

(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2004-510873
(P2004-510873A)

(43) 公表日 平成16年4月8日(2004.4.8)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
C09K 3/14	C09K 3/14 550D	3C063
B24D 3/00	C09K 3/14 550H	4G030
C04B 35/10	B24D 3/00 320A	
	B24D 3/00 330C	
	C04B 35/10 Z	
審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 168 頁)		

(21) 出願番号 特願2002-532551 (P2002-532551)
 (86) (22) 出願日 平成13年10月5日 (2001.10.5)
 (85) 翻訳文提出日 平成15年4月7日 (2003.4.7)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2001/042525
 (87) 国際公開番号 W02002/028980
 (87) 国際公開日 平成14年4月11日 (2002.4.11)
 (31) 優先権主張番号 60/238,844
 (32) 優先日 平成12年10月6日 (2000.10.6)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)
 (31) 優先権主張番号 60/238,826
 (32) 優先日 平成12年10月6日 (2000.10.6)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

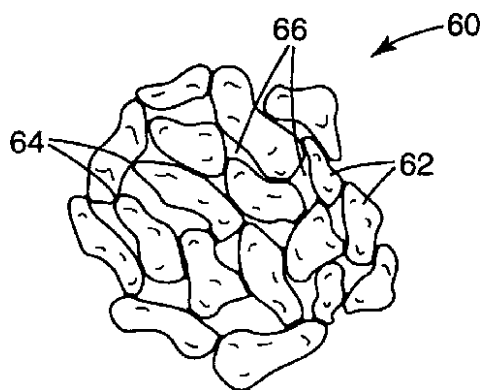
(71) 出願人 599056437
 スリーエム イノベイティブ プロパティ
 ズ カンパニー
 アメリカ合衆国, ミネソタ 55144-
 1000, セント ポール, スリーエム
 センター
 (74) 代理人 100062144
 弁理士 青山 稜
 (74) 代理人 100088801
 弁理士 山本 宗雄
 (72) 発明者 ウィリアム・ビー・ウッド
 アメリカ合衆国 55133-3427 ミネ
 ソタ州セント・ポール、ポスト・オフィス
 ・ボックス 33427

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 凝集砥粒およびその製造方法

(57) 【要約】

凝集砥粒が開示されている。凝集砥粒は、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研磨製品に組み込むことができる。凝集砥粒の製造方法も開示されている。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

焼結結晶質セラミック接合材料によって互いに接合された複数の研磨粒子を含み、前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 50 重量パーセントの結晶質 Al_2O_3 を含み、前記研磨粒子の平均粒度が少なくとも 5 マイクロメートルである凝集砥粒。

【請求項 2】

前記粒子の前記平均粒度が少なくとも 25 マイクロメートルである請求項 1 に記載の凝集砥粒。

【請求項 3】

前記粒子の前記平均粒度が少なくとも 100 マイクロメートルである請求項 1 に記載の凝集砥粒。

10

【請求項 4】

前記研磨粒子が溶融研磨粒子を含む請求項 1 に記載の凝集砥粒。

【請求項 5】

前記研磨粒子が、溶融酸化アルミニウム研磨粒子、白色溶融酸化アルミニウム研磨粒子、熱処理溶融酸化アルミニウム研磨粒子、褐色溶融酸化アルミニウム研磨粒子、炭化ケイ素研磨粒子、炭化ホウ素研磨粒子、炭化チタン研磨粒子、ダイヤモンド研磨粒子、立体窒化ホウ素研磨粒子、ガーネット研磨粒子、溶融アルミナ - ジルコニア研磨粒子、焼結アルファアルミナベース研磨粒子、ペーサイト誘導焼結アルミナ研磨粒子およびこれらの組み合わせからなる群より選択される研磨粒子を含む請求項 1 に記載の凝集砥粒。

20

【請求項 6】

前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 60 重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 1 に記載の凝集砥粒。

【請求項 7】

前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 90 重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 1 に記載の凝集砥粒。

【請求項 8】

前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 95 重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 1 に記載の凝集砥粒。

30

【請求項 9】

前記研磨粒子が焼結アルファアルミナベース研磨粒子を含む請求項 1 に記載の凝集砥粒。

【請求項 10】

前記焼結アルファアルミナベース研磨粒子が 1 マイクロメートル未満の平均結晶サイズを有するアルファアルミナ結晶を含む請求項 9 に記載の凝集砥粒。

【請求項 11】

前記接合材料および前記焼結セラミックアルファアルミナベース研磨粒子が実質的に同一組成を有する請求項 9 に記載の凝集砥粒。

【請求項 12】

前記接合材料および前記焼結セラミックアルファアルミナベース研磨粒子が実質的に同一組成および微細構造を有する請求項 9 に記載の凝集砥粒。

40

【請求項 13】

バインダー材料と、前記バインダー材料により物品内に固定された請求項 1 に記載の複数の凝集砥粒とを含む研磨物品。

【請求項 14】

焼結結晶質セラミック接合材料によって互いに接合された複数の多結晶質研磨粒子を含み、前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 50 重量パーセントの結晶質 Al_2O_3 を含み、前記研磨粒子が理論密度の少なくとも 85% の密度を有し、前記凝集砥粒が少なくとも 10 パーセントの多孔度値を有する凝集砥粒。

50

【請求項 15】

前記研磨粒子が理論密度の少なくとも95%の密度を有する請求項14に記載の凝集砥粒。

【請求項 16】

前記砥粒が少なくとも30%の多孔度値を有する請求項14に記載の凝集砥粒。

【請求項 17】

前記研磨粒子が溶融研磨粒子を含む請求項14に記載の凝集砥粒。

【請求項 18】

前記研磨粒子が焼結アルファアルミナベース研磨粒子を含む請求項14に記載の凝集砥粒。

10

【請求項 19】

前記研磨粒子が、溶融酸化アルミニウム研磨粒子、白色溶融酸化アルミニウム研磨粒子、熱処理溶融酸化アルミニウム研磨粒子、褐色溶融酸化アルミニウム研磨粒子、炭化ケイ素研磨粒子、炭化ホウ素研磨粒子、炭化チタン研磨粒子、ダイヤモンド研磨粒子、立体窒化ホウ素研磨粒子、ガーネット研磨粒子、溶融アルミナ-ジルコニア研磨粒子、焼結アルファアルミナベース研磨粒子、ベーマイト誘導焼結アルミナ研磨粒子およびこれらの組み合わせからなる群より選択される研磨粒子を含む請求項14に記載の凝集砥粒。

【請求項 20】

前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも60重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項14に記載の凝集砥粒。

20

【請求項 21】

前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも90重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項14に記載の凝集砥粒。

【請求項 22】

前記接合材料および前記焼結セラミックアルファアルミナベース研磨粒子が実質的に同一組成を有する請求項14に記載の凝集砥粒。

【請求項 23】

前記接合材料および前記焼結セラミックアルファアルミナベース研磨粒子が実質的に同一組成および微細構造を有する請求項14に記載の凝集砥粒。

【請求項 24】

バインダー材料と、前記バインダー材料により物品内に固定された請求項17に記載の複数の凝集砥粒とを含む研磨物品。

30

【請求項 25】

複数の研磨粒子または前駆体研磨粒子のうち少なくとも一方を前記粒子が凝集するように前駆体接合材料と接触させる工程と、前記凝集粒子を焼結接合材料によって互いに接合された複数の研磨粒子を含む凝集砥粒へ変換させるのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で前記凝集粒子を加熱する工程とを含み、前記焼結接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの結晶質 Al_2O_3 を含み、前記凝集砥粒の前記研磨粒子が少なくとも5マイクロメートルの平均粒度を有する凝集砥粒を製造する方法。

40

【請求項 26】

前記研磨粒子が溶融研磨粒子を含む請求項25に記載の方法。

【請求項 27】

前記研磨粒子が、溶融酸化アルミニウム研磨粒子、白色溶融アルミナ研磨粒子、熱処理酸化アルミニウム研磨粒子、褐色酸化アルミニウム研磨粒子、炭化ケイ素研磨粒子、炭化ホウ素研磨粒子、炭化チタン研磨粒子、ダイヤモンド研磨粒子、立体窒化ホウ素研磨粒子、ガーネット研磨粒子、溶融アルミナ-ジルコニア研磨粒子、焼結アルファアルミナベース研磨粒子、ベーマイト誘導アルミナ研磨粒子およびこれらの組み合わせからなる群より選択される研磨粒子を含む請求項25に記載の方法。

【請求項 28】

50

前記前駆体研磨粒子がペーマイトを含む請求項 25 に記載の方法。

【請求項 29】

前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 60 重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 25 に記載の方法。

【請求項 30】

前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 90 重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 25 に記載の方法。

【請求項 31】

前記加熱の前に、前記凝集粒子を乾燥する工程と、前記乾燥凝集粒子を焼成して多孔性凝集粒子を提供する工程と、前記多孔性凝集粒子を、水と、金属酸化物または金属酸化物前駆体のうち少なくとも一つを含む組成物で含浸する工程とをさらに含む請求項 25 に記載の方法。

10

【請求項 32】

前記粒子の前記平均粒度が少なくとも 25 マイクロメートルである請求項 25 に記載の方法。

【請求項 33】

前記粒子の前記平均粒度が少なくとも 100 マイクロメートルである請求項 25 に記載の方法。

【請求項 34】

前記研磨粒子が 10 マイクロメートル未満の平均結晶サイズを有する結晶を含む請求項 25 に記載の方法。

20

【請求項 35】

前記研磨粒子が焼結結晶質セラミックアルファアルミナベース研磨粒子を含む請求項 25 に記載の方法。

【請求項 36】

前記接合材料および前記焼結セラミックアルファアルミナベース研磨粒子が実質的に同一組成を有する請求項 25 に記載の方法。

【請求項 37】

前記接合材料および前記焼結セラミックアルファアルミナベース研磨粒子が実質的に同一組成および微細構造を有する請求項 25 に記載の方法。

30

【請求項 38】

前記凝集砥粒の前記研磨粒子が理論密度の少なくとも 85% の密度を有し、前記凝集砥粒が少なくとも 30 パーセントの多孔度値を有する請求項 25 に記載の方法。

【請求項 39】

複数の研磨粒子または前駆体研磨粒子のうち少なくとも一つを粒子が凝集するように前駆体接合材料と接触させる工程と、凝集粒子を焼結接合材料によって互いに接合された複数の研磨粒子を含む凝集砥粒へ変換させるのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で前記凝集粒子を加熱する工程とを含み、前記焼結接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 50 重量パーセントの結晶質 Al_2O_3 を含み、前記熱処理研磨粒子が理論密度の少なくとも 85% の密度を有し、前記凝集砥粒が少なくとも 10 パーセントの多孔度値を有する凝集砥粒を製造する方法。

40

【請求項 40】

前記研磨粒子が溶融研磨粒子を含む請求項 39 に記載の方法。

【請求項 41】

前記研磨粒子が、溶融酸化アルミニウム研磨粒子、白色溶融アルミナ研磨粒子、熱処理酸化アルミニウム研磨粒子、褐色酸化アルミニウム研磨粒子、炭化ケイ素研磨粒子、炭化ホウ素研磨粒子、炭化チタン研磨粒子、ダイヤモンド研磨粒子、立体窒化ホウ素研磨粒子、ガーネット研磨粒子、溶融アルミナ - ジルコニア研磨粒子、焼結アルファアルミナベース研磨粒子、ペーマイトベースアルミナ研磨粒子およびこれらの組み合わせからなる群より選択される研磨粒子を含む請求項 39 に記載の方法。

50

【請求項 4 2】

前記前駆体研磨粒子がペーサイトを含む請求項 3 9 に記載の方法。

【請求項 4 3】

前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 6 0 重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 3 9 に記載の方法。

【請求項 4 4】

前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 9 0 重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 3 9 に記載の方法。

【請求項 4 5】

前記加熱の前に、前記凝集粒子を乾燥する工程と、前記乾燥凝集粒子を焼成して多孔性凝集粒子を提供する工程と、前記多孔性凝集粒子を、水と、金属酸化物または金属酸化物前駆体のうち少なくとも一つとを含む組成物で含浸する工程とをさらに含む請求項 3 9 に記載の方法。 10

【請求項 4 6】

前記粒子の前記平均粒度が少なくとも 2 5 マイクロメートルである請求項 3 9 に記載の方法。

【請求項 4 7】

前記粒子の前記平均粒度が少なくとも 1 0 0 マイクロメートルである請求項 3 9 に記載の方法。

【請求項 4 8】

前記研磨粒子が 1 0 マイクロメートル未満の平均結晶サイズを有する結晶を含む請求項 3 9 に記載の方法。 20

【請求項 4 9】

前記研磨粒子が焼結結晶質セラミックアルファアルミナベース研磨粒子を含む請求項 3 9 に記載の方法。

【請求項 5 0】

前記接合材料および前記焼結セラミックアルファアルミナベース研磨粒子が実質的に同一組成を有する請求項 3 9 に記載の方法。

【請求項 5 1】

前記接合材料および前記焼結セラミックアルファアルミナベース研磨粒子が実質的に同一組成および微細構造を有する請求項 3 9 に記載の方法。 30

【請求項 5 2】

前記研磨粒子が理論密度の少なくとも 9 5 % の密度を有する請求項 3 9 に記載の方法。

【請求項 5 3】

前記砥粒が少なくとも 3 0 % の多孔度値を有する請求項 3 9 に記載の方法。

【請求項 5 4】

結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結多結晶質研磨粒子を含み、前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 5 0 重量パーセントの Al_2O_3 を含み、前記結晶質研磨粒子が 1 0 マイクロメートル未満の平均サイズを有する結晶を含み、最大研磨粒子の少なくとも 3 つが実質的に同一体積を有する凝集砥粒。 40

【請求項 5 5】

前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 6 0 重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 5 4 に記載の凝集砥粒。

【請求項 5 6】

前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 9 5 重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 5 4 に記載の凝集砥粒。

【請求項 5 7】

前記結晶質研磨粒子がアルファアルミナベース研磨粒子を含む請求項 5 4 に記載の凝集砥粒。

【請求項 5 8】

前記結晶質研磨粒子が焼結結晶質セラミックアルファアルミナベース研磨粒子を含む請求項 5 4 に記載の凝集砥粒。

【請求項 5 9】

前記焼結結晶質セラミックアルファアルミナベース研磨粒子がアルファアルミナ結晶を含み、前記アルファアルミナ結晶の平均サイズが 1 マイクロメートル未満である請求項 5 8 に記載の凝集砥粒。

【請求項 6 0】

前記結晶質セラミック金属酸化物接合材料および前記焼結セラミックアルファアルミナベース研磨粒子が実質的に同一組成および微細構造を有する請求項 5 4 に記載の凝集砥粒。

10

【請求項 6 1】

バインダー材料と、前記バインダー材料により物品内に固定された請求項 5 5 に記載の複数の凝集砥粒とを含む研磨物品。

【請求項 6 2】

結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質研磨粒子を含み、前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 5 0 重量パーセントの Al_2O_3 を含み、前記結晶質研磨粒子が 1 0 マイクロメートル未満の平均サイズを有する結晶を含み、最大研磨粒子の少なくとも 3 つのサイズが 2 0 マイクロメートルを超える凝集砥粒。

【請求項 6 3】

前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 6 0 重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 6 2 に記載の凝集砥粒。

20

【請求項 6 4】

前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 9 0 重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 6 2 に記載の凝集砥粒。

【請求項 6 5】

前記結晶質研磨粒子がアルファアルミナベース研磨粒子を含む請求項 6 2 に記載の凝集砥粒。

【請求項 6 6】

前記結晶質研磨粒子が焼結結晶質セラミックアルファアルミナベース研磨粒子を含む請求項 6 2 に記載の凝集砥粒。

30

【請求項 6 7】

前記焼結結晶質セラミックアルファアルミナベース研磨粒子がアルファアルミナ結晶を含み、前記アルファアルミナ結晶の平均サイズが 1 マイクロメートル未満である請求項 6 6 に記載の凝集砥粒。

【請求項 6 8】

前記結晶質セラミック金属酸化物接合材料および前記焼結セラミックアルファアルミナベース研磨粒子が実質的に同一組成および微細構造を有する請求項 6 6 に記載の凝集砥粒。

【請求項 6 9】

最大研磨粒子の少なくとも 3 つのサイズが 4 0 マイクロメートルを超える請求項 6 2 に記載の方法。

40

【請求項 7 0】

バインダー材料と、前記バインダー材料により物品内に固定された請求項 6 2 に記載の複数の凝集砥粒とを含む研磨物品。

【請求項 7 1】

結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質研磨粒子を含み、前記凝集砥粒が、前記凝集砥粒の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 8 5 重量パーセントの Al_2O_3 を含み、最大研磨粒子の少なくとも 3 つのサイズが 2 0 マイクロメートルを超える凝集砥粒。

【請求項 7 2】

50

前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも97重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項71に記載の凝集砥粒。

【請求項73】

前記結晶質研磨粒子がアルファアルミナベース研磨粒子を含む請求項71に記載の凝集砥粒。

【請求項74】

前記結晶質研磨粒子が焼結結晶質セラミックアルファアルミナベース研磨粒子を含む請求項71に記載の凝集砥粒。

【請求項75】

前記焼結結晶質セラミックアルファアルミナベース研磨粒子がアルファアルミナ結晶を含み、前記アルファアルミナ結晶の平均サイズが1マイクロメートル未満である請求項74に記載の凝集砥粒。 10

【請求項76】

前記結晶質セラミック金属酸化物接合材料および前記焼結セラミックアルファアルミナベース研磨粒子が実質的に同一組成および微細構造を有する請求項74に記載の凝集砥粒。

【請求項77】

最大研磨粒子のうち少なくとも3つのサイズが40マイクロメートルを超える請求項71に記載の凝集砥粒。

【請求項78】

バインダー材料と、前記バインダー材料により物品内に固定された請求項71に記載の複数の凝集砥粒とを含む研磨物品。 20

【請求項79】

結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結多結晶質研磨粒子を含み、前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの Al_2O_3 を含み、前記凝集砥粒が10～約60パーセントの範囲の多孔度値を有する凝集砥粒。

【請求項80】

前記複数の研磨粒子が少なくとも30パーセントの多孔度値を有する請求項79に記載の凝集砥粒。

【請求項81】

前記凝集砥粒が30～約45パーセントの範囲の多孔度値を有する請求項79に記載の凝集砥粒。 30

【請求項82】

前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも60重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項79に記載の凝集砥粒。

【請求項83】

前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも90重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項79に記載の凝集砥粒。

【請求項84】

前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも95重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項79に記載の凝集砥粒。 40

【請求項85】

前記結晶質研磨粒子がアルファアルミナベース研磨粒子を含む請求項79に記載の凝集砥粒。

【請求項86】

前記結晶質研磨粒子が焼結結晶質セラミックアルファアルミナベース研磨粒子を含む請求項79に記載の凝集砥粒。

【請求項87】

前記焼結結晶質セラミックアルファアルミナベース研磨粒子がアルファアルミナ結晶を含み、前記アルファアルミナ結晶の平均サイズが1マイクロメートル未満である請求項86 50

に記載の凝集砥粒。

【請求項 88】

前記結晶質セラミック金属酸化物接合材料および前記焼結セラミックアルファアルミナベース研磨粒子が実質的に同一組成および微細構造を有する請求項 86 に記載の凝集砥粒。

【請求項 89】

最大研磨粒子の少なくとも 3 つのサイズが 20 マイクロメートルを超える請求項 79 に記載の凝集砥粒。

【請求項 90】

バインダー材料と、前記バインダー材料により物品内に固定された請求項 79 に記載の複数の凝集砥粒とを含む研磨物品。

10

【請求項 91】

結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子を含み、前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 50 重量パーセントの Al_2O_3 を含み、最大研磨粒子の少なくとも 3 つが実質的に同一体積を有する凝集砥粒を製造する方法であって、乾燥ベーマイトベース前駆体粒子を液体が存在する状態で複数の前記前駆体粒子が凝集するように接触させる工程と、前記凝集砥粒を提供するのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で前記凝集粒子を加熱する工程とを含む方法。

【請求項 92】

前記液体が水を含む請求項 91 に記載の方法。

20

【請求項 93】

前記液体が酸性水を含む請求項 91 に記載の方法。

【請求項 94】

前記液体が水と金属酸化物前駆体を含む請求項 91 に記載の方法。

【請求項 95】

前記金属酸化物前駆体が溶液中の金属硝酸塩である請求項 94 に記載の方法。

【請求項 96】

前記液体が水と、硝酸クロム、硝酸コバルト、硝酸ジスプロシウム、硝酸エルビウム、硝酸ユーロピウム、硝酸第二鉄、硝酸ガドリニウム、硝酸第二鉄、硝酸ランタン、硝酸リチウム、硝酸マグネシウム、硝酸マンガン、硝酸ネオジム、硝酸ニッケル、硝酸プラセオジム、硝酸サマリウム、硝酸イットリウム、硝酸亜鉛、ヒドロキシ硝酸ジルコニウム、硝酸ジルコニウム、オキシ硝酸ジルコニウムおよび溶液中のこれらの組み合わせからなる群より選択される金属酸化物前駆体を含む請求項 91 に記載の方法。

30

【請求項 97】

前記乾燥ベーマイトベース前駆体粒子を液体が存在する状態で接触させる工程には、前記液体の存在する状態でディスク凝集機により前記粒子を回転する工程を含む請求項 91 に記載の方法。

【請求項 98】

前記接合材料および前記焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 60 重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 91 に記載の方法。

40

【請求項 99】

前記接合材料および前記焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 90 重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 91 に記載の方法。

【請求項 100】

結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子を含み、前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 50 重量パーセントの Al_2O_3 を含み、最大研磨粒子の少なくとも 3 つが実質的に同一体積を有する凝集砥粒を製造する方法であって、

50

乾燥ベーマイトベース前駆体粒子を液体が存在する状態で複数の前記前駆体粒子が凝集するように接触させる工程と、前記凝集前駆体粒子を乾燥する工程と、前記乾燥凝集前駆体粒子を焼成して、多孔性凝集前駆体粒子を与える工程と、前記多孔性凝集前駆体粒子を、液体と、金属酸化物または金属酸化物前駆体のうち少なくとも一つを含む組成物で含浸する工程と、前記凝集砥粒を提供するのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で前記含浸させた凝集前駆体粒子を加熱する工程とを含む方法。

【請求項 101】

結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子を含み、前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの Al_2O_3 を含み、最大研磨粒子の少なくとも3つのサイズが20マイクロメートルを超える凝集砥粒を製造する方法であって、

10

乾燥ベーマイトベース前駆体粒子を液体が存在する状態で複数の前記前駆体粒子が凝集するように接触させる工程と、前記凝集砥粒を提供するのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で前記凝集粒子を加熱する工程とを含む方法。

【請求項 102】

前記液体が水を含む請求項 101 に記載の方法。

【請求項 103】

前記液体が酸性水を含む請求項 101 に記載の方法。

【請求項 104】

前記液体が水と金属酸化物前駆体を含む請求項 101 に記載の方法。

20

【請求項 105】

前記金属酸化物前駆体が溶液中の金属硝酸塩である請求項 104 に記載の方法。

【請求項 106】

前記液体が水と、硝酸クロム、硝酸コバルト、硝酸ジスプロシウム、硝酸エルビウム、硝酸ユーロピウム、硝酸第二鉄、硝酸ガドリニウム、硝酸第二鉄、硝酸ランタン、硝酸リチウム、硝酸マグネシウム、硝酸マンガン、硝酸ネオジム、硝酸ニッケル、硝酸プラセオジム、硝酸サマリウム、硝酸イットリウム、硝酸亜鉛、ヒドロキシ硝酸ジルコニウム、硝酸ジルコニウム、オキシ硝酸ジルコニウムおよび溶液中のこれらの組み合わせからなる群より選択される金属酸化物前駆体を含む請求項 101 に記載の方法。

30

【請求項 107】

前記乾燥ベーマイトベース前駆体粒子を前記液体が存在する状態で接触させる工程には、前記液体の存在する状態でディスク凝集機により前記粒子を回転する工程を含む請求項 101 に記載の方法。

【請求項 108】

前記焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子が10マイクロメートル未満の平均結晶サイズを有するアルファアルミナ結晶を含む請求項 101 に記載の方法。

【請求項 109】

前記接合材料および前記焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも60重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 101 に記載の方法。

40

【請求項 110】

前記接合材料および前記焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも90重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 101 に記載の方法。

【請求項 111】

結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子を含み、前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの Al_2O_3 を含み、最大研磨粒子の少なくとも3つのサイズが20マイクロメートルを超える凝集砥粒を製造する方

50

法であって、

乾燥ベーマイトベース前駆体粒子を液体が存在する状態で複数の前記前駆体粒子が凝集するように接触させる工程と、前記凝集前駆体粒子を乾燥する工程と、前記乾燥凝集前駆体粒子を焼成して、多孔性凝集前駆体粒子を提供する工程と、前記多孔性凝集前駆体粒子を、液体と、金属酸化物または金属酸化物前駆体のうち少なくとも一つを含む組成物で含浸する工程と、前記凝集砥粒を提供するのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で前記含浸させた凝集前駆体粒子を加熱する工程とを含む方法。

【請求項 1 1 2】

結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子を含み、前記凝集砥粒が、前記凝集砥粒の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 85 重量パーセントのアルミナを含み、最大研磨粒子の少なくとも 3 つのサイズが 20 マイクロメートルを超える凝集砥粒を製造する方法であって、

10

乾燥ベーマイトベース前駆体粒子を液体が存在する状態で複数の前記前駆体粒子が凝集するように接触させる工程と、前記凝集砥粒を提供するのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で前記凝集粒子を加熱する工程とを含む方法。

【請求項 1 1 3】

前記液体が水を含む請求項 1 1 2 に記載の方法。

【請求項 1 1 4】

前記液体が酸性水を含む請求項 1 1 2 に記載の方法。

20

【請求項 1 1 5】

前記液体が水と金属酸化物前駆体を含む請求項 1 1 2 に記載の方法。

【請求項 1 1 6】

前記金属酸化物前駆体が溶液中の金属硝酸塩である請求項 1 1 5 に記載の方法。

【請求項 1 1 7】

前記液体が水と、硝酸クロム、硝酸コバルト、硝酸ジスプロシウム、硝酸エルビウム、硝酸ユーロピウム、硝酸第二鉄、硝酸ガドリニウム、硝酸第二鉄、硝酸ランタン、硝酸リチウム、硝酸マグネシウム、硝酸マンガン、硝酸ネオジム、硝酸ニッケル、硝酸プラセオジム、硝酸サマリウム、硝酸イットリウム、硝酸亜鉛、ヒドロキシ硝酸ジルコニウム、硝酸ジルコニウム、オキシ硝酸ジルコニウムおよび溶液中のこれらの組み合わせからなる群より選択される金属酸化物前駆体を含む請求項 1 1 2 に記載の方法。

30

【請求項 1 1 8】

前記乾燥ベーマイトベース前駆体粒子を前記液体が存在する状態で接触させる工程には、前記液体の存在する状態でディスク凝集機により前記粒子を回転する工程を含む請求項 1 1 2 に記載の方法。

【請求項 1 1 9】

前記焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子が 5 マイクロメートル未満の平均サイズを有するアルファアルミナ結晶を含む請求項 1 1 2 に記載の方法。

【請求項 1 2 0】

前記最大研磨粒子のうち少なくとも 3 つのサイズが 40 マイクロメートルを超える請求項 1 1 2 に記載の方法。

40

【請求項 1 2 1】

前記接合材料および前記焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 95 重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 1 1 2 に記載の方法。

【請求項 1 2 2】

結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子を含み、前記凝集砥粒が、前記凝集砥粒の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 85 重量パーセントのアルミナを含み、最大研磨粒子の少なくとも 3 つのサイズが 20 マイクロメートルを超える凝集砥粒を製造する方法

50

であって、

乾燥ベーマイトベース前駆体粒子を液体が存在する状態で複数の前記前駆体粒子が凝集するように接触させる工程と、前記凝集前駆体粒子を乾燥する工程と、前記乾燥凝集前駆体粒子を焼成して、多孔性凝集前駆体粒子を提供する工程と、前記多孔性凝集前駆体粒子を、液体と、金属酸化物または金属酸化物前駆体のうち少なくとも一つを含む組成物で含浸する工程と、前記凝集砥粒を提供するのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で前記含浸させた凝集前駆体粒子を加熱する工程とを含む方法。

【請求項 1 2 3】

結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子を含み、前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 50 重量パーセントの Al_2O_3 を含み、凝集砥粒の多孔度値が 10 ~ 60 パーセントである前記凝集砥粒を製造する方法であって、乾燥ベーマイトベース前駆体粒子を液体が存在する状態で複数の前記前駆体粒子が凝集するように接触させる工程と、前記凝集砥粒を提供するのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で前記凝集粒子を加熱する工程とを含む方法。

10

【請求項 1 2 4】

前記液体が水を含む請求項 1 2 3 に記載の方法。

【請求項 1 2 5】

前記液体が酸性水を含む請求項 1 2 3 に記載の方法。

【請求項 1 2 6】

前記液体が水と金属酸化物前駆体を含む請求項 1 2 3 に記載の方法。

20

【請求項 1 2 7】

前記金属酸化物前駆体が溶液中の金属硝酸塩である請求項 1 2 6 に記載の方法。

【請求項 1 2 8】

前記液体が水と、硝酸クロム、硝酸コバルト、硝酸ジスプロシウム、硝酸エルビウム、硝酸ユーロピウム、硝酸第二鉄、硝酸ガドリニウム、硝酸第二鉄、硝酸ランタン、硝酸リチウム、硝酸マグネシウム、硝酸マンガン、硝酸ネオジウム、硝酸ニッケル、硝酸プラセオジウム、硝酸サマリウム、硝酸イットリウム、硝酸亜鉛、ヒドロキシ硝酸ジルコニウム、硝酸ジルコニウム、オキシ硝酸ジルコニウムおよび溶液中のこれらの組み合わせからなる群より選択される金属酸化物前駆体を含む請求項 1 2 3 に記載の方法。

30

【請求項 1 2 9】

前記乾燥ベーマイトベース前駆体粒子を前記液体が存在する状態で接触させる工程には、前記液体の存在する状態でディスク凝集機により前記粒子を回転する工程を含む請求項 1 2 3 に記載の方法。

【請求項 1 3 0】

前記焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子が 5 マイクロメートル未満の平均サイズを有するアルファアルミナ結晶を含む請求項 1 2 3 に記載の方法。

【請求項 1 3 1】

前記最大研磨粒子のうち少なくとも 3 つのサイズが 40 マイクロメートルを超える請求項 1 2 3 に記載の方法。

40

【請求項 1 3 2】

前記接合材料および前記焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 60 重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 1 2 3 に記載の方法。

【請求項 1 3 3】

前記接合材料および前記焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 90 重量パーセントの Al_2O_3 を含む請求項 1 2 3 に記載の方法。

【請求項 1 3 4】

前記複数の研磨粒子が少なくとも 30 パーセントの多孔度値を有する請求項 1 2 3 に記載

50

の方法。

【請求項 135】

前記凝集砥粒が 20 ~ 約 50 パーセントの範囲の多孔度値を有する請求項 123 に記載の方法。

【請求項 136】

前記凝集砥粒が 30 ~ 約 45 パーセントの範囲の多孔度値を有する請求項 123 に記載の方法。

【請求項 137】

結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子を含み、前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 50 重量パーセントの Al_2O_3 を含み、凝集砥粒が 10 ~ 60 パーセントの範囲の多孔度値を有する前記凝集砥粒を製造する方法であって、

乾燥ペーナイトベース前駆体粒子を液体が存在する状態で複数の前記前駆体粒子が凝集するように接触させる工程と、前記凝集前駆体粒子を乾燥する工程と、前記乾燥凝集前駆体粒子を焼成して、多孔性凝集前駆体粒子を提供する工程と、前記多孔性凝集前駆体粒子を、液体と、金属酸化物または金属酸化物前駆体のうち少なくとも一つとを含む組成物で含浸する工程と、前記凝集砥粒を提供するのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で前記含浸させた凝集前駆体粒子を加熱する工程とを含む方法。

【請求項 138】

焼結結晶質セラミック接合材料によって互いに接合された複数の研磨粒子を含み、前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 50 重量パーセントの結晶質 Al_2O_3 を含み、前記研磨粒子が少なくとも 5 マイクロメートルの平均粒度を有する少なくとも凝集砥粒をワークピースの表面と接触させる工程と、前記凝集砥粒または前記表面の少なくとも一方を他方に対して動かして、前記表面の少なくとも一部を前記凝集砥粒で研磨する工程とを含む表面の研磨方法。

【請求項 139】

焼結結晶質セラミック接合材料によって互いに接合された複数の多結晶質研磨粒子を含み、前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 50 重量パーセントの結晶質 Al_2O_3 を含み、前記研磨粒子が理論密度の少なくとも 85 % の密度を有し、凝集砥粒が少なくとも 10 パーセントの多孔度値を有する少なくとも前記凝集砥粒をワークピースの表面と接触させる工程と、前記凝集砥粒または前記表面の少なくとも一方を他方に対して動かして、前記表面の少なくとも一部を前記凝集砥粒で研磨する工程とを含む表面の研磨方法。

【請求項 140】

結晶質セラミック金属酸化物接合材料によって互いに接合された複数の焼結多結晶質研磨粒子を含み、前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 50 重量パーセントの Al_2O_3 を含み、前記結晶質研磨粒子が 10 マイクロメートル未満の平均サイズを有する結晶を含み、最大研磨粒子の少なくとも 3 つが実質的に同一体積を有する少なくとも凝集砥粒をワークピースの表面と接触させる工程と、前記凝集砥粒または前記表面の少なくとも一方を他方に対して動かして、前記表面の少なくとも一部を前記凝集砥粒で研磨する工程とを含む表面の研磨方法。

【請求項 141】

結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質研磨粒子を含み、前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 50 重量パーセントの結晶質 Al_2O_3 を含み、前記結晶質研磨粒子が 10 マイクロメートル未満の平均サイズを有する結晶を含み、最大研磨粒子の少なくとも 3 つのサイズが 20 マイクロメートルを超える少なくとも凝集砥粒をワークピースの表面と接触させる工程と、前記凝集砥粒または前記表面の少なくとも一方を他方に対して動かして、前記表面の少なくとも一部を前記凝集砥粒で研磨する工程とを含む表面の研磨方法。

10

20

30

40

50

【請求項 1 4 2】

結晶質セラミック金属酸化物接合材料によって互いに接合された複数の焼結結晶質研磨粒子を含み、前記凝集砥粒が、前記凝集砥粒の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 85 重量パーセントの Al_2O_3 を含み、最大研磨粒子の少なくとも 3 つのサイズが 20 マイクロメートルを超える少なくとも凝集砥粒をワークピースの表面と接触させる工程と、前記凝集砥粒または前記表面の少なくとも一方を他方に対して動かして、前記表面の少なくとも一部を前記凝集砥粒で研磨する工程とを含む表面の研磨方法。

【請求項 1 4 3】

結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結多結晶質研磨粒子を含み、前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 50 重量パーセントの Al_2O_3 を含み、凝集砥粒が 10 ~ 約 60 パーセントの範囲の多孔度値を有する少なくとも前記凝集砥粒をワークピースの表面と接触させる工程と、前記凝集砥粒または前記表面の少なくとも一方を他方に対して動かして、前記表面の少なくとも一部を前記凝集砥粒で研磨する工程とを含む表面の研磨方法。

10

【請求項 1 4 4】

焼結結晶質セラミック接合材料によって互いに接合された複数の研磨粒子を含み、前記接合材料が、前記接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも 50 重量パーセントの結晶質 Al_2O_3 を含み、前記研磨粒子が少なくとも 5 マイクロメートルの平均粒度を有する少なくとも凝集砥粒をワークピースの表面と接触させる工程と、前記凝集砥粒または前記表面の少なくとも一方を他方に対して動かして、前記表面の少なくとも一部を前記凝集砥粒で研磨する工程とを含む表面の研磨方法。

20

【発明の詳細な説明】

【0001】

発明の分野

本発明は、焼結アルミナベース接合材料を介して互いに接合された複数の研磨粒子を含む凝集砥粒、および凝集砥粒の製造方法に関する。凝集砥粒は、接合研磨材、被覆研磨材、不織研磨材および研磨ブラシのような様々な研磨物品に組み込むことができる。

【0002】

発明の背景

様々な研磨粒子（例えば、ダイヤモンド粒子、立体窒化ホウ素粒子、溶融研磨粒子（溶融アルミナ、熱処理溶融アルミナ、溶融アルミナ - ジルコニア等を含む））および焼結セラミック研磨粒子（ゾル - ゲル誘導研磨粒子を含む）が業界で知られている。ある研磨用途において、研磨粒子は、粗形態またはスラリーで用いられ、またある場合には粒子は研磨製品（接合研磨材、被覆研磨材および不織研磨材）に組み込まれる。

30

【0003】

接合研磨材は一般的に、成形塊を形成する互いに接合された複数の研磨粒子を含む。被覆研磨材は一般的に、裏材に接合された複数の研磨粒子を含む。不織研磨材は一般的に、かさ高い多孔性の不織基材に接合された複数の研磨粒子を含む。接合研磨材について代表的な接合材料は、有機バインダー、ガラス状バインダーおよび金属バインダーであり、コートおよび不織研磨材については一般的に有機バインダーである。特定の研磨用途に用いる研磨粒子の選択基準としては、研磨寿命、切断レート、基材表面仕上げ、研削効率および製品コストが挙げられる。

40

【0004】

研磨工業およびその顧客はこれら研磨基準の一つ以上を改善する方法を常に探している。過去百年近くにわたって、溶融アルミナ研磨粒子は広く用いられてきた。溶融アルミナ研磨粒子は、一般的に、アルミナ源（アルミニウム鉱石やボーキサイト）を、その他望ましい添加剤と共に炉に入れ、この材料を融点より高く加熱し、溶融物を冷却して固化塊とし、固化塊を粒子に砕き、これら粒子を篩い分けおよび選別して所望の研磨粒度分布とすることにより作成されている。過去 30 年間近くにわたって、研磨粒子に関して数多くの本発明および開発がなされてきた。これらの発明の一つは、共溶融アルミナ - ジルコニア研

50

磨粒子の開発である。アルミナ - ジルコニア研磨粒子の更なる情報については、例えば、U . S . Pat . Nos . 3 , 8 9 1 , 4 0 8 (Row s e ら)、3 , 7 8 1 , 1 7 2 (P e t t ら)、3 , 8 9 3 , 8 2 6 (Q u i n a n ら)、4 , 1 2 6 , 4 2 9 (W a t s o n)、4 , 4 5 7 , 7 6 7 (P o o n ら) および 5 , 1 4 3 , 5 2 2 (G i b s o n ら) にある。

【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（コートおよび接合研磨製品を利用するようなものを含む）に今も広く使われているが、1980年代中頃から多くの研磨用途について主要な研磨粒子はゾル - ゲル誘導アルファアルミナ粒子（焼結セラミックアルファアルミナ粒子とも呼ばれる）である。ゾル - ゲル誘導アルファアルミナ研磨粒子は、追加の二次相を存在させて、または存在させずに極微粉アルファアルミナ結晶子でできた微小構造を有していてもよい（U . S . Pat . Nos . 4 , 3 1 4 , 8 2 7 (L e i t h e i s e r ら)、4 , 5 1 8 , 3 9 7 (L e i t h e i s e r ら)、4 , 6 2 3 , 3 6 4 (C o t t r i n g e r ら)、4 , 7 4 4 , 8 0 2 (S c h w a b e l)、4 , 7 7 0 , 6 7 1 (M o n r o e ら)、4 , 8 8 1 , 9 5 1 (W o o d ら)、4 , 9 6 0 , 4 4 1 (P e l l o w ら)、(P e l l o w)、5 , 1 3 9 , 9 7 8 (W o o d)、5 , 2 0 1 , 9 1 6 (B e r g ら)、5 , 3 6 6 , 5 2 3 (R o w e n h o r s t ら)、5 , 4 2 9 , 6 4 7 (L a r m i e)、5 , 5 4 7 , 4 7 9 (C o n w e l l ら)、5 , 4 9 8 , 2 6 9 (L a r m i e)、5 , 5 5 1 , 9 6 3 (L a r m i e) および 5 , 7 2 5 , 1 6 2 (G a r g ら) を参照）。

10

20

【0006】

被覆研磨材は、接合研磨材よりも「可撓性」である傾向があるため、被覆研磨材は、研磨物品をワークピース表面に沿わせる必要がある場合には広く利用されている。被覆研磨材は研磨粒子の一層または数層を有する傾向がある。これらの研磨粒子を配向させて切断性能を上げるのが一般的に好ましい。しかしながら、場合によっては、初期研磨中、被覆研磨材は相対的に非常に高い切断レートを与える。経時により、被覆研磨材が許容できる切断レートを与えなくなるまで切断レートは減じる。

【0007】

経時により一定しない切断レートに対処するために、凝集砥粒が開発されてきた（U . S . Pat . Nos . 3 , 9 2 8 , 9 4 9 (W a g n e r)、4 , 1 3 2 , 5 3 3 (L o h m e r)、4 , 3 1 1 , 4 8 9 (K r e s s n e r)、4 , 3 9 3 , 0 2 1 (E i s e n b e r g)、4 , 5 6 2 , 2 7 5 (B l o e c h e r ら)、4 , 7 9 9 , 9 3 9 (B l o e c h e r ら)、5 , 3 1 8 , 6 0 4 (G o r s u c h)、5 , 5 5 0 , 7 2 3 (H o l m e s ら) および 5 , 9 7 5 , 9 8 8 (C h r i s t i a n s e n) を参照）。被覆研磨材の場合には、これらの凝集砥粒が裏材に接合されて研磨物品を形成する。凝集砥粒は、一般的に、バインダー、通常は有機バインダーまたは無機バインダーと接合された複数の研磨粒子を含む。

30

【0008】

これらの研磨凝集粒子の欠点は、それらが複合体粒子（すなわち、研磨粒子とバインダー）であることである。バインダーは、凝集粒の研磨特性に悪影響を及ぼす恐れがある。業界で望まれているものは、比較的長寿命で、経時でも比較的一定した切断レートを与える被覆研磨材である。

40

【0009】

接合研磨材は三次元構造である。理想的な接合研磨材はワークピースを研磨し、研磨粒子が摩耗し鈍くなると、これらの研磨粒子は接合研磨材から放出されて、新しい切断研磨粒子が露出する。研磨粒子と接合材料間の接着力が不適切であると、研磨物品から研磨粒子が早期に放出されてしまう。研磨粒子が早期に放出されると、得られる接合研磨材寿命は一般的に望まれるよりも短くなる。業界で望まれているものは、研磨材粒子と接合材料間に良好な接着力を示す接合研磨材である。

【0010】

50

他の面において、在庫管理およびその他関連の製造関連コストを減じるためには、良好な研削性能（例えば、長寿命、高切断レート、一定した切断レート、一定した表面仕上げ等）を被覆研磨材と接合研磨材用途の両方において与える砥粒を作成するのが一般的に好ましい。被覆研磨材に多く望まれることは、長寿命を示す砥粒である。接合研磨材に多く望まれることは、研磨材粒子と接合材料間の良好な接着力と関連した長寿命である。

【0011】

発明の概要

本発明は、焼結接合材料を介して互いに接合された複数の研磨粒子を含む凝集砥粒を提供する。研磨粒子は、溶融酸化アルミナ（白色溶融アルミナ、熱処理酸化アルミニウムおよび褐色酸化アルミニウム）、炭化ケイ素、炭化ホウ素、炭化チタン、ダイヤモンド、立体窒化ホウ素、ガーネット、溶融アルミナ-ジルコニア、焼結アルファアルミナベース研磨粒子等をはじめとする1種類以上の研磨粒子を含むがこれらに限られるものではない。好ましくは、接合材料は、接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの Al_2O_3 を含む。接合材料は、接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも60、65、70、75、80、85、90、95、97、98、99、99.5または100（すなわち、実質的にこれからなる）重量パーセントの Al_2O_3 を含む。他の態様において、接合材料は一般的に少なくとも70、75、80、85、90、95、97、98、99、100パーセント結晶質である。

10

【0012】

本発明の他の実施形態において、凝集砥粒は、焼結結晶質セラミック接合材料によって互いに接合された複数の研磨粒子を含み、接合材料は、接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの結晶質 Al_2O_3 を含み、研磨粒子の平均粒度が少なくとも5マイクロメートルである。凝集砥粒中の粒子の平均粒度は少なくとも6、7、8、9、10、15、20、25または30マイクロメートルまたはそれ以上である。

20

【0013】

本発明の他の実施形態において、本発明による凝集砥粒は、焼結接合材料によって互いに接合された複数の研磨粒子を含み、接合材料が、接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの結晶質 Al_2O_3 を含み、研磨粒子の密度が理論密度の少なくとも85%であり、凝集砥粒の多孔度値が少なくとも15パーセントである。研磨粒子の密度は理論密度の少なくとも90%（少なくとも95%、少なくとも96%、少なくとも97%、少なくとも98%、少なくとも98.5%、少なくとも99%、さらには少なくとも99.5%）であるのが望ましい。他の態様において、凝集砥粒の多孔度値は少なくとも15（少なくとも20、少なくとも25、少なくとも30、少なくとも35、少なくとも40、少なくとも45、少なくとも50、少なくとも55または少なくとも60）パーセントであるのが望ましい。

30

【0014】

本発明の凝集砥粒の多孔度値（下記の実施例に記載したようにして求められる）は、一般的に、好ましい順に少なくとも10%、15%または20%である。好ましくは、多孔度値は好ましい順で、約15%~約60%、約20%~約50%、または約30%~約45%である。

40

【0015】

一例の実施形態において、本発明は、結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質研磨粒子を含み、接合材料が、接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの Al_2O_3 を含み、凝集砥粒の多孔度値が10~約60パーセントである凝集砥粒を提供する。

【0016】

本発明の他の例示の実施形態は、焼結結晶質セラミック接合材料によって互いに接合された複数の多結晶質研磨粒子を含み、接合材料が、接合材料の総金属酸化物含量に基づいて

50

、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの結晶質 Al_2O_3 を含み、研磨粒子の密度が理論密度の少なくとも85%であり、凝集砥粒の多孔度値が少なくとも10パーセントである凝集砥粒を提供する。

【0017】

本発明による砥粒の実施形態は、所望の特性および砥粒の特定の用途に応じて変化する砥粒内研磨粒度分布を有する。一般的に、本発明の砥粒中の最大研磨粒子の少なくとも3個（一般的に少なくとも4個、5個、6個、7個、8個、9個、10個、15個、20個、30個または40個）が実質的に同一の体積を有する。他の態様において、本発明の砥粒中の最大研磨粒子の少なくとも3個（一般的に少なくとも4個、5個、6個、7個、8個、9個、10個、15個、20個、30個または40個）が20、25、30、40または50マイクロメートルのサイズより大きい。他の態様において、複数の研磨粒子は、少なくとも二頂分布を有しており、粒子の第1分布の平均粒度は、粒子の第2分布の平均粒度よりも少なくとも25体積パーセント（より一般的には少なくとも100体積パーセント、さらには少なくとも200体積パーセント）大きい。

10

【0018】

他の例示の実施形態において、本発明は、結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質研磨粒子を含み、凝集砥粒が、凝集砥粒の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも85重量パーセントの Al_2O_3 を含み、最大研磨粒子の少なくとも3つのサイズが20マイクロメートルを超える凝集砥粒を提供する。

20

【0019】

研磨粒度およびサイズ分布に加えて、本発明による砥粒中の結晶の結晶サイズは適宜変化させることができる。好ましくは、本発明による凝集砥粒の研磨粒子は、平均結晶サイズが10マイクロメートル未満（好ましくは5マイクロメートル未満、より好ましくは1マイクロメートル未満）の結晶（例えば、アルファアルミナ結晶）から構成されている。

【0020】

一例の実施形態において、本発明は、結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結多結晶質研磨粒子を含み、接合材料が、接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの Al_2O_3 を含み、結晶質研磨粒子が、平均サイズが10マイクロメートル未満の結晶を含み、最大研磨粒子の少なくとも3つが実質的に同一体積を有する凝集砥粒を提供する。

30

【0021】

他の例の実施形態において、本発明は、結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質研磨粒子を含み、接合材料が、接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの Al_2O_3 を含み、結晶質研磨粒子が、平均サイズが10マイクロメートル未満の結晶を含み、最大研磨粒子の少なくとも3つのサイズが20マイクロメートルを超える凝集砥粒を提供する。

【0022】

本発明はまた、凝集砥粒を製造する方法も提供する。かかる方法の実施形態には、複数の粒子（例えば、研磨粒子、前駆体研磨粒子またはこれらの組み合わせ）を前駆体接合材料と接触させて粒子凝集体を合わせ（前駆体凝集砥粒を提供）、凝集粒子を本発明の凝集砥粒へ変換させるのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で加熱することが含まれる。本発明の方法に用いるのに好適な前駆体研磨粒子の一例はベーマイトベース粒子である。前駆体接合材料としては、ベーマイト（ベーマイトゾル、および任意の金属酸化物（例えば、アルミナ））のような結晶質セラミック酸化前駆体材料および/またはその前駆体（例えば、金属硝酸塩）が例示される。

40

【0023】

さらに、例えば、本発明による凝集砥粒の実施形態は、複数の研磨粒子または前駆体研磨粒子のうち少なくとも一方を粒子凝集体が合わさるように前駆体接合材料と接触させる工程と、焼結接合材料と共に接合された複数の研磨粒子を含む凝集砥粒へ凝集砥粒を変換さ

