(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第4331736号
(P4331736)
(45)発行日　平成21年9月16日(2009.9.16)　(24)登録日　平成21年6月26日(2009.6.26)

(51)Int.Cl.　　F I
B24D 3/00 (2006.01)　　B24D 3/00 340
B24D 3/32 (2006.01)　　B24D 3/32
B24D 3/14 (2006.01)　　B24D 3/14

請求項の数 1　外国語出願　(全 14 頁)

(21)出願番号　特願2006-131259 (P2006-131259)
(22)出願日　平成18年5月10日 (2006.5.10)
(62)分割の表示　特願2001-513554 (P2001-513554)の分割
原出願日　平成12年5月17日 (2000.5.17)
(65)公開番号　特開2006-224302 (P2006-224302A)
(43)公開日　平成18年8月31日 (2006.8.31)
審査請求日　平成18年5月23日 (2006.5.23)
(31)優先権主張番号　09/363,581
(32)優先日　平成11年7月29日 (1999.7.29)
(33)優先権主張国　米国(US)

(73)特許権者　391010770
サンーゴバン　アブレイシブズ，インコーポレイティド
アメリカ合衆国，マサチューセッツ　０１６１５－０１３８，ウースター，ピー．オー．ボックス　１５１３８，ニュー　ボンド　ストリート　１
(74)代理人　100099759
弁理士　青木　篤
(74)代理人　100077517
弁理士　石田　敬
(74)代理人　100087413
弁理士　古賀　哲次

最終頁に続く

(54)【発明の名称】微小研摩工具の製造方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
（ａ）液体、微小砥粒、ガラス結合剤混合物、水溶性多糖類を含むポリマー及び少なくとも１つのイオン性架橋剤を含むスラリーを型に流し込んで、未焼成の流し込まれた物品の構造を形成すること；
（ｂ）型内で前記ポリマーをイオン的に架橋させ、イオン的に架橋されたポリマーが、未焼成の流し込まれた物品の構造を固定するようにすること；並びに
（ｃ）未焼成の流し込まれた物品を焼成して、均一に分散した微小砥粒を有する結合微小研摩工具を生成すること、
を含む、微小砥粒を有する結合研磨工具の製造方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
超仕上げ（ｓｕｐｅｒｆｉｎｉｓｈｉｎｇ）は、加工物から少量の材料を除去するために使用される方法である。超仕上げは次の目的を達成するために研削後に実施されるのが通常である：研削、表面粗さの減少、部分的形状の改良、及び所望の表面形状の付与により生成されるアモルファス表面層の除去。アモルファス層の除去は、加工物の耐摩耗性を改良する。更に減少した表面粗さは、加工物の目詰まりに耐える能力を増大させ、そして特徴的な形状パターンはオイル保持を助ける。
【背景技術】

【０００２】
超仕上げは、結合剤マトリックス中の砥粒から形成されるビトレアス結合微小研摩工具を用いて実施されるのが通常である。「微小研摩」（ｍｉｃｒｏａｂｒａｓｉｖｅ）工具は、研摩工具として定義されるのが通常であり、砥粒の径は２４０グリット（６３μｍ）又はより細かい。微小研摩工具は二つのよく確立された方法の一つにより製造されるのが通常である。
【０００３】
第１の方法では、砥粒及び結合剤材料を、少量の液体（例えば４ｗｔ％未満）により補助されるバインダーと混合する。液体は通常、水である。ついで、この「半」乾式混合を、冷間押圧して、成型し、未焼成の圧密体を得る。最後に、その未焼成の圧密体を、焼成して、微小研摩工具を製造する。
【０００４】
微小研摩物品を製造するもうひとつのかなりより古い方法は、いわゆる「こね土」（ｐｕｄｄｌｅ）法である。こね土法によると、砥粒及び結合剤材料を注ぎうるスラリーを製造するのに十分な水と混合する。従って、こね土法は湿式法と考えられる。スラリーを型に注ぎ、そして乾燥する。ついで乾燥した混合物を焼成して、研摩工具を生成する。
【０００５】
こね土法の一つの利点は、スラリー中で砥粒と結合剤材料を混合することによって、乾式又は半乾式混合により通常得られるものと比較して、砥粒及び結合剤材料の良好な分布が得られうることである。
【０００６】
それにもかかわらず、これらの両方の生成方法において、結合剤材料及び砥粒の粒子が不均一に分散した研摩物品が製造されている。半乾式法では、この不均一な分散は結合剤材料及び砥粒の不十分な混合による。湿式法では、不均一性は、結合剤材料及び砥粒の相対的な沈降によるのが通常である。
【発明の開示】
【発明が解決しようとする課題】
【０００７】
本発明は、微小研摩工具の製造方法、並びにそこから微細研摩工具が形成されるスラリー及び未焼成の段階の物品に関する。
【課題を解決するための手段】
【０００８】
本発明の方法では、液体、砥粒、結合剤材料、ポリマー及び少なくとも１つの架橋剤を含むスラリーを流し込んで、未焼成の流し込まれた物品の構造を形成することによって、微小研摩工具を製造する。ポリマーは型内でイオン的に架橋し、このイオン的に架橋したポリマーが、未焼成の流し込まれた物品の構造を固定する。
【０００９】
本発明のスラリーは、液体、砥粒、結合剤材料、イオン的に硬化性のポリマー及び少なくとも１つの架橋剤を含む。
【００１０】
本発明の未焼成の段階の物品は、砥粒、ビトリファイドガラス及びイオン的に硬化したポリマーを含む。
【００１１】
本発明の方法は、従来の半乾式プレス及びこね土法により生成された製品よりも改良された均一性を有する微小研摩工具を製造するのに使用されうる。スラリー中で砥粒及び結合剤材料を混合することは、公知の湿式法により通常得られうるよりも均一に分布した成分をもたらすという利点を有する。しかしながら、この混合は、従来の湿式法の典型的な難点なしに、この利点を有する。本発明の方法において、ポリマーの迅速な硬化作用は、この均一な系の構造を固定し又は閉じ込め、湿式法で見られた不均一な沈降の傾向を低減し又はなくす。従って、流し込まれた物品は公知の方法により製造された物品と比較して

