

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3949891号
(P3949891)

(45) 発行日 平成19年7月25日(2007.7.25)

(24) 登録日 平成19年4月27日(2007.4.27)

(51) Int.C1.

F 1

| | | | | | |
|-------------|-------------|------------------|---------|------|---------|
| B24D | 5/12 | (2006.01) | B 2 4 D | 5/12 | Z |
| B24D | 3/00 | (2006.01) | B 2 4 D | 3/00 | 3 2 O B |
| B24D | 3/02 | (2006.01) | B 2 4 D | 3/00 | 3 3 O D |
| B24D | 3/06 | (2006.01) | B 2 4 D | 3/00 | 3 3 O G |
| B24D | 3/34 | (2006.01) | B 2 4 D | 3/00 | 3 4 O |

請求項の数 7 (全 13 頁) 最終頁に続く

| | |
|---------------|-------------------------------|
| (21) 出願番号 | 特願2000-592107 (P2000-592107) |
| (86) (22) 出願日 | 平成11年12月8日 (1999.12.8) |
| (65) 公表番号 | 特表2002-534281 (P2002-534281A) |
| (43) 公表日 | 平成14年10月15日 (2002.10.15) |
| (86) 国際出願番号 | PCT/US1999/029024 |
| (87) 国際公開番号 | W02000/040371 |
| (87) 国際公開日 | 平成12年7月13日 (2000.7.13) |
| 審査請求日 | 平成13年7月31日 (2001.7.31) |
| 審判番号 | 不服2004-21092 (P2004-21092/J1) |
| 審判請求日 | 平成16年10月12日 (2004.10.12) |
| (31) 優先権主張番号 | 09/227,028 |
| (32) 優先日 | 平成11年1月7日 (1999.1.7) |
| (33) 優先権主張国 | 米国(US) |

| | |
|-----------|---|
| (73) 特許権者 | 391010770 サンゴバン アブレイシブズ, インコ ポレイティド アメリカ合衆国, マサチューセッツ O 1 6 1 5 - 0 1 3 8, ウースター, ピー. オ ー. ボックス 1 5 1 3 8, ニュー ボン ド ストリート 1 |
| (74) 代理人 | 100077517 弁理士 石田 敏 |
| (74) 代理人 | 100092624 弁理士 鶴田 準一 |
| (74) 代理人 | 100080919 弁理士 田崎 豪治 |
| (74) 代理人 | 100082898 弁理士 西山 雅也 |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】活性結合剤を有する超砥石

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

- 研磨工具の製造方法であり、
- (a) (1) 砥粒；
- (2) 大きな部分の銅および小さな部分のスズから本質的になる金属成分；および
- (3) 烧結条件下で砥粒と化学的に反応する活性金属を含む粒子成分の予め選定された部分を供給すること；
- (b) 均一な組成物を形成するために粒子成分を混合すること；
- (c) 均一な組成物を予め選定された型内に置くこと；
- (d) 成型物品を形成するのに有効な時間約 3 4 5 ~ 6 9 0 MPa の範囲の圧力に型を圧縮すること；
- (e) 成型物品を、金属成分および活性金属を焼結して焼結結合剤にするのに有効な時間約 5 0 0 ~ 9 0 0 の範囲の温度に加熱し、それにより砥粒および焼結結合剤を砥粒強化複合体に統合すること；ならびに
- (f) 砥粒強化複合体を冷却して研磨工具を形成させること、の段階を含む方法。

【請求項 2】

圧縮段階の後に約 1 0 0 MPa より低い圧力に成型物品への圧力を低下させること、そして加熱段階の間、約 1 0 0 MPa より低い圧力を維持することをさらに含む請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】

砥粒が被覆されていない請求項 1 記載の方法。

【請求項 4】

砥粒が混合段階の前に、分子厚さまたは高分子厚さの活性金属層で被覆される請求項 1 記載の方法。

【請求項 5】

活性金属が焼結の前に、被覆されていない砥粒に機械的に付着される請求項 1 記載の方法。

【請求項 6】

粒子成分が (a) 銅 45 ~ 75 wt % ; (b) スズ 20 ~ 35 wt % ; および (c) チタン、ジルコニウム、ハフニウム、クロム、タンタルおよびそれらの少なくとも 2 つの混合物からなる群から選ばれる活性金属 5 ~ 20 wt % を含み、(a)、(b) および (c) の合計が 100 % である請求項 1 記載の方法。

10

【請求項 7】

供給する段階がさらに

(i) 粘着ペーストを形成するために活性金属成分の微粉末および有効量の液体バインダーを均一な組成物に混合すること；

(ii) 砥粒を粘着ペーストと混合して粘着ペーストで砥粒表面の少なくとも大部分をぬらすこと；ならびに

(iii) 砥粒に機械的に付着された活性金属粉末の残渣を残すように効率的に液体バインダーを乾燥させること、

20

を含む請求項 1 記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は、エレクトロニクス産業で利用されているような非常に硬い材料を研磨するための薄い砥石に関する。

