

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3943143号

(P3943143)

(45) 発行日 平成19年7月11日(2007.7.11)

(24) 登録日 平成19年4月13日(2007.4.13)

(51) Int. Cl.		F I	
B 2 4 D 11/00	(2006.01)	B 2 4 D 11/00	C
B 2 4 D 11/02	(2006.01)	B 2 4 D 11/02	
B 3 2 B 27/12	(2006.01)	B 3 2 B 27/12	
B 2 9 C 65/40	(2006.01)	B 2 9 C 65/40	

請求項の数 1 (全 21 頁)

(21) 出願番号	特願平6-75786	(73) 特許権者	590000422
(22) 出願日	平成6年4月14日(1994.4.14)		スリーエム カンパニー
(65) 公開番号	特開平7-1344		アメリカ合衆国, ミネソタ 55144-
(43) 公開日	平成7年1月6日(1995.1.6)		1000, セント ポール, スリーエム
審査請求日	平成13年3月26日(2001.3.26)		センター
審査番号	不服2004-3043(P2004-3043/J1)	(74) 復代理人	100081422
審査請求日	平成16年2月16日(2004.2.16)		弁理士 田中 光雄
(31) 優先権主張番号	047861	(74) 復代理人	100122297
(32) 優先日	平成5年4月15日(1993.4.15)		弁理士 西下 正石
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100062144
			弁理士 青山 稜
		(74) 代理人	100088801
			弁理士 山本 宗雄

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 エネルギー硬化ホットメルトメイクコートを組み込んだ被覆研磨用品

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

- a) 裏当て材を準備し；
 b) 該裏当て材に、エポキシ基含有物質、ポリエステル成分および第一結合剤をエネルギーで硬化させるのに有効な量の開始剤を含有し、エネルギーで硬化するホットメルトの感圧接着剤の第一結合剤を塗布し；
 c) 該第一結合剤をエネルギー発生源に暴露して第一結合剤の硬化を開始させ；
 d) 該第一結合剤中に多数の研磨粒子を沈着させ；次いで
 e) 第一結合剤を硬化させて、その中に研磨粒子を有する架橋コーティングにする；
 工程を包含する、被覆研磨用品の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は被覆研磨用品に関し、さらに詳しくはエネルギー硬化ホットメルトのメイクコート(make coat)を組み込んだ上記物品に関する。

【0002】

【従来の技術】

被覆研磨用品は一般に多数の研磨粒子が結合された裏当て層で構成されている。第一の形態では、研磨粒子は通常メイクコートと呼ばれている第一結合剤によって裏当て材に結合されている。次いで一般にサイズコート(size coat)と呼ばれている第二結合剤が、上記

のメイクコートと研磨粒子を覆って塗布され、研磨粒子が補強されている。第二の形態では、研磨粒子が結合剤中に分散されて研磨複合体を生成し、その複合体が結合剤によって裏当て材に結合されている。

【0003】

多孔性の布地および織物材料が被覆研磨用品用の裏当て材として用いられることが多い。メイクコートは一般に低粘度の物質として裏当て材に塗布される。この状態で、そのメイクコートは、裏当て材中に移行し、多孔性裏当て材の交差する経糸と緯糸の繊維が形成する空隙の中に蓄積する。このようになると、裏当て材は、堅くかつ脆くなり、そのため本来もっている柔軟な性質が損なわれる。しかし可撓性でかつ柔軟な被覆研磨用品が要望されている。したがって、プレサイズ(presize)または含浸剤(saturant)を用いて多孔性裏

10

【0004】

1979年8月7日付でH.J.スヴィアテクに付与された米国特許第4,163,647号「被覆研磨材の調製法」には、布地の裏当て材のおもての面に液状の熱硬化性樹脂を、該布地の空隙に浸透しないような方式でコートすることが提案されている。提案されている液状熱硬化性樹脂には熱硬化性のフェノール-ホルムアルデヒド樹脂類が含まれている。

【0005】

1988年6月14日付でM.L.ツメイらに付与された米国特許第4,751,138号「照射硬化性結合剤を有する被覆研磨材」には、放射線硬化性エポキシによるメイクコートが開示されている。その放射線硬化性組成物は、例えば裏当て材に浸透飽和させるかまたは代わりにおもて面をコートすることによって裏当て材を処理するのに使用できると報告されている。

20

【0006】

1990年5月22日付でS.J.ブキャナンらには付与された米国特許第4,927,431号「被覆研磨材用結合剤」には、放射線硬化性モノマーと熱硬化性樹脂物質の混合物で製造された結合剤を利用する研磨製品が開示されている。その結合剤は、研磨粒子を裏当てシートの主要面に結合しかつ被覆研磨用品用の裏当て材処理剤として機能することもできる。

【0007】

1980年12月23日付でF.J.クロンザーに付与された米国特許第4,240,807号「研磨シートを製造するために用いる熱可塑性バインダー被覆を有する基材およびそれを用いて製造されたシート」には、その一表面に熱活性化結合剤を有する可撓性裏当て材が開示されている。その結合剤は、周囲温度下では不粘着性の固体であるが、加熱されると粘稠な流体に変化して、研磨粒子を表面に沈着させしっかりとコーティングに結合する深さまでコーティング中に沈めることができると報告されている。熱を除くとそのコーティングは固体の不粘着性の状態に戻る。

30

【0008】

しかし、裏当て材の目止めを行うのに別個のプレサイズもしくは含浸剤のコートを必要とせず、多孔性の布地もしくは織物材料の裏当て材に容易に塗布することができるメイクコートに対する要望が依然として多い。

【0009】

【発明の要旨】

一般に本発明は、裏当て材、その裏当て材上の第一結合剤すなわちメイクコート、およびその第一結合剤中の多数の研磨粒子からなる研磨布紙物質に関する。本発明の多くの被覆研磨用品は、さらに、第一結合剤と研磨粒子を覆う、例えばにかわもしくは硬化樹脂接着剤のような第二結合剤と、この第二結合剤を覆う第三結合剤を有している。

40

【0010】

第一結合剤は、架橋コーティングを与えるため予めエネルギー硬化が行われたホットメルト感圧性接着剤である。第一結合剤はホットメルト組成物であるから、多孔性の布地または織物材料製の裏当て材の場合、特に有用である。第一結合剤は、多孔性裏当て材の空隙に浸透しないので、裏当て材が本来もっている可撓性と柔軟性を保持する。

50

【0011】

本発明の一般的態様では、第一結合剤は、エポキシ基含有物質、ポリエステル成分、およびこの結合剤のエネルギー硬化を行う有効量の開始剤で構成されている。さらに詳しく述べると、第一結合剤は、約2～95部のエポキシ基含有物質、これに対応して約98～5部のポリエステル成分、および開始剤で構成されている。ヒドロキシル官能価が1より大きい任意のヒドロキシル含有物質も含有されている。

【0012】

そのポリエステル成分は、ブルックフィールド粘度が好ましくは121で10,000ミリパスカルを越え、数平均分子量が約7,500～200,000で、より好ましくは約10,000～50,000で、最も好ましくは約15,000～30,000のものである。そのポリエステル成分は、4～12個の炭素原子を含有する脂肪族飽和ジカルボン酸(およびそのジエステル誘導体)および8～15個の炭素原子を含有する芳香族ジカルボン酸(およびそのジエステル誘導体)からなる群から選択されるジカルボン酸と、2～12個の炭素原子を有するジオールとの反応生成物である。

10

【0013】

任意のヒドロキシル基含有物質としては、ヒドロキシル官能価が、少なくとも2のものが好ましく、またヒドロキシル官能価が約3のものが一層好ましい。特に好ましい物質は、数平均当量(number average equivalent weight)が約31～2250のポリオキシエチレングリコール類およびポリオキシプロピレングリコール類、ならびに数平均当量が約80～350のポリオキシエチレントリオール類およびポリオキシプロピレントリオール類のようなポリオキシアルキレンポリオール類である。ポリオキシアルキレンポリオール類は、開始剤が芳香族のスルホニウム錯塩または芳香族のヨードニウム錯塩の場合、特に好ましい。特に開始剤がメタロセン塩の場合、シクロヘキサジメタノールが有用である。ヒドロキシル基含有物質は、第一結合剤の可撓性を増大するのに有用であり、かつ第一結合剤が研磨粒子を接着させるようにエネルギーに暴露された後、その硬化反応を十分に遅延させることができる。