、均一な密度及び硬さを有する。微小研摩工具の改良された均一性は、微小研摩工具の超仕上げ性能において、比較的大きなコンシステンシー、平坦さ及び効率を促進する。更に、本発明の方法によれば、高品質の流し込まれた物品がより一貫して製造され、従って製品の不合格率を低減しうる。更に、本発明の方法は適合性があり、そして実施するのに安価であるのが通常である。

【発明を実施するための最良の形態】

【００１２】

本発明の方法の特徴及び他の詳細は、添付の図面に関してより詳しく説明され、請求項で規定されている。本発明の具体的態様は例示のために示され、発明を制限するものではないことが理解されよう。本発明の主な特徴は本発明の範囲を逸脱することなく種々の態様において使用されうる。

【００１３】

本発明の方法は、液体、砥粒、結合剤材料、イオン的に架橋性のポリマー及び架橋剤を含むスラリーを流し込むことを含む。ここで、スラリー成分は、いかなる順序で配合されてもよい。しかしながら、ポリマーを液体成分と混合し、ついで砥粒を添加するのが好適である。従って、結合剤材料、そして最後にカチオン源を添加してスラリーを完成する。

【００１４】

スラリーを適切な型に流し込み、ついで冷却してポリマーのイオン架橋を生じさせて、未焼成の流し込まれた物品を形成する。未焼成の流し込まれた物品を、オーブンで乾燥し、続いて焼成して、結合剤材料をビトリファイ（ガラス化）し、またイオン架橋しているポリマーを除去する。

【００１５】

スラリーの液体成分は、スラリーが流し込みのために十分な流動性を有するようにするために使用される。適切な液体の例は、水、並びに水と少量のアルコール又は有機溶媒、ｐＨ調節剤、レオロジー調節剤及びそれの混合物との混合物を含む。好適には液体は、脱イオン（ＤＩ）水である。特に好適な態様において、液体成分は、スラリー中で砥粒の分散及び安定化を助けるために使用される分散剤を含有する。好適な分散剤は、「Ｄａｒｖａｎ」（登録商標）８２１Ａ　ポリアクリル酸アンモニウム溶液（米国、コネチカット州ノーウォークのＲ．Ｔ．　Ｖａｎｄｅｒｂｉｌｔ　により製造されている）のようなポリアクリル酸アンモニウム溶液である。クエン酸アンモニウムも、使用されうる適切な分散剤である。他の態様において、オクチルフェノールエチレンオキシド縮合体（米国、コネチカット州　ＤａｎｂｕｒｙのＵｎｉｏｎ　Ｃａｒｂｉｄｅから商標ＴＲＩＴＯＮ　Ｘ－１００で入手しうる）のような非イオン界面活性剤が、分散体として役立ちうる。通常、分散体は、約０．０１～約１０ｖｏｌ％、好ましくは１～６ｖｏｌ％の範囲で液体成分中に存在する。好適な態様において、分散体の量は液体成分の約２ｖｏｌ％である。

【００１６】

砥粒は、金属、セラミック材料、複合体及び他の加工物から材料を除去するのに適切な粒状材料である。いかなる砥粒も使用されうる。特に適切な砥粒の例は、酸化アルミニウム、アルミナジルコニア、ゾルゲル焼結アルファ（α）－アルミナ、炭化ケイ素、ダイヤモンド、立方晶窒化ほう素、及びそれらの混合物からなるものを含む。砥粒は、固体の約８０ｗｔ％～約９５ｗｔ％、更には全スラリーの約５５ｗｔ％～約７０ｗｔ％の範囲で存在するのが通常である。適切な砥粒の密度の例は、ＳｉＣについて約３．２１ｇ／ｃｍ^3、ダイヤモンドについて約３．５ｇ／ｃｍ^3、そしてAl_2O_3について約３．９５ｇ／ｃｍ^{3}の密度を含む。

【００１７】

スラリーは、流し込み、及び気泡の防止し又は除去のために十分な流動性を有するようにする。好ましくは、スラリーの固体含量は、過度のスラリー粘度を防止するために約４５ｖｏｌ％以下である。更に、スラリー粘度は、粒子が細かくなるにつれて固体充填により依存するようになるのが通常である。これは、比較的小さい粒子は、分散するのがより困難であるのが通常であることによる。例えば、グリット径が約３２０グリット又はその

付近でれば、約４５ｖｏｌ％の固体含量を有するスラリーの粘度は受入れられるが、約４３ｖｏｌ％より大きい固体含量を有し、且つ１０００グリットのグリット径を有するスラリーの粘度は受け入れられないであろう。

【００１８】

通常、砥粒の径は約１８００グリット～約３２０グリット（約１～約２９μｍ）の範囲にある。約３０μｍ以下の砥粒を有する製品が、本発明の方法において使用するのに好適である。

