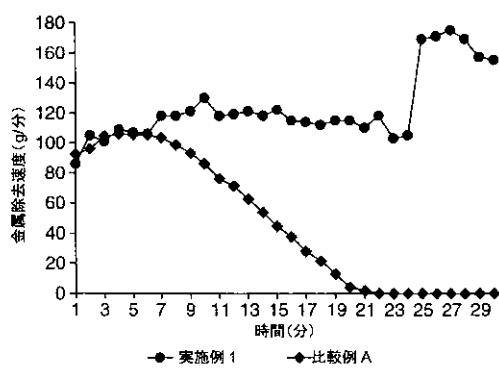


Fig. 5

【図6】

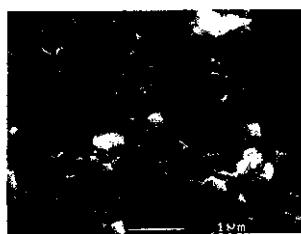


Fig. 6

【図7】

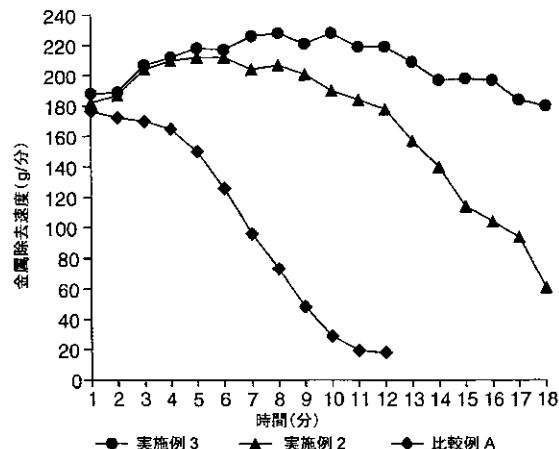


Fig. 7

【図8】

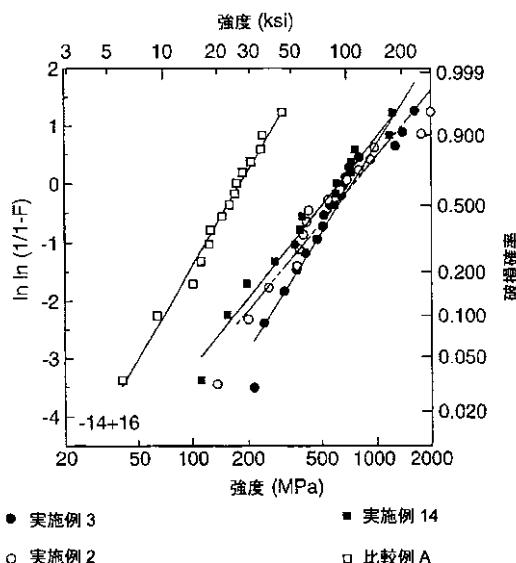


Fig. 8

【図9】

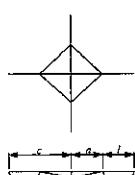


Fig. 9

【図10】

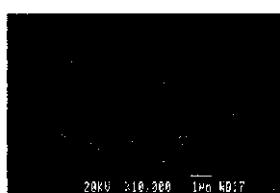


Fig. 10

【図11】

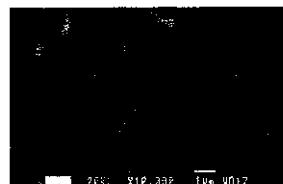


Fig. 11

【図12】

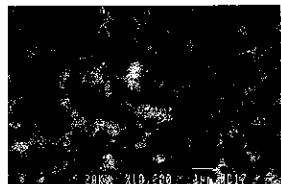


Fig. 12

【図13】

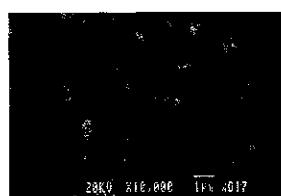


Fig. 13

【図14】

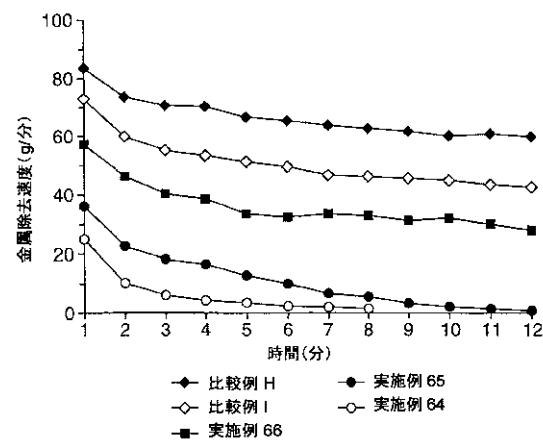


Fig. 14

【図15】

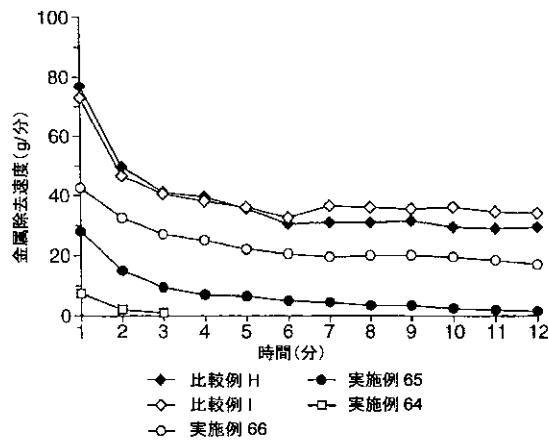


Fig. 15

【図16】

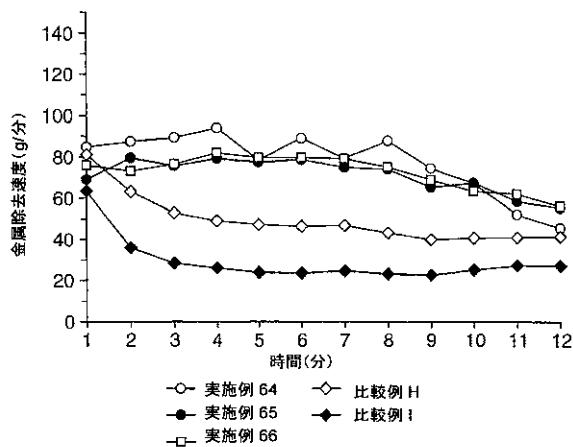


Fig. 16

【図17】

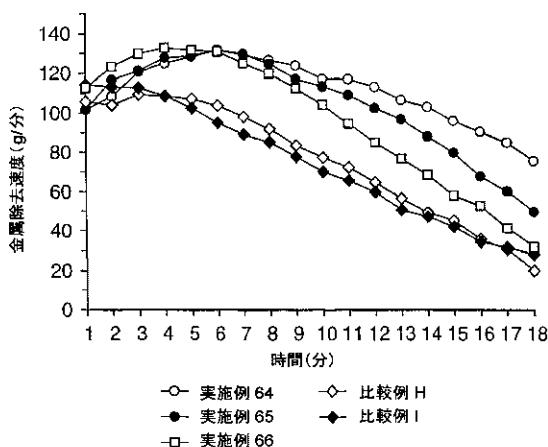


Fig. 17

【 図 1 8 】

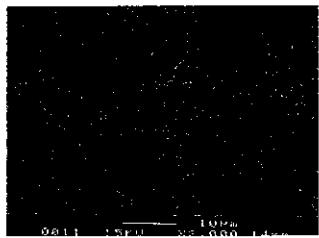


Fig. 18

【 図 1 9 】

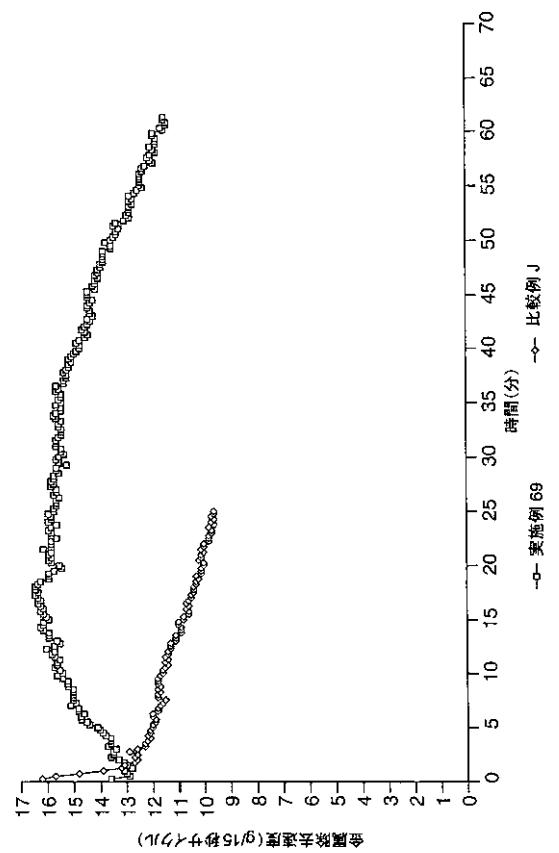


Fig. 19

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		PCT/US 02/39725
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 C09K3/14 C04B35/48		
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 C04B		
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, PAJ, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 705 803 A (SHINAGAWA REFRactories CO) 10 April 1996 (1996-04-10) claims 1-5; examples 2,6,17,20 ---	1-48
X	EP 0 578 453 A (TOSOH CORP ;NIKKATO CORP (JP)) 12 January 1994 (1994-01-12) claims 1-10; examples 10,22 ---	1-30, 33-42
X	EP 0 567 136 A (NIKKATO CORP) 27 October 1993 (1993-10-27) claims 1,2; example 1; table 1 ---	1-30, 33-42
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 009, no. 096 (C-278), 25 April 1985 (1985-04-25) & JP 59 227726 A (NIHON KENMAZAI KOGYO KK), 21 December 1984 (1984-12-21) abstract ---	1-48 -/-
<input checked="" 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)		
O 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	Date of mailing of the international search report	
17 March 2003	28/03/2003	
Name and mailing address of the ISA	Authorized officer	
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	Lehnert, A	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/US 02/39725