【0002】

非常に薄くて、かつ非常に硬い砥石は商業的に重要である。たとえば、薄い砥石はエレクトロニクス製品の製造において、シリコンウェハ、およびアルミナ - 炭化チタン複合体のいわゆるパック (packs) の処理における、薄片の切断および他の研磨操作の実施、に使用される。シリコンウェハは集積回路に使用されるのが通常であり、そしてアルミナ - 炭化チタンパックは磁気的に記憶された情報を記録し再生するための浮動薄膜ヘッド (flying thin film heads) を製造するのに利用される。シリコンウェハおよびアルミナ - 炭化チタンパックを研磨するための砥石の使用は米国特許第 5,313,742 号明細書によく記載されており、ここに引用により開示全体が組入れられる。

30

【0003】

'742 特許において述べられるように、シリコンウェハおよびアルミナ - 炭化チタンパックの製造は工作物材料のくずをほとんど伴なわない寸法的に正確な切断の必要性を創出する。理想的には、このような切断をもたらす切断ブレードはできるかぎり硬く、そして実際的に薄くあるべきである。なぜなら、ブレードが薄ければ薄いほど産生するくずは少なく、そしてブレードが硬ければ硬いほど真直ぐに切断するからである。しかし、これらの特性は相容れない。なぜなら、ブレードが薄ければ薄いほど、硬さが小さくなるからである。

40

【0004】

産業は、アーバを備えた心棒と一緒に組み合わせられるのが通常であるモノリス砥石を用いるのが進展してきた。組合せにおいて個々の砥石は、圧縮できず、耐久性のスペーサにより互いに軸方向に分離されている。従来、個々の砥石は砥石のアーバ孔からその周囲まで均一な軸方向寸法を有する。非常に薄いが、これらの砥石の軸方向寸法は切断の良好な精度のために適切な硬さを与えるのに望まれるよりも大きい。しかし、くずの発生を受け入れられる範囲内にとどめるために、厚さは低下する。これは砥石の剛性を理想よりも小さく減少させる。

50

【0005】

従来の平形砥石 (straight wheel) は比較的薄い砥石よりも多くの工作物くずを発生し、そして比較的硬い砥石よりも多くの切くずおよび不正確な切断を生じるのがみられる。'742特許は、アーバ孔から外側へ半径方向に伸びる内側部分の厚みを増加させることにより、組合された平形砥石の性能を向上しようと試みた。厚い内側部分を有するモノリス砥石はスペーサを有する平形砥石よりも硬いことが開示された。しかし、'742特許の砥石は、内側部分は切断に使用されず、したがって内側部分の砥石の容積が無駄になるという不利を受ける。薄い砥石、特にアルミナ・炭化チタンを切断するための砥石は、ダイヤモンドのような高価な砥粒物質を使用するので、'742特許の砥石のコストは、無駄な砥石容積により、平形砥石に比べて高い。

10

【0006】

従来の砥石と比べて向上した剛性を有する、平形、モノリスで薄い砥石を有するのが望ましい。砥石の形状は別にして、剛性は砥石構成材料の固有剛性により決定される。モノリス砥石は、砥粒、ならびに所望の形状に砥粒を保持する結合剤から基本的にできている。これまで金属結合剤はシリコンウェハおよびアルミナ・炭化チタンパックのような硬物質を切断するのを意図される。薄い砥石のために使用されてきたのが通常である。ダイヤモンド砥粒を保持するための種々の金属結合剤組成物、たとえば銅、亜鉛、銀、ニッケルもしくは鉄合金が、この分野で知られている。金属結合剤組成物への少くとも1つの活性金属成分の添加は、結合形成の間にダイヤモンド砥粒を活性金属成分と化学的に反応させ得、それにより統合された、砥粒強化複合体を形成する；ことがここに見出された。このように金属への砥粒の化学的結合とともに砥粒の非常に高い固有剛性は実質的に増加した剛性の砥石構造を生じさせる。

20

【0007】

したがって、本発明は、約20～2500μmの範囲の均一な幅を有する、平形の砥粒強化研磨ディスクからなる砥石であり、約2.5～50vol%の砥粒、ならびに焼結の際に砥粒と化学結合を形成し、金属成分と活性金属とを含む、補充的量の結合剤から本質的になり、活性金属および砥粒は同一であるが活性金属を含まない組成の研磨ディスクの弾性率値よりも少くとも24%高い弾性率値を有する砥粒強化研磨ディスクを製造するのに有効な量で存在する、砥石を提供する。

さらに、本発明は、約20～2500μmの範囲の均一な幅を有する、平形の砥粒強化研磨ディスクからなる砥石と、工作物を接触させる段階を含む工作物の切削方法を提供し、砥石は約2.5～50vol%の砥粒、ならびに焼結の際に砥粒と化学結合を形成し、金属成分と活性金属とを含む、補充的量の結合剤から本質的になり、活性金属および砥粒は同一であるが活性金属を含まない組成の研磨ディスクの弾性率値よりも少くとも24%高い弾性率値を有する砥粒強化研磨ディスクを製造するのに有効な量で存在する、方法である。