【００１９】

泥しょう（ｓｌｉｐ）が流し込まれてからそれが固まるまでの間に、砥粒は沈降する機会を有する。粒子が沈降する速度は、粒子の大きさ、及び泥しょうの粘度に部分的に依存する。粒子の大きさの増加、又はスラリーの粘度の低減のいずれも、粒子が沈降する速度を増加させる。例えば、約６００グリット（約８μｍ）である砥粒では小さい沈降速度が観察されるが、３２０グリットの砥粒は、好適なスラリー粘度で比較的高い沈降速度を示しうる。

【００２０】

スラリーの沈降速度は、その粘度の増加により低下されうる。例えば、粘度は、アクリルポリマー又はポリビニルアルコールのような水溶性ポリマーを添加することにより増加されうる。特定の態様において、粘度は、スラリーにポリビニルアルコールを添加することにより増加されうる。特に好適な態様において、ポリビニルアルコール溶液は、スラリーの液体成分の約４ｗｔ％（Ａｉｒ Ｐｒｏｄｕｃｔｓ ａｎｄ ＣｈｅｍｉｃａｌｓのＡｉｒｖｏｌ（登録商標）２０３）又は約６ｗｔ％（Ａｉｒ Ｐｒｏｄｕｃｔｓ ａｎｄ ＣｈｅｍｉｃａｌｓのＡｉｒｖｏｌ（登録商標）２０５）の量でスラリーに添加されうる。適切なポリビニルアルコール溶液の例は、Ａｉｒｖｏｌ（登録商標）２０３及びＡｉｒｖｏｌ（登録商標）２０５を含み、これらはいずれも、Ａｉｒ Ｐｒｏｄｕｃｔｓ ａｎｄ Ｃｈｅｍｉｃａｌｓ，Ｉｎｃ．から入手しうる。ポリビニルアルコール添加による気泡生成は、オイルのような適切な消泡剤を添加することにより減少又は消去されうる。

【００２１】

結合剤材料は、この分野で知られているような適切なビトレアス結合剤である。適切なビトレアス結合剤の例は、Ｓｈｅｌｄｏｎ らの米国特許第５，４０１，２８４号明細書に記載されており、その教示は参照により全体をここに組入れられる。好適な態様において、結合剤材料はアルミノケイ酸塩（Al_2O_3・SiO_2）ガラスを含むが、粘土、長石及び／又は石英のような他の成分をも含みうる。結合剤材料は、ガラスフリット粒子又はガラス結合剤混合物の形態であるのが通常であり、ビトリファイドマトリックスに焼成されるのに適しており、それにより分散され、均一な複合ガラス状構造の形態で砥粒を固定する。適切なガラスフリット粒子は、約５μｍ～約３０μｍの範囲の径を有するのが通常である。本発明に使用するのに特に適した結合剤材料は、米国特許第５，４０１，２８４号明細書の「例１」に記載されている；米国特許第５，４０１，２８４号明細書の教示は引用によりここに全体を組入れられる。通常、結合剤材料は、スラリーの約３．５ｗｔ～約７ｗｔ％を形成する。結合剤材料の密度は、３．０ｇ／ｃｍ^{3}未満であり、通常、約２．１ｇ／ｃｍ^3～約２．７ｇ／ｃｍ^{3}の範囲に及ぶ。結合剤材料の特に適した密度は約２．４ｇ／ｃｍ^{3}である。このように、砥粒及び結合剤の密度は著しく異なり、また粒径も著しく異なり得る。従って架橋ポリマーは、これらの異なる材料を一緒に取扱うように特に設計されるべきである。

【００２２】

本発明での使用のために適切なポリマーは、高い固体充填量に適応するのに十分低い粘度を有し、製造に使用するのが容易であり、そして急速に架橋されうる。好ましくは、ポリマーは、水溶性多糖類であるゲランガム（ｇｅｌｌａｎ ｇｕｍ）である。ゲランガムはシュードモナス エロデア（Ｐｓｅｕｄｏｍｏｎａｓ ｅｌｏｄｅａ）の発酵により産生される食品グレードのヘテロ多糖類であり、商標Ｋｅｌｃｏｇｅｌ（登録商標）Ｋ９Ａ

５０で商業的に入手しうる（米国、ミズーリ州、セントルイスのＭｏｎｓａｎｔｏ，　Ｎａｔｒａ　Ｓｗｅｅｔ　Ｋｅｌｃｏ　Ｃｏ．，から入手しうる。）。ゲランガムは、６０ｒｐｍ　のＢｒｏｏｋｆｉｅｌｄ　ＬＶＦ粘度計を用いて２５℃で測定されるとき、０．１％濃度で約４０～８０ｃＰの粘度、そして０．５％濃度で１０００～２０００ｃＰの粘度を有するのが通常である。ゲランガムは、高いレオロジー降伏点、せん断速度０．０１／ｓでのせん断応力により規定される６０ｄｙｎｅｓ／ｃｍ^{2}の作業降伏価を有する１％ガム溶液を有する。更に、ゲランガムの粘度は、３～１１の範囲のｐＨ変化に作用されないのが通常である。ゲランガムを調製する方法は、米国特許第４，３２６，０５２及び４，３２６，０５３号明細書に記載されており、それぞれは引用により全体をここに組入れられる。伝統的に、ゲランガムは食品におけるゲル化剤として産業において使用されてきた。

