(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第6753584号
(P6753584)

(45)発行日　令和2年9月9日(2020.9.9)　(24)登録日　令和2年8月24日(2020.8.24)

(51)Int.Cl.		F I		
B24D 3/00	(2006.01)	B24D	3/00	320A
C04B 35/111	(2006.01)	C04B	35/111	500
C04B 41/87	(2006.01)	C04B	41/87	N

請求項の数 3　(全 19 頁)

(21)出願番号　特願2017-248429(P2017-248429)
(22)出願日　平成29年12月25日(2017.12.25)
(65)公開番号　特開2019-112272(P2019-112272A)
(43)公開日　令和1年7月11日(2019.7.11)
審査請求日　令和1年7月26日(2019.7.26)

(73)特許権者　000002004
昭和電工株式会社
東京都港区芝大門１丁目１３番９号
(74)代理人　100078732
弁理士　大谷　保
(74)代理人　100131635
弁理士　有永　俊
(74)代理人　100154461
弁理士　関根　由布
(72)発明者　宮石　壮
長野県塩尻市大字宗賀１番地　昭和電工セラミックス株式会社　塩尻工場内

審査官　手島　理

最終頁に続く

(54)【発明の名称】アルミナ焼結体、砥粒、及び砥石

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
アルミナ焼結体からなる砥粒であって、
前記アルミナ焼結体は、含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比が１．０～２．０である内層と、
該内層のアルミナ焼結体の表面に対する被覆率が２５％以上であり、含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比が２．０より大きく、かつ、厚さが１～１００μｍである外層と、を有し、
該外層のアルミナ焼結体は、カルシウム、ストロンチウム、バリウムからなる群から選択される少なくとも１種の元素を含み、
不可避不純物以外のケイ素を含まないアルミナ焼結体からなる砥粒。
【請求項２】
前記外層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比は、前記内層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比の１．５倍以上である請求項１に記載の砥粒。
【請求項３】
請求項１または２に記載の砥粒の層を作用面に有する砥石。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、アルミナ焼結体、砥粒、及び砥石に関し、特に、それぞれの層に含まれるア

ルミナ結晶粒の形状が異なる複数の層を有するアルミナ焼結体、砥粒、及び砥石に関する。

【背景技術】

【０００２】

アルミナ焼結体は、高硬度、高強度、高耐熱性、高耐摩耗性及び高耐薬品性等に優れるという特徴を生かして様々な産業分野で使用されている。これらのアルミナ焼結体の用途の一例として砥石がある。

【０００３】

自動車を中心とする輸送用機器あるいは産業用機械を構成する部品の材料として、特殊合金が多用されつつある。これらの特殊合金は通常のＳＵＳ３０４等に比べて硬いため、これらを加工するために、従来にはなかった「研削比」の高い重研削砥石が市場で求められている。ここで、「研削比」とは砥石の性能を示す指標で以下の式によって示される。研削比が高いほど、砥石の性能は高い。

研削比＝被削材が削られた量（研削量）／砥石の摩耗量　　（Ａ）

【０００４】

一般的に、少ない砥石で多くの被削材を削ることができれば性能が良いと判断されるが、砥石の研削比はその砥石に使用される砥粒の硬度、強度、及び靱性に影響される。また、結合剤としては主にフェノール樹脂等が用いられるため、砥粒の樹脂親和性も求められる。研削比と硬度との間、研削比と強度または靱性との間、及び研削比と樹脂親和性との間には、次のような関係があると考えられている。

（１）砥粒の硬度が高くなると研削量が増えるため研削比は高くなる。

（２）強度または靱性が高くなると砥粒が破断する量が少なくなるため研削比は高くなる。

（３）砥粒の樹脂親和性が高くなると砥粒が砥石から脱粒しづらくなるため研削比は高くなる。

【０００５】

すなわち、研削比の式における分子部分は砥粒の硬度に影響され、分母部分は砥粒の強度または靱性及び樹脂親和性に影響される。大きい研削比の砥石を得るためには硬度、強度及び靱性、樹脂親和性をいずれも高くすることが理想的である。

【０００６】

例えば、特許文献１では、Al_2O_3粉末に、Al_2O_3との共晶点が１６００℃以下の金属酸化物を混合し、マイクロ波を用いて焼成することで、微細な等方性結晶と異方性形状を有する結晶を共存させることが記載されている。

【０００７】

また、非特許文献１にはアルミナ焼結体中に異方性が大きい板状のアルミナ結晶を含有させるために、アルミナ原料中にＣａＯとSiO_2を均一に共添加させている。

【０００８】

また、特許文献２では、結晶成長抑制剤を含有する酸化アルミニウム材料と、結晶成長促進剤を含有する酸化アルミニウム材料とを積層し、得られた積層体を１工程で焼結することが記載されている。

【０００９】

また、特許文献３では、酸化アルミニウム成形体または仮焼結体にマグネシウム化合物を含む溶液またはスラリーを塗布してから本焼結することが記載されている。この製造方法によれば、表面層は粒径の小さな等軸晶の結晶からなり、内部は異方性を有する結晶から構成される複層酸化アルミニウム焼結体が得られることが記載されている。

【００１０】

さらに、特許文献４では、表面にシリコンを含有し、内部層と構成する結晶相が同一で、平均結晶粒径が３０％以上異なる表面層と内部層の層を有する複層アルミナ焼結体が記載されている。

