

(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2009-506900
(P2009-506900A)

(43) 公表日 平成21年2月19日(2009.2.19)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
B24D 3/28 (2006.01)	B 24 D 3/28	3 C O 6 3
B24D 3/00 (2006.01)	B 24 D 3/00	3 4 O
B24D 11/00 (2006.01)	B 24 D 11/00	A

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2008-529082 (P2008-529082)	(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 55133-3427 ミネソタ州, セント ポール, スリーエム センター ポスト オフィス ボックス 33427
(86) (22) 出願日	平成18年8月14日 (2006.8.14)	(74) 代理人	100081422 弁理士 田中 光雄
(85) 翻訳文提出日	平成20年2月28日 (2008.2.28)	(74) 代理人	100101454 弁理士 山田 車二
(86) 國際出願番号	PCT/US2006/031424	(74) 代理人	100088801 弁理士 山本 宗雄
(87) 國際公開番号	W02007/030265	(74) 代理人	100122297 弁理士 西下 正石
(87) 國際公開日	平成19年3月15日 (2007.3.15)		
(31) 優先権主張番号	11/218,808		
(32) 優先日	平成17年9月1日 (2005.9.1)		
(33) 優先権主張国	米国(US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】研磨物品およびその製造方法

(57) 【要約】

複数の研磨粒子と結合剤とを含む研磨物品であって、該結合剤が、ポリイソシアネートとポリオキシランとの反応によって形成されるポリマーを含み、その結果得られる結合剤が、ウレタン結合および尿素結合を実質的に含まない、研磨物品を提供する。このような研磨物品の製造方法も提供する。

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

複数の研磨粒子と結合剤とを含む研磨物品であって、該結合剤が、ポリイソシアネートとポリオキシランとの反応によって形成されるポリマーを含み、その結果得られる結合剤が、ウレタン結合および尿素結合を実質的に含まない、研磨物品。

【請求項 2】

該ポリイソシアネートの平均イソシアネート官能価が 2 を超える、請求項 1 に記載の研磨物品。

【請求項 3】

該ポリオキシランの平均オキシラン官能価が 2 を超える、請求項 1 に記載の研磨物品。

10

【請求項 4】

該研磨物品が裏材を含む、請求項 1 に記載の研磨物品。

【請求項 5】

該複数の研磨粒子が、該結合剤の表面上に分配されている、請求項 1 に記載の研磨物品。

【請求項 6】

該研磨物品がサイズコートを含む、請求項 5 に記載の研磨物品。

【請求項 7】

該結合剤がサイズコート内に存在する、請求項 1 に記載の研磨物品。

20

【請求項 8】

該複数の研磨粒子が該結合剤の少なくとも一部の全体に分配されている、請求項 1 に記載の研磨物品。

【請求項 9】

該複数の研磨粒子と該結合剤が、複数の 3 次元複合物の形態である、請求項 1 に記載の研磨物品。

【請求項 10】

複数の研磨粒子と結合剤とを含む研磨物品であって、該結合剤が、ポリイソシアネートとポリオキシランとの反応によって形成される第 1 ポリマー、および第 2 重合反応によって形成される第 2 ポリマーを含み、その結果得られる結合剤が、ウレタン結合および尿素結合を実質的に含まない、研磨物品。

30

【請求項 11】

該ポリイソシアネートの平均イソシアネート官能価が 2 を超える、請求項 10 に記載の研磨物品。

【請求項 12】

該ポリオキシランの平均オキシラン官能価が 2 を超える、請求項 10 に記載の研磨物品。

【請求項 13】

該研磨物品が裏材を含む、請求項 10 に記載の研磨物品。

【請求項 14】

該複数の研磨粒子が、該結合剤の表面上に分配されている、請求項 10 に記載の研磨物品。

40

【請求項 15】

該研磨物品がサイズコートを含む、請求項 14 に記載の研磨物品。

【請求項 16】

該結合剤がサイズコート内に存在する、請求項 10 に記載の研磨物品。

【請求項 17】

該複数の研磨粒子が、該結合剤の少なくとも一部の全体に分配されている、請求項 10 に記載の研磨物品。

【請求項 18】

該複数の研磨粒子と該結合剤が、複数の 3 次元複合物の形態である、請求項 10 に記載

50

の研磨物品。

【請求項 19】

該第2重合反応によって生成される該第2ポリマーが、イソシアネート基またはオキシラン基と反応可能な官能基を有する、請求項10に記載の研磨物品。

【請求項 20】

該第2ポリマーの、イソシアネート基またはオキシラン基と反応可能な該官能基が、ポリイソシアネートまたはポリオキシランそれぞれのイソシアネート基またはオキシラン基と少なくとも部分的に反応した、請求項19に記載の研磨物品。

【請求項 21】

複数の研磨粒子を提供する工程、ポリイソシアネートとポリオキシランとの反応生成物によって形成されるポリマーを含む結合剤を提供する工程であって、その結果得られる結合剤が、ウレタン結合および尿素結合を実質的に含まない工程、並びに該研磨粒子と該結合剤を裏材上に分配する工程、を含む、請求項1～20のいずれか一項に記載の研磨物品の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、研磨物品および研磨物品の製造方法に関し、とりわけ研磨物品を形成するのに適した結合剤に関する。