20

【0014】

一層好ましい第一結合剤では、エポキシ基含有物質がその2～80部を構成しそしてこれに対応してポリエステル成分がその98～20部を構成している。2～60部のエポキシ基含有物質と、これに対応して98～40部のポリエステル成分とからなる第一結合剤がさらに一層好ましい。

30

【0015】

また本発明は、かような被覆研磨用品の製造方法に関する。エネルギー硬化性のホットメルト感圧性第一結合剤は、裏当て材に塗布され(好ましくはコーティングによって)次いでエネルギー(好ましくは化学線)に暴露される。多数の研磨粒子を、第一結合剤がエネルギーに暴露される前または後に、第一結合剤中に沈着させる。次にその結合剤を硬化させて架橋コーティングにする。第一結合剤の感圧特性によって(それが最終的に硬化する前)、研磨粒子をそれに粘着させることができる。第一結合剤は熱によって後硬化させることができる。

【0016】

本発明は図面を参照することによって一層十分に理解されるであろう。また図中類似の要素には類似の番号を付けてある。

40

【0017】

図1と2は、裏当て材12とそれに結合された研磨材層14とからなる本発明の被覆研磨用品10を示す。

【0018】

裏当て材12は、布地、パルカンファイバー、紙、不織材料、ポリマーフィルム、およびこれらの積層多層組合せ体で構成されている。布地の裏当て材は織ったものまたはステッチボンディングを行ったものでもよく、綿、ポリエステル、レーヨン、絹、ナイロンまたはその混合物の繊維またはヤーンを含有している。不織布の裏当て材はセルロース繊維、合

50

成繊維またはその混合物で構成されている。以下に説明するように、多孔性の布地または織物材料製の裏当て材が本発明の被覆研磨用品に用いるのに特に有利である。

【0019】

研磨材層14は、第一結合剤すなわちメイクコート18によって裏当て材12の主要面に結合されている多数の研磨粒子16で構成されている。第二結合剤すなわちサイズコート20は、研磨粒子とメイクコートを覆って塗布されて該粒子が補強される。研磨粒子は一般に大きさが約0.1~1500ミクロン(μm)であり、より好ましくは約1~1300μmである。研磨粒子はモース硬度が好ましくは少なくとも約8であり、9より大きい方が一層好ましい。有用な研磨粒子の例としては、酸化アルミニウムに基づいた物質[例えば酸化アルミニウム、セラミックの酸化アルミニウム(一種以上の金属酸化物改質剤を含有していてもよい)および熱処理された酸化アルミニウム]、炭化ケイ素、共溶融アルミナ-ジルコニア(confused alumina-zirconia)、ダイヤモンド、セリア、立方晶窒化ホウ素、ザクロ石およびその混合物がある。また研磨粒子には、米国特許第4,652,275号および同第4,799,939号に開示されている研磨凝集体も含まれる。なおこれらの文献は本願に援用するものである。

10

【0020】

本発明の被覆研磨用品に有用な第一結合剤は、エネルギーに暴露すると硬化し共有結合で架橋して熱硬化したメイクコートを生成するホットメルト感圧性接着剤組成物で構成されている。このメイクコートはホットメルト組成物として塗布することができるので、裏当て材が本来もっている柔軟性と可撓性を損なうほど容易に裏当て材に浸透することはない。その結果、本願に開示されているメイクコートは、多孔性の布地または織物材料製裏当て材とともに利用すると特に有利である。

20

【0021】

「多孔性」という用語は、研磨材層、メイクコート、接着剤層、シーラント、含浸剤のコート、プレサイズのコート、バックサイズのコートなどをその上にもっていない裏当て材であって、ガーレイ・パーメオメータ(米国、ニューヨーク州、トロイのテレージン・ガーレイ社から入手できる)を用い、フェデラル標準試験法第191番第5452方法(1968年12月31日に発行)(工業テキスタイルのウェリントン・シアーズ・ハンドブックに引用されている)にしたがって測定したときガーレイ多孔度(Gurley porosity)が50秒より小さいものを意味する。現在知られている被覆研磨用品の布地裏当て材は通常、布地の繊維を保護し、裏当て材を目止めするために、含浸剤のコート、プレサイズのコート、バックサイズのコートまたはサブサイズのコートのような特別の処理が必要である。しかし本発明の被覆研磨用品はこのような処理は全く不要でしかも耐久性と可撓性を保持している。本発明の研磨布紙はこれらの処理を必要としないが、所望の場合はこれらの処理を行ってもよい。本発明のホットメルトメイクコートはこれらの処理を行うことができる。

30

【0022】

本発明のホットメルトメイクコートの感圧性接着特性によって、その上にサイズコートが塗布されるまで研磨粒子をメイクコートに粘着させておくことができる。架橋され熱硬化されたメイクコートは強靱でしかも可撓性で、裏当て材に強力に粘着する。

【0023】

「ホットメルト」組成物という用語は本願で用いる場合、室温(約20~22℃)では固体であるが加熱されると熔融し、粘稠な液体になって被覆研磨用品の裏当て材に容易に塗布できる組成物を意味する。本発明のホットメルトメイクコートは溶媒なしの系として配合することが望ましい(すなわち固体状態で1%より少ない溶媒しか含有していない)。「感圧性接着剤」という用語は本願で用いる場合、研磨粒子をそれに適用したときに感圧特性を示すホットメルト組成物を意味する。感圧特性とは、少なくとも軽い圧力をかけたことに応答して、組成物が、裏当て材に塗布した直後まだ暖かいときに、場合によっては室温まで冷却した後でさえも粘着性になることを意味する。

40

【0024】

本発明に有用なホットメルトメイクコートは、メイクコートの強靱性と耐久性に寄与するエポキシ基含有物質、メイクコートに感圧特性を示させるポリエステル成分、およびエネ

50

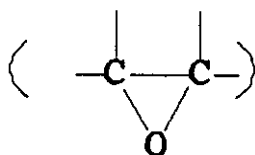
ルギーに暴露したとき組成物を硬化させることができる開始剤からなり、より好ましくはこれらのもので特に構成されている。また本発明のホットメルトメイクコートは、任意に、極めて望ましいことであるが、硬化速度を遅らせるか、および/またはメイクコートに可撓性を与えるヒドロキシ基含有物質を含有していてもよい。

【0025】

本発明のメイクコートに有用なエポキシ基含有物質は、開環反応によって重合可能な少なくとも一つのオキシラン環、すなわち

【0026】

【化1】



10

【0027】

を有する有機化合物である。このような物質は一般にエポキシド類と呼ばれ、モノマーとポリマーのエポキシドがあり、脂肪族、環式脂肪族または芳香族であってもよい。これらのものは液状、固体状またはその混合物でもよいが混合物が粘着性接着剤被膜を提供するのに有用である。これらの物質は一般に、平均して一分子当たり少なくとも2個のエポキシ基を含有している(一分子当たり3個以上のエポキシ基が好ましい)。ポリマーエポキシドとしては、末端エポキシ基を有する連鎖ポリマー類(例えばポリオキシアルキレングリコールのジグリシジルエーテル)、骨格オキシラン単位を有するポリマー類(例えばポリブタジエンポリエポキシド)、およびエポキシ側基を有するポリマー類(例えばメタクリル酸グリシジルのポリマーもしくはコポリマー)がある。エポキシ基含有物質の分子量は58から約100,000以上まで変えることができる。また各種のエポキシ基含有物質の混合物も本発明のホットメルト組成物に用いることができる。この場合の一分子当たりのエポキシ基の「平均」数は、エポキシ基含有物質中のエポキシ基の数を存在するエポキシ分子の合計数で割算した数と定義する。

20

30

【0028】

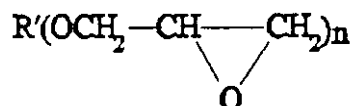
有用なエポキシ基含有物質としては、エポキシシクロヘキサンカルボキシレート類のようなシクロヘキセンオキシド基を含有する物質があり、代表的なのは3,4-エポキシシクロヘキシルメチル-3,4-エポキシシクロヘキサンカルボキシレート、3,4-エポキシ-2-メチルシクロヘキシルメチル-3,4-エポキシ-2-メチルシクロヘキサンカルボキシレートおよびビス(3,4-エポキシ-6-メチルシクロヘキシルメチル)アジペートである。この種の有用なエポキシド類のより詳細な一覧表は、米国特許第3,117,099号に引用されている。