【先行技術文献】

【特許文献】
【００１１】
【特許文献１】特開平９－８７００８号公報
【特許文献２】特開２００４－２６５１３号公報
【特許文献３】特開２００４－３０７２３９号公報
【特許文献４】特開２００９－１０２１８１号公報
【非特許文献】
【００１２】
【非特許文献１】Ｊ．Ｍａｔ．Ｓｃｉ．，２８（１９９３）５９５３－５６
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【００１３】
特許文献１に記載の発明では、アルミナ結晶全体にTiO_2、ＭｇＯを固溶させる必要があるためアルミナ質焼結体の硬度が低下する。また、焼結体表面及び内部のいずれにおいても微細な等方性結晶と異方性形状を有する結晶が共存しているため、焼結体表面と内部とで必要とされる物性が異なる場合に、微細な等方性結晶と異方性形状を有する結晶との割合の制御だけでは所望の性能が得られ難い。
【００１４】
非特許文献１のように焼結中に液相を生成する助剤を均一に添加するとアルミナ質焼結体の粒界に助剤が残存し、高温強度および硬度が著しく低下する。
【００１５】
特許文献２に記載の製造方法では、粉体を積層することから、表面層の厚さが１ｍｍ以上なければ十分な二層構造が得られず、砥粒などに用いられるような小さな成形体を製造することは難しい。
【００１６】
特許文献３に記載の製造方法では、酸化アルミニウム仮焼結体にマグネシウム化合物を付着させた後、本焼結をしているが、この製造方法により得られたアルミナ焼結体は、後述する比較例３のように、耐摩耗性についてさらなる向上の余地がある。
【００１７】
特許文献４に記載の複層アルミナ焼結体では、焼結体表面に存在するケイ素により、焼結体表面の硬度が低下する。
【００１８】
そこで、本発明は、高硬度を有し、かつ耐摩耗性に優れたアルミナ焼結体、砥粒、砥石を提供することを目的とする。
【課題を解決するための手段】
【００１９】
上記目的を達成するため、本発明は［１］～［６］のいずれかの構成を有する。
【００２０】
［１］含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比が１．０～２．０である内層と、該内層の少なくとも一部を外側から覆い、含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比が２．０より大きい外層と、を有し、不可避不純物以外のケイ素を含まないアルミナ焼結体。
［２］前記外層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比は、前記内層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比の１．５倍以上である［１］に記載のアルミナ焼結体。
［３］前記外層は前記内層の表面の２５％以上を覆う［１］または［２］に記載のアルミナ焼結体。
［４］前記外層の厚さは１～１００μｍである［１］～［３］のいずれかに記載のアルミナ焼結体。
［５］［１］～［４］のいずれかに記載のアルミナ焼結体からなる砥粒。
［６］［５］に記載の砥粒の層を作用面に有する砥石。
【発明の効果】

【００２１】
本発明によれば、高硬度を有し、かつ耐摩耗性に優れたアルミナ焼結体、砥粒、砥石を提供することができる。
【図面の簡単な説明】
【００２２】
【図１】本発明の一実施形態のアルミナ焼結体の製造方法の一例を示すフロー図である。
【図２】本発明の一実施形態のアルミナ焼結体の製造方法の他の一例を示すフロー図である。
【図３】実施例１のアルミナ焼結体の断面の走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）画像（５００倍）である。
【図４】実施例４のアルミナ焼結体の断面の走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）画像（５００倍）である。
【図５】実施例２のアルミナ焼結体の表面の走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）画像（１０００倍）である。
【図６】実施例４のアルミナ焼結体の表面の走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）画像（３０００倍）である。
【図７】比較例１のアルミナ焼結体の表面の走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）画像（３０００倍）である。
【図８】ＳＥＭにより観察された実施例２のアルミナ焼結体の内層のサーマルエッチング像（３５００倍）である。
【図９】ＳＥＭにより観察された実施例４のアルミナ焼結体の内層のサーマルエッチング像（３５００倍）である。
【発明を実施するための形態】
【００２３】
以下、本発明の一実施形態を詳細に説明するが、本発明は下記の実施形態に限定されるものではない。
【００２４】
以下の説明において、「アルカリ土類金属」とは、カルシウム、ストロンチウム、バリウムを指す。また、カルシウム、ストロンチウム、バリウム等の元素名の記載は、特に説明がなければ、ここでは単体、化合物または混合物中に含まれるその元素を総称したものとする。
【００２５】
対象となる成分の「含有率（質量％）」とは、対象となる成分を含む複数の成分の合計量に対する、対象となる成分の量を百分率で表した数値とする。なお、対象となる成分の酸化物換算の量または含有率は、対象となる成分を全て酸化物（アルカリ土類金属の場合、酸化数２となるＣａＯ、ＳｒＯ、ＢａＯとする）に置き換えた場合の量または含有率を意味する。
【００２６】
「平均アスペクト比」とは、数基準のアスペクト比の平均値である。平均アスペクト比は、アルミナ焼結体の表面を走査型電子顕微鏡で観察し、ランダムに選択された所定の数（具体的な数の例については実施例に記載する）のアルミナ結晶粒のそれぞれの長軸及び短軸の長さを測定してアスペクト比を算出し、これらの平均値を算出する。また、「メジアン径（d_{50}）」とは、レーザー回折式粒度測定装置で測定された体積基準累積粒度分布における５０％粒子径である。
【００２７】
［１．アルミナ焼結体］
本実施形態のアルミナ焼結体は、内層と、内層の少なくとも一部を外側から覆う外層とを有し、これら２つの層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比が異なる。また、本実施形態のアルミナ焼結体は不可避不純物以外のケイ素を含まない。そのため、本実施形態のアルミナ焼結体では硬度の低下を抑制できる。以下、本実施形態のアルミナ焼結体