【背景技術】

【0002】

ある形態の研磨物品は、複数の研磨粒子と結合剤とを含む。多数の様々な種類の研磨物品が入手可能である。これらには、次のものがある：(1)被覆研磨物品であって、結合剤マイクロートが研磨粒子を裏材材料に結合させているもの(例えば、「サンドペーパー」)、(2)ラップ研磨物品であって、研磨粒子が結合剤中に分散されて研磨複合物を形成し、それが裏材に結合されて研磨物品を形成したもの、(3)3次元型複合研磨物品であって、研磨粒子が結合剤中に分散されて複数の研磨複合物を形成し、それが裏材に結合されて研磨物品を形成したもの、(4)結合された研磨物品であって、結合剤が粒子を共に結合して成形塊を形成したもの(例えば、砥石車または研削ブラシ)、および(5)不織研磨物品であって、結合剤が、マイクロートまたは分散形式のいずれかで不織繊維基材の繊維上に研磨粒子を結合させるもの。研磨物品中の結合剤は、通常、結合剤前駆体を硬化することによって形成される。研磨物品の調製中に、結合剤前駆体をエネルギー源に曝露すると、典型的にはその結果として、ポリマーまたは樹脂の重合または架橋が生じて固体結合剤が形成される。エネルギー源は、熱エネルギーまたは放射線エネルギー(例えば、電子ビーム、紫外線、または可視光)を提供することができる。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

簡潔には、本発明は、複数の研磨粒子と結合剤とを含む研磨物品であって、該結合剤が、ポリイソシアネートとポリオキシランとの反応によって形成されるポリマーを含み、その結果得られる結合剤が、ウレタン結合および尿素結合を実質的に含まない、研磨物品を提供する。結合剤は、ポリマー主鎖に沿って炭化水素セグメントを接続する主要な基がオキサゾリドン基である条件下でポリイソシアネートとポリオキシランとの反応生成物として形成される。

【課題を解決するための手段】

【0004】

幾つかの実施形態では、第2結合剤構成成分もウレタン結合および尿素結合を実質的に含まないのであれば、前記第2結合剤構成成分も存在してよい。別の実施形態では、本発明は、複数の研磨粒子と結合剤とを含む研磨物品であって、結合剤が、ポリイソシアネートとポリオキシランとの反応によって形成される第1ポリマー、および第2重合反応によ

10

20

30

40

50

って形成される第2ポリマーを含み、その結果として得られる結合剤が、ウレタン結合および尿素結合を実質的に含まない、研磨物品を提供する。

【0005】

更に別の実施形態では、本発明は、複数の研磨粒子と結合剤とを含む研磨物品を提供する。この態様では、結合剤は、ポリイソシアネートとポリオキシランとの反応生成物である第1ポリマーであって、該反応が、炭化水素セグメントを接続する主要な基がオキサゾリドン基である条件下で行われることができるものと、やはりウレタン結合および尿素結合を実質的に含まない第2結合剤構成成分とを含んでよく、この場合、該第1および第2結合剤構成成分は、これら2つの構成成分の残留官能基の反応生成物によって化学結合されている。

10

【0006】

更に別の態様では、本発明は、複数の研磨粒子を提供する工程、ポリイソシアネートとポリオキシランとの反応生成物によって形成されるポリマーを含む結合剤を提供する工程であって、その結果得られる結合剤が、ウレタン結合および尿素結合を実質的に含まない工程、並びに該研磨粒子と該結合剤を裏材上に分配する工程、を含む、上述のような研磨物品の製造方法を提供する。

【発明を実施するための最良の形態】

【0007】

「実質的に含まない」という用語は、本明細書で使用するとき、偶発的な量を超える特定の官能基を持たない、通常はこのような官能基に関して可能性のある部位の1%未満で見られる組成物を指す。これら偶発的な量が測定可能な濃度で存在する場合、不純物とみなされ得る。

20

【0008】

様々な結合剤組成物並びに研磨物品で使用するのに好適な結合剤組成物をもたらす重合反応および/または架橋反応について説明してきた。アクリル化ポリウレタンを含むポリウレタンは、特に研磨加工中に遭遇する場合があるような高温でのウレタン結合の加水分解し易さに関する懸念にも関わらず、研磨物品に一般に普及している結合剤であった。尿素結合を有するポリマーについても同様の懸念があった。

【0009】

容易に入手可能なポリイソシアネートとポリオキシランとの相互反応は、適当な条件下で、主鎖に沿って分配されるオキサゾリドン環構造を有するポリマーの形成をもたらすことが分かった。該環を加水分解に付すことができる範囲で、開環生成物は、ウレタンまたは尿素に特有である開裂生成物を形成するよりむしろ、連続した炭素-炭素結合の配列を維持する。

30

【0010】

オキサゾリドン基を含有する結合剤を有する研磨物品は文献に見出され得るが、それらの基は、ポリウレタンポリマーの末端に形成されたか、またはポリウレタンおよび/若しくはポリ尿素結合剤のための架橋部位若しくは架橋剤として用いられてきた。

【0011】

本発明は、研磨物品用の結合剤のポリマー主鎖を形成するための主要な機構としてオキサゾリドン基の形成を利用し、そして炭化水素セグメント間にウレタン結合または尿素結合を実質的に含まないポリマー主鎖を提供する。存在するいかなるウレタン結合または尿素結合も、汚染および/または不純物の結果である。通常、炭化水素基間の約1%未満の基はウレタン基または尿素基である。これらの結合剤は、典型的に、溶媒、吸水、および熱分解に対して耐性がある。これらの結合剤は、典型的に、研磨グレインへの、および存在する場合は共通の基材への優れた接着性を提供する。

40

【0012】

これらの特性に加えて、より硬い研磨物品用の結合剤は、多くの場合、被覆研磨用途において改善された性能を提供することが分かった。ポリイソシアネートとポリオキシランとの反応生成物として形成される結合剤であって、その結果得られる結合剤がウレタン結

50

合および尿素結合を実質的に含まないものは、典型的に、研磨構造物中で結合剤として使用するのに好適な速硬性のゼロ揮発性有機化合物 (zero Volatile Organic Compounds) (VOC) 材料といわれている代替結合剤よりも硬い。

【0013】

幾つかの実施形態では、本発明の研磨物品は、個々の粒子、クラスター粒子、研磨凝集体、およびこれらの組み合わせを含む、いかなる既知の研磨粒子を含んでもよい。大抵の実施形態では、研磨粒子は無機である。更に、より従来型の無機研磨粒子の代わりに、またはそれらに加えて、有機微粒子を使用してもよい。