30

【0008】

さらに本発明は、研磨工具の製造方法を提供し、

- (a) (1) 砥粒；
- (2) 大きな部分の銅および小さな部分のスズから本質的になる金属成分；および
- (3) 焼結条件下で砥粒と化学的に反応する活性金属を含む粒子成分の予め選定された部分を供給すること；
- (b) 均一な組成物を形成するために粒子成分を混合すること；
- (c) 均一な組成物を予め選定された型内に置くこと；
- (d) 成型物品を形成するのに有効な時間約345～690MPaの範囲の圧力に型を圧縮すること；
- (e) 成型物品を、金属成分および活性金属を焼結して焼結結合剤にするのに有効な時間約500～900の範囲の温度に加熱し、それにより砥粒および焼結結合剤を砥粒強化複合体に統合すること；ならびに
- (f) 砥粒強化複合体を冷却して研磨工具を形成させること、

40

50

の段階を含む方法である。

【0009】

本発明は平形で円形の、モノリス砥石に適用されうる。「平形」(“straight”)という用語は、砥石の軸方向厚さがアーバ孔の半径から砥石の外径まですべての半径で均一であることを意味する。これらの砥石に意図される重要な用途は、精度と減少したかつ損失をもって、無機物質のウェハおよびパックのような薄片を研削切断(slicing)することである。高い切断速度、すなわち工作物と接触する砥石表面の速度、で砥石を操業することにより優れた結果が達成されることが多い。このような性能基準および操業条件は、非常に小さく、均一な厚さの、大きい半径を有する砥石を用いて達成されるのが通常である。ここで、本発明の好適な砥石は特徴的に高いアスペクト比を著しく特徴とする。アスペクト比は軸方向断面寸法、すなわち砥石の厚さ、によりて割った砥石外径の比と定義される。アスペクト比は、1に対して、約20～6000、好ましくは約100～1200、そしてもっと好ましくは約250～1200であるべきである。10

【0010】

砥石厚さの均一性は所望の切断性能を得るために厳格な公差に保持される。好適には、均一な厚さは約20～2500μm、もっと好適には約100～500μm、そして最も好適には約100～200μmの範囲である。約5μm未満の厚さ可変性が好適である。アーバ孔の径は約12～90mmそして砥石径は約50～120mmであるのが通常である。

「モノリス」(“monolithic”)という用語は、砥石材料がアーバ孔の半径から砥石の半径まで完全に均一な組成であることを意味する。すなわち、モノリス砥石の全体は、基本的に、焼結結合剤中に埋込まれた砥粒を含む研磨ディスクである。研磨ディスクは、たとえば研磨砥石の研磨部分が添付される金属コアのような、研磨部分の構造支持体のための統合された、非研磨部分を有さない。20

【0011】

基本的に、本発明の研磨ディスクは、3つの成分、すなわち、砥粒、金属成分および活性金属成分を含む。金属成分および活性金属は一緒に焼結結合剤を形成し、所望形状の砥石における砥石を保持する。焼結結合剤は成分を適切な焼結条件に供することにより得られる。「活性金属」(“active metal”)は、焼結の際に砥粒表面と反応しうる元素もしくは化合物を意味する。したがって、活性金属は砥粒に化学的に結合する。さらに、活性金属は砥粒および焼結結合剤を砥粒補強複合体に統合するのに有効な量で存在する。したがって、適切に高剛性ならびに高硬度の砥粒を慎重に選定することにより、砥粒-焼結結合剤マトリックスの全体剛性が、焼結の間に砥粒に化学的に結合する活性金属成分により高められる。30

【0012】

砥粒を選定する主な重要さは、砥粒物質が切断されるべき物質よりも硬くあるべきことである。薄い砥石の砥粒は非常に硬い物質から選ばれるのが通常である。なぜなら、これらの砥石はアルミナ-炭化チタンのような非常に硬い材料を研磨するのに用いられるのが通常であるからである。上述のように、砥粒物質は、結合剤の構造を強化するのに十分に高い剛性を有することも重要である。砥粒物質を選択するための付加的な基準は、砥粒物質の弾性率が比較的高く、好ましくは焼結結合剤のそれよりも著しく高い、ことを確実にすることに帰するのが通常である。本発明において使用される代表的な、硬い砥粒物質は、ダイヤモンドおよび立方晶窒化ホウ素のようないわゆる超砥粒、ならびに炭化ケイ素、溶融酸化アルミニウム、微結晶アルミナ、窒化ケイ素、炭化ホウ素、および炭化タンゲステンのような他の硬い砥粒である。これらの砥粒の少くとも2つの混合物も使用されうる。ダイヤモンドが好適である。40

砥粒は微細粒子形態で使用されるのが通常である。約120mm径までの砥石のための砥粒の粒径は通常、約0.5～100μm、好ましくは約10～30μmの範囲であるべきである。もっと大きい径の砥石のための粒径は比例してもっと大きくなりうる。