を詳細に説明する。

【００２８】

本実施形態のアルミナ焼結体は、アルミナを好ましくは８０質量％以上、より好ましくは９０質量％以上、さらに好ましくは９５質量％以上含む。

【００２９】

本実施形態のアルミナ焼結体の相対密度は、好ましくは９０％以上、より好ましくは９３％以上、さらに好ましくは９５％以上である。相対密度が９０％以上であることで、破壊起点となるアルミナ焼結体中の気孔及び空隙を少なくすることができる。なお、相対密度はアルキメデス法で測定したアルミナ焼結体の嵩密度を真密度で除して求めることができる。また、アルミナ焼結体の形状は特に限定されない。

【００３０】

＜１－１．内層＞

内層のアルミナの含有量は、好ましくは８０質量％以上であり、より好ましくは９０質量％以上であり、さらに好ましくは９５質量％以上であり、さらに好ましくは９９質量％以上である。内層は、コランダム結晶の構造を有していることが好ましい。内層の化学成分は、例えば、ＪＩＳ　Ｒ６１１１（人造研削材）に記載されているアルミナ質研削材の化学成分である。

【００３１】

本実施形態のアルミナ焼結体において、内層は、高硬度かつ高強度を有することが求められる。この観点から、内層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比は、１．０～２．０であり、好ましくは１．０～１．８であり、より好ましくは１．０～１．５である。内層に含まれる結晶粒の平均粒径は、数基準で０．２～１０μｍであることが好ましい。

【００３２】

＜１－２．外層＞

本実施形態のアルミナ焼結体において、外層は、高靱性であることが求められる。この観点から、外層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比は２．０より大きく、好ましくは２．５以上であり、より好ましくは２．８以上であり、さらに好ましくは３．０以上であり、さらに好ましくは３．５以上である。また、外層における結晶粒の平均アスペクト比の上限値は特に限定されないが、７．０であることが好ましい。

【００３３】

本実施形態のアルミナ焼結体において、外層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比は、内層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比の１．５倍以上であることが好ましく、２．０倍以上であることがより好ましく、２．５倍以上であることがさらに好ましい。このようなアルミナ焼結体は、内部においては強度及び硬度が高く、表面においては靱性が高くなる。

【００３４】

本実施形態のアルミナ焼結体の内層が持つ硬度を確保しつつ、靱性を高くするという観点から、外層の厚さは、好ましくは１～１００μｍであり、より好ましくは５～８０μｍであり、さらに好ましくは１０～７０μｍである。なお、外層の厚さは、アルミナ焼結体の破断面を、走査型電子顕微鏡を用いて観察し、アルミナ結晶粒のアスペクト比が２．０よりも大きくなっている部分の厚さを測定することによって求めることができる。

【００３５】

本実施形態のアルミナ焼結体の靱性をより確実に高くするという観点から、内層の表面に対する外層の被覆率は好ましくは２５％以上であり、より好ましくは５０％以上であり、さらに好ましくは７０％以上であり、さらに好ましくは９０％以上である。また、内層の表面に対する外層の被覆率は、アルミナ焼結体の表面を走査型電子顕微鏡で観察し、アスペクト比が２．０以上のアルミナ結晶粒が占める領域の面積の、視野の面積に対する割合から求めることができる。

【００３６】

＜１－３．本実施形態のアルミナ焼結体の効果＞
アルミナ焼結体に含まれるアルミナ結晶粒のアスペクト比が小さくなると、アルミナ焼結体の強度及び硬度が高くなる。一方で、アルミナ焼結体に含まれるアルミナ結晶粒のアスペクト比が大きくなると、アルミナ焼結体の靱性が高くなる。
【００３７】
本実施形態のアルミナ焼結体は、内層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比が１．０～２．０で小さく、外層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比が２．０より大きい。そのため、本実施形態のアルミナ焼結体は、内部は強度及び硬度が高く、表面を含む外側の領域は靱性が高い。
【００３８】
＜１－４．不可避不純物としてのケイ素＞
本実施形態のアルミナ焼結体は、不可避不純物以外のケイ素を含まない。なお、十分な硬度を確保するために、不可避不純物として許容されるアルミナ焼結体中のケイ素の含有率は、酸化物であるSiO_2換算で０．７質量％以下である。なお、この理由から、アルミナ焼結体中のケイ素の酸化物換算の含有率は、０．５質量％以下であることが好ましく、０．３質量％以下であることがさらに好ましい。
【００３９】
［２．アルミナ焼結体の製造方法１］
図１は、本発明の一実施形態のアルミナ焼結体の製造方法の一例を示すフロー図である。この製造方法においては、アルミナ粉末からアルミナ成形体を作製する成形工程Ａ１と、成形工程Ａ１で得られたアルミナ成形体を熱処理する第１熱処理工程Ａ２と、第１焼結工程Ａ２で得られたアルミナ焼結体（ここでは以下、生成物としてのアルミナ焼結体と区別するためにアルミナ焼結体原料とする）の表面にアルカリ土類金属化合物を塗布する塗布工程Ａ３と、アルカリ土類金属化合物が塗布されたアルミナ焼結体原料を熱処理する第２熱処理工程Ａ４とを含む。なお、この製造方法の一例においては、アルミナ成形体を予め準備できる場合は成形工程Ａ１を行わなくてもよく、アルミナ焼結体原料を予め準備できる場合は成形工程Ａ１及び第１熱処理工程Ａ２を行わなくてもよい。
【００４０】
＜成形工程Ａ１＞
成形工程Ａ１で用いられるアルミナ粉末におけるアルミナの含有率は、好ましくは８０質量％以上であり、より好ましくは９０質量％以上であり、さらに好ましくは９５質量％以上であり、さらに好ましくは９９質量％以上である。また、アルミナ粉末には不可避不純物以外のケイ素を含まない。アルミナ粉末は、例えばバイヤー法で精製されたものであることが特に好ましい。また、アルミナ粉末のメジアン径（d_{50}）は、３μｍ以下であることが好ましく、１μｍ以下であることがより好ましい。
【００４１】
アルミナ粉末を成形する成形方法としては、例えば、金型プレス、冷間静水圧プレス、鋳込成形、射出成形、押出成形等が挙げられ、作製するアルミナ成形体の性質、形状、サイズ等、あるいは製造設備等の条件により適宜選択可能である。アルミナ焼結体の用途が砥粒である場合は、押出成形が好ましい。
【００４２】
＜第１熱処理工程Ａ２＞
緻密なアルミナ焼結体を得るという観点から、この工程におけるアルミナ成形体の熱処理温度は、好ましくは１２００℃以上であり、より好ましくは１２００～１８００℃であり、さらに好ましくは１３００～１７５０℃であり、さらに好ましくは１４００～１７００℃である。また、熱処理雰囲気は大気中、不活性雰囲気又は真空のいずれでもよく、大気中であることが好ましい。上記の焼成温度及び焼成雰囲気は任意の組合せを適用することができる。この工程においては上記範囲の温度を５～３００分間保持することが好ましく、１０～１８０分間保持することがより好ましく、３０～１２０分間保持することがさらに好ましい。保持時間が５分間以上であれば緻密な焼結体が得られ、保持時間が３００分