【0014】

幾つかの実施形態では、研磨物品は裏材を含む。裏材は、使用する場合、少なくとも部分的に結合剤で覆われたシートまたは纖維の形態であることができる。幾つかの実施形態では、研磨粒子は、結合剤の少なくとも一部の上に分配されることができる。幾つかの実施形態では、研磨粒子は、結合剤の少なくとも一部の全体に分配されることができる。他の実施形態では、結合剤は、サイズコーティングまたはスーパーサイズコーティングとして研磨コーティング上に適用することができる。幾つかの実施形態では、研磨粒子は、結合剤全体に分配されることができる。更にその他の実施形態では、研磨粒子は、結合剤の少なくとも一部の全体に分配されることができる。別の態様では、結合剤は、研磨材表面上に分配される複数の3次元テクスチャ複合物を形成することができる。これら複合物は、その場で形成されてもよく、または別の工程で形成され結合剤上に分配されてもよい。幾つかの実施形態では、研磨物品は、砥石車または研削ブラシのような成形塊の形態である。

10

20

30

40

【0015】

幾つかの実施形態では、研磨物品として、充填剤、補強剤、潤滑剤、切削助剤、可塑剤などのようないかなる既知の添加物をも挙げることができる。

【0016】

ポリイソシアネート前駆体およびポリオキシラン前駆体の官能価は、好ましくは、得られるポリマー主鎖が、オキサゾリドン基で連結された各前駆体からの交互残基を含むことを確実にするために2であるが、特定の実施形態では、1官能性または多官能性イソシアネート部分またはオキシラン部分を含んで分子量および/または架橋を制御することが望ましい場合がある。幾つかの実施形態では、ポリイソシアネートは、分子あたり平均して3つ以上の反応性イソシアネート基を有する。幾つかの実施形態では、ポリオキシランは、分子あたり平均して3つ以上の反応性オキシラン基を有する。前駆体の2を超える官能価は、架橋を付与する傾向があり、また第2結合剤構成成分との反応性結合に残留官能価を付与する場合がある。

30

【0017】

本発明の研磨物品は、いかなる既知の方法によって作製することもできる。特に、本発明は、被覆研磨物品、固定研磨物品などに利用できる。一態様では、本発明による研磨物品は、ポリイソシアネートとポリオキシランとの反応生成物によって形成されるポリマーを含む結合剤であって、その結果得られる結合剤がウレタン結合および尿素結合を実質的に含まないものを提供すること、並びに複数の研磨粒子および結合剤を基材または裏材上に分配することによって調製することができる。いかなる既知の研磨物品の裏材（例えば、布地、フィルム、箔、紙、纖維性材料、高分子フィルムなど）も利用することが可能である。

40

【実施例】

【0018】

材料一覧

A A 0 7 - 球状酸化アルミニウム粒子、平均粒径0.7 μm (ニュージャージー州フォート・リー (Fort Lee) のサミット・スペシャルティ・ケミカルズ (Summit Specialty Chemicals) から入手可能)

添加物7 - フルオロシリコーン脱泡剤 (ミシガン州ミッドランド (Midland) のダウ・

50

コーニング・ケミカル社 (Dow Corning Chemical Corp.) から入手可能)

C D 1 0 1 0 、トリアリールスルホニウムヘキサフルオロアンチモネート (ペンシルバニア州エクストン (Exton) のサートマー社 (Sartomer Corp.) から入手可能)

デスマラビッド (Desmoraqid) D B - N , N - ジメチルベンジルアミン (ペンシルバニア州ピッツバーグ (Pittsburgh) のバイエル社 (Bayer Corp.) から入手可能)

デスマデュール (Desmodur) C B 7 5 - 芳香族イソシアネートプレポリマー (T D I (トルエンジイソシアネート) 系) (バイエル (Bayer) から入手可能)

デスマデュール (Desmodur) I L - 芳香族イソシアネートトリマー (T D I 系) (バイエル (Bayer) から入手可能)

デスマデュール (Desmodur) H L - 芳香族 / 脂肪族イソシアネートプレポリマー (T D I / H D I (ヘキサメチレンジイソシアネート) 系) (バイエル (Bayer) から入手可能)

イパロイ (Epalloy) 8 2 2 0 - ビスフェノールFエポキシ樹脂 (ニュージャージー州ムーアズタウン (Moorestown) のC V Cスペシャルティ・ケミカル社 (CVC Specialty Chemical Co.) から入手可能)

イーポン (Epon) 8 2 8 - エポキシ樹脂 (テキサス州ヒューストン (Houston) のレゾリューション・パフォーマンス・プロダクツ L L C (Resolution Performance Products LLC) から入手可能)

E R L 4 2 2 1 - 脂環式エポキシ - 7 - オキサビシクロ [4 . 1 . 0] ヘプタン - 3 - カルボン酸、7 - オキサビシクロ [4 . 1 . 0] ヘプト - 3 - イルメチルエステル (ミシガン州ミッドランド (Midland) のダウ・ケミカル社 (Dow Chemical Corp.) から入手可能)

イルガキュア (Irgacure) 6 5 1 - 2 , 2 - ジメトキシ - 2 - フェニルアセトフェノン光開始剤 (スイス、バーゼル (Basel) のチバ・スペシャルティ・ケミカルズ社 (Ciba Specialty Chemicals Corp.) から入手可能)

イルガキュア (Irgacure) 8 1 9 - ビス (2 , 4 , 6 - トリメチルベンゾイル) フェニルホスフィンオキシド光開始剤 (チバ・スペシャルティ・ケミカルズ社 (Ciba Specialty Chemicals Corp.) から入手可能)

モンデュール (Mondur) M R - 芳香族イソシアネート (M D I (メチレンビスフェニルイソシアネート) 系) プレポリマー (バイエル (Bayer) から入手可能)