【0013】

本発明の金属成分は、単一の金属元素もしくは多数の元素の混合物であってもよい。本發50

明における使用に適する代表的な元素は、銅、スズ、コバルト、鉄、ニッケル、銀、亜鉛、アンチモンおよびマンガンを含む。混合物の例は銅 - スズ、銅 - スズ - 鉄 - ニッケル、銅 - 亜鉛 - 銀、銅 - ニッケル - 亜鉛、銅 - ニッケル - アンチモンを含む。コバルト - タングステン炭化物およびニッケル - 銅 - アンチモン - タンタル炭化物のような金属化合物、ならびに非金属を含む合金も使用されうる。非金属成分は金属の硬度を高め、または金属の融点を低下させるのが通常であり、比較的低い焼結温度を助け、それにより高温にさらされることからのダイヤモンドの損傷を回避する。このような非金属含有化合物および合金の例はニッケル - 銅 - マンガン - ケイ素 - 鉄、およびニッケル - ホウ素 - ケイ素を含む。金属成分は小粒径粉末として供給されるのが通常である。多数元素金属成分の粉末粒子は個別元素、プレ合金もしくは双方の混合物のいずれでもありうる。

10

【0014】

活性金属成分により、焼結結合剤は砥粒を単に囲むよりもむしろ砥粒に化学的に付着する。したがって新規で、活動的に結合された薄い砥石の砥粒は非活動的に結合された砥石の砥粒よりも大きな露出で工作物に引合わされうる。加えて、比較的軟質の焼結結合剤組成物も使用されうる。これらの特徴は、砥石が目づまりする傾向が少なくもっと自由に切断し、したがって減少した動力消費で操業されるという利点を与える。銅 - スズは比較的軟質の結合を生ずる金属成分のための好適な組成物である。

銅 - スズの金属成分について、大部分（すなわち > 50 wt%）は銅であり、小部分（すなわち < 50 wt%）はスズであるのが通常である。好適には、銅 - スズ組成物は、銅 50 ~ 90 wt% およびスズ約 10 ~ 40 wt% から本質的になる；もっと好適には銅約 70 ~ 90 wt% およびスズ約 10 ~ 30 wt%；そして最も好適には銅約 70 ~ 75 wt% およびスズ約 25 ~ 30 wt% である。新規な、活動的に結合された、薄い砥石の製造についての下の記述が説明するように、金属成分は微細粒子の形態で砥石製造工程に供給されるのが通常である。

20

【0015】

活性金属成分は焼結結合剤の金属成分および砥粒の双方との適合性から選ばれる。すなわち、焼結条件下で、活性金属は強い焼結結合を形成するために金属成分とともに緻密化されるべきであり、そして、砥粒表面と反応して、それとともに化学的結合を形成するべきである。活性金属成分の選定は、金属成分の組成、砥粒の組成および焼結条件に大いに依存しうる。活性金属成分の代表的な物質はチタン、ジルコニアム、ハフニウム、クロム、タンタルおよびそれらの少くとも 2 つの混合物である。混合物において、活性成分金属は個々の金属粒子として、もしくは合金として供給されうる。チタンは、特に銅 - スズ金属成分およびダイヤモンド砥粒に関して、好適である。

30

【0016】

活性成分は、元素の形態として、または金属および不活性成分元素の化合物として添加されうる。チタン元素は低温で水および / または酸素と反応して二酸化チタンを生成し、したがって焼結の間、砥粒と反応するのに利用できなくなる。したがって、水もしくは酸素が存在するときにはチタン元素の添加はあまり好適ではない。もしチタンが化合物の形態で添加されると、化合物はチタンが砥粒と反応できるように焼結段階の前に元素の形態に解離しうるべきである。本発明において使用するチタンの好適な化合物形態は水素化チタン TiH_2 であり、それは約 500 ℃まで安定である。約 500 ℃を超えると、水素化チタンはチタンと水素に解離する。

40

【0017】

金属成分要素および活性金属成分の双方は好適には粒子の形態で結合剤組成物に配合される。粒子は焼結結合および焼結時の砥粒との最適接触をとおして均一な濃度を得るのを助けるために、そして砥粒に良好な結合強さを持たせるように、小さい粒径を有するべきである。約 44 μm の最大寸法の微細粒が好適である。金属粉末の粒径は特定メッシュ大きさのふるいにより粒子を通過させることより測定されうる。たとえば称呼 (nominal) 44 μm 最大粒子は 325 米国標準メッシュふるいを通過する。

好適な態様において、活動的に結合した薄い砥石は銅約 45 ~ 75 wt%、スズ約 20 ~ 30

50

5 wt% および活性金属約 5 ~ 20 wt% の焼結結合を含み、合計 100 % である。特に好適な態様において、活性金属はチタンである。上述のとおり、好適には水素化チタンの形態でチタン成分を配合することである。チタン元素と水素化チタンの分子量のわずかな差異は無視されうるのが通常である。しかし、明快さのために、特にそうではないと指示がなければ、ここに述べる組成物は存在するチタンをいうことが述べられる。