【0029】

本発明を実施するのに特に有用なその外のエポキシ基含有物質には下記式：

【0030】

【化2】



40

【0031】

(式中、R' はアルキルまたはアリールであり、n は1~6の整数である)で表されるグリシジルエーテルモノマー類が含まれる。その例は、多価フェノールと、エピクロロヒドリ

50

ンのようなクロロヒドリンの過剰量との反応によって得られる多価フェノールのグリシジルエーテル類[例えば2,2-ビス-(2,3-エポキシプロポキシフェノール)プロパンのジグリシジルエーテル]である。本発明を実施するのに用いることができるこの種のエポキシドのその外の例は米国特許第3,018,262号に記載されている。

【0032】

本発明に使用できるエポキシ基含有物質は多数市販されている。特に、容易に入手できるエポキシドとしては次のようなものがある。すなわち、オクタデシレンオキシド、エピクロロヒドリン、スチレンオキシド、ビニルシクロヘキセンオキシド、グリシドール、メタクリル酸グリシジル、ビスフェノールAのジグリシジルエーテル(例えばシェル化学社が販売している商品名エボン828、エボン1004およびエボン1001Fのもの、およびダウ化学社が販売しているDER-332およびDER-334)、ビスフェノールFのジグリシジルエーテル(例えばチバ-ガイギー社が販売しているアラルダイトGY281)、ビニルシクロヘキセンジオキシド(例えばユニオン・カーバイド社が販売しているERL-4206)、3,4-エポキシシクロヘキシルメチル-3,4-エポキシシクロヘキセンカルボキシレート(例えば、ユニオン・カーバイド社が販売しているERL-4221)、2-(3,4-エポキシシクロヘキシル-5,5-スピロ-3,4-エポキシ)シクロヘキサン-メタジオキサン(例えばユニオン・カーバイド社が販売しているERL-4234)、ビス(3,4-エポキシシクロヘキシル)アジペート(例えばユニオン・カーバイド社が販売しているERL-4299)、ジベンテンジオキシド(例えばユニオン・カーバイド社が販売しているERL-4269)、エポキシド化ポリブタジエン(例えばFMC社が販売しているオキシロン2001)、エポキシ官能価を有するシリコーン樹脂、エポキシシラン類[例えばユニオン・カーバイド社が販売している-(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシランおよび-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン]、難燃性エポキシ樹脂(例えばダウ化学社が販売している臭素化されたビスフェノール型エポキシ樹脂のDER-542)、1,4-ブタンジオールジグリシジルエーテル(例えばチバ-ガイギー社が販売しているアラルダイトRD-2)、水素化ビスフェノールA-エピクロロヒドリンに基づいたエポキシ樹脂(例えばシェル化学社が市販しているエポネックス1510)、ならびにフェノールホルムアルデヒドのノボラックのポリグリシジルエーテル(例えばダウ化学社が販売しているDEN-431およびDEN-438)である。

【0033】

有用なポリエステル成分としては、無定形または半結晶質でヒドロキシル基とカルボキシル基の両方の末端基を有する物質がある。ヒドロキシルの末端基を有する物質が好ましい。「無定形の」という用語は、ガラス転移温度を示すが示差走査熱量測定法(DSC)によって測定可能な結晶融点を示さない物質を意味する。そのガラス転移温度は開始剤(以下に考案する)の分解温度より低い方が好ましく、高くても約120℃までである。「半結晶質の」という用語は、DSCによって結晶融点を示し、好ましくは最高融点が約150℃のポリエステル成分を意味する。

【0034】

ポリエステル成分の粘度は、(室温で測定可能な粘度を有する液体であるメイクコートとは全く異なる)ホットメルトのメイクコートを提供するのに重要である。したがって、本発明のメイクコートに有用なポリエステル成分は121℃において10,000ミリパスカルを越えるブルックフィールド粘度を有するものが好ましい。粘度はポリエステル成分の分子量に関連している。また好ましいポリエステル成分は、数平均分子量が約7,500~200,000であり、一層好ましくは約10,000~50,000であり、最も好ましくは約15,000~30,000である。

【0035】

本発明のメイクコートに有用なポリエステル成分は、ジカルボン酸(またはそのジエステル誘導体)とジオールの反応生成物で構成されている。これらの二酸(またはそのジエステル誘導体)は、4~12個の炭素原子を含有する飽和脂肪酸(未分枝鎖もしくは分枝鎖の物質または環中に5~6個の原子を有する環式物質を含む)および/または8~15個の炭素原子を有する芳香族の酸であってもよい。適切な脂肪酸の例は、コハク酸、グルタル酸、ア

10

20

30

40

50

ジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、1,12-ドデカン二酸、1,4-シクロヘキサンジカルボン酸、1,3-シクロペンタンジカルボン酸、2-メチルコハク酸、2-メチルペンタン二酸、3-メチルヘキサニ二酸などである。適切な芳香族酸としては、テレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、4,4'-ベンゾフェノンジカルボン酸、4,4'-ジフェニルメタンジカルボン酸、4,4'-ジフェニルエーテルジカルボン酸、4,4'-ジフェニルチオエーテルジカルボン酸および4,4'-ジフェニルアミンジカルボン酸がある。これらの二酸類中の2個のカルボキシル基の間の構造は炭素と水素だけを含有しているのが好ましく、より好ましくはそれはフェニレン基である。上記二酸類のいずれの混合物も使用することができる。

【0036】

10

ジオール類としては、2～12個の炭素原子を有する分枝、未分枝および環式の脂肪族ジオール類があり、例えばエチレングリコール、1,3-プロピレングリコール、1,2-プロピレングリコール、1,4-ブタンジオール、1,3-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、2-メチル-2,4-ペンタンジオール、1,6-ヘキサジオール、1,8-オクタンジオール、シクロブタン-1,3-ジ(2'-エタノール)、シクロヘキサン-1,4-ジメタノール、1,10-デカンジオール、1,12-デカンジオールおよびネオペンチルグリコールがある。そのアルキレン基が2～9個の炭素原子(好ましくは2～4個の炭素原子)を含有するポリ(オキシアルキレン)グリコール類を含む長連鎖のジオール類も使用できる。上記ジオール類のいずれの混合物も使用できる。

【0037】

20

有用で市販されている、ヒドロキシル末端基を有するポリエステル物質としては、ヒュルス・アメリカ社が販売している各種の飽和直鎖の半結晶質コポリエステル類、例えばダイナポールS1402、ダイナポールS1358、ダイナポールS1227、ダイナポールS1229およびダイナポールS1401がある。ヒュルス・アメリカ社が市販している有用な飽和直鎖の無定形コポリエステル類には、ダイナポールS1313およびダイナポールS1430が含まれている。

【0038】

開始剤は本発明のホットメルトメイクコート of 硬化または共有結合の架橋を促進する働きをする。そして開始剤は、電磁波(例えば電磁スペクトルの紫外または可視の領域の波長を有する光)によって、加速された粒子(例えば電子ビーム線)によって、または熱的に(例えば熱もしくは赤外線)活性化することができる。これらの開始剤は、好ましくは光によって活性化され、すなわち光化学線(電磁スペクトルの紫外部分もしくは可視部分の波長を有する放射線)によって活性化される光開始剤である。

30

【0039】

本発明のメイクコートに有用な開始剤には一般に3種類あり、すなわち芳香族ヨードニウム錯塩、芳香族スルホニウム錯塩およびメタロセン塩がある。好ましくはこれらの3種の光開始剤が選択される。

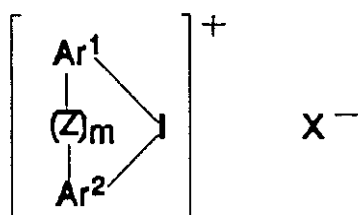
【0040】

有用な芳香族ヨードニウム錯塩は、下記式：

【0041】

【化3】

40



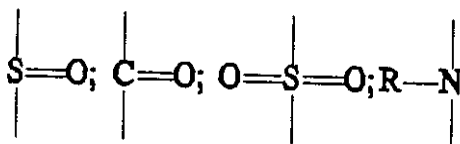
【0042】

50

(式中、 Ar^1 と Ar^2 は4～20個の炭素原子を有する芳香族の基であり、フェニル、チエニル、フラニルおよびピラゾリル基からなる群から選択される)で表される。上記式中のZは、酸素；硫黄；