50

れるのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で凝集粒子を加熱する工程とを含み、焼結接合材料が、接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの結晶質 Al_2O_3 を含み、研磨粒子の平均粒度が少なくとも5マイクロメートルである凝集砥粒を製造する方法によって作成される。

【0024】

本発明による凝集砥粒はまた、複数の研磨粒子または前駆体研磨粒子のうち少なくとも一方を粒子凝集体が合わさるように前駆体接合材料と接触させる工程と、焼結接合材料と共に接合された複数の研磨粒子を含む凝集砥粒へ凝集粒子を変換させるのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で凝集粒子を加熱する工程とを含み、焼結接合材料が、接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの結晶質 Al_2O_3 を含み、熱処理研磨粒子の密度が理論密度の少なくとも85%で、凝集砥粒の多孔度値が少なくとも10パーセントである凝集砥粒を製造する方法によっても作成される。

10

【0025】

研磨粒子、前駆体研磨粒子またはこれらの組み合わせから形成される本発明による凝集砥粒の実施形態は、本発明の方法に用いられて、凝集砥粒が形成される。本発明による例示の方法は、乾燥ペーサイトベース前駆体粒子を液体（例えば、水）を存在させて接触させて、複数の前駆体粒子凝集体を合わせ、凝集粒子を凝集砥粒を提供するのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で加熱するものである。

【0026】

ある実施形態においては、凝集砥粒の最大研磨粒子が実質的に同一の体積を有する凝集砥粒を形成するのが望ましい。これらの実施形態において、本発明は、結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質アルファアルミナ研磨粒子を含み、接合材料が、接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの Al_2O_3 を含み、最大研磨粒子の少なくとも3つが実質的に同一体積を有する凝集砥粒を製造する方法であって、乾燥ペーサイトベース前駆体粒子を液体（例えば、水）を存在させて複数の前駆体粒子凝集体が合わさるように接触させる工程と、凝集砥粒を提供するのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で凝集粒子を加熱する工程とを含む方法を提供する。

20

【0027】

本発明は、結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子を含み、接合材料が、接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの Al_2O_3 を含み、最大研磨粒子の少なくとも3つが実質的に同一体積を有する凝集砥粒を製造する方法であって、乾燥ペーサイトベース前駆体粒子を液体（例えば、水）を存在させて複数の前駆体粒子凝集体が合わさるように接触させる工程と、凝集前駆体粒子を乾燥する工程と、乾燥凝集前駆体粒子を焼成して、多孔性凝集前駆体粒子を与える工程と、多孔性凝集前駆体粒子を、液体（例えば、水）と、金属酸化物または金属酸化物前駆体のうち少なくとも一方とを含む組成物で含浸する工程と、凝集砥粒を提供するのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で含浸させた凝集前駆体粒子を加熱する工程とを含む方法に関する。

30

40

【0028】

ある実施形態においては、凝集砥粒の最大研磨粒子が少なくともある粒度である凝集砥粒を形成するのが望ましい。これらの実施形態において、本発明は、結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子を含み、接合材料が、接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの Al_2O_3 を含み、最大研磨粒子の少なくとも3つが20マイクロメートルを超えるサイズである凝集砥粒を製造する方法であって、乾燥ペーサイトベース前駆体粒子を液体（例えば、水）を存在させて複数の前駆体粒子凝集体が合わさるように接触させる工程と、凝集砥粒を提供するのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で凝集粒子を加熱する工程とを含む方法を提供する。

50

【0029】

本発明はまた、結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子を含み、接合材料が、接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの Al_2O_3 を含み、最大研磨粒子の少なくとも3つが20マイクロメートルを超えるサイズを有する凝集砥粒を製造する方法であって、乾燥ペーナイトベース前駆体粒子を液体（例えば、水）を存在させて複数の前駆体粒子凝集物が合わさるように接触させる工程と、凝集前駆体粒子を乾燥する工程と、乾燥凝集前駆体粒子を焼成して、多孔性凝集前駆体粒子を与える工程と、多孔性凝集前駆体粒子を、液体（例えば、水）と、金属酸化物または金属酸化物前駆体のうち少なくとも一方とを含む組成物で含浸する工程と、凝集砥粒を提供するのに十分な時間

10

【0030】

これらの実施形態において、本発明は結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子を含み、凝集砥粒が、凝集砥粒の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも85重量パーセントの Al_2O_3 を含み、最大研磨粒子の少なくとも3つが20マイクロメートルを超えるサイズである凝集砥粒を製造する方法であって、乾燥ペーナイトベース前駆体粒子を液体（例えば、水）を存在させて複数の前駆体粒子凝集物が合わさるように接触させる工程と、凝集砥粒を提供するのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で凝集粒子を加熱する工程とを含む方法を提供する。

20

【0031】

本発明はまた、結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子を含み、凝集砥粒が、凝集砥粒の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも85重量パーセントのアルミナを含み、最大研磨粒子の少なくとも3つが20マイクロメートルを超えるサイズを有する凝集砥粒を製造する方法であって、乾燥ペーナイトベース前駆体粒子を液体（例えば、水）を存在させて複数の前駆体粒子凝集物が合わさるように接触させる工程と、凝集前駆体粒子を乾燥する工程と、乾燥凝集前駆体粒子を焼成して、多孔性凝集前駆体粒子を与える工程と、多孔性凝集前駆体粒子を、液体（例えば、水）と、金属酸化物または金属酸化物前駆体のうち少なくとも一方とを含む組成物で含浸する工程と、凝集砥粒を提供するのに十分な時間

30

【0032】

さらに他の実施形態において、凝集砥粒が望ましい多孔性度を有する凝集砥粒を形成するのが望ましい。これらの実施形態において、本発明は、結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質研磨粒子を含み、接合材料が、接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの Al_2O_3 を含み、凝集砥粒の多孔性度が10～60パーセントである凝集砥粒を製造する方法であって、乾燥ペーナイトベース前駆体粒子を液体（例えば、水）を存在させて複数の

40

【0033】

本発明はまた、結晶質セラミック金属酸化物接合材料を介して互いに接合された複数の焼結結晶質アルファアルミナベース研磨粒子を含み、接合材料が、接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの Al_2O_3 を含み、凝集砥粒の多孔性度が10～60パーセントである凝集砥粒を製造する方法であって、乾燥ペーナイトベース前駆体粒子を液体（例えば、水）を存在させて複数の前駆体粒子凝集物が合わさるように接触させる工程と、凝集前駆体粒子を乾燥する工程と、乾燥凝集前駆体粒子を焼成して、多孔性凝集前駆体粒子を与える工程と、多孔性凝集前駆体粒子を、液

50

体（例えば、水）と、金属酸化物または金属酸化物前駆体のうち少なくとも一方とを含む組成物で含浸する工程と、凝集砥粒を提供するのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で含浸させた凝集前駆体粒子を加熱する工程とを含む方法に関する。

【0034】

任意で、本発明による凝集砥粒を製造する方法の実施形態には、任意で、硬化性バインダー前駆体材料、セラミックバインダー前駆体材料を前駆体凝集砥粒形成に用い、前駆体凝集砥粒を本発明による凝集砥粒に変換するときにセラミックバインダー前駆体材料を少なくとも部分的に硬化することが含まれる。

【0035】

本発明はさらに研磨物品の製造を提供する。本発明による凝集砥粒は、被覆研磨材、接合研磨材（ピトリファイドおよびレジノイド砥石車を含む）、不織研磨材および研磨ブラシのような様々な研磨物品に組み込むことができる。研磨物品は、本発明による凝集砥粒とバインダーを含む。

【0036】

一般的に、本発明による凝集砥粒は十分に多孔性で、バインダーを中に浸透させることができ有利である。この特徴は、被覆および接合研磨物品については特に有利である。さらに被覆研磨材に関して、本発明による好ましい凝集砥粒は長寿命と比較的一定した切断レートを有することができる。他の態様において、本発明による凝集砥粒の実施形態は、凝集砥粒の優先的な摩耗を与えるために、所望のレベルの多孔度および/または研磨粒子間の接合強度を有するように作成することができる。凝集砥粒のかかる優先的な摩耗は、接合研磨物品については特に望ましい。

【0037】

あるいは、例えば、本発明による凝集砥粒は、研磨スラリーやショットブラスト媒体をはじめとした粗形態で用いることができる。

【0038】

本発明はまた、少なくとも本発明による凝集砥粒をワークピース表面と接触させる工程と、凝集砥粒または表面の少なくとも一方を他方に対して動かして、凝集砥粒により表面の少なくとも一部を研磨する工程を含む表面を研磨する方法も提供する。

【0039】

本明細書において、

「結晶質セラミック金属酸化物接合材料」とは、少なくとも60体積パーセント結晶質のセラミック金属酸化物接合材料のことを指す。

「実質的に同一の体積」とは、各関連粒子の体積が関連粒子の平均体積の50パーセント以内の体積であることを意味する（すなわち、3つの最大粒子を実質的に同一の体積とするには、3つの最大粒子のそれぞれが、3つの最大粒子の平均体積の50パーセント以内の体積を有する）。

本明細書で用いる「アルファアルミナベース研磨粒子または接合材料」とは、それぞれ粒子または接合材料の総金属酸化物に基づいて、アルミナの総量の少なくとも40重量%がアルファアルミナとして存在している、理論酸化物基準で少なくとも50重量%の Al_2O_3 を含む研磨粒子のことを指す。

「研磨粒子前駆体」または「非焼結研磨粒子」とは、乾燥分散液（例えば、「乾燥研磨粒子前駆体」）または焼成分散液（例えば、「焼成研磨粒子前駆体」）のことであり、一般に粒子の形態で、理論密度の80%未満（一般的には60%未満）で、含浸組成物で焼結または含浸して、焼結すると焼結研磨粒子を提供することができるものを指す。

「ベーマイトベース前駆体粒子」とは、粒子の総固体含量に基づいて、重量基準で少なくとも50のベーマイトを含む前駆体研磨粒子のことを指す。

「焼結」とは、高密度化および結晶子成長のために加熱されている材料の融点より低い温度で加熱して、韌性があり硬く、耐化学性のあるセラミック材料を与えるプロセスのことを指す。焼結研磨粒子は、加熱されている材料の融点より高い温度で加熱を実施する溶融プロセスでは作成されない。

10

20

30

40

50

【0040】

詳細な説明

本発明による凝集砥粒は、焼結結晶質セラミック酸化接合材料を介して互いに接合された複数の砥粒を含む。焼結接合材料は、接合材料の総金属酸化物含量に基づいて、理論酸化物基準で少なくとも50重量パーセントの Al_2O_3 を含むのが望ましい。凝集砥粒は、例えば、(1)研磨粒子および/または研磨粒子前駆体を前駆体接合材料を介して凝集する、かつ/または(2)接合材料および/または研磨粒子前駆体材料を十分に加熱して焼結結晶質接合材料を形成するプロセスを用いて作成される。

【0041】

本発明の一態様による凝集砥粒の実施形態は、例えば、乾燥ベーマイトベース前駆体粒子を液体(例えば、水)を存在させて接触させて、複数の前駆体粒子凝集体を合わせ、凝集砥粒を提供するのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で凝集粒子を加熱することにより作成することができる。乾燥ベーマイトベース前駆体粒子を液体(例えば、水)と接触させると、少なくとも粒子の外側部分が軟化し粘着性となる。かかる粒子は互いに粘着して凝集体を形成する傾向がある。ベーマイトベース前駆体粒子のこれらの凝集体を十分な時間にわたってある温度で加熱して、前駆体材料を焼結アルファアルミナベース材料に変換すると、本発明による凝集砥粒が作成される。本発明による例証の凝集砥粒を図6に示す。図6の凝集砥粒は、アルファアルミナベース接合材料64により接合された焼結アルファアルミナベース研磨粒子62から構成されており、凝集粒子間には多孔66がある(粒子間に開放気孔がある)。

【0042】

乾燥ベーマイトベース前駆体粒子は、業界に公知の技術により作成することができる(U.S. Pat. Nos. 4,314,827(Leitheiserら)、4,518,397(Leitheiserら)、4,623,364(Cottringerら)、4,744,802(Schwabel)、4,770,671(Monroe)、4,744,802(Schwabel)、4,848,041(Kruschke)、4,881,951(Woodら)、4,964,883(Morrisら)、5,139,978(Wood)、5,164,348(Wood)、5,201,916(Bergら)、5,219,006(Wood)、5,219,806(Wood)、5,429,647(Larmie)、5,498,269(Larmie)、5,551,963(Larmie)、5,593,647(Monroe)、5,611,829(Monroeら)および5,645,619(Ericksonら)を参照)。乾燥ベーマイトベース前駆体粒子は、一般的に、液体媒体とベーマイトを含む分散液から作成される(一般的に、アルファアルミナ水和物およびベーマイトであり、業界で一般的に「偽」ベーマイト(すなわち、 $Al_2O_3 \cdot xH_2O$ 、 $x=1\sim 2$)と呼ばれている)。

【0043】

好適なベーマイトとしては、Alcoa Industrial Chemicalsより「HIQ」(例えば、「HIQ-10」、「HIQ-20」、「HIQ-30」および「HIQ-40」という商品名で市販されているもの、Sasol(南アフリカ、ヨハネスブルグ)(以前はCondea GmbH(ドイツ、ハンブルク)より「DISPERAL」およびCondea Vista Company(TX州、ヒューストン)から「DISPAL」(例えば、「DISPAL23N480」)および「CATAPAL」(例えば、「CATAPALD」)という商品名で市販されているものが挙げられる。これらのベーマイトまたはアルミナ水和物はアルファ形態であり、一水和物以外に、あったとしても比較的少量の水和相を含んでいる(ただし、極少量の、許容範囲の三水和不純物が市販等級のベーマイトには存在している可能性がある)。

【0044】

好ましい液体媒体は一般的に水である。ただし、低級アルコール(一般的に $C_1\sim 6$ のアルコール)、ヘキサンまたはヘプタンのような有機溶剤も液体媒体として有用である。水は例えば、水道水、蒸留水または脱イオン水であってもよい。

10

20

30

40

50

【0045】

分散液はさらに素練り促進剤を含んでいてもよい。これらの素練り促進剤は、通常、可溶性のイオン性化合物であり、粒子またはコロイドの表面を液体媒体（例えば、水）中で均一に帯電させるものと考えられている。好ましい素練り促進剤は酸または酸化合物である。代表的な酸としては、一塩基酸および酢酸、塩酸、ギ酸および硝酸のような酸化合物が挙げられる。硝酸が好ましい。用いる酸の量は、例えば、ペーマイトの分散性、分散液の固体の割合、分散液の成分、分散液の成分の量または相対量、分散液の成分の粒度および/または分散液の成分の粒度分布により異なる。ペーマイトについては、分散液は、分散液中のペーマイトの重量に基づいて、一般に、少なくとも0.1～20重量%、好ましくは1～10重量%、最も好ましくは3～8重量%の酸を含む。

10

【0046】

場合によっては、水と混合する前に、酸をペーマイト粒子の表面に適用してもよい。酸表面処理によって、ペーマイトの水中での分散性が改善される。

【0047】

分散液を混合するための好適な方法としては、ボールミリング、振動ミリング、アトリションミリングおよび/または高剪断混合（コロイドミル）がある。高剪断混合が好ましい混合方法である。

【0048】

場合によっては、分散液は、乾燥工程の前にゲル化する。分散液のpHおよび分散液中のイオンの濃度は、分散液のゲル化をいかに早くするか決めるのに重要である。一般に、pHは約1.5～4の範囲である。さらに、改質酸化物材料またはその他添加剤を添加すると分散液がゲル化する。

20

【0049】

分散液は、一般に、分散液の総重量に基づいて、15重量%を超える（通常、20重量%～約80重量%、一般に30重量%～約80重量%を超える）の固体（あるいはペーマイト）を含む。しかしながら、ある好ましい分散液は、分散液の総重量に基づいて、35重量%以上、45重量%以上、50重量%以上、55重量%以上、60重量%以上および65重量%以上またはそれ以上の固体（あるいはペーマイト）を含む。約80wt%を超える固体およびペーマイトの重量パーセントも有用であるが、粒子を作成するプロセスを難しくさせる傾向がある。比較的固体の多い分散液に関する更なる詳細については、例えば、U.S. Pat. Nos. 5,776,214 (Wood)、5,779,743 (Wood)、5,893,935 (Wood)および5,988,478 (Wood)を参照のこと。

30

【0050】

固体の多い分散液は、液体成分を、液体成分に不溶の成分に徐々に加え、後者を混合またはタンブリングしながら一般に、そして好ましくは調製される。例えば、水と硝酸と金属塩を含有する液体は、ペーマイトに徐々に加え、液体がペーマイト全体により容易に分散されるようにペーマイトを混合する。

【0051】

ペーマイトベース分散液は加熱して、アルファアルミナー水和物の分散性を増大させたり、かつ/または均一な分散液を作成してもよい。温度は扱いやすいように変えて構わない。例えば、温度は約20～80、通常25～75とする。あるいは、分散液は大気圧1.5～130の圧力下で加熱してよい。

40

【0052】

分散液は、一般的に、様々な組成物を添加し、合わせて混合し、均一な混合物を作成することにより調製される。例えば、ペーマイトは、一般に、硝酸と混合しておいた水に加えられる。その他の成分は、ペーマイトの添加前、添加中または添加後に加えられる。

【0053】

分散液はさらに「核形成材料」を含んでいてもよい。核形成材料とは、外因性核形成により遷移アルミナのアルファアルミナへの変換を促す材料のことを言う。核形成材料は、核

50

形成剤（例えば、アルファアルミナと同一またはほぼ同一結晶質構造を有する、あるいはアルファアルミナのような挙動を示す材料）、そのもの（例えば、アルファアルミナシード、アルファ Fe_2O_3 シード、またはアルファ Cr_2O_3 シード）またはその前駆体とすることができる。その他の核形成剤は、 Ti_2O_3 、 MnO_2 、 Li_2O およびチタネート（例えば、チタン酸マンガンおよびチタン酸ニッケル）を含んでいてもよい。

【0054】

酸化鉄源としては、赤鉄鉱（ Fe_2O_3 ）およびその前駆体（針鉄鉱（ FeOOH ）、鱗鉄鋼（ FeOOH ）、磁鉄鉱（ Fe_3O_4 ）およびマグヘマイト（ Fe_2O_3 ））が挙げられる。酸化鉄の好適な前駆体としては、加熱すると、 Fe_2O_3 に変換される鉄含有材料が挙げられる。

10

【0055】

好適な酸化鉄源は、業界に周知の様々な技術により作成することができる。例えば、赤鉄鉱（ Fe_2O_3 ）の分散液は、例えば、E. Matijevicら、J. Colloid Interface Science, 63, 509-24 (1978年)およびB. Voightら、Crystal Research Technology, 21, 1177-83 (1986年)に記載されているようにして、硝酸鉄溶液の熱処理により調製することができる。鱗鉄鋼（ FeOOH ）は、例えば、 $\text{Fe}(\text{OH})_2$ の NaNO_2 溶液による酸化により作成することができる。磁鉄鉱（ Fe_3O_4 ）は、例えば、 FeOOH を真空で脱水することにより得られる。 FeOOH はまた、例えば、 FeOOH を空气中で加熱または研削することにより Fe_2O_3 に変換することができる。針鉄鉱（ FeOOH ）は、例えば、水酸化第一鉄の空気酸化、または高温および高pHでの水酸化第二鉄の分散液のエージングにより合成することができる。鉄の酸化物の作成についての追加の情報は、例えば、R. N. Sylva, Rev. Pure Applied Chemistry, 22, 15 (1972年)およびT. Misawaら、Corrosion Science, 14, 131 (1974年)の記事にある。

20

【0056】

ここに記載した砥粒を作成するのに用いる酸化鉄源の種類は変えることができる。結晶質微粒子材料であるのが好ましい。かかる微粒子材料は、粒子の結晶度および/または調製方法に応じて、球状、針状または板状とすることができる。微粒子材料が如何なる形状であろうと、好ましくは表面積は少なくとも約 $60\text{ m}^2/\text{g}$ （より好ましくは少なくとも約 $80\text{ m}^2/\text{g}$ 、最も好ましくは少なくとも約 $100\text{ m}^2/\text{g}$ ）、平均粒度は約1マイクロメートル未満（より好ましくは約0.5マイクロメートル未満）である。本明細書において、「粒度」は、粒子の最大寸法と定義される。好ましい実施形態において、結晶質粒子はアスペクト比が少なくとも約2:1の針状である。ある特に好ましい材料は、長さ約0.04~0.1マイクロメートル、幅約0.01~0.02マイクロメートルの針状粒子を有する。かかる粒子は、Magnox Pulaski, Inc. (VA州、Pulaski)のような磁性媒体顔料の様々な供給業者から得られる。

30

【0057】

酸化鉄の微粒子源の表面積は、例えば、Quantachrome Corp. (FL州、Boynton Beach)製のQuantasorbシステムOS-10を用いた窒素吸収により測定することができる。粒度は、様々な技術を用いて粒子の最大寸法を測定することにより求めることができる。例えば、粒度は、透過型電子顕微鏡を用いて、顕微鏡写真を適正な倍率で粒子を集めて撮り、粒子のサイズを測定することにより、測定することができる。その他の測定技術は、光の流れを粒子により散乱させる準弾性光散乱である。粒度は、粒子により散乱される光の強度の変動を数値分析することにより求められる。

40

【0058】

極少量の Fe_2O_3 微粒子（理論酸化物基準で僅か0.01wt%の Fe_2O_3 ）が存在すると、遷移アルミナのアルファアルミナへの形質転換物を核形成する補助となると考え

50

られている。アルファアルミナを、高密度化が酸化鉄なしで生じるよりも低い温度で高密度化する補助となるとも考えられている（すなわち、同一方法で作成された砥粒中、 Fe_2O_3 の源なしで）。

【0059】

核形成材料に関する更なる詳細についてはまた、例えば、U.S. Pat. Nos. 4,623,364 (Cottringerら)、4,744,802 (Schwabel)、4,964,883 (Morrisら)、5,139,978 (Wood)、5,219,806 (Wood)、5,611,829 (Monroeら)および5,645,619 (Ericssonら)にも開示されている。

【0060】

分散液は、金属酸化物改質剤と呼ばれることのある、他の金属酸化物源（例えば、適性な加熱条件で金属酸化物に変換可能な材料）をさらに含んでいてもよい。かかる金属酸化物改質剤は、得られる研磨粒子の物理特性および/または化学特性を変えるものであってもよい。初期の混合物および/または含浸組成物に組み込まれるこれらのその他の金属酸化物の量は、例えば、焼結研磨粒子の所望の組成および/または特性、および添加剤の影響または役目、または研磨粒子を作成するのに用いられるプロセスにおける役割に応じて異なる。その他の金属酸化物は、金属酸化物（例えば、コロイド懸濁液またはゾル）および/または前駆体（例えば、金属硝酸塩、金属酢酸塩、金属クエン酸塩、金属ギ酸塩および金属塩化物塩）として初期の混合物に加えらる。

【0061】

その他の金属改質剤としては、酸化プラセオジウム、酸化ジスプロシウム、酸化サマリウム、酸化コバルト、酸化亜鉛、酸化ネオジウム、酸化イットリウム、酸化イッテルビウム、酸化マグネシウム、酸化ニッケル、酸化ランタン、酸化ガドリニウム、酸化ナトリウム、酸化ジルコニウム、酸化ジスプロシウム、酸化ユーロピウム、酸化ハフニウムおよび酸化エルビウムおよび酸化マンガン、酸化クロム、酸化チタンおよび酸化第二鉄が例示される。これらは、核形成剤として機能してもしなくてもよい。

【0062】

金属酸化物前駆体としては、金属硝酸塩、金属酢酸塩、金属クエン酸塩、金属ギ酸塩および金属塩化物塩が挙げられる。金属硝酸塩、酢酸塩、クエン酸塩、ギ酸塩および塩化物塩は業界に公知の技術により作成したり、Alfa Chemicals (MA州、ワードヒル)やMallinckrodt Chemicals (KY州、パリズ)といった商業源より得られる。硝酸塩としては、硝酸マグネシウム ($Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$)、硝酸コバルト ($Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$)、硝酸ニッケル ($Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$)、硝酸リチウム ($LiNO_3$)、硝酸マンガン ($Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$)、硝酸クロム ($Cr(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$)、硝酸イットリウム ($Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$)、硝酸プラセオジウム ($Pr(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$)、硝酸サマリウム ($Sm(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$)、硝酸ネオジウム ($Nd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$)、硝酸ランタン ($La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$)、硝酸ガドリニウム ($Gd(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$)、硝酸ジスプロシウム ($Dy(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$)、硝酸ユーロピウム ($Eu(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$)、硝酸第二鉄 ($Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$)、硝酸亜鉛 ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$)、硝酸エルビウム ($Er(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$)、硝酸ジルコニウム、オキシ硝酸ジルコニウム ($ZrO(NO_3)_2 \cdot xH_2O$)およびオキシ硝酸ジルコニウムが例示される。金属酢酸塩としては、酢酸マグネシウム、酢酸コバルト、酢酸ニッケル、酢酸リチウム、酢酸マンガン、酢酸クロム、酢酸イットリウム、酢酸プラセオジウム、酢酸サマリウム、酢酸イッテルビウム、酢酸ネオジウム、酢酸ランタン、酢酸ガドリニウム、酢酸ジスプロシウムおよび酢酸ジルコニル ($ZrO(CH_3COO)_2$)が例示される。

【0063】

一般的に好ましい金属酸化物改質剤の利用により、焼結研磨粒子の多孔性が減じ、これによって密度が増大する。さらに、特定の金属酸化物前駆体（例えば、核形成剤である、ま

10

20

30

40

50

たは核形成剤に変換される核形成材料、または核形成剤としての挙動を示す材料)は、遷移アルミナがアルファアルミナに変換される温度を下げる。特定の金属酸化物はアルミナと反応すると、反応生成物を形成、かつ/またはアルファアルミナの結晶質相を形成する。これは研磨用途において研磨粒子使用中有益である。このように、金属酸化物の選択および量は、処理条件および研磨粒子の所望の研磨特性に一部応じて異なる。

【0064】

例えば、コバルト、ニッケル、亜鉛およびマグネシウムの酸化物をアルミナと反応させて針状構造を形成する。しかし、ジルコニアおよびハフニアはアルミナとは反応しない。また、例えば、酸化ジスプロシウムおよび酸化ガドリニウムと酸化アルミニウムの反応生成物は通常ガーネットである。酸化プラセオジウム、酸化イッテルビウム、酸化エルビウムおよび酸化サマリウムと、酸化アルミニウムの反応生成物は、通常ペロブスカイトおよび/またはガーネット構造である。イットリアは、通常アルミナと反応すると、ガーネット結晶質構造の $Y_3Al_5O_{12}$ を形成する。特定の希土類酸化物および二価の金属カチオンは、アルミナと反応して式 $L_nMA_{11}O_{19}$ で表される希土類アルミン酸塩(式中、 L_n は La^{3+} 、 Nd^{3+} 、 Ce^{3+} 、 Pr^{3+} 、 Sm^{3+} 、 Gd^{3+} 、 Er^{3+} または Eu^{3+} のような三価の金属イオンであり、 M は Mg^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Zn^{2+} または Co^{2+} のような二価の金属カチオンである)を形成する。かかるアルミン酸塩は六角結晶質構造を有する。好ましい希土類アルミン酸塩は $MgLaAl_{11}O_{19}$ である。

10

【0065】

分散液は、業界に公知の技術により押出すことができる(例えば、U.S. Pat. No. 4,848,041(Kruschke)、5,776,214(Wood)、5,779,743(Wood)、5,893,935(Wood)および5,908,478(Wood)を参照)。

20

【0066】

一般に、分散液を乾燥する技術は業界に知られており、加熱して液体媒体の蒸発を促したり、単純に空気中で乾燥させたりすることが挙げられる。乾燥工程で、通常、大量の液体媒体が混合物から除去されるが、少量(約10重量%以下)の液体媒体が乾燥した混合物中にまだ残っている。代表的な乾燥条件としては、ほぼ室温から約200を超える温度、一般には50~150である。時間は約30分間から数日間である。塩の移動を最小にするために、分散液は低温で乾燥するのが望ましい。

30

【0067】

乾燥後、乾燥した分散液を前駆体粒子に変換してもよい。これらの前駆体粒子を生成するある代表的な技術は、粉砕である。ロールクラッシャ、ジョークラッシャ、ハンマーミル、ボールミル等のような様々な粉砕技術を用いることができる。粗めの粒子は再度粉砕して、より細かい粒子を生成させてもよい。乾燥した混合物は、例えば、焼結アルファアルミナベース研磨粒子に比べて乾燥した混合物を粉砕するのは一般に容易なため、粉砕するのも好ましい。

【0068】

あるいは、例えば、乾燥前に、分散液を前駆体粒子に変換してもよい。これは、例えば、混合物を所望の粒子形状および粒度分布へと処理する場合に生じる。あるいは、例えば、分散液は三角形状粒子へと成形してから乾燥させてもよい。三角形状の粒子に関する更なる詳細についてはU.S. Pat. No. 5,201,916(Bergら)にある。

40

【0069】

あるいは、例えば、乾燥した分散液を、非常に揮発性の内容物を含む塊へと成形して、この塊を、通常、600~900の温度に保持された炉に直接供給することにより爆発的に粉砕させる。

【0070】

本発明の数多くある実施形態においてはペーサイトベース前駆体粒子が望ましいが、本発明の研磨粒子および凝集砥粒を形成するのにその他の前駆体粒子も用いることができる。

50

その他の前駆体研磨粒子は、例えば、U . S . Pat . Nos . 5 , 5 9 3 , 4 6 7 (M o n r o e)、5 , 6 4 5 , 6 1 8 (M o n r o e ら) および 5 , 6 5 1 , 8 0 1 (M o n r o e ら) に開示されている。その他の前駆体研磨粒子は、ベーマイトベース前駆体粒子の処理に関して上述したのと同様にして処理してよい。

【0071】

前駆体凝集体砥粒は、複数の乾燥ベーマイトベース粒子、その他の前駆体研磨粒子および/または研磨粒子を凝集することにより作成することができる。乾燥ベーマイトベース粒子の凝集のためのアセンブリの例を図4に示す。乾燥ベーマイトベース粒子42を回転ディスク凝集機43にフィード41を介して供給する。フィードとしては、オーガ、重力フィード、振動床またはフィードまたは搬送システムが例示される。液体(例えば、少なくとも1種類の金属酸化物またはその前駆体を含む水、酸性水、ベーマイトゾルまたはベーマイトゾル(酸性水から作成されたゾルを含む)44を乾燥ベーマイトベース粒子42にスプレーする。複数の乾燥ベーマイトベース粒子42は凝集し、凝集機43からオーバーフローする。凝集ベーマイトベース粒子45をさらに処理(粒子の焼結および材料の接合を含む)して本発明による凝集砥粒を提供することができる。図示するように、凝集ベーマイトベース粒子45をベルト46に落とし、乾燥オープン47を通して搬送する。乾燥凝集ベーマイトベース粒子48をピン49に集める。本発明による凝集砥粒を作成するのに有用なその他の機器としては、ドラム凝集機、ロールブリケッタ、ロール圧縮機、スクリュウ押し出し機、リング押し出し機、プラウミル、エンリッチミキサーおよびランドカスターミキサーが例示される。

10

20

【0072】

乾燥ベーマイトベース粒子の導入方法および速度、液体の導入方法および速度、凝集機の設定および凝集乾燥ベーマイトベース粒子を作成する他の態様は、例えば、乾燥ベーマイトベース粒子の組成、乾燥ベーマイトベース粒子のサイズ、液体の組成、用いる特定の凝集機および互いの関係に応じて異なる。

【0073】

好ましい液体媒体は一般的に水である。ただし、低級アルコール(一般的にC₁ - 6のアルコール)、ヘキサンまたはヘプタンのような有機溶剤も液体として有用である。水は水道水、蒸留水または脱イオン水であってもよい。任意で、液体は酸(分散液に加えるために上述したようなもの)、NH₄(OH)、金属酸化物および/または金属酸化物前駆体(核形成剤および材料を含む)例えば、分散液に加えるために上述したようなもの、およびアルファアルミナ粒子および/またはアルファアルミナ前駆体(例えば、ベーマイト)を含んでいてもよい。

30

【0074】

ディスク造粒機(凝集機)(Feeco, Corp. (WI州、Green Bay)より入手したもの)については、好ましい回転速度は1分当たり約5~70回転(rpm)、より好ましくは1分当たり約20~40rpmである。好ましい回転速度は、一部、回転表面の角度に応じて異なる。角度は、好ましくは約30°~60°、より好ましくは約40°~50°、さらに約45°である。

【0075】

前駆体凝集砥粒はまた、例えば、液体が乾燥ベーマイトベース粒子の静的床表面と接触するように液滴を提供することによっても作成することができる。

40

【0076】

一般的に、凝集乾燥粒子(例えば、ベーマイトベースその他)は焼結の前に乾燥および焼成される。実質的に全ての揮発性物質を除去し、材料混合物中に存在していた様々な成分を酸化物に変換する、焼成技術は通常、業界に知られている。かかる技術としては、回転または静的炉を用いて、自由水、そして一般的には少なくとも約90wt%の結合した揮発性物質が除去されるまで、材料を約400~1000(一般に約450~800)の温度で加熱するものが挙げられる。

【0077】

50

本発明による凝集砥粒の実施形態は、例えば、少なくとも1種類の前駆体研磨粒子または研磨粒子（例えば、溶融および/または焼結研磨粒子）を、結晶質セラミック酸化前駆体材料を含む前駆体接合材料と接触させて、凝集粒子を形成し、これら凝集粒子を本発明による凝集砥粒に変換されるのに十分な時間にわたって少なくとも一つの温度で凝集粒子を加熱することにより作成することができる。この方法の実施形態には、（前駆体）凝集粒子の本発明による凝集砥粒への変換が完了する前に、乾燥および/または焼成前駆体凝集砥粒を形成することが含まれる。

【0078】

好適な研磨粒子は、溶融酸化アルミナ（白色溶融アルミナ、熱処理酸化アルミニウムおよび褐色酸化アルミニウム）研磨粒子、炭化ケイ素研磨粒子、炭化ホウ素研磨粒子、炭化チタン研磨粒子、ダイヤモンド研磨粒子、立体窒化ホウ素研磨粒子、ガーネット研磨粒子、溶融アルミナ-ジルコニア研磨粒子、焼結アルファアルミナベース（ゾルゲル誘導アルファアルミナベースを含む）研磨粒子等をはじめとする公知の研磨粒子を含んでいてもよい。好適な前駆体研磨粒子は、乾燥ペーサイトベース粒子およびその焼成したものについて繰り返し上述した研磨粒子を含んでいてもよい。

10

【0079】

前駆体接合材料は、結晶質セラミック酸化前駆体材料、例えば、アルミナ、アルミナ前駆体材料（例えば、ペーサイト、ペーサイトゾル（例えば、上述したもの））、その他焼結可能なセラミック材料および/またはその前駆体である、かつ/またはこれらを含んでいてもよい。前駆体接合材料は、水、有機溶媒、素練り促進剤、核形成材料、金属酸化物または金属酸化物改質剤、金属酸化物前駆体およびpH修正剤（例えば、酸（分散液に加えるものとして上述したようなもの）およびNH₄（OH））のうち一種以上を含んでいてもよい。

20

【0080】

より具体的には、例えば、本発明による凝集砥粒の実施形態はまた、例えば、硬化性バインダー前駆体材料、結晶質セラミックバインダー前駆体材料および複数の研磨粒子または前駆体研磨粒子のうち少なくとも一方を含む組成物を、粒子凝集物が合わさるように接触させ、凝集粒子を凝集砥粒に変換する方法によっても作成することができる（例えば、本出願と同日に出願された同時係属出願No. _____（代理人整理番号56088US002）を参照）。この方法の一実施形態には、複数の研磨粒子または前駆体研磨粒子のうち少なくとも一方、硬化性バインダー前駆体材料およびセラミックバインダー前駆体材料から前駆体凝集砥粒を形成することが含まれる。複数の研磨粒子または前駆体研磨粒子のうち少なくとも一方、硬化性バインダー前駆体材料およびセラミックバインダー前駆体材料を含む組成物を基材の少なくとも1つのオリフィスに通過させる。得られる凝集粒子（前駆体凝集砥粒）は基材から分離される。前駆体凝集砥粒は、本発明による凝集砥粒に変換される。一般に、前駆体凝集砥粒を変換するには、前駆体凝集砥粒に存在する硬化性バインダー前駆体材料を少なくとも部分的に硬化することが含まれる。

30

【0081】

本明細書において、「硬化性バインダー前駆体材料」という表現は、変形可能、または熱または圧力またはその両方により変形可能で、少なくとも部分的に硬化して、扱い易く収集可能な、例えば、前駆体凝集砥粒のような材料を提供する材料のことを指す。本明細書において、硬化性バインダー前駆体材料に関して、「少なくとも部分的に硬化した」という表現は、硬化性バインダー前駆体材料の「一部」または「全て」が扱い易く収集可能な程度まで硬化したことを意味する。「少なくとも部分的に硬化した」という表現は、硬化性バインダー前駆体の一部または全てが常に完全に硬化していることを意味するものではなく、少なくとも部分的に硬化させた後、扱い易く収集可能となるまで十分硬化していることを意味する。

40

【0082】

本明細書で用いる「取扱可能かつ収集可能」という表現は、形状の実質的な変化を実質的に起こさず、または受けない材料を指す。取扱可能かつ収集可能である前駆体凝集砥粒お

50

よび凝集砥粒は、本体を歪め、または変形する傾向のある応力にかけた場合は、完全のままである傾向がある。取扱可能かつ収集可能でない前駆体凝集砥粒および凝集砥粒は、本体を歪め、または変形する傾向のある応力にかけた場合は、完全のままでない傾向がある。

【0083】

本明細書で用いる「結晶質セラミック酸化バインダー前駆体材料」は微粒子添加剤を指し、これは、前駆体凝集砥粒中に存在する有機材料を焼き尽くすのに十分な温度に加熱すると、後に接合して研磨粒子を接合する剛性セラミック酸化物相を形成し、前駆体凝集砥粒を提供しうる。結晶質セラミック酸化バインダー前駆体材料は、結晶質または非結晶質のセラミック材料を含みうる。以下、「前駆体凝集砥粒」は、結晶質セラミック酸化バインダー前駆体材料が、取扱可能かつ収集可能である前駆体凝集砥粒を提供するのに十分にまだ接合されていない場合を含む。通常、この方法によって提供される前駆体凝集砥粒の少なくとも一部分は、1よりも大きいアスペクト比を有する。

10

【0084】

以下、「本質的に溶媒を含まない」は、10%未満の溶媒を含有する前駆体凝集砥粒を製造するために用いられる組成物を意味する。

【0085】

硬化性バインダー前駆体は放射線エネルギーまたは熱エネルギーによって硬化することができる。通常、放射線硬化性バインダー前駆体材料は、エポキシ樹脂、アクリルウレタン樹脂、アクリルエポキシ樹脂、エチレン性不飽和樹脂、少なくとも1つのペンダント不飽和カルボニル基を有するアミノプラスト樹脂、少なくとも1つのペンダントアクリレート基を有するイソシアヌレート誘導体、またはそれらの組合せの少なくとも1つを含む。他の有用な放射線硬化性バインダー前駆体材料としてビニルエーテルが挙げられる。

20

【0086】

エポキシ類はオキシラン環を有し、カチオンメカニズムによる開環によって重合化される。有用なエポキシ樹脂類としてモノマーエポキシ樹脂類およびポリマーエポキシ樹脂類が挙げられる。これらの樹脂類は、それらのバックボーンおよび置換基の性質の点で大きく異なることがある。例えば、バックボーンはエポキシ樹脂類と通常付随したいずれかの型でありうるとともに、それらの置換基は室温でオキシラン環と反応性である活性水素原子を含まないいずれかの基でありうる。エポキシ樹脂類の置換基の代表的な例として、ハロゲン類、エステル基、エーテル基、スルホン酸基、シロキサン基、ニトロ基、およびリン酸基が挙げられる。本発明において有用な一部のエポキシ樹脂類の例として、2,2-ビス[4-(2,3-エポキシプロポキシ)フェニル]プロパン(ビスフェノールAのジグリシジルエーテル)のほか、「EPON 828」、「EPON 1004」、および「EPON 1001F」の商品名でShell Chemical社(Houston, TX)より市販されている材料、「DER-331」、「DER-332」、および「DER-334」の商品名でDow Chemical社(Freeport, TX)より市販されている材料が挙げられる。他の適切なエポキシ樹脂類としてフェノールホルムアルデヒドノボラックのグリシジルエーテル(例えば、「DEN-431」および「DEN-428」の商品名でDow Chemical社より市販)が挙げられる。本発明において用いられるエポキシ樹脂類は、適切な光開始剤(類)の添加によるカチオンメカニズムによって重合しうる。これらの樹脂は、米国特許第4,318,766号(Smith)および同第4,751,138号(Tumeyら)にさらに記載されている。

30

40

【0087】

例示的なアクリルウレタン樹脂として、ヒドロキシ末端イソシアネート延伸ポリエステルまたはポリエーテルのジアクリレートエステルが挙げられる。市販のアクリルウレタン樹脂の例として、「UVITHANE 782」および「UVITHANE 783」の商品名でMorton Thiokol Chemical社(Moss Point, MS)より市販され、「CMD 6600」、「CMD 8400」、および「CMD 8805」の商品名でRadcure Specialties社(Pampa, TX)よ

50

り市販されているものが挙げられる。

【0088】

例示的なアクリルエポキシ樹脂として、ビスフェノールなどエポキシ樹脂のジアクリレートエステルなどエポキシ樹脂のジアクリレートエステルが挙げられる。市販のアクリルエポキシ樹脂の例として、「CMD 3500」、「CMD 3600」、および「CMD 3700」の商品名でRadcure Specialties社より市販されているものが挙げられる。

【0089】

例示的なエチレン性不飽和樹脂として、炭素、水素、および酸素、任意選択で窒素またはハロゲン類の原子を含有するモノマーおよびポリマー化合物が挙げられる。酸素原子、窒素原子、または両方は一般にエーテル基、エステル基、ウレタン基、アミド基、および尿素基に存在する。エチレン性不飽和樹脂は通常、約4,000未満の分子量を有し、1つの実施形態では脂肪族モノヒドロキシ基または脂肪族ポリヒドロキシ基から得られるエステルであり、他の有用なアクリレートの代表的な例としてメチルメタクリレート、エチルメタクリレート、エチレングリコールジアクリレート、エチレングリコールメタクリレート、ヘキサジオールジアクリレート、トリエチレングリコールジアクリレート、トリメチルプロパントリアクリレート、グリセロールトリアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレート、ペンタエリスリトールメタクリレート、およびペンタエリスリトールテトラアクリレートが挙げられる。他の有用なエチレン性不飽和樹脂として、モノアリルエステル、ポリアリルエステル、およびポリメチルアリルエステルのほか、フタル酸ジアリル、アジピン酸ジアリル、およびN,N-ジアリルアジパミドなどのカルボン酸のアミド類が挙げられる。さらに、他の有用なエチレン性不飽和樹脂としてスチレン、ジビニルベンゼン、およびビニルトルエンが挙げられる。他の有用な窒素含有エチレン性不飽和樹脂としてトリス(2-アクリロイル-オキシエチル)イソシアヌレート、1,3,5-トリ(2-メチアクリルオキシエチル)-s-トリアジン、アクリルアミド、メチルアクリルアミド、N-メチルアクリルアミド、N,N-ジメチルアクリルアミド、N-ビニルピロリドン、およびN-ビニルピペリドンが挙げられる。

10

20

【0090】

一部の有用なアミノプラスチック樹脂はモノマーまたはオリゴマーでありうる。通常、アミノプラスチック樹脂は分子当たり少なくとも1つのペンダント、-不飽和カルボニル基を有する。これらの、-不飽和カルボニル基はアクリレート基、メタクリレート基、またはアクリルアミド基でありうる。このような樹脂の例としてN-ヒドロキシメチル-アクリルアミド、N,N'-オキシジメチレンビスアクリルアミド、オルトおよびパラアクリルアミドメチル化フェノール、アクリルアミドメチル化フェノールノボラック、およびそれらの組合せが挙げられる。これらの材料はさらに米国特許第4,903,440号(Kirkら)および同第5,236,472号(Kirkら)に記載されている。

30

【0091】

少なくとも1つのペンダントアクリレート基を有する有用なイソシアヌレート誘導体および少なくとも1つのペンダントアクリレート基を有するイソシアン酸誘導体は、さらに米国特許第4,652,274号(Boettcher)に記載されている。このようなイソシアヌレート材料の1つが、トリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアヌレートのトリアクリレートである。

40

【0092】

本発明に適したビニルエーテルの例として、「VE 4010」、「VE 4015」、「VE 2010」、「VE 2020」、および「VE 4020」の商品名でAllied Signal社(Morristown, NJ)より市販されているビニルエーテル官能化ウレタンオリゴマーが挙げられる。

【0093】

任意選択で、複数の少なくとも1つの研磨粒子または前駆体研磨粒子、硬化性バインダー前駆体材料、およびセラミックバインダー前駆体材料の組成物はさらに、光開始剤、熱開

50

始剤、およびそれらの組合せからなる群から選択される開始剤を含む。本明細書で用いる熱開始剤は、少なくとも部分的に硬化する工程において熱エネルギーを用いる際に用いることができ、光開始剤は少なくとも部分的に硬化する工程において紫外線および/または可視光線を用いる際に用いることができる。開始剤の要件は、少なくとも部分的に硬化する工程において用いられる硬化性バインダー前駆体の型および/またはエネルギーの型(例えば、電子ビームまたは紫外線)によって変動しうる。例えば、フェノール系硬化性バインダー前駆体は通常、少なくとも熱硬化される際には開始剤の添加を必要としない。しかし、アクリル酸塩系硬化性バインダー前駆体は通常、少なくとも熱硬化される際には開始剤の添加を必要とする。別の例として、開始剤は通常、少なくとも部分的に硬化する工程中に電子ビームが用いられる際に必要とされない。しかし、紫外線または可視光線が利用される場合は、光開始剤が通常、組成物に包含される。 10

【0094】

熱エネルギーにさらされると、熱開始剤が遊離基源を発生する。次いで遊離基源は硬化性バインダー前駆体の重合を開始する。例示的な熱開始剤として有機過酸化物(例えば、ベンゾイルパーオキサイド)、アゾ化合物、キノン類、ニトロソ化合物、アシルハロゲン化合物、ヒドラゾン類、メルカプト化合物、ピリリウム化合物、イミダゾール類、クロロトリアジン類、ベンゾイン、ベンゾインアルキルエーテル類、ジケトン類、フェノン類、およびそれらの混合物が挙げられる。本発明における熱開始剤として適したアゾ化合物は、「VAZO 52」、「VAZO 64」、および「VAZO 67」の商品名でE. I. du Pont de Nemours and Co. (Wilmington, DE)より入手することができる。 20

【0095】

紫外線または可視光線にさらされると、光開始剤は遊離基源またはカチオン源を発生する。次いで、この遊離基源またはカチオン源は硬化性バインダー前駆体の重合を開始する。

【0096】

紫外線にさらされると遊離基源を発生する例示的な光開始剤として、有機過酸化物(例えば、ベンジルパーオキサイド)、アゾ化合物、キノン類、ベンゾフェノン類、ニトロソ化合物、アシルハロゲン化合物、ヒドラゾン類、メルカプト化合物、ピリリウム化合物、トリアクリルイミダゾール類、ビスイミダゾール類、クロロトリアジン類、ベンゾイン、ベンゾインエーテル類、ベンジルケタール類、チオキサントン類、およびアセトフェノン誘導体、およびそれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。可視光線にさらされると遊離基源を発生する光開始剤の例は、例えば、米国特許第4,735,632号(Oxmanら)にさらに記載されている。 30

【0097】

カチオン光開始剤は酸源を発生してエポキシ樹脂またはウレタンの重合を開始する。例示的なカチオン光開始剤として、金属またはメタロイドのオニウムカチオンおよびハロゲン含有錯体アニオンを有する塩が挙げられる。他の有用なカチオン光開始剤として、金属またはメタロイドの有機金属錯体カチオンおよびハロゲン含有錯体を有する塩が挙げられる。これらの光開始剤は、米国特許第4,751,138号(Tumeyら)にさらに記載されている。別の例は、米国特許第4,985,340号(Palazzoら)に記載されている有機金属塩およびオニウム塩である。さらに他のカチオン光開始剤として、金属が周期群IVB、VB、VIB、VII B、およびVIIIBの元素から選択される有機金属錯体のイオン性塩が挙げられる。これらの光開始剤は、米国特許第5,089,536号(Palazzo)に記載されている。 40

【0098】

本発明に適した紫外線活性化光活性剤は、「IRGACURE 651」、「IRGACURE 184」、「IRGACURE 369」、および「IRGACURE 819」の商品名でCiba Geigy Company (Winterville, MS)より、「Lucirin TPO-L」の商品名でBASF社(Livingston, NJ)より、および「DAROCUR 1173」の商品名でMerck & Co. (50

R a h w a y、N J)より入手することができる。1つの実施形態において、開始剤(光開始剤、熱開始剤、またはそれらの組合せのいずれか)の総量は、硬化性バインダー前駆体の0.1~10重量パーセントの範囲であり;別の実施形態では、硬化性バインダー前駆体の約1~約5重量パーセントでありうる。光開始剤と熱開始剤の両方が用いられる場合は、熱開始剤に対する光開始剤の比は約3.5:1~約1:1である。