【００２３】

Ｋｅｌｃｏｇｅｌ（登録商標）Ｋ９Ａ５０ゲランガムは、本発明での使用のために好適なポリマーであるが、他のポリマーも使用されうる。例えば、Ｋｅｌｔｏｎｅ（登録商標）ＬＶアルギン酸ナトリウム（米国、ミズーリ州セントルイスのＭｏｎｓａｎｔｏ，　Ｎｕｔｒａ　Ｓｗｅｅｔ　Ｋｅｌｃｏ　Ｃｏ．，）が使用されうる。好適な態様において、Ｋｅｌｔｏｎｅ（登録商標）ＬＶアルギン酸ナトリウムは、約８０℃の温度のような、高温で水浴中で、Ｋｅｌｔｏｎｅ（登録商標）ＬＶアルギン酸ナトリウムを混合することにより水和される。適切なアクリレートポリマーは、ゲランガムのものと類似した水性分散体に粘度の特徴を有する。

【００２４】

通常、本発明の方法に使用されるポリマーの量は、セラミックゲル流し込み法で通常使用されるアクリルアミド又はアクリレートモノマーの量に比べて非常に少ない。例えば、ゲル流し込みに用いられるモノマーは、全モノマー／液体含量の約１５～２５ｗｔ％を形成するのが通常であるが、本発明で使用されるポリマー含量は、全ポリマー／液体含量の約０．２ｗｔ％～約１．０ｗｔ％の範囲にあるのが通常である。

【００２５】

別個のカチオン源が、ポリマーのイオン的架橋を可能にし又は容易にするための架橋剤として使用される。適切なカチオン源の例は、塩化カルシウム（$CaCl_2$）及び硝酸イットリウム（$Y(NO_3)_3$）を含む。使用されうる他の適切なカチオンは、ナトリウム、カリウム、マグネシウム、カルシウム、バリウム、アルミニウム及びクロムのイオンを含む。

【００２６】

架橋剤の濃度を低減することは、スラリーの粘度を低下させ、それによりスラリーの混合及び流し込みを改良し、更に達成しうる固体充填量を増加させる。架橋剤の比較的低い濃度は、製造において、必要な乾燥時間及びエネルギーコストを低減しうる。例えば$CaCl_2 \cdot 2H_2O$が使用されるとき、液体に対する約０．４ｗｔ％の$CaCl_2 \cdot 2H_2O$濃度は、例えば約６００～約１２００のグリット径のような比較的幅広いグリット径範囲にわたって、異なる結合剤の種類について、適切に硬い、架橋構造を形成するのに十分でありうる。高充填スラリーでは、架橋剤の濃度は、スラリーの流動性を向上させるためにわずかに低減されうる。加えて、架橋剤濃度の増加は、架橋が生じる温度を上昇させるのが通常である。

【００２７】

スラリー成分は、せん断作用ミキサーのような適切なミキサー中で、又はボールミルを有するローラー混合により混合されうる。好適には、スラリーの汚染を防止するために、セラミックボールよりもゴムボールが使用される。ボールミルの使用は、高せん断ミキサーでの続く混合で補足されうる。ポリマーは、高せん断ミキサーへの切換え後にスラリーに添加して水和させ、その後で架橋剤を添加することができる。

【００２８】

スラリーは、適切な型に流し込む。流し込み作業のための型は、任意の漏れない容器で

作製することができる。適切な容器材料の例は、プラスチック、金属、ガラス、Ｔｅｆｌｏｎ（登録商標）ポリテトラフルオロエチレン樹脂（米国、デラウェア州 Ｗｉｌｍｉｎｇｔｏｎ のＥ．Ｉ． ｄｕ Ｐｏｎｔ ｄｅ Ｎｅｍｏｕｒｓ ａｎｄ Ｃｏｍｐａｎｙ）、及びシリコーンゴムを含む。

【００２９】

ここで使用されるように、「流し込み」（“ｃａｓｔ”）という用語は、形を与えること又は同じ形にする（ｃｏｎｆｏｒｍ ｔｏ）ことを意味する。ついで物品を形成するためにポリマーを架橋させて、砥粒及び結合剤材料の構造を固定する。インターロック（相互固定）構造２４を形成する離散的なポリマー鎖２２の架橋は、図１に例示されている。本発明に関して「固定」（“ｆｉｘ”）は、構造の保全（ｉｎｔｅｇｒｉｔｙ）を増加し、異なる相のそれぞれの変位（ｄｉｓｐｌａｃｅｍｅｎｔ）を互いに制限することを意味するのが通常である。架橋が生じる温度及び固定した構造の剛性はともに、カチオンの種類及び濃度に依存する。

【００３０】

流し込まれたスラリーは、ポリマー成分のイオン的架橋が生じる温度に冷却される。通常、架橋が生じる温度は約４５℃未満である。好適な態様において、ゲランガムを用いると、架橋は冷却に際して、例えば約３４℃で起こるのが通常である。ポリマーが架橋する速度は、大気温度を低下させることにより増大されうる。１つの例として、型は例えば－２５℃のフリーザーで冷却されうる。あるいは、型は水浴で冷却されうる。

【００３１】

ポリマー鎖がイオン的に架橋してマトリックスを形成し、それによって流し込まれたスラリー中の固体の構造が固定された後で、物品を型から取り出し、室温で又は１００℃まで、例えば６０～８０℃の温度で、空気又はオーブン乾燥して、未焼成の段階の乾燥物品を形成する。