O X - 5 0 - 非晶質ヒュームドシリカ粒子 (ニュージャージー州パーシバニー (Parsippany) のデグッサ社 (DeGussa Corp.) から入手可能)

P 1 2 0 褐色酸化アルミニウム (ニューヨーク州ナイアガラ・フォールズ (Niagara Falls) のトライバッハ・シュライフミッテル社 (Triebacher Schleifmittel Corp.) から入手可能)

P A P I 2 7 - 芳香族イソシアネートプレポリマー (M D I 系) (ダウ・ケミカル社 (Dow Chemical Corp.) から入手可能)

P A P I 5 8 0 N - 芳香族イソシアネート (M D I 系) トリマー (ダウ・ケミカル社 (Dow Chemical Corp.) から入手可能)

P W A 3 - 3 マイクロメートルの白色酸化アルミニウム (イリノイ州エルムハースト (Elmhurst) のフジミ社 (Fujimi Corporation) から入手可能)

シリウェット (Silwet) L - 7 6 0 4 オルガノシリコーン界面活性剤 (ウェストバージニア州シスターズヴィル (Sistersville) のO S iスペシャルティーズ社 (OSi Specialties, Inc.) から入手可能)

ソルスパース (Solsperse) 2 4 0 0 0 - 高分子分散剤 (デラウェア州ウィルミントン (Wilmington) のアヴェシア社 (Avecia Corp.) から入手可能)

ソルスパース (Solsperse) 3 2 0 0 0 - 高分子分散剤 (アヴェシア (Avecia) から入手可能)

S P 1 0 8 6 - 粉碎ガラスフリット (デラウェア州ウィルミントン (Wilmington) のスペシャルティ・グラス社 (Specialty Glass, Inc.) から入手可能)

10

20

30

40

50

S R 3 6 8 - トリス (2 - ヒドロキシエチル) イソシアヌレートトリアクリレート (サートマー (Sartomer) 製)

スタデックス (STADEX) 2 3 0 - デキストリン (イリノイ州ディケーター (Decatur) の A . E . ステイリー・マニュファクチャーリング社 (A . E . Staley Manufacturing Co .) から入手可能)

T M P T A - トリメチロールプロパントリアクリレート (サートマー (Sartomer) から入手可能な S R 3 5 1)

ウォラストナイト (Wollastonite) - ナイアド (Nyad) 4 0 0 として入手可能な C a S i O₃ (ニューヨーク州ウィルスボロ (Willsboro) のナイコ・ミネラルズ社 (Nyco Minerals Inc .) 製)

10

【 0 0 1 9 】

以下の実施例では、ミクロンまたは μm はマイクロメートルを意味する。

被覆研磨物品の一般作製手順

凝集研磨グレインを含む被覆研磨物品は、概ね米国特許第 5 , 1 5 2 , 9 1 7 号 (ピーパー (Pieper) ら) に記載されているようにして調製された。表 1 中の各実施例における成分を一緒に混合して、スラリーを準備した。このスラリーを、およそその寸法が 0 . 3 5 0 mm (高さ) \times 1 . 3 mm (幅) \times 1 . 3 mm (長さ) の空洞を有するポリマー (ポリプロピレン) 製の金型内にコーティングした。厚さ 0 . 1 2 5 mm のポリエステルフィルム裏材をスラリーの上に設置し、ゴムロールでポリエステルフィルム裏材を押し付けて空洞を埋め、過剰のスラリーを金型とポリエステルフィルム裏材の表面との間から取り除いた。金型とスラリーと裏材の組み合わせを、インディアナ州レバノン (Lebanon) のアメリカン・ウルトラ・ヴァイオレット社 (American Ultra Violet Company) から入手可能な 2 つの中圧水銀球 (1 5 7 . 5 ワット / cm (4 0 0 ワット / インチ)) の下を約 9 メートル / 分 (m / 分) (3 0 フィート / 分) で合計 3 回通過させることによって、スラリーを部分的に硬化した。部分硬化してポリエステルフィルム裏材に接着したスラリーを金型から取り出した。各試料を、次に、1 2 5 に設定したオープン内で 2 時間、熱的に後硬化させた。

20

【 0 0 2 0 】

ラップ試験手順

実施例 1 ~ 6 の被覆研磨物品 (両面感圧接着テープ (ミネソタ州セント・ポール (St . Paul) の 3 M 社 (3M Company) から 「 4 4 2 P C 」 として入手したもの) で取り付けた 3 0 . 5 cm の円板) の研磨性能を、次の通りに改良した片面ラップ盤 (カリフォルニア州ロング・ビーチ (Long Beach) の R . ハワード・ストラスバーグ社 (R . Howard Strasbaugh , Inc .) から 「 6 Y - 1 」 として入手したもの) を用いて評価した。

30

【 0 0 2 1 】

ガラス試験の場合、ワークピースは、外径 6 5 mm のホウケイ酸ガラスディスクであった。ワークピースホルダーは、研磨中にガラスディスクを固定するために、内径 6 5 mm のばね仕掛けのアセタール樹脂リングを用いた。直径 6 5 mm のキャリアパッド (デラウェア州ニューアーク (Newark) のローデル (Rodel) から取引表記 「 D F 2 0 0 0 」 として入手したもの) を、ワークピースホルダーの鋼製の補強プレートに取り付けた。研磨される表面とは反対側のガラスディスク表面を、水で湿らせたキャリアパッドに向けて設置した。力を加えていない場合、アセタール樹脂リングの表面はガラスディスクの表面から突出していた。アセタール樹脂リングが引っ込んで、ガラスディスクが被覆研磨物品と直接接触するように、ワークピースホルダーを被覆研磨物品に接触させた。ガラスディスク上で結果として得られる圧力が約 2 7 . 6 kPa (2 8 1 g / cm²) となるように、十分な力を加えた。ガラスディスクの中心は、最初、被覆研磨物品の中心から約 7 0 mm 片寄っていた。被覆研磨物品を、上部から見て時計方向に約 1 5 . 7 rad / 秒 (每分 1 5 0 回転) (rpm) で回転させた。ワークピースホルダーも時計方向に 5 . 2 rad / 秒 (5 0 rpm) で回転させた。合成潤滑剤 (ニュージャージー州バークレー・ハイツ (Berkeley Heights) のケメトール - オーカイト (Chemetall-Oakite) から 「 セイバーループ