【0099】

別の態様において、少なくとも部分的に硬化する工程において紫外線または可視光線が用いられる場合は、組成物は光増感剤も包含しうる。光増感剤は、開始剤またはモノマーが遊離基を形成する波長を拡大する。例示的な光増感剤として、カルボニル基または3級アミノ基およびそれらの混合物を有する化合物が挙げられる。カルボニル基を有する化合物の有用な例は、ベンゾフェノン、アセトフェノン、ベンジル、ベンズアルデヒド、o-クロロベンズアルデヒド、キサントン、チオキサントン、9,10-アントラキノン、および他の芳香族ケトン類である。1つの実施形態において、組成物中の光増感剤の量は硬化性バインダー前駆体の約0.01~10重量%の範囲でありうる。別の実施形態では、組成物中の光増感剤の量は硬化性バインダー前駆体の約0.25~4重量%の範囲でありうる。

10

【0100】

通常、硬化性組成物には組成物の加工特性を修正(例えば、粘度等を変更)する修正添加剤が含まれる。修正添加剤の有用な例としてカップリング剤、湿潤剤、流動剤、界面活性剤、およびそれらの組合せが挙げられる。多くの添加剤は加熱工程中に分解する傾向がある。

20

【0101】

カップリング剤は固体面(例えば、研磨粒子)と硬化性バインダー前駆体との接着を増強する傾向がある。本発明に適したカップリング剤の有用な例として有機シラン類、ジルコアルミネート類、およびチタネート類が挙げられる。研磨粒子は、その表面上にシランカップリング剤などのカップリング剤も含有しうる。

【0102】

湿潤剤、または界面活性剤は、加工中に組成物の流体力学を制御する傾向がある。一般に、どのような型の湿潤剤(すなわちアニオン、カチオン、非イオン、両性イオン、双性イオン等)でも組成物中に使用することができる。有用な湿潤剤の例として、Chemie America Interstab Chemicals社(New Brunswick, NJ)より「INTERWET 33」の商品名;3M社(St. Paul, MN)より「FLUORADR」の商品名、およびRohm Haas社(Philadelphia, PA)より「AEROSOL OT」の商品名でそれぞれ入手可能なものが挙げられる。

30

【0103】

流動剤は加工中に粉末の「固化」を予防する傾向がある。例えば、本発明において形成工程中の固化からセラミックバインダー前駆体を防ぐ流動剤を用いることができる。有用な流動剤の例としてエチレンオキシドおよび不飽和脂肪酸類の濃縮物が挙げられる。

【0104】

本発明の1つの実施形態では、オリフィスの中に組成物を通過させることによって組成物がセラミック凝集前駆体粒子に形成される。例えば、図12は本発明による例示的な凝集砥粒180を示す。凝集砥粒180は、結晶質セラミック酸化接合材料182によって被覆され、その中に埋め込まれた複数の研磨粒子184を含む。任意選択で、凝集砥粒の外面に到達可能であり、液体透過を可能にすることに適した結晶質セラミック酸化接合材料182を欠く空所186が存在しうる。このような液体透過により凝集砥粒が「表面接合多孔度」を有することが可能である。1つの実施形態では、凝集砥粒は1よりも大きく、一般的には約1ないし約30の範囲のアスペクト比を有する。凝集砥粒に関して本明細書で用いる「アスペクト比」という表現は、凝集砥粒の最短の寸法Wによって割られた凝集砥粒の最大の寸法Lである。別の実施形態では、凝集砥粒は約1ないし約10の範囲のア

40

50

スペクト比を有する。また別の実施形態では、凝集砥粒は約1ないし約3の範囲のアスペクト比を有する。

【0105】

別の態様では、本発明による凝集砥粒は異なるサイズ（例えば、径が異なる凝集砥粒）を有しうる。例えば、1つの実施形態では、円形のオリフィスを有する基材を通過する組成物が、オリフィスとおよそ同一径のほぼ円形の断面を有する凝集砥粒を形成する傾向がある。一部の実施形態では、その結果得られる凝集砥粒は、約25マイクロメートル（1mil）ないし約12,700マイクロメートル（500mils）の範囲の径を有しうる。別の実施形態では、例えば凝集砥粒は直径約381マイクロメートル（15mils）ないし約6350マイクロメートル（250mils）の径を有しうる。

10

【0106】

別の態様では、本発明による凝集砥粒は、上述したように、指定軸に沿って測定された「実質的に均一な」（すなわち寸法が約20パーセント以下、一般的には約10パーセント以下）断面形状を有することを含む方法によって形成されうる。

【0107】

別の態様では、本発明によるセラミック凝集砥粒は異なる形状を有しうる。例えば、凝集砥粒は、ほぼ円形または多角形（例えば正方形、三角形、等）である断面形状を有しうる。1よりも大きいアスペクト比を有する凝集砥粒は通常、棒状である。別の実施形態では、凝集砥粒はランダムな形状を有するように粉碎される。

【0108】

オリフィスの中に組成物を通過する方法のための例示的な基材は、基材を破裂させることなくオリフィスの中に組成物を通過させるのに十分な強度を有する1つまたは複数のオリフィスを有する材料でありうる。一般に、基材として、例えば、細目篩（例えば、米国特許第5,090,968号（Pellow）に記載）、フィルムダイ、スピナレットダイ、篩い目ウェブ（例えば、米国特許第4,393,021号（Eisenbergら）に記載）または篩（例えば、米国特許第4,773,599号（Lynchら）に記載）が挙げられる。本発明の1つの実施形態では、基材として、約25マイクロメートル（1mil）ないし約12,700マイクロメートル（500mils）の範囲の円形オリフィスを有する円錐形の篩が挙げられる。別の実施形態では、基材として、直径約381マイクロメートル（15mils）ないし約6350マイクロメートル（250mils）の範囲の円形オリフィスを有する円錐形オリフィスが挙げられる。

20

30

【0109】

図13の形成装置118は、例えば、押出機、製粉/粒度減少機、ペレタイザー（pelletizer）、またはパンアグロメレータなどの材料形成装置でありうる。図14は、「QUADRO COMIL」の商品名でY-Tron Quadro（U.K.）有限会社（英国、Chesham）より入手可能である粒度減少機である好ましい形成装置140を示す。形成装置140は回転自在軸144に取り付けられた羽根車143を有する。軸144および羽根車143は、入力部148および出力部150を有するチャンネル146に配置されている。羽根車143は、羽根車143の外縁145と篩156の先細開口壁158との間に裂け目152が存在するように形成されて取り付けられ、羽根車143が軸144の周りを回転すると裂け目152は実質的に一定である。

40

【0110】

一般に、羽根車143の断面形状は、例えば、円形、扁平、または角形扁平でありうる。通常、本発明において用いられる羽根車143の形状は円形である。1つの実施形態では、羽根車143の形状は矢じり状である。

【0111】

裂け目152の幅は、例えば、25マイクロメートル（1mil）ないし5080マイクロメートル（200mils）の範囲でありうる。通常、裂け目152の幅は127マイクロメートル（5mils）ないし1270マイクロメートル（50mils）である。

【0112】

50

セラミック凝集前駆体粒子の形成を最適化する調節羽根車43の回転速度は、当業者には容易に明らかになる。通常、羽根車43の回転速度は50~3500rpmである。

【0113】

チャンネル146は、入力部148から出力部150へ通過する材料が篩156を通過するように篩156を保持するように形成され、配置された支持部154も含有する。篩156は、截頭円錐状に形成される先細開口壁158を有するように形成され、篩156の広い端160が開放しており、狭い端162が少なくとも部分的に閉鎖している。ほとんどの用途では、狭い端162が完全に閉鎖されていることが望ましい。篩156は形成されたオリフィス164を有する。

【0114】

図15に示したように、篩オリフィス164は、曲線状、円形、または、例えば、三角形、正方形、および六角形を含めて多角形でありうる。通常、本発明において用いられる篩オリフィス164の形状は円形または正方形である。篩オリフィス164の好ましい形状は、円形、または径すなわち直径381マイクロメートル(15mil)ないし6350マイクロメートル(250mil)のサイズ範囲の円形である。

【0115】

図14から容易に確認できるように、軸144の端166はチャンネル146から突出している。軸144の端166には電源(図示せず)を容易に付着し、軸144および付着羽根車143を篩156に対して回転させることができる。通常、電源は変速電気モータである。しかし、電源は従来型であり、多くの他の電源は装置140の操作に適したものとなる。

【0116】

別の態様では、本発明による凝集砥粒を製造する実施形態は、前駆体凝集砥粒に存在する少なくとも部分的に硬化する硬化性バインダー前駆体材料を含む。1つの実施形態では、例えば図13に示されているように、前駆体凝集砥粒は、それらが硬化ゾーン124を通じた重力によって落下すると少なくとも部分的に硬化する。図13に示されているように、少なくとも部分的な硬化は、容器130内に収集されうる取扱可能かつ収集可能な前駆体凝集砥粒128を提供しうる。

【0117】

セラミック凝集前駆体粒子の少なくとも部分的な硬化は、エネルギー源126によって引き起こしうる。例示的なエネルギー源126として熱および放射線エネルギーが挙げられる。通常、放射線エネルギー源が用いられる。例示的な放射線エネルギー源は電子ビーム、紫外線、可視光線、マイクロ波、レーザー光、およびそれらの組合せである。

【0118】

1つの実施形態では、放射線エネルギー源126として紫外線が用いられ、反射鏡125が硬化ゾーン124で用いられ、前駆体凝集砥粒に伝導されるエネルギーを増強するようにして紫外線波を反射する。紫外線放射線は、約4~約400ナノメートル、好ましくは約250~約400ナノメートルの範囲内の波長を有する非微粒子放射線を指す。1つの実施形態では、少なくとも部分的な放射線硬化に用いられる装置が、「DRE 410 Q」の商品名でFusion UV Systems株式会社(Gaithersburg, MD)より入手可能なものなどである。1つの実施形態では、「DRE 410 Q」放射線装置には、例えば、「高」出力に設定された2個の600w「d」融合光が備え付けられている。

【0119】

可視放射線は、約400~約800ナノメートルの範囲内の波長を有する非微粒子放射線を指す。1つの実施形態では、約400~約550ナノメートルの範囲内の波長を有する非粒子性放射線が用いられる。

【0120】

他の実施形態では、熱エネルギー源を用いることができる。利用しうる例示的な熱エネルギー源として電気または燃焼熱源が挙げられる。別の実施形態では、熱エネルギー源とし

10

20

30

40

50

て赤外線を用いることができる。

【0121】

硬化性バインダー前駆体材料を少なくとも部分的に硬化し、取扱可能かつ収集可能な前駆体凝集砥粒を提供するために必要な放射線エネルギーの量は、例えば、硬化性バインダー前駆体材料の型、結晶質セラミック酸化接合前駆体材料の型、硬化ゾーンにおける滞留時間、前駆体凝集砥粒および/または研磨粒子の型、および、もしあれば、最適な修正添加剤の型などの因子に依存しうる。

【0122】

任意選択で、前駆体凝集砥粒は、熱エネルギー、放射線エネルギー、またはそれらの組合せを用いてさらに少なくとも部分的に硬化されうる。さらに少なくとも部分的な硬化は、例えば、取扱いおよび収集用に剛性の増大など異なる特性を有する前駆体凝集砥粒を提供しうる。通常、取扱可能かつ収集可能である前駆体凝集砥粒は、方法の工程によって凝集性の前駆体凝集砥粒であり続ける傾向がある。通常、取扱可能かつ収集可能でない前駆体凝集砥粒は、それらが方法工程中の時点で物理的に移動した場合は分離する傾向がある。

【0123】

1つの実施形態では、加熱は以下の2つの工程の燃焼工程を含む。燃焼工程の2つの工程は通常、時間を隔てて行われるが、1つの燃焼炉サイクルで同時に連続的に完了することも可能である。1つの実施形態では、第1の(すなわち焼成)工程は、室温ないし約500 ~ 約650 の範囲の最終温度で緩徐な速度、通常、毎分2 で前駆体凝集砥粒を加熱すること、および、例えば、アクリレート樹脂などの硬化および/または非硬化材料を除去し、十分に接合する結晶質セラミック酸化前駆体材料をもたらし取扱い可能かつ収集可能な前駆体凝集砥粒を提供するために、約1時間ないし約4時間、最終温度に前駆体凝集砥粒をさらすことを含む。通常、第1の工程中の加熱が進行すると、前駆体凝集砥粒の破砕強度は最小限に低下する。この最小限は通常、硬化および/または非硬化材料の熱分解が前駆体凝集砥粒中に空間的空隙を残すため硬化および/または非硬化材料の完全な熱分解時に生じ、結晶質セラミックバインダー前駆体材料は通常、取扱可能かつ収集可能な前駆体凝集砥粒を提供するには十分に接合していない。しかし、加熱が最終温度に向かって継続すると、結晶質セラミックバインダー前駆体材料は通常、十分に接合するように開始し、凝集砥粒の破砕強度を増大させ、取扱可能かつ収集可能な凝集砥粒を提供する。材料は通常、完全な熱分解時には取扱可能かつ収集可能ではないため、材料が完全であり続けるように材料へ応力を最小限にする第1の工程中に静止層が通常、用いられる。第1の工程における静止層焼きに適した燃焼炉の例としてシャトルキルン、ローラハースキルン、プッシュプレートキルン、およびベルトファーネスキルンが挙げられる。1つの実施形態では、第1の工程中の前駆体凝集砥粒を例えば毎分2 で加熱する緩徐な速度が、硬化および/または非硬化材料の熱分解の速度を制御する。通常、比較的速い加熱速度は、硬化および/または非硬化材料を前駆体凝集砥粒が最も破壊されやすい速度で気体(類)に分解させる傾向がある。通常、第1の加熱工程は、例えば、アクリレート樹脂などの硬化および/または非硬化材料の完全な熱分解における補助となる酸化雰囲気(例えば、空気)中で行われる焼成である。加熱の時間、温度、速度、雰囲気、等は通常、前駆体凝集砥粒から有機材料を除去するように選択される。第2の加熱工程中の有機材料の存在は一般に望ましくないが、それは有機材料が加熱中に熱分解し、結果として気体(類)の放出をきたし、接合材料の破損にもつながりうるためである。

【0124】

通常、第2の燃焼工程では、焼成前駆体凝集砥粒が所望の加熱速度で約650 ~ 1500 の範囲の最終温度に加熱される。通常、焼成前駆体凝集砥粒粒子は、結晶質セラミック酸化接合前駆体材料の部分的または完全な緻密化を引き起こすために、1時間ないし4時間、最終温度にさらされる。本発明において使用する「緻密化」は、粒子密度の増大した(すなわち単位粒子質量当たりの粒子量が減少した)前駆体凝集砥粒を提供するために、凝集砥粒内の空間の部分的または完全な除去を意味する。一実施形態では、第2の燃焼工程中の加熱は静止層または非静止層において起こりうるが、それは本体を歪ませ、ま

10

20

30

40

50

たは変形する傾向のある応力にかけた場合、焼成前駆体凝集砥粒粒子は取扱可能かつ収集可能であり、完全であり続けるためである。

【0125】

通常、少なくとも部分的に硬化した前駆体凝集砥粒は少なくとも部分的に金属酸化物微粒子で被覆され、それらを加熱中の互いの固着から防ぐ。燃烧工程が時間を隔てて行われる場合は、前駆体凝集砥粒は通常、予備燃烧後、ただし第2の燃烧工程前に金属酸化物微粒子で被覆される。1つの実施形態では、前駆体凝集砥粒を少なくとも部分的に被覆するために用いられる金属酸化物微粒子の量は、前駆体凝集砥粒の約5重量%~10重量%である。1つの実施形態では、金属酸化物微粒子として含水アルミナが挙げられる。

【0126】

別の実施形態では、本発明による方法は、それぞれ少なくとも部分的な硬化および/または加熱後の前駆体凝集砥粒および/または凝集砥粒の平均サイズを縮小することを含む。通常、凝集砥粒の平均サイズの縮小は、製粉、粉碎、または混転の少なくとも1つを用いて行われる。1つの実施形態では、図14に示した装置140を用いて、前駆体凝集砥粒および/または凝集砥粒の平均サイズを縮小することができる。

【0127】

乾燥または焼成材料(焼成前駆体磨耗粒子および/または焼成接合材料を含めて)に金属酸化物修正源(通常、金属酸化物前駆体)含浸させることも本発明の範囲内である。これらの金属酸化物前駆体および金属塩類は、分散に関して上述されている。

【0128】

焼成材料を含浸する方法は、例えば、米国特許第5,164,348号(Wood)に一般に記載されている。一般に、前駆体凝集材料(乾燥材料または焼成材料)は多孔性である。例えば、焼成ペーサイトベース凝集材料は通常、その中で外面から延びる直径約2~15ナノメートルの細孔を有する。このような細孔の存在は、液状媒体(通常、水)および適切な金属前駆体を含む混合物を含む含浸組成物が前駆体材料に入ることを可能にする。金属塩材料は液体中で溶解し、その結果得られる溶液は多孔性物質と混合される。含浸工程は、毛細管現象によって起こると考えられる。

【0129】

組成物の含浸に用いられる液体は水(脱イオン化水を含めて)、有機溶媒、およびそれらの混合物であることが好ましい。金属塩の含浸が望ましい場合は、液状媒体中の金属塩の濃度は通常、理論的金属酸化物基準で、約5%ないし約40%の溶解固体の範囲である。多孔性材料100グラムの含浸を達成するために少なくとも50mlの溶液が添加されることが好ましく、少なくとも約60mlの溶液が多孔質性材料100グラムに添加されることがより好ましい。

【0130】

含浸後、その結果得られる含浸材料は通常、焼結前に揮発成分を除去するために焼成される。この焼成工程の条件は上述されている。

【0131】

前駆体凝集砥粒を形成し、任意選択で焼成した後、焼結して結晶質接合材料および研磨粒子を得る。一般に、遷移アルミナ(類)をアルミナに変換するのに有効な温度で加熱することを含む前駆体材料を焼結し、金属酸化物前駆体のすべてをアルミナと反応させるか、または金属酸化物を形成させ、およびセラミック材料の密度を増大させる方法は、当技術分野において周知である。前駆体材料は、バッチ的に、または連続的に加熱すること(例えば、電気抵抗、マイクロ波、プラズマ、レーザー、またはガス燃烧)によって焼結しうる。焼結温度は通常、約1200ないし約1650であり;一般的には約1200ないし約1500であり;より一般的には1400未満である。前駆体材料を焼結温度にさらす時間の長さは、例えば、粒度、焼結可能材料の組成物(すなわち研磨粒子前駆体および/または接合材料)、および焼結温度に依存する。通常、焼結時間は数秒ないし約60分(好ましくは、約3~30分以内)である。焼結は通常、酸化雰囲気中で行われるが、不活性または還元雰囲気も有用でありうる。

10

20

30

40

50

【0132】

本発明の一部の所望の実施形態では、凝集砥粒は焼結 アルミナ系研磨粒子および接合材料を含み、その両方が理論的酸化物基準で少なくとも85%（好ましくは、少なくとも90%、より好ましくは、少なくとも95%）の密度を有し、理論的酸化物基準で少なくとも60重量%の Al_2O_3 を含み、アルミナ総量の少なくとも50重量%が、それぞれ、研磨粒子または接合材料の総金属酸化物に基づき、アルミナとして存在する。しかし、凝集砥粒そのものは、図5（上）および図6（下）に示され、説明されているような多孔性構造を有する。本発明による凝集砥粒は通常、優先度の小さい順に、少なくとも10%、15%、または20%の多孔度を有する。多孔度は、優先度の低い順に、約15%ないし約60%、約20%ないし約50%、または約30%ないし約45%であることが好ましい。

【0133】

通常、本発明による焼結結晶質 アルミナ系研磨粒子、および結晶質接合材料または凝集砥粒は、理論的金属酸化物基準で、焼結結晶質 アルミナ系研磨粒子、結晶質セラミック接合材料、および/または凝集砥粒それぞれの総金属酸化物含量に基づく約55~約99重量パーセント（好ましくは、約65~約95重量パーセント；より好ましくは、約70~約95重量パーセント；さらにより好ましくは、約80~94重量パーセント）の Al_2O_3 を含む。さらに一部の焼結結晶質 アルミナ系研磨粒子、結晶質セラミック接合材料、または凝集砥粒はそれぞれ、理論的金属酸化物基準で、焼結結晶質 アルミナ系研磨粒子、結晶質セラミック接合材料、および/または凝集砥粒それぞれの総金属酸化物含量に基づく約0.1~約1.0（好ましくは、約0.5~約1.0重量パーセント；より好ましくは、約0.75~約5；さらにより好ましくは、約1~約3重量パーセント）の造核剤を含むことが好ましい。

【0134】

本発明による一部の好ましい焼結結晶質 アルミナ系研磨粒子、および結晶質セラミック接合材料または凝集砥粒は、焼結結晶質 アルミナ系研磨粒子、（焼結）結晶質セラミック接合材料、または凝集砥粒それぞれの総金属酸化物含量に基づく約0.75~約5（より好ましくは、約1~約3）重量パーセントの Y_2O_3 、約0.75~約5（より好ましくは、約1~約3）重量パーセントの La_2O_3 、0.1~約1.5（より好ましくは、約0.5~約1.0）重量パーセントの MgO 、および約70~約98.4（より好ましくは、約80~約98、約85~約97、または約90~約95）重量パーセントの Al_2O_3 を含む。

【0135】

本発明による一部の好ましい焼結結晶質 アルミナ系研磨粒子、および結晶質セラミック接合材料または凝集砥粒は、焼結結晶質 アルミナ系研磨粒子、（焼結）結晶質セラミック接合材料、または凝集砥粒それぞれの総金属酸化物含量に基づく0~約1.5（より好ましくは、約1~約1.0）重量パーセントの ZrO_2 、0~約1.5（より好ましくは、約1~約1.0、さらにより好ましくは、約2~約5）重量パーセントの MgO 、約0.1~約1.0（より好ましくは、約0.1~約5、さらにより好ましくは、約0.5~約3）重量パーセントの造核剤（例えば、 Fe_2O_3 または Al_2O_3 ）、0~約5（より好ましくは、約0.1~約3、さらにより好ましくは、約0.5~約2）重量パーセントの SiO_2 、および約70~約99（より好ましくは、約80~約98、約85~約97、または約90（より好ましくは、約80~約98、約85~約97、または約90~約95）重量パーセントの Al_2O_3 を含む。

【0136】

本発明による一部の好ましい焼結結晶質 アルミナ系研磨粒子、および結晶質セラミック接合材料または凝集砥粒は、焼結結晶質 アルミナ系研磨粒子、（焼結）結晶質セラミック接合材料、または凝集砥粒それぞれの総金属酸化物含量に基づく約0.8~約2（より好ましくは、約1.2~約1.6）重量パーセントの Y_2O_3 、約0.8~約2（より好ましくは、約1.2~約1.6）重量パーセントの La_2O_3 、約0.8~約2（より好

ましくは、約 1.2 ~ 約 1.6) 重量パーセントの Nd_2O_3 、約 0.8 ~ 約 2 (より好ましくは、約 1.2 ~ 約 1.6) 重量パーセントの MgO 、および約 96.8 ~ 約 92 重量パーセントの Al_2O_3 を含む。

【0137】

一般に、好ましい研磨粒子は約 100 ~ 約 5000 マイクロメートル (通常、約 100 ~ 約 3000 マイクロメートル) の長さを有するが、他のサイズも有用であり、一定の応用例に好ましくもありうる。別の態様では、好ましい研磨粒子は通常、少なくとも 1.2 : 1、または 1.5 : 1、場合によっては少なくとも 2 : 1、あるいは少なくとも 2.5 : 1 のアスペクト比を有する。

【0138】

通常、例えば焼結結晶質 アルミナ系研磨粒子では、結晶質セラミック金属酸化接合材料の組成および微細構造は、焼結結晶質 アルミナ系研磨粒子と同一または実質的に同一でありうる。しかし、結晶質セラミック金属酸化接合材料および焼結結晶質 アルミナ系研磨粒子の組成および/または微細構造は異なっておりよい。例えば、凝集粒子 (例えば、凝集乾燥ペーマイト系粒子) の形成において用いられる液体は、使用時に焼結結晶質 アルミナ系研磨粒子のものと異なる組成および/または微細構造を有する、その結果得られる結晶質セラミック接合材料を提供する金属酸化物微粒子および/またはその前駆体を含みうる。さらに、例えば、前駆体研磨粒子 (例えば、乾燥ペーマイト系粒子) 中に存在する金属酸化物前駆体の移動も、焼結結晶質 アルミナ系研磨粒子と結晶質セラミック酸化接合材料との間の組成および/または微細構造の違いを引き起こしうる。複数の組成および/または微細構造の結晶質 アルミナ系研磨粒子、および/または溶融アルミニウム酸化物 (白色溶融アルミナ、熱処理アルミニウム酸化物、および褐色アルミニウム酸化物を含めて)、炭化ケイ素、炭化ホウ素、炭化チタン、ダイヤモンド、立体窒化ホウ素、ガーネット、および溶融アルミナ-ジルコニア研磨粒子などの研磨粒子の型の結晶質 アルミナ系研磨粒子を含むことも研磨粒子に対する本発明の範囲内である。例えば、凝集は前駆体研磨粒子 (例えば、乾燥ペーマイト系粒子) および/または乾燥ペーマイト系粒子の組成物と組み合わせた他の研磨粒子 (例えば、溶融アルミナ等、または焼結 アルミナ粒子) の 2 つまたはそれ以上の異なる組成物を用いて形成することができる。

【0139】

結晶質セラミック酸化接合材料の結晶化度は、周知の方法または手順を用いた粉末 X 線回折を用いて測定することができる。例えば、X 線粉末回折データは、銅 K 放射線、および散乱放射線の比例デテクタレジストリを用いた Philips 垂直反射ジオメトリー回折計 (Philips Analytical 社 (Philips Electronics North America 部門)、Natick MA) を使用して収集することができる。この手順では、回折計には可変入口用スリット、固定出口用スリット、およびグラフィット回折ビームモノクロメータが備えられている。ステップスキャンは、0.04 度のステップサイズおよび 4 秒の滞留時間を用いた 5 ~ 80 度 (2 θ) の散乱角度範囲内で行われる。発生器の設定値は 45 kV および 35 mA である。その結果得られるデータの解析は、「PHILIPS PC-APD」の商品名で Philips Analytical 社より入手されるソフトウェアを用いて行われる。

【0140】

結晶質相は確認される回折ピークに基づき識別され、ICDD 粉末回折データベース (国際回折データセンター (ICDD)、Newtown Square、PA) 内に含まれる回折パターンの使用によって補助される。結晶質相の量は、バックグラウンド強度除去後に確認される相対ピーク強度の比較によって推計される。

【0141】

本発明による凝集砥粒の一部の実施形態は、略球形の形状を有するが、例えば、ランダムな形状であってもよく、またはそれらと関連した所定の形状を有してもよい。形状は、例えば、ブロック、円柱、ピラミッド、棒、コイン、正方形、等であってもよい。様々な形状の凝集砥粒を製造する方法として、金型で凝集砥粒前駆体を形成すること、もしくは 1 つ

10

20

30

40

50

または複数のオリフィスを有する基材、例えば、篩、細目篩に凝集砥粒前駆体スラリーを押し込むことを含む。凝集砥粒は、例えば、比較的大きな部分の凝集研磨粒子を小さな部分に粉碎することによっても製造することができる。

【0142】

本発明による凝集砥粒は通常、約20～約10,000マイクロメートル、より一般的には約20～約5000マイクロメートル、好ましくは、約100マイクロメートル～約2500マイクロメートル、より好ましくは、約250マイクロメートル～約1500マイクロメートルの粒度を有する。

【0143】

本発明による研磨前駆体粒子（例えば、乾燥前駆体研磨粒子）乾燥前駆体凝集砥粒、および焼成前駆体凝集砥粒のほか、凝集砥粒は、当技術分野で周知の方法を用いて篩い分けして等級付けすることができる。例えば、乾燥粒子は通常、前駆体凝集砥粒を形成する前に所望のサイズに篩い分けされる。

10

【0144】

通常、篩い分けと等級付けは、公知の方法およびANSI（米国規格協会）、FEPA（欧州研磨製品製造業者連盟）、またはJIS（日本工業規格）等級砥粒の基準を用いて行われる。ANSI等級の例は、ANSI 24、ANSI 36、ANSI 40、ANSI 50、ANSI 60、およびANSI 80である。FEPA等級の例は、P8、P12、P16、P24、P36、P40、P54、P60、P80、P100、およびP120である。JIS等級の例は、JIS JIS8、JIS12、JIS16、JIS24、JIS36、JIS40、JIS54、JIS60、JIS80、JIS100、およびJIS120である。本発明による凝集砥粒は、このような「等級をつけた」研磨粒子を用いて製造することができる。あるいは、例えば、本発明による凝集砥粒は、さらに狭い分布の粒度を用いて製造することができる。

20

【0145】

本発明による凝集砥粒は、少なくとも2つの異なる等級の研磨粒子（すなわち第1の大きい等級、および第2の小さい等級）を含むことが望ましいといえる。等級付けされた研磨粒子試料の1つのサイズの大きさはメジアン粒度または D_{50} である。本明細書で用いる研磨粒子試料に対する「メジアン粒度」または「 D_{50} 」は、試料体積の50%がメジアン体積粒度よりも小さい研磨粒子を含む研磨粒度（通常、直径で指定）と等しい。本明細書で用いる「メジアン粒度比」または「 D_{50} 比」は、凝集砥粒中の小さい等級の研磨粒子のメジアン粒度で割った凝集砥粒中の大きい等級の研磨粒子のメジアン粒度を指す。例えば、それぞれ100マイクロメートルおよび50マイクロメートルのメジアン粒度を有する第1および第2の研磨粒子等級を含む本発明による凝集砥粒のメジアン粒度比または D_{50} は2と等しい。本発明による凝集砥粒では、メジアン粒度比は約2以上であることが好ましく、より好ましくは約3以上であり、最も好ましくは約5以上であり、特に最も好ましくは約7以上である。研磨物品中に2つ以上の研磨粒子等級を有することも本発明の範囲内である。例えば、研磨粒度分布は3つの異なる等級の研磨粒子を含有しうる。

30

【0146】

本発明による凝集砥粒の一部の実施形態では、少なくとも2つの異なる等級の研磨粒子の混合により少なくとも2つのガウス状、またはベル状の曲線を有する研磨粒度の分布が生じる。この分布は、粒度分布を測定し、x軸に沿ってプロットした粒度を有するグラフ、およびy軸に沿ってプロットした所定の粒度を有する粒子の総数として表示すると明らかである。2つの異なる等級の研磨粒子に関する追加の詳細については、例えば、米国特許第5,942,015号（Cullerら）を参照。

40

【0147】

2つの等級の研磨粒子に対するメジアン粒度比は好ましくは約2以上であるが、これは各等級で同一サイズの研磨粒子を有することを排除するものではないことに留意すべきである。各研磨粒子の等級は研磨粒度の分布を含むため、分布の重複は排除されていない。例えば、30マイクロメートルの D_{50} を有する研磨等級および60マイクロメートルのD

50

D_{50} を有する研磨等級は、両方とも 45 マイクロメートルのサイズを有する研磨粒子を含有しうる。 D_{50} 比が増大すると、両方の等級に共通した粒度の範囲は減少する。

【0148】

通常、2つの等級の研磨粒子を含有する本発明による凝集砥粒は、約10重量%～約90重量%の大きな等級の研磨粒子および約90%～約10%の小さな等級の研磨粒子を含む。さらに好ましくは、本発明による凝集砥粒は、約25重量%～約75重量%の大きな等級の研磨粒子および約25重量%～約75重量%の小さな等級の研磨粒子を含む。さらに好ましくは、大きな等級の研磨粒子は約60重量%であり、小さい等級の研磨粒子は約40重量%である。2つ以上の等級の研磨粒子を含む本発明による凝集砥粒は通常、約10重量%～約50重量%の大きな等級の研磨粒子およびすべての小さな等級の研磨粒子の約50重量%～約90重量%を含む。2つ以上の小さな研磨粒子等級がある場合は、これらの等級は等しい量または等しくない量で存在しうる。

10

【0149】

米国特許第1,910,440号(Nicholson)、同第3,041,156号(Rowse)、同第4,997,461号(Markhoff-Mathenyら)、同第5,009,675号(Kunzら)、同第5,011,508号(Waldら)、同第5,042,991(Kunzら)、および同第5,213,591号(Celikkaayara)に記載されているような表面被覆で凝集砥粒を被覆することも本発明の範囲内である。

【0150】

研磨凝集粒子が形成された後に研磨凝集粒子を含浸させることは本発明の範囲内である。多くの場合に、研磨凝集はそれと付随した多孔度を有することになる。研磨凝集は、この多孔度の一部に少なくとも部分的に充填する組成物で含浸することができる。このような組成物の1つが研削助剤とバインダー、好ましくは有機バインダーの混合物である。

20

【0151】

研削助剤は多種多様な異なる材料を包含し、無機系または有機系でありうる。研削助剤の化学基の例としてワックス類、有機ハライド類、ハライド塩類、およびそれらのアロイ類が挙げられる。このような材料の例として、テトラクロロナフタレン、ペンタクロロナフタレン、およびポリ塩化ビニルのような塩素化ワックス類が挙げられる。ハライド塩類の例として塩化ナトリウム、カリ氷晶石、ナトリウム氷晶石、アンモニウム氷晶石、テトラフルオロ硼酸カリウム、テトラフルオロ硼酸ナトリウム、フッ化ケイ素、塩化カリウム、および塩化マグネシウムが挙げられる。金属の例として、スズ、鉛、ビスマス、コバルト、アンチモン、カドミウム、鉄、およびチタンが挙げられる。他の種々の研削助剤として、イオウ、有機イオウ化合物、黒鉛、および金属硫化物が挙げられる。異なる研削助剤の組合せを使用することも本発明の範囲内であり、場合によって、これは相乗効果を生じうる。好ましい研削助剤は氷晶石であり；最も好ましい研削助剤はテトラフルオロ硼酸ナトリウムである。

30

【0152】

本発明による凝集砥粒は、被覆研磨製品、接合研磨製品(ビトリファイド、レジノイド、および金属接合研削砥石、カットオフホイール、マウンテッドポイント、およびホーニング砥石を含めて)、不織研磨製品、および研磨ブラシなど従来の研磨製品において用いることができる。通常、研磨製品(すなわち研磨物品)として、バインダーによって研磨製品内に固定されたバインダーおよび研磨粒子(本発明の実施において、本発明による凝集砥粒の形で凝集された研磨粒子を含む)が挙げられる。このような研磨製品を製造し、研磨製品を用いる方法は当業者には公知である。さらに、本発明による凝集砥粒は、研磨用コンパウンド(例えば、ポリッシングコンパウンド)、研削媒体、ショットブラスト媒体、振動ミル媒体などのスラリーを利用する研磨応用例において用いることができる。

40

【0153】

被覆研磨製品は一般に、バックング、研磨材料、およびバックング上に(本発明の実施において、本発明による凝集砥粒の形で凝集された研磨粒子を含む)研磨粒子を保持するた

50

めの少なくとも1種類のバインダーを含む。バッキングは、織物、ポリマーフィルム、繊維、不織ウェブ、紙、それらの組合せ、ならびにそれら処理したものなどの適切な材料でありうる。バインダーは、無機バインダーまたは有機バインダー（熱硬化性樹脂や放射線硬化性樹脂など）を含めて、適切なバインダーでありうる。研磨粒子は、被覆研磨製品の1層中または2層中に存在しうる。

【0154】

被覆研磨製品の一例を図1に示す。この図を参照すると、被覆研磨製品1はバッキング（基材）2と研磨層3を有する。研磨層3は、メイクコート5とサイズコート6とによってバッキング2の主面に固定された本発明による凝集砥粒4を含む。場合によっては、スーパーサイズコート（図示せず）が用いられる。

10

【0155】

接合研磨製品は通常、有機、金属、またはビトリファイドバインダーによって互いに保持された研磨粒子の成形塊状物を含む（本発明の実施において、本発明による凝集砥粒の形で凝集された研磨粒子を含む）。このような成形塊状物は、例えば、研削砥石やカットオフホイールなどの砥石の形でありうる。研削砥石の直径は約1cm~1mを超える。カットオフホイールの厚さは通常約1cm~80cmを超え（より一般的には3cm~約50cm）である。カットオフホイールの厚さは通常約0.5mm~約5cmであり、より一般的には約0.5mm~約2cmである。成形塊状物は、例えば、ホーニング砥石、セグメント、マウンテッドポイント、ディスク（例えばダブルディスクグラインダー）、またはその他の従来の接合研磨形状などの形でありうる。接合研磨製品は通常、接合研磨製品の全体積を基準にして、約3~50体積%の接合材料、約30~90体積%の研磨材料、最大50体積%の添加剤（研削助剤を含めて）、および最大70体積%の細孔を含む。通常、研削砥石は少なくとも10%、20%、または同等の多孔度を有する。

20

【0156】

好ましい形態は研削砥石である。図2を参照すると、砥石に成形され、ハブ12に取り付けられた本発明による凝集砥粒11を含む研削砥石10が示されている。本発明による凝集砥粒の実施形態が研削砥石などの接合研磨材において提供しうる利点は、金属除去中のチップクリアランスを受け入れる余地であるといえる。すなわち、本発明による凝集砥粒の一部の実施形態に存在する多孔度は、金属除去中のチップクリアランスを受け入れる余地を提供しうる。

30

【0157】

不織研磨製品は通常、研磨粒子（本発明の実施において、本発明による凝集砥粒の形で凝集された研磨粒子を含む）を有する開放多孔性の高いポリマーフィラメント構造を含み、その構造全体に、有機バインダーによって接着結合した状態で分布している。フィラメントの例としてポリエステル繊維、ポリアミド繊維、およびポリアラミド繊維が挙げられる。図3に、代表的な不織研磨製品の約100倍に拡大した概略図を示す。このような不織研磨製品は、基材としての繊維マット50を含み、その上には本発明による凝集砥粒52がバインダー54によって接着されている。

【0158】

有用な研磨ブラシとしてバッキングと一体となった複数の剛毛を有するものが挙げられる（例えば、米国特許第5,427,595号（Pihlら）、同第5,443,906号（Pihlら）、同第5,679,067号（Johnsonら）、および同第5,903,951号（Iontara）を参照）。好ましくはこのようなブラシは、ポリマーと研磨粒子（本発明の実施において、本発明による凝集砥粒の形で凝集された研磨粒子を含む）の混合物を射出成形することによって製造される。

40

【0159】

研磨製品を製造するための適切な有機バインダーとして熱硬化性有機ポリマーが挙げられる。適切な熱硬化性有機ポリマーの例としてフェノール樹脂、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、-不飽和カルボニル基を有するアミノプラスト樹脂、エポキシ樹

50

脂、アクリルウレタン、アクリルエポキシ、およびそれらの組合せが挙げられる。バインダーおよび/または研磨製品は、繊維、潤滑剤、湿潤剤、揺変性材料、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、黒鉛など）、カップリング剤（例えば、シラン類、チタン酸塩、ジルコアルミン酸塩など）、可塑剤、懸濁剤などの添加剤も含みうる。これら任意選択の添加剤の量は、所望の性質が得られるように選択される。カップリング剤は、研磨粒子および/または充填剤に対する接着性を向上させることができる。バインダー化合物は、熱硬化させたり、放射線硬化させたり、またはそれらの組合せを実施したりすることができる。バインダーの化学的性質に関する追加の詳細は、米国特許第4,588,419号（Caulら）、同第4,751,137号（Tumeyら）、および同第5,436,063号（Follettら）において確認しうる。

10

【0160】

ビトリファイド接合研磨材に関してさらに具体的に述べると、非晶質構造を有し、通常は硬質であるガラス接合材料が当技術分野で公知である。接合ビトリファイド研磨製品は、砥石（カットオフホイールを含めて）、ホーニング砥石、マウンテッドポイントの形状、またはその他の従来の接合研磨材の形状などであってよい。好ましいビトリファイド接合研磨製品は研削砥石である。

【0161】

ガラス接合材料を製造するために用いられる金属酸化物の例として、シリカ、ケイ酸塩類、アルミナ、ソーダ、カルシア、ポタシア、チタニア、酸化鉄、酸化亜鉛、酸化リチウム、マグネシア、ボリア、ケイ酸アルミニウム、ホウケイ酸ガラス、ケイ酸アルミニウムリチウム、およびそれらの組合せなどが挙げられる。通常、ガラス接合材料は、10~100%のガラスフリットを含む組成物から製造することができるが、より一般的にはこの組成物は20%~80%のガラスフリット、あるいは30%~70%のガラスフリットを含む。ガラス接合材料の残りの部分は非フリット材料であってよい。あるいは、ガラス接合が非フリット含有組成物から誘導される場合もある。ガラス接合材料は通常、約700~約1500の範囲の温度で養生が行われ、通常は約800~約1300の範囲内の温度、場合によっては約900~約1200の温度、さらには約950~約1100の範囲内の温度で養生が行われる。接合が養生される実際の温度は、例えば個々の接合の化学的性質によって変動する。

20

30

【0162】

好ましいビトリファイド接合材料としてシリカ、アルミナ（好ましくは少なくとも10重量%のアルミナ）、およびボリア（好ましくは少なくとも10重量%のボリア）を含むものを挙げることができる。ほとんどの場合、ビトリファイド接合材料は、アルカリ金属酸化物（例えば、 Na_2O および K_2O ）（場合によっては少なくとも10重量%のアルカリ金属酸化物）をさらに含む。

【0163】

バインダー材料は、通常は微粒子材料の形である充填材料または研削助剤も含みうる。通常、微粒子材料は無機材料である。本発明に有用な充填剤の例として、金属炭酸塩類（例えば、炭酸カルシウム（例えば、チョーク、方解石、マール、トラバーチン、大理石、および石灰石）、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、ガラスパブル、およびガラス繊維）、ケイ酸塩類（例えば、タルク、クレイ、（モンモリロナイト）長石、マイカ、ケイ酸カルシウム、メタケイ酸カルシウム、アルミノケイ酸ナトリウム、ケイ酸ナトリウム）、金属硫酸塩類（例えば、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、硫酸ナトリウム、硫酸ナトリウムアルミニウム、硫酸アルミニウム）、石膏、パーミキュライト、木粉、酸化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類（例えば、亜硫酸カルシウム）が挙げられる。

40

【0164】

一般に、研削助剤を添加することによって研磨製品の寿命が延長される。研削助剤は、研

50

磨の化学的過程および物理的過程に対する顕著な効果を有し、それによって性能を向上させる材料である。理論によって束縛しようとするものではないが、研削助剤（類）は、（ a ）研磨粒子と研磨されるワークピースとの間の摩擦を減少させる、（ b ）研磨粒子の「キャッピング」を防止する（すなわち、研磨粒子の上部に金属粒子が溶着するのを防止する）か、あるいは研磨粒子のキャッピングの傾向を少なくとも軽減する、（ c ）研磨粒子とワークピースの間の界面温度を低下させる、および/または（ d ）研削力を軽減すると考えられている。

【 0 1 6 5 】

研磨製品は、本発明による凝集砥粒を 1 0 0 %、またはこのような凝集砥粒と他の研磨粒子（凝集されていてよい）および/または希釈剤粒子との混合物を含有することもできる。しかし、研磨製品中の研磨粒子の少なくとも約 2 重量%、好ましくは少なくとも約 5 重量%、より好ましくは約 3 0 ~ 1 0 0 重量%は本発明による研磨粒子であるべきである。場合によっては、本発明による凝集砥粒は、別の研磨粒子および/または希釈剤粒子と、5 重量%対 7 5 重量%、約 2 5 重量%対 7 5 重量%、約 4 0 重量%対 6 0 重量%、または約 5 0 重量%対 5 0 重量%（すなわち、重量で同量）の間の比で混合することができる。適切な研磨粒子の例として溶融酸化アルミニウム（白色溶融アルミナ、熱処理酸化アルミニウム、および褐色酸化アルミニウムなど）、炭化ケイ素、炭化ホウ素、炭化チタン、ダイヤモンド、立体窒化ホウ素、ガーネット、溶融アルミナ-ジルコニア、およびゾル-ゲル誘導研磨粒子などが挙げられるが、これらに限定されない。ゾル-ゲル誘導研磨粒子は種結晶を加えてもよいし加えなくてもよい。同様に、ゾル-ゲル誘導研磨粒子は、不規則な形状であってもよいし、棒や三角形などの種結晶と関連する形状であってもよい。ゾルゲル研磨粒子の例として上記のものが挙げられる。凝集砥粒は本質的に希釈剤粒子と同一サイズを有しうる。逆に、凝集砥粒はサイズが希釈剤粒子よりも大きくてもよい。

10

20

【 0 1 6 6 】

本発明による凝集砥粒は、他の研磨凝集と組み合わせることもできる。他の研磨凝集バインダーは有機物および/または無機物であってよい。研磨凝集体に関する追加の詳細は、例えば、米国特許第 4 , 3 1 1 , 4 8 9 号 (K r e s s n e r)、同第 4 , 6 5 2 , 2 7 5 号 (B l o e c h e r ら)、同第 4 , 7 9 9 , 9 3 9 号 (B l o e c h e r ら)、同第 5 , 5 4 9 , 9 6 2 号 (H o l m e s ら)、および同第 5 , 9 7 5 , 9 8 8 号 (C h r i s t i a n s o n) において確認することができる。

30

【 0 1 6 7 】

凝集砥粒のブレンドまたは凝集砥粒と研磨粒子のブレンドが存在する場合は、ブレンドを形成する粒子/凝集体の型は同一サイズでありうる。あるいは、粒子/凝集体の型は異なる粒度でありうる。例えば、大きなサイズの粒子は本発明による凝集砥粒であることができ、小さいサイズの粒子は別の粒子/凝集体の型である。逆に、例えば、小さいサイズの研磨粒子は本発明による凝集砥粒であることができ、大きなサイズの粒子は別の粒子/凝集である。

【 0 1 6 8 】

適切な希釈剤粒子の例として大理石、石膏、フリント、シリカ、鉄酸化物、ケイ酸アルミニウム、ガラス（ガラスパブルおよびガラスビーズを含めて）、アルミナパブル、アルミナビーズ、および希釈剤凝集体が挙げられる。

40

【 0 1 6 9 】

研磨粒子は、研磨物品中に均一に分布させることができ、または研磨物品の選択した領域または部分に集中させることができる。例えば被覆研磨材では、研磨粒子/砥粒の 2 層が存在しうる。第 1 の層は、本発明による凝集砥粒以外の研磨粒子/砥粒を含み、第 2 の（最外）層は本発明による凝集研磨材を含む。同様に、接合研磨材では、研削砥石の 2 つの別々の部分が存在しうる。その最外部分は本発明による凝集砥粒を含みうるが、最内部分は含むことはない。あるいは、本発明による凝集砥粒は接合研磨物品全体に均一に分布しうる。

【 0 1 7 0 】

50

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(Broberg)、同第4,737,163号(Larkey)、同第5,203,884号(Buchananら)、同第5,152,917号(Pieperら)、同第5,378,251号(Cullerら)、同第5,417,726号(Stoutら)、同第5,436,063号(Follettら)、同第5,496,386号(Brobergら)、同第5,609,706号(Benedictら)、同第5,520,711号(Helmin)、同第5,954,844号(Lawら)、同第5,961,674号(Gagliardiら)、および同第5,975,988号(Christinason)において確認することができる。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4,543,107号(Rue)、同第4,741,743号(Narayananら)、同第4,800,685号(Haynesら)、同第4,898,597号(Hayら)、同第4,997,461号(Markhoff-Mathenyら)、同第5,038,453号(Narayananら)、同第5,110,332号(Narayananら)、および同第5,863,308号(Qiら)において確認することができる。さらに、ガラス接合研磨材に関する詳細は、例えば、米国特許第4,543,107号(Rue)、同第4,898,597号(Hay)、同第4,997,461号(Markhoff-Mathenyら)、同第5,094,672号(Gilesら)、同第5,118,326号(Sheldonら)、同第5,131,926号(Sheldonら)、同第5,203,886号(Sheldonら)、同第5,282,875号(Woodら)、同第5,738,696号(Wuら)、および同第5,863,308号(Qi)において確認することができる。不織研磨製品に関するさらなる詳細は、例えば、米国特許第2,958,593号(Hooverら)において確認することができる。

【0171】

本発明による好ましい凝集砥粒による研磨方法は、スナッグング(すなわち、高圧高研削量)からつや出し(例えば、医療用インプラントの被覆研磨ベルトを使用したつや出し)までおよび、通常後者はより細かい等級(例えば、ANSI220未満、およびより細かいもの)の研磨粒子を用いて行われる。研磨凝集砥粒は、ビトリファイド接合砥石によるカムシャフトの研削などの精密研磨用途にも使用することができる。個々の研磨用途に用いられる研磨凝集砥粒(およびこのような凝集体を含む研磨粒子)のサイズは当業者には明らかであろう。

【0172】

本発明による研磨凝集砥粒での研磨は、乾式または湿式で行うことができる。湿式研磨では、完全にあふれ出るように弱いミストの形で液体を供給して導入することができる。一般に用いられる液体の例として、水、水溶性油、有機潤滑剤、およびエマルジョンが挙げられる。この液体は、研磨に伴う熱の軽減に使用および/または潤滑剤として作用しうる。この液体は殺菌剤、消泡剤などの少量の添加剤を含有することができる。