【００３２】

乾燥物品を焼成し、結合剤材料をビトリファイし、またポリマー成分を焼失させる。通常、焼成は約８００℃～約１３００℃の範囲の温度で実施される。好適には、焼成は、物品が超砥粒（例えばダイヤモンド又は立方晶窒化ほう素）を含むときには、不活性雰囲気中で実施される。特に好適な態様において、乾燥物品は、４０℃／時間の速度で９８０℃まで加熱される。この態様において、物品は、９８０℃で約４時間にわたって保持され、ついで約２５℃まで冷却される。

【００３３】

焼成した物品が微小研摩工具の形態である場合、焼成した物品は約３０～約７０ｖｏｌ％の範囲の気孔率を有するのが通常である。好ましくは、気孔率は約４０～約６０ｖｏｌ％の範囲である。中央（ｍｅｄｉａｎ）細孔径は、約３～約１０μｍの範囲であるのが通常であり、細孔は物品全体に実質的に均一に分散している。同様に、砥粒も構造全体に良好に分散している。

【００３４】

典型的な微小研摩物品は、例えばホイール、スティック、ストーン、シリンダー、カップ、ディスク又はコーンの形態を取りうる。上述のとおり、本発明の方法により形成される微小研摩工具は、種々の加工物の超仕上げに使用されうる。超仕上げは、回転する加工物に対して、高周波数で低振幅の微小研摩の振動を含むのが通常である。通常、この方法は比較的低い温度で、そして比較的低圧力（すなわち、９０ｐｓｉ未満）で実施される。物品表面から除去される材料の量は、約２５μｍ未満であるのが一般的である。このような加工物の例は、ボール及びローラーベアリング、並びにベアリング用受け軸（ｒｅｃｅｗａｙ）を含み、その表面は低い粗さの仕上げを付与し、そして丸みのような部分形状を改良するために超仕上げされる。本発明の結合砥粒製品についての他の用途は、ホーニング（ｈｏｎｉｎｇ）及びポリシング（ｐｏｌｉｓｈｉｎｇ）作業を含むが、これらに限定されない。

【００３５】

微研摩スティックのような結合砥石製品を用いて、加工物を超仕上げする場合、スティックの表面で砥石は、加工物表面の切削、掘り起こし（ｐｌｏｗｉｎｇ）又はラビング（ｒｕｂｂｉｎｇ）によって、加工物を超仕上げする。これらのメカニズムによりもたらされる機械的な力は、砥粒を骨格構造に保持する結合剤を破壊する。その結果、微小研摩スティックの超仕上げ表面は後退し、そして骨格内に埋め込まれた新鮮な砥粒が加工物表面を切削するために連続して露出される。構造中の細孔は、切りくず（ｓｗａｒｆ）（すなわち超仕上げの間に除去されるチップ）を捕集及び除去するための手段を提供して、微小研摩スティックと加工物との間の清浄な界面を維持する。更に細孔は、工具と加工物の界面において、冷却材の流れのための手段を提供する。

【００３６】

超仕上げ工具は、精密部分の精密仕上げのために使用されるので、工具組成におけるわずかな不均一性も工具を不満足なものにする。従って、本発明の方法は、均一な構造を得ることによって、優れた超仕上げ工具をもたらす。

【実施例】

【００３７】

例１

下の表１及び２は、本発明の２００ｇバッチのスラリーを生成させるために用いられる種々の成分の好適な各質量を示す。表１の組成において、結合剤材料の質量（m_b）は、砥粒の質量（m_a）の約６ｗｔ％である。表２の組成において、m_bはm_aの約１０ｗｔ％である。「ｖｏｌ％固体」の欄は配合された砥粒及び結合剤材料により形成されたスラリーのｖｏｌ％を示す。各表の横列に示されている試料は、約３０～約４５ｖｏｌ％固体に及ぶが、これより小さいか又は大きい％も使用されうる。しかしながら、好適には固体は、スラリーの約６０ｖｏｌ％未満に限定される。これは、約６０ｖｏｌ％を超える固体％では、スラリーの粘度は本発明の方法を用いる使用に実際的な粘度を超えうることによる。表１及び２において、砥粒の密度は３．９５ｇ／ｃｍ^{3}であり、結合剤の密度は２．４ｇ／ｃｍ^{3}である。

【００３８】

【表１】

表１ （$m_b = 0.06 m_a$）

固体 (vol%)	固体 (wt%)	固体 (g)	H_2O および分散剤 (g)	ゲル ポリマー (g)	砥粒 (Al_2O_3) (g)	結合剤 (g)	$CaCl_2$-$2H_2O$ (g)	分散剤 (g)
30	62.33	124.65	73.35	0.440	117.60	7.05	0.293	1.467
31	63.43	126.85	71.15	0.427	119.67	7.18	0.285	1.423
32	64.49	128.99	69.01	0.414	121.69	7.30	0.276	1.380
33	65.53	131.06	66.94	0.402	123.65	7.42	0.268	1.339
34	66.54	133.08	64.92	0.390	125.55	7.53	0.260	1.298
35	67.52	135.03	62.97	0.378	127.39	7.64	0.252	1.259
36	68.47	136.93	61.07	0.366	129.18	7.75	0.244	1.221
37	69.39	138.78	59.22	0.355	130.93	7.85	0.237	1.184
38	70.29	140.58	57.42	0.345	132.62	7.96	0.230	1.148
39	71.16	142.33	55.67	0.334	134.27	8.05	0.223	1.113
40	72.01	144.03	53.97	0.324	135.88	8.15	0.216	1.079
41	72.84	145.69	52.31	0.314	137.44	8.24	0.209	1.046
42	73.65	147.30	50.70	0.304	138.97	8.34	0.203	1.014
43	74.44	148.87	49.13	0.295	140.45	8.42	0.197	0.983
44	75.20	150.41	47.59	0.286	141.90	8.51	0.190	0.952
45	75.95	151.90	46.10	0.277	143.31	8.60	0.184	0.922