40

50

(Sabrelube) 9016」として入手可能なものの10体積パーセント(vol%)水溶液を被覆研磨物品上に流量約50mL/分で直接滴下した。ディスクを、被覆研磨物品から距離約25mm上で放射状に振動させた。振動の一周期は約15秒であった。被覆研磨物品を事前調整するために、粗面ガラスディスク(Ra約1~2μm)を被覆研磨物品上で27.6kPa(281g/cm²)の圧力で5分間研磨した。上述のように調製して取り付けられた平滑なガラスディスクを、ワークピースホルダーに挿入し、約27.6kPa(281g/cm²)の圧力で5分間研磨した。一連の平滑ガラスディスクをワークピースホルダーに導入し、約27.6kPa(281g/cm²)の圧力で5分間研削した。試験ガラスディスクを各サイクル前後に秤量して、合計除去量をグラム数で求めた。ガラスディスク密度2.4g/cm³およびガラスディスク面積33.18cm²を用いて、除去された材料の質量を、対応するマイクロメートル/分(μm/分)に変換した。

10

【0022】

シリコンウェファー上での試験では、ワークピースは、外径100mmの単結晶シリコンウェファーであった。ワークピースホルダーは、研磨中にシリコンウェファーを固定するために、内径100mmのばね仕掛けのアセタール樹脂リングを用いた。直径100mmのキャリアパッド(デラウェア州ニューアーク(Newark)のローデル(Rodel)製の「DF2000」)を、ワークピースホルダーの鋼製の補強プレートに取り付けた。研磨される表面とは反対側のシリコンウェファー表面を、水で湿らせたキャリアパッドに向けて設置した。力を加えていない場合、アセタール樹脂リングの表面はシリコンウェファーの表面から突出していた。アセタール樹脂リングが引っ込んで、シリコンウェファーが被覆研磨物品と直接接触するように、ワークピースホルダーを被覆研磨物品に接触させた。シリコンウェファー上で結果として得られる圧力が約20.7kPa(211g/cm²)となるように、十分な力を加えた。シリコンウェファーの中心は、最初、被覆研磨物品の中心から約50mm片寄っていた。被覆研磨物品を、上部から見て時計方向に約15.7rad/秒(150rpm)で回転させた。ワークピースホルダーも時計方向に5.2rad/秒(50rpm)で回転させた。合成潤滑剤(「セイバーループ(Sabrelube)9016」)の10vol%水溶液を被覆研磨物品上に流量約50mL/分で直接滴下した。ディスクを、被覆研磨物品から距離約25mm上で放射状に振動させた。振動の一周期は約15秒であった。被覆研磨物品を事前調整するために、粗面ガラスディスク(Ra約1~2μm)を被覆研磨物品上で27.6kPa(281g/cm²)の圧力で5分間研磨した。次に、試験シリコンウェファーをワークピースホルダーに挿入し、約20.7kPa(211g/cm²)の圧力で3分間研削した。一連の試験シリコンウェファーをワークピースホルダーに導入し、約20.7kPa(211g/cm²)の圧力で3分間研削した。試験シリコンウェファーを各サイクル前後に秤量して、合計除去量をグラム数で求めた。除去された材料の質量を、ガラス試験においてと同様にして、対応するμm/分に変換した。

20

【0023】

シーファー(Schiefer)試験手順

各実施例における被覆研磨物品を直径10.2cmのディスクに加工し、感圧接着剤を用いてフォーム補強パッドに固定した。被覆研磨ディスクと補強パッドとのアセンブリを、シーファー(Schiefer)試験機(メリーランド州ガイザーズバーグ(Gaithersburg)のフレージャー・プレシジョン社(Frazier Precision Company)から入手可能なものの)に取り付け、被覆研磨ディスクを利用してミネソタ州ブルーミントン(Bloomington)のシーリー・プラスティクス社(Seelye Plastics Inc.)製の酢酸酪酸セルロースポリマーのアニュラリング(外径(OD)10.2cm×内径(ID)5.1cm)を研磨した。荷重は4.5kgであった。試験周期は、被覆研磨ディスクの500回転分若しくは500サイクル分であった。除去された酢酸酪酸セルロースポリマーの量および酢酸酪酸セルロースポリマーの表面仕上げ(RaおよびRtm)を試験終了時に測定した。Ra(スクラッチサイズの算術平均(μm))とRtm(谷の高さに対する最大ピークの平均(μm))

30

40

50

)は、ロードアイランド州プロヴィデンス(Providence)のマール・フェデラル社(Mahr Federal Inc.)製のマール・パーソメーター(Mahr Perthometer)表面計で測定した。

【0024】

鋼製リング試験手順

この試験のために使用したコネチカット州サウス・ウィンザー(South Windsor)のガーバー・コバーン・オプティカル社(Gerber Coburn Optical Inc.)から入手したコバーン(Coburn)研磨機(fining machine)モデル507には平坦なアルミニウムラップ盤が取り付けられており、そのラップ盤に研磨ディスクを取り付ける。各実施例における被覆研磨物品を直径10.2cmのディスクに加工し、感圧接着剤を用いてアルミニウム平坦ラップ盤に固定した。ピン圧力は13.6kgに調整し、掃引ストローク(sweep stroke)は0に設定し、スピンドル速度は約70.7rad/s(675rpm)に設定した。イリノイ州N.オーロラ(N.Aurora)のカストロール・インダストリアル(Castrol Industrial)から入手したLOCUTホーニング油第5551A番を、1滴/秒の滴下速度で用いた。OD5.28cm×ID4.45cmの寸法の鋼製リングワークピース(1026軟鋼)を適当な位置に固定した。試験の持続時間は1分であった。除去された1026鋼の量および鋼製リングワークピースの表面仕上げ(RaおよびRtm)を試験終了時に測定した。RaおよびRtmは、シーファー(Schiefer)試験においてと同様にして、表面計で測定した。