【0173】

本発明による凝集砥粒は、アルミニウム金属、炭素鋼、軟鋼、工具鋼、ステンレス鋼、硬化鋼、チタン、ガラス、セラミックス、木材、木材様材料、塗料、塗装表面、有機被覆表面などのワークピースを研磨するために用いることができる。研磨中の応力は通常、約1~約100キログラムである。

【0174】

本発明による凝集砥粒は、凝集砥粒が液状媒体(例えば、水)中に分散している疎性形態中またはスラリー中でも用いることができる。

【0175】

実施例

以下の実施例によって本発明をさらに説明するが、これらの実施例に開示された特定の材料およびそれらの量のほか、他の条件や詳細は本発明を過度に限定すると解釈すべきではない。本発明の様々な修正や変更は、当業者には明らかであろう。すべての部分および割合は、特記しない限り重量による。

10

20

30

40

50

【0176】

実施例1

実施例1を以下の通りに調製した。1194部のペーマイト(「DISPERAL」の商品名でCondea Chemie、GmbH(ドイツ、ハンブルク)より入手)を3000部の酸性化水(3000部の脱イオン水を71部の濃縮硝酸と混合することによって調製)と連続攪拌機を用いて混合することによってペーマイトゾルを調製した。このゾルを160 未満で48時間未満乾燥させた。乾燥材料を粉碎し、次いで篩い分けして、-100メッシュ(米国標準篩サイズ)粒子を得た。

【0177】

約5.7リットル(1.5ガロン)の-100メッシュ材料をEirich攪拌機(Model RVO2、Eirich Machines株式会社(Gurnee、IL)より入手)の攪拌機皿に配置した。最も低い設定で皿の回転および泡立て機のバーの両方を用いて、ランタン、ネオジウム、および硝酸イットリウム(理論的金属酸化物基準で、23%の希土類酸化物(すなわち、 La_2O_3 、 Nd_2O_3 、および Y_2O_3 を有する); Molycorp社(Lourviers、CO)より入手可能)を、十分な量の硝酸マグネシウム($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶液(理論的金属酸化物基準で11% MgO を有する; Mallinckrodt Chemical社(Paris、KY)より入手可能)および硝酸コバルト($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶液(理論的金属酸化物基準で19% CoO を有する; Hall Chemical社(Wickliffe、OH)より入手可能)と混合することによって、4リットルのフラスコ中に理論的金属酸化物基準で5.8% $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、5.8% $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、約7.1% $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、約14.4% $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、約0.4% $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、および平衡脱イオン水)を含有する溶液を得て)調製された希土類硝酸溶液(溶液(以下、「REO1溶液」と呼ぶ)1000mlを緩徐に攪拌機皿に注入し、-100メッシュ材料の凝集体を得た。約30秒の混合後、回転を停止し、皿を空にしてアルミニウムトレイに入れた。凝集体を80 で16時間、強制送風オーブン中で乾燥させ、次いで22番のステンレス篩(開口978マイクロメートル)を用いて篩い分けして凝集体を分離した。保持された凝集体を粉碎機(Model UD、Braun社(CA州、ロサンゼルス)を用いて粉碎した。次いで、粉碎材料を70番ステンレス篩(開口269マイクロメートル)で篩い分けした。保持された凝集体を回転焼成炉に供給し、焼成材料を得た。焼成炉は、0.3メートルのホットゾーンを有する内径15cm、長さ1.2メートルのステンレス鋼の管で構成された。管を水平に対して3.0度の角度で傾斜した。管を約3.5rpmで回転させ、管内に約4~5分の滞留時間を得た。ホットゾーンの温度は約650 であった。

【0178】

焼成材料を回転燃焼/焼結炉に供給した。燃焼/焼結炉は、水平に対して4.4度で傾斜した内径8.9cm、長さ1.32mの炭化ケイ素管からなり、31cmのホットゾーンを有した。加熱はSiC電気発熱体によって外部から行った。焼結炉を6.0rpmで回転させ、管内に約5分の滞留時間を得た。燃焼/焼結温度は約1430 であった。生成物を炉から室温空気中に出し、そこで金属容器に収集し、室温に冷却した。

【0179】

ヘリウムガスピクノメータ(「MICROMERITICS ACCUPYC 1330」の商品名でMicromeritics Instruments社(Norcross、GA)より入手)を用いて凝集砥粒の密度を測定した。密度は12グラムの試料の3回分の平均である。実施例1の砥粒の測定密度は3.89g/cm³であった。

【0180】

最上部の内径11.3cm、基部の内径1.3cmの金属漏斗からなる装置を用いて凝集砥粒の嵩密度を測定した。漏斗の全体の高さは約9.0cm(基部を含めて)であった。黄銅カップ(内径3.9cm×高さ8.45cm)上のリングスタンドに漏斗を配置し、漏斗基部の底部がカップの最上部よりも11.5cm上にあるようにした(カップの体積

10

20

30

40

50

は目盛付きピュレットから水を充填することによって測定した)。カップの体積は 100.0 cm^3 と計算された。

【0181】

漏斗に凝集砥粒を充填させるために、漏斗基部の外側に付着したゴムボールで漏斗基部を閉じた。凝集砥粒を漏斗に注入した。ゴムボールを除去し、凝集砥粒を注入させ、最終的に金属カップの外に溢れさせた。直線状の端縁を用いて、凝集砥粒を注意深くカップ最上部と一様な高さにし、外に出し、凝集砥粒をカップに配置して秤量した。鉱物とカップの重量からカップの重量を引き、カップの体積(上記の通り 100.0 cm^3 と計算された)で割ることによって嵩密度を測定した。嵩密度は3つの独立した測定値の平均であることが報告されている。実施例1の凝集砥粒の嵩密度は 1.59 g/cm^3 であった。

10

【0182】

実施例2

1194部のペーマイト(「DISPERRAL」)を3000部の酸性化水(3000部の脱イオン水を71部の濃縮硝酸と混合することによって調製)、390部の硝酸マグネシウム溶液(11% MgO; Mineral Research and Development社(Harrisburg, NC)より入手)、および理論的酸化物基準で、400部の3.6% Fe_2O_3 のオキシ水酸化鉄懸濁液(- FeOOH ; 水性分散液(pH = 5.0 ~ 5.5)、その約90 ~ 95%がレピッドクロサイトおよびゲーサイトであり、約0.05 ~ 0.1マイクロメートルの平均粒度を有し、長さと直径または幅の比が約1:1 ~ 2:1であり、表面積が約 $115.3 \text{ m}^2/\text{g}$ である針状粒子)と連続攪拌機を用いて混合することによってペーマイトゾルを調製した。ゾルを160未満で48時間未満、乾燥させた。乾燥材料を破砕し、次いで篩い分けして-100メッシュ(米国標準篩サイズ)粒子を得た。

20

【0183】

-100メッシュ乾燥材料の一部分を40.6cmのディスクペレタイザー(Feeco International社(Green Bay, WI)より入手)の中に水を散布することによって凝集させた。その結果得られる凝集砥粒(60 ~ 65%の固体)を乾燥、焼成し、燃焼/焼結温度が約10分の滞留時間で1330としたことを除き、実施例1に記載した通りに燃焼/焼結した。その結果得られる凝集砥粒を篩い分けし、-16 + 20および-20 + 30のメッシュサイズにし、これらを用いて被覆研磨ディスクを製造した。被覆研磨ディスクは従来の手順に従って製造した。従来の炭酸カルシウム充填フェノール系メイク樹脂(48%レゾール型フェノール樹脂、52%炭酸カルシウム、水およびグリコールエーテルで81%の固体に希釈)および従来の氷晶石充填フェノール系サイズ樹脂(32%レゾール型フェノール樹脂、2%鉄酸化物、66%氷晶石、水およびグリコールエーテルで78%の固体に希釈)を用いて、凝集砥粒を直径17.8cm、厚さ0.8mmのバルカナイズドファイバーバックング(直径2.2cmの中心孔を有する)に接合した。

30

【0184】

メイク樹脂の湿重量は約 145 g/m^2 であった。凝集砥粒重量は約 600 g/m^2 (-20 + 30メッシュ)および約 1000 g/m^2 (-16 + 20メッシュ)であった。メイクコート塗布した直後、凝集体を流下塗布した。メイク樹脂を90分間、88で予備硬化した。サイズの湿重量は約 650 g/m^2 (-20 + 30メッシュ)および約 900 g/m^2 (-16 + 20メッシュ)であった。サイズ樹脂を90分間、88で予備硬化した後、10時間、100で最終硬化した。従来の KBF_4 スーパーサイズ被覆(320 g/m^2)を硬化サイズコートの最上部に塗布した。被覆研磨ディスクを試験前に曲げた。

40

【0185】

研磨材料が「201 CUBITRON」の商品名で3M社より入手可能なANSI等級60の研磨粒子を静電塗装し、約 325 g/m^2 のサイズ樹脂を用いたことを除き、比較例Aの被覆研磨ディスクを実施例2について述べた通りに調製した。

50

【0186】

実施例2のそれぞれ4つずつ、-16+20メッシュおよび-20+30メッシュの凝集被覆研磨ディスクを12分間、4130軟鋼ワークピースで評価した。それぞれのディスクを直径16.5cm、厚さ1.57mmの硬性フェノールバックアップパッドに付着し、次に直径15.2cmの鋼フランジに取り付けた。取り付けたディスクを反時計回りに3550rpmで回転させた。直径25cmの4130軟鋼ワークピースの1.8mm周縁を通常位置から約4Kgの負荷下で被覆研磨ディスクに7°で配置した。試験の開始時および2分間隔でワークピースを秤量し、除去された(すなわち研磨された)軟鋼の量を測定した。実施例2の被覆研磨ディスクの初期切削、最終切削、および総切削の平均は、-16+20メッシュ凝集砥粒では、それぞれ13.5グラム、9.2グラム、および65グラムであり、-20+30メッシュ凝集砥粒では、それぞれ15.8グラム、9.5グラム、および71.8グラムであった。比較例Aの被覆研磨ディスクの初期切削、最終切削、および総切削の平均はそれぞれ、22.2グラム、1.8グラム、および101.8グラムであった。

【0187】

実施例3

実施例3を以下の通りに調製した。1194部のペーマイト(「DISPERRAL」)を3000部の酸性化水(3000部の脱イオン水を71部の濃縮硝酸と混合することによって調製)と連続攪拌機を用いて混合することによってペーマイトゾルを調製した。ゾルを160未満で48時間未満、乾燥させた。乾燥材料を破碎し、次いで篩い分けして-60+120メッシュ(米国標準篩サイズ)粒子を得た。

【0188】

-60+120メッシュ乾燥粒子を210g/分で40.6cmのディスクペレタイザー(Feeco International社(Green Bay, WI)より入手)に供給し、96g/分で40.6cmのディスクペレタイザーに散布された酸性化水(4.7%硝酸)と混合した。均一サイズの凝集体を形成した。凝集体をアルミニウムトレイに入れ、95で16時間、強制送風オープン中で乾燥させた。乾燥凝集体を従来のボックス炉において650で8時間焼成した。冷却後、焼成凝集体約1000グラムをREO1溶液(実施例1を参照)2000ml中に浸漬した。吸引器を用いてフラスコ中に含まれる凝集体/溶液上に真空を引いた。約5分後、真空を放出し、凝集体を#54紙付きのBuechnerフィルターに配置した。吸引器を用いて過剰表面液除去の補助とした。次いで含浸凝集体を乾燥、焼成し、燃焼/焼結温度を1410としたことを除き、実施例1に記載した通りに燃焼/焼結した。

【0189】

燃焼/焼結凝集砥粒の密度を実施例1に記載した通り測定し、3.93g/cm³であることがわかった。燃焼/焼結凝集砥粒を+14メッシュ、-14+16メッシュ、-16+18メッシュ、18+20メッシュ、-20+24メッシュ、-24+30メッシュ、-30+40メッシュ、および-40メッシュに篩い分けした。3つの異なるサイズの凝集砥粒の密度も実施例1に記載した通りヘリウムガスピクノメータで測定し、それぞれ3.925g/cm³、3.932g/cm³、3.930g/cm³、3.930g/cm³、3.935g/cm³、3.944g/cm³、3.953g/cm³、および3.950g/cm³であることがわかった。

【0190】

図6は、-20+24メッシュの実施例3の凝集砥粒を示す25倍での光学顕微鏡写真である。

【0191】

-20+24メッシュの凝集砥粒の一部を被覆研磨ディスクに組み入れ、研削性能について試験した。凝集砥粒を静電塗装したことを除き、実施例2に記載した通りに従い被覆研磨ディスクを製造した。凝集砥粒の重量は約600g/m²であった。そのサイズのため非凝集材料であった-40メッシュの材料の一部も被覆研磨ディスクに組み入れ、比

較例 B の被覆研磨ディスクとして使用した。

【0192】

10.5キログラム圧および1018軟鋼ワークピースを用いて、実施例3および比較例Bの被覆研磨ディスクを摺動動作粉碎機(Slide Action Grinder)で粉碎した。各被覆研磨ディスクを傾斜アルミニウムバックアップパッドに取り付け、これを用いて予め秤量した1.25cm×18cm×10cmの1018軟鋼ワークピースの面を研削した。ディスクを5,000rpmで駆動すると同時に、バックアップパッドの傾斜縁にオーバーレイするディスクの一部をワークピースと接触させた。各ディスクを用いて1分間隔の順序で研削した。初期切削、最終切削、および総切削は、-20+24メッシュ被覆研磨ディスクではそれぞれ80.4グラム、26.8グラム、および804.4グラムであり、比較例Bの被覆研磨ディスクではそれぞれ113.6グラム、5.3グラム、および884.2グラムであった。追加の研削データが図7に示されており、線100は-20+24メッシュの実施例3の被覆研磨ディスクの研削データを示し、線102は比較例Bの被覆研磨ディスクの研削データを示す。

【0193】

実施例4

実施例4を以下の通りに調製した。-60+120メッシュ(15%+40メッシュ;41%+50メッシュ;11%+60メッシュ;20%+80メッシュ;および13%-80メッシュ)に篩い分けしたことを除き、実施例1に記載した通りに乾燥材料を調製した。-60+120メッシュの乾燥粒子を275g/分の速度で40.6cmのディスクペレタイザーに供給し、108g/分でアグロメレータに散布した(粒子上)酸性化水(5.45%硝酸)と混合した。均一のサイズの凝集体が形成された。その結果得られる凝集体を振動式フィーダーに供給し、115の温度で6メートルのベルトオープンに供給した。ベルトの速度は76cm/分の速度であった。乾燥凝集体を実施例1に記載した通り焼成し、次いで34ステンレス鋼篩(580マイクロメートル)上に篩い分けして細粒分を除去し、次いで13TM篩(1650マイクロメートル)により粗粒を除去した。

【0194】

除去した羽根を有する従来の携帯式セメントミキサー中で粒子および溶液を混転することによってREO1溶液(実施例1に記載)10,800グラムと+34-13TM粒子を含ませることによって約15キログラムの含浸凝集体を調製した。含浸凝集体を3個のエアヒートガンで乾燥させると同時に、粒子をセメントミキサーで混転した。燃焼/焼結温度を1400としたことを除き、実施例1に記載した通り乾燥粒子を焼成し、燃焼/焼結した。焼成粒子を72g/分で燃焼/焼結炉に供給した。

【0195】

凝集砥粒内のすきまの多孔度を凝集体の全量で割り、次いで結果を100%で掛けることによって凝集砥粒の多孔度値を測定した。多孔度値を得るこの方法は以下の通り開発された。凝集体が一般的に近い球では、均一の球のランダムパッキング用に得られる最大密度は63%である(「球状凝集体の機械的パッキング」、Journal of the American Ceramic Society、第44巻、第10号、1961年10月、pp.513~22を参照)。凝集砥粒の塊状物の全量、TVは、凝集砥粒の量、VA+凝集砥粒間の空隙の量、VVの和と等しい。全量、TVはタップ密度、TDの逆でもあることに留意されたい。

【0196】

凝集砥粒の量、VAは、凝集砥粒の固体部分の量、VS+凝集砥粒内のポリシティ(孔)の量、VPの和である。凝集砥粒の固体部分の量、VSは真の密度、DDの逆でもあることに留意されたい。上記の63%パッキング値を得るには、以下の式を用いた

$$VA / TV = 0.63 \quad (1)$$

上記の通り、凝集砥粒の全量、TVは、タップ密度、TDの逆であるため、

$$VA = 0.63 / BD \quad (2)$$

さらに、VA = VP + VS、およびVPは密度、DDの逆であり

$$V A = V P + (D D)^{-1} \quad (3)$$

後者の2つの式を接合し、次いで結果を再び整理すると、

$$V P = 0.63 (T D)^{-1} - (D D)^{-1} \quad (4)$$

【0197】

本明細書では「ポリシティ値」と呼ぶ凝集砥粒内の孔の割合は、凝集砥粒内の孔の量とすきまのポリシティ、 $V P$ の接合を凝集砥粒の量、 $V A$ で割って、100%掛けたものである。したがって、

$$\text{多孔度値} = 100\% (1 - (T D / 0.63 D D)) \quad (5)$$

【0198】

凝集砥粒のタップ密度を以下の通りに測定した。凝集砥粒約50mlを秤量し、次いで50mlのガラス製目盛りシリンダー（NO.20026；「KIMAX」の商品名で入手）に注入すると同時に、振動テーブル（Model J-1；「SYTRON」の商品名でFMC社（Homer City, CA）より入手）を用いて軸方向に振動させた。振動強度を調節してシリンダー内に凝集砥粒の最小限の量を得た。この最小限の量を凝集砥粒の重量に分け、タップ密度を得た。

【0199】

その結果得られる凝集砥粒の真の密度、 DD は、実施例1に記載した通りに測定し、 3.96 g/cm^3 であった。凝集砥粒を篩い分けし、1.5% + 16メッシュ、16.7% + 20メッシュ、34.2% + 30メッシュ、28.6% + 40メッシュ、11.8% + 50メッシュ、2.6% + 60メッシュ、および4.6% - 60メッシュであることがわかった。-16 + 26メッシュ、-26 + 34メッシュ、および-34 + 48メッシュの凝集砥粒の真の密度、 DD は、実施例1に記載した通りに測定し、それぞれ 3.94 g/cm^3 、 3.94 g/cm^3 、および 3.945 g/cm^3 であった。-16 + 26メッシュ、-26 + 34メッシュ、および-34 + 48メッシュの凝集砥粒の高密度は、実施例1に記載した通りに測定し、それぞれ 1.43 g/cm^3 、 1.41 g/cm^3 、および 1.48 g/cm^3 であった。

【0200】

-16 + 26メッシュ、-26 + 34メッシュ、および-34 + 48メッシュの凝集砥粒のタップ密度はそれぞれ、 1.64 g/cm^3 、 1.71 g/cm^3 、および 1.80 g/cm^3 であることが測定された。したがって、式5を用いることによって、-16 + 26メッシュ、-26 + 34メッシュ、および-34 + 48メッシュの凝集砥粒のポリシティ値はそれぞれ、33.9%、31.1%、および27.6%であることが測定された。

【0201】

凝集砥粒を66/48/34/26ステンレス鋼篩上に篩い分けした。-26 + 34メッシュ材料の一部を用いて、メイク、砥粒、サイズ、およびスーパーサイズの重量をそれぞれ、4.5グラム、14グラム、14.4グラム、および12グラム（7インチディスク当たり）としたことを除き、実施例2に記載した通りに被覆研磨ディスクを製造した。-66メッシュの凝集砥粒を、そのサイズのため非凝集材料であった-50 + 60メッシュに篩い分けし、また被覆研磨ディスクに組み入れ、比較例Cの被覆研磨ディスクとして使用した。比較例Cのディスクのメイク、砥粒、サイズ、およびスーパーサイズの重量はそれぞれ、3.5グラム、12グラム、7グラム、および7グラム（7インチディスク当たり）であった。

【0202】

様々な研削圧下に304ステンレス鋼ワークピースで5,200rpmでディスクを駆動したことを除き、実施例2に記載した通りにディスクの研削性能を評価した。図8を参照すると、実施例4の被覆研磨ディスクについての圧力6.4キログラム（14lbs.）での研削結果は線114で示されており、比較例Cの被覆研磨ディスクについては線108で示されている。図8を参照すると、実施例4の被覆研磨ディスクについての圧力7.3キログラム（16lbs.）での研削結果は線112で示されており、比較例Cの被覆研磨ディスクについては線106で示されている。さらに、実施例4の被覆研磨ディスク

についての圧力10.0キログラム(221bs.)での研削結果は線110で示されており、比較例Cの被覆研磨ディスクについては線104で示されている。研削圧10.0Kgでの比較例Cは試験の第1分を残存することはなかった。

【0203】

-26+34メッシュ材料、26+34メッシュ材料、-34+48メッシュ材料、-50+60メッシュ材料(比較例C)の一部、および「321 CUBITRON」の商品名で3M社より入手可能なANSI等級36研磨粒子を用いて、被覆研磨ベルトを製造した。後者は、研磨粒子の滴下塗布、および粒子の静電塗装を用いて製造され、比較例Dとして使用した。従来の炭酸カルシウム充填フェノールメイク樹脂(48%レゾール型フェノール樹脂、52%炭酸カルシウム、水およびグリコールエーテルで81%の固体に希釈)および従来の氷晶石充填フェノール系サイズ樹脂(32%レゾール型フェノール樹脂、2%鉄酸化物、66%氷晶石、水およびグリコールエーテルで78%の固体に希釈)を用いて、凝集砥粒を幅30.5cm×厚さ0.8mmのポリエステル布バックングに接合した。メイク樹脂の湿重量は約293g/m²であった。メイクコート塗布直後、凝集体を塗布した。メイク樹脂を90分間、88℃で予備硬化した。サイズの湿重量は約432g/m²であった。凝集砥粒の重量は約909g/m²であった。サイズ樹脂を90分間、88℃で予備硬化した後、10時間、100℃で最終硬化した。従来のKBF₄スーパーサイズ被覆(292g/m²)を硬化サイズコートの最上部に塗布した。被覆バックングを周知の方法を用いてベルトに変換した。被覆研磨ベルト(3×13インチ)を試験前に曲げた。研磨粒子の滴下塗布、および粒子の静電塗装によって-16+26メッシュの実施例4のベルトを製造した。凝集砥粒の滴下塗布によって-26+34メッシュの実施例4のベルトを製造した。凝集砥粒の静電塗装によって-34+48メッシュの実施例4のベルトを製造した。

10

20

【0204】

-26+34メッシュの実施例4のベルトおよび-34+48メッシュの実施例4のベルトの研削性能を、圧力1.05×10⁵Kg/m²(150psi)で304ステンレス鋼ワークピースについて評価した。研削結果は図9に示されており、線116は-26+34メッシュの実施例4のベルトであり、線118は-34+48メッシュの実施例4のベルトである。圧力9.1キログラムおよび1750rpmでの304ステンレス鋼ワークピースでの研削結果は図10に示されており、線128は-26+34メッシュの実施例4のベルトであり、線126は-34+48メッシュの実施例4のベルトであり、線130は-16+26メッシュの静電塗装実施例4のベルトであり、線132は-16+26メッシュの滴下塗布実施例4のベルトである。また、3M社より「977F REGALLOY」の商品名で入手可能な等級50、60、および80の被覆研磨ベルトも後者の条件で研削した。これらの等級50、60、および80の被覆研磨ベルトの研削結果が、それぞれ線124、120、および122として図10に示されている。

30

【0205】

-16+26静電塗装実施例4のベルト、および3Mより「321 CUBITRON」の商品名で入手可能なANSI等級36の研磨粒子で製造された比較例Eのベルトの研削性能を、圧力150psi(1031kPa)および7380表面ft./分(2250m/分)で鑄造アルミニウムについて評価した。図11aを参照すると、線136は-16+26静電塗装布実施例4のベルトの研削データを示し、線134は比較例Eのベルトの研削データを示す。比較例Eのベルトは、静電塗装砥粒を用いて上記の通り製造した。

40

【0206】

ワークピースを304ステンレス鋼ワークピースとしたことを除き、-16+26滴下塗布実施例4および比較例Eのベルトについて上記した通り、-16+26滴下塗布実施例4、-16+26静電塗装実施例4、および比較例Eのベルトのほか、3Mより「321 CUBITRON」の商品名で入手可能なANSI等級36の研磨粒子で製造された比較例Eのベルトの研削性能を評価した。図11bを参照すると、線140は-16+26滴下塗布実施例4のベルトの研削データを示し、線138は-16+26静電塗装実施例4のベ

50

ルトの研削データを示し、線 1 4 2 は - 1 6 + 2 6 滴下塗布実施例 4 のベルトの研削データを示し、線 1 4 4 は比較例 F のベルトの研削データを示す。比較例 F のベルトは滴下塗布砥粒を用いて上記の通り製造された。

【 0 2 0 7 】

実施例 5

実施例 5 を以下の通りに調製した。1 1 9 4 部のペーマイト（「DISPERAL」）を 3 0 0 0 部の酸性化水（3 0 0 0 部の脱イオン水を 7 1 部の濃縮硝酸と混合することによって調製）と連続攪拌機を用いて混合することによってペーマイトゾルを調製した。ゾルを 1 6 0 未満で 4 8 時間未満、乾燥させた。乾燥材料を破碎し、次いで篩い分けして - 4 0 + 8 0 メッシュ（米国標準篩サイズ）粒子を得た。

10

【 0 2 0 8 】

保持された粒子を回転焼成炉に供給し、アルミナの焼成材料を得た。焼成炉は、0 . 3 メートルのホットゾーンを有する内径 1 5 c m、長さ 1 . 2 m のステンレス鋼管で構成された。管を水平に対して 3 . 0 度の角度で傾斜した。管を約 3 . 5 r p m で回転し、管内に約 4 ~ 5 分の滞留時間を得た。ホットゾーンの温度は約 6 5 0 であった。

【 0 2 0 9 】

約 2 0 0 グラムの - 4 0 + 8 0 メッシュの焼成粒子を 4 0 . 6 c m ディスクペレタイザー（Feeco International 社（Green Bay、WI）より入手）に供給した。

【 0 2 1 0 】

上述した通り 3 3 3 部のペーマイトを 3 0 0 0 部の酸性化水と混合することによって第 2 のペーマイトゾルを調製した。このゾルの約 1 3 6 グラムを焼成粒子上に散布すると同時に、4 0 . 6 c m のディスクペレタイザーで混転した。均一のサイズの凝集体を形成し、これらをアルミニウムトレイに入れ、9 5 度で 1 6 時間、強制送風オープン中で乾燥させた。次いで、乾燥凝集体を上述した通りに回転炉で焼成した。

20

【 0 2 1 1 】

凝集体 1 0 0 グラム当たり 6 8 部の溶液を用いて R E O 1 溶液（実施例 1 に記載）で焼成凝集体を含浸させた。溶液を凝集体の層に注入すると同時に、それらをディスクペレタイザーで混転した。次いで、エアヒートガンで凝集体に方向づけることによって含浸凝集体を乾燥させると同時に、それらを混転した。燃焼 / 焼結温度を 1 4 0 0 としたことを除き、実施例 1 に記載した通りに乾燥凝集体を焼成し、燃焼 / 焼結した。

30

【 0 2 1 2 】

実施例 6

実施例 6 を以下の通りに調製した。連続プロセッサ（「READCO」の商品名で Readco 社（York、PA）より入手）を用いて、1 0 0 部の 1 5 0 メッシュおよび微細なペーマイト粉碎細粒分（実施例 1 に記載した通りに調製）を 7 2 部の酸性化水（6 9 . 4 部の水および 3 部の 6 7 % 硝酸）と化合させることによって 5 8 % 固体のペーマイトゲルを製造した。複数の 0 . 0 1 2 インチ（0 . 3 1 m m）開口部を有する 2 インチ（5 . 1 c m）の単軸押出機（Bonnot 社（Unintown、OH）より入手）によりゲルを押し出した。押し出しゲルを 8 0 度で 4 時間乾燥させ、破碎して約 1 . 6 m m の棒にし、実施例 1 に記載した焼成工程に通りに回転炉で 6 5 0 度で予備焼成した。

40

【 0 2 1 3 】

5 0 グラムの焼成 アルミナ棒を 5 0 グラムのペーマイト細粒分（実施例 1 に記載した通りに調製）と混合し、篩サイズは - 4 0 + 1 0 0 メッシュであった。水平に対して 3 4 度で傾斜し、3 0 r p m で回転させた 4 0 . 6 c m ディスクペレタイザーに混合物を配置した。R E O 1 溶液（実施例 1 に記載）5 8 グラムと硝酸（6 7 %）3 グラムの混合液を、手押し式散布装置を用いて粒子上に散布すると同時に粒子を混転した。その結果得られる凝集体を一夜風乾させ、その後それらを金属るつぼで 6 5 0 度で焼成し、次いで実施例 1 に記載した通りに回転管炉で 1 4 0 0 度で燃焼 / 焼結した。次いで、凝集体を 4 0 メッシュの篩上で篩い分けし、単一粒子を取り出した。

50

【0214】

実施例7～11

実施例11を以下の通りに調製した。以下の表1に示した配合に従って、研磨粒子、セラミックバインダー前駆体材料、アクリレート樹脂、および開始剤を完全に混合することによって研磨スラリーを調製した。

【0215】

【表1】

表1

材料	実施例7および8の量、g	実施例9および10の量、g	実施例11の量、g
TMPTA	300	150	300
KB1	3.0	1.5	3.0
CH	2.0	1.0	2.0
SCA	15.0	4.0	8.0
AOP	1000	550	1100
#60 AG321	2000	---	---
P320 AG321	500	---	---
P80 AO	---	1375	---
P80 SC	---	---	2750
総無機固体含量	92重量%	98重量%	98重量%

10

20

【0216】

AOPおよびAG321 ANS I等級60およびP320、AO等級P80、またはSC等級P80を除き示された順に各成分を添加した。AOPおよびAG321等級60およびP320、AO等級P80、またはSC等級P80を最初に混合し、次いで緩徐に残りの成分に添加した。各種成分の略語は下記の通りである。

30

【0217】

TMPTA：トリメチロールプロパンリアクリレート、Sartomer社(West Chester、PA)より「SR351」の商品名で入手。

KB1：光開始剤2,2-ジメトキシ-1,2-ジフェニル-1-エタノン、Sartomer社より「ESACURE KB1」の商品名で入手。

CH：クメンヒドロペルオキシド、Aldrich Chemical社(Milwaukee、WI)より24,750-2番の品目として入手。

SCA：シランカップリング剤3-メタクリルオキシプロピル-トリメトキシシラン、Union Carbide社(Friendly、WV)より「A-174」の商品名で入手。

40

AOP： -アルミニウム酸化物粉末、Alcoa社(Houston、TX)より「A-16 SG」の商品名で入手。

AG321：3M社(St. Paul、MN)より「321 CUBITRON」の商品名で入手されるゾルゲル誘導アルミナ系研磨粒子。

AO：熱処理溶融アルミニウム酸化物研磨粒子、Treibacher社(オーストリア、Villach)より「ALODUR BFRPL」の商品名で入手。

SC：炭化ケイ素砥粒、3M社(St. Paul、MN)より市販。

【0218】

混合は、フラットビーターロータおよび最低速度設定による攪拌機(Hobart社(Troy、OH)より入手；モデル番号A120T)で行った。AOP/AG321、AO

50

P/AOまたはAOP/SC混合物を樹脂混合物に添加した後、速度を「中間」に上昇させ、混合を25分間継続した。各混合物の最終温度は約116°F(47°C)であった。この時点では、研磨スラリーはきわめて濃厚であり、セメント状のハンドリング特性を有した。次いで、混合スラリーを少なくとも45分間冷蔵庫に配置し、その後の加工前に冷却した。冷蔵庫の温度は約40°F(4°C)~約45°F(7°C)であった。

【0219】

0.175インチ(4.44mm)の空隙および0.050インチ(1.27mm)の円形のおろし器型オリフィスのある円錐形篩を有する固体羽根車(モデル「ARROW1701」)粒度減少機(Y-Tron Quadro有限会社(英国、Chesham)より「QUADRO COMIL」の商品名で入手)を用いて実施例7~11用に前駆体凝集砥粒を製造した。駆動モータを350rpmで作動した。スラリーを粒度減少機(「QUADRO COMIL」)およびUV硬化システムに通過させた後、少なくとも部分的に硬化した前駆体凝集砥粒をアルミニウムパン内に配置し、約350°F(177°C)で約6時間、強制送風オープンで少なくとも部分的に熱硬化させた。次いで、0.175インチ(4.44mm)の空隙および0.079インチ(2.00mm)のおろし器篩でカーバイドチップ付き(モデル「ARROW 1607」)羽根車を用いて粒度減少機(「QUADRO COMIL」)に通過させることによって前駆体凝集砥粒の粒度を減少した。粒度の減少後、前駆体凝集砥粒を篩い分けし、36メッシュ(0.0185インチ、0.47mm)よりも大きい粒度画分を収集した。

10

【0220】

次いで、前駆体凝集砥粒を2つの加熱工程にかけた。第1の加熱工程(すなわち焼成)では、凝集体形成工程において用いられるアクリレート樹脂を除去し、結晶質セラミック酸化接合前駆体材料を十分に接合させて取扱可能かつ収集可能な前駆体凝集砥粒を得るために、棒状の前駆体凝集砥粒を焼成した。前駆体凝集砥粒を、3.5インチx7.5インチ(89mmx190mm)のアルミニウム皿(Coors Ceramics社(Golden CO)より入手)で5/8インチ(16mm)に広げ、以下のスケジュールに従って実験炉(Lindberg/Blue M社(Water town, WI)より入手;モデル番号BF117)で大気中において加熱した:

20

3.6°F(2°C)/分の速度で室温ないし約662°F(350°C)の温度で加熱する工程;

30

約662°F(350°C)で約2時間保持する工程;

約3.6°F(2°C)/分で662°F(350°C)ないし約1832°F(1000°C)に加熱する工程;

約1832°F(1000°C)で浸漬して約4時間保持する工程;および炉への電源を切ることによって炉内で約室温に冷却する工程。

【0221】

さらに、その結果得られる焼成前駆体凝集砥粒の粒度を減少させ、被覆研磨物品を製造するために所望の粒度分布を得た。さらに、0.175インチ(4.44mm)の空隙および0.079インチ(2.00mm)のおろし器篩でカーバイドチップ付きARROW 1607羽根車を用いて粒度減少機(「QUADRO COMIL」)に通過させることによって前駆体凝集砥粒の粒度を減少した。その結果得られる焼成前駆体凝集砥粒を篩い分けし、20メッシュ(0.0320in、0.81mm)より大きく、12メッシュ(0.0661in、1.70mm)よりも小さい粒度画分を保持した。

40

【0222】

実施例7、9、および11のために、約100グラムの焼成前駆体凝集砥粒を直径3インチ(7.6cm)の白金るつぼ内に配置し、実験ボックス炉(CM Rapid Temp Furnace社(Bloomfield, NJ)より「RAPID TEMP」の商品名で入手)で加熱することによって第2の加熱工程を行った。第2の加熱工程では、約2732°F(1500°C)の最高温度で約90分間、粒子を保持した。次いで、「RAPID TEMP」ボックス炉を止め、室温に冷却することによって凝集砥粒を室温

50

に冷却した。

【0223】

実施例8および10のために、加熱燃焼工程前に焼成前駆体凝集砥粒をREO溶液(本明細書では「REO2溶液」と呼ぶ)で含浸させた。ランタン、ネオジウム、および硝酸イットリウム溶液(20.5%La(NO₃)₃・6H₂O、20.1%Nd(NO₃)₃・6H₂O、26.1%Y(NO₃)₃・6H₂O;Moly社(Lourviers、CO)より入手)を十分な量のMGNおよび硝酸コバルト(15%Co(NO₃)₃・6H₂O;Hall Chemical社(Wickliffe、Ohio)より入手)と混合することによってREO₂:溶液を調製し、約5.8%La(NO₃)₃・6H₂O、約5.8%Nd(NO₃)₃・6H₂O、約7.1%Y(NO₃)₃・6H₂O、約14.4%Mg(NO₃)₃・6H₂O、約0.4%Co(NO₃)₃・6H₂O、および平衡脱イオン水を含む溶液を得た。焼成前駆体凝集砥粒100グラム当たりREO₂溶液25mlを焼成前駆体凝集砥粒と混合させることによって焼成前駆体凝集砥粒を含浸させた。回転ポリエチレンライニング容器内で約10分間、混合物を混転し、焼成前駆体凝集砥粒を通じてREO2溶液を分布した。次いで、含浸焼成前駆体凝集砥粒をアルミニウム皿に配置し、強制送風オーブン(Despach Industries社(Minneapolis、MN)より入手;モデル番号ALD2-11)に配置し、約2時間、約100で乾燥させた。次いで、凝集体を除去し、約室温に冷却した。

【0224】

次いで、約1200°F(650)に加熱した回転炉に凝集体を通過させた。回転炉は、約12インチ(30.5cm)である「ホットゾーン」、および直径約15cm、長さ約1.1m、および約2.5の傾斜で高めた炭化ケイ素回転管を有した。滞留時間は管の長さを通じて約5分であった。回転炉を通過させた後、次いで実施例7、9、および11に記載した第2の加熱工程に従って凝集体を約2732°F(1500)で約90分間加熱した。

【0225】

ポリエステル布バックングおよびフェノール系メイク樹脂およびサイズ樹脂による被覆研磨物品は調製された実施例7~10に凝集砥粒であった。Y-重量バックング布は、基礎重量が約535g/m²である綿朱子織ポリエステル(Wisselink Textiles社(Aalten、Netherlands)より入手)であった。メイク樹脂は、CaCO₃:水性フェノール(Georgia-Pacific Resins社(Columbus、OH;製品番号GP23155B)より入手)の重量で52:48の混合物であった。

【0226】

ドロダウン装置(Paul Gardner社(Pompano Beach、FL)より「ACCULAB」の商品名で入手)および#90巻線型塗工用ロッド(Paul Gardner社(Pompano Beach、FL)より入手)を用いて、ポリエステルバックング上にメイク樹脂の均一の塗布を広げた。ドロダウン装置の#90巻線型塗工用ロッド設定のメイク塗布重量は、乾燥重量ベースで約230g/m²であった。メイク塗布重量は、以下の手順によってドロダウン装置上の#90巻線型塗工用ロッドの所定設定について測定した:バックング試料を秤量し、所定の設定でドロダウン装置を用いてメイクコートバックング試料に塗布し、対流オーブン(Precision Scientific社(Chicago、IL)より入手;モデル番号8)でメイクコートを約2時間、約190°F(88)で乾燥させ、次いで乾燥メイク塗布バックングを秤量した。被覆重量=(乾燥メイク被覆バックング試料重量-バックング試料重量)/(バックング試料の面積)。

【0227】

次いで、先に篩い分けした凝集砥粒を手で湿メイク樹脂上に注入し、手で前後に数回転がし、凝集砥粒をバックング上に様に分布させ、次いで過剰な凝集砥粒を振るい落とした。約180°F(82)に設定した対流オーブン(Precision Scientific

i f i c 社 (C h i c a g o 、 I L) より入手 ; モデル番号 8) で被覆試料を約 10 時間一夜加熱した。

【 0 2 2 8 】

サイズ樹脂は水晶石 : 水性フェノール (G e o r g i a - P a c i f i c R e s i n s 社 (C o l u m b u s 、 O H) より入手 ; 製品番号 G P 2 3 1 5 5 B) の重量で 5 2 : 4 8 の混合物で、これを手でペンキ刷毛によって試料に塗布した。サイズ被覆試料を対流オープンで約 1 時間、約 1 8 0 ° F (8 2) で加熱し、次いで約 2 時間、約 2 0 0 ° F (9 3) で硬化した後、約 3 0 分間、約 2 2 0 ° F (1 0 4) および約 1 時間、約 2 4 5 ° F (1 1 8) で硬化した。硬化後、ロツカードラム試験装置 (以下に記載) に設置するためにより適した被覆試料を製造するために被覆研磨試料を直径 2 インチ (5 c m) のバー上に曲げた。

【 0 2 2 9 】

比較例 G

比較例 G は、有機接合型凝集研磨粒子を含有する布バックング型被覆研磨物品であった。有機接合凝集研磨物品は等級 # 6 0 であったが、これは 3 M 社 (S t . P a u l 、 M N) より「 M U L T I C U T C 」の商品名で市販されている。有機接合型凝集研磨粒子は、水晶石充填型フェノール接合システムによって接合された A N S I 等級 6 0 A G 3 2 1 研磨粒子で製造された。被覆試料は、凝集砥粒の代わりに有機接合型凝集研磨粒子 (「 M U L T I C U T C 」) を用いたことを除き、実施例 7 について上述した通りに製造した。

【 0 2 3 0 】

比較例 H

比較例 H は、3 M 社より「 3 M 9 6 7 F 」の商品名で販売されている A N S I 等級 6 0 の市販被覆研磨物品であった。この研磨物品にはフェノール系メイク樹脂およびサイズ樹脂によるポリエステル布バックング上に静電塗装された単一層の等級 # 6 0 A G 3 2 1 研磨粒子が含まれていた。

【 0 2 3 1 】

実施例 7 ~ 1 0 を 1 0 インチ x 2 . 5 インチ (2 5 . 4 c m x 6 . 4 c m) のシートに切断し、本明細書では「ロツカードラム試験」と呼ぶ以下の試験を用いて評価した。以上の試料を試験機械の円柱状鋼ドラム上に設置した。鋼ドラムは直径 1 3 インチ (3 3 c m) であり、ドラムが振動するように電気モータおよびプッシュロッドレバーによって駆動した (小さな弧で前後に揺すった) 。一辺が 3 / 1 6 インチ (0 . 4 8 c m) の正方形である 1 0 1 8 炭素鋼ワークピース (ワークピースを研磨物品によって研磨) を研磨物品上にレバーアーム配置で固定し、約 8 l b (3 . 6 k g) の負荷をワークピースにかけた。研磨物品が前後に揺れると、ワークピースは研磨され、3 / 1 6 インチ x 5 . 5 インチ (0 . 4 8 c m x 1 4 c m) の摩耗経路が研磨物品上に生成された。この摩耗経路には毎分約 6 0 ストローク存在した。2 0 p s i (1 3 8 k P a) での圧縮気流をワークピースとの接触点で研磨物品上に方向づけ、摩耗経路からの研削くずや細片を除去した。

【 0 2 3 2 】

各 1 0 0 0 サイクル (1 サイクルが 1 前後運動) 後に除去された鋼の量を「間隔切削」として記録し、「総切削」は試験のエンドポイントで除去された鋼の累積 (「間隔切削」の総) 量とした。試験のエンドポイントは、サイクルの予定数が終了したとき、または切削率が同試験で記録された最大間隔切削の約 4 0 % 未満に低下したときに測定された。以下の表 2 に示した結果は、1 実施例につき 2 つの試料の平均である。

【 0 2 3 3 】

【表 2】

表 2

10

20

30

40

試験間隔、 サイクル	比較例 G 間隔切削 、g	比較例 H 間隔切削、 (g)	実施例 7 間隔切削 、g	実施例 8 間隔切削 、g	実施例#9 間隔切削 、g	実施例 10 間隔切削 、g
1000	1.13	1.81	2.14	1.03	2.14	1.08
2000	1.29	1.79	2.32	1.16	2.42	1.18
3000	1.32	1.78	2.33	1.16	2.38	1.24
4000	1.39	1.77	2.33	1.18	2.43	1.25
5000	1.36	1.61	2.28	1.14	2.39	1.22
6000	1.41	1.17	2.02	1.16	2.41	1.17
7000	1.48	0.24	1.54	1.11	2.45	1.12
8000	1.47	---	1.44	1.08	2.56	1.08
9000	1.51	---	1.19	1.02	2.52	0.95
総切削、g	12.36	10.17	17.59	10.04	21.70	11.21

10

【0234】

アルミナおよび希土類酸化物が含まれる実施例 9 により、比較例 G の 170%、および比較例 H の 140% の最大切削率が得られた。実施例 9 の研磨物品と比較すると、希土類を含まない凝集砥粒を用いた対応する実施例 7 の研磨物品により、最初は同様の切削率が得られたが、実施例 7 の研磨物品によって得られた総切削は約 5000 の試験サイクル後のバックングからの凝集砥粒のシェリングによって制限された。

20

【0235】

実施例 9 の研磨物品は一定の切削率を維持し、これは試験の持続時間にわたって最低から最高まで約 18% の範囲内で間隔切削によって測定された。比較例 G の研磨物品の間隔切削によって測定された切削率は、試験の持続時間にわたって約 34% 着実に増大した。比較例 H の研磨物品は一定の切削率を維持し、これは最初のいくつかの試験間隔にわたって間隔切削によって測定されたが、次いでワークピースが研磨被覆によってバックングに摩耗されると急激に低下した。間隔切削によって測定された実施例 8 および 10 の研磨物品の切削率は同様であるが、切削率は実施例 7 および 9 の研磨物品によって得られた約半分であることが間隔切削によって測定された。

30

【0236】

実施例 7 ~ 11 の凝集砥粒の強度を、破碎試験を用いて測定した。各試験には篩い分けした約 5 グラムの凝集砥粒を用いた。凝集砥粒をエポキシ樹脂の実験ベンチトップ上に注入し、手で広げて個別の粒子に分離した。約 0.039 in (1 mm) ~ 約 0.078 in (2 mm) である凝集砥粒を選別し、フラット圧縮足取付け部 (Shimpo Instruments 社 (Lincolnwood, IL) より入手; モデル番号 FGV-50) を備えたフォースゲージを用いて破碎した。フォースゲージの読み値は 0 ~ 60 lbf (0 ~ 267 N) であった。フォースゲージのフラット圧縮足は破碎される凝集砥粒上およびこれに接触する水平位置に保持され、凝集砥粒が破損されるまで手で一定の力を加えた (破損は可聴音および/または感触で測定した)。凝集砥粒を破損させるために加えた最大限の力 (すなわち破碎試験値) を記録し、試験を繰り返した。表 3 に報告した破碎試験値は、所定の凝集砥粒実施例の少なくとも 40 の試料の平均であった。

40

【0237】

【表 3】

表 3

	実施例 7	実施例 8	実施例 9	実施例 10	実施例 11
平均破碎試験値、lb.(N)	17.4 (77.5)	22.3 (99.2)	7.78 (34.6)	10.2 (45.4)	9.7 4 (3.1)
標準偏差、lb.(N)	2.9 (12.9)	3.2 (14.4)	1.85 (8.2)	2.79 (12.4)	2.6 (11.6)

【 0 2 3 8 】

10

本発明の様々な修正や変更は、本発明の範囲および趣旨から逸脱することなく当業者には明らかであろうし、本発明はここに記載された例示的な実施形態に過度に限定されないことを理解すべきである。

【 図面の簡単な説明 】

【 図 1 】 本発明による凝集砥粒を含む被覆研磨物品の部分断面概略図。

【 図 2 】 本発明による砥粒を含む接合研磨物品の透視図。

【 図 3 】 本発明による凝集砥粒を含む不織研磨物品の拡大概略図。

【 図 4 】 本発明による凝集砥粒の実施形態を作成するためのアセンブリの一部概略図。

【 図 5 】 本発明による例証の凝集砥粒の概略図。

【 図 6 】 本発明による例証の凝集砥粒の写真。

20

【 図 7 】 本発明および様々な比較例による例証の凝集砥粒の様々な研削データのグラフ。

【 図 8 】 本発明および様々な比較例による例証の凝集砥粒の様々な研削データのグラフ。

【 図 9 】 本発明および様々な比較例による例証の凝集砥粒の様々な研削データのグラフ。

【 図 1 0 】 本発明および様々な比較例による例証の凝集砥粒の様々な研削データのグラフ

。

【 図 1 1 a 】 本発明および様々な比較例による例証の凝集砥粒の様々な研削データのグラフ。

【 図 1 1 b 】 本発明および様々な比較例による例証の凝集砥粒の様々な研削データのグラフ。

【 図 1 2 】 本発明による他の例証の凝集砥粒の概略側面立面図。

30

【 図 1 3 】 本発明による複数の凝集砥粒を製造するための装置の概略側面図。

【 図 1 4 】 装置の前部を切り欠いて、装置内部の部分が露出した、本発明による複数の凝集砥粒を製造するための装置の一部の透視図。

【 図 1 5 】 図 1 4 に示す装置に用いるスクリーンの一部の透視図。

【 図 7 】

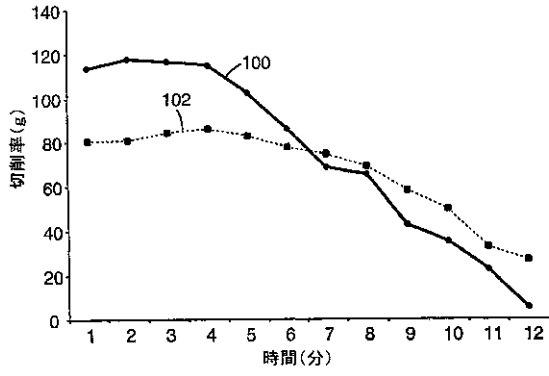


Fig. 7

【 図 8 】

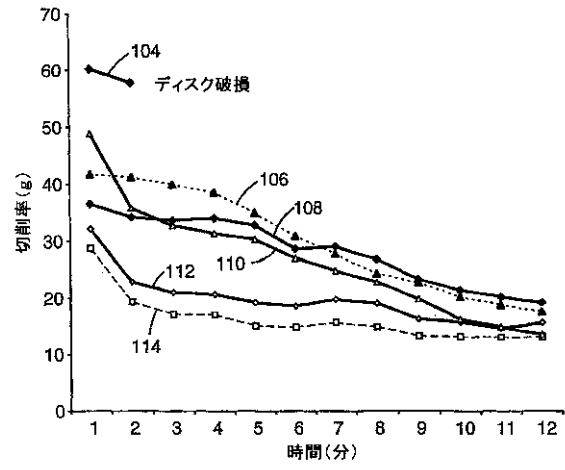


Fig. 8

【 図 9 】

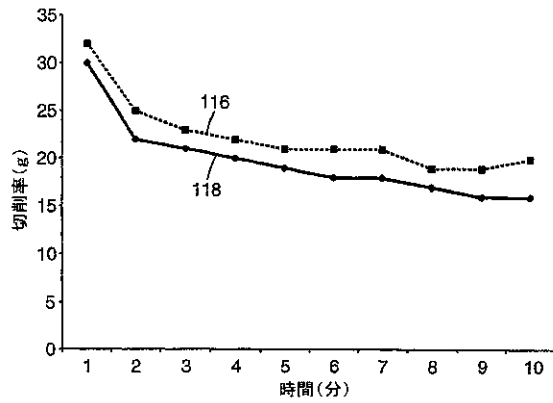


Fig. 9

【 図 10 】

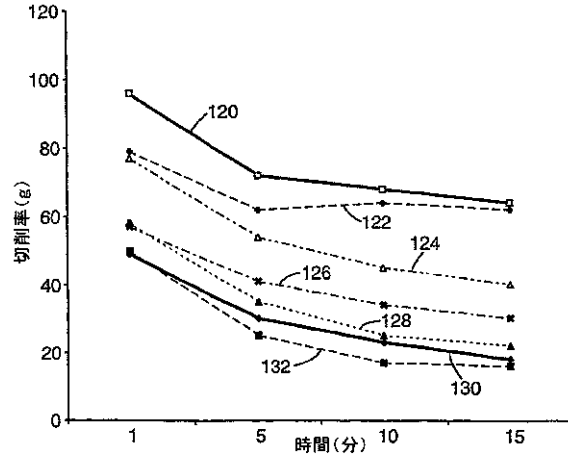


Fig. 10

【 図 1 1 a 】

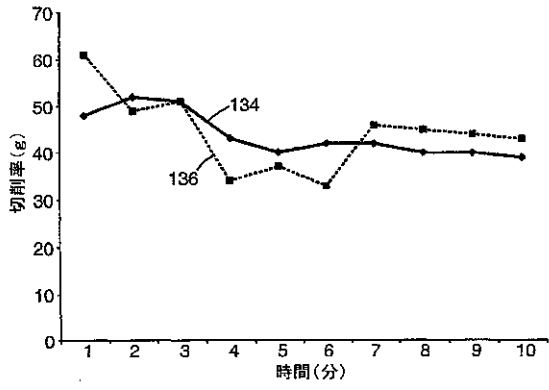


Fig. 11a

【 図 1 1 b 】

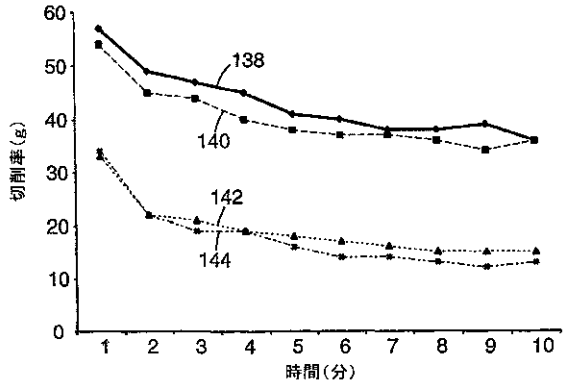


Fig. 11b

【国際公開パンフレット】

(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
11 April 2002 (11.04.2002)

PCT

(10) International Publication Number
WO 02/28980 A2

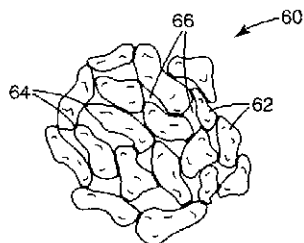
- (51) International Patent Classification: C09K 3/14
- (21) International Application Number: PCT/US01/42525
- (22) International Filing Date: 5 October 2001 (05.10.2001)
- (25) Filing Language: English
- (26) Publication Language: English
- (30) Priority Data:
 - 60/238,844 6 October 2000 (06.10.2000) US
 - 60/238,826 6 October 2000 (06.10.2000) US
- (71) Applicant: 3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY (US); 3M Center, Post Office Box 33127, Saint Paul, MN 55133 3427 (US).
- (81) Designated States (national): AF, AG, AI, AM, AU, AT (utility model), AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, CZ (utility model), DE, DE (utility model), DK, DK (utility model), DM, DZ, EC, EE, EG (utility model), ES, FI, FI (utility model), GB, GD, GE, GH, GM, GR, HT, HU, 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, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SK (utility model), SL, TH, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, VN, YU, ZA, ZW.
- (84) Designated States (regional): ARIPO patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SI, SZ, UZ, ZW); Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, UJ, UZ); European patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR); OAPI patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NI, SN, TD, TG).