【0018】

新規な砥石はいわゆる「冷間プレス」(“ cold press ”) もしくは「熱間プレス(“ hot press ”)型の緻密化処理により基本的に製造される。時々「無圧焼結」(“ pressureless sintering ”)といわれる冷間プレス処理において、成分の配合物は所望の形状の型に導入され、圧密であるがもろい成型物品を得るために室温で高い圧力が付加される。高い圧力は約 300 MPa を超えるのが、通常である。ついで、圧力は解放され、成型物品は型から取除かれ、ついで焼結温度に加熱される。焼結のための加熱は、成型物品がプレ焼結段階の圧力、すなわち、約 100 MPa 未満、好適には約 50 MPa 未満よりも低い圧力に不活性ガス雰囲気下に圧力調節される間に、なされるのが通常である。さらに焼結は真空下でも生じうる。この低圧焼結の間、薄い砥石ディスクのような成型物品は、型内に置かれ、および / または平板の間に挟まれうる。

熱間プレス処理において、粒子結合剤組成物成分の配合物は通常黒鉛の型内に置かれ、冷間プロセスのように高圧に圧縮される。しかし、不活性ガスが用いられ、高圧が維持され、一方温度は上昇され、それによりフリリフォームが圧力下にある間に緻密化される。

【0019】

砥石処理の最初の段階は、成形用型に成分を充填することを含む。成分は、別々の砥粒、金属構成成分粒子および活性金属構成成分粒子の均一な配合物として添加されうる。この均一な配合物は、予め選定された割合で粒子の混合物を配合するのにこの分野で知られた、適切な機械的配合装置を用いて形成されうる。例示的な混合装置は二重円すいタンブラー、トワインシェルV型タンブラー、リボンブレンダー、水平ドラムタンブラー、および固定シェル / 内部スクリューミキサーを含みうる。

【0020】

銅およびスズは予め合金化され、青銅粒子として導入されうる。もう 1 つの選択は原料の青銅粒子組成物、追加の銅および / またはスズ粒子、活性金属粒子および砥粒と一緒にして、ついで配合することを含む。

本発明の基本的な態様において、砥粒は結合剤を焼結する前には被覆されない。すなわち、砥粒はその表面に金属を含まない。もう 1 つの態様は、すべての成分を機械的に配合する前に活性金属成分の全部もしくは 1 部を含む層で砥粒を予備被覆することを必要とする。この方法は焼結の間の砥粒と活性金属との間の化学的結合形成を増強しうる。

【0021】

層は、たとえば化学蒸着もしくは物理蒸着により得られるような分子厚さであり得、または高分子厚さであり得る。もし分子厚さが使用されると、砥粒と結合剤組成物成分の混合物中の附加的な活性金属での予備被覆で、活性金属の量を補うことが勧められる。予備被覆の分子厚さは、本発明により得られうる有利な結果を達成するのに十分な量の活性金属を単独では有さないのが通常である。

【0022】

高分子厚さの被覆は、(A) 粘着ペーストを形成するために、活性金属成分の微粉末および一時的な液状バインダーを均一な組成物に混合すること；(B) 砥粒を粘着性ペーストと混合して、粘着性ペーストで砥粒表面の少なくとも大部分をぬらすこと；ならびに(C) 砥粒に機械的に付着された活性金属粉末の残渣を残すように、液状バインダーを、通常、加熱して乾燥することにより達成されうる。機械的付着の目的は、化学的結合が付着を永続的にするとき、少なくとも焼結まで砥粒に近接して活性金属粒子を維持することである。いかなる従来の一時的液状バインダーもペーストに使用されうる。「一時的」(“ fugitive ”)という用語は、液状バインダーが高温で、好ましくは焼結温度より低い温度で、焼結処理に悪い影響を与えないで結合剤組成物から立退く能力を有することを意味する。バ

10

20

30

40

50

インダーは、実質的に完全に蒸発するのに十分揮発性であるべきであり、および／または結合剤の機能を妨害するような残渣を残さないで、焼結の間に、熱分解すべきである。好適にはバインダーは約400℃未満で蒸発する。バインダーはこの分野でよく知られている多くの方法により粒子と配合されうる。

【0023】

成形用型に装入されるべき成分の混合物は、研磨材分野で使用されるのが通例であるパラフィンワックス「Acrowax」、およびステアリン酸亜鉛のような任意の処理助剤を少量含有しうる。

いったん均一な配合物が調製されると、それは適切な型に装入される。好適な冷間プレス焼結処理において、型の内容物は、外部的に付加された機械的圧力で、外気温下、約345～690 MPaに圧縮されうる。プラテン(platen)プレスが、たとえばこの操業に使用されうる。圧縮は、約5～15秒維持されるのが通常であり、その後解除される。ついで型の内容物は、結合剤組成物を緻密化するのに十分高いが、実質的に完全には溶融しない焼結温度に昇温される。焼結温度は少なくとも約500℃であるべきである。加熱は低絶対圧真空下、もしくは不活性ガスおおいのもとのよう、不活性雰囲気下で生じさせるべきである。砥粒が悪い影響を受けるような高温での焼結を要求しないような金属結合剤および活性金属成分を選択するのが重要である。たとえば、ダイヤモンドは約1100℃を超えると黒鉛化されはじめる。したがって、ダイヤモンド砥石の焼結は安全にこの温度未満、好ましくは約950℃未満、で生じるように設計されるべきである。焼結温度は、結合剤成分を焼結させ、同時に活性金属を砥粒と反応させるのに有効な間、保持されるべきである。焼結温度は約30～120分間維持されるのが通常である。