【0025】

J A 試験手順

この試験では、芯なし研削盤の特徴を有し、かつ自動車用カム軸およびクランク軸仕上げをシミュレートするように意図された特注のサーボモーター駆動式精密研削機を用いた。冷却剤は、水道水中5%のシムテック(Cimtech)500(オハイオ州シンシナティ(Cincinnati)のミラクロン・マーケティング社(Milacron Marketing Company)から入手したもの)であった。ワークピースは、1018鋼製円筒形リング(OD5.3cm×ID4.4cm×高さ1.7cm)であった。研磨試験試料は22.9cm×1.91cmに切断した。ウレタンゴムシュー挿入具(ジユロ硬度90、ショアA)をシューに取り付けた(いずれも、ミシガン州ランシング(Lansing)のイムコ・マシーン・ツールズ(Impco Machine Tools)から入手可能)。冷却剤流量は、200mL/分に設定した。ワークピースをマンドレルに固定し、次いで、研磨面をワークピースに向けて研磨試験料をシュー・アセンブリとワークピースの間に固定した。力は、22.7kgに調整し、振動周波数は62.8rad/s(600rpm)に設定し、振幅点1mmで、駆動軸の回転速度は12.6rad/s(120rpm)に設定した。特定の試験時間では、軸は、最初の半分の試験時間は前進方向に回転し、そしてその後、残りの半分の試験時間はその逆方向に回転する。除去された1018鋼の量および鋼製の円筒形リングワークピースの表面仕上げ(RaおよびRtm)を各試験終了時に測定した。RaおよびRtmは、上述の表面計で測定した。

【0026】

ダイアモンド凝集体の調製

以下の実施例で使用したガラス/ダイアモンド凝集体は、米国特許第6,551,366号の方法に従って調製し、以降で述べるような1.5μmと0.5μmのダイアモンド凝集体の場合を除いて、その実施例7に記載されている手順(第22欄59行~第23欄26行)を利用した。スラリーは、次のようにして調製した。デキストリン(「スタデックス(STADEX)230」)約17.5gを、コールス(Cowles)ブレードを装備した空気ミキサーを用いて15分間攪拌することによって、脱イオン水約57.8gに溶解した。次に、この溶液にオルガノシリコーン界面活性剤(「シルウェット(Silwet)L-7604」)約0.5gを加えた。次に、この溶液に粉碎ガラスフリット(「SP1086」)約35gを繰り返して加えた。ガラスフリットは、使用前に、中央粒径約2.5μmまで粉碎した。次に、このスラリーに、3~6μmのダイアモンド粉末(カリフォルニア州ヨーバ・リンダ(Yorba Linda)のベータ・ダイアモンド社(Beta Diamond Co.))約35gを

10

20

30

40

50

続いて加えた。上記構成成分を全て一緒に加えた後、空気ミキサーを用いてスラリーを更に30分間連続的に攪拌した。スプレー乾燥機の出口温度約90～95でスラリーをスプレー乾燥した。前駆体凝集研磨グレインをスプレー乾燥機の出口で回収した。スプレー乾燥した前駆体凝集研磨グレインを、この乾燥した前駆体凝集研磨グレインの重量に対し約20重量%の3 μ m酸化アルミニウム(「PWA3」)と混合し、米国特許第6,551,366号の実施例1に記載されているような炉内で加熱し、90 μ mメッシュのスクリーンによって篩い分けした。

【0027】

大きさが1.5 μ mのダイアモンド凝集体は、投入ダイアモンドが、オハイオ州ワシントン(Worthington)のGEスーパーアブレイシブズ(GE Superabrasives)から入手した1～2 μ mのメタルボンド・ダイアモンドであったこと、そして炉温度が750であったことを除いて、この実施例7の手順に従って作製した。

10

【0028】

大きさが0.5 μ mのダイアモンド凝集体は、投入ダイアモンドが、ニュージャージー州イングルウッド・クリフス(Englewood Cliffs)のトーメイ・コーポレーション・オブ・アメリカ(Tomei Corporation of America)から入手した500ナノメートルのメタルボンド合成ダイアモンド粉末であったこと、炉温度が720であったこと、そして炉内で加熱する前に前駆体凝集研磨グレインをいかなる酸化アルミニウムグレインとも混合しなかったことを除いて、この実施例7の手順に従って作製した。

20

【0029】

(実施例1～4)

これらは、表1に示す处方を用いて、被覆研磨物品の一般作製手順に従って作製した。

【0030】

表1：被覆研磨物品の处方(重量(g))

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4
TMPTA	50	33	22.5	29
イーポン(Epon)828	28.5	27.8	15.3	37
モンデュール(Mondur)MR	21.5	--	--	--
PAPI580N	--	22.2	13.6	33
ソルスパース(Solsperse)32000	1	0.8	0.5	1
イルガキュア(Irgacure)819	1	0.8	0.5	1
添加物7	0.1	0.08	0.05	0.1
OX50	0.5	0.4		
デスマラピッド(Desmoplastic)DB	0.2	0.16	0.1	0.2
ウォラストナイト(wollastonite)	96	77	47.8	98
1.5 μ mのダイアモンド凝集体	2.5	2.1	--	--
0.5 μ mのダイアモンド凝集体	--	--	2.1	4.4
AA07	--	--	12.5	25