【００３９】

【表２】

表２（$m_b = 0.10 m_a$）

固体 (vol%)	固体 (wt%)	固体 (g)	H_2O および分散剤 (g)	ゲルポリマー (g)	砥粒 (Al_2O_3) (g)	結合剤 (g)	$CaCl_2$-$2H_2O$ (g)	分散剤 (g)
30	62.02	124.04	73.96	0.444	112.76	11.27	0.296	1.479
31	63.12	126.25	71.75	0.431	114.77	11.48	0.287	1.435
32	64.20	128.39	69.61	0.418	116.72	11.67	0.278	1.392
33	65.24	130.47	67.53	0.405	118.61	11.86	0.270	1.351
34	66.25	132.49	65.51	0.393	120.45	12.04	0.262	1.310
35	67.23	134.46	63.54	0.381	122.24	12.22	0.254	1.271
36	68.18	136.37	61.63	0.370	123.97	12.40	0.247	1.233
37	69.11	138.23	59.77	0.359	125.66	12.56	0.239	1.195
38	70.02	140.03	57.97	0.348	127.30	12.73	0.232	1.159
39	70.90	141.79	56.21	0.337	128.90	12.89	0.225	1.124
40	71.75	143.50	54.50	0.327	130.46	13.04	0.218	1.090
41	72.58	145.17	52.83	0.317	131.97	13.20	0.211	1.057
42	73.40	146.79	51.21	0.307	133.45	13.34	0.205	1.024
43	74.19	148.38	49.62	0.298	134.89	13.49	0.198	0.992
44	74.96	149.92	48.08	0.288	136.29	13.63	0.192	0.962
45	75.71	151.42	46.58	0.279	137.66	13.76	0.186	0.932

【００４０】

例２

４×６×１インチ・ブランクの形状の架橋した微小研摩試料を、固体３２．５ｖｏｌ％（６４．２３ｗｔ％）を含む泥しょう（ｓｌｉｐ）から形成した。この泥しょうは、水（１０４．２９ｇ）；Ｋｅｌｃｏｇｅｌ（登録商標）ＫＡ５０ゲランガム（０．６２５ｇ）（米国、ミズーリー州　セントルイスのＮｕｔｒａ　Ｓｗｅｅｔ　Ｋｅｌｃｏ　Ｃｏ．，から入手）；６００グリット（１０～１２μｍ）のアルミナ砥粒（１７５．１８ｇ）（米国、マサチューセッツ州　ＷｏｒｃｅｓｔｅｒのＳａｉｎｔ－Ｇｏｂａｉｎ　Ｉｎｄｕｓｔｒｉａｌ　Ｃｅｒａｍｉｃｓ　から入手）；ガラス結合剤混合物（１７．５２７ｇ）（ＶＨ結合剤混合物。米国特許第５，４０１，２８４号明細書の例１に記載。マサチューセッツ州　ＷｏｒｃｅｓｔｅｒのＮｏｒｔｏｎ　Ｃｏｍｐａｎｙから入手）；$CaCl_2 \cdot 2H_2O$（０．４１７ｇ）；及びＤａｒｖａｎ（登録商標）８２１Ａポリアクリレート（２．０８６ｇ）（米国、コネチカット州　ＮｏｒｗａｌｋのＲ．Ｔ．　Ｖａｎｄｅｒｂｉｌｔから入手）を含有していた。成分を混合し、８０℃に加熱して、均一な加熱スラリーを形成した。その後、加熱スラリーを型に流し込み、Ｋｅｌｃｏｇｅｌ（登録商標）ＫＡ５０ポリマーが架橋構造を形成するまでフリーザーで冷却した。

【００４１】

試料をフリーザーから取り除き、約２時間にわたって空気乾燥し、そして炉内において

、３０℃／時間の速度で１０００℃まで焼成し、１０００℃で４時間にわたって保持した。その後、炉への電力の供給を停止し、試料を放冷した。

【００４２】

比較のために、砥粒８４．７ｗｔ％及び結合剤１５．３ｗｔ％を含む砥粒と結合剤の混合物である６００グリットアルミナを含む組成物（Ｎｏｒｔｏｎ　Ｃｏｍｐａｎｙの市販製品、すなわちＮｏｒｔｏｎ　ＣｏｍｐａｎｙのＮＳＡ６００Ｈ８Ｖ製品を製造するために用いられる混合物）を冷間プレスすることによって、もう１つの微小研摩試料を形成した。この試料を同様に焼成して、架橋した微小研摩試料を得た。

【００４３】

この架橋した試料は、１．５９ｇ／ｃｍ^{3}の密度を有していたが、市販の混合物を冷間プレスした比較試料は、１．７５ｇ／ｃｍ^{3}の密度を有していた。

【００４４】

各微小研摩試料における硬さの変動は、試料表面について６回の硬さ測定を行なうことにより測定した（上面について３回；底面について３回）。これらの６回の測定から、平均硬さの値及び標準偏差を算出した。％硬さ変動（％Ｈｖ）を、平均硬さ値により分けられた標準偏差として算出し、次式で示されるように％として表した：