- (72) Inventors: WOOD, William P.; Post Office Box 33427, Saint Paul, MN 55133 3427 (US); MCARDLE, James L.; Post Office Box 33427, Saint Paul, MN 55133 3427 (US).
- (74) Agents: ALLEN, Gregory, D. et al.; Office of Intellectual Property Counsel, Post Office Box 33427, Saint Paul, MN 55133 3427 (US).
- Published: without international search report and to be republished upon receipt of that report
- For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette.

(54) Title: AGGLOMERATE ABRASIVE GRAIN AND A METHOD OF MAKING THE SAME

WO 02/28980 A2



(57) Abstract: Agglomerate abrasive grain is disclosed. The agglomerate abrasive grain can be incorporated into abrasive products such as cement abrasives, bonded abrasives, non woven abrasives, and abrasive brushes. A method of making agglomerate abrasive grain is also disclosed.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

**AGGLOMERATE ABRASIVE GRAIN AND
A METHOD OF MAKING THE SAME**

FIELD OF THE INVENTION

5 This invention relates to agglomerate abrasive grain comprising a plurality of abrasive particles bonded together via a sintered, alumina-based bonding material, and a method of making the agglomerate abrasive grain. The agglomerate abrasive grain can be incorporated into a variety of abrasive articles, including bonded abrasives, coated abrasives, nonwoven abrasives, and abrasive brushes.

10

BACKGROUND OF THE INVENTION

There are a variety of abrasive particles (e.g., diamond particles, cubic boron nitride particles, fused abrasive particles (including fused alumina, heat treated fused alumina, fused alumina zirconia, and the like), and sintered, ceramic abrasive particles (including sol-gel-derived abrasive particles) known in the art. In some abrading applications, the abrasive particles are used in loose form or a slurry, while in others the particles are incorporated into abrasive products (including: bonded abrasives, coated abrasives and nonwoven abrasives).

15 Bonded abrasives typically comprise a plurality of abrasive particles bonded together to form a shaped mass. Coated abrasives typically comprise a plurality of abrasive particles bonded to a backing. Nonwoven abrasives typically comprise a plurality of abrasive particles bonded onto and into a lofty, porous, nonwoven substrate. Typical bonding materials for bonded abrasives are organic binders, vitreous binders, and metallic binders, while for coated and nonwoven abrasives they are typically organic binders. Criteria used in selecting abrasive particles used for a particular abrading application typically include: abrading life, rate of cut, substrate surface finish, grinding efficiency, and product cost.

20 The abrasive industry and their customers are continually looking for ways to improve one or more of these abrading criteria. For the past one hundred years or so, fused alumina abrasive particles have been widely utilized. Fused alumina abrasive particles are typically made by charging a furnace with an alumina source (such as aluminum ore or bauxite), as well as other desired additives, heating the material above its

25
30

WO 02/28980

PCT/US01/42525

melting point, cooling the melt to provide a solidified mass, crushing the solidified mass into particles, and then screening and grading the particles to provide the desired abrasive particle size distribution. Over the past thirty years or so, there have been numerous inventions and developments concerning abrasive particles. One of these inventions was the development of co-fused alumina-zirconia abrasive particles. Additional information on alumina-zirconia abrasive particles can be found, for example, in U.S. Pat. Nos. 3,891,408 (Rowse et al.), 3,781,172 (Pett et al.), 3,893,826 (Quinan et al.), 4,126,429 (Watson), 4,457,767 (Poon et al.), and 5,143,522 (Gibson et al.).

Although fused alpha alumina abrasive particles and fused alumina-zirconia abrasive particles are still widely used in abrading applications (including those utilizing coated and bonded abrasive products), the premier abrasive particles for many abrading applications since about the mid-1980's are sol-gel-derived alpha alumina particles (also referred to as sintered, ceramic alpha alumina particles). The sol-gel-derived alpha alumina abrasive particles may have a microstructure made up of very fine alpha alumina crystallites, with or without the presence of secondary phases added (see, e.g., U.S. Pat. Nos. 4,314,827 (Leitheiser et al.), 4,518,397 (Leitheiser et al.), 4,623,364 (Cottringer et al.), 4,744,802 (Schwabel), 4,770,671 (Monroe et al.), 4,881,951 (Wood et al.), 4,960,441 (Pellow et al.), (Pellow), 5,139,978 (Wood), 5,201,916 (Berg et al.), 5,366,523 (Rowenhorst et al.), 5,429,647 (Larmie), 5,547,479 (Conwell et al.), 5,498,269 (Larmie), 5,551,963 (Larmie), and 5,725,162 (Garg et al.)).

Coated abrasives tend to be "more flexible" than bonded abrasives; thus coated abrasives are widely utilized where the abrasive article needs to conform to the workpiece surface. Coated abrasives tend to have one or several layers of abrasive particles. It is generally preferred to orient these abrasive particles to enhance their cutting ability. However in some instances during the initial abrading, coated abrasives provide relatively very high cut rates. With time, the cut rate diminishes until the coated abrasive no longer provides acceptable cut rates.

To address the inconsistent cut rates with time, agglomerate abrasive grains have been developed (see, e.g., U.S. Pat. Nos. 3,928,949 (Wagner), 4,132,533 (Lohmer), 4,311,489 (Kressner), 4,393,021 (Eisenberg), 4,562,275 (Bloecher et al.), 4,799,939 (Bloecher et al.), 5,318,604 (Gorsuch), 5,550,723 (Holmes et al.), and 5,975,988 (Christiansen)). In the case of coated abrasives, these agglomerate abrasive grains are

WO 02/28980

PCT/US01/42525

bonded to the backing to form an abrasive article. The agglomerate abrasive grains typically comprises a plurality of abrasive particles bonded together with a binder; usually an organic binder or inorganic binder.

One disadvantage with these abrasive agglomerate particles is that they are composite particles (i.e., abrasive particles and binder). The binder may adversely influence the abrading characteristics of the agglomerate grain. What is desired in the industry is a coated abrasive that provides a relatively long life and a cut rate that is relatively consistent over time.

Bonded abrasives are three dimensional in structure. Ideal bonded abrasive abrade the workpiece and when the abrasive particles are worn and dulled, these abrasive particles are expelled from the bonded abrasive to expose new, fresh cutting abrasive particles. Inadequate adhesion between the abrasive particles and the bond material, can lead to premature release of the abrasive particles from the abrasive article. If the abrasive particles are prematurely released, the resulting bonded abrasive life is typically less than desired. What is desired in the industry is a bonded abrasive that exhibits good adhesion between the abrasive particles and the bond material.

In another aspect, to minimize inventory, and other associated manufacturing associated costs, it is typically preferred to make an abrasive grain that provides good grinding performance (e.g., long life, high cut rates, consistent cut rates, consistent surface finish and the like) in both coated abrasive and bonded abrasive applications. What is desired often in a coated abrasive is an abrasive grain that exhibits long life. What is desired often in a bonded abrasive is long life associated with good adhesion between the abrasive particles and the bonded abrasive binder.

SUMMARY OF THE INVENTION

The present invention provides agglomerate abrasive grain comprising a plurality of abrasive particles bonded together via sintered bonding material. The abrasive particles may comprise one or more abrasive particles including, but not limited to, fused aluminum oxide (including white fused alumina, heat-treated aluminum oxide, and brown aluminum oxide), silicon carbide, boron carbide, titanium carbide, diamond, cubic boron nitride, garnet, fused alumina-zirconia, sintered alpha alumina-based abrasive particles, and the like. Preferably, the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50

WO 02/28980

PCT/US01/42525

percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material. The bonding material may comprise, on a theoretical oxide basis, at least 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95, 97, 98, 99, 99.5, or even 100 (i.e., consists essentially of) percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material. In another aspect, the bonding material typically is at least 70, 75, 80, 85, 90, 95, 97, 98, 99, 100 percent crystalline.

In some embodiments of the present invention, the agglomerate abrasive grain may comprise a plurality of abrasive particles bonded together with a sintered, crystalline ceramic bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight crystalline Al_2O_3 , based on a total metal oxide content of the bonding material, and wherein the abrasive particles preferably have an average particle size of at least 5 micrometers. The average particle size of the particles in the agglomerate abrasive grain may be, at least 6, 7, 8, 9, 10, 15, 20, 25, or 30 micrometers, or larger.

In other embodiments of the present invention, the agglomerate abrasive grain according to the present invention may comprise a plurality of abrasive particles bonded together with a sintered, bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight crystalline Al_2O_3 , based on a total metal oxide content of the bonding material, the abrasive particles have a density of at least 85% of theoretical density, and the agglomerate abrasive grain has a porosity value of at least 15 percent. Desirably, the abrasive particles have a density of at least 90% (at least 95%, at least 96%, at least 97%, at least 98%, at least 98.5%, at least 99%, or even at least 99.5%) of theoretical density. In another aspect, desirably the agglomerate abrasive grain has a porosity value of at least 15 (at least 20, at least 25, at least 30, at least 35, at least 40, at least 45, at least 50, at least 55, or at least 60) percent.

The agglomerate abrasive grain of the present invention typically have a porosity value (determined as described in the Examples, below) of, in increasing order of preference, at least 10%, 15%, or 20%. Preferably, the porosity value is, in increasing order of preference, in the range from about 15% to about 60%, about 20% to about 50%, or about 30% to about 45%.

In one exemplary embodiment, the present invention provides agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline abrasive particles bonded

WO 02/28980

PCT/US01/42525

together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, and wherein the agglomerate abrasive grain has a porosity value in the range from 10 to about 60 percent.

5 Another exemplary embodiment of the present invention provides agglomerate abrasive grain comprising a plurality of polycrystalline abrasive particles bonded together with a sintered, crystalline ceramic bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight crystalline Al_2O_3 , based on a total metal oxide content of the bonding material, the abrasive particles have a density of at least 85% of theoretical density, and the agglomerate abrasive grain has a porosity value of at least 10 percent.

Embodiments of abrasive grain according to the present invention may have an abrasive particle size distribution within the abrasive grain, which varies depending on the desired properties and specific use of the abrasive grain. Typically, at least three (typically at least four, five, six, seven, eight, nine, ten, fifteen, twenty, thirty, or forty) of the largest abrasive particles in the abrasive grain of the present invention have substantially the same volume. In another aspect, at least three (typically at least four, five, six, seven, eight, nine, ten, fifteen, twenty, thirty, or forty) of the largest abrasive particles in the abrasive grain of the present invention may be greater than 20, 25, 30, 40, or even 50 micrometers in size. In another aspect, the plurality of abrasive particles may have at least a bi-modal distribution, and wherein the average particle size of a first distribution of the particles is at least 25 percent (more typically at least 100 percent, or even at least 200 percent) by volume larger than the average particle size of a second distribution of the particles.

20 In another exemplary embodiment, the present invention provides agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the agglomerate abrasive grain comprises, on a theoretical oxide basis, at least 85% by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the agglomerate abrasive grain, and wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 20 micrometers in size.

30 In addition to abrasive particle size and size distribution, the crystal size of the crystals within abrasive grain according to the present invention may vary as desired. Preferably, the abrasive particles of agglomerate abrasive grain according to the present

WO 02/28980

PCT/US01/42525

invention are comprised of crystals (e.g., alpha alumina crystals) having an average crystal size less than 10 micrometers (preferably, less than 5 micrometers, more preferably, less than 1 micrometer).

5 In one exemplary embodiment, the present invention provides agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered polycrystalline abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, wherein the crystalline abrasive particles are comprised of crystals having an average size less than 10 micrometers, and
10 wherein at least three of the largest abrasive particles have substantially the same volume.

In another exemplary embodiment, the present invention provides agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based
15 on the total metal oxide content of the bonding material, wherein the crystalline abrasive particles are comprised of crystals having an average size less than 10 micrometers, and wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 20 micrometers in size.

The present invention also provides methods for making agglomerate abrasive grain. Embodiments of such methods includes those comprising contacting a plurality of
20 particles (i.e., abrasive particles, precursor abrasive particles, or a combination thereof) with a precursor bonding material such that the particles agglomerate together (provides a precursor agglomerate abrasive grain); and heating the agglomerated particles at at least one temperature for a time sufficient to convert the agglomerated particles into
25 agglomerate abrasive grain according of the present invention. An example of suitable precursor abrasive particles for use in the methods of the present invention is boehmite-based particles. Exemplary precursor bonding materials include crystalline ceramic oxide precursor materials such as boehmite (e.g., boehmite sols, and optionally metal oxides (e.g., alumina) and/or precursors thereof (e.g., metal nitrates).

30 Further, for example, embodiments of agglomerate abrasive grain according to the present invention may be made by a method comprising:

WO 02/28980

PCT/US01/42525

contacting a plurality of at least one of abrasive particles or precursor abrasive particles with a precursor bonding material such that the particles agglomerate together; and

5 heating the agglomerated particles at at least one temperature for a time sufficient to convert the agglomerated particles into agglomerate abrasive grain comprising a plurality of abrasive particles bonded together with a sintered bonding material; wherein the sintered bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight crystalline Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material; and wherein the abrasive particles of the agglomerate abrasive grain have an average
10 particle size of at least 5 micrometers.

Agglomerate abrasive grain of the present invention may also be made by a method comprising:

15 contacting a plurality of at least one of abrasive particles or precursor abrasive particles with a precursor bonding material such that the particles agglomerate together; and

heating the agglomerated particles at at least one temperature for a time sufficient to convert the agglomerated particles into agglomerate abrasive grain comprising a plurality of abrasive particles bonded together with a sintered bonding material; wherein the sintered bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by
20 weight crystalline Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material; and wherein the heat-treated abrasive particles have a density of at least 85% of theoretical density, and the agglomerate abrasive grain has a porosity value of at least 10 percent.

Embodiments of agglomerate abrasive grain according to the present invention may be formed from abrasive particle, precursor abrasive particle, or combination thereof
25 may be used in the methods of the present invention to form agglomerate abrasive grain. An exemplary method according to the present invention comprises:

contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid (e.g., water) such that a plurality of the precursor particles agglomerate together; and

30 heating the agglomerated particles at at least one temperature for a time sufficient to provide the agglomerate abrasive grain.

In some embodiments, it may be desirable to form an agglomerate abrasive grain, wherein the largest abrasive particles of the agglomerate abrasive grain have substantially the same volume. In these embodiments, the present invention provides a method for

WO 02/28980

PCT/US01/42525

making agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, and wherein at least three of the largest abrasive particles have substantially the same volume, the method comprising:

5 contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid (e.g., water) such that a plurality of the precursor particles agglomerate together; and heating the agglomerated particles at at least one temperature for a time sufficient to provide the agglomerate abrasive grain.

The present invention is directed to a method for making agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, and wherein at least three of the largest abrasive particles have substantially the same volume, the method comprising:

15 contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid (e.g., water) such that a plurality of the precursor particles agglomerate together;

20 drying the agglomerated precursor particles;

calcining the dried agglomerated precursor particles to provide porous agglomerated precursor particles;

25 impregnating the porous agglomerated precursor particles with a composition comprising liquid (e.g., water) and at least one of metal oxide or metal oxide precursor; and

heating the impregnated, agglomerated precursor particles at at least one temperature for a time sufficient to provide the agglomerate abrasive grain.

In some embodiments, it may be desirable to form an agglomerate abrasive grain, wherein the largest abrasive particles of the agglomerate abrasive grain are at least a given particle size. In these embodiments, the present invention provides a method for making agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding

WO 02/28980

PCT/US01/42525

material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, and wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 20 micrometers in size, the method comprising:

- 5 contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid (e.g., water) such that a plurality of the precursor particles agglomerate together; and
 heating the agglomerated particles at at least one temperature for a time sufficient to provide the agglomerate abrasive grain.

10 The present invention also provides a method for making agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, and wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 20 micrometers in size, the method comprising:

- 15 contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid (e.g., water) such that a plurality of the precursor particles agglomerate together;
 drying the agglomerated precursor particles;
 calcining the dried agglomerated precursor particles to provide porous
20 agglomerated precursor particles;
 impregnating the porous agglomerated precursor particles with a composition comprising liquid (e.g., water) and at least one of metal oxide or metal oxide precursor; and
 heating the impregnated, agglomerated precursor particles at at least one
25 temperature for a time sufficient to provide the agglomerate abrasive grain.

 In these embodiments, the present invention provides a method for making agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the agglomerate abrasive grain comprises, on a theoretical oxide basis, at
30 least 85% by weight alumina, based on the total metal oxide content of the agglomerate abrasive grain, and wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 20 micrometers in size, the method comprising:

WO 02/28980

PCT/US01/42525

contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid (e.g., water) such that a plurality of the precursor particles agglomerate together; and heating the agglomerated particles at at least one temperature for a time sufficient to provide the agglomerate abrasive grain.

5 The present invention also provides a method for making agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the agglomerate abrasive grain comprises, on a theoretical oxide basis, at least 85% by weight alumina, based on the total metal oxide content of the agglomerate abrasive grain, and
10 wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 20 micrometers in size, the method comprising:

contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid (e.g., water) such that a plurality of the precursor particles agglomerate together;

drying the agglomerated precursor particles;

15 calcining the dried agglomerated precursor particles to provide porous agglomerated precursor particles;

impregnating the porous agglomerated precursor particles with a composition comprising liquid (e.g., water) and at least one of metal oxide or metal oxide precursor; and

20 heating the impregnated, agglomerated precursor particles at at least one temperature for a time sufficient to provide the agglomerate abrasive grain.

In yet other embodiments, it may be desirable to form agglomerate abrasive grain, wherein the agglomerate abrasive grain has a desired porosity value. In these
25 embodiments, the present invention provides a method for making agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, and wherein the agglomerate abrasive grain has a porosity value in the range from 10 to 60 percent, the
30 method comprising:

contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid (e.g., water) such that a plurality of the precursor particles agglomerate together; and

WO 02/28980

PCT/US01/42525

heating the agglomerated particles at at least one temperature for a time sufficient to provide the agglomerate abrasive grain.

The present invention also provides a method for making agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, and wherein the agglomerate abrasive grain has a porosity value in the range from 10 to 60 percent, the method comprising:

10 contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid (e.g., water) such that a plurality of the precursor particles agglomerate together;
drying the agglomerated precursor particles;

calcining the dried agglomerated precursor particles to provide porous agglomerated precursor particles;

15 impregnating the porous agglomerated precursor particles with a composition comprising liquid (e.g., water) and at least one of metal oxide or metal oxide precursor; and

heating the impregnated, agglomerated precursor particles at at least one temperature for a time sufficient to provide the agglomerate abrasive grain.

20 Optionally, methods for making embodiments of agglomerate abrasive grain according to the present invention optionally include utilizing curable binder precursor material, ceramic binder precursor material in forming precursor agglomerate abrasive grain, and at least partially curing the ceramic binder precursor material when converting the precursor agglomerate abrasive grain into agglomerate abrasive grain according to the present invention .

25 The present invention further provides abrasive articles of manufacture. Agglomerate abrasive grain according to the present invention may be incorporated into various abrasive articles such as coated abrasives, bonded abrasives (including vitrified and resinoid grinding wheels), nonwoven abrasives, and abrasive brushes. The abrasive articles typically comprise agglomerate abrasive grain according to the present invention and binder.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

Typically, agglomerate abrasive grain according to the present invention are sufficiently porous to advantageously allow binder to penetrate therein. This feature is particularly advantageous for coated and bonded abrasive articles. Further with regard to coated abrasives, preferred agglomerate abrasive grain according to the present invention can have a long life and relatively consistent cut rate. In another aspect, embodiments of agglomerate abrasive grain according to the present invention may be made having a desired level of porosity and/or bond strength between abrasive particles in order to provide preferential wearing of the agglomerate abrasive grain. Such preferential wearing of the agglomerate abrasive grain may be particularly desirable for bonded abrasive articles.

Alternatively, for example, agglomerate abrasive grain according to the present invention may be used as in loose form, including in abrasive slurries and as shot blast media.

The present invention also provides a method of abrading a surface, said method comprising:

contacting at least agglomerate abrasive grain according to the present invention, with a surface of a workpiece; and

moving at least one the agglomerate abrasive grain or the surface relative to the other to abrade at least a portion of the surface with the agglomerate abrasive grain.

In this application:

"Crystalline ceramic, metal oxide bonding material" refers to ceramic, metal oxide bonding material that is at least 60% by volume crystalline.

"Substantially the same volume" means the volume of each relevant particle has a volume that is within fifty percent of the average volume of the relevant particles (i.e., if the three largest particles are to have substantially the same volume, each of the three largest particles have a volume that is within fifty percent of the average volume of the three largest particles);

"Alpha alumina-based abrasive particle or bonding material" as used herein refers to an abrasive particle comprising, on a theoretical oxide basis, at least 50% by weight Al_2O_3 , wherein at least 40% by weight of the total amount of alumina is present as alpha alumina, based on the total metal oxide content of the particle or bonding material, respectively.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

“Abrasive particle precursor” or “unsintered abrasive particle” refers to a dried dispersion (i.e., “dried abrasive particle precursor”) or a calcined dispersion (i.e., “calcined abrasive particle precursor”), typically in the form of particles, that has a density of less than 80% (typically less than 60%) of theoretical, and is capable of being sintered or impregnated with an impregnation composition and then sintered to provide a sintered abrasive particle.

“Boehmite-based precursor particle” refers to a precursor abrasive particle comprising at least 50 by weight boehmite, based on the total solids content of the particle.

“Sintering” refers to a process of heating at a temperature below the melting temperature of the material being heated to provide densification and crystallite growth to provide a tough, hard, and chemically resistant ceramic material. Sintered abrasive particles are not made by a fusion process wherein heating is carried out at a temperature above the melting temperature of the material being heated.

BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWING

FIG. 1 is a fragmentary cross-sectional schematic view of a coated abrasive article including agglomerate abrasive grain according to the present invention;

FIG. 2 is a perspective view of a bonded abrasive article including abrasive grain according to the present invention;

FIG. 3 is an enlarged schematic view of a nonwoven abrasive article including agglomerate abrasive grain according to the present invention;

FIG. 4 is a schematic of a portion of an assembly for making embodiments of agglomerate abrasive grain according to the present invention;

FIG. 5 is a schematic of exemplary agglomerate abrasive grain according to the present invention;

FIG. 6 is a photograph of exemplary agglomerate abrasive grain according to the present invention;

FIGS. 7, 8, 9, 10, 11a, and 11b are graphs of various grinding data of exemplary agglomerate abrasive grain according to the present invention, as well as various comparative examples;

FIG. 12 is a schematic side view in elevation of another exemplary agglomerate abrasive grain according to the present invention;

WO 02/28980

PCT/US01/42525

FIG. 13 is a schematic side view illustrating a device for making a plurality of agglomerate abrasive grain according to the present invention;

FIG. 14 is a perspective view of a portion of a device for making the plurality of agglomerate abrasive grain according to the present invention, with a front portion of the device cut away to expose a portion of the interior of the device; and

FIG. 15 is a perspective view of a portion of the screen used in the device shown in FIG. 14.

DETAILED DESCRIPTION

Agglomerate abrasive grain according to the present invention comprise a plurality of abrasive particles bonded together via a sintered, crystalline ceramic oxide bonding material. The sintered, bonding material desirably comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight crystalline Al_2O_3 , based on a total metal oxide content of the bonding material. Agglomerate abrasive grain may be prepared, for example, using processes, wherein (1) abrasive particles and/or abrasive particle precursors agglomerate via a precursor bonding material, and/or (2) a bonding material and/or abrasive particle precursor material form a sintered, crystalline bonding material when sufficiently heated.

Embodiments of agglomerate abrasive grain according to one aspect of the present invention, can be made, for example, by contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid (e.g., water) such that a plurality of the precursor particles agglomerate together, and heating the agglomerated particles to at least one temperature for a time sufficient to provide the agglomerate abrasive grain. When the dried boehmite-based precursor particles are contacted with a liquid (e.g., water), at least the outer portion of the particles soften and become sticky. Such particles tend to stick together forming agglomerates. When these agglomerates of boehmite-based precursor particles are heated at a temperature (including one or more temperatures) for a time sufficient to convert the precursor materials into sintered, alpha alumina-based material, agglomerated abrasive grain according to the present invention is produced. An exemplary agglomerate abrasive grain according to the present invention is shown in FIG. 6. Agglomerate abrasive grain of FIG. 6 is comprised of sintered alpha alumina-based abrasive particles 62 bonded together by alpha alumina-based bonding material 64 with

WO 02/28980

PCT/US01/42525

porosity 66 between the agglomerated particles (i.e., there is open porosity between the particles).

Dried, boehmite-based precursor particles can be made by techniques known in the art (see, e.g., U.S. Pat. Nos. 4,314,827 (Leitfeiser et al.), 4,518,397 (Leitfeiser et al.), 4,623,364 (Cottringer et al.), 4,744,802 (Schwabel), 4,770,671 (Monroe), 4,744,802 (Schwabel), 4,848,041 (Kruschke), 4,881,951 (Wood et al.), 4,964,883 (Morris et al.), 5,139,978 (Wood), 5,164,348 (Wood), 5,201,916 (Berg et al.), 5,219,006 (Wood), 5,219,806 (Wood), 5,429,647 (Larmie), 5,498,269 (Larmie), 5,551,963 (Larmie), 5,593,647 (Monroe), 5,611,829 (Monroe et al.), and 5,645,619 (Erickson et al.)). Dried, boehmite-based precursor particles are typically made from a dispersion comprised of liquid medium and boehmite (typically alpha alumina monohydrate and boehmite commonly referred to in the art as "pseudo" boehmite (i.e., $Al_2O_3 \cdot xH_2O$, wherein $x=1$ to 2)).

Suitable boehmites include those formerly marketed under the trade designation "HIQ" (e.g., "HIQ-10," "HIQ-20," "HIQ-30," and "HIQ-40") from Alcoa Industrial Chemicals, and those commercially available under the trade designations of "DISPERAL" from Sasol of Johannesburg, South Africa (formerly from Condea GmbH, Hamburg, Germany), and "DISPAU" (e.g., "DISPAL 23N480") and "CATAPAL" (e.g., "CATAPAL D") from Condea Vista Company, Houston, TX. These boehmites or alumina monohydrates are in the alpha form, and include relatively little, if any, hydrated phases other than monohydrates (although very small amounts of trihydrate impurities can be present in some commercial grade boehmite, which can be tolerated).

The preferred liquid medium is typically water, although organic solvents, such as lower alcohols (typically C_{1-6} alcohols), hexane, or heptane, may also be useful as the liquid medium. The water may be, for example, tap water, distilled water or deionized water.

The dispersion may further comprise peptizing agents. These peptizing agents are generally soluble ionic compounds that are believed to cause the surface of a particle or colloid to be uniformly charged in a liquid medium (e.g., water). The preferred peptizing agents are acids or acid compounds. Examples of typical acids include monoprotic acids and acid compounds, such as acetic, hydrochloric, formic, and nitric acid, with nitric acid being preferred. The amount of acid used depends, for example, on the dispersibility of

WO 02/28980

PCT/US01/42525

the boehmite, the percent solids of the dispersion, the components of the dispersion, the amounts, or relative amounts of the components of the dispersion, the particle sizes of the components of the dispersion, and/or the particle size distribution of the components of the dispersion. For boehmite, the dispersion typically contains at least, 0.1% to 20%, preferably 1% to 10% by weight acid, and most preferably 3% to 8% by weight acid, based on the weight of boehmite in the dispersion.

In some instances, the acid may be applied to the surface of the boehmite particles prior to being combined with the water. The acid surface treatment may provide improved dispersibility of the boehmite in the water.

Suitable methods for mixing the dispersion include ball milling, vibratory milling, attrition milling, and/or high shear mixing (colloid mills). High shear mixing is the preferred mixing method.

In some instances, the dispersion gels prior to the drying step. The pH of the dispersion and the concentration of ions in the dispersion are critical in determining how fast the dispersion gels. Typically, the pH is in the range of about 1.5 to 4. Further, the addition of modifier oxide material or other additive may result in the dispersion gelling.

The dispersion typically comprises greater than 15% by weight (generally from greater than 20% to about 80% by weight; typically greater than 30% to about 80% by weight) solids (or alternatively boehmite), based on the total weight of the dispersion. Certain preferred dispersions, however, comprise 35% by weight or more, 45% by weight or more, 50% by weight or more, 55% by weight or more, 60% by weight or more and 65% by weight or more by weight or more solids (or alternatively boehmite), based on the total weight of the dispersion. Weight percents of solids and boehmite above about 80 wt-% may also be useful, but tend to be more difficult to process to make the particles. For additional details regarding relatively high solids dispersions, see, e.g., U.S. Pat. Nos. 5,776,214 (Wood), 5,779,743 (Wood), 5,893,935 (Wood), and 5,988,478 (Wood).

A high solids dispersion is typically, and preferably, prepared by gradually adding a liquid component(s) to a component(s) that is non-soluble in the liquid component(s), while the latter is mixing or tumbling. For example, a liquid containing water, nitric acid, and metal salt may be gradually added to boehmite, while the latter is being mixed such that the liquid is more easily distributed throughout the boehmite.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

Boehmite-based dispersions may be heated to increase the dispersibility of the alpha alumina monohydrate and/or to create a homogeneous dispersion. The temperature may vary to convenience, for example the temperature may range from about 20°C to 80°C, usually between 25°C to 75°C. Alternatively, the dispersion may be heated under a pressure ranging from 1.5 to 130 atmospheres of pressure.

The dispersion is typically prepared by adding the various components and then mixing them together to provide a homogenous mixture. For example, boehmite is typically added to water that has been mixed with nitric acid. The other components are added before, during, or after the boehmite is added.

The dispersion may further comprise "nucleating material." A nucleating material refers to material that enhances the transformation of transitional alumina(s) to alpha alumina via extrinsic nucleation. The nucleating material can be a nucleating agent (i.e., material having the same or approximately the same crystalline structure as alpha alumina, or otherwise behaving as alpha alumina) itself (e.g., alpha alumina seeds, alpha Fe₂O₃ seeds, or alpha Cr₂O₃ seeds) or a precursor thereof. Other nucleating agents may include Ti₂O₃, MnO₂, Li₂O, and titanates (e.g., magnesium titanate and nickel titanate).

Sources of iron oxide include hematite (i.e., α -Fe₂O₃), as well as precursors thereof (i.e., goethite (α -FeOOH), lepidocrocite (γ -FeOOH), magnetite (Fe₃O₄), and maghemite (γ -Fe₂O₃)). Suitable precursors of iron oxide include any iron-containing material that, when heated, will convert to α -Fe₂O₃.

Suitable iron oxide sources can be prepared by a variety of techniques well known in the art. For example, a dispersion of hematite (α -Fe₂O₃) can be prepared by the thermal treatment of iron nitrate solutions, as is described, for example, by E. Matijevic et al., *J. Colloidal Interface Science*, **63**, 509-24 (1978), and B. Voigt et al., *Crystal Research Technology*, **21**, 1177-83 (1986). Lepidocrocite (γ -FeOOH) can be prepared, for example, by the oxidation of Fe(OH)₂ with a NaNO₂ solution. Maghemite (γ -Fe₂O₃) can be obtained, for example, by dehydrating γ -FeOOH in a vacuum. γ -FeOOH can also be converted to α -Fe₂O₃, for example, by heating or grinding γ -FeOOH in air. Goethite (α -FeOOH) can be synthesized, for example, by air oxidation of ferrous hydroxide or by aging a dispersion of ferric hydroxide at an elevated temperature and high pH. Additional information on the preparation of oxides of iron can be found, for example, in the articles

WO 02/28980

PCT/US01/42525

by R.N. Sylva, Rev. Pure Applied Chemistry, 22, 15 (1972), and T. Misawa et al., Corrosion Science, 14 131 (1974).

The type of iron oxide source employed to make abrasive grain described herein can vary. Preferably, it is a crystalline particulate material. Such particulate material can be spherical, acicular, or plate-like, depending upon the crystallinity of the particles and/or the method of preparation. Whatever the shape of the particulate material, it preferably has a surface area of at least about 60 m²/g (more preferably, at least about 80 m²/g, and most preferably, at least about 100 m²/g) and an average particle size of less than about 1 micrometer (more preferably, less than about 0.5 micrometer). In this context, "particle size" is defined by the longest dimension of a particles. In preferred embodiments, the crystalline particles are acicular with an aspect ratio of at least about 2:1. One particularly preferred material has acicular particles with a length of about 0.04-0.1 micrometer and a width of about 0.01-0.02 micrometer. Such particles can be obtained from a variety of suppliers of magnetic media pigment such as Magnox Pulaski, Inc., Pulaski, VA.

The surface area of the particulate source of iron oxide can be measured, for example, by nitrogen absorption using a Quantasorb System OS-10 from Quantachrome Corp. of Boynton Beach, FL. The particle size can be determined by measuring the longest dimension of the particle using a variety of techniques. For example, the particle size can be measured using a Transmission Electron Microscope, whereby a micrograph is taken of a collection of the particles at appropriate magnification and then the size of the particles is measured. Another measurement technique is Quasi Elastic Light Scattering in which a stream of light is scattered by the particles. The particle size is determined by numerical analysis of the fluctuations of the intensity of light scattered by the particles.

The presence of very small amounts of Fe₂O₃ particulate (e.g., with as little as 0.01 wt-% Fe₂O₃, on a theoretical oxide basis) is believed to aid in nucleating the transformation of transitional alumina(s) to alpha alumina. It is also believed to aid in densifying the alpha alumina at a temperature lower than densification would occur without the iron oxide (i.e., in abrasive grain made in the same manner but without the source of Fe₂O₃).

Additional details regarding nucleating materials are also disclosed, for example, in U.S. Pat. Nos. 4,623,364 (Coltringer et al.), 4,744,802 (Schwabel), 4,964,883 (Morris et

WO 02/28980

PCT/US01/42525

al.), 5,139,978 (Wood), 5,219,806 (Wood), 5,611,829 (Monroe et al.), and 5,645,619 (Erickson et al.).

The dispersion may further comprise other metal oxide sources (i.e., materials that are capable of being converting into metal oxide with the appropriate heating conditions), sometimes referred to as a metal oxide modifiers. Such metal oxide modifiers may alter the physical properties and/or chemical properties of the resulting abrasive particle. The amount of these other metal oxides incorporated into the initial mixture and/or impregnation composition may depend, for example, on the desired composition and/or properties of the sintered abrasive particle, as well as on the effect or role the additive may have on or play in the process used to make the abrasive particles. The other metal oxides may be added to the initial mixture as a metal oxide (e.g., a colloidal suspension or a sol) and/or as a precursor (e.g., a metal salt such as metal nitrate salts, metal acetate salts, metal citrate salts, metal formate salts, and metal chloride salts).

Examples of other metal oxide modifiers include: praseodymium oxide, dysprosium oxide, samarium oxide, cobalt oxide, zinc oxide, neodymium oxide, yttrium oxide, ytterbium oxide, magnesium oxide, nickel oxide, lanthanum oxide, gadolinium oxide, sodium oxide, zirconium oxide, dysprosium oxide, europium oxide, hafnium oxide, and erbium oxide, as well as manganese oxide, chromium oxide, titanium oxide, and ferric oxide which may or may not function as nucleating agents.

Metal oxide precursors include metal nitrate salts, metal acetate salts, metal citrate salts, metal formate salts, and metal chloride salts. Metal nitrate, acetate, citrate, formate, and chloride salts can be made by techniques known in the art, or obtained from commercial sources such as Alfa Chemicals of Ward Hill, MA and Mallinckrodt Chemicals of Paris, KY. Examples of nitrate salts include magnesium nitrate ($Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$), cobalt nitrate ($Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$), nickel nitrate ($Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$), lithium nitrate ($LiNO_3$), manganese nitrate ($Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$), chromium nitrate ($Cr(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$), yttrium nitrate ($Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$), praseodymium nitrate ($Pr(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$), samarium nitrate ($Sm(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$), neodymium nitrate ($Nd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$), lanthanum nitrate ($La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$), gadolinium nitrate ($Gd(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$), dysprosium nitrate ($Dy(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$), europium nitrate ($Eu(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$), ferric nitrate ($Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$), zinc nitrate ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$), erbium

WO 02/28980

PCT/US01/42525

nitrate ($\text{Er}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), zirconium nitrate, zirconium oxynitrate ($\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$), and zirconium hydroxynitrate. Examples of metal acetate salts include magnesium acetate, cobalt acetate, nickel acetate, lithium acetate, manganese acetate, chromium acetate, yttrium acetate, praseodymium acetate, samarium acetate, ytterbium acetate, neodymium acetate, lanthanum acetate, gadolinium acetate, dysprosium acetate, and zirconyl acetate ($\text{ZrO}(\text{CH}_3\text{COO})_2$).

A common preferred use of metal oxide modifiers is to decrease the porosity of the sintered abrasive particle and thereby increase the density. Additionally certain metal oxide precursors (e.g., nucleating materials which are, or transform into, nucleating agents, or materials that otherwise behave as nucleating agents) may reduce the temperature at which the transitional aluminas transform into alpha alumina. Certain metal oxides may react with the alumina to form a reaction product and/or form crystalline phases with the alpha alumina, which may be beneficial during use of the abrasive particles in abrading applications. Thus the selection and amount of metal oxide will depend in part upon the processing conditions and the desired abrading properties of the abrasive particles.

The oxides of cobalt, nickel, zinc, and magnesium, for example, typically react with alumina to form a spinel, whereas zirconia and hafnia typically do not react with the alumina. Alternatively, for example, the reaction products of dysprosium oxide and gadolinium oxide with aluminum oxide are generally garnet. The reaction products of praseodymium oxide, ytterbium oxide, erbium oxide, and samarium oxide with aluminum oxide generally have a perovskite and/or garnet structure. Yttria can also react with the alumina to form $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ having a garnet crystal structure. Certain rare earth oxides and divalent metal cations react with alumina to form a rare earth aluminate represented by the formula $\text{LnMAAl}_1\text{O}_9$, wherein Ln is a trivalent metal ion such as La^{3+} , Nd^{3+} , Ce^{3+} , Pr^{3+} , Sm^{3+} , Gd^{3+} , Er^{3+} , or Eu^{3+} , and M is a divalent metal cation such as Mg^{2+} , Mn^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} , or Co^{2+} . Such aluminates have a hexagonal crystal structure. A preferred rare earth aluminate is $\text{MgLaAl}_1\text{O}_9$.

The dispersion may be extruded by techniques known in the art (see, e.g., U.S. Pat. No. 4,348,041 (Kruschke), 5,776,214 (Wood), 5,779,743 (Wood), 5,893,935 (Wood), and 5,908,478 (Wood)).

In general, techniques for drying the dispersion are known in the art, including heating to promote evaporation of the liquid medium, or simply drying in air. The drying

WO 02/28980

PCT/US01/42525

step generally removes a significant portion of the liquid medium from the mixture; however, there still may be a minor portion (e.g., about 10% or less by weight) of the liquid medium present in the dried mixture. Typical drying conditions include temperatures ranging from about room temperature to over about 200°C, typically between 50°C to 150°C. The times may range from about 30 minutes to over days. To minimize salt migration, it may be desirable to dry the dispersion at low temperature.

After drying, the dried dispersion may be converted into precursor particles. One typical technique to generate these precursor particles is by crushing. Various crushing or comminuting techniques may be employed such as a roll crusher, jaw crusher, hammer mill, ball mill and the like. Coarser particles may be recrushed to generate finer particles. It is also preferred that the dried mixture be crushed, as, for example, it is generally easier to crush dried mixture versus the sintered alpha alumina based abrasive particles.

Alternatively, for example, the dispersion may be converted into precursor particles prior to drying. This may occur for instance if the mixture is processed into a desired particle shape and particle size distribution. Alternatively, for example, the dispersion may be molded into a triangular shape particle and then dried. Additional details concerning triangular shaped particles may be found in U.S. Pat. No. 5,201,916 (Berg et al.).

Alternatively, for example, the dried dispersion is shaped into lumps with a high volatilizable content which then are explosively comminuted by feeding the lumps directly into a furnace held usually at a temperature(s) between 600°C to 900°C.

Although boehmite-based precursor particles are desired in numerous embodiments of the present invention, other precursor particles may be used to form abrasive particles and agglomerate abrasive grain of the present invention. Other precursor abrasive particles are disclosed, for example, in U.S. Pat. Nos. 5,593,467 (Monroe), 5,645,618 (Monroe et al.), and 5,651,801 (Monroe et al.). The other precursor abrasive particles may be processed similarly as described above with regard to the processing of boehmite-based precursor particles.

Precursor agglomerate abrasive grain can be made by agglomerating a plurality of dried boehmite-based particles, other precursor abrasive particles, and/or abrasive particles. An example of an assembly for agglomerating dried boehmite-based particles is shown in FIG. 4. Dried boehmite-based particles 42 are fed into rotating disc

WO 02/28980

PCT/US01/42525

agglomerator 43 via feeder 41. Examples of feeders include augers, gravity feeders, vibratory beds or feeders, or conveyor systems. Liquid (e.g., water, acidified water, boehmite sol, or a boehmite sol (including a sol made from a acidified water) comprising at least one of metal oxide or precursor thereof) 44 is sprayed onto dried boehmite-based particles 42. A plurality of dried boehmite-based particles 42 agglomerate and overflow out of agglomerator 43. The agglomerated boehmite-based particles 45 can then be further process (including sintering the particles and bond material) to provide agglomerate abrasive grain according to the present invention. As shown, agglomerated boehmite-based particles 45 fall onto belt 46 and are transported through drying oven 47. Dried agglomerated boehmite-based particles 48 are collected in bin 49. Examples of other equipment which may be useful in making agglomerate abrasive grain according to the present invention include drum agglomerators, roll briquetters, roll compactors, screw extruders, ring extruders, plow mills, Erich mixers, and landcaster mixers.

The manner and rate of introducing the dried boehmite-based particles, the manner and rate of introducing the liquid, the settings for agglomerator, and other aspects of making the agglomerated dried boehmite-based particles may be dependent, for example, on the composition of the dried boehmite-based particles, the size of the dried boehmite-based particles, the composition of the liquid, the specific agglomerator used, as well as on each other.

Typically, the preferred liquid is water, although organic solvents, such as lower alcohols (typically C₁₋₆ alcohols), hexane, or heptane, may also be useful as the liquid. The water may be tap water, distilled water or deionized water. Optionally, the liquid may comprise acid (such as those described above for addition to the dispersions), NH₄(OH), metal oxide, and/or metal oxide precursors (including nucleating agents and materials) such as those described above for addition to the dispersions, as well as, alpha alumina particles and/or alpha alumina precursors (e.g., boehmite).

For a disc pelletizer (agglomerator) (obtained from Fecco, Corp. Green Bay, WI), it has been found that the preferred rotational speed is typically about 5-70 revolutions per minute (rpm), more preferably about 20-40 rpm. In part, the preferred rotational speed depends on the angle of the rotating surface. The angle is preferably about 30°-60°, more preferably about 40°-50° or even about 45°.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

Precursor agglomerate abrasive grain can also be made, for example, by providing droplets of liquid to such that the liquid contacts the surface of a static bed of dried boehmite-based particles.

Typically, the agglomerated dried particles (i.e., boehmite-based or otherwise) are dried and calcined prior to sintering. In general, techniques for calcining, wherein essentially all the volatiles are removed, and the various components that were present in a material mixture are transformed into oxides, are known in the art. Such techniques include using a rotary or static furnace to heat the material at temperatures ranging from about 400-1000°C (typically from about 450-800°C) until the free water, and typically until at least about 90 wt% of any bound volatiles are removed.

Embodiments of agglomerate abrasive grain according to the present invention, can be made, for example, by contacting at least one of precursor abrasive particles or abrasive particles (e.g., fused and/or sintered abrasive particles) with a precursor bonding material comprising crystalline ceramic oxide precursor material to form agglomerated particles and heating the agglomerated particles at at least one temperature for a time sufficient to convert the agglomerated particles into agglomerate abrasive grain according of the present invention. Embodiments of the method may include forming dried and/or calcined precursor agglomerate abrasive grain prior to completing conversion of the (precursor) agglomerated particles into agglomerate abrasive grain according of the present invention.