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 3 454 385 A (AMERO JOHN J) 8 July 1969 (1969-07-08) claims 1-3 ---	1-48
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 198309 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class E32, AN 1983-20831K XP002235047 & JP 58 009808 A (SHOWA DENKO KK), 20 January 1983 (1983-01-20) abstract ---	1-48
A	WO 01 23321 A (3M INNOVATIVE PROPERTIES CO) 5 April 2001 (2001-04-05) the whole document ---	1-48
A	CHEN Z-H ET AL: "MICROSTRUCTURES OF LASER-TREATED AL203-ZR02-CE02 COMPOSITES" MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A: STRUCTURAL MATERIALS: PROPERTIES, MICROSTRUCTURE & PROCESSING, LAUSANNE, CH, vol. A196, no. 1/2, 15 June 1995 (1995-06-15), pages 253-260, XP001001364 ISSN: 0921-5093 the whole document ---	1-48
A	EP 0 579 281 A (MINNESOTA MINING & MFG) 19 January 1994 (1994-01-19) the whole document -----	1-48

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/US 02/39725

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0705803	A	10-04-1996	JP 3368090 .B2 JP 8002965 A AU 683746 B2 AU 2266695 A CA 2164118 A1 EP 0705803 A1 FI 956123 A WO 9529141 A1 US 5656564 A	20-01-2003 09-01-1996 20-11-1997 16-11-1995 02-11-1995 10-04-1996 19-12-1995 02-11-1995 12-08-1997
EP 0578453	A	12-01-1994	DE 69314709 D1 DE 69314709 T2 EP 0578453 A1 JP 6335865 A JP 7061614 B US 5409415 A	27-11-1997 12-03-1998 12-01-1994 06-12-1994 05-07-1995 25-04-1995
EP 0567136	A	27-10-1993	DE 69317691 D1 DE 69317691 T2 EP 0567136 A1 JP 2587767 B2 JP 6015191 A	07-05-1998 17-09-1998 27-10-1993 05-03-1997 25-01-1994
JP 59227726	A	21-12-1984	JP 1614974 C JP 2036152 B	15-08-1991 15-08-1990
US 3454385	A	08-07-1969	NONE	
JP 58009808	A	20-01-1983	NONE	
WO 0123321	A	05-04-2001	US 6277161 B1 AU 2976900 A BR 0014365 A EP 1228017 A1 WO 0123321 A1	21-08-2001 30-04-2001 11-06-2002 07-08-2002 05-04-2001
EP 0579281	A	19-01-1994	US 5011508 A EP 0579281 A1 BR 8905224 A CA 1336648 A1 CN 1040814 A ,B DE 68915243 D1 DE 68915243 T2 DE 68927112 D1 DE 68927112 T2 EP 0364195 A2 ES 2055088 T3 ES 2092197 T3 JP 1873832 C JP 2155981 A JP 5088914 B KR 161659 B1 MX 166044 B US 5102429 A ZA 8907781 A	30-04-1991 19-01-1994 15-05-1990 15-08-1995 28-03-1990 16-06-1994 17-11-1994 10-10-1996 13-03-1997 18-04-1990 16-08-1994 16-11-1996 26-09-1994 15-06-1990 24-12-1993 15-01-1999 16-12-1992 07-04-1992 26-06-1991

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,SI,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,NO,NZ,OM,PH,PL,PT,RO,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,UZ,VC,VN,YU,ZA,ZM,ZW

(特許庁注：以下のものは登録商標)

パイレックス

P Y R E X

(72)発明者 ダレン・ティ・カストロ

アメリカ合衆国55133-3427ミネソタ州セント・ポール、ポスト・オフィス・ボックス3
3427

(72)発明者 ピンセント・ダブリュー・ネーリング

アメリカ合衆国55133-3427ミネソタ州セント・ポール、ポスト・オフィス・ボックス3
3427

(72)発明者 アナトリー・ゼット・ローゼンフランツ

アメリカ合衆国55133-3427ミネソタ州セント・ポール、ポスト・オフィス・ボックス3
3427

(72)発明者 トーマス・イー・ウッド

アメリカ合衆国55133-3427ミネソタ州セント・ポール、ポスト・オフィス・ボックス3
3427