【0043】

【化4】



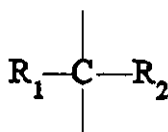
10

【0044】

[式中、Rはアリール(6～20個の炭素原子を有するアリール、例えばフェニル)またはアシル(2～20個の炭素原子を有するアシル、例えばアセチル、ベンゾイルなど)]; 炭素-炭素の結合；または

【0045】

【化5】



20

【0046】

(式中、 R_1 と R_2 は水素、1～4個の炭素原子を有するアルキルラジカルおよび2～4個の炭素原子を有するアルケニルラジカルから選択される)からなる群から選択される。mの値はゼロまたは1であり、Xは、テトラフルオロホウ酸、ヘキサフルオロリン酸、ペントフルオロヒドロキシアンチモン酸、ヘキサフルオロヒ酸およびヘキサフルオロアンチモン酸の錯アニオンから選択されるハロゲン含有錯アニオンである。

30

【0047】

Ar^1 と Ar^2 の芳香族基は、任意に、一つ以上の縮合ベンゾ環(例えば、ナフチル、ベンゾチエニル、ジベンゾチエニル、ベンゾフラニル、ジベンゾフラニルなど)をもっていてよい。またこれらの芳香族基は、特にエポキシドおよびヒドロキシ官能価と非反応性の場合、所望により、一つ以上の非塩基性基で置換されていてもよい。

【0048】

有用な芳香族ヨードニウム錯塩は、米国特許第4,256,828号に一層詳しく記載されている。好ましい芳香族ヨードニウム錯塩は、ジアリールヨードニウムヘキサフルオロホスフェートとジアリールヨードニウムヘキサフルオロアンチモネートである。

【0049】

本発明のメイクコートに有用な芳香族ヨードニウム錯塩は、電磁スペクトルの紫外領域にのみ感光性である。しかしこれらの錯塩は、公知の光分解性有機ハロゲン化合物に用いる増感剤によって、電磁スペクトルの近紫外と可視の範囲に対して感光性に行うことができる。増感剤の例としては芳香族アミン類と着色した芳香族多環式炭化水素類がある。

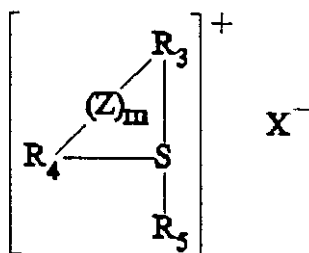
40

【0050】

本発明のメイクコートに使用するのに適している芳香族スルホニウム錯塩の開始剤は、下記式；

【0051】

【化6】



10

【0052】

(式中、 R_3 、 R_4 および R_5 は、これらの基のうちの少なくとも一つが芳香族の基の場合、同一もしくは異なってもよい)で表される。これらの基は、4～20個の炭素原子を有する芳香族の部分(例えば置換および未置換のフェニル、チエニルおよびフラニル)および1～20個の炭素原子を有するアルキルラジカルから選択することができる。「アルキル」という用語には、置換されたアルキルラジカル(例えばハロゲン、ヒドロキシ、アルコキシ、アリールのような置換基で置換されたアルキルラジカル)が含まれる。 R_3 、 R_4 および R_5 は各々芳香族が好ましい。 Z 、 m および X はすべて、ヨードニウム錯塩について先に定義したのと同じである。

20

【0053】

R_3 、 R_4 または R_5 が芳香族の基の場合、任意に1個以上の縮合ベンゾ環(例えばナフチル、ベンゾチエニル、ジベンゾチエニル、ベンゾフラニル、ジベンゾフラニルなど)をもっているもよい。またかような芳香族基は、所望により、エポキシドおよびヒドロキシルの官能価と特に非反応性の一つ以上の非塩基性基によって置換されていてもよい。

【0054】

トリフェニルスルホニウムヘキサフルオロアンチモネートのようなトリアリール置換塩が好ましいスルホニウム塩である。有用なスルホニウム錯塩は米国特許第4,256,828号に一層充分に記載されている。

【0055】

本発明に有用な芳香族スルホニウム錯塩は本質的に、電磁スペクトルの紫外領域にのみ感光性である。しかしこれらの錯塩は、米国特許第4,256,828号に記載されているような選択された一群の増感剤によって、電磁スペクトルの近紫外と可視の範囲に感光性になる。

30

【0056】

有用なメタロセン塩は下記式；

【0057】

【化7】



40

【0058】

(式中、 M^{P} はCr、Mo、W、Mn、Re、FeおよびCoから選択される金属を表す； L^1 は、置換および未置換の³-アリル、⁵-シクロペンタジエニルおよび⁷-シクロヘプタトリエニル、ならびに⁶-ベンゼンと置換⁶-ベンゼンの化合物から選択される⁶芳香化合物および各々3～8個の電子を M^{P} の原子価殻に供与できる2～4個の縮合環を有する化合物から選択される同一または異なる配位子であってもよい、電子を供与する1個または2個の配位子を表し；

50

L^2 は一酸化炭素またはニトロソニウムから選択される同一または異なってもよい、偶数の電子を供与するゼロまたは1~3個の配位子を表し；
 但し、 L^1 と L^2 によって M^P に供与される電子電荷+金属の M^P のイオン電荷の合計は錯体に対する q の正味残留正電荷になり；および
 q は1または2の値を有する整数；すなわち錯体カチオンの残留電荷であり； Y は AsF_6^- 、 SbF_6^- および SbF_5OH^- から選択されるハロゲン含有錯アニオンであり；および
 r は1または2の値を有する整数、すなわち錯カチオンの電荷 q を中和するのに必要な錯アニオンの数である)で表すことができる。

【0059】

有用なメタロセン塩は米国特許第5,089,536号に一層充分に記載されている。これは任意
 10
 なことであるが、メタロセン塩の開始剤には第三級アルコールのシュウ酸エステルのような促進剤を添加することが望ましい。この促進剤は好ましくはエポキシ基含有物質とポリエステル成分の合計重量に基づいたメイクコートの約0.1~4%を構成し、より好ましくはメタロセン開始剤の重量の約60%である。

【0060】

有用な市販開始剤としては、FX-512すなわち芳香族のスルホニウム錯塩(3M社)、UV1-6974
 すなわち芳香族スルホニウム錯塩(ユニオン・カーバイド社)およびイルガキュア261すな
 わちメタロセン錯塩(チバ-ガイギー社)がある。

【0061】

本発明のホットメルトメイクコートはさらにヒドロキシル基含有物質を任意に含有してい
 てもよい。このヒドロキシル基含有物質は、少なくとも1、好ましくは少なくとも2およ
 び最も好ましくは約3のヒドロキシル官能価を有する液状もしくは固体の有機物質である
 20
 。そのヒドロキシル基含有有機物質は、アミノ部分およびメルカプト部分のような他の「
 活性水素」を含有してはならない。またそのヒドロキシル基含有有機物質は、約100
 より低い温度においてまたは硬化中エネルギーに暴露された時に、分解したりまたは揮
 発性成分を放出することがないように、熱または光に対して不安定な基を実質的に含有し
 てはならない。その有機化合物は好ましくは、2個以上の第一級もしくは第二級の脂
 肪族のヒドロキシル基を含有している(すなわちそのヒドロキシル基は非芳香族の炭素原
 子に直接結合している)。そのヒドロキシル基は、末端に位置していてもよくまたはポリ
 マーもしくはコポリマーから垂下していてもよい。該ヒドロキシル基含有物質の数平均当
 30
 量は好ましくは約31~2250であり、より好ましくは約80~1000であり、および最も好ま
 しくは約80~350である。

【0062】

ヒドロキシル官能価が1の適切な有機物質の代表例は、アルカノール類、ポリオキシアル
 キレングリコール類のモノアルキルエーテル類、およびアルキレングリコール類のモノア
 ルキルエステル類である。

【0063】

有用なモノマーのポリヒドロキシ有機物質の代表例としては、アルキレングリコール類(
 例えば1,2-エタンジオール、1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、2-エチル-1,6
 -ヘキサジオール、1,4-シクロヘキサジメタノール、1,18-ジヒドロキシアクタデカン
 40
 、および3-クロロ-1,2-プロパンジオール)、ポリヒドロキシアルカン類(例えば、グリセ
 リン、トリメチロールエタン、ペンタエリトリールおよびソルピトール)、およびN,N-
 ビス(ヒドロキシエチル)ベンズアミド)、2-ブタン-1,4-ジオール、ひまし油などのような
 他のポリヒドロキシ化合物がある。