【0024】

好適な熱間プレス処理において、条件は圧力が焼結完了まで維持されることを除けば冷間プレスと同様であるのが通常である。無圧焼結もしくは熱間プレスのいずれにおいても、焼結後に、型は外気温度に低下され、焼結生成物が取除かれる。生成物は所望の寸法公差を得るためにラッピング(lapping)のような従来法で仕上げられる。

このように、上述の焼結および結合は、砥粒強化複合体を形成するために砥粒を焼結結合剤中に統合する。砥粒強化複合体の形成を容易にするため、ならびに良好に露出された砥石を提供するために、焼結生成物中で、約2.5～50 vol%の砥粒および補充的量の焼結結合剤を用いるのが好適である。

【0025】

本発明による好適な研磨工具は砥石である。したがって、典型的な型形状は薄いディスク形状である。中実(solid)のディスク型が使用され得、焼結後に中央ディスク部分はアーバ孔を形成するために除去されうる。あるいは、環状形の型がその場でアーバ孔を形成するために使用されうる。後者の方法は焼結ディスクの砥粒を備えた中央部分を捨てるによる無駄を避ける。

砥粒強化複合体構造のうまくいく形成により、砥粒は砥石の剛性に寄与する。したがって、上述のように、砥粒は硬度、耐衝撃性等の従来の特性のみならず、たとえば弾性率により決定される剛性についても選択されることが重要である。特定の理論に縛られることは望まないが、活性金属成分で化学的結合により焼結結合剤と統合された非常に硬い砥粒は著しく複合体の剛性に寄与する。この寄与は、操業時に複合体上の応力負荷は本質的に非常に硬い砥粒に有効に移されるので生じると考えられる。このように等しい厚さの従来の砥石よりも硬い、平形で、活動的に結合された薄い砥石を得ることは本発明の実施により可能である。新規な砥石は、従来の平形砥石に比べてカーフ損失の犠牲なしに、もっと精密な切断と少ない切りくずを与えるのに有用である。

【0026】

新規な砥石の剛性は、従来の砥石に比べてかなり向上されるべきである。好適な態様において、活動的に結合された砥石の弾性率は、焼結結合剤成分単独(すなわち、金属成分+活性金属成分で、砥粒を含まない)の弾性率よりも高く、少なくとも約100 GPa、そして好ましくは少なくとも約150 GPaである。もう1つの好適な態様において、砥石

10

20

30

40

50

の弾性率は砥粒を含有しない焼結結合剤の弾性率の少なくとも約2倍である。

本発明はその特定の代表的な態様の例により例示されるが、そこでは他に指示がなければすべての部、割合および%は質量により、粒径は米国標準ふるいメッシュの称呼により示される。本来S I 単位で得られていないすべての質量および測定単位はS I 単位に換算された。

【0027】

実施例1

銅粉末(<400メッシュ)、スズ粉末(<325メッシュ)および水素化チタン(<325メッシュ)が、Cu 59.63%、Sn 23.85%およびTiH₂ 16.50%の割合で一緒にされた。この結合剤組成物は集塊を除去するために165メッシュのステンレス鋼ふるいを通過させられ、ふるいにかけられた混合物は「Turbula」(商標)ミキサー(Glen Mills, Inc., Clifton, New Jersey)中で30分間混和された。GESuperabrasives, Worthington, Ohioからのダイヤモンド砥粒(15~25μm)が、ダイヤモンド18.75vo 1%を含有する混合物を形成させるために金属混和物に添加された。この混合物は均一な砥粒および結合剤組成物を得るために1時間、Turbulaミキサー中で混和された。10

【0028】

砥粒および結合剤組成物は外径121.67mm、内径6.35mmおよび均一な深さ0.81mmのキャビティを有する鋼製型へ置かれた。「生」("green")砥石は外気温下で414MPa(4.65トン/cm²)で10秒間型を圧密化することにより形成された。生の砥石は型から取除かれ、ついで真空下で2時間、水平な平板の間で上方板に660gの質量を配置されて850℃に加熱された。熱い焼結生成物はゆっくりと250℃に冷却され、ついで外気温に急速に冷却された。砥石は従来の方法により最終的な寸法に研削されたが、予め選定された振れ(run out)への形直し("truing")および表Iに示す条件下での初期目直し(initial dressing)を含む。20

仕上砥石寸法は外径114.3mm、内径69.88mm(アーバ孔径)および厚さ0.178mmであった。

【表1】

表 I

形直し条件 実施例 1 - 2

形直しされた砥石

| | | |
|-----------|-----------------|----|
| 速度 | 5593 rev./min. | |
| 送り速度 | 100 mm/min. | 10 |
| 法兰ジからの露出 | 3.68 mm | |
| 砥石形直し | 型番号 370220-H9B4 | |
| 組成 | 炭化ケイ素 | |
| 径 | 112.65 mm | |
| 速度 | 3000 rev./min. | 20 |
| トラバース送り速度 | 305 mm/min. | |
| パス数 | | |
| 2.5 μmで | 40 | |
| 1.25 μmで | 40 | |
| 初期目直し | | |
| 砥石速度 | 2500 rev./min. | 30 |
| 目直しステッキ | 型 370500-GV | |
| 目直しステッキ幅 | 12.7 mm | |
| 侵入 | 2.54 mm | |
| 送り速度 | 100 mm/min. | |
| パス数 | 12.00 | 40 |