Suitable abrasive particles may comprise any known abrasive particle including fused aluminum oxide (including white fused alumina, heat-treated aluminum oxide, and brown aluminum oxide) abrasive particles, silicon carbide abrasive particles, boron carbide abrasive particles, titanium carbide abrasive particles, diamond abrasive particles, cubic boron nitride abrasive particles, garnet abrasive particles, fused alumina-zirconia abrasive particles, sintered alpha alumina-based (including sol gel-derived alpha alumina-based) abrasive particles, and the like. Suitable precursor abrasive particles may include those abrasive particles described above with repeat to the dried boehmite-based particles, as well as calcined versions thereof.

Precursor bonding material may be and/or comprise crystalline ceramic oxide precursor material such as alumina, alumina precursor material (e.g. boehmite, boehmite sols (for example, as discussed above)), other sinterable ceramic materials and/or

WO 02/28980

PCT/US01/42525

precursors thereof. The precursor bonding material may include one or more of water, organic solvents, peptizing agents, nucleating materials, metal oxides or metal oxide modifiers, metal oxide precursors, and pH modifiers (i.e., acid (such as those described above for addition to the dispersions), and $\text{NH}_4(\text{OH})$).

5 More specifically, for example, embodiments of agglomerate abrasive grain according to the present invention can also be made, for example, by a method comprising:

contacting a composition comprising curable binder precursor material, crystalline ceramic binder precursor material, and a plurality of at least one of abrasive particles or precursor abrasive particles such that the particles agglomerate together; and

10 converting the agglomerated particles into agglomerate abrasive grain (see, e.g., copending application having U.S. Serial No. _____ (Attorney Docket No. 56088US002), filed on the same date as this application. One embodiment of the method includes forming precursor agglomerate abrasive grain from a plurality of at least one of abrasive particles or precursor abrasive particles, curable binder precursor material, and ceramic binder precursor material. A composition comprising a plurality of at least one of abrasive particles or precursor abrasive particles, curable binder precursor material, and ceramic binder precursor material is passed through at least one orifice in a substrate. The resulting agglomerated particles (precursor agglomerate abrasive grain) are separated from the substrate. The precursor agglomerate abrasive grain is converted into agglomerate abrasive grain according to the present invention. Typically, converting the precursor agglomerate abrasive grain includes at least partially curing the curable binder precursor material present in the precursor agglomerate abrasive grain.

As used herein, the expression "curable binder precursor material" refers to any material that is deformable or can be made to be deformed by heat or pressure or both and can be at least partially cured to provide material, such as, for example, precursor agglomerate abrasive grain, that are handleable and collectable. As used herein with respect to curable binder precursor material, the expression "at least partially cured" means "part" or "all" of the curable binder precursor material has been cured to such a degree that it is handleable and collectable. The expression "at least partially cured" does not mean that part or all of the curable binder precursor is always fully cured, but that it is sufficiently cured, after being at least partially cured, to be handleable and collectable.

30

WO 02/28980

PCT/US01/42525

As used herein, the expression "handleable and collectable" refers to material that will not substantially flow or experience a substantial change in shape. Precursor agglomerate abrasive grain and agglomerate abrasive grain that are handleable and collectable tend to remain intact if subjected to an applied force that tends to strain or deform a body. Precursor agglomerate abrasive grain and agglomerate abrasive grain that are not handleable and collectable tend not to remain intact if subjected to an applied force that tends to strain or deform a body.

As used herein, the expression "crystalline ceramic oxide binder precursor material" refers to particulate additives which, when heated to a temperature sufficient to burn out organic materials present in the precursor agglomerate abrasive grain, may subsequently bond together to form a rigid ceramic oxide phase bonding the abrasive particles together and to provide a precursor agglomerate abrasive grain. Crystalline ceramic oxide binder precursor material may include crystalline or non-crystalline ceramic material. Hereinafter, "precursor agglomerate abrasive grain" includes where the crystalline ceramic oxide binder precursor material has not yet bonded together sufficiently to provide precursor agglomerate abrasive grain that is handleable and collectable. Typically, at least a portion of the precursor agglomerate abrasive grain provided by this method have an aspect ratio greater than one.

Hereinafter, "essentially free of solvents" means the composition used to make precursor agglomerate abrasive grain contain less than 10% solvent.

Curable binder precursor can be cured by radiation energy or thermal energy. Typically, radiation curable binder precursor material comprises at least one of epoxy resin, acrylated urethane resin, acrylated epoxy resin, ethylenically unsaturated resin, aminoplast resin having at least one pendant unsaturated carbonyl group, isocyanurate derivatives having at least one pendant acrylate group, isocyanate derivatives having at least one pendant acrylate group, or combinations thereof. Other useful radiation curable binder precursor material includes vinyl ethers.

Epoxyes have an oxirane ring and are polymerized by the ring opening via a cationic mechanism. Useful Epoxy resins include monomeric epoxy resins and polymeric epoxy resins. These resins can vary greatly in the nature of their backbones and substituent groups. For example, the backbone may be of any type normally associated with epoxy resins and substituent groups thereon can be any group free of an active

WO 02/28980

PCT/US01/42525

hydrogen atom that is reactive with an oxirane ring at room temperature. Representative examples of substituent groups for epoxy resins include halogens, ester groups, ether groups, sulfonate groups, siloxane groups, nitro groups, and phosphate groups. Examples of some epoxy resins useful in this invention include 2,2-bis[4-(2,3-epoxypropoxy)phenyl]propane (diglycidyl ether of bisphenol A) and materials under the trade designations "EPON 828", "EPON 1004" and "EPON 1001F", commercially available from Shell Chemical Co., Houston, TX., "DER-331", "DER-332" and "DER-334", commercially available from Dow Chemical Co., Freeport, TX. Other suitable epoxy resins include glycidyl ethers of phenol formaldehyde novolac (e.g., available under the trade designations "DEN-431" and "DEN-428", commercially available from Dow Chemical Co.). The epoxy resins used in the invention can polymerize via a cationic mechanism with the addition of appropriate photoinitiator(s). These resins are further described in U.S. Pat. Nos. 4,318,766 (Smith) and 4,751,138 (Tunney et al.).

Exemplary acrylated urethane resin includes a diacrylate ester of a hydroxy terminated isocyanate extended polyester or polyether. Examples of commercially available acrylated urethane resin include those available under the trade designation "UVITHANE 782" and "UVITHANE 783," from Morton Thiokol Chemical, Moss Point, MS, and under the trade designation "CMD 6600", "CMD 8400", and "CMD 8805", from Radcure Specialties, Pampa, TX.

Exemplary acrylated epoxy resin includes a diacrylate ester of epoxy resin, such as the diacrylate ester of an epoxy resin such as bisphenol. Examples of commercially available acrylated epoxy resin include those available under the trade designation "CMD 3500", "CMD 3600", and "CMD 3700", from Radcure Specialties.

Exemplary ethylenically unsaturated resin includes both monomeric and polymeric compounds that contain atoms of carbon, hydrogen and oxygen, and optionally, nitrogen or the halogens. Oxygen atoms, nitrogen atoms, or both, are generally present in ether, ester, urethane, amide, and urea groups. Ethylenically unsaturated resin typically has a molecular weight of less than about 4,000 and is in one embodiment an ester resulting from the reaction of compounds containing aliphatic monohydroxy groups or aliphatic polyhydroxy groups and Representative examples of other useful acrylates include methyl methacrylate, ethyl methacrylate, ethylene glycol diacrylate, ethylene glycol methacrylate, hexanediol diacrylate, triethylene glycol diacrylate, trimethylolpropane triacrylate, glycerol

WO 02/28980

PCT/US01/42525

5 triacrylate, pentaerythritol triacrylate, pentaerythritol methacrylate, and pentaerythritol tetraacrylate. Other useful ethylenically unsaturated resins include monoallyl, polyallyl, and polymethylallyl esters and amides of carboxylic acids, such as diallyl phthalate, diallyl adipate, and N,N'-diallyladipamide. Still, other useful ethylenically unsaturated resins include styrene, divinyl benzene, and vinyl toluene. Other useful nitrogen-containing, ethylenically unsaturated resins include tris(2-acryloyl-oxethyl)isocyanurate, 1,3,5-tri(2-methacryloxyethyl)-s-triazine, acrylamide, methacrylamide, N-methylacrylamide, N,N-dimethylacrylamide, N-vinylpyrrolidone, and N-vinylpiperidone.

10 Some useful aminoplast resins can be monomeric or oligomeric. Typically, the aminoplast resins have at least one pendant α,β -unsaturated carbonyl group per molecule. These α,β -unsaturated carbonyl groups can be acrylate, methacrylate, or acrylamide groups. Examples of such resins include N-hydroxymethyl-acrylamide, N,N'-oxydimethylenebisacrylamide, ortho and para acrylamidomethylated phenol, acrylamidomethylated phenolic novolac, and combinations thereof. These materials are

15 further described in U.S. Pat. Nos. 4,903,440 (Kirk et al.) and 5,236,472 (Kirk et al.).

Useful isocyanurate derivatives having at least one pendant acrylate group and isocyanate derivatives having at least one pendant acrylate group are further described in U.S. Pat. No. 4,652,274 (Boetcher). One such isocyanurate material is a triacrylate of tris(2-hydroxyethyl)isocyanurate.

20 Examples of vinyl ethers suitable for this invention include vinyl ether functionalized urethane oligomers, commercially available from Allied Signal, Morristown, NJ, under the trade designations "VE 4010", "VE 4015", "VE 2010", "VE 2020", and "VE 4020".

25 Optionally, the composition of a plurality of at least one of abrasive particles or precursor abrasive particles, curable binder precursor material, and ceramic binder precursor material may further comprise initiator selected from the group consisting of photoinitiator, thermal initiator, and combinations thereof. As used herein, a thermal initiator may be used when thermal energy is used in the at least partially curing step, and photoinitiators may be used when ultraviolet and/or visible light is used in the at least partially curing step. The requirement of an initiator may depend on the type of the curable binder precursor used and/or the type of energy used in the at least partially curing step (e.g., electron beam or ultraviolet light). For example, phenolic-based curable binder

WO 02/28980

PCT/US01/42525

precursors typically do not require the addition of an initiator when at least thermally cured. However, acrylate-based curable binder precursors typically do require the addition of an initiator when at least thermally cured. As another example, initiators typically are not required when electron beam energy is used during the at least partially curing step. However, if ultraviolet or visible light is utilized, a photoinitiator is typically included in the composition.

Upon being exposed to thermal energy, a thermal initiator generates a free radical source. The free radical source then initiates the polymerization of the curable binder precursor. Exemplary thermal initiators include organic peroxides (e.g. benzoyl peroxide), azo compounds, quinones, nitroso compounds, acyl halides, hydrazones, mercapto compounds, pyrylium compounds, imidazoles, chlorotriazines, benzoin, benzoin alkyl ethers, diketones, phenones, and mixtures thereof. Azo compounds suitable as thermal initiators in the present invention may be obtained under the trade designations "VAZO 52," "VAZO 64," and "VAZO 67" from E.I. duPont deNemours and Co., Wilmington, DE.

Upon being exposed to ultraviolet or visible light, the photoinitiator generates a free radical source or a cationic source. This free radical or cationic source then initiates the polymerization of the curable binder precursor.

Exemplary photoinitiators that generate a free radical source when exposed to ultraviolet light include, but are not limited to, those selected from the group consisting of organic peroxides (e.g., benzoyl peroxide), azo compounds, quinones, benzophenones, nitroso compounds, acyl halides, hydrazones, mercapto compounds, pyrylium compounds, triacrylimidazoles, bisimidazoles, chloroalkyltriazines, benzoin ethers, benzil ketals, thioxanthenes, and acetophenone derivatives, and mixtures thereof. Examples of photoinitiators that generate a free radical source when exposed to visible radiation are further described, for example, in U.S. Pat. No. 4,735,632 (Oxman et al.).

Cationic photoinitiators generate an acid source to initiate the polymerization of an epoxy resin or a urethane. Exemplary cationic photoinitiators include a salt having an onium cation and a halogen-containing complex anion of a metal or metalloid. Other useful cationic photoinitiators include a salt having an organometallic complex cation and a halogen-containing complex anion of a metal or metalloid. These photoinitiators are further described in U.S. Pat. No. 4,751,138 (Tumey et al.). Another example is an

WO 02/28980

PCT/US01/42525

organometallic salt and an onium salt described in U.S. Pat. No. 4,985,340 (Palazotto et al.). Still other cationic photoinitiators include an ionic salt of an organometallic complex in which the metal is selected from the elements of Periodic Groups IVB, VB, VIB, VIIB, and VIIB. These photoinitiators are further described in U.S. Pat. No. 5,089,536 (Palazotto).

Ultraviolet-activated photoinitiators suitable for the present invention may be obtained under the trade designations "IRGACURE 651", "IRGACURE 184", "IRGACURE 369" and "IRGACURE 819" from Ciba Geigy Company, Winterville, MS, "Lucirin TPO-L", from BASF Corp., Livingston, NJ, and "DAROCUR 1173" from Merck & Co., Rahway, NJ. In one embodiment, the total amount of initiator (either photoinitiator, thermal initiator, or combinations thereof) may be in the range from 0.1 to 10 percent by weight of the curable binder precursor; in another embodiment, from about 1 to about 5 percent by weight of the curable binder precursor. If both photoinitiator and thermal initiator are used, the ratio of photoinitiator to thermal initiator is between about 3.5:1 to about 1:1.

In another aspect, if ultraviolet or visible light energy is used in the at least partially curing step, the composition may also include a photosensitizer. Photosensitizer expands the wavelength at which the initiator or monomer forms free radicals. Exemplary photosensitizers include compounds having carbonyl groups or tertiary amino groups and mixtures thereof. Useful examples of compounds having carbonyl groups are benzophenone, acetophenone, benzil, benzaldehyde, o-chlorobenzaldehyde, xanthone, thioxanthone, 9,10-anthraquinone, and other aromatic ketones. Useful examples of tertiary amines are methyldiethanolamine, ethyldiethanolamine, triethanolamine, phenylmethylethanolamine, and dimethylaminoethylbenzoate. In one embodiment, the amount of photosensitizer in the composition may be in the range from about 0.01 to 10% by weight of the curable binder precursor. In another embodiment, the amount of photosensitizer in the composition may be in the range from about 0.25 to 4% by weight of the curable binder precursor.

Modifying additives are typically included in the curable composition to modify the processing characteristics of the composition (e.g., change viscosity, etc.). Useful examples of modifying additives include coupling agents, wetting agents, flowing agents,

WO 02/28980

PCT/US01/42525

surfactants and combinations thereof. Many additives tend to decompose during the heating step.

5 Coupling agents tend to enhance the adhesion between a solid surface (e.g., abrasive particles) and curable binder precursor. Useful examples of coupling agents suitable for this invention include organo-silanes, zircoaluminates, and titanates. An abrasive particle may also contain a coupling agent on its surface, such as a silane coupling agent.

10 Wetting agents, or surfactants, tend to control rheology of the composition during processing. In general, any type of wetting agent (i.e., anionic, cationic, nonionic, amphoteric, zwitterionic, etc.) can be employed in the composition. Useful examples of wetting agents include those available under the trade designations "INTERWET 33" from Chemie America Interstab Chemicals, New Brunswick, NJ; "FLUORAD" from the 3M Company St. Paul, MN, and "AEROSOL OT" from Rohm Haas, Philadelphia, PA.

15 Flowing agents tend to prevent "caking" of powders during processing. For example, a flowing agent may be used in the present invention to prevent ceramic binder precursor from caking during the forming step. Useful examples of flowing agents include condensates of ethylene oxide and unsaturated fatty acids.

20 In one embodiment of the present invention, a composition is formed into ceramic aggregate precursor particles by passing the composition through an orifice. For example, FIG. 12 illustrates exemplary agglomerate abrasive grain according to the present invention 180. Agglomerate abrasive grain 180 includes plurality of abrasive particles 184 coated by and embedded in crystalline ceramic oxide bonding material 182. Optionally, there may be space 186 void of crystalline ceramic oxide bonding material 182 that is accessible to the outer surface of the agglomerate abrasive grain and suitable to permit fluid penetration. Such fluid penetration allows the agglomerate abrasive grain to possess "surface connected porosity". In one embodiment, agglomerate abrasive grain have an aspect ratio greater than one, and typically in the range from about one to about 30. As used herein, the expression "aspect ratio" with regard to agglomerate abrasive grain is the longest dimension of the agglomerate abrasive grain, L, divided by the shortest dimension of the agglomerate abrasive grain, W. In another embodiment, the agglomerate abrasive grain have an aspect ratio in the range from about one to about 10. And in another

25

30

WO 02/28980

PCT/US01/42525

embodiment, the agglomerate abrasive grain have an aspect ratio in the range from about one to about 3.

In another aspect, agglomerate abrasive grain according to the present invention may have different sizes (e.g., agglomerate abrasive grain with different diameters). For example, in one embodiment, a composition that is passed through a substrate with circular orifice(s) tends to form agglomerate abrasive grain with approximately circular cross-sections of about the same diameter as the orifice(s). In some embodiments, the resulting agglomerate abrasive grain may have a diameter in the range from about 25 micrometers (one mil) to about 12,700 micrometers (500 mils). In another embodiment, for example the agglomerate abrasive grain may have a diameter in the range from about 381 micrometers (15 mils) to about 6350 micrometers (250 mils) in diameter.

In another aspect, agglomerate abrasive grain according to the present invention may be formed by a method that includes as described above have "substantially uniform" (i.e., the dimension does not vary by more than about 20 percent, typically no more than about 10 percent) cross-sectional shapes, as measured along a designated axis.

In another aspect, ceramic agglomerate abrasive grain according to the present invention may have different shapes. For example, the agglomerate abrasive grain may have cross-sectional shapes that are approximately circular or polygonal (e.g., square, triangular, etc.). Agglomerate abrasive grain having an aspect ratio greater than one are typically rod-shaped. In another embodiment, the agglomerate abrasive grain may be crushed to have random shapes.

An exemplary substrate for the method of passing the composition through an orifice(s) may be material with one or more orifices that has sufficient strength to allow a composition to be passed through the orifice(s) without rupturing the substrate. In general, substrates may include, for example, mesh screens (as described, for example, in U.S. Pat. No. 5,090,968 (Pellow)), film dies, spinneret dies, sieve webs (as described, for example, in U.S. Pat. No. 4,393,021 (Eisenberg et al.)) or screens (as described, for example, in U.S. Pat. No. 4,773,599 (Lynch et al.)). In one embodiment of the present invention, substrates include conical screens with circular orifice(s) in the range from about 25 micrometers (one mil) to about 12,700 micrometers (500 mils) in diameter. In another embodiment, substrates include conical screens with circular orifice(s) in the range from about 381 micrometers (15 mils) to about 6350 micrometers (250 mils) in diameter.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

Forming device 118 in FIG. 13 may be any material forming apparatus such as, for example, an extruder, milling/size reducing machine, pelletizer or pan agglomerator. FIG. 14 illustrates preferred forming device 140 which is a size-reducing machine, available from Y-Trou Quadro (U.K.) Limited, Chesham, United Kingdom, under the trade designation "QUADRO COMML." Forming device 140 has impeller 143 mounted on rotatable shaft 144. Shaft 144 and impeller 143 are located in channel 146 having input 148 and output 150. Impeller 143 is shaped and mounted so that gap 152 exists between outer edge 145 of impeller 143 and tapered apertured wall 158 of screen 156 and gap 152 is substantially constant as impeller 143 rotates about shaft 144.

Generally, the cross sectional shape of impeller 143 may be, for example, round, flat or angular flats. Typically, impeller 143 shapes used in the present invention are round. In one embodiment, impeller 143 shapes are arrow-head shaped.

Gap 152 width may range, for example, from 25 micrometers (1 mil) to 5080 micrometers (200 mils). Typically, gap 152 width ranges from 127 micrometers (5 mils) to 1270 micrometers (50 mils).

Adjusting impeller 143 rotation speed to optimize forming ceramic aggregate precursor particles will be readily apparent to one skilled in the art. Typically, impeller 143 rotation speed is from 50 to 3500 rpm.

Channel 146 also contains support 154 shaped and positioned to hold screen 156 so that any material passing from input 148 to output 150 passes through screen 156. Screen 156 is formed to have the tapered apertured wall 158 formed into a frusto-conical shape, with wide end 160 of screen 156 being open and narrow end 162 being at least partially closed. In most uses, it is desirable to have narrow end 162 completely closed. Screen 156 has orifice(s) 164 that are shaped.

As shown in Fig. 15, screen orifice(s) 164 may be shaped to be curved, circular or polygonal, including, for example, triangles, squares and hexagons. Typically, the shape of screen orifice(s) 164 used in the present invention are circular or square. Preferred shapes for screen orifice(s) 164 are square or circular, ranging in size from 381 micrometers (15 mil) to 6350 micrometers (250 mil) in diameter or across.

As can readily be seen from FIG. 14, end 166 of shaft 144 protrudes from channel 146. A power source (not shown) can easily be attached to end 166 of shaft 144 to cause shaft 144 and attached impeller 143 to rotate relative to screen 156. Typically, the power

WO 02/28980

PCT/US01/42525

source is a variable speed electric motor. However, the power source is conventional and many other power sources will be suitable to operate apparatus 140.

In another aspect, embodiments of making agglomerate abrasive grain according to the present invention include at least partially curing curable binder precursor material present in the precursor agglomerate abrasive grain. In one embodiment, for example as illustrated in FIG. 13, the precursor agglomerate abrasive grain are at least partially cured as they fall by gravity through curing zone 124. As shown in FIG. 13, at least partially curing may provide handleable and collectable precursor agglomerate abrasive grain 123, which may be collected in container 130.

The at least partially curing of the ceramic aggregate precursor particles may be caused by energy source 126. Exemplary energy source(s) 126 include thermal and radiation energy. Typically, a radiation energy source(s) is used. Exemplary sources of radiation energy are electron beam, ultraviolet light, visible light, microwave, laser light and combinations thereof.

In one embodiment, ultraviolet light is used as radiation energy source 126 and mirrors 125 are used in curing zone 124 to reflect the ultraviolet waves in a way that intensifies the energy transmitted to the precursor agglomerate abrasive grain. Ultraviolet radiation refers to non-particulate radiation having a wavelength within the range of about 4 to about 400 nanometers, preferably in the range of about 250 to about 400 nanometers. In one embodiment, an apparatus used for at least partially radiation curing is one such as that available from Fusion UV Systems, Inc., Gaithersburg, MD, under the trade designation "DRE 410 Q". In one embodiment, the "DRE 410 Q" radiation apparatus is equipped with, for example, two 600 watt "d" fusion lamps that are set on "high" power.

Visible radiation refers to non-particulate radiation having a wavelength within the range of about 400 to about 800 nanometers. In one embodiment, non-particulate radiation having a wavelength in the range of about 400 to about 550 nanometers is used.

In other embodiments, a thermal energy source(s) may be used. Exemplary sources of thermal energy that may be utilized include electrical or combustion heat sources. In another embodiment, infrared radiation may be used as a source of thermal energy.

The amount of radiation energy needed to at least partially cure the curable binder precursor material to provide handleable and collectable precursor agglomerate abrasive grain may depend upon factors such as, for example, the type of curable binder precursor

WO 02/28980

PCT/US01/42525

material, the type of crystalline ceramic oxide bonding precursor material, residence time in the curing zone, the type of precursor abrasive particles and/or abrasive particles and the type of, if any, optional modifying additives.

Optionally, precursor agglomerate abrasive grain may be further at least partially cured using thermal energy, radiation energy, or combinations thereof. Further at least partially curing may provide precursor agglomerate abrasive grain with different properties such as, for example, increased rigidity for handling and collecting. Typically, precursor agglomerate abrasive grain that are handleable and collectable tend to remain cohesive precursor agglomerate abrasive grain through the method steps. Typically, precursor agglomerate abrasive grain that are not handleable and collectable tend to break apart if they are physically moved at a point during the method steps.

In one embodiment, heating includes the following two-step firing process. The two steps of the firing process are usually performed at separate times, but could be completed sequentially at the same time in one firing furnace cycle. In one embodiment, the first (i.e., calcining) step involves heating the precursor agglomerate abrasive grain from room temperature to a final temperature in the range from about 500°C to about 650°C at a slow rate, typically 2°C per minute and exposing the precursor agglomerate abrasive grain to the final temperature for about 1 to about 4 hours typically, in order to remove cured and/or uncured material, such as, for example, acrylate resin, and to cause the crystalline ceramic oxide binder precursor material to sufficiently bond together to provide handleable and collectable precursor agglomerate abrasive grain. Typically, as heating during the first step progresses, precursor agglomerate abrasive grain Crush Strength decreases to a minimum. This minimum typically occurs upon complete pyrolysis of cured and/or uncured material because the pyrolysis of any cured and/or uncured material leaves spatial voids in the precursor agglomerate abrasive grain and the crystalline ceramic binder precursor material typically has not sufficiently bonded together to provide handleable and collectable precursor agglomerate abrasive grain. However, as heating continues towards the final temperature, the crystalline ceramic binder precursor material typically starts to sufficiently bond together to cause the agglomerate abrasive grain Crush Strength to increase and to provide handleable and collectable agglomerate abrasive grain. Because the material is typically not handleable and collectable upon complete pyrolysis, a static bed is typically used during the first step to minimize applied

WO 02/28980

PCT/US01/42525

forces to the material so that the material remain intact. Examples of firing kilns suitable for static bed firing in the first step include shuttle kilns, roller hearth kilns, pusher plate kilns, and belt furnace kilns. In one embodiment a slow rate of heating, for example 2°C per minute, the precursor agglomerate abrasive grain during the first step is performed to control the rate of pyrolysis of cured and/or uncured material. Typically, relatively fast heating rates tend to cause cured and/or uncured material to decompose into gas(es) at a rate which most likely destroys the precursor agglomerate abrasive grain. Typically, first heating step is a calcining conducted in an oxidizing atmosphere (e.g., air) to aid in complete pyrolysis of any cured and/or uncured material, such as, for example, acrylate resin. The heating times, temperatures, rates, atmosphere, etc. are typically selected to remove organic material from the precursor agglomerate abrasive grain. The presence of organic material during the second heating step is generally undesirable because organic material would tend to thermally decompose during the heating, resulting in the evolution of gas(es), which in turn may lead to fracture of the bonding material.

Typically, in the second firing step, calcined precursor agglomerate abrasive grain are heated to a final temperature in the range from about 650°C to about 1500°C at any desired heating rate. Typically, the calcined precursor agglomerate abrasive grain particles are exposed to the final temperature for one to four hours in order to cause partial or complete densification of the crystalline ceramic oxide bonding precursor material. As used in the present invention, "densification" means the partial or complete elimination of open space within the agglomerate abrasive grain to provide precursor agglomerate abrasive grain with increased particle density (i.e., decreased particle volume per unit particle mass). In one embodiment, heating during the second firing step may occur in a static bed or non-static bed because calcined precursor agglomerate abrasive grain particles are handleable and collectable and remain intact if subjected to an applied force that tends to strain or deform a body. Examples of non-static beds include rotary kiln or fluidized bed firing techniques.

Typically, at least partially cured precursor agglomerate abrasive grain are at least partially coated with a metal oxide particulate to prevent them from sticking to one another during heating. If firing steps are performed at separate times, the precursor agglomerate abrasive grain are typically coated with metal oxide particulate after pre-firing but before the second firing step. In one embodiment, the quantity of metal oxide particulate used to

WO 02/28980

PCT/US01/42525

at least partially coat the precursor agglomerate abrasive grain is approximately 5%-10% by weight of the precursor agglomerate abrasive grain. In one embodiment, metal oxide particulate includes hydrous alumina.

In another embodiment, methods according to the present invention may involve reducing the average size of precursor agglomerate abrasive grain and/or agglomerate abrasive grain after at least partially curing and/or heating respectively. Typically, reducing the average size of the agglomerate abrasive grain is performed using at least one of milling, crushing, or tumbling. In one embodiment, apparatus 140 shown in FIG. 14 may be used to reduce the average size of precursor agglomerate abrasive grain and/or agglomerate abrasive grain.

It is also within the scope of the present invention to impregnate a metal oxide modifier source (typically a metal oxide precursor) into dried or calcined material (including the calcined precursor abrasive particles and/or the calcined bonding material). These metal oxide precursors and metal salts are described above with respect to the dispersion.

Methods of impregnating calcined materials are described in general, for example, in U.S. Pat. No. 5,164,348 (Wood). In general, precursor agglomerate material (dried material or calcined material) is porous. For example, a calcined boehmite-derived agglomerate material typically has pores about 2-15 nanometers in diameter extending therein from an outer surface. The presence of such pores allows an impregnation composition comprising a mixture comprising liquid medium (typically water) and appropriate metal precursor to enter into precursor material. The metal salt material is dissolved in a liquid, and the resulting solution mixed with the porous material. The impregnation process is thought to occur through capillary action.

The liquid used for the impregnating composition is preferably water (including deionized water), an organic solvent, and mixtures thereof. If impregnation of a metal salt is desired, the concentration of the metal salt in the liquid medium is typically in the range from about 5% to about 40% dissolved solids, on a theoretical metal oxide basis. Preferably, there is at least 50 ml of solution added to achieve impregnation of 100 grams

WO 02/28980

PCT/US01/42525

of porous material, more preferably, at least about 60 ml of solution to 100 grams of porous material.

After the impregnation, the resulting impregnated material is typically calcined to remove any volatiles prior to sintering. The conditions for this calcining step are described above.

After the precursor agglomerate abrasive grain is formed and optionally calcined, it is sintered to provide the crystalline bonding material and the abrasive particles. In general, techniques for sintering the precursor material, which include heating at a temperature effective to transform transitional alumina(s) into alpha alumina, to causing all of the metal oxide precursors to either react with the alumina or form metal oxide, and increasing the density of the ceramic material, are known in the art. The precursor material may be sintered by heating (e.g., using electrical resistance, microwave, plasma, laser, or gas combustion) on a batch basis, or a continuous basis. Sintering temperatures usually range from about 1200°C to about 1650°C; typically, from about 1200°C to about 1500°C; more typically, less than 1400°C. The length of time, which the precursor material is exposed to the sintering temperature depends, for example, on particle size, composition of the sinterable material (i.e., abrasive particle precursor and/or bonding material), and sintering temperature. Typically, sintering times range from a few seconds to about 60 minutes (preferably, within about 3-30 minutes). Sintering is typically accomplished in an oxidizing atmosphere, although inert or reducing atmospheres may also be useful.

In some desired embodiment of the present invention, agglomerate abrasive grain comprises sintered alpha alumina-based abrasive particles and bonding material, both of which have a density of at least 85% (preferably, at least 90% and more preferably, at least 95%) of theoretical, and comprise, on a theoretical oxide basis, at least 60% by weight Al_2O_3 , wherein at least 50% by weight of the total amount of alumina is present as alpha alumina, based on the total metal oxide content of the abrasive particle or bonding material, respectively. It is understood however, that the agglomerate abrasive grain itself has a porous structure such as shown and described in FIGS. 5 (above) and 6 (below). Agglomerate abrasive grain according to the present invention typically have a porosity value of, in increasing order of preference, at least 10 %, 15%, or 20%. Preferably, the

WO 02/28980

PCT/US01/42525

porosity value is, in increasing order of preference, in the range from about 15% to about 60%, about 20% to about 50%, or about 30% to about 45%.

Typically, sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles, as well as, the crystalline bonding materials or agglomerate abrasive grain according to the present invention, comprise, on a theoretical metal oxide basis, about 55 to about 99 percent by weight (preferably, about 65 to 95 percent by weight; more preferably, about 70 to about 95 percent by weight; and even more preferably about 80 to 94 percent by weight) Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles, crystalline ceramic bonding material, and/or agglomerate abrasive grain, respectively. Further certain sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles, crystalline ceramic bonding materials, or agglomerate abrasive grains, respectively, preferably comprise, on a theoretical metal oxide basis, about 0.1 to about 10 (preferably, about 0.5 to about 10 percent by weight; more preferably, about 0.75 to about 5; and even more preferably, about 1 to about 3 percent by weight) nucleating agent, based on the total metal oxide content of the sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles, crystalline ceramic bonding material, or agglomerate abrasive grain, respectively.

Some preferred sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles, as well as the crystalline ceramic bonding materials or agglomerate abrasive grain according to the present invention comprise about 0.75 to about 5 (more preferably, about 1 to about 3) percent by weight Y_2O_3 , about 0.75 to about 5 (more preferably, about 1 to about 3) percent by weight La_2O_3 , 0.1 to about 15 (more preferably, about 0.5 to about 10) percent by weight MgO , and about 70 to about 98.4 (more preferably, about 80 to about 98, about 85 to about 97, or about 90 to about 95) percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles, (sintered) crystalline ceramic bonding material, or agglomerate abrasive grain, respectively.

Some preferred sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles, as well as the crystalline ceramic bonding materials or agglomerate abrasive grain according to the present invention comprise 0 to about 15 (more preferably, about 1 to about 10) percent by weight ZrO_2 , 0 to about 15 (more preferably, about 1 to about 10, even more preferably, about 2 to about 5) percent by weight MgO , about 0.1 to about 10 (more preferably, about 0.1 to about 5, and even more preferably, about 0.5 to about 3) percent by weight nucleating agent (e.g., alpha Fe_2O_3 or alpha Al_2O_3), 0 to about 5 (more preferably,

WO 02/28980

PCT/US01/42525

about 0.1 to about 3, and even more preferably, about 0.5 to about 2) percent by weight SiO₂, and about 70 to about 99 (more preferably, about 80 to about 98, about 85 to about 97, or about 90 to about 95) percent by weight Al₂O₃, based on the total metal oxide content of the sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles, crystalline ceramic bonding material, or agglomerate abrasive grain, respectively.

Some preferred sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles, as well as the crystalline ceramic bonding materials or agglomerate abrasive grain according to the present invention comprise about 0.8 to about 2 (more preferably, about 1.2 to about 1.6) percent by weight Y₂O₃, about 0.8 to about 2 (more preferably, about 1.2 to about 1.6) percent by weight La₂O₃, about 0.8 to about 2 (more preferably, about 1.2 to about 1.6) percent by weight Nd₂O₃, about 0.8 to about 2 (more preferably, about 1.2 to about 1.6) percent by weight MgO, and about 96.8 to about 92 percent by weight Al₂O₃, based on the total metal oxide content of the sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles, crystalline ceramic bonding material, or agglomerate abrasive grain, respectively.

Generally, the preferred abrasive particles have a length in the range from about 100 to about 5000 micrometers (typically in the range from about 100 to about 3000 micrometers), although other sizes are also useful, and may even be preferred for certain applications. In another aspect, the preferred abrasive particles typically have an aspect ratio of at least 1.2:1 or even 1.5:1, sometimes at least 2:1, and alternatively, at least 2.5:1.

Typically, for sintered, crystalline alpha alumina-based abrasive particles, for example, the composition and microstructure of the crystalline ceramic, metal oxide bonding material can be the same or substantially the same as sintered, crystalline alpha alumina-based abrasive particles. The composition and/or microstructure of the crystalline ceramic, metal oxide bonding material and the sintered, crystalline alpha alumina-based abrasive particles, however, may be different. For example, the liquid used in forming agglomerated particles (e.g., agglomerated dried boehmite-based particles) may include metal oxide particulate and/or precursors thereof that provide the resulting crystalline ceramic bonding material with a composition and/or microstructure that is different than that of sintered, crystalline alpha alumina-based abrasive particles when used. Further, for example, migration of a metal oxide precursor present in precursor abrasive particles (e.g., dried boehmite-based particles) may also lead to differences in the composition and/or microstructure between the sintered, crystalline alpha alumina-based abrasive particles and

WO 02/28980

PCT/US01/42525

the crystalline ceramic oxide bonding material. It is also within the scope of the present invention for the abrasive particles to include crystalline alpha alumina-based abrasive particles of more than one composition and/or microstructure, and/or types of abrasive particles such as fused aluminum oxide (including white fused alumina, heat-treated aluminum oxide, and brown aluminum oxide), silicon carbide, boron carbide, titanium carbide, diamond, cubic boron nitride, garnet, and fused alumina-zirconia abrasive particles. For example, the agglomerates can be formed using two or more different formulations of precursor abrasive particles (e.g., dried boehmite-based particles) and/or other abrasive particles (e.g., fused alumina, etc. or sintered alpha-alumina particles) in combination with a formulation(s) of dried boehmite-based particles.

The degree of crystallinity of the crystalline ceramic oxide bonding material can be determined using powder x-ray diffraction using known methods or procedures. For example, x-ray powder diffraction data can be collected employing a Philips vertical reflection geometry diffractometer (Philips Analytical (Division of Philips Electronics North America), Natick MA) using copper K_{α} radiation, and proportional detector registry of the scattered radiation. In this procedure, the diffractometer is equipped with variable entrance slits, fixed exit slits, and graphite diffracted beam monochromator. Step-scans are conducted within the 5 to 80 degree (2θ) scattering angle range using a 0.04 degree step size and 4 second dwell time. Generator settings are 45 kV and 35 mA. Analysis of the resulting data is performed using software obtained from Philips Analytical under the trade designation "PHILIPS PC-AFD".

Crystalline phases are identified based on observed diffraction peaks and aided by use of diffraction patterns contained within the ICDD Powder Diffraction Database (International Centre for Diffraction Data (ICDD), Newtown Square, PA). Amounts of crystalline phases are estimated by comparison of observed relative peak intensities after removal of background intensity.

Some embodiments of agglomerate abrasive grain according to the present invention have a generally spherical in shape, although it may also, for example, be randomly shape or have a predetermined shape associated with them. The shape may be, for example, a block, cylinder, pyramid, rod, coin, square, or the like. Techniques for making various shaped agglomerate abrasive grain include shaping agglomerate abrasive grain precursor in molds, or forcing abrasive agglomerate precursor slurries through a

WO 02/28980

PCT/US01/42525

substrate with one or more orifices, e.g., a sieve, mesh screen.. Agglomerate abrasive grain can also be made, for example, by crushing relatively large pieces of agglomerated abrasive particles into smaller pieces.

5 Agglomerate abrasive grain according to the present invention typically have particle sizes ranging from about 20 to about 10,000 micrometers, more typically about 20 to about 5000 micrometers, preferably, about 100 micrometers to about 2500 micrometers, and more preferably, about 250 micrometers to about 1500 micrometers.

10 Abrasive precursor particles (e.g., dried precursor abrasive particles) dried precursor agglomerate abrasive grain, and calcined precursor agglomerate abrasive grain, as well as, agglomerate abrasive grain according to the present invention, may be screened and graded using techniques known in the art. For example, the dried particles are typically screened to a desired size prior to forming precursor agglomerate abrasive grain.

15 Typically, screening and grading is done using the well known techniques and standards for ANSI (American National Standard Institute), FEPA (Federation Europeenne des Fabricants de Produits Abrasifs), or JIS (Japanese Industrial Standard) grade abrasive grain. Examples of ANSI grades are ANSI 24, ANSI 36, ANSI 40, ANSI 50, ANSI 60, and ANSI 80. Examples of FEPA grades are P8, P12, P16, P24, P36, P40, P54, P60, P80, P100, and P120. Examples of JIS grades are JIS JIS8, JIS12, JIS16, JIS24, JIS36, JIS40, JIS54, JIS60, JIS80, JIS100, and JIS120. Agglomerate abrasive grain according to the
20 present invention can be made using such "in-grade" abrasive particles. Alternatively, for example, agglomerate abrasive grain according to the present invention can be made using even narrower distributions of particle sizes.

It may be desirable for agglomerate abrasive grain according to the present invention to comprise at least two distinct grades of abrasive particles (i.e., a first larger
25 grade, and a second smaller grade). One measurement of the size of a sample of graded abrasive particles is the median particle size or D_{50} . As used herein "median particle size" or " D_{50} " for a sample of abrasive particles is equal to the abrasive particle size (typically specified as a diameter) for which 50% of the volume of the sample comprises abrasive particles which are smaller than the median volume particle size. As used herein "median
30 particle size ratio" or " D_{50} ratio" refers to the median particle size of the larger grade of abrasive particles in the agglomerate abrasive grain divided by the median particle size of any smaller grade of abrasive particles in the agglomerate abrasive grain. For example, for

WO 02/28980

PCT/US01/42525

agglomerate abrasive grain according to the present invention comprising first and second abrasive particle grades having median particle sizes of 100 micrometer and 50 micrometers, respectively, the median particle size ratio or D_{50} ratio is equal to 2. In agglomerate abrasive grain according to the present invention, the median particle size ratio is preferably about 2 or greater, more preferably about 3 or greater, most preferably about 5 or greater, and particularly most preferably about 7 or greater. It is also within the scope of the present invention to have more than two abrasive particle grades in the abrasive article. For example, the abrasive particle size distribution may contain three distinct grades of abrasive particle.

In some embodiments of agglomerate abrasive grains according to the present invention the mixture of at least two distinct grades of abrasive particles results in a distribution of abrasive particles sizes having at least two Gaussian-like, or bell-shaped curves. This distribution is evident when the particle size distribution is measured and displayed as a graph having particle size plotted along the x-axis, and the total number of particles having a given particle size plotted along the y-axis. For additional details regarding two distinct grades of abrasive particles, see, for example, U.S. Pat. No. 5,942,015 (Culler et al.).

It should be noted that although the median particle size ratio for any two grades of abrasive particles is preferably about 2 or greater, this does not preclude having abrasive particles of the same size in each grade. Since each abrasive particle grade comprises a distribution of abrasive particle sizes, overlap of the distributions is not precluded. For example, an abrasive grade having a D_{50} of 30 micrometers and an abrasive grade having a D_{50} of 60 micrometers may both contain abrasive particles having a size of 45 micrometers. As the D_{50} ratio increases the range of particle sizes common to both grades decreases.

Typically, agglomerate abrasive grain according to the present invention containing two grades of abrasive particles comprise from about 10% to about 90% by weight of the larger grade of abrasive particles and from about 90% to about 10% of the smaller grade of abrasive particles. More preferably, the agglomerate abrasive grain according to the present invention comprise from about 25% to about 75% by weight of the larger grade of abrasive particles and from about 25% to about 75% by weight of the smaller grade of abrasive particles. Most preferably, the larger grade of abrasive particle is about 60% by

WO 02/28980

PCT/US01/42525

weight and the smaller grade of abrasive particles is about 40% by weight. Agglomerate abrasive grain according to the present invention comprising more than two grades of abrasive particles typically comprise from about 10% to 50% by weight of the larger grade of abrasive particles and from about 50% to about 90% by weight for all smaller grades of abrasive particles. If there are two or more of the smaller abrasive particle grades, these grades may be present in equal or unequal amounts.

It is also within the scope of the present invention to coat the agglomerate abrasive grain with a surface coating such as described in U.S. Pat. Nos. 1,910,440 (Nicholson), 3,041,156 (Rowse), 4,997,461 (Markhoff-Matheny et al.), 5,009,675 (Kunz et al.), 5,011,508 (Wald et al.), 5,042,991 (Kunz et al.), and 5,213,591 (Celikkaya et al.).

It is within the scope of this invention to impregnate the abrasive agglomerate particle after the abrasive agglomerate particle is formed. In many instances the abrasive agglomerate will have porosity associated with it. The abrasive agglomerate may be impregnated with a composition to at least partially fill in some of this porosity. One such composition is a mixture of a grinding aid and a binder, preferably an organic binder.

Grinding aids encompass a wide variety of different materials and can be inorganic or organic based. Examples of chemical groups of grinding aids include waxes, organic halide compounds, halide salts and metals and their alloys. Examples of such materials include chlorinated waxes like tetrachloronaphthalene, pentachloronaphthalene, and polyvinyl chloride. Examples of halide salts include sodium chloride, potassium cryolite, sodium cryolite, ammonium cryolite, potassium tetrafluoroborate, sodium tetrafluoroborate, silicon fluorides, potassium chloride, and magnesium chloride. Examples of metals include, tin, lead, bismuth, cobalt, antimony, cadmium, iron, and titanium. Other miscellaneous grinding aids include sulfur, organic sulfur compounds, graphite, and metallic sulfides. It is also within the scope of the present invention to use a combination of different grinding aids, and in some instances this may produce a synergistic effect. The preferred grinding aid is cryolite; the most preferred grinding aid is potassium tetrafluoroborate.

Agglomerate abrasive grain according to the present invention can be used in conventional abrasive products, such as coated abrasive products, bonded abrasive products (including vitrified, resinoid, and metal bonded grinding wheels, cutoff wheels,

WO 02/28980

PCT/US01/42525

mounted points, and honing stones), nonwoven abrasive products, and abrasive brushes. Typically, abrasive products (i.e., abrasive articles) include binder and abrasive particles (which in practicing the present invention includes abrasive particles agglomerated together in the form of agglomerate abrasive grain according to the present invention), secured within the abrasive product by the binder. Methods of making such abrasive products and using abrasive products are well known to those skilled in the art. Furthermore, agglomerate abrasive grain according to the present invention can be used in abrasive applications that utilize slurries of abrading compounds (e.g., polishing compounds), milling media, shot blast media, vibratory mill media and the like.

Coated abrasive products generally include a backing, abrasive material, and at least one binder to hold abrasive particles (which in practicing the present invention includes abrasive particles agglomerated together in the form of agglomerate abrasive grain according to the present invention) onto the backing. The backing can be any suitable material, including cloth, polymeric film, fibre, nonwoven webs, paper, combinations thereof, and treated versions thereof. The binder can be any suitable binder, including an inorganic or organic binder (including thermally curable resins and radiation curable resins). The abrasive particles can be present in one layer or in two layers of the coated abrasive product.

An example of a coated abrasive product is depicted in FIG. 1. Referring to this figure, coated abrasive product 1 has a backing (substrate) 2 and abrasive layer 3. Abrasive layer 3 includes agglomerate abrasive grain according to the present invention 4 secured to a major surface of backing 2 by make coat 5 and size coat 6. In some instances, a supersize coat (not shown) is used.

Bonded abrasive products typically include a shaped mass of abrasive particles (which in practicing the present invention includes abrasive particles agglomerated together in the form of agglomerate abrasive grain according to the present invention), held together by an organic, metallic, or vitrified binder. Such shaped mass can be, for example, in the form of a wheel, such as a grinding wheel or cutoff wheel. The diameter of grinding wheels typically is about 1 cm to over 1 meter; the diameter of cut off wheels about 1 cm to over 80 cm (more typically 3 cm to about 50 cm). The cut off wheel thickness is typically about 0.5 mm to about 5 cm, more typically about 0.5 mm to about 2 cm. The shaped mass can also be in the form, for example, of a honing stone, segment,

WO 02/28980

PCT/US01/42525

mounted point, disc (e.g. double disc grinder) or other conventional bonded abrasive shape. Bonded abrasive products typically comprise about 3-50% by volume bond material, about 30-90% by volume abrasive material, up to 50% by volume additives (including grinding aids), and up to 70% by volume pores, based on the total volume of the bonded abrasive product. Typically, grinding wheels have at least 10%, 20%, or even porosity.

A preferred form is a grinding wheel. Referring to FIG. 2, grinding wheel 10 is depicted, which includes agglomerate abrasive grain according to the present invention 11, molded in a wheel and mounted on hub 12. An advantage that embodiments of agglomerate abrasive grain according to the present invention may offer in a bonded abrasive such as a grinding wheel may be room for chip clearance during metal removal. That is, the porosity present in certain embodiments of agglomerate abrasive grain according to the present invention may provide room for chip clearance during metal removal.

Nonwoven abrasive products typically include an open porous lofty polymer filament structure having abrasive particles (which in practicing the present invention includes abrasive particles agglomerated together in the form of agglomerate abrasive grain according to the present invention), distributed throughout the structure and adherently bonded therein by an organic binder. Examples of filaments include polyester fibers, polyamide fibers, and polyaramid fibers. In FIG. 3, a schematic depiction, enlarged about 100x, of a typical nonwoven abrasive product is provided. Such a nonwoven abrasive product comprises fibrous mat 50 as a substrate, onto which agglomerate abrasive grain according to the present invention 52 are adhered by binder 54.

Useful abrasive brushes include those having a plurality of bristles unitary with a backing (see, e.g., U.S. Pat. Nos. 5,427,595 (Pihl et al.), 5,443,906 (Pihl et al.), 5,679,067 (Johnson et al.), and 5,903,951 (Ionta et al.)). Preferably, such brushes are made by injection molding a mixture of polymer and abrasive particles (which in practicing the present invention includes abrasive particles agglomerated together in the form of agglomerate abrasive grain according to the present invention).

Suitable organic binders for making abrasive products include thermosetting organic polymers. Examples of suitable thermosetting organic polymers include phenolic resins, urea-formaldehyde resins, melamine-formaldehyde resins, urethane resins, acrylate

WO 02/28980

PCT/US01/42525

resins, polyester resins, aminoplast resins having pendant α,β -unsaturated carbonyl groups, epoxy resins, acrylated urethanes, acrylated epoxies, and combinations thereof. The binder and/or abrasive product may also include additives such as fibers, lubricants, wetting agents, thixotropic materials, surfactants, pigments, dyes, antistatic agents (e.g., carbon black, vanadium oxide, graphite, etc.), coupling agents (e.g., silanes, titanates, zirconiumates, etc.), plasticizers, suspending agents, and the like. The amounts of these optional additives are selected to provide the desired properties. The coupling agents can improve adhesion to the abrasive particles and/or filler. The binder chemistry may thermally cured, radiation cured or combinations thereof. Additional details on binder chemistry may be found in U.S. Pat. Nos. 4,588,419 (Caul et al.), 4,751,137 (Turney et al.), and 5,436,063 (Pollett et al.).