％Ｈｖ＝１００×（標準偏差）／（平均硬さ）

【００４５】

Ａｔｌａｎｔｉｃ－Ｒｏｃｋｗｅｌｌ単位で表わされる架橋及びプレス試料についての硬さ（Ｈ）値は、下の表３に、これらの値の標準偏差並びに％硬さ変動とともに表わされている。

【００４６】

【表３】

表３

	平均硬さ	標準偏差	%Hv
比較 （圧密化したブランク）	119	12	9.7
本発明 （ゲル流し込みブランク）	128	8	6.2

【００４７】

図２（Ａ）及び（Ｂ）はそれぞれ、走査電子顕微鏡による、プレス及び架橋した試料の比較顕微鏡写真である。両方の画像における倍率は２５０倍である。圧密化された図２（Ａ）の試料と比較して、図２（Ｂ）の架橋試料では、明るい色のアルミナ粒子が暗い色のガラス結合剤により均一に分散しており、これが均一な生成品をもたらすことが、画像を比較することによって容易にわかるであろう。

【００４８】

図３（Ａ）及び（Ｂ）の画像はそれぞれ、圧密化（プレス）試料及び架橋試料のより高倍率の顕微鏡写真である。これらの画像の倍率は１０００倍である。ここでも、図３（Ａ）の圧密化試料と比較して、図３（Ｂ）の架橋試料では、明るい色のアルミナ砥粒が暗い色のガラス結合剤中により均一に分散しているのが明らかである。

【００４９】

好適な態様に関して本発明を特に示してきたが、請求項で規定される発明の均等物をも含む本発明の範囲を逸脱することなく、形態及び詳細の種々の変更を行えることが、当業

者には容易に理解される。

【図面の簡単な説明】

【００５０】

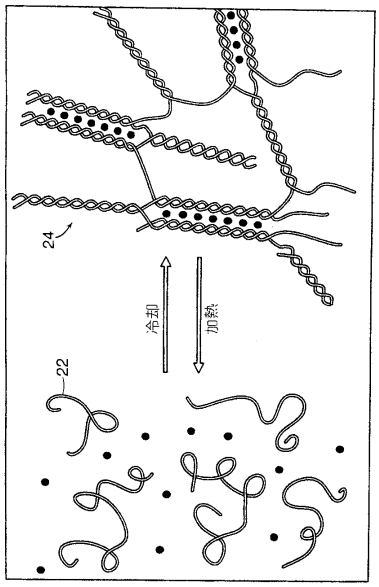
【図１】本発明によるポリマーの架橋の例を示す。

【図２】圧密化された微小研摩試料について、結合剤（暗）中の砥粒（明）の分散を示すＳＥＭ顕微鏡写真（Ａ）（２５０倍）、及び本発明の架橋した微小研摩試料について、結合剤（暗）中の砥粒（明）の分散を示すＳＥＭ顕微鏡写真（Ｂ）（２５０倍）。

【図３】圧密化された微小研摩試料について、結合剤（暗）中の砥粒（明）の分散を示すＳＥＭ顕微鏡写真（Ａ）（１０００倍）、及び本発明の架橋した微小研摩試料について、結合剤（暗）中の砥粒（明）の分散を示すＳＥＭ顕微鏡写真（Ｂ）（１０００倍）。