間以下であれば内層に含まれるアルミナ結晶粒の結晶粒子径を小さい状態で保つことができる。

【００４３】

この工程において熱処理する方法としては、例えば、アルミナ成形体を匣鉢等の容器に入れマッフル炉等の電気炉またはトンネル式連続焼成炉で加熱処理する方法、アルミナ成形体をロータリーキルン等の焼成装置で直接加熱処理する方法等が挙げられる。

【００４４】

ここで得られるアルミナ焼結体原料に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比は、好ましくは１．０～２．０であり、より好ましくは１．０～１．８であり、さらに好ましくは１．０～１．５である。アルミナ焼結体原料の平均アスペクト比を小さくすることにより、後述のアルミナ焼結体の外層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比と、内層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比との差を大きくすることができる。

【００４５】

＜塗布工程Ａ３＞

塗布工程Ａ３において、アルミナ焼結体原料の表面にアルカリ土類金属化合物を塗布する方法としては、例えば、アルカリ土類金属化合物の分散液または溶液をアルミナ焼結体原料に噴霧する方法が挙げられる。この方法によれば、アルミナ焼結体原料へのアルカリ土類金属化合物の塗布量の制御が容易であり、また、塗布量を均一にしやすい。なお、アルミナ焼結体原料の表面にアルカリ土類金属化合物を塗布する方法は、これに限られず、刷毛塗り、ディッピング等、アルミナ焼結体原料の表面にアルカリ土類金属化合物を付着させることができればよい。

【００４６】

アルミナ焼結体原料の表面にアルカリ土類金属化合物を塗布することにより、アルミナ焼結体の表面の結晶粒の再結晶を速く進行させることができる。なお、再結晶とは、多結晶の結晶粒が時間とともに他の結晶粒を取り込み、結晶粒の数が減少して、粒径が大きくなる現象をいう。再結晶が進行するにしたがってアルミナ結晶粒は異方的に大きくなるので、再結晶が進むにしたがって、アルミナ結晶粒のアスペクト比は大きくなる。

【００４７】

塗布工程Ａ３で塗布されるアルカリ土類金属化合物は、アルミナ焼結体の再結晶を促進させるものであれば特に限定されないが、カルシウム化合物、ストロンチウム化合物、及びバリウム化合物からなる群から選択される少なくとも１種であることが好ましい。カルシウム化合物としては、例えば、酸化カルシウム、フッ化カルシウム、塩化カルシウム、塩素酸カルシウム、過塩素酸カルシウム、次亜塩素酸カルシウム、臭化カルシウム、臭素酸カルシウム、ヨウ化カルシウム、ヨウ素酸カルシウム、硝酸カルシウム、亜硝酸カルシウム、硫酸カルシウム、亜硫酸カルシウム、チオ硫酸カルシウム、硫酸水素カルシウム、亜硫酸水素カルシウム、アミド硫酸カルシウム、ジチオン酸カルシウム、テトラチオン酸カルシウム、水酸化カルシウム、炭酸カルシウム、炭酸水素カルシウム、リン酸カルシウム、二リン酸カルシウム、過リン酸石灰、次リン酸カルシウム、メタリン酸カルシウム、リン酸水素カルシウム、リン酸二水素カルシウム、二リン酸二水素カルシウム、リン化カルシウム、一リン化カルシウム、ホウ酸カルシウム、メタホウ酸カルシウム、テトラフルオロホウ酸カルシウム、ギ酸カルシウム、酢酸カルシウム、プロピオン酸カルシウム、酪酸カルシウム、ラウリン酸カルシウム、ミリスチン酸カルシウム、パルミチン酸カルシウム、ステアリン酸カルシウム、オレイン酸カルシウム、リンゴ酸カルシウム、リンゴ酸水素カルシウム、クエン酸カルシウム、クエン酸水素カルシウム、安息香酸カルシウム、フタル酸カルシウム、サリチル酸カルシウム、シュウ酸カルシウム、マロン酸カルシウム、こはく酸カルシウム、フマル酸カルシウム、マレイン酸カルシウム、酒石酸カルシウム、酒石酸水素カルシウム、馬尿酸カルシウム、乳酸カルシウム、グルコン酸カルシウム、ホスフィン酸カルシウム、ホスホン酸カルシウム、ホスホン酸水素カルシウム、カルシウムメトキシド、カルシウムエトキシド、カルシウムフェノキシド、水酸化カルシウムメトキシド、硫化カルシウム、ベンゼンスルホン酸カルシウム、カルシウムアミド、カルシウム