【0029】

実施例 2 および比較例 1

実施例 1 で記載されるように製造された新規な砥石および同じ大きさの従来の、市販砥石（比較例 1）が、黒鉛基板にのりづけされた、型 3 M - 310 (Minnesota Mining and Manufacturing Co., Minneapolis, Minnesota) アルミナー炭化チタンの長さ 150 mm × 幅 150 mm × 厚さ 1.98 mm のブロックから多数の薄片を切断するのに用いられた。比較例 1 の砥石組成は、コバルト 53.1 wt %、ニッケル 23.0 wt %、銀 12.7 wt %、鉄 5.4 %、銅 50

3 . 4 % および亜鉛 2 . 4 % の結合剤中に 1 5 / 2 5 μm ダイヤモンド砥粒 1 8 . 9 v o 1 % であった。各スライシングの前に、砥石は、単一の目直しパスおよび 1 9 mm 幅の目直しスティック（実施例 1 では 1 2 . 7 mm）が使用された以外は、表 I に示されるように目直しされた。各試験において、砥石は外径 1 0 6 . 9 3 mm の 2 つの金属支持スペーサの間に備え付けられた。砥石速度は 7 5 0 0 rev . / min (回転 / 分)（比較例 1 では 9 0 0 0 rev . / min . ）であり、送り速度 1 0 0 mm / min . および切断深さ 2 . 3 4 mm が用いられた。切断は、2 7 5 kPa の圧力で 1 . 5 8 mm \times 8 5 . 7 mm の長方形ノズルにより放出される、5 % さび止め剤で安定化された脱塩水 5 6 . 4 L / 分の流れで冷却された。切断の結果は表 II に示される。新規な砥石はすべての切断性能基準を良好に成し遂げた。比較例 1 の砥石は、2 0 % 高い回転速度で操業することを必要とし、新規砥石よりも約 4 5 % 高い動力を消費した（約 5 2 0 W 対 3 6 9 W ）。 10

【表 2】

表II

| | 累積 スライシング スライシング 累積 | 長さ | 砥石摩耗 | | | 工作物 | | | 切断 真直度 | 回転 動力 消費 |
|-------|------------------------------|--------|---------|---------|-----------------|-----------|-----------|-------|-----------|----------------|
| | | | 半径 | 累積 | 係数 ¹ | 最大切 くず | 平均切 くず | | | |
| 実施例 1 | No. 9.0 0 | m 1.35 | μm 5.08 | μm 5.08 | μm/m 3.70 | μm 8.00 | μm <5 | μm <5 | W | 10 |
| | 9.0 0 | 2.70 | 0.00 | 5.08 | 0.00 | 9.00 | 5.00 | <5 | | |
| | 9.0 0 | 4.05 | 0.00 | 5.08 | 0.00 | 11.00 | <5 | <5 | 368-296 | |
| | 9.0 0 | 5.40 | 10.16 | 15.24 | 7.40 | 6.00 | <5 | <5 | | |
| | 9.0 0 | 6.75 | 2.54 | 17.78 | 1.90 | 10.00 | 5.00 | <5 | | |
| | 9.0 0 | 8.10 | 2.54 | 20.32 | 1.90 | 11.00 | 5.00 | <5 | 312-368 | |
| | 9.0 0 | 9.45 | 10.16 | 30.48 | 7.40 | 8.00 | <5 | <5 | | |
| | 9.0 0 | 10.8 | 2.54 | 33.02 | 1.90 | 9.00 | <5 | <5 | | |
| 比較例 1 | 9.0 0 | 12.0 | 2.54 | 35.56 | <0.5 | 9.00 | <5 | <5 | 376-328 | 20 |
| | 9.0 0 | 9.00 | 1.35 | 5.08 | 5.08 | 3.70 | 11.00 | <5 | 520-536 | |
| | 9.0 0 | 18.00 | 2.70 | 10.16 | 15.24 | 7.40 | | | | |
| | 9.0 0 | 27.00 | 4.05 | 5.08 | 20.32 | 3.70 | | | | |
| | 9.0 0 | 5.40 | 2.54 | 22.86 | 1.90 | 10.00 | <5 | <5 | | |
| | 9.0 0 | 6.75 | 5.08 | 27.94 | 3.70 | | | | | |
| | 9.0 0 | 8.10 | 2.54 | 30.48 | 1.90 | | | | | |
| | 9.0 0 | 9.45 | 5.08 | 35.56 | 3.70 | 14.00 | <5 | <5 | 560-576 | |