More specifically with regard to vitrified bonded abrasives, vitreous bonding materials, which exhibit an amorphous structure and are typically hard, are well known in the art. Bonded, vitrified abrasive products may be in the shape of a wheel (including cut off wheels), honing stone, mounted pointed or other conventional bonded abrasive shape. A preferred vitrified bonded abrasive product is a grinding wheel.

Examples of metal oxides that are used to form vitreous bonding materials include: silica, silicates, alumina, soda, calcia, potassia, titania, iron oxide, zinc oxide, lithium oxide, magnesia, boria, aluminum silicate, borosilicate glass, lithium aluminum silicate, combinations thereof, and the like. Typically, vitreous bonding materials can be formed from composition comprising from 10 to 100% glass frit, although more typically the composition comprises 20% to 80% glass frit, or 30% to 70% glass frit. The remaining portion of the vitreous bonding material can be a non-frit material. Alternatively, the vitreous bond may be derived from a non-frit containing composition. Vitreous bonding materials are typically matured at a temperature(s) in the range from about 700°C to about 1500°C, usually in the range from about 800°C to about 1300°C, sometimes in the range from about 900°C to about 1200°C, or even in the range from about 950°C to about 1100°C. The actual temperature at which the bond is matured depends, for example, on the particular bond chemistry.

Preferred vitrified bonding materials may include those comprising silica, alumina (preferably, at least 10 percent by weight alumina), and boria (preferably, at least 10 percent by weight boria). In most cases the vitrified bonding material further comprise

WO 02/28980

PCT/US01/42525

alkali metal oxide(s) (e.g., Na_2O and K_2O) (in some cases at least 10 percent by weight alkali metal oxide(s)).

Binder materials may also contain filler materials or grinding aids, typically in the form of a particulate material. Typically, the particulate materials are inorganic materials.

5 Examples of useful fillers for this invention include: metal carbonates (e.g., calcium carbonate (e.g., chalk, calcite, marl, travertine, marble and limestone), calcium magnesium carbonate, sodium carbonate, magnesium carbonate), silica (e.g., quartz, glass beads, glass bubbles and glass fibers) silicates (e.g., talc, clays, (montmorillonite) feldspar, mica, calcium silicate, calcium metasilicate, sodium aluminosilicate, sodium silicate) metal
10 sulfates (e.g., calcium sulfate, barium sulfate, sodium sulfate, aluminum sodium sulfate, aluminum sulfate), gypsum, vermiculite, wood flour, aluminum trihydrate, carbon black, metal oxides (e.g., calcium oxide (lime), aluminum oxide, and titanium dioxide), and metal sulfites (e.g., calcium sulfite).

In general, the addition of a grinding aid increases the useful life of the abrasive
15 product. A grinding aid is a material that has a significant effect on the chemical and physical processes of abrading, which results in improved performance. Although not wanting to be bound by theory, it is believed that a grinding aid(s) will (a) decrease the friction between the abrasive material and the workpiece being abraded, (b) prevent the abrasive particles from "capping" (i.e., prevent metal particles from becoming welded to
20 the tops of the abrasive particles), or at least reduce the tendency of abrasive particles to cap, (c) decrease the interface temperature between the abrasive particles and the workpiece, or (d) decreases the grinding forces.

The abrasive products can contain 100% agglomerate abrasive grain according to the present invention, or blends of such agglomerate abrasive grain with other abrasive
25 particles (which may also be agglomerated) and/or diluent particles. However, at least about 2% by weight, preferably at least about 5% by weight, and more preferably about 30-100% by weight, of the abrasive particles in the abrasive products should be agglomerate abrasive grain according to the present invention. In some instances, the agglomerate abrasive grain according the present invention may be blended with other abrasive
30 particles and/or diluent particles at a ratio between 5 to 75% by weight, about 25 to 75% by weight, about 40 to 60% by weight, or about 50% to 50% by weight (i.e., in equal amounts by weight). Examples of suitable abrasive particles include, but are not limited

WO 02/28980

PCT/US01/42525

to, fused aluminum oxide (including white fused alumina, heat treated aluminum oxide and brown aluminum oxide), silicon carbide, silicon nitride, boron carbide, titanium carbide, diamond, cubic boron nitride, garnet, fused alumina-zirconia, sol-gel-derived abrasive particles, and the like. The sol-gel-derived abrasive particles may be seeded or non-seeded. Likewise, the sol-gel-derived abrasive particles may be randomly shaped or have a shape associated with them, such as a triangle. Examples of sol gel abrasive particles include those described above. The agglomerate grain may have the essentially the same size as the diluent particle. Conversely, the agglomerate grain may be larger in size than the diluent particle.

Agglomerate abrasive grain according to the present invention can also be combined with other abrasive agglomerates. The binder of the other abrasive agglomerates may be organic and/or inorganic. Additional details regarding abrasive agglomerates may be found, for example, in U.S. Pat. Nos. 4,311,489 (Kressner), 4,652,275 (Bloecher et al.), 4,799,939 (Bloecher et al.), 5,549,962 (Holmes et al.), and 5,975,968 (Christianson).

If there is a blend of agglomerate abrasive grain or a blend of agglomerate abrasive grain and abrasive particles, the particle/agglomerate types forming the blend may be of the same size. Alternatively, the particle/agglomerate types may be of different particle sizes. For example, the larger sized particles may be agglomerate abrasive grain according to the present invention, with the smaller sized particles being another particle/agglomerate type. Conversely, for example, the smaller sized abrasive particles may be agglomerate abrasive grain according to the present invention, with the larger sized particles being another particle/agglomerate type.

Examples of suitable diluent particles include marble, gypsum, flint, silica, iron oxide, aluminum silicate, glass (including glass bubbles and glass beads), alumina bubbles, alumina beads and diluent agglomerates.

The abrasive particles may be uniformly distributed in the abrasive article or concentrated in selected areas or portions of the abrasive article. For example in a coated abrasive, there may be two layers of abrasive particles/grain. The first layer comprises abrasive particles/grain other than agglomerate abrasive grain according to the present invention, and the second (outermost) layer comprises agglomerate abrasive grain according to the present invention. Likewise in a bonded abrasive, there may be two

WO 02/28980

PCT/US01/42525

distinct sections of the grinding wheel. The outermost section may comprise agglomerate abrasive grain according to the present invention, whereas the innermost section does not. Alternatively, agglomerate abrasive grain according to the present invention may be uniformly distributed throughout the bonded abrasive article.

5 Further details regarding coated abrasive products can be found, for example, in U.S. Pat. Nos. 4,734,104 (Broberg), 4,737,163 (Larkey), 5,203,884 (Buchanan et al.), 5,152,917 (Pieper et al.), 5,378,251 (Culler et al.), 5,417,726 (Stout et al.), 5,436,063 (Follett et al.), 5,496,386 (Broberg et al.), 5,609,706 (Benedict et al.), 5,520,711 (Helmin), 5,954,844 (Law et al.), 5,961,674 (Gagliardi et al.), and 5,975,988 (Christinason). Further
10 details regarding bonded abrasive products can be found, for example, in U.S. Pat. Nos. 4,543,107 (Rue), 4,741,743 (Narayanan et al.), 4,800,685 (Haynes et al.), 4,898,597 (Hay et al.), 4,997,461 (Markhoff-Matheny et al.), 5,038,453 (Narayanan et al.), 5,110,332 (Narayanan et al.), and 5,863,308 (Qi et al.). Further, details regarding vitreous bonded abrasives can be found, for example, in U.S. Pat. Nos. 4,543,107 (Rue), 4,898,597 (Hay),
15 4,997,461 (Markhoff-Matheny et al.), 5,094,672 (Giles et al.), 5,118,326 (Sheldon et al.), 5,131,926 (Sheldon et al.), 5,203,886 (Sheldon et al.), 5,282,875 (Wood et al.), 5,738,696 (Wu et al.), and 5,863,308 (Qi). Further details regarding nonwoven abrasive products can be found, for example, in U.S. Pat. No. 2,958,593 (Hoover et al.).

Methods for abrading with preferred abrasive agglomerate grain according to the
20 present invention range from snagging (i.e., high pressure high stock removal) to polishing (e.g., polishing medical implants with coated abrasive belts), wherein the latter is typically done with finer grades (e.g., less ANSI 220 and finer) of abrasive particles. The abrasive agglomerate grain may also be used in precision abrading applications, such as grinding cam shafts with vitrified bonded wheels. The size of the abrasive agglomerate grain (and
25 abrasive particles comprising such agglomerates) used for a particular abrading application will be apparent to those skilled in the art.

Abrading with abrasive agglomerate grain according to the present invention may be done dry or wet. For wet abrading, the liquid may be introduced supplied in the form of a light mist to complete flood. Examples of commonly used liquids include: water, water-
30 soluble oil, organic lubricant, and emulsions. The liquid may serve to reduce the heat associated with abrading and/or act as a lubricant. The liquid may contain minor amounts of additives such as bactericide, antifoaming agents, and the like.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

Abrasive agglomerate grain according to the present invention may be used to abrade workpieces such as aluminum metal, carbon steels, mild steels, tool steels, stainless steel, hardened steel, titanium, glass, ceramics, wood, wood like materials, paint, painted surfaces, organic coated surfaces and the like. The applied force during abrading typically ranges from about 1 to about 100 kilograms.

Agglomerate abrasive grain according to the present invention may be also be used in loose form or in a slurry wherein agglomerate abrasive grain is dispersed in liquid medium (e.g., water).

Examples

This invention is further illustrated by the following examples, but the particular materials and amounts thereof recited in these examples, as well as other conditions and details, should not be construed to unduly limit this invention. Various modifications and alterations of the invention will become apparent to those skilled in the art. All parts and percentages are by weight unless otherwise indicated.

Example 1

Example 1 was prepared as follows. A boehmite sol was prepared by mixing 1194 parts of boehmite (obtained under the trade designation "DISPERAL" from Condea Chemie, GmbH of Hamburg, Germany) with 3000 parts of acidified water (prepared by mixing 3000 parts of deionized water with 71 parts of concentrated nitric acid) using a continuous mixer. The sol was dried at less than 160°C for less than 48 hours. The dried material was crushed, and then screened to produce -100 mesh (U.S. Standards screen size) particles.

Approximately 5.7 liters (1.5 gallon) of the -100 mesh material were placed in the mixer pan of a Eirich mixer (Model RVO2, obtained from Eirich Machines Inc., Gurnee, IL). With both the pan rotation and beater bar at their lowest settings, 1000 ml of a rare earth nitrate solution (solution (hereafter referred to as "REOI solution") prepared by mixing a lanthanum, neodymium, and yttrium nitrate (having, on a theoretical metal oxide basis, 23% rare earth oxide (i.e., La_2O_3 , Nd_2O_3 , and Y_2O_3); available from Molycorp of Lourviers, CO) with a sufficient amount of magnesium nitrate ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) solution (having, on a theoretical metal oxide basis, 11% MgO; available from Mallinckrodt

WO 02/28980

PCT/US01/42525

Chemical of Paris, KY) and cobalt nitrate ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) solution (having, on a theoretical metal oxide basis 19% CoO; available from Hall Chemical of Wickliffe, OH) to provide a solution containing, on a theoretical metal oxide basis 5.8% $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 5.3% $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, about 7.1% $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, about 14.4% $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, about 0.4% $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, and the balance deionized water) in a 4-liter flask) was slowly poured into the mixing pan, leading to agglomeration of the -100 mesh material. After about 30 seconds of mixing, rotation was stopped and the pan emptied into aluminum trays. The agglomerates were dried in a forced air oven at 80°C for 16 hours, and then screened using a No. 22 stainless screen (978 micrometer openings) to separate the agglomerates. The retained agglomerates were crushed using a pulverizer (Model UD, obtained from Braun Corp., Los Angeles, CA). The crushed material was then screened over a No. 70 stainless screen (269 micrometer openings). The retained agglomerates were fed into a rotary calcining kiln to provide calcined material. The calcining kiln consisted of a 15 cm inner diameter, 1.2 meter in length, stainless steel tube having a 0.3 meter hot zone. The tube was inclined at a 3.0 degree angle with respect to the horizontal. The tube rotated at about 3.5 rpm, to provide a residence time in the tube of about 4-5 minutes. The temperature of the hot zone was about 650°C.

The calcined material was fed into a rotary firing/sintering kiln. The firing/sintering kiln consisted of an 8.9 cm inner diameter, 1.32 meter long silicon carbide tube inclined at 4.4 degrees with respect to the horizontal and had a 31 cm hot zone. The heat was applied externally via SiC electric heating elements. The sintering kiln rotated at 6.0 rpm, to provide a residence time in the tube of about 5 minutes. The firing/sintering temperature was about 1430°C. The product exited the kiln into room temperature air where it was collected in a metal container and allowed to cool to room temperature.

The density of the agglomerate abrasive grain was measured using a helium gas pycnometer (obtained under the trade designation "MICROMERITICS ACCUPYC 1330" from Micromeritics Instruments Corp., Norcross, GA). The average of three runs of a 12 gram sample was the density. The density of the Example 1 abrasive grain was determined 3.89 g/cm³.

The bulk density of the agglomerate abrasive grain was determined using an apparatus consisting of a metal funnel with an inside diameter of 11.3 cm at the top and an inside diameter at the stem of 1.3 cm. The entire height of the funnel was about 9.0 cm

WO 02/28980

PCT/US01/42525

(including stem). The funnel was placed on a ring-stand above a brass cup (3.9 cm inside diameter x 8.45cm height) so that the base of the funnel stem was 11.5 cm above the top of the cup (The volume of the cup was determined by filling the cup with water from a graduated burette). The volume of the cup was calculated as 100.0 cm³.

5 To allow the funnel to be filled with the agglomerate abrasive grain, the stem of the funnel was closed with a rubber ball attached to the outside of the funnel stem. Agglomerate abrasive grain was poured into the funnel. The rubber ball was removed to allow the agglomerate abrasive grain to empty into and eventually overflow the metal cup. Using a straight edge, the agglomerate abrasive grain was carefully leveled to the top of the cup, tapped to allow the agglomerate abrasive grain to settle in the cup and then weighed. The bulk density was determined by dividing the weight of the mineral and cup minus the weight of the cup by the volume of the cup (which was determined as described above to be 100.0 cm³). The bulk density is reported an average of three independent measurements. The bulk density of the Example 1 agglomerate abrasive grain was 15 1.59g/cm³.

Example 2

A boehmite sol was prepared by mixing 1194 parts of boehmite ("DISPERAL") with 3000 parts of acidified water (prepared by mixing 3000 parts of deionized water with 20 71 parts of concentrated nitric acid), 390 parts of magnesium nitrate solution (11% MgO solids; obtained from Mineral Research and Development Corp., Harrisburg, NC), and 400 parts of a 3.6%, on a theoretical oxide basis, Fe₂O₃ of a suspension of an iron oxyhydroxide (γ -FeOOH; aqueous dispersion (pH = 5.0-5.5), about 90 to 95% of which is lepidocrocite and goethite, acicular particles with an average particle size of about 0.05 to 25 0.1 micrometer, a length to diameter or width ratio of about 1:1 to 2:1, and a surface area of about 115.3 m²/g) using a continuous mixer. The sol was dried at less than 160°C for less than 48 hours. The dried material was crushed, and then screened to produce -100 mesh (U.S. Standards screen size) particles.

A portion of the -100 mesh dried material was agglomerated by spraying water into a 40.6 cm disk pelletizer (obtained from Feeco International, Green Bay, WI). The resulting agglomerate abrasive grain (60-65% solids) were dried, calcined, and fired/sintered as described in Example 1, except the firing/sintering temperature was 30

WO 02/28980

PCT/US01/42525

1330°C at a residence time of about 10 minutes. Uniform sized agglomerates were formed. The resulting agglomerate abrasive grain were screened to -16+20 and -20+30 mesh sizes and were used to make coated abrasive discs. The coated abrasive discs were made according to conventional procedures. The agglomerate abrasive grain were bonded to 17.8 cm diameter, 0.8 mm thick vulcanized fiber backings (having a 2.2 cm diameter center hole) using a conventional calcium carbonate-filled phenolic make resin (48% resole phenolic resin, 52% calcium carbonate, diluted to 81% solids with water and glycol ether) and a conventional cryolite-filled phenolic size resin (32% resole phenolic resin, 2% iron oxide, 66% cryolite, diluted to 78% solids with water and glycol ether).

The wet make resin weight was about 145 g/m². The agglomerate abrasive grain weight was about 600 g/m² (-20+30 mesh) and about 1000 g/m² (-16+20 mesh). Immediately after the make coat was applied, the agglomerates were drop coated. The make resin was precured for 90 minutes at 88°C. The wet size weight was about 650 g/m² (-20+30 mesh) and about 900 g/m² (-16+20 mesh). The size resin was precured for 90 minutes at 88°C, followed by a final cure of 10 hours at 100°C. A conventional KBF₆ supersize coating (320 g/m²) was applied on top of the cured size coat. The coated abrasive discs were flexed prior to testing.

Comparative Example A coated abrasive discs were prepared as described for Example 2, except the abrasive material was ANSI grade 60 abrasive particles available from the 3M Company under the trade designation "201 CUBITRON". was electrostatically coated, and about 325 g/m² of size resin was used. The abrasive material weight was about 400 g/m².

Four each of the Example 2, -16+20 mesh and -20+30 mesh agglomerate, coated abrasive discs were evaluated for 12 minutes on 4130 mild steel workpieces. Each disc was attached to a 16.5 cm diameter, 1.57 mm thick, hard phenolic backup pad which was in turn mounted onto a 15.2 cm diameter steel flange. The mounted disc was rotated counterclockwise at 3550 rpm. The 1.3 mm peripheral edge of a 25 cm diameter 4130 mild steel workpiece deployed 7° from a position normal to the coated abrasive disc under a load of approximately 4 Kg. The workpiece was weighed at the start of the test and at two minute intervals to determine the amount of mild steel removed (i.e., abraded). The average initial, final, and total cuts for the Example 2 coated abrasive discs were, for the -16+20 mesh agglomerate abrasive grain, 13.5 grams, 9.2 grams, and 65 grams,

WO 02/28980

PCT/US01/42525

respectively, and, for the -20+30 mesh agglomerate abrasive grain, 15.8 grams, 9.5 grams, and 71.8 grams, respectively. The average initial, final, and total cuts for the Comparative Example A coated abrasive discs were 22.2 grams, 13.8 grams, and 101.8 grams, respectively.

5

Example 3

Example 3 was prepared as follows. A boehmite sol was prepared by mixing 1194 parts of boehmite ("DISPERAL") with 3000 parts of acidified water (prepared by mixing 3000 parts of deionized water with 71 parts of concentrated nitric acid) using a continuous mixer. The sol was dried at less than 160°C for less than 48 hours. The dried material was crushed, and then screened to produce -60+120 mesh (U.S. Standards screen size) particles.

10

The -60+120 mesh dried particles were fed into a 40.6 cm disk pelletizer (obtained from Peeco International, Green Bay, WI) at 210 g/min. and mixed with acidified water (4.7% nitric acid) which was sprayed into the 40.6 cm disk pelletizer at 96 g/min. Uniform sized agglomerates were formed. The agglomerates were dried in aluminum trays a forced air oven at 95°C for 16 hours. The dried agglomerates were calcined in a conventional box furnace at 650°C for 8 hours. After cooling, about 1000 grams of the calcined agglomerates were soaked in 2000 ml of REO1 solution (see Example 1). An aspirator was used to pull a vacuum on the agglomerates/solution contained in the flask. After about 5 minutes, the vacuum was released, and the agglomerates placed in a Büchner filter with #54 paper. An aspirator was used to aid in the removal of excess surface liquid. The impregnated agglomerates were then dried, calcined, and fired/sintered as described in Example 1, except, the firing/sintering temperature was 1410°C.

15

20

25

The density of the fired/sintered agglomerate abrasive grain was determined as described in Example 1, and found to be 3.93 g/cm³. The fired/sintered agglomerate abrasive grain were screened to +14 mesh, -14+16 mesh, -16+18 mesh, -18+20 mesh, -20 + 24 mesh, -24+30 mesh, -30+40 mesh, and -40 mesh. The densities of these various sized agglomerate abrasive grain were also determined with the helium gas pycnometer as described in Example 1, and found to be 3.925 g/cm³, 3.932 g/cm³, 3.930 g/cm³, 3.930 g/cm³, 3.935 g/cm³, 3.944 g/cm³, 3.953 g/cm³, and 3.950g/cm³, respectively.

30

WO 02/28980

PCT/US01/42525

FIG. 6 is an optical photomicrograph of -20+24 mesh Example 3 agglomerate abrasive grain at 25x.

A portion of the -20+24 mesh agglomerate abrasive grain were incorporated into coated abrasive discs, which were tested for grinding performance. The coated abrasive discs were made according as described in Example 2, except the agglomerate abrasive grain were electrostatically coated. The agglomerate abrasive grain weight was about 600 g/m². A portion of the -40 mesh material, which due to its size was unagglomerated material, was also incorporated into coated abrasive discs, and served as Comparative Example B coated abrasive discs.

Example 3 and Comparative Example B coated abrasive discs were ground on a Slide Action Grinder using 10.5 kilograms pressure and 1018 mild steel workpieces. Each coated abrasive disc was mounted on a beveled aluminum back-up pad, and used to grind the face of a pre-weighed 1.25 cm x 18 cm x 10 cm 1018 mild steel workpiece. The disc was driven at 5,000 rpm while the portion of the disc overlaying the beveled edge of the back-up pad contacted the workpiece. Each disc was used to grind individual workpiece in a sequence of one-minute intervals. The initial, cut, final cut, and total cut for the -20+24 mesh coated abrasive discs were 80.4 grams, 26.8 grams, and 804.4 grams, respectively, and for the Comparative Example B coated abrasive discs, 113.6 grams, 5.3 grams, and 884.2 grams, respectively. Additional grinding data is presented in FIG. 7, wherein line 100 shows grinding data for the -20+24 mesh Example 3 coated abrasive discs, and line 102, grinding data for the Comparative Example B coated abrasive discs.

Example 4

Example 4 was prepared as follows. Dried material was prepared as described in Example 1, except it was screened to -60+120 mesh (15% +40 mesh; 41% +50 mesh; 11% +60 mesh; 20% +80 mesh; and 13% -80 mesh). The -60+120 mesh dried particles were fed into the 40.6 cm disk pelletizer at a rate of 275 g/min. and mixed with acidified water (5.45% nitric acid) which was sprayed into the agglomerator (onto the particles) at 108g/min. Uniform sized agglomerates were formed. The resulting agglomerates were fed into a vibratory feeder and fed into a 6 meter belt oven at temperature of 115°C. The speed of the belt was a speed of 76 cm/min. The dried agglomerates were calcined as described in Example 1, and then screened over a 34 stainless steel screen (580

WO 02/28980

PCT/US01/42525

micrometers) to remove fines, and then through a 13TM screen (1650 micrometers) to remove coarse particles.

About 15 kilograms of impregnated agglomerates were prepared by impregnating the +34-13TM particles with 10,800 grams of REO1 solution (described in Example 1) by tumbling the particles and solution in a conventional, portable cement mixer with the vanes removed. The impregnated agglomerates were dried with three air heat guns while the particles tumbled in the cement mixer. The dried particles were calcined and fired/sintered as described in Example 1 except the firing/sintering temperature was 1400°C. The calcined particles were fed into the firing/sintering furnace at 72 g/min.

The porosity value of the agglomerate abrasive grain was determined by dividing the interstitial porosity in the agglomerate abrasive grain by the total volume of the agglomerates and then multiply the result by 100%. This method of providing a porosity value was developed as follows. For spheres, which the agglomerates typically approximate, the maximum density obtainable for the random packing of uniform spheres is 63% (see "Mechanical Packing of Spherical Agglomerates", Journal of the American Ceramic Society, Vol. 44, No. 10, Oct. 1961, pp. 513-22). For a mass of the agglomerate abrasive grain, the total volume, TV, is equal to the sum of the volume of agglomerate abrasive grain, VA, plus the volume of the void between agglomerate abrasive grain, VV. Note that the total volume, TV, is also the inverse of the tap density, TD.

The volume of agglomerate abrasive grain, VA, is the sum of the volume of the solid portion of the agglomerate abrasive grain, VS, plus the volume of the porosity (pores) within the agglomerate abrasive grain, VP. Note that the volume of the solid portion of the agglomerate abrasive grain, VS, is the inverse of the true density, DD. Taking the 63% packing value described above, the following equation was used

$$VA/TV = 0.63 \quad (1).$$

Since, as noted above, the total volume of the agglomerate abrasive grain, TV, is the inverse of the tap density, TD,

$$VA = 0.63/BD \quad (2).$$

WO 02/28980

PCT/US01/42525

Further, since $V_A = V_P + V_S$, and V_P is the inverse of the density, DD ,

$$V_A = V_P + (DD)^{-1} \quad (3).$$

5 Combining the latter two equations and then rearranging the result,

$$V_P = 0.63(TD)^{-1} - (DD)^{-1} \quad (4).$$

10 The percent of pores in the agglomerate abrasive grain, referred to herein as the "porosity value" is the combination of volume of pores in the agglomerate abrasive grain and the interstitial porosity, V_P , divided by the total volume of the agglomerate abrasive grain, V_A , times 100%. Thus,

$$\text{Porosity Value} = 100\%(1 - (TD/0.63DD)) \quad (5).$$

15

The tap density of the agglomerate abrasive grain, TD , was determined as follows. About 50 ml of agglomerate abrasive grain was weighed and then poured into a 50 ml glass graduated cylinder (NO. 20026; obtained under the trade designation "KIMAX") while the cylinder was vibrated axially using a vibrating table (Model J-1; obtained under the trade designation "SYTRON" from FMC Corp, Horner City, CA). The intensity of vibration was adjusted to give a minimum volume of agglomerate abrasive grain in the cylinder. This minimum volume was divided into the weight of agglomerate abrasive grain to give the tap density.

20 The true density, DD , of the resulting agglomerate abrasive grain was determined, as described in Example 1, to be 3.96 g/cm^3 . The agglomerate abrasive grain were screened and found to be 1.5% +16 mesh, 16.7% +20 mesh, 34.2% +30 mesh, 28.6% +40 mesh, 11.8% +50 mesh, 2.6% +60 mesh, and 4.6% -60 mesh. The true densities, DD , of the -16+26 mesh, -26+34 mesh, and -34+48 mesh agglomerate abrasive grain were determined, as described in Example 1, to be 3.94 g/cm^3 , 3.94 g/cm^3 , and 3.945 g/cm^3 , respectively. The bulk densities of the -16+26 mesh, -26+34 mesh, and -34+48 mesh agglomerate abrasive grain were determined, as described in Example 1, to be 1.43 g/cm^3 , 1.41 g/cm^3 , and 1.48 g/cm^3 , respectively.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

The tap densities of the -16+26 mesh, -26+34 mesh, and -34+48 mesh agglomerate abrasive grain were determined to be 1.64 g/cm³, 1.71 g/cm³, and 1.80 g/cm³, respectively. Thus, using equation 5, the porosity values for the -16+26 mesh, -26+34 mesh, and -34+48 mesh agglomerate abrasive grain were determined to be 33.9%, 31.1%, and 27.6%, respectively.

The agglomerate abrasive grain were screened over 66/48/34/26 stainless steel screens. A portion of the -26+34 mesh material was used to make coated abrasive discs as described in Example 2, except the make, abrasive grain, size, and supersize weights were 4.5 grams, 14 grams, 14.4 grams, and 12 grams (per 7 inch disc), respectively. The -66 mesh agglomerate abrasive grain was screened to -50+60 mesh, which due to its size was unagglomerated material, was also incorporated into coated abrasive discs, and served as Comparative Example C coated abrasive discs. The make, abrasive grain, size, and supersize weights for the Comparative Example C discs were 3.5 grams, 12 grams, 7 grams, and 7 grams (per 7 inch disc), respectively.

The grinding performance of the discs were evaluated as described in Example 2, except the discs were driven at 5,200 rpm on 304 stainless steel workpieces under various grinding pressures. Referring to FIG. 8, the grinding results at a pressure of 6.4 kilograms (14 lbs.) for the Example 4 coated abrasive discs is shown by line 114, and for Comparative Example C coated abrasive discs by line 108. Referring again to FIG. 8, the grinding results at a pressure of 7.3 kilograms (16 lbs.) for the Example 4 coated abrasive discs is shown by line 112, and for Comparative Example C coated abrasive discs by line 106. Further, the grinding results at a pressure of 10.0 kilograms (22 lbs.) for the Example 4 coated abrasive discs is shown by line 110, and for Comparative Example C coated abrasive discs by line 104. The Comparative Example C at 10.0 Kg grinding pressure did not survive the first minute of the test.

A portion of the -26+34 mesh material, the 26+34 mesh material, the -34+48 mesh material, the -50+60 mesh material (Comparative Example C), and ANSI grade 36 abrasive particles available from the 3M Company under the trade designation "321 CUBITRON" were used to make coated abrasive belts. The latter, which was made using by drop coating the abrasive particles, as well as electrostatically coating the particles, served as Comparative Example D. The agglomerate abrasive grain were bonded to, 30.5 cm wide by 0.8 mm thick, polyester cloth backing using a conventional calcium carbonate-

WO 02/28980

PCT/US01/42525

filled phenolic make resin (48% resole phenolic resin, 52% calcium carbonate, diluted to 81% solids with water and glycol ether) and a conventional cryolite-filled phenolic size resin (32% resole phenolic resin, 2% iron oxide, 66% cryolite, diluted to 78% solids with water and glycol ether). The wet make resin weight was about 293 g/m². Immediately after the make coat was applied, the agglomerates were coated. The make resin was prepared for 90 minutes at 88°C. The wet size weight was about 432 g/m². The agglomerate abrasive grain weight was about 909 g/m². The size resin was prepared for 90 minutes at 88°C, followed by a final cure of 10 hours at 100°C. A conventional KBF₄ supersize coating (292 g/m²) was applied on top of the cured size coat. The coated backing was converted into belts using known methods. The coated abrasive belts (3 x 13 inch) were flexed prior to testing. The -16+26 mesh Example 4 belts were made by drop coating the agglomerate abrasive grain, as well as by electrostatically coating the agglomerate abrasive grain. The -26+34 mesh Example 4 belts were made by drop coating the agglomerate abrasive grain. The -34+48 mesh Example 4 belts were made by electrostatically coating the agglomerate abrasive grain.

The grinding performance of the -26+34 mesh Example 4 belts and -34+48 mesh Example 4 belts were evaluated on 304 stainless steel work pieces at a pressure of 1.05x10⁵ Kg/m² (150psi). The grinding results are shown in FIG. 9, where line 116 is the -26+34 mesh Example 4 belt and line 118 is the -34+48 mesh Example 4 belt. The grinding results on 304 stainless steel workpiece at a pressure of 9.1 kilograms and 1750 rpm are shown in FIG. 10, where line 128 is the -26+34 mesh Example 4 belt, line 126 is the -34+48 mesh Example 4 belt, line 130 is the -16+26 mesh electrostatic coated Example 4 belt and line 132 is the -16+26 mesh drop coated Example 4 belt. In addition, grade 50, 60, and 80 coated abrasive belts, available from the 3M Company under the trade designation "977F REGALLOY", were also ground under the latter conditions. The grinding results of these grade 50, 60, and 80 coated abrasive belts are shown in FIG. 10 as lines 124, 120, and 122, respectively.

The grinding performance of -16+26 electrostatic coated Example 4 belts, as well as Comparative Example E belts made from ANSI grade 36 abrasive particles available from the 3M Company under the trade designation "321 CUBITRON" were evaluated on cast aluminum at a pressure of 150 psi (1031 kPa) and 7380 surface ft./min. (2250 m/min.) Referring FIG. 11a, line 136 shows the grinding data for the -16+26 electrostatic coated

WO 02/28980

PCT/US01/42525

Example 4 belt, line 134 is the grinding data for the Comparative Example E belt. The Comparative Example E belt was made as described above using electrostatic coated abrasive grain.

The grinding performance of -16+26 drop coated Example 4, a16+26 electrostatic coated Example 4, and Comparative Example E belts, as well as Comparative Example F belts made from ANSI grade 36 abrasive particles available from the 3M Company under the trade designation "321 CUBITRON" were evaluated as described above for the 16+26 drop coated Example 4 and Comparative Example E belts, except the workpieces were 304 stainless steel workpieces. Referring to FIG. 11b, line 140 shows the grinding data for the -16+26 drop coated Example 4 belt, line 138 the grinding data for the -16+26 electrostatic coated Example 4 belt, line 142 shows the grinding data for the -16+26 drop coated Example 4 belt, and line 144 the grinding data for the Comparative Example F belt. The Comparative Example F belt was made as described above using drop coated abrasive grain.

Example 5

Example 5 was prepared as follows. A boehmite sol was prepared by mixing 1194 parts of boehmite ("DISPERAL") with 3000 parts of acidified water (prepared by mixing 3000 parts of deionized water with 71 parts of concentrated nitric acid) using a continuous mixer. The sol was dried at less than 160°C for less than 48 hours. The dried material was crushed, and then screened to produce -40 +80 mesh (U.S. Standards screen size) particles

The retained particles were fed into a rotary calcining kiln to provide calcined material of gamma alumina. The calcining kiln consisted of a 15 cm inner diameter, 1.2 meter in length, stainless steel tube having a 0.3 meter hot zone. The tube was inclined at a 3.0 degree angle with respect to the horizontal. The tube rotated at about 3.5 rpm, to provide a residence time in the tube of about 4-5 minutes. The temperature of the hot zone was about 650°C.

About 200 grams of the -40 +80 mesh calcined particles were fed into a 40.6 cm disk pelletizer (obtained from Feeco International, Green Bay, WI).

A second boehmite sol was prepared by mixing 333 parts of boehmite with 3000 parts of acidified water as described above. About 136 grams of this sol were sprayed onto the calcined particles while they were tumbled in the 40.6 cm disk pelletizer. Uniform

WO 02/28980

PCT/US01/42525

sized agglomerates were formed, which were dried in aluminum trays in a forced air oven at 95°C for 16 hours. The dried agglomerates were then calcined in a rotary kiln as described above.

5 The calcined agglomerates were impregnated with REO1 solution (described in Example 1) using 68 parts of solution per 100 grams of agglomerates. The solution was poured onto a bed of the agglomerates while they were tumbled in the disk pelletizer. The impregnated agglomerates were then dried by directing an air heat gun onto the agglomerates while they were tumbled. The dried agglomerates were calcined and fired/sintered as described in Example 1 except the firing/sintering temperature was
10 1400°C.

Example 6

Example 6 was prepared as follows. A 58% solids boehmite gel was made by combining 100 parts of 150 mesh and finer boehmite crusher fines (prepared as described
15 in Example 1) with 72.4 parts of acidified water (69.4 parts water and 3 parts 67% nitric acid) using a continuous processor (obtained under the trade designation "READCO" from the Readco Company, York, PA). The gel was extruded through a 2 inch (5.1 cm) single screw extruder (obtained from the Bonnot Company, Uniontown, OH), having multiple 0.012 inch (0.31 mm) openings. The extruded gel was dried at 80°C for 4 hours, broken
20 into approximately 1.6 mm rods and pre-fired to 650°C in a rotary furnace as per the calcining step described in Example 1.

50 grams of the calcined gamma alumina rods were combined with 50 grams of - boehmite fines (prepared as described in Example 1), wherein the screen size was - 40+100 mesh). The mixture was placed in the 40.6 cm disc pelletizer, inclined at 34
25 degrees with respect to horizontal and rotated at 30 rpm. A mixture of 58 grams REO1 solution (described in Example 1) and 3 grams nitric acid (67%) was sprayed onto the particles using a hand sprayer while the particles were tumbled. The resulting agglomerates were allowed to air dry overnight, after which they were calcined to 650°C in a metal crucible and then fired/sintered at 1400°C in a rotary tube furnace as described in
30 Example 1. The agglomerates were then screened over a 40 mesh sieve to remove single particles.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

Examples 7-11

Examples 7-11 were prepared as follows. Abrasive slurries were prepared by thoroughly mixing abrasive particles, ceramic binder precursor material, acrylate resin, and initiators, according to the formulations listed in Table 1, below.

5

Table 1

Material	Amounts for Ex. 7 and 8, g	Amounts for Ex. 9 and 10, g	Amounts for Ex. 11, g
TMPTA	300	150	300
KB1	3.0	1.5	3.0
CH	2.0	1.0	2.0
SCA	15.0	4.0	3.0
AOP	1000	550	1100
#60 AG321	2000	---	---
P320 AG321	500	---	---
P80 AO	---	1375	---
P80 SC	---	---	2750
Total inorganic solids content	92 wt %	93 wt %	93 wt%

The ingredients were added in the order listed except for the AOP and AG321 ANSI grades 60 and P320, the AO grade P80, or the SC grade P80. The AOP and AG321 grade 60 and P320, AO grade P80, or SC grade P80 were first combined together and then slowly added to the remaining ingredients. The abbreviations for the various ingredients are described below.

- 15 TMPTA: trimethylol propane triacrylate, obtained available from Sartomer Co., West Chester, PA under the trade designation "SR351".
- KB1 photo initiator 2,2-dimethoxy-1,2-diphenyl-1-ethanone, obtained from Sartomer Co. under the trade designation "ESACURE KB1".
- 20 CH: cumene hydroperoxide, obtained from Aldrich Chemical Co., Milwaukee, WI, as item no. 24,750-2.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

- SCA: silane coupling agent 3-methacryloxypropyl-trimethoxysilane, obtained from Union Carbide Corp., Friendly, WV under the trade designation "A-174".
- AOP: alpha-aluminum oxide powder, obtained from Alcoa, Houston, TX under the trade designation "A-16 SG".
- 5 AG321: sol gel-derived alumina-based abrasive particles obtained from 3M Company, St. Paul, MN under the trade designation "321 CUBITRON".
- AO: heat treated fused aluminum oxide abrasive particles, obtained from Treibacher, Villach, Austria under the trade designation "ALODUR BFRPL".
- 10 SC: silicon carbide abrasive grain, commercially available from 3M Company, St. Paul, MN.

Mixing was done in a mixer with a flat beater rotor and on the slowest speed setting (obtained from Hobart Corporation, Troy, OH; model number A120T). After the AOP/AG321, AOP/AO or AOP/SC mixture was added to the resin mixture, the speed was increased to "medium" and the mixing continued for 25 minutes. The final temperature of each mixture was about 116°F (47°C). At this point, the abrasive slurry was very thick with cement-like handling characteristics. The mixed slurry was then placed in a refrigerator for at least 45 minutes to cool down before further processing. The temperature of the refrigerator was in the range from about 40°F (4°C) to about 45°F (7°C).

Precursor agglomerate abrasive grain were made for Examples 7-11 using a size-reducing machine (obtained from Y-Tron Quadro, Limited, Chesham, United Kingdom, under the trade designation "QUADRO COMIL") having a solid impeller (model "ARROW 1701") with a 0.175 inch (4.44 mm) gap and a conical screen with 0.050 inch (1.27 mm) round, grater-type orifices. The drive motor was operated at 350 rpm. After passing the slurries through the size-reducing machine ("QUADRO COMIL") and UV curing system, the at least partially cured precursor agglomerate abrasive grain were placed in aluminum pans and at least partially thermally cured in the forced-air oven for about 6 hours at about 350°F (177°C). The precursor agglomerate abrasive grain were then reduced in size by causing them to pass through the size-reducing machine ("QUADRO COMIL") using a carbide-tipped (Model "ARROW 1607") impeller at a 0.175 inch (4.44

WO 02/28980

PCT/US01/42525

mm) gap and a 0.079 inch (2.00 mm) grater screen. After the reduction in size the precursor agglomerate abrasive grain were screened and the particle size fraction greater than 36 mesh (0.0185 inch, 0.47 mm) was collected.

The precursor agglomerate abrasive grain were then subjected to two heating steps.

5 In the first heating step (i.e., calcining), rod-shaped precursor agglomerate abrasive grain were calcined in order to remove acrylate resin used in the agglomerate forming process, and to cause the crystalline ceramic oxide bonding precursor material to sufficiently bond together to provide handleable and collectable precursor agglomerate abrasive grain. The precursor agglomerate abrasive grain were spread 5/8 inch (16 mm) thick in 3.5 inch x 7.5

10 inch (89 mm x 190 mm) aluminum pans (obtained from Coors Ceramics Co., Golden CO) and heated in air in a laboratory furnace (obtained from Lindberg/Blue M Company, Watertown, WI; model number BF 117) according to the following schedule:

heating from about room temperature to about 662°F (350°C) at a rate of 3.6°F

15 (2°C)/minute;

holding for about 2 hours at about 662°F (350°C);

heating from about 662°F (350°C) to about 1832°F (1000°C) at about 3.6°F (2°C) /

minute;

holding for about 4 hour soak at about 1832°F (1000°C); and

20 cooling in the furnace to about room temperature by turning off the power to the furnace.

The resulting calcined precursor agglomerate abrasive grain were further reduced in size to provide a desired size distribution for making coated abrasive articles. The calcined precursor agglomerate abrasive grain were further reduced in size by passing

25 them through the size-reducing machine ("QUADRO COMIL") using a carbide-tipped Arrow 1607 impeller at a 0.175 inch (4.44 mm) gap and a 0.079 inch (2.00 mm) grater screen. The resulting calcined precursor agglomerate abrasive grain were screened and the size fraction larger than 20 mesh (0.0320 in, 0.81 mm) and smaller than 12 mesh (0.0661 in, 1.70 mm) was retained.

30 For Examples 7, 9, and 11, the second heating step was performed by placing about 100 grams of calcined precursor agglomerate abrasive grain in a 3 inch (7.6 cm) diameter platinum crucible and then heating in a laboratory box furnace (obtained from CM Rapid

WO 02/28980

PCT/US01/42525

Temp Furnace, Bloomfield, NJ under the trade designation "RAPID TEMP"). In the second heating step, the particles were held at a maximum temperature of about 2732°F (1500°C) for about 90 minutes. The agglomerate abrasive grain were then allowed to cool to room temperature by shutting off the "RAPID TEMP" box furnace and allowing it to cool to room temperature.

For Examples 8 and 10 calcined precursor agglomerate abrasive grain were impregnated with an REO solution (herein referred to as "REO2 solution") before the heating firing step. REO2:solution was prepared by blending a lanthanum, neodymium, and yttrium nitrate solution (20.5% $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 20.1% $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 26.1% $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; available from Molycorp of Lourviers, CO) with a sufficient amount of MgN and cobalt nitrate (15% $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; available from Hall Chemical of Wickliffe, Ohio) to provide a solution containing about 5.8% $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, about 5.8% $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, about 7.1% $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, about 14.4% $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, about 0.4% $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, and the balance deionized water. The calcined precursor agglomerate abrasive grain were impregnated by mixing 25 ml of REO2 solution per 100 grams of calcined precursor agglomerate abrasive grain with the calcined precursor agglomerate abrasive grain. The mixture was tumbled in a rotating, polyethylene-lined container for about 10 minutes to distribute the REO2 solution through the calcined precursor agglomerate abrasive grain. Impregnated calcined precursor agglomerate abrasive grain were then placed in aluminum pans and placed in a forced-air oven (obtained from Despatch Industries, Minneapolis, MN; model number ALD2-11) and dried for about 2 hours at about 100°C. The agglomerates were then removed and allowed to cool down to about room temperature.

The agglomerate were then passed through a rotary kiln that was heated to about 1200°F (650°C). The rotary kiln had a "hot zone" that was about 12 inches (30.5 cm) and a silicon carbide rotary tube that was about 15 cm in diameter, about 1.1 m long, and was elevated at about 2.3° inclination. The residence time was about 5 minutes through the length of the tube. After being passed through the rotary kiln, the agglomerates were then heated at about 2732°F (1500°C) for about 90 minutes according to the second heating step described in Examples 7, 9, and 11.

Coated abrasive articles with polyester cloth backings and phenolic-based make and size resins were prepared Examples 7-10 agglomerate abrasive grain. The Y-weight

WO 02/28980

PCT/US01/42525

backing cloth was a sateen weave polyester with a basis weight of approximately 535 g/m² (obtained from Wisselink Textiles, Aalten, Netherlands). The make resin was a 52:48 mixture by weight of CaCO₃:water-based phenolic (obtained from Georgia-Pacific Resins, Columbus, OH; product number GP23155B).

5 An draw-down apparatus (obtained from Paul Gardner Co., Pompano Beach, FL, under the trade designation "ACCU LAB") and a #90 wire-wound coating rod (obtained from Paul Gardner Co., Pompano Beach, FL) was used to spread a uniform coating of make resin onto the polyester backing. The make coating weight for the #90 wire wound coating rod setting on the draw-down apparatus was approximately 230 g/m² on a dry weight basis. Make coating weight was determined for a given setting of the #90 wire wound coating rod on the draw-down apparatus by the following procedure: weighing a backing sample, applying a make coat to the backing sample using the draw-down apparatus at a given setting, drying the make coat in a convection oven (obtained from Precision Scientific, Chicago, IL; model number 8) about 2 hours at about 190°F (88°C), and then weighing the dried make coated backing. Coating weight = (dried make coated backing sample weight - the backing sample weight)/(area of the backing sample).

10 The previously screened agglomerate abrasive grain were then poured by hand onto the wet make resin and rolled back and forth by hand several times to distribute the agglomerate abrasive grain evenly on the backing, and then the excess agglomerate abrasive grain were shaken off. The coated samples were heated overnight for about 10 hours in a convection oven (obtained from Precision Scientific, Chicago, IL; model number 8) set at about 180°F (82°C).

20 The size resin was a 52:48 mixture by weight of cryolite:water-based phenolic (obtained from Georgia-Pacific Resins, Columbus, OH; product number GP23155B) and was applied to the samples by hand with a paint brush. The size coated samples were heated in the convection oven for about 1 hour at about 180°F (82°C), and then cured for about 2 hours at about 200°F (93°C), followed by about 30 minutes at about 220°F (104°C) and about 1 hour at about 245°F (118°C). After curing, the coated abrasive samples were flexed over a 2 inch (5 cm) diameter bar in order to make the coated sample more suitable for installation into the Rocker Drum Test apparatus (described below).

30

WO 02/28980

PCT/US01/42525

Comparative Example G

Comparative Example G was a cloth-backed coated abrasive article containing organically-bonded agglomerate abrasive particles. The organically-bonded agglomerate abrasive particles were grade #60, and are marketed by the 3M Company, St. Paul, MN under the trade designation "MULTICUT C". The organically-bonded agglomerate abrasive particles was made of ANSI grade 60 AG321 abrasive particles bonded together by a cryolite-filled phenolic bond system. The coated samples were made as described above for Example 7, except the organically-bonded agglomerate abrasive particles ("MULTICUT C") particles were used in place of the agglomerate abrasive grain.

Comparative Example H

Comparative Example H was an ANSI grade 60 commercially available coated abrasive article marketed by the 3M Company, under the trade designation "3M 967F". This abrasive article included a single layer of grade #60 AG321 abrasive particles electrostatically coated onto a polyester cloth backing with phenolic based make and size resins.

Examples 7-10 were cut into 10 inch x 2.5 inch (25.4 cm x 6.4 cm) sheets and evaluated using the following test herein referred to as the "Rocker Drum Test": These samples were installed on a cylindrical steel drum of a testing machine. The steel drum was 13 inches (33 cm) in diameter, and was driven by an electric motor and a pushrod lever so that the drum oscillated (rocked back and forth in a small arc). A 1018 carbon steel workpiece (a workpiece is abraded by the abrasive article), 3/16 inch (0.48 cm) square, was fixed in a lever arm arrangement above the abrasive article, and a load of about 8 lb (3.6 kg) was applied to the workpiece. As the abrasive article rocked back and forth, the workpiece was abraded, and a 3/16 inch x 5.5 inch (0.48 cm x 14 cm) wear path was created on the abrasive article. There were approximately 60 strokes per minute on this wear path. A compressed air stream at 20 psi (138 kPa) was directed onto the abrasive article at the point of contact with the workpiece to clear grinding swarf and debris from the wear path.

The amount of steel removed after each 1000 cycles (one cycle being one back-and-forth motion) was recorded as the "interval cut" and the "total cut" was the cumulative (total of "interval cuts") amount of steel removed at the endpoint of the test. The endpoint

WO 02/28980

PCT/US01/42525

of the test was determined to be when a predetermined number of cycles were completed or when the cut rate dropped to less than approximately 40% of the maximum interval cut recorded for that test. The results presented in Table 2, below, are an average of two samples per Example.

5

Table 2

Test interval, cycles	Comp. Ex. G Interval cut, g	Comp. Ex. H Interval cut (g)	Example 7 Interval cut, g	Example 8 Interval cut, g	Example 9 Interval cut, g	Example 10 Interval cut, g
1000	1.15	1.81	2.14	1.03	2.14	1.08
2000	1.29	1.79	2.32	1.16	2.42	1.18
3000	1.32	1.78	2.33	1.16	2.38	1.24
4000	1.39	1.77	2.33	1.18	2.43	1.25
5000	1.36	1.61	2.28	1.14	2.39	1.23
6000	1.41	1.17	2.02	1.16	2.41	1.17
7000	1.48	0.24	1.54	1.11	2.45	1.12
8000	1.47	---	1.44	1.08	2.56	1.08
9000	1.51	---	1.19	1.02	2.52	0.95
Total Cut, g	12.36	10.17	17.59	10.04	21.70	11.21

Example 9, which included alumina and rare earth oxide, provided a maximum cut rate of 170% of Comparative Example G, and of 140% of Comparative Example H. Compared to the Example 9 abrasive article, the corresponding Example 7 abrasive article, which used agglomerate abrasive grain that did not include rare earth oxide, provided similar cut rates initially, but the total cut provided by the Example 7 abrasive article was limited by shelling of the agglomerate abrasive grain from the backing after about 5000 test cycles.