【0064】

有用なポリマーのヒドロキシル基含有物質の代表的な例としては、ポリオキシアルキレン
 ポリオール類(例えば当量がジオール類として31~2250またはトリオール類として80~350
 のポリオキシエチレンおよびポリオキシプロピレンのグリコール類およびトリオール類)
 、各種の分子量を有するポリテトラメチレンオキシドグリコール類、末端がヒドロキシル
 基のポリエステル類、および末端がヒドロキシル基のポリラクトン類がある。
 50

【0065】

市販されている有用なヒドロキシル基含有物質としては、ポリメグ650、1000および2000のようなポリテトラメチレンオキシドグリコール類のポリメグシリーズ(QO化学社が市販している)；テラタン650、1000および2000のようなポリテトラメチレンオキシドグリコール類のテラタンシリーズ(E.I.デュボン・デ・ネモアース社が市販)；BASF社が市販しているポリテトラメチレンオキシドグリコール類のPOLYTHF；ブトバーB-72A-、B-73、B-76、B-90およびB-98のようなポリビニルアセタール樹脂類のブトバーシリーズ(モンサント化学社が市販している)；トーン0200、0210、0230、0240および0260のようなポリカプロラクトンポリオール類のトーンシリーズ(ユニオン・カーバイド社が市販している)；デスモフェン2000、2500、2501、2001KS、2502、2505、1700、1800および2504のような飽和ポリエステルポリオール類のデスモフェンシリーズ(ミルズ社が市販)；S-107、S-109、S-1011およびS-1014のような飽和ポリエステルポリオール類のルコフレックスシリーズ(ルコ社が市販)；ダウ化学社が市販しているボラノール234-630(トリメチロールプロパン)；ダウ化学社が市販しているボラノール230～238(グリセロールポリプロピレンオキシド付加物)；シンファク8009、773240、8024、8027、8026および8031のようなポリオキシアルキル化ビスフェノールA類のシンファクシリーズ(ミリケン化学が市販)；ならびにアーコル425、1025、2025、42、112、168および240のようなポリオキシプロピレングリコール類のアーコルシリーズ(アーコ化学社が市販している)がある。

10

【0066】

本発明のメイクコートに使用するヒドロキシル基含有物質の量は、エポキシ基含有物質およびポリエステル成分の両者とヒドロキシル基含有物質の相容性、ヒドロキシル基含有物質の当量と官能価、および最終的に硬化されたメイクコートに要望される物理特性のごとき因子によって、広い範囲にわたって変えることができる。

20

【0067】

任意に用いるヒドロキシル基含有物質は、本発明のホットメルトメイクコートの可撓性を要求に合わせて調整するのに特に有用である。ヒドロキシル基含有物質の当量が増大するにつれて、ホットメルトメイクコートの可撓性は対応して増大するが、その結果粘着力が減少する。同様に当量が減少すると、可撓性が減少し、その結果粘着力が増大する。したがって、ヒドロキシル基含有物質の当量は、これら二つの特性のバランスを取るよう選択される。

30

【0068】

ヒドロキシル基含有物質をホットメルトメイクコートの可撓性を調整するのに用いる場合、当量がグリコールとして約31～2250でトリオールとして80～350のポリオキシエチレングリコールおよびポリオキシエチレントリオールが特に好ましい。さらに好ましいのは、ヒドロキシル官能価が2より大で、当量がグリコールとして約31～2250でトリオールとして80～350のポリオキシプロピレングリコールおよびポリオキシプロピレントリオールである。開始剤が芳香族のヨードニウム錯塩または芳香族のスルホニウム錯塩の場合、ポリオキシアルキレンポリオール類を採用することが最も有利である。メチロセン塩を開始剤として用いる場合、1,4-シクロヘキサジメタノールが特に好ましい柔軟化剤である。

【0069】

以下に一層充分に説明するように、ポリエーテルポリオール類を本発明のホットメルトメイクコートに混合することは、メイクコートがエネルギーに暴露された時に硬化する速度を調節するのに特に望ましい。硬化速度の調節に用いるのに有用なポリエーテルポリオール類(すなわちポリオキシアルキレンポリオール類)としては、当量がジオールとして約31～2250でトリオールとして約80～350のポリオキシエチレンおよびポリオキシプロピレングリコール類およびトリオール類、ならびに各種分子量のポリテトラメチレンオキシドグリコール類およびポリオキシアルキル化ビスフェノールA類がある。硬化阻害剤としてのポリエーテルポリオール類は、芳香族ヨードニウム錯塩と芳香族スルホニウム錯塩とともに用いるのに最適である。メタロセン塩の開始剤は、本来、硬化を遅らせるのでポリエーテルポリオールを加えてそれ以上遅らせる必要はない。

40

50

【0070】

本発明のホットメルトメイクコートは、合計100部当たり、2～95部のエポキシ基含有物質とこれに対応して98～5部のポリエステル成分とで構成されている。本発明のホットメルトメイクコートとしては、2～80部のエポキシ基含有物質とこれに対して98～20部のポリエステル成分で構成されているものが一層好ましい。エポキシ基含有物質の量がポリエステル成分に対して増大すると一層硬質のメイクコートが得られる傾向がある。したがって、これら2成分の相対的な量は、最終のメイクコートに求められる特性によってバランスをとる。

【0071】

開始剤は、エポキシ基含有物質とポリエステル成分の混合重量に対して約0.1～4%の範囲の量で含有されている。開始剤の量が増大すると硬化速度が加速されるが、表面層だけの硬化を避けるためにホットメルトメイクコートは一層薄い層で塗布する必要がある。また開始剤の量が増大すると、エネルギーに暴露する必要性が減少し、かつ塗布温度におけるポットライフが短くなる。開始剤の量は、そのメイクコートが硬化しなければならない速度、エネルギー源の強度およびメイクコートの厚さによって決定される。

10

【0072】

任意に用いるヒドロキシル基含有有機物質の相対量は、ホットメルトメイクコートのヒドロキシル基の数：エポキシ基の数の比率を参照して決定される。その比率は、0：1～1：1の範囲内にあり、より好ましいのは約0.4：1～0.8：1の範囲である。ヒドロキシル基含有物質の量が多くなると、ホットメルトメイクコートの可撓性は増大するが、粘着力は減少する。ヒドロキシル基含有物質がポリエーテルポリオールの場合、量が増大すると硬化工程がさらに遅くなる。

20

【0073】

サイズコート20は、研磨粒子16とメイクコート18を覆って塗布される。このサイズコートはにかわまたは硬化された樹脂接着剤で構成されている。適切な樹脂接着剤の例としては、フェノール、アミノプラスト、ウレタン、アクリル化ウレタン、エポキシ、アクリル化エポキシ、イソシアヌレート、アクリル化イソシアヌレート、不飽和エチレン系、尿素ホルムアルデヒド、ビス-マレイミドの樹脂類およびフルオレン改質エポキシ樹脂類ならびにその混合物がある。サイズコートの前駆体は、以下に述べる、硬化工程を開始および/または加速する触媒および/または硬化剤をさらに含有している。サイズコートは、仕上げられた被覆研磨用品の所望の特性に基づいて選択される。

30

【0074】

その上に、メイクコートとサイズコートはともに、メイクコートの感圧性接着特性(十分に硬化する前)に不利な作用をせず、またはエネルギーに暴露したとき硬化するメイクコートの性能に有害な影響を与えない限り、各種の任意の添加剤、例えば充填剤、研磨助剤、繊維類、潤滑剤、湿潤剤、界面活性剤、顔料、消泡剤、染料、カップリング剤、可塑性および懸濁化剤を含有させてもよい。有用な充填剤の例としては、炭酸カルシウム、メタケイ酸カルシウム、シリカ、ケイ酸塩類、硫酸塩類およびその混合物がある。本発明を実施するのに有用な研磨助剤としては、氷晶石、氷晶石アンモニウムおよび四フッ化ホウ酸カリウムがある。