30

【0031】

その後、研磨物品を、ストラスバー(Strasbaugh)試験手順に従ってガラスディスクワーカピースとシリコンウエーファーワークピースの両方を用いて試験した。性能データを以下の表2～4に示す。表2中、実施例1～2では、シリコンウエファー上の1.5 μ mのダイアモンド凝集研磨材の例を用いたが、実施例3～4では、シリコンウエファー上の0.5 μ mのダイアモンド凝集研磨材の例を用いた。本発明の材料は、安定で、高い切削速度を証明した。

40

【0032】

表2：ストラスバー(Strasbaugh)試験結果

シリコンウエファー上での切削速度 (μm/分)

時間(分)	1.5 μm 研磨材		0.5 μm 研磨材	
	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4
3	4.74	10.94	2.47	5.71
6	3.96	10.53	1.92	6.12
9	4.00	10.42	1.83	7.72
12	4.06	10.51	3.08	7.44
15	3.66	10.32	2.06	6.08

【0033】

10

表3：ストラスバー (Strasbaugh) 試験結果

ガラスディスク上での切削速度 (μm/分)

時間(分)	0.5 μm 研磨材	
	実施例3	実施例4
5	0.289	0.985
10	0.286	0.685
15	0.352	0.516
20	0.300	0.567
25	0.404	0.559

20

【0034】

(実施例5～7)

60 μmマイクロフィニッシュフィルム (ミネソタ州セント・ポール (Saint Paul) の3M社 (3M Company) から入手可能な268L) のロールを、サイズコートを適用する前に入手して、これらの実施例においてベース材料として使用した。実施例6～8におけるサイズ樹脂は、TMP TA 45gと、イーポン (Epon) 828 61gと、モンデュール (Mondur) MR 54.2gと、イルガキュア (Irgacure) 651 1.5gと、デスマラピッド (Desmorapid) DB 0.5gの溶液であった。サイズ樹脂を、表4に示す被覆重量 (サイズ重量) で適用してから、それらを、D電球を用いた (メリーランド州ガイザースバーグ (Gaithersburg) のフュージョンUVシステムズ社 (Fusion UV Systems Inc.) から入手した) 236ワット/cmのUVランプの下を11m/分で一回通過させた後、110の強制空気オーブン内で2分、硬化させた。その後、試料は全て、125で5時間、ロール形態で後硬化された。次に、実施例をシーファー (Schiefer) 試験および鋼製リング試験を用いて試験し、その結果を以下の表4にまとめる。

30

【0035】

表4：シーファー (Schiefer) 試験結果および鋼製リング試験結果

	サイズ重量 (g/m ²)	鋼製リング試験			シーファー (Schiefer) 試験		
		切削量(g)	R _a (μm)	R _{tm} (μm)	切削量(g)	R _a (μm)	R _{tm} (μm)
実施例5	40	1.24	17	113	0.652	44	311
実施例6	45	1.27	17	117	0.736	46	335
実施例7	52	1.17	16	109	0.565	42	327

40

【0036】

(実施例8～10)

80 μmマイクロフィニッシュフィルム (3M社 (3M Company) から入手可能な373L) のロールを、サイズコートを適用する前に入手し、これらの実施例においてベース材料として使用した。実施例8～10におけるサイズ樹脂は、TMP TA 20gと、イーポン (Epon) 828 40gと、モンデュール (Mondur) MR 40gと、イルガキュア

50

(Irgacure) 819 1 g と、デスマラピッド (Desmopac) DB 0.2 g の溶液であった。サイズコート溶液をブラシを用いてマイクロフィニッシュフィルムに適用した後、ソフトローラーを用いて溶液を均一に分配し、過剰の溶液を除去した。サイズ樹脂を、表 5 に示す被覆重量で適用してから、それらを、236 ワット / cm の UV ランプの下を 11 m / 分で一回通過させた後 (フュージョン・システムズ (Fusion Systems) 、 D 電球) 、 110 に設定した強制空気オーブン内で 2 分、硬化させた。その後、試料は全て、 125 に設定したオーブン内で 5 時間、ロール状で後硬化された。次に、 JA 試験を用いてこれらの実施例の性能を評価し、その結果を表 5 に示す。

【0037】

(実施例 11 ~ 13)

10

実施例 8 のマイクロフィニッシュフィルムのロールを、ベース材料として使用するために入手し、これらの実施例に従ってサイズコートを適用した。実施例 11 ~ 13 におけるサイズ樹脂は、イーポン (Epon) 828 41 g と、モンデュール (Mondur) MR 40 g と、デスマラピッド (Desmopac) DB 0.2 g の溶液であった。サイズコート溶液をブラシを用いてマイクロフィニッシュフィルムに適用した後、ソフトローラーを用いて溶液を均一に分配し、過剰物を除去した。サイズ樹脂を、表 5 に示す被覆重量で適用した後、それらを、実施例 8 においてと同様にして硬化および後硬化させ、試験した。結果を表 5 に示す。

【0038】

比較例 A (CE-A)

20

市販の 80 μm マイクロフィニッシュフィルム (3M 社 (3M Company) から入手可能な 373L) を用いた。

【0039】

表 5 : JA 試験結果

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

30

【0040】

(実施例 14 ~ 18)

研磨物品を作製するために通常使用される樹脂と組み合わせた様々なポリオキサゾリドンの硬度 (100 g 荷重) を、コネチカット州ブリッジポート (Bridgeport) のウィルソン・メカニカル・インストルメンツ (Wilson Mechanical Instruments) 製のツーコン硬度試験機 (Tukon Hardness Tester) 、モデル・ツーコン (Tukon) LR を用いて測定した。厚さ 381 μm の各処方のフィルムを顕微鏡のスライドガラスにコーティングし、得られたフィルムを、表 6 に示すように、236 ワット / cm の UV ランプ (フュージョン (Fusion) D) を用いて 10 m / 分で 2 回通過させて UV 硬化、および / または 125 に設定したオーブン内で 6 時間、熱硬化した。処方および硬度結果 (KHN はヌープ (Knoop) 硬度数である) を更に表 6 に示す。