The Example 9 abrasive article maintained a consistent cut rate, as measured by the interval cuts, within a range of about 18% from lowest to highest over the duration of the test. The cut rate, as measured by the interval cuts, of the Comparative Example G abrasive article increased steadily by about 34% over the duration of the test. The Comparative Example H abrasive article maintained a consistent cut rate, as measured by the interval cuts, over the first few test intervals, but then decreased abruptly as the workpiece wore through the abrasive coating to the backing. The cut rates, as measured by the interval cuts, of Examples 8 and 10 abrasive articles were similar, but were about half

15

20

WO 02/28980

PCT/US01/42525

the cut rates, as measured by the interval cuts, provided by the Examples 7 and 9 abrasive articles.

5 The strengths of Examples 7-11 agglomerate abrasive grain were measured using a Crush Test. Approximately 5 grams of screened agglomerate abrasive grain were used for each test. Agglomerate abrasive grain were poured onto an epoxy resin lab benchtop and spread out by hand to isolate individual particles. Agglomerate abrasive grain that were in the range from about 0.039 in (1 mm) to about 0.078 in (2 mm) were selected and crushed using a force gauge equipped with a flat compression foot fitting (obtained from Shimpo Instruments, Lincolnwood, IL; model number FGV-50). The force gauge read from 0 to 60 lbs (0 to 267 N). The flat compression foot of the force gauge was held in a horizontal position above and contacting the agglomerate abrasive grain to be crushed and a constant force was applied by hand until the agglomerate abrasive grain broke (breakage was measured by audible sound and/or feel). The maximum force applied to cause the agglomerate abrasive grain to break (i.e. Crush Test Value) was recorded and the test repeated. The Crush Test Values reported in Table 3 were the averages of at least 40 samples of a given agglomerate abrasive grain example.

Table 3.

	Example 7	Example 8	Example 9	Example 10	Example 11
Average Crush Test Value, lb. (N)	17.4 (77.5)	22.3 (99.2)	7.78 (34.6)	10.2 (45.4)	9.74 (43.1)
Standard Deviation, lb. (N)	2.9 (12.9)	3.2 (14.4)	1.85 (8.2)	2.79 (12.4)	2.6 (11.6)

20

Various modifications and alterations of this invention will become apparent to those skilled in the art without departing from the scope and spirit of this invention, and it should be understood that this invention is not to be unduly limited to the illustrative embodiments set forth herein.

25

WO 02/28980

PCT/US01/42525

What is claimed is:

1. Agglomerate abrasive grain comprising a plurality of abrasive particles bonded together with a sintered, crystalline ceramic bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight crystalline Al_2O_3 , based on a total metal oxide content of the bonding material, and wherein the abrasive particles have an average particle size of at least 5 micrometers.
2. The agglomerate abrasive grain according to claim 1, wherein the average particle size of the particles is at least 25 micrometers.
3. The agglomerate abrasive grain according to claim 1, wherein the average particle size of the particles is at least 100 micrometers.
4. The agglomerate abrasive grain according to claim 1, wherein the abrasive particles comprise fused abrasive particles.
5. The agglomerate abrasive grain according to claim 1, wherein the abrasive particles include abrasive particles selected from the group consisting of fused aluminum oxide abrasive particles, white fused aluminum oxide abrasive particles, heat-treated fused aluminum oxide abrasive particles, brown fused aluminum oxide abrasive particles, silicon carbide abrasive particles, boron carbide abrasive particles, titanium carbide abrasive particles, diamond abrasive particles, cubic boron nitride abrasive particles, garnet abrasive particles, fused alumina-zirconia abrasive particles, sintered alpha alumina-based abrasive particles, boehmite-derived, sintered alumina abrasive particles, and a combination thereof.
6. The agglomerate abrasive grain according to claim 1, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 60 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

7. The agglomerate abrasive grain according to claim 1, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 90 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.
- 5 8. The agglomerate abrasive grain according to claim 1, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 95 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.
9. The agglomerate abrasive grain according to claim 1, wherein the abrasive
10 particles include sintered, alpha alumina-based abrasive particles.
10. The agglomerate abrasive grain according to claim 9, wherein the sintered, alpha alumina-based abrasive particles comprise of alpha alumina crystals having an average crystal size of less than 1 micrometer.
- 15 11. The agglomerate abrasive grain according to claim 9, wherein the bonding material and the sintered, ceramic alpha alumina-based abrasive particles have substantially the same composition.
12. The agglomerate abrasive grain according to claim 9, wherein the bonding
20 material and the sintered, ceramic alpha alumina-based abrasive particles have substantially the same composition and microstructure.
13. An abrasive article including:
25 binder material; and
a plurality of agglomerate abrasive grain according to claim 1 secured within said article by said binder material.
14. Agglomerate abrasive grain comprising a plurality of polycrystalline
30 abrasive particles bonded together with a sintered, crystalline ceramic bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight crystalline Al_2O_3 , based on a total metal oxide content of the bonding material, the

WO 02/28980

PCT/US01/42525

abrasive particles have a density of at least 85% of theoretical density, and the agglomerate abrasive grain has a porosity value of at least 10 percent.

5 15. The agglomerate abrasive grain according to claim 14, wherein the abrasive particles have a density of at least 95% of theoretical density.

16. The agglomerate abrasive grain according to claim 14, wherein the abrasive grain has a porosity value of at least 30 percent.

10 17. The agglomerate abrasive grain according to claim 14, wherein the abrasive particles comprise fused abrasive particles.

18. The agglomerate abrasive grain according to claim 14, wherein the abrasive particles comprise sintered, alpha alumina-based abrasive particles.

15 19. The agglomerate abrasive grain according to claim 14, wherein the abrasive particles include abrasive particles selected from the group consisting of fused aluminum oxide abrasive particles, white fused aluminum oxide abrasive particles, heat-treated fused aluminum oxide abrasive particles, brown fused aluminum oxide abrasive particles, silicon carbide abrasive particles, boron carbide abrasive particles, titanium carbide abrasive particles, diamond abrasive particles, cubic boron nitride abrasive particles, garnet abrasive particles, fused alumina-zirconia abrasive particles, sintered alpha alumina-based abrasive particles, boehmite-derived, sintered alumina abrasive particles, and a combination thereof.

20 20. The agglomerate abrasive grain according to claim 14, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 60 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.

25 30 21. The agglomerate abrasive grain according to claim 14, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 90 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

22. The agglomerate abrasive grain according to claim 14, wherein the bonding material and the sintered, ceramic alpha alumina-based abrasive particles have substantially the same composition.
- 5
23. The agglomerate abrasive grain according to claim 14, wherein the bonding material and the sintered, ceramic alpha alumina-based abrasive particles have substantially the same composition and microstructure.
- 10
24. An abrasive article including:
binder material; and
a plurality of agglomerate abrasive grain according to claim 17 secured within said article by said binder material.
- 15
25. A method for making agglomerate abrasive grain comprising:
contacting a plurality of at least one of abrasive particles or precursor abrasive particles with a precursor bonding material such that the particles agglomerate together; and
heating the agglomerated particles at at least one temperature for a time
20 sufficient to convert the agglomerated particles, into agglomerate abrasive grain comprising a plurality of abrasive particles bonded together with a sintered bonding material; wherein the sintered bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight crystalline Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material; and wherein the abrasive particles of the agglomerate abrasive grain
25 have an average particle size of at least 5 micrometers.
26. The method according to claim 25, wherein the abrasive particles comprise fused abrasive particles.
- 30
27. The method according to claim 25, wherein the abrasive particles include abrasive particles selected from the group consisting of fused aluminum oxide abrasive particles, white fused alumina abrasive particles, heat-treated aluminum oxide abrasive

WO 02/28980

PCT/US01/42525

particles, brown aluminum oxide abrasive particles, silicon carbide abrasive particles, boron carbide abrasive particles, titanium carbide abrasive particles, diamond abrasive particles, cubic boron nitride abrasive particles, garnet abrasive particles, fused alumina-zirconia abrasive particles, sintered alpha alumina-based abrasive particles, boehmite-derived alumina abrasive particles, and a combination thereof.

28. The method according to claim 25, wherein the precursor abrasive particles comprise boehmite.

29. The method according to claim 25, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 60 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.

30. The method according to claim 25, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 90 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.

31. The method according to claim 25, further comprising, prior to said heating:
drying the agglomerated particles;
calcining the dried agglomerated particles to provide porous agglomerated particles; and
impregnating the porous agglomerated particles with a composition comprising water and at least one of metal oxide or metal oxide precursor.

32. The method according to claim 25, wherein the average particle size of the particles is at least 25 micrometers.

33. The method according to claim 25, wherein the average particle size of the particles is at least 100 micrometers.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

34. The method according to claim 25, wherein the abrasive particles are comprised of crystals having an average crystal size less than 10 micrometers.

35. The method according to claim 25, wherein the abrasive particles include sintered, crystalline ceramic alpha alumina-based abrasive particles.

36. The method according to claim 25, wherein the bonding material and the sintered, ceramic alpha alumina-based abrasive particles have substantially the same composition.

37. The method according to claim 25, wherein the bonding material and the sintered, ceramic alpha alumina-based abrasive particles have substantially the same composition and microstructure.

38. The method according to claim 25, wherein the abrasive particles of the agglomerate abrasive grain have a density of at least 85% of theoretical density, and the agglomerate abrasive grain has a porosity value of at least 30 percent.

39. A method for making agglomerate abrasive grain comprising:
contacting a plurality of at least one of abrasive particles or precursor abrasive particles with a precursor bonding material such that the particles agglomerate together; and

heating the agglomerated particles at at least one temperature for a time sufficient to convert the agglomerated particles into agglomerate abrasive grain comprising a plurality of abrasive particles bonded together with a sintered bonding material; wherein the sintered bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight crystalline Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material; and wherein the heat-treated abrasive particles have a density of at least 85% of theoretical density, and the agglomerate abrasive grain has a porosity value of at least 10 percent.

40. The method according to claim 39, wherein the abrasive particles comprise fused abrasive particles.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

41. The method according to claim 39, wherein the abrasive particles include abrasive particles selected from the group consisting of fused aluminum oxide abrasive particles, white fused alumina abrasive particles, heat-treated aluminum oxide abrasive particles, brown aluminum oxide abrasive particles, silicon carbide abrasive particles, boron carbide abrasive particles, titanium carbide abrasive particles, diamond abrasive particles, cubic boron nitride abrasive particles, garnet abrasive particles, fused alumina-zirconia abrasive particles, sintered alpha alumina-based abrasive particles, boehmite-based alumina abrasive particles, and a combination thereof.

10

42. The method according to claim 39, wherein the precursor abrasive particles comprise boehmite.

43. The method according to claim 39, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 60 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.

15

44. The method according to claim 39, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 90 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.

20

45. The method according to claim 39, further comprising, prior to said heating
drying the agglomerated particles;
calcining the dried agglomerated particles to provide porous agglomerated particles; and
impregnating the porous agglomerated particles with a composition comprising water and at least one of metal oxide or metal oxide precursor.

25

46. The method according to claim 39, wherein the average particle size of the particles is at least 25 micrometers.

30

WO 02/28980

PCT/US01/42525

47. The method according to claim 39, wherein the average particle size of the particles is at least 100 micrometers.
48. The method according to claim 39, wherein the abrasive particles are comprised of crystals having an average crystal size less than 10 micrometers.
49. The method according to claim 39, wherein the abrasive particles include sintered, crystalline ceramic alpha alumina-based abrasive particles.
50. The method according to claim 39, wherein the bonding material and the sintered, ceramic alpha alumina-based abrasive particles have substantially the same composition.
51. The method according to claim 39, wherein the bonding material and the sintered, ceramic alpha alumina-based abrasive particles have substantially the same composition and microstructure.
52. The method according to claim 39, wherein the abrasive particles have a density of at least 95% of theoretical density.
53. The method according to claim 39, wherein the abrasive grain has a porosity value of at least 30 percent.
54. Agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered polycrystalline abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, wherein the crystalline abrasive particles are comprised of crystals having an average size less than 10 micrometers, and wherein at least three of the largest abrasive particles have substantially the same volume.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

55. The agglomerate abrasive grain according to claim 54, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 60 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.
56. The agglomerate abrasive grain according to claim 54, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 95 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.
57. The agglomerate abrasive grain according to claim 54, wherein the crystalline abrasive particles include alpha alumina-based abrasive particles.
58. The agglomerate abrasive grain according to claim 54, wherein the crystalline abrasive particles include sintered, crystalline ceramic alpha alumina-based abrasive particles.
59. The agglomerate abrasive grain according to claim 58, wherein the sintered, crystalline ceramic alpha alumina-based abrasive particles are comprised of alpha alumina crystals, and wherein the average size of the alpha alumina crystals is less than 1 micrometer.
60. The agglomerate abrasive grain according to claim 54, wherein the crystalline ceramic, metal oxide bonding material and the sintered, ceramic alpha alumina-based abrasive particles have substantially the same composition and microstructure.
61. An abrasive article including:
binder material; and
a plurality of agglomerate abrasive grain according to claim 55 secured within said article by said binder material.
62. Agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by

WO 02/28980

PCT/US01/42525

weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, wherein the crystalline abrasive particles are comprised of crystals having an average size less than 10 micrometers, and wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 20 micrometers in size.

5

63. The agglomerate abrasive grain according to claim 62, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 60 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.

10

64. The agglomerate abrasive grain according to claim 62, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 90 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.

15

65. The agglomerate abrasive grain according to claim 62, wherein the crystalline abrasive particles include alpha alumina-based abrasive particles.

20

66. The agglomerate abrasive grain according to claim 62, wherein the crystalline abrasive particles include sintered, crystalline ceramic alpha alumina-based abrasive particles.

25

67. The agglomerate abrasive grain according to claim 66, wherein the sintered, crystalline ceramic alpha alumina-based abrasive particles are comprised of alpha alumina crystals, and wherein the average size of the alpha alumina crystals is less than 1 micrometer.

30

68. The agglomerate abrasive grain according to claim 66, wherein the crystalline ceramic, metal oxide bonding material and the sintered, ceramic alpha alumina-based abrasive particles have substantially the same composition and microstructure.

69. The agglomerate abrasive grain according to claim 62, wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 40 micrometers in size.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

70. An abrasive article including:
binder material; and
a plurality of agglomerate abrasive grain according to claim 62 secured
within said article by said binder material.
- 5
71. Agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline
abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material,
wherein said agglomerate abrasive grain comprises, on a theoretical oxide basis, at least
85% by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the agglomerate abrasive
10 grain, and wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 20
micrometers in size.
72. The agglomerate abrasive grain according to claim 71, wherein the bonding
material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 97 percent by weight Al_2O_3 , based
15 on the total metal oxide content of the bonding material.
73. The agglomerate abrasive grain according to claim 71, wherein the
crystalline abrasive particles include alpha alumina-based abrasive particles.
- 20 74. The agglomerate abrasive grain according to claim 71, wherein the
crystalline abrasive particles include sintered, crystalline ceramic alpha alumina-based
abrasive particles.
75. The agglomerate abrasive grain according to claim 74, wherein the sintered,
25 crystalline ceramic alpha alumina-based abrasive particles are comprised of alpha alumina
crystals, and wherein the average size of the alpha alumina crystals is less than 1
micrometer.
76. The agglomerate abrasive grain according to claim 74, wherein the
30 crystalline ceramic, metal oxide bonding material and the sintered, ceramic alpha alumina-
based abrasive particles have substantially the same composition and microstructure.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

77. The agglomerate abrasive grain according to claim 71, wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 40 micrometers in size.

78. An abrasive article including:
5 binder material; and
a plurality of agglomerate abrasive grain according to claim 71 secured within said article by said binder material.

79. Agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered,
10 polycrystalline abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, and wherein the agglomerate abrasive grain has a porosity value in the range from 10 to about 60 percent.

15 80. The agglomerate abrasive grain according to claim 79, wherein the plurality of abrasive particles has a porosity value of at least 30 percent.

20 81. The agglomerate abrasive grain according to claim 79, wherein the agglomerate abrasive grain has a porosity value in the range from 30 to about 45 percent.

25 82. The agglomerate abrasive grain according to claim 79, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 60 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.

83. The agglomerate abrasive grain according to claim 79, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 90 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.

30 84. The agglomerate abrasive grain according to claim 79, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 95 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

85. The agglomerate abrasive grain according to claim 79, wherein the crystalline abrasive particles include alpha alumina-based abrasive particles.

5 86. The agglomerate abrasive grain according to claim 79, wherein the crystalline abrasive particles include sintered, crystalline ceramic alpha alumina-based abrasive particles.

10 87. The agglomerate abrasive grain according to claim 86, wherein the sintered, crystalline ceramic alpha alumina-based abrasive particles are comprised of alpha alumina crystals, and wherein the average size of the alpha alumina crystals is less than 1 micrometer.

15 88. The agglomerate abrasive grain according to claim 86, wherein the crystalline ceramic, metal oxide bonding material and the sintered, ceramic alpha alumina-based abrasive particles have substantially the same composition and microstructure.

20 89. The agglomerate abrasive grain according to claim 79, wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 20 micrometers in size.

25 90. An abrasive article including:
binder material; and
a plurality of agglomerate abrasive grain according to claim 79 secured within said article by said binder material.

30 91. A method for making agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, and wherein at least three of the largest abrasive particles have substantially the same volume, said method comprising:

WO 02/28980

PCT/US01/42525

contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid such that a plurality of said precursor particles agglomerate together; and heating the agglomerated particles at at least one temperature for a time sufficient to provide said agglomerate abrasive grain.

5

92. The method according to claim 91, wherein the liquid comprises water.

93. The method according to claim 91, wherein the liquid comprises acidified water.

10

94. The method according to claim 91, wherein the liquid comprises water and metal oxide precursor.

15

95. The method according to claim 94, wherein the metal oxide precursor is a metal nitrate salt in solution.

20

96. The method according to claim 91, wherein the liquid comprises water and metal oxide precursor selected from the group consisting of chromium nitrate, cobalt nitrate, dysprosium nitrate, erbium nitrate, europium nitrate, ferric nitrate, gadolinium nitrate, ferric nitrate, lanthanum nitrate, lithium nitrate, magnesium nitrate, manganese nitrate, neodymium nitrate, nickel nitrate, praseodymium nitrate, samarium nitrate, yttrium nitrate, zinc nitrate, zirconium hydroxynitrate, zirconium nitrate, zirconium oxynitrate, and combinations thereof in solution.

25

97. The method according to claim 91, wherein contacting the dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid includes rotating the particles in the presence of the liquid with a disc agglomerator.

30

98. The method according to claim 91, wherein the bonding material and the sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles comprise, on a theoretical oxide basis, at least 60 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

99. The method according to claim 91, wherein the bonding material and the sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles comprise, on a theoretical oxide basis, at least 90 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.

100. A method for making agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, and wherein at least three of the largest abrasive particles have substantially the same volume, said method comprising:

contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid such that a plurality of said precursor particles agglomerate together;

drying the agglomerated precursor particles;

calcining the dried agglomerated precursor particles to provide porous agglomerated precursor particles;

impregnating the porous agglomerated precursor particles with a composition comprising liquid and at least one of metal oxide or metal oxide precursor; and

heating the impregnated, agglomerated precursor particles at at least one temperature for a time sufficient to provide said agglomerate abrasive grain.

101. A method for making agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, and wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 20 micrometers in size, said method comprising:

contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid such that a plurality of said precursor particles agglomerate together; and

WO 02/28980

PCT/US01/42525

heating the agglomerated particles at at least one temperature for a time sufficient to provide said agglomerate abrasive grain.

- 5 102. The method according to claim 101, wherein the liquid comprises water.
103. The method according to claim 101, wherein the liquid comprises acidified water.
- 10 104. The method according to claim 101, wherein the liquid comprises water and metal oxide precursor.
105. The method according to claim 104, wherein the metal oxide precursor is a metal nitrate salt in solution.
- 15 106. The method according to claim 101, wherein the liquid comprises water and metal oxide precursor selected from the group consisting of chromium nitrate, cobalt nitrate, dysprosium nitrate, erbium nitrate, europium nitrate, ferric nitrate, gadolinium nitrate, ferric nitrate, lanthanum nitrate, lithium nitrate, magnesium nitrate, manganese nitrate, neodymium nitrate, nickel nitrate, praseodymium nitrate, samarium nitrate, yttrium nitrate, zinc nitrate, zirconium hydroxynitrate, zirconium nitrate, zirconium oxynitrate, and combinations thereof in solution.
- 20 107. The method according to claim 101, wherein contacting the dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid includes rotating the particles in the presence of the liquid with a disc agglomerator.
108. The method according to claim 101, wherein the sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles are comprised of alpha alumina crystals having an average size less than 10 micrometers.
- 30 109. The method according to claim 101, wherein the bonding material and the sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles comprise, on a theoretical

WO 02/28980

PCT/US01/42525

oxide basis, at least 60 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.

110. The method according to claim 101, wherein the bonding material and the sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles comprise, on a theoretical oxide basis, at least 90 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.

111. A method for making agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, and wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 20 micrometers in size, said method comprising:

15 contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid such that a plurality of said precursor particles agglomerate together;

drying the agglomerated precursor particles;

15 calcining the dried agglomerated precursor particles to provide porous agglomerated precursor particles;

20 impregnating the porous agglomerated precursor particles with a composition comprising liquid and at least one of metal oxide or metal oxide precursor; and

25 heating the impregnated, agglomerated precursor particles at at least one temperature for a time sufficient to provide said agglomerate abrasive grain.

112. A method for making agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein said agglomerate abrasive grain comprises, on a theoretical oxide basis, at least 85% by weight alumina, based on the total metal oxide content of the agglomerate abrasive grain, and wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 20 micrometers in size, said method comprising:

WO 02/28980

PCT/US01/42525

contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid such that a plurality of said precursor particles agglomerate together; and heating the agglomerated particles at at least one temperature for a time sufficient to provide the agglomerate abrasive grain.

5

113. The method according to claim 112, wherein the liquid comprises water.

114. The method according to claim 112, wherein the liquid comprises acidified water.

10

115. The method according to claim 112, wherein the liquid comprises water and metal oxide precursor.

15

116. The method according to claim 115, wherein the metal oxide precursor is a metal nitrate salt in solution.

20

117. The method according to claim 112, wherein the liquid comprises water and metal oxide precursor selected from the group consisting of chromium nitrate, cobalt nitrate, dysprosium nitrate, erbium nitrate, europium nitrate, ferric nitrate, gadolinium nitrate, ferric nitrate, lanthanum nitrate, lithium nitrate, magnesium nitrate, manganese nitrate, neodymium nitrate, nickel nitrate, praseodymium nitrate, samarium nitrate, yttrium nitrate, zinc nitrate, zirconium hydroxynitrate, zirconium nitrate, zirconium oxynitrate, and combinations thereof in solution.

25

118. The method according to claim 112, wherein contacting the dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid includes rotating the particles in the presence of the liquid with a disc agglomerator.

30

119. The method according to claim 112, wherein the sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles are comprised of alpha alumina crystals having an average size less than 5 micrometers.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

120. The method according to claim 112, wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 40 micrometers in size.

121. The method according to claim 112, wherein the bonding material and the sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles comprise, on a theoretical oxide basis, at least 95 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.

122. A method for making agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein said agglomerate abrasive grain comprises, on a theoretical oxide basis, at least 85% by weight alumina, based on the total metal oxide content of the agglomerate abrasive grain, and wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 20 micrometers in size, said method comprising:

contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid such that a plurality of said precursor particles agglomerate together;

drying the agglomerated precursor particles;

calcining the dried agglomerated precursor particles to provide porous agglomerated precursor particles;

impregnating the porous agglomerated precursor particles with a composition comprising liquid and at least one of metal oxide or metal oxide precursor; and

heating the impregnated, agglomerated precursor particles at at least one temperature for a time sufficient to provide said agglomerate abrasive grain.

123. A method for making agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, and wherein said agglomerate abrasive grain has a porosity value in the range from 10 to 60 percent, said method comprising:

WO 02/26980

PCT/US01/42525

contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid such that a plurality of said precursor particles agglomerate together; and

heating the agglomerated particles at at least one temperature for a time sufficient to provide said agglomerate abrasive grain.

5

124. The method according to claim 123, wherein the liquid comprises water.

125. The method according to claim 123, wherein the liquid comprises acidified water.

10

126. The method according to claim 123, wherein the liquid comprises water and metal oxide precursor.

15

127. The method according to claim 126, wherein the metal oxide precursor is a metal nitrate salt in solution.

20

128. The method according to claim 123, wherein the liquid comprises water and metal oxide precursor selected from the group consisting of chromium nitrate, cobalt nitrate, dysprosium nitrate, erbium nitrate, europium nitrate, ferric nitrate, gadolinium nitrate, ferric nitrate, lanthanum nitrate, lithium nitrate, magnesium nitrate, manganese nitrate, neodymium nitrate, nickel nitrate, praseodymium nitrate, samarium nitrate, yttrium nitrate, zinc nitrate, zirconium hydroxynitrate, zirconium nitrate, zirconium oxynitrate, and combinations thereof in solution.

25

129. The method according to claim 123, wherein contacting the dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid includes rotating the particles in the presence of the liquid with a disc agglomerator.

30

130. The method according to claim 123, wherein the sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles are comprised of alpha alumina crystals having an average size less than 5 micrometers.

WO 02/28980

PCT/US01/42525

131. The method according to claim 123, wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 40 micrometers in size.
132. The method according to claim 123, wherein the bonding material and the sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles comprise, on a theoretical oxide basis, at least 60 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.
133. The method according to claim 123, wherein the bonding material and the sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles comprise, on a theoretical oxide basis, at least 90 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material.
134. The method according to claim 123, wherein the plurality of abrasive particles has a porosity value of at least 30 percent.
135. The method according to claim 123, wherein the agglomerate abrasive grain has a porosity value in the range from 20 to about 50 percent.
136. The method according to claim 123, wherein the agglomerate abrasive grain has a porosity value in the range from 30 to about 45 percent.
137. A method for making agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline, alpha alumina-based abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, and wherein said agglomerate abrasive grain has a porosity value in the range from 10 to 60 percent, said method comprising:
- contacting dried, boehmite-based precursor particles in the presence of liquid such that a plurality of said precursor particles agglomerate together;
 - drying the agglomerated precursor particles;

WO 02/28980

PCT/US01/42525

calcining the dried agglomerated precursor particles to provide porous agglomerated precursor particles;

impregnating the porous agglomerated precursor particles with a composition comprising liquid and at least one of metal oxide or metal oxide precursor;
5 and

heating the impregnated, agglomerated precursor particles at at least one temperature for a time sufficient to provide said agglomerate abrasive grain.

138. A method of abrading a surface, said method comprising:

10 contacting at least agglomerate abrasive grain comprising a plurality of abrasive particles bonded together with a sintered, crystalline ceramic bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight crystalline Al_2O_3 , based on a total metal oxide content of the bonding material, and wherein the abrasive particles have an average particle size of at least 5 micrometers, with
15 a surface of a workpiece; and

moving at least of one said agglomerate abrasive grain or said surface relative to the other to abrade at least a portion of said surface with said agglomerate abrasive grain.

20 139. A method of abrading a surface, said method comprising:

contacting at least agglomerate abrasive grain abrasive grain comprising a plurality of polycrystalline abrasive particles bonded together with a sintered, crystalline ceramic bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight crystalline Al_2O_3 , based on a total
25 metal oxide content of the bonding material, the abrasive particles have a density of at least 85% of theoretical density, and the agglomerate abrasive grain has a porosity value of at least 10 percent, with a surface of a workpiece; and

moving at least of one said agglomerate abrasive grain or said surface relative to the other to abrade at least a portion of said surface with said agglomerate
30 abrasive grain.

140. A method of abrading a surface, said method comprising:

WO 02/28980

PCT/US01/42525

contacting at least agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered polycrystalline abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, wherein the crystalline abrasive particles are comprised of crystals having an average size less than 10 micrometers, and wherein at least three of the largest abrasive particles have substantially the same volume, with a surface of a workpiece; and

moving at least of one said agglomerate abrasive grain or said surface relative to the other to abrade at least a portion of said surface with said agglomerate abrasive grain.

141. A method of abrading a surface, said method comprising:

contacting at least agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, wherein the crystalline abrasive particles are comprised of crystals having an average size less than 10 micrometers, and wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 20 micrometers in size, with a surface of a workpiece; and

moving at least of one said agglomerate abrasive grain or said surface relative to the other to abrade at least a portion of said surface with said agglomerate abrasive grain.

142. A method of abrading a surface, said method comprising:

contacting at least agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, crystalline abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein said agglomerate abrasive grain comprises, on a theoretical oxide basis, at least 85% by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the agglomerate abrasive grain, and wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 20 micrometers in size, with a surface of a workpiece; and

WO 02/28980

PCT/US01/42525

moving at least of one said agglomerate abrasive grain or said surface relative to the other to abrade at least a portion of said surface with said agglomerate abrasive grain.

5 143. A method of abrading a surface, said method comprising:

contacting at least agglomerate abrasive grain comprising a plurality of sintered, polycrystalline abrasive particles bonded together via crystalline ceramic, metal oxide bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight Al_2O_3 , based on the total metal oxide content of the bonding material, and wherein the agglomerate abrasive grain has a porosity value in the range from 10 to about 60 percent, with a surface of a workpiece; and

10 moving at least of one said agglomerate abrasive grain or said surface relative to the other to abrade at least a portion of said surface with said agglomerate abrasive grain.

15 144. A method of abrading a surface, said method comprising:

contacting at least agglomerate abrasive grain comprising a plurality of abrasive particles bonded together with a sintered, crystalline ceramic bonding material, wherein the bonding material comprises, on a theoretical oxide basis, at least 50 percent by weight crystalline Al_2O_3 , based on a total metal oxide content of the bonding material, and wherein the abrasive particles have an average particle size of at least 5 micrometers, with a surface of a workpiece; and

20 moving at least of one said agglomerate abrasive grain or said surface relative to the other to abrade at least a portion of said surface with said agglomerate abrasive grain.

25
30

WO 02/28980

PCT/US01/42525

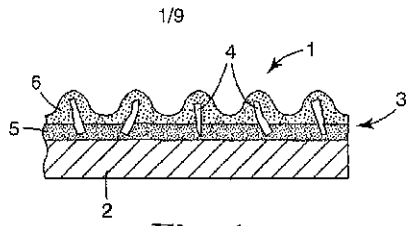


Fig. 1

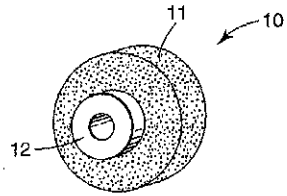


Fig. 2

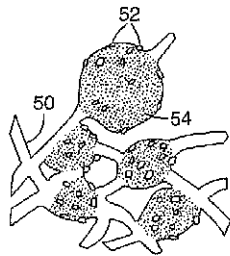


Fig. 3

2/9

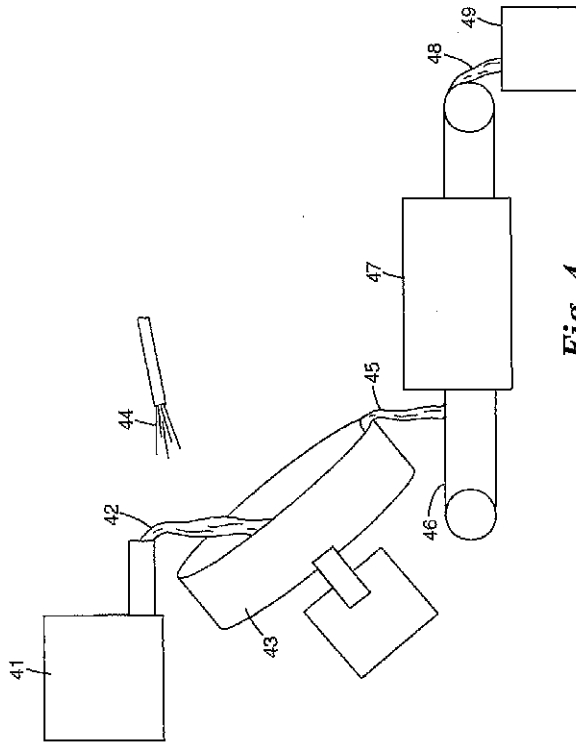


Fig. 4

WO 02/28980

PCT/US01/42525

3/9

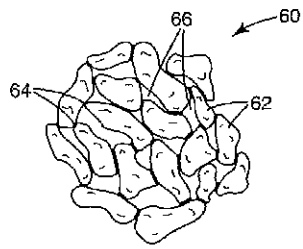


Fig. 5

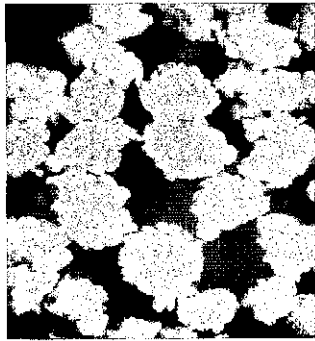


Fig. 6

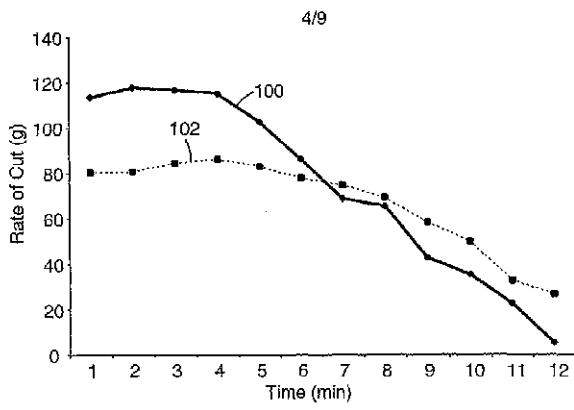


Fig. 7

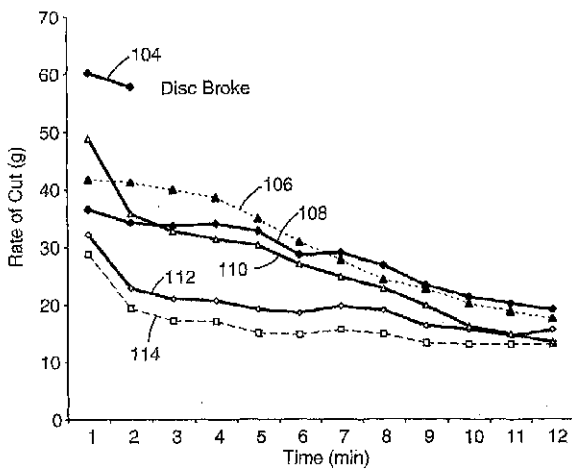


Fig. 8

WO 02/26980

PCT/US01/42525

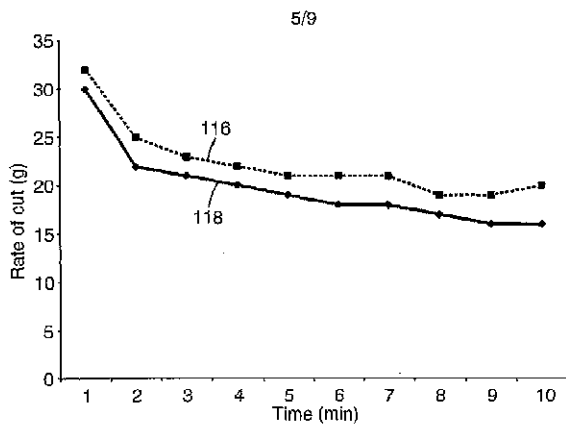


Fig. 9

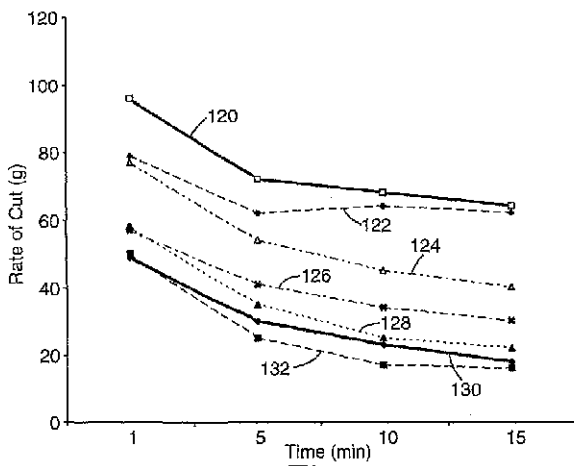


Fig. 10

6/9

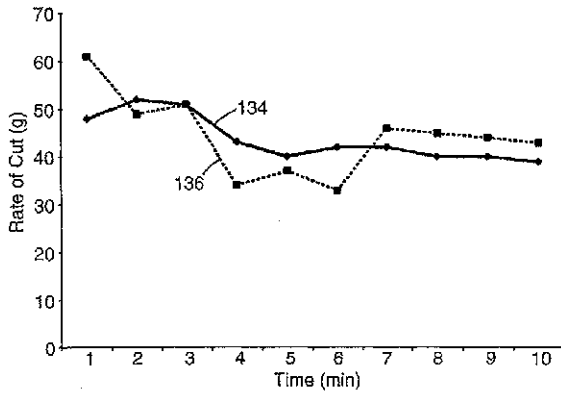


Fig. 11a

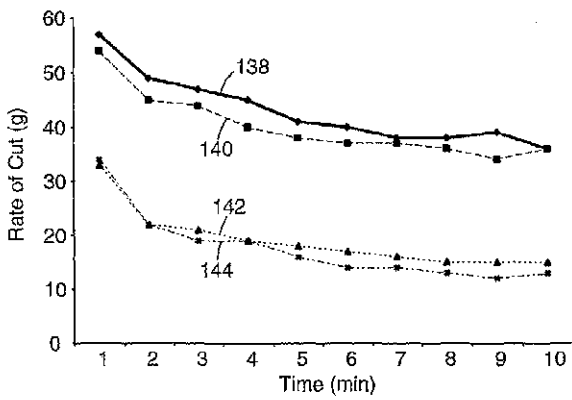


Fig. 11b

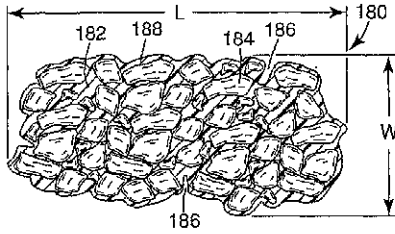


Fig. 12

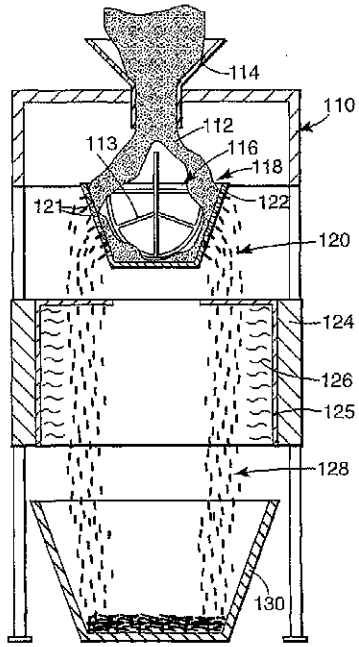
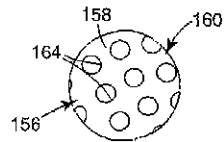
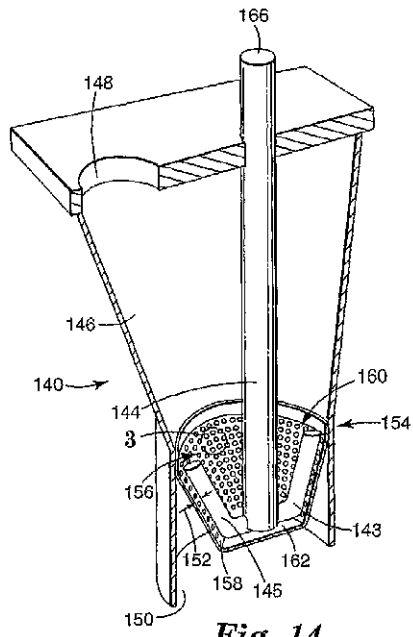


Fig. 13



【国際公開パンフレット(コレクトバージョン)】

(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
11 April 2002 (11.04.2002)

PCT

(10) International Publication Number
WO 02/028980 A3

(51) International Patent Classification: C09K 3/14, B24D 3/00, C04B 35/10, B24D 11/02, 3/02, 3/04, 3/28, 3/34, C04B 45/111

(21) International Application Number: PCT/US01/42825

(22) International Filing Date: 5 October 2001 (05.10.2001)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data: 69/238,814 6 October 2000 (06.10.2000) US
69/238,826 6 October 2000 (06.10.2000) US

(71) Applicant: 3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY (US/US); 3M Center, Post Office Box 3427, Saint Paul, MN 55133 3427 (US)

(72) Inventors: WOOD, William R.; Post Office Box 33127, Saint Paul, MN 55133 3427 (US); MICALLE, James L.; Post Office Box 3427, Saint Paul, MN 55133 3427 (US)

(74) Agents: ALLEN, Gregory, D. et al.; Office of Intellectual Property Counsel, Post Office Box 33127, Saint Paul, MN 55133 3427 (US)

(81) Designated States (national): AE, AG, AI, AM, AT (utility model), AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ (utility model), DE (utility model), DK, DM, DZ, EC, EE (utility model), EG, ES, FI (utility model), FR, GB, GR, GT, GM, HN, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KR, KG, KP, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, NZ, NI, NL, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK (utility model), SL, ST, TH, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, VN, YU, ZA, ZW

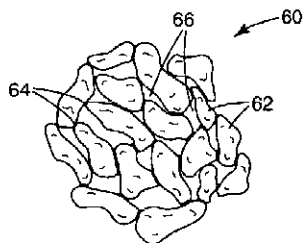
(84) Designated States (regional): ARIPO patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SI, SZ, TZ, UG, ZW), Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TL, TM), European patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PL, SE, TR), OAPI patent (BF, BJ, CI, CG, CF, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG)

Published: with international search report

(88) Date of publication of the international search report: 24 July 2003

For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette.

(54) Title: AGGLOMERATE ABRASIVE GRAIN AND A METHOD OF MAKING THE SAME



(57) Abstract: Agglomerate abrasive grain is disclosed. The agglomerate abrasive grain can be incorporated into abrasive products such as coated abrasives, bonded abrasives, non-woven abrasives, and abrasive brushes. A method of making agglomerate abrasive grain is also disclosed.

WO 02/028980 A3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.
PCT/US 01/42525

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Title of document, with indicator, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 4 311 489 A (KRESSNER BERNHARDT E) 19 January 1982 (1982-01-19) column 2, line 54 -column 3, line 27; claim 1; figures 1,2; example 1	1-144
X	US 5 551 963 A (LARMIE HENRY A) 3 September 1996 (1996-09-03)	1-13
Y	column 7-12; claims 1-16; figures 3-9	14-144
Y	US 5 908 478 A (WOOD WILLIAM P) 1 June 1999 (1999-06-01) column 8-10; claims 1-55; figure 3; examples 1-5 column 15, line 50 -column 16, line 5 column 18, line 43-62	1-144

*For PCT publications (continuation of United States) (Rule 132c)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US 01/42525
Box I Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 1 of first sheet)		
This International Search Report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:		
1.	<input type="checkbox"/>	Claims Nos.: because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
2.	<input type="checkbox"/>	Claims Nos.: because they relate to parts of the International Application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful International Search can be carried out, specifically:
3.	<input type="checkbox"/>	Claims Nos.: because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).
Box II Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 2 of first sheet)		
This International Searching Authority found multiple inventions in the international application, as follows:		
see additional sheet		
1.	<input checked="" type="checkbox"/>	As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this International Search Report covers all searchable claims.
2.	<input type="checkbox"/>	As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
3.	<input type="checkbox"/>	As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this International Search Report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
4.	<input type="checkbox"/>	No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this International Search Report is restricted to the invention first mentioned in this claim; it is covered by claim Nos.:
Remark on Protest		<input type="checkbox"/> The additional search fees were accompanied by the applicant's protest. <input checked="" type="checkbox"/> No protest accompanied the payment of additional search fees.

International Application No. PCT/US 01 A2525

FURTHER INFORMATION CONTINUED FROM PCT/ISA/ 210

This International Searching Authority found multiple (groups of) inventions in this international application, as follows:

1. Claims: 1-12, 13, 25-37, 133, 144

The common subject-matter of these claims comprises a ceramic bonding material having at least 50 wt% crystalline Al₂O₃ and wherein the abrasive particles have an average particle size of at least 5 micron

2. Claims: 14-23, 24, 38, 39-53, 79-89, 90, 123-136, 139, 143

The common subject-matter of these claims comprises a bonding material having at least 50 wt% Al₂O₃, wherein the abrasive particles have a density of at least 85% of theoretical density and the agglomerate abrasive grain has a porosity value of at least 10%

3. Claims: 54-60, 61, 91-99, 140

The common subject-matter of these claims comprises a bonding material having at least 50 wt% Al₂O₃, wherein the abrasive particles have an average size of less than 10 micron and wherein at least three of the largest abrasive particles have the same volume

4. Claims: 62-69, 70, 71-77, 78, 101-110, 112-121, 141, 142

The common subject-matter of these claims comprises a bonding material having at least 50 wt% Al₂O₃, wherein the abrasive particles have an average size of less than 10 micron and wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 20 micron

5. Claim: 100

a method for making agglomerate abrasive grains comprising at least 50 wt% Al₂O₃ and wherein at least three of the largest abrasive particles have the same volume, in which the dried precursor particles are impregnated with a composition comprising a liquid and at least a metal oxide.

6. Claims: 111, 122

the common subject-matter of both process claims comprises a bonding material having at least 50 wt% Al₂O₃ and wherein at least three of the largest abrasive particles are greater than 20 micron

International Application No. PCT/US 01/2525

FURTHER INFORMATION CONTINUED FROM PCT/ISA/ 210

7. Claim : 137

a method for making agglomerate abrasive grains comprising
at least 50 wt% Al₂O₃ and wherein the abrasive grain has a
porosity value in the range of 10-60 %

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No.
PCT/US 01/42525

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date				
US 5547479	A	20-08-1996	AU 1370595 A	17-07-1995			
			BR 9408462 A	26-08-1997			
			CA 2177702 A1	06-07-1995			
			CN 1139949 A	08-01-1997			
			EP 0739397 A1	30-10-1996			
			JP 9507168 T	22-07-1997			
			NO 962738 A	27-08-1996			
			WO 9518192 A1	06-07-1995			
			ZA 9410332 A	27-06-1996			
			US 5213591	A	25-05-1993	A 196493 T	15-10-2000
A 134694 T	15-03-1996						
AU 674530 B2	02-01-1997						
AU 4684593 A	14-02-1994						
AU 671293 B2	22-06-1996						
AU 4778393 A	14-07-1994						
BR 9306726 A	08-12-1998						
BR 9306610 A	08-12-1998						
CA 2138532 A1	03-02-1994						
DE 69301660 D1	04-04-1996						
DE 69301660 T2	01-08-1996						
DE 69329460 D1	26-10-2000						
DE 69329460 T2	26-04-2001						
EP 0652917 A1	17-05-1995						
EP 0652919 A1	17-05-1995						
ES 2086958 T3	01-07-1996						
JP 7509512 T	19-10-1995						
MX 9304517 A1	31-01-1994						
US 5352254 A	04-10-1994						
WO 9402561 A1	03-02-1994						
WO 9402562 A1	03-02-1994						
US 4311489	A	19-01-1982				AR 221891 A1	31-03-1981
						AU 4945379 A	07-02-1980
			BR 7905002 A	22-04-1980			
			EP 0008868 A1	19-03-1980			
			ES 483081 A1	16-05-1980			
			JP 55058980 A	02-05-1980			
			NO 792518 A	05-02-1980			
			ZA 7903932 A	30-07-1980			
US 5551963	A	03-09-1996	US 5468269 A	21-11-1995			
			AT 151063 T	15-04-1997			
			BR 9307112 A	30-03-1999			
			DE 69309478 D1	07-05-1997			
			DE 69309478 T2	10-07-1997			
			EP 0662072 A1	12-07-1995			
			HK 1007740 A1	23-04-1999			
			JP 8502232 T	12-03-1996			
			WO 9407809 A1	14-04-1994			
			US 5908478	A	01-06-1999	US 5893935 A	13-04-1999
AT 204559 T	15-09-2001						
AU 2432097 A	14-04-1999						
DE 69706276 D1	27-09-2001						
EP 0861217 A1	02-09-1998						
WO 9812152 A1	26-03-1998						

Rev. 1/2003 (2/03) (family member(s) table)

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,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,CH,CY,DE,DK,ES,FI,FR,GB,GR,IE,IT,LU,MC,NL,PT,SE,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,PH,PL,PT,RO,RU,SD,SE,SG,SI,SK,SL,TJ,TM,TR,TT,TZ,UA,UG,UZ,VN,YU,ZA,ZW

(72)発明者 ジェイムズ・エル・マカードル

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

Fターム(参考) 3C063 BB03 BB07 BB14 BC05 CC01 FF23

4G030 AA02 AA07 AA08 AA11 AA12 AA13 AA16 AA17 AA22 AA27

AA28 AA29 AA32 AA36 AA37 AA45 AA46 AA47 AA50 AA60

BA19 CA04 GA03 GA04 GA10 GA14 GA27