イミド、及びアジ化カルシウム等が挙げられる。ストロンチウム化合物としては、例えば、酸化ストロンチウム、フッ化ストロンチウム、塩化ストロンチウム、塩素酸ストロンチウム、過塩素酸ストロンチウム、次亜塩素酸ストロンチウム、臭化ストロンチウム、臭素酸ストロンチウム、ヨウ化ストロンチウム、ヨウ素酸ストロンチウム、硝酸ストロンチウム、亜硝酸ストロンチウム、硫酸ストロンチウム、亜硫酸ストロンチウム、チオ硫酸ストロンチウム、硫酸水素ストロンチウム、亜硫酸水素ストロンチウム、アミド硫酸ストロンチウム、ジチオン酸ストロンチウム、テトラチオン酸ストロンチウム、水酸化ストロンチウム、炭酸ストロンチウム、炭酸水素ストロンチウム、リン酸ストロンチウム、二リン酸ストロンチウム、次リン酸ストロンチウム、メタリン酸ストロンチウム、リン酸水素ストロンチウム、リン酸二水素ストロンチウム、二リン酸二水素ストロンチウム、リン化ストロンチウム、一リン化ストロンチウム、ホウ酸ストロンチウム、メタホウ酸ストロンチウム、テトラフルオロホウ酸ストロンチウム、ギ酸ストロンチウム、酢酸ストロンチウム、プロピオン酸ストロンチウム、酪酸ストロンチウム、ラウリン酸ストロンチウム、ミリスチン酸ストロンチウム、パルミチン酸ストロンチウム、ステアリン酸ストロンチウム、オレイン酸ストロンチウム、リンゴ酸ストロンチウム、リンゴ酸水素ストロンチウム、クエン酸ストロンチウム、クエン酸水素ストロンチウム、安息香酸ストロンチウム、フタル酸ストロンチウム、サリチル酸ストロンチウム、シュウ酸ストロンチウム、マロン酸ストロンチウム、こはく酸ストロンチウム、フマル酸ストロンチウム、マレイン酸ストロンチウム、酒石酸ストロンチウム、酒石酸水素ストロンチウム、馬尿酸ストロンチウム、乳酸ストロンチウム、グルコン酸ストロンチウム、ホスフィン酸ストロンチウム、ホスホン酸ストロンチウム、ホスホン酸水素ストロンチウム、ストロンチウムメトキシド、ストロンチウムエトキシド、ストロンチウムフェノキシド、水酸化ストロンチウムメトキシド、硫化ストロンチウム、ベンゼンスルホン酸ストロンチウム、ストロンチウムアミド、ストロンチウムイミド、及びアジ化ストロンチウム等が挙げられる。バリウム化合物としては、例えば、酸化バリウム、フッ化バリウム、塩化バリウム、塩素酸バリウム、過塩素酸バリウム、次亜塩素酸バリウム、臭化バリウム、臭素酸バリウム、ヨウ化バリウム、ヨウ素酸バリウム、硝酸バリウム、亜硝酸バリウム、硫酸バリウム、亜硫酸バリウム、チオ硫酸バリウム、硫酸水素バリウム、亜硫酸水素バリウム、アミド硫酸バリウム、ジチオン酸バリウム、テトラチオン酸バリウム、水酸化バリウム、炭酸バリウム、炭酸水素バリウム、リン酸バリウム、二リン酸バリウム、次リン酸バリウム、メタリン酸バリウム、リン酸水素バリウム、リン酸二水素バリウム、二リン酸二水素バリウム、リン化バリウム、一リン化バリウム、ホウ酸バリウム、メタホウ酸バリウム、テトラフルオロホウ酸バリウム、ギ酸バリウム、酢酸バリウム、プロピオン酸バリウム、酪酸バリウム、ラウリン酸バリウム、ミリスチン酸バリウム、パルミチン酸バリウム、ステアリン酸バリウム、オレイン酸バリウム、リンゴ酸バリウム、リンゴ酸水素バリウム、クエン酸バリウム、クエン酸水素バリウム、安息香酸バリウム、フタル酸バリウム、サリチル酸バリウム、シュウ酸バリウム、マロン酸バリウム、こはく酸バリウム、フマル酸バリウム、マレイン酸バリウム、酒石酸バリウム、酒石酸水素バリウム、馬尿酸バリウム、乳酸バリウム、グルコン酸バリウム、ホスフィン酸バリウム、ホスホン酸バリウム、ホスホン酸水素バリウム、バリウムメトキシド、バリウムエトキシド、バリウムフェノキシド、水酸化バリウムメトキシド、硫化バリウム、ベンゼンスルホン酸バリウム、バリウムアミド、バリウムイミド、及びアジ化バリウム等が挙げられる。これらの中でも、より好ましいアルカリ土類金属化合物は、酸化カルシウム、塩化カルシム、硝酸カルシウム、硫酸カルシウム、水酸化カルシウム、炭酸カルシウム、ギ酸カルシウム、酢酸カルシウム、ステアリン酸カルシウム、乳酸カルシウム、グルコン酸カルシウム、酸化ストロンチウム、塩化ストロンチウム、硝酸ストロンチウム、硫酸ストロンチウム、水酸化ストロンチウム、炭酸ストロンチウム、ギ酸ストロンチウム、酢酸ストロンチウム、ステアリン酸ストロンチウム、乳酸ストロンチウム、グルコン酸ストロンチウム、酸化バリウム、塩化バリウム、硝酸バリウム、硫酸バリウム、水酸化バリウム、炭酸バリウム、ギ酸バリウム、酢酸バリウム、ステアリン酸バリウム、乳酸バリウム、及びグルコン酸バリウムである。これらのアルカリ土類金属化合物は無水物で