40

【0075】

研磨材層14はさらに第三結合剤すなわちスーパーサイズコーティング22を備えていてもよい。一つの有用なスーパーサイズコーティングは、テトラフルオロホウ酸カリウムのような研磨助剤、およびエポキシ樹脂のような接着剤を含有している。スーパーサイズコーティング22は、研磨粒子の間に研磨かす(加工物から削り落とされる物質)が蓄積するのを防止または減少させるために設けられる。そして、この研磨かすが蓄積すると被覆研磨用品の研磨性能が劇的に低下する。研磨かすの蓄積を防止するのに有用な物質としては、脂肪酸の金属塩類(例えばステアリン酸亜鉛)、尿素ホルムアルデヒド類、ワックス類、鉱油類、架橋シラン類、架橋シリコン類、フッ素化学薬剤類およびその混合物がある。

【0076】

50

内部に充填剤粒子を分散させた樹脂接着剤または被覆研磨用品を支持パッドに結合させる感圧接着剤からなる滑り防止層のような任意のバックサイズコーティング24が裏当て材12に設けられる。適切な感圧接着剤の例としては、ラテックス、クレープ(Crepe)、ロジン、アクリル酸ポリマー類(例えばポリアクリル酸ブチルおよびポリアクリル酸エステル類)、アクリル酸コポリマー類(例えばイソオクチルアクリレート/アクリル酸)、ビニルエーテル類(例えばポリビニルn-ブチルエーテル)、アルキッド接着剤類、ゴム接着剤類(例えば天然ゴム類、合成ゴム類および塩素化ゴム類)およびその混合物がある。

【0077】

またバックサイズコーティングは、五酸化バナジウム(例えばスルホン化ポリエステル中)または結合剤中のカーボンブラックもしくはグラファイトのような導電性物質である。有用な導電性バックサイズコーティングの例は米国特許第5,108,463号および同第5,137,452号に開示されている。なおこれらの特許は本願に援用するものである。

10

【0078】

メイクコート18および/またはバックサイズコーティング24の接着を促進するために(このようなものが存在する場合)、これらの層を塗布する面を改質する必要がある。適切な表面改質法としては、コロナ放電法、紫外線暴露法、電子線暴露法、フレイムディスチャージ法(flame discharge)およびスカuffing法(scuffing)がある。

【0079】

あるいは、図面には具体的に示していないが、研磨材層14は、メイクコート中に分散された多数の研磨粒子を含有している。このような構造はさらに、メイクコートを覆う、上記のような任意のスーパーサイズコーティングを備えている。図2に示す構造および研磨粒子がメイクコートに分散されている構造の両者は、メイクコートすなわち第一結合剤中に研磨粒子を含有する研磨材層の代表的な例であると考えられる。

20

【0080】

本発明の研磨布紙は、予め作製した裏当て材12に研磨材層14を塗布することによって製造することができる。ホットメルトメイクコートは、種々の成分を、適切な容器、好ましくは化学線に対して透明でない容器内で、有効に混合するが熱分解させないように液化させるのに十分な高温で(例えば約120の温度)、完全に熔融混合するまで攪拌しながら混合することによって製造される。成分は同時にまたは順に添加してもよいが、まずエポキシ基含有物質とポリエステル成分を混合し、次いでヒドロキシル基含有物質を添加しその次に開始剤を添加するのが好ましい。

30

【0081】

本発明のホットメルトメイクコートは溶解相では相溶性でなければならない。すなわち成分間に目視可能な粗い相(gross phase)の分離があってはならない。またメイクコートは、熔融混合後に直接使用するか、または使用するまで、ペール(pail)、ドラムなどの適切な容器中に溶媒なしの系として好ましくは光の不存在下でパッケージする。このようにパッケージされたメイクコートは、ペールアンローダーなどを使用してホットメルトアプリケーション装置に送られる。あるいは本発明のホットメルトメイクコートは、スティック、ペレット、スラグ、ブロック、ピローまたはビレット(billet)の形態で、通常バルクホットメルトアプリケーションおよびディスペンサーの装置に送られる。

40

【0082】

また本発明のホットメルトメイクコートは、粘着性の感圧接着剤フィルムの未硬化で裏当てなし(独立)ロールとして提供することができる。このようなフィルムはメイクコートを被覆研磨用品の裏当て材に積層するのに有用である。上記の粘着性フィルムは、剥離ライナー(例えばシリコンコートクラフト紙)とともにロール巻きし、次いで化学線に対して透明でないバッグなどの容器内に包装することが望ましい。

【0083】

本発明のホットメルトメイクコートは、押出法、グラビア印刷法またはコーティング法(例えば、コーティングダイ、熱ナイフブレードコーター、ロールコーター、カーテンコーターまたはリバースロールコーターを用いる方法)によって研磨布紙の裏当て材に塗布す

50

ることができる。メイクコートは、これらの方法のどれかで塗布する場合、約100～125の温度で塗布することが好ましく、さらに好ましいのは約80～125の温度である。コーティング法は、同じ多孔度のJ重量(J weight)の布地裏当て材などの織物材料製裏当て材に対して用いる望ましい塗布方法である。

【0084】

本発明のホットメルトメイクコートは、裏当て材に積層できる、支持なしで立っている裏当てなしの感圧接着剤フィルムとして供給することが可能で、かつ必要に応じて、積層する前に予め決められた形態に打抜くことができる。積層の温度と圧力は、裏当て材の分解とメイクコートの滲み出しを最小限にするように選択され、室温～約120 および約30～250psiの範囲である。一般に積層は室温で100psiにて行われる。積層法は、多孔度が高い裏当て材、例えば標準のJ重量の布地より多孔度が高い裏当て材に対して用いる特に好ましい塗布方法である。

10

【0085】

本発明のホットメルトメイクコートは、上記の方法のいずれかで被覆研磨用品の裏当て材に塗布するのが好ましく、そして塗布されると、エネルギー源に暴露しエポキシ基含有物質の硬化を開始させる。このエポキシ基含有物質は、それ自体、任意のヒドロキシル基含有物質、および恐らくある程度はポリエステル成分とともに硬化もしくは架橋すると考えられる。

【0086】

ホットメルトメイクコートの硬化は、メイクコートをいずれかのエネルギー発生源に暴露すると始まり、その後所定の期間続く。そのエネルギーは、電磁エネルギー(例えば、電磁スペクトルの紫外もしくは可視の領域の波長を有する放射線)、加速粒子のエネルギー(例えば電子線)または熱エネルギー(例えば熱線または赤外線)である。エネルギーとして好ましいのは化学線(すなわち、紫外もしくは可視のスペクトル領域の波長を有する放射線)である。化学線の適切な起源としては、水銀、キセノン、カーボンアーク、タングステンフィラメントのランプ類、太陽光などがある。特に中圧水銀アークランプからの紫外線が最も好ましい。暴露時間は、含有されている反応物の量と種類、エネルギー源、エネルギー源からの距離、および硬化すべきメイクコートの厚みによって、約1秒間より短い時間から10分間以上までにわたる[約1.0ジュール/cm²(J/cm²)の合計エネルギー暴露が行われる]。

20

30

【0087】

また本発明のメイクコートは、電子線に暴露することによって硬化させることもできる。必要な線量は一般に1メガラドより低い線量から100メガラド以上にわたっている。硬化速度は、所定のエネルギー暴露において、開始剤の量が増大すると増大する傾向がある。また、硬化速度はエネルギー強度が増大すると増大する。

【0088】

硬化速度を遅らせるポリエーテルポリオールを含有するホットメルトメイクコートは、その硬化が遅延したことによって、メイクコートはエネルギー源に暴露された後、研磨粒子をそれに粘着させるのに十分な時間その感圧特性を保持することができるようになるので、特に好ましい(メタロセン塩の開始剤を用いればポリエーテルポリオールなしで同様の硬化が起こりうる)。研磨粒子は、この粒子がもはや接着しないほど十分にメイクコートが硬化するまで加えることができるが、商業的製造作業の速度を増大するためには研磨粒子をできるだけ早く加えることが望ましく、一般にメイクコートがエネルギー源に暴露されてから数秒以内である。したがって、ポリエーテルポリオールはオープンタイムを有するホットメルトメイクコートを提供できることが分かるであろう。すなわち、そのメイクコートは、エネルギー源に暴露された後のある期間(オープンタイム)は、研磨粒子が粘着するのに十分に粘着性でかつ未硬化のままである。研磨粒子は、適切な方法、好ましくは静電コーティング法でメイクコートに投射される。