40

【0041】

比較例 B および C (CE-B および CE-C)

CE-B では、サイズコート樹脂を用いた硬度試験を、ERL4221 98 重量部 (pbw) と CDT1010 (トリアリールスルホニウムヘキサフルオロアンチモネート) 2

50

p b wとの溶液のサイズ樹脂を使用したこと以外は実施例14についてと同様に準備した。CE-Cでは、サイズコート樹脂を用いた硬度試験を、TMPTA 70部と、SR368 30部と、イルガキュア(Irgacure)819(I-819)1部との溶液を含有するサイズ樹脂を使用したこと以外は実施例14についてと同様に準備した。

【0042】

表6：硬度結果

実施例	処方	重量部	UV硬化	熱硬化	KHN
14	PAPI580N／イーポン(Epon)828／デスマラピッド(Desmopan)DB	40/50/0.5	なし	あり	27.5
15	PAPI27／イーポン(Epon)828／デスマラピッド(Desmopan)DB	39/50/0.5	なし	あり	26.3
16	デスマデュール(Desmodur)CB75N／イーポン(Epon)828／デスマラピッド(Desmopan)DB	94/50/0.5	なし	あり	30.1
17	デスマデュール(Desmodur)HL／イーポン(Epon)828／デスマラピッド(Desmopan)DB	116.5/50/0.6	なし	あり	28.4
18	デスマデュール(Desmodur)IL／イーポン(Epon)828／デスマラピッド(Desmopan)DB	122.4/40/0.6	なし	あり	33.7
CE-B	ERL4221/CD1010	98/2	あり	あり	19.8
CE-C	TMPTA/SR368/I-819	70/30/1	あり	あり	22.1

【0043】

(実施例19)

樹脂と鉱物を併せたスラリーペーストは、イパロイ(Epallyoy)8220 114gと、モンデュール(Mondur)MR 87gと、ソルスパース(Solsperse)24000 8gと、OX50 2gと、P120褐色酸化アルミニウム900gとを混合することによって作製した。鉱物が完全に分散するまで混合した後、デスマラピッド(Desmopan)DB 0.5gを加えて、約2分間混合を続けた。その後、混合物を用いて、ID7.62cm(3インチ)、OD15.24cm(6インチ)および幅2.54cm(1インチ)の砥石車型の金型を充填した。次に、金型を閉じて、100に設定したオーブン内で75分間加熱した。砥石車を金型から取り出し、145に設定したオーブン内で10時間ポストベークした。

【0044】

得られた砥石車をドレッシングし、7.62cm(3インチ)のスピンドルを装備した旋盤において183.3rad/秒(1750rpm)で試験した。ドレッサーは、この目的のために用いられる常套のダイアモンド用具であった。ドレッシングした後、この砥石車を用いて、鋼部品の面取りとバリ取りを行い、そしてはさみとブレードを砥いだ。これは、いずれのワークピースにおいても良好な切削と典型的な仕上げを示すと同時に、低い磨耗と不燃焼を示した。

【0045】

様々な修正が本発明の範囲および原理から逸脱することなく行うことができることは、上記の説明から当業者には明白であり、本発明が、上記で説明した例示的な実施形態に過度に制限されるべきではないと理解すべきである。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2006/031424

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. B24D3/02 B24D3/28		
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) B24D		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5 152 917 A (PIEPER JON R [US] ET AL) 6 October 1992 (1992-10-06) cited in the application the whole document	1-21
A	US 6 551 366 B1 (D SOUZA ANDREW S [US] ET AL) 22 April 2003 (2003-04-22) cited in the application the whole document	1-21
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.		<input checked="" type="checkbox"/> See patent family 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		
Date of the actual completion of the International search 22 November 2006		Date of mailing of the International search report 29/11/2006
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL-2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Zeckau, Jochen

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/US2006/031424

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
US 5152917	A 06-10-1992	AT	137154 T	15-05-1996
		AU	661473 B2	27-07-1995
		AU	1240392 A	07-09-1992
		BR	9205596 A	26-04-1994
		CA	2100059 A1	07-08-1992
		CN	1269277 A	11-10-2000
		CN	1064830 A	30-09-1992
		CZ	9301581 A3	16-02-1994
		DE	69210221 D1	30-05-1996
		DE	69210221 T2	09-01-1997
		EP	0570457 A1	24-11-1993
		ES	2086731 T3	01-07-1996
		HK	1032021 A1	18-08-2006
		HK	1006688 A1	12-03-1999
		HU	68648 A2	28-07-1995
		JP	3459246 B2	20-10-2003
		JP	6505200 T	16-06-1994
		JP	2004001221 A	08-01-2004
		MX	9200306 A1	01-09-1992
		RU	2106238 C1	10-03-1998
		SG	73390 A1	20-06-2000
		WO	9213680 A1	20-08-1992
US 6551366	B1 22-04-2003	AU	4914901 A	21-05-2002
		BR	0115273 A	12-08-2003
		CN	1483067 A	17-03-2004
		EP	1337597 A1	27-08-2003
		JP	2004514017 T	13-05-2004
		TW	562721 B	21-11-2003
		WO	0238696 A1	16-05-2002

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LS,MW,MZ,NA,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,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,NL,PL,PT,RO,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,BW,BY,BZ,CA,CH,CN,CO, CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KM,KN,KP,KR,KZ,LA,L C,LK,LR,LS,LT,LU,LY,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PG,PH,PL,PT,RO,RS,RU,SC,SD,SE,SG,SK ,SL,SM,SY,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,ZA,ZM,ZW

(74)代理人 100126789

弁理士 後藤 裕子

(72)発明者 エリック・ジー・ラーソン

アメリカ合衆国 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7 ミネソタ州セント・ポール、ポスト・オフィス・ボックス 3
3 4 2 7、スリーエム・センター

F ターム(参考) 3C063 AA01 BC03 BC10 BE04 BG08 EE10