あっても水和物であってもよく、また、２種類以上の混合物であってもよい。また、これらの化合物の中でも、酢酸カルシウム水和物、酢酸バリウムがより好ましい。

【００４８】

アルカリ土類金属化合物を分散させる分散媒または溶解させる溶媒は、例えば、水、ギ酸、メタノール、エタノール、１－プロパノール、２－プロパノール、ブタノール、酢酸、ジメチルスルホキシド、Ｎ，Ｎ－ジメチルホルムアミド、アセトニトリル、アセトン、テトラヒドロフラン、塩化メチレン、酢酸エチル、クロロホルム、ジエチルエーテル、トルエン、ベンゼン、及びヘキサンからなる群から選択される少なくとも１種が挙げられ、水であることが好ましい。

【００４９】

塗布工程Ａ３において、アルミナ焼結体原料１００質量部に対して塗布されるアルカリ土類金属化合物の量は、酸化物換算で、０．０５質量部以上であることが好ましい。後述する第２熱処理工程Ａ４において、アルミナ焼結体原料の表面において効率よく再結晶が進行し、生成物であるアルミナ焼結体の外層に含まれるアルミナ結晶粒のアスペクト比を十分に大きくすることができるためである。同様の観点から、塗布されるアルカリ土類金属化合物の量は０．１０質量部以上であることがより好ましく、０．２０質量部以上であることがさらに好ましい。また、製造コストの観点から、塗布されるアルカリ土類金属化合物の量が５．０質量部以下であることが好ましく、４．０質量部以下であることがより好ましく、３．０質量部以下であることがさらに好ましい。

【００５０】

＜第２熱処理工程Ａ４＞

第２熱処理工程Ａ４では、アルカリ土類金属化合物が塗布されたアルミナ焼結体原料を１２００℃以上の熱処理温度で熱処理する。アルミナ焼結体原料表面において、十分にアルミナを再結晶させるためである。この理由から、熱処理温度は、１３００℃以上であることがより好ましく、１４００℃以上であることがさらに好ましい。また、第２熱処理工程Ａ４における熱処理温度は１８００℃以下であることが好ましい。アルミナ焼結体同士がネッキングすることを抑制し、所望の形状のアルミナ焼結体を得ることができる。この理由から、熱処理温度は、１７５０℃以下であることがより好ましく、１７００℃以下であることがさらに好ましい。この工程により、本実施形態のアルミナ焼結体が得られる。また、熱処理雰囲気は大気中、不活性雰囲気又は真空のいずれでもよく、大気中であることが好ましい。上記の焼成温度及び焼成雰囲気は任意の組合せを適用することができる。

【００５１】

この工程においては熱処理温度の保持時間を５分間以上とすることでアルミナ焼結体表面の再結晶が十分に進行する。また、熱処理温度の保持時間を３００分間以下とすることで、アルミナ焼結体同士がネッキングすることを抑制できる。この観点から、熱処理温度の保持時間は１０～１８０分間とすることが好ましく、３０～１２０分間とすることがより好ましい。

【００５２】

この工程において熱処理する方法としては、例えば、アルミナ焼結体原料を匣鉢等の容器に入れマッフル炉等の電気炉またはトンネル式連続焼成炉で加熱処理する方法、アルミナ焼結体原料をロータリーキルン等の焼成装置で直接加熱処理する方法等が挙げられる。

【００５３】

［３．アルミナ焼結体の製造方法２］

図２は、本発明の一実施形態のアルミナ焼結体の製造方法の他の一例を示すフロー図である。この製造方法においては、アルミナ粉末からアルミナ成形体を作製する成形工程Ｂ１と、成形工程Ｂ１により得られたアルミナ成形体の表面にアルカリ土類金属化合物を塗布する塗布工程Ｂ２と、アルカリ土類金属化合物が塗布されたアルミナ成形体を熱処理する熱処理工程Ｂ３とを含む。この例においては、熱処理工程Ｂ３で熱処理されるアルミナ成形体として未焼結のものを用いることができるため、アルミナ焼結体原料を製造あるいは入手する必要がなく、製造コストを低減させることができる。なお、この製造方法の一

例においては、アルミナ成形体を予め準備できる場合は成形工程Ｂ１を行わなくてもよい。この製造方法の一例では、成形工程Ｂ１は、成形工程Ａ１と同様であるため、ここでは塗布工程Ｂ２及び熱処理工程Ｂ３について説明する。

【００５４】

＜塗布工程Ｂ２＞

塗布工程Ｂ２において、アルミナ成形体の表面にアルカリ土類金属化合物を塗布する方法としては、例えばアルカリ土類金属化合物の分散液または溶液をアルミナ成形体に噴霧する方法が挙げられる。この方法によれば、アルミナ成形体へのアルカリ土類金属化合物の塗布量の制御が容易であり、また、塗布量を均一にしやすい。なお、アルミナ成形体の表面にアルカリ土類金属化合物を塗布する方法は、これに限られず、刷毛塗り、ディッピング等、アルミナ成形体の表面にアルカリ土類金属化合物を付着させることができればよい。

【００５５】

アルミナ成形体の表面にアルカリ土類金属化合物を塗布することにより、表面における結晶成長を内部よりも速く進行させることができる。アルカリ土類金属化合物の好ましい例、及び用いられるアルカリ土類金属化合物の分散媒または溶媒については塗布工程Ａ３と同様である。