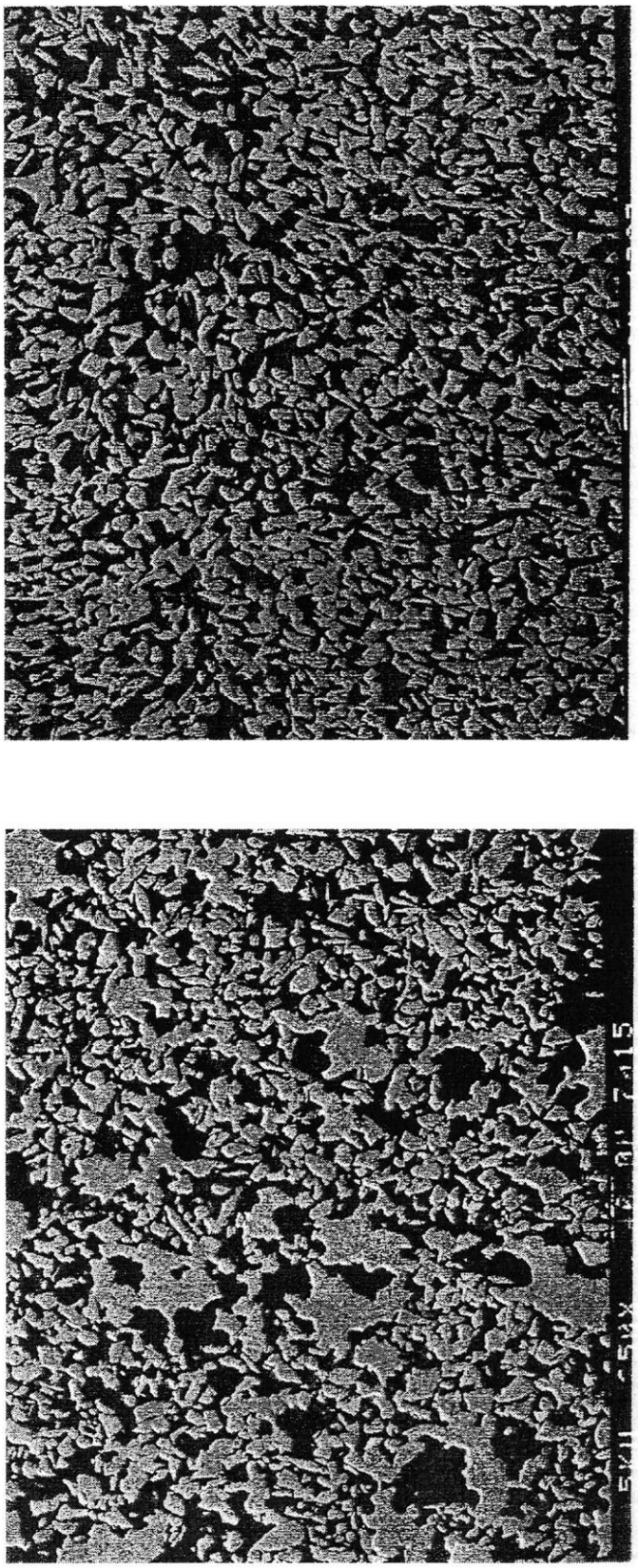
【図１】

図１



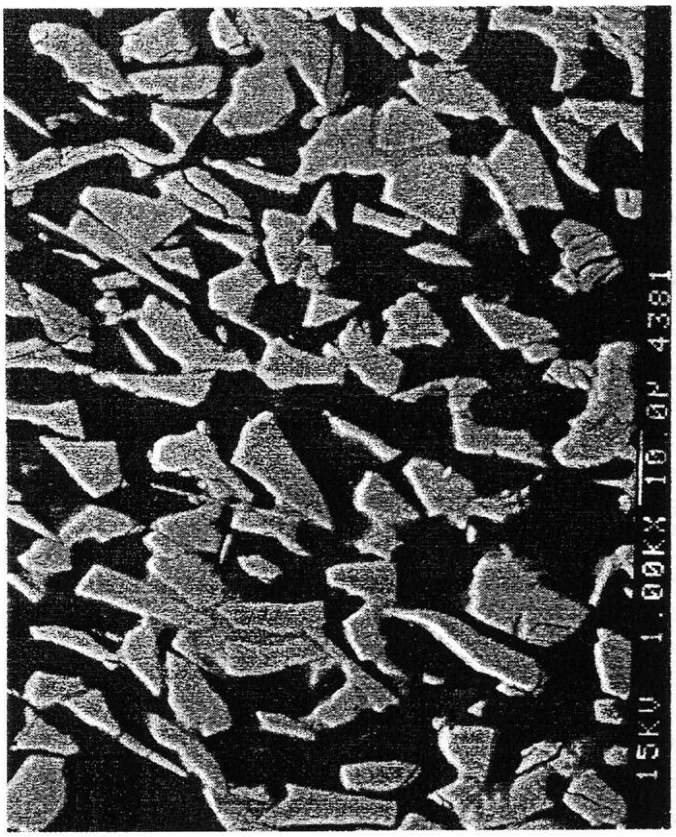
【図２】

図2

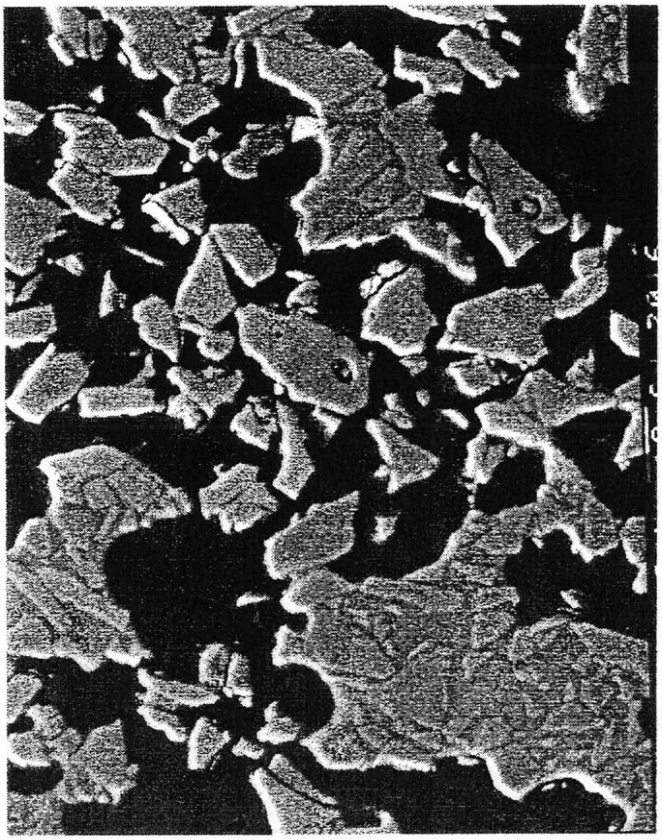


【図３】

図3



B



A

フロントページの続き

(72)発明者　マンウィラー，ケネス　イー.
アメリカ合衆国，ニューハンプシャー　０３０７１，ニュー　イプスウィッチ，タイヤー　ロード　５
(72)発明者　ハーディー，アン　ビー.
アメリカ合衆国，マサチューセッツ　０１７２０，アクトン，アーリントン　ストリート　２８４

審査官　西村　泰英

(56)参考文献　特開平０３－０６６５６９（ＪＰ，Ａ）
特開平１０－１９１７２５（ＪＰ，Ａ）
特開平１１－１３０６２０（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｂ２４Ｄ　３／００－１８／００