40

【0089】

完全硬化に到達する時間は、メイクコートを例えばオープン中で熱によって後硬化させる

50

ことによって早めることができる。また後硬化は、メイクコートの物理特性に影響を与え一般に望ましい。後硬化の時間と温度は、ポリエステル成分のガラス転移温度、開始剤の濃度、エネルギー暴露条件などによって変わる。後硬化条件は、約150 の温度での1分未満から、これより低い温度でのより長い時間までの範囲の条件である。一般的な後硬化条件は約80 の温度で約2分間である。

【0090】

別の製造法では、メイクコートを裏当て材に塗布し、次に研磨粒子をメイクコートに投射し、次いでメイクコートをエネルギー源に暴露する。この方法でメイクコートを硬化させるために必要な全エネルギー量は、研磨粒子を加える前にメイクコートをエネルギーに暴露する方法とほぼ同じであるが、長期間にわたって低い強度のエネルギーを使うことが好ましい。この別の方法を実施する際に、熱による後硬化は一般に不要である。

10

【0091】

接着剤層が、研磨粒子をメイクコート中に分散させたもので構成されている場合には、研磨粒子とメイクコートからなる研磨材スラリーを製造し、次にこれを裏当て材に、ロールコーティング法、ナイフコーティング法などによって塗布する。次にそのメイクコートを上記の方法で硬化させる。

【0092】

続いてサイズコート20を、ロールコーティング法、スプレーコーティング法またはカーテンコーティング法のような各種の方法によって、流動性の液体として、研磨粒子とメイクコートを覆って塗布し、次に乾燥、加熱または電子線もしくは紫外光線によって硬化させることができる。この特別の硬化法はサイズコートの化学的性質によって変化する。任意のスーパーサイズコーティング22は類似の方法で塗布し硬化させることができる。

20

【0093】

任意のバックサイズコーティング24は、ディップコーティング法、ロールコーティング法、スプレーコーティング法、メーヤーバー(Meyer bar)法、ドクターブレード法、グラビヤ印刷法、サーモマストランス(thermomass transfer)法、フレキソ印刷法、スクリーン印刷法などのような各種の通常のコーティング法のいずれかを用いて裏当て材12に塗布することができる。

【0094】

本発明のメイクコートは、独得の調和した非常に望ましい特性をもっている。本発明のメイクコートは、溶媒なしの配合物として、通常のホットメルト分配装置を用いて容易に塗布することができる。したがって、本発明のメイクコートは、裏当て材に積層するのに好適の感圧接着材フィルムとして供給することができる。ポリエステル成分を加えると、メイクコートに感圧特性を与え、メイクコートに研磨粒子を加え易くなる。適切な分子量と官能価のポリエーテルポリオールを加えると、エネルギーに暴露された後にメイクコートに研磨粒子を投入できる、エネルギー暴露に続くオープンタイムを、本発明のメイクコートに付与する。しかし、本発明のホットメルト組成物は、硬化して、強靱で耐久性の強さに結合し架橋し熱硬化したメイクコートを生成する。

30

【0095】

本発明は下記の非限定的な実施例を参照することによってより十分に理解されるであろう。なお実施例中の部はすべて重量部を意味する。実施例に用いられる略語の定義を以下に示す。

40

【0096】

ダイナポールS1402

低結晶化度の高分子量のポリエステル(ヒュルス・アメリカ社が市販している)。

【0097】

エボン828

エポキシ当量が約185~192g/当量のビスフェノールAエポキシ樹脂(シエル化学社が市販している)。

【0098】

50

エボン1001F

エポキシ当量が約525～550g/当量のビスフェノールAエポキシ樹脂(シェル化学社が市販している)。

【0099】

tBOX

シュウ酸ジ-t-ブチル、促進剤。

【0100】

CHDM

シクロヘキサンジメタノール、ヒドロキシル基含有物質。

【0101】

ボラノール

ヒドロキシル数が38の、グリセリンおよびプロピレンオキシドのポリオール付加物(ダウ化学社が市販している)。

【0102】

COM

⁶-[キシレン類(混合異性体類)] ⁵-シクロペンタジエニル鉄(1+)ヘキサフルオロアンチモネート、開始剤。

【0103】

AMOX

シュウ酸ジ-t-アミル、促進剤。

【0104】

TSA

トリフェニルスルホニウムヘキサフルオロアンチモネート、開始剤。

【0105】

ボーデン8505

尿素ホルムアルデヒド樹脂(ボーデン社が市販している。)

【0106】

【実施例】

実施例 1

実施例1の被覆研磨用品には、しめらせて伸長したが目止めはしていないJ重量の線の裏当て材を用いた。ダイナポールS1402(40.4部)、エボン828(29.3部)、エボン1001F(29.9部)、CHDM(2.4部)、COM(1.0部)およびAMOX(0.6部)からなるメイクコートを、そのエボン828、エボン1001FおよびダイナポールS1402を適切な反応容器中、121℃で30分間予熱することによって製造した。次にCHDMを121℃で3時間攪拌しながら添加して均一な溶融混合物を得た。次いで温度を100℃に下げたAMOXとCOMを100℃で1時間攪拌しながら加えた。

【0107】

得られたメイクコートを、裏当て材のおもての面に、約84g/m²の重量で、ダイコーター(die coater)を用いて125℃で塗布した。そのメイクコート(裏当て材上)を、約50～60ミリジュール/cm²の合計エネルギー暴露量を与えるように、0.10m/秒のウェブ供給速度で、その200ワット/インチのセッティングで走行するUVXL 200/300/400ワット/インチ3セッティング型「D」紫外ランプ[エーテック・インターナショナル社(米国、イリノイ州、プレーンフィールド)が市販している]に暴露した。そのメイクコートを上記紫外光線に暴露した直後に、グレード80の融解酸化アルミニウムを、静電気を利用して約327g/m²の重量でメイクコートに投射した。得られた生成物を80℃で30分間後硬化させた。

【0108】

ボーデン8405(6500部)、長石(2100部)、塩化アルミニウム(452部、水中10%固形分)および水(948部)からなる60%固形分のサイズコートを、約159g/m²の湿潤重量で、研磨粒子を覆ってロールコートした。得られた物品を66℃で45分間加熱し、次いでフレックス(flex)した後試験した。

【0109】

10

20

30

40

50

実施例 2

実施例 2 の物品は、メイクコートを約 $126\text{g}/\text{m}^2$ の重量で塗布したことを除いて実施例 1 に記載した方法にしたがって製造した。

【 0 1 1 0 】

比較例 1 および 2

また市販の被覆研磨用品を用いる二種の比較例の物品も提供した。比較例(C.E.) 1 は、J 重量の布地裏当て材を有し、3M社から市販されている、グレード80 3M 211 エレクトロカット(ELEK-TR0-CUT)の研磨紙布物品である。比較例 2 は、J 重量布地の裏当て材を有しやはり3M社が販売しているグレード80 3M311T ブルー・グリト(BLUE GRIT)被覆研磨用品である。

10

【 0 1 1 1 】

実施例 3

ダイナポールS1402(40.0部)、エポン828(15.0部)、エポン1001F(29.0部)、ボラノール230-238(15.0部)およびTSA(1.0部)からなるメイクコートを、これらの物質を適切な容器中で121 にて15分間混合して成分を溶融混合し、次いでさらに5分間混合して製造した。得られたメイクコートを、125 で、加熱ナイフを用い、約 $49\text{g}/\text{m}^2$ の重量で、実施例 1 に用いたのと同じ裏当て材に塗布した。グレード120の酸化アルミニウムの研磨粒子を、約 $209\text{g}/\text{m}^2$ の重量でメイクコートにドロップコートさせた。得られた生成物を、直ちに、窒素雰囲気下、横に並んだF15T8350BL(シルバニア社)低強度紫外線ランプにミネラルサイド(mineral side)から暴露した(0.51cm/秒のウェブ供給速度にて10分間、1000ミリジュール/ cm^2)。実施例 1 のサイズコートを、湿重量約 $109\text{g}/\text{m}^2$ で研磨粒子上にコートした。

20

【 0 1 1 2 】

実施例 4

実施例 4 を、メイクコートを約 $123\text{g}/\text{m}^2$ の重量で塗布したことを除いて実施例 3 の方法にしたがって製造した。実施例 3 と 4 は、研磨粒子を投射した後エネルギーで硬化させることができることを示している。