【００５６】

塗布工程Ｂ２において、アルミナ成形体１００質量部に対して塗布されるアルカリ土類金属化合物の量は、酸化物換算で、０．０５質量部以上であることが好ましい。熱処理工程Ｂ３において、アルミナ成形体の表面において効率よくアルミナの結晶成長が進行し、生成物であるアルミナ焼結体の外層に含まれるアルミナ結晶粒のアスペクト比を十分に大きくすることができるためである。同様の観点から、塗布されるアルカリ土類金属化合物の量は０．１０質量部以上であることがより好ましく、０．２０質量部以上であることがさらに好ましい。また、製造コストの観点から、塗布されるアルカリ土類金属化合物の量が５．０質量部以下であることが好ましく、４．０質量部以下であることがより好ましく、３．０質量部以下であることがさらに好ましい。

【００５７】

＜熱処理工程Ｂ３＞

熱処理工程Ｂ３では、アルカリ土類金属化合物が塗布されたアルミナ成形体を１２００℃以上の熱処理温度で熱処理する。アルミナ表面において、十分にアルミナ結晶粒を成長させるためである。この理由から、熱処理温度は、１３００℃以上であることがより好ましく、１４００℃以上であることがさらに好ましい。また、熱処理工程Ｂ３における熱処理温度は１８００℃以下であることが好ましい。アルミナ焼結体同士がネッキングすることを抑制し、所望の形状のアルミナ焼結体を得ることができる。この理由から、熱処理温度は、１７５０℃以下であることがより好ましく、１７００℃以下であることがさらに好ましい。また、熱処理雰囲気は大気中、不活性雰囲気又は真空のいずれでもよく、大気中であることが好ましい。上記の焼成温度及び焼成雰囲気は任意の組合せを適用することができる。この工程において熱処理する具体的な方法については、上記の第２熱処理工程Ａ４で述べた通りである。この工程により、本実施形態のアルミナ焼結体が得られる。

【００５８】

この工程においては熱処理温度の保持時間を５分以上とすることでアルミナ表面の結晶成長が十分に進行する。また、熱処理温度の保持時間を３００分以下とすることでアルミナ焼結体同士がネッキングすることを抑制できる。この観点から、熱処理温度の保持時間は１０～１８０分とすることが好ましく、３０～１２０分とすることがより好ましい。

【００５９】

［４．本実施形態のアルミナ焼結体を用いた砥粒］

アルミナ焼結体を砥粒として用いる場合、直接被削物に接する表面は、破断すると焼結体から離れて失われ、摩耗する。さらに、アルミナ焼結体の表面に亀裂が入ると、大きな破片として失われるため、摩耗速度が速くなる。そのためアルミナ焼結体の表面の靱性が

高ければ、耐摩耗性が向上する。また、アルミナ焼結体内部は、表面にかかる力を受け止め、また、被削物と接する表面に効率よく力を伝える必要がある。また、アルミナ焼結体内部が塑性変形をしてしまうとアルミナ焼結体の性能に影響する。そのため、アルミナ焼結体内部は硬度及び強度が高いほうがよい。

【００６０】

本実施形態のアルミナ焼結体は、外層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比は大きいため、外層は靱性が高く、耐摩耗性に優れている。また、内層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比は小さいため、内層は強度及び硬度が高い。そのため、内層は、アルミナ焼結体にかかる力を、被削物と接する外層に効率よく伝えられる上に、アルミナ焼結体の塑性変形による性能の低下も抑制できる。そのため、本実施形態のアルミナ焼結体は、例えば、研削工具の用途、研磨材、砥石、研磨布紙等の研削研磨材料の用途に好適であり、鉄鋼産業における重研削用砥石の砥粒としての用途に特に好適である。重研削とは、鋼片（スラブ、ブルーム、ビレット等）の表面欠陥を取り除く研削方式であり、研削荷重及び研削速度が極めて高い特徴を持つ。砥粒にかかる荷重は９８０Ｎ以上であり、場合によっては９．８ｋＮを超えることもある。このように大きな荷重をかけて使用される砥粒を重研削砥粒と呼ぶ。

【００６１】

砥粒の形状は、特に限定されないが、円柱形状であれば、成形しやすく、より優れた研削性能を有する砥石が得られる。

【００６２】

砥粒としてのアルミナ焼結体は、例えば、上で説明したアルミナ焼結体の製造方法１または２によって製造することができる。この場合、アルミナ成形体を得る方法としては、押出式造粒法を用いることが好ましい。なお、押出式造粒法とは、原料粉末に液体を添加し混練して原料粉末のケーキを作製し、原料粉末のケーキを多数の孔の開いたダイスから押し出すことによってペレットを得る造粒方法である。押出式造粒法では、例えば、スクリュー押出式造粒機を使用する。この造粒法では円柱形状のアルミナペレットを得ることができる。得られたアルミナペレットをそのままアルミナ成形体として用いてもよく、解砕整粒機等を用いてアルミナペレットの長さをそろえてアルミナ成形体としてもよく、アルミナペレットを、さらに球形整粒機等を用いて球形にしてアルミナ成形体としてもよい。アルミナ成形体の大きさは、目標とする砥粒の粒度に基づいて適宜選択される。砥粒の粒度としては、例えば、ＪＩＳ　Ｒ６１１１（人造研削材）に規定されているものがある。なお、砥石として所望の形状を有するアルミナ成形体が入手可能である等、あらかじめ準備できる場合は、アルミナ成形体を作製する工程を行わなくてもよい。

【００６３】

［５．本実施形態のアルミナ焼結体を用いた砥石］

本実施形態のアルミナ焼結体を用いた砥粒の層を作用面に固定することにより、研削比が高い砥石を得ることができる。砥石の作用面に砥粒を固定する方法としては、レジンボンド、ビトリファイドボンド、メタルボンド、電着を用いた方法等が挙げられる。また、台金の材質としては、スチール、ステンレス合金、アルミニウム合金等が挙げられ、その用途に応じて砥粒の固定方法が選択される。なお、本実施形態のアルミナ焼結体は樹脂親和性が良好であり、フェノール樹脂を主成分としたレジンボンドを用いて砥石に固定することにより、重研削においても砥粒が脱落しにくい砥石を製造することができる。