¹ 摩耗係数=半径摩耗÷スライシングされた工作物長さ

40

【0030】

実施例 3 および 4 ならびに比較例 2 ~ 8

砥粒強化砥石組成物の剛性が試験された。ダイヤモンド砥粒を有する、および無しの種々の微細金属粉末が表IIIに示される割合で一緒にされ、実施例 1 のように均一組成物に混合された。引張り試験試料は、大気温度で約 414 ~ 620 MPa (30 ~ 45 Tons/in²) の圧力下で約 5 ~ 10 秒間、ドッグボーン形状の型内で組成物を圧縮することにより形成され、ついで実施例 1 に述べるように真空下で焼結された。試験試料は Instron 引張り試験機にもとづいてソニック (sonic) および標準引張り弾性率測定に供された。結果は表IIIに示される。砥粒強化試料（実施例 3 および 4）の弾性率は 150 GPa を超えた。実施例 4 においてダイヤモンドの増加した濃度は、弾性率を著しく

50

高め、ダイヤモンドが組成物中に統合されたことを確認する。対照的に、比較例2はダイヤモンドの不存在のために砥粒強化のない同一の結合剤組成物は劇的に剛性を低下させることを示した。同様に、比較例3は、活性成分無しに青銅結合剤組成物に埋め込まれたダイヤモンドは比較的不十分な剛性を与えることを示す。

比較例4において、以前はGeneral Electric Co.から商業的に入手したダイヤモンド砥粒（約1～2μm厚さのチタンで表面が被覆されていると製造者により説明されていた。）が使用された。剛性は活性成分を有さないもの（比較例3）に比べてわずかに向上したが、効果的な実施例組成物には遠く及ばなかった。低下した効果の理由は、おそらく、あまりに少量の活性成分しか存在しないので、表面のチタンは焼結前に炭化物の形態であり、チタンを他の金属成分と適合させないか、および／または砥粒上の非炭化物チタンは酸化されている、ことによる。比較例5および7は、銅／スズ／ニッケル／鉄結合剤の異なる組成を有する従来の薄いダイヤモンド砥石はわずか100GPaの弾性率を有することを示す。比較例6および8は、ダイヤモンド砥粒のない比較例5および7の砥石組成物に対応する。これらの比較例は、ダイヤモンドを有する、または有さない結合剤組成物の剛性は大体同じであることを示す。これは活性金属成分を含まない結合剤は、構造を強化するために結合剤にダイヤモンドを統合しないという見込みを確認する。

【表3】

表III

| | 実施 例3 | 実施 例4 | 比較 例2 | 比較 例3 | 比較 例4 | 比較 例5 | 比較 例6 | 比較 例7 | 比較 例8 |
|--------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 銅、wt% | 59.50 | 59.50 | 59.50 | 80.00 | 80.00 | 70.00 | 70.00 | 62.00 | 62.00 |
| スズ、wt% | 24.00 | 24.00 | 24.00 | 20.00 | 20.00 | 9.10 | 9.10 | 9.20 | 9.20 |
| ニッケル、wt% | 16.50 | 16.50 | 16.50 | | | | 7.50 | 7.50 | 15.30 |
| 鉄、wt% | | | | | | | 13.40 | 13.40 | 13.50 |
| ダイヤモンド、vol.% | 18.80 | 30.00 | | 18.80 | 18.8* | 18.80 | | 18.80 | |
| ヤニクモデュラス、GPa | 176.00 | 220.00 | | 67.00 | 80.00 | 95.00 | | 99.00 | |
| 引張りモデュラス、GPa | 276.00 | | 110.00 | 60.00 | 84.00 | | 106.00 | 103.00 | 95.00 |

* 約1～2μmのチタンで被覆されたダイヤモンド

【0031】

本発明の特定の態様が実施例での例示のために選ばれ、先の説明は本発明のこれらの態様を説明する目的で特定の用語で説明されているが、この説明は特許請求の範囲で規定される本発明の範囲を限定しようとするものではない。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

| | | |
|---------|------|---------|
| B 2 4 D | 3/00 | 3 5 0 |
| B 2 4 D | 3/02 | 3 1 0 A |
| B 2 4 D | 3/06 | A |
| B 2 4 D | 3/34 | Z |

(74)代理人 100081330

弁理士 橋口 外治

(72)発明者 アンドリュース, リチャード エム.

アメリカ合衆国, マサチューセッツ 01581, ウエストボロウ, アップトン ロード 56

(72)発明者 ブルジアン, セルゲイ - トミスラフ

アメリカ合衆国, マサチューセッツ 01720, アクトン, ワシントン ドライブ 23

(72)発明者 ラマナス, スリニバサン

アメリカ合衆国, マサチューセッツ 01520, ホールデン, アベリー ロード 28

(72)発明者 ギアリー, アール ジー.

アメリカ合衆国, マサチューセッツ 01701, フラミンハム, ウェーブニー ロード 12

合議体

審判長 千葉 成就

審判官 豊原 邦雄

審判官 中島 昭浩

(56)参考文献 特開平7 - 246562 (JP, A)

特開平6 - 262526 (JP, A)

特開平9 - 103965 (JP, A)

国際公開第98/24593 (WO, A1)

特開昭58 - 217271 (JP, A)

特公昭51 - 752 (JP, B1)

特開平10 - 310840 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B24D5/12