【 0 1 1 3 】

比較例 3

比較例 3 は、3M社が市販している J 重量の実用的布地の裏当て材を有するグレード120の3M 311T ブルー・グリトの被覆研磨用品である。

30

【 0 1 1 4 】

実施例 5

メイクコートを実施例 1 に記載の方法にしたがって製造し、厚みがほぼ $102\mu\text{m}$ の2枚の剥離ライナーの間に、約 $84\text{g}/\text{m}^2$ の重量で、加熱ナイフコーターを使って125 でコートして、支持体なしの粘着性感圧接着材フィルムを提供した。一方の剥離ライナーを取外し、その接着材フィルムの暴露面を、約690キロパスカルの圧力で室温(約 $20\sim 22$)にて、実施例 1 に使用したのと同じ綿の裏当て材に積層した。そのメイクコートを実施例 1 に記載したのと同様に紫外線を照射した。得られた物品は、すべて実施例 1 に記載したのと同様に、研磨粒子でコートし、熱で後硬化させ、サイズコートを与え加熱し次いでフレックスさせた。実施例 5 は、本発明の被覆研磨用品に用いられるメイクコートを、多孔性の布地裏当て材に積層できる支持体なしの粘着性感圧接着剤フィルムとして提供できることを示す。

40

【 0 1 1 5 】

実施例 1 ~ 5 と比較例 1 ~ 3 は以下の方法のいくつかまたはすべてにしたがって試験した。

【 0 1 1 6 】

試験方法

90°剥離試験

裏当て剤とメイクコート間の粘着力を測定するために、上記の実施例と比較例のいくつかの被覆研磨用品を幅が約8cmで長さが25cmの試料に変換させた。木製ボード(長さ17.78cm

50

、幅7.62cm、厚み0.64cm)の長さの1/2を、3M社が市販しているジェットメルト(JET-MELT) 3779-PG接着剤でコートした。上記被覆研磨用品の全幅で長さは最初の15cmだけに、その研磨粒子の面の上に同じ接着剤をコートした。研磨粒子と接着剤を保有する被覆研磨用品の面を、接着剤を含有するボードの面に接着させ、接着剤を保有していない被覆研磨用品の10cmの部分がボードにかぶさるようにした。圧力を加えて、ボードと物品をしっかりと結合させた。試験装置は、試験中に分離が、被覆研磨用品と木製ボードの間ではなくて研磨紙布物品の層の間に起こることを確認する方式で製作した。

【0117】

次に被覆研磨用品に直線の切込みをつけてその幅を5.1cmに減らした。得られた被覆研磨用品/木製ボードの複合体を、シンテック(SINTECH)引張り試験器の下部ジョーに水平に取付け、一方被覆研磨用品の前記のかぶさっている部分の1cmを上部ジョーに取付けた。両方のジョーの間の距離は12.7cmで分離速度は0.5cm/秒にして、メイクコートを布地裏当て材から分離するように、被覆研磨用品を、木製ボードから90°の角度で引きはがした。分離力を該物品の1cm幅当たりのkg値(kg/cm)で記録した。この値が大きいほど、メイクコートと布地裏当て材の間の接着が優れていることを示している。この分離力は好ましくは少なくとも1.8kg/cmであり、より好ましくは少なくとも2kg/cmである。試験結果は表1に報告する。

10

【0118】

ディスク試験

ディスク試験を利用して、被覆研磨用品がポリマーの被加工物を研磨する性能を評価し、結果を下記の表1に示した。さらに具体的に述べると、実施例1と2および比較例1と2の被覆研磨用品を打抜いて直径10.2cmのディスクを作り、発泡体で裏打ちしたパッドに感圧接着材で結合させた。この発泡体裏打パッド付研磨布紙ディスクをシーファース試験器に取付けて、4.5kgの荷重下で500回転、ポリメチルメタクリレートの被加工物を乾燥研磨した。被加工物はその中心部に開口が貫通しているディスクである。そのディスクの外径は10.2cmで内径は5.1cmであった。研磨されたポリマーの量(g)を秤量した。研磨された被加工物の表面仕上げの状態を、Ra[掻ききずの深さの算術平均(マイクロインチ)]を測定することによって評価した。研磨されたポリマーの重量は少なくとも約1.3gでなければならない。

20

【0119】

ロッカードラム試験

ロッカードラム試験を利用して、被覆研磨用品が金属の被加工物を研磨する性能を評価した。さらに具体的に述べると、実施例3と4および比較例1と2の被覆研磨用品と、幅が10.2cmで長さが15.2cmのシートに変換し、約60ストローク/分の速度で前後に揺動する(ロックする)(一回の完全な前後のサイクルが1ストロークに等しい)ロッカードラム試験器の円筒形ドラムに取付けた。幅が1.3cm長さが15.2cm厚さが1.3cmの固定した3008F型のアルミニウムの被加工物に対する揺動運動によって、被覆研磨用品上の約1.3cm幅×14.0cm長の経路がけずられた。被加工物に加えられた力は2.7kgであった。研磨されたアルミニウムの重量(g)を測定し、結果を表1に示す。表中のスラッシュの右側の数字は試験片が受けたサイクルの数を示す。

30

40

【0120】

【表1】

実施例	90° 剥離力 (kg/cm)	研磨された材料の重量(g)		Ra (マイクロリチ)
		ディスク試験	ロケット*3試験	
1	2.0	1.37	N.T.	97
2	2.0	1.28	0.17/62	90
比較例1	N.T.	1.31	N.T.	113
比較例2	2.0	1.32	0.98/402	105
3	2.3	N.T.	0.31/100	N.T.
4	2.9	N.T.	0.31/100	N.T.
比較例3	N.T.	N.T.	0.32/100	N.T.
5	2.1	1.64	0.83/320	N.T.

10

N.T. = 試験せず

【0121】

表1のデータは、実施例1と2が、比較例1と2に比べて、剥離力とディスク試験で類似した挙動を行い、わずかに良好な仕上げ状態を示しているが、含浸剤のコートなどを裏当て材上に行う必要はない。実施例3と4は比較例3に比べて、含浸剤のコートなどを裏当て材上に行わなくても、これらの被覆研磨用品は市販の被覆研磨用品と同様に機能することを示している。

20

【0122】

多くの改変と変更を、特許請求の範囲に定義されている本発明から逸脱することなく、上記の明細書と図面の範囲内で行うことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の被覆研磨用品の斜視図である。

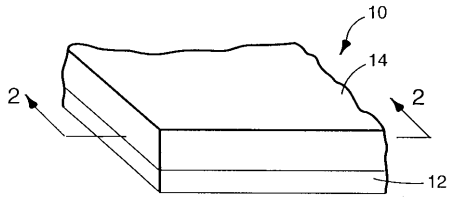
【図2】 図1の本発明の被覆研磨用品の2-2線断面図である。

【符号の説明】

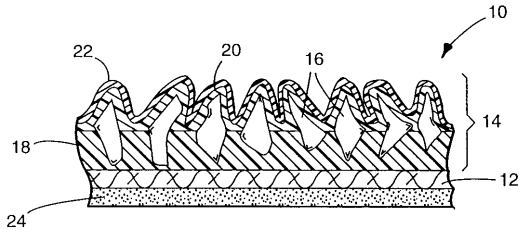
- 10... 被覆研磨用品、
- 12... 裏当て材、
- 14... 研磨材層、
- 16... 研磨粒子、
- 18... 第一結合剤(メイクコート)、
- 20... 第二結合剤(サイズコート)、
- 22... 第三結合剤(スーパーサイズコーティング)、
- 24... バックサイズコーティング。

30

【 図 1 】



【 図 2 】



フロントページの続き

- (72)発明者 ゲイリー・ジョン・フォレット
アメリカ合衆国55144-1000ミネソタ州セント・ポール、スリーエム・センター(番地の表示なし)
- (72)発明者 クレイトン・アレン・ジョージ
アメリカ合衆国55144-1000ミネソタ州セント・ポール、スリーエム・センター(番地の表示なし)

合議体

審判長 野村 亨
審判官 中島 昭浩
審判官 鈴木 孝幸

- (56)参考文献 国際公開第92/13680(WO,A1)
特開昭57-164179(JP,A)
特開昭63-47068(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl.,DB名)
B24D 11/02 - 11/08
C09J 1/00 - 5/10
C09J 9/00 -201/10