【実施例】

【００６４】

以下、実施例により本発明をより具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に限定されるものではない。

【００６５】

［１．アルミナ焼結体（砥粒）の作製］

実施例１～６及び比較例１～３のアルミナ焼結体を以下のようにして作製した。これらの実施例及び比較例におけるアルミナ原料、アルミナ原料に塗布したアルカリ土類金属化

合物、及びアルカリ土類金属の酸化物換算塗布量は表１の通りである。

【００６６】

【表１】

	アルミナ原料	アルカリ土類金属化合物	換算酸化物	塗布されたアルカリ土類金属化合物（酸化物換算）／質量部（アルミナ原料100質量部）
実施例1	焼結体	酢酸カルシウム	CaO	0.32
実施例2	焼結体	酢酸カルシウム	CaO	0.63
実施例3	焼結体	酢酸カルシウム	CaO	0.95
実施例4	焼結体	酢酸バリウム	BaO	1.19
実施例5	焼結体	酢酸バリウム	BaO	1.77
実施例6	未焼結	酢酸カルシウム	CaO	0.32
比較例1	焼結体	―	―	―
比較例2	焼結体	―	―	―
比較例3	焼結体	酢酸マグネシウム	MgO	0.38

【００６７】

＜実施例１＞

粒度Ｆ１２（ＪＩＳ　Ｒ６００１）の円柱形状のアルミナ焼結体原料（昭和電工株式会社製、品番ＳＲ－１）を用意した。なお、このアルミナ焼結体原料は、押出式造粒法によりアルミナ原料粉末（Al_2O_3：９９．２質量％、不可避不純物としてSiO_2：０．２質量％及びFe_2O_3：０．１質量％、残部は微量成分）を直径１．８ｍｍ、平均長さ（数基準）４．０ｍｍの円柱形上に押出成形し、焼成することで得られたものである。

【００６８】

蒸留水１０．０ｍＬに１．０ｇの酢酸カルシウム水和物（和光純薬工業株式会社製）を溶かして酢酸カルシウム水溶液を作製した。アルミナ焼結体原料を１００．０ｇ、蒸発皿に量りとった。酢酸カルシウム水溶液の全てを、このアルミナ焼結体原料の表面に均一に噴霧することにより、アルミナ焼結体原料の表面に酢酸カルシウムが塗布された。酢酸カルシウムを塗布する前のアルミナ焼結体原料１００質量部に対する、塗布された酢酸カルシウムの質量をＣａＯ換算したカルシウムの量の割合は０．３２質量部であった。

【００６９】

酢酸カルシウムが塗布されたアルミナ焼結体原料を電気炉に入れ、２００分かけて室温から１７００℃まで昇温し、１７００℃の熱処理温度で１時間保持して、アルミナ焼結体を作製した。なお、熱処理雰囲気は大気中とした。

【００７０】

＜実施例２＞

蒸留水１０．０ｍＬに２．０ｇの酢酸カルシウム水和物（和光純薬工業株式会社製）を溶かして酢酸カルシウム水溶液を作製したこと以外は、実施例１と同様の方法でアルミナ焼結体を作製した。なお、酢酸カルシウムを塗布する前のアルミナ焼結体原料１００質量部に対する、塗布された酢酸カルシウムの質量をＣａＯ換算したカルシウムの量の割合は０．６３質量部であった。

【００７１】

＜実施例３＞

蒸留水１０．０ｍＬに３．０ｇの酢酸カルシウム水和物（和光純薬工業株式会社製）を溶かして酢酸カルシウム水溶液を作製したこと以外は、実施例１と同様の方法でアルミナ焼結体を作製した。なお、酢酸カルシウムを塗布する前のアルミナ焼結体原料１００質量部に対する、塗布された酢酸カルシウムの質量をＣａＯ換算したカルシウムの量の割合は０．９５質量部であった。

【００７２】

＜実施例４＞

酢酸カルシウム水溶液の代わりに、蒸留水１０．０ｍＬに２．０ｇの酢酸バリウム（和光純薬工業株式会社製）を溶かして作製した酢酸バリウム水溶液を用いたこと以外は、実施例１と同様の方法でアルミナ焼結体を作製した。なお、酢酸バリウムを塗布する前のアルミナ焼結体原料１００質量部に対する、塗布された酢酸バリウムの質量をＢａＯ換算したバリウムの量の割合は１．１９質量部であった。

【００７３】

＜実施例５＞

酢酸カルシウム水溶液の代わりに、蒸留水１０．０ｍＬに３．０ｇの酢酸バリウム（和光純薬工業株式会社製）を溶かして作製した酢酸バリウム水溶液を用いたこと以外は、実施例１と同様の方法でアルミナ焼結体を作製した。なお、酢酸バリウムを塗布する前のアルミナ焼結体原料１００質量部に対する、塗布された酢酸バリウムの質量をＢａＯ換算したバリウムの量の割合は１．７７質量部であった。

【００７４】

＜実施例６＞

蒸留水１０．０ｍＬに１．０ｇの酢酸カルシウム水和物（和光純薬工業株式会社製）を溶かして酢酸カルシウム水溶液を作製した。次に、実施例１で用いたアルミナ焼結体（昭和電工株式会社製、品番ＳＲ－１）の焼結前のアルミナペレット（すなわち、未焼結のアルミナ成形体）を１００．０ｇ、蒸発皿に量りとった。酢酸カルシウム水溶液の全てを、このアルミナペレットの表面に均一に噴霧した。酢酸カルシウムを塗布する前のアルミナペレット１００質量部に対する、塗布された酢酸カルシウムの質量をＣａＯ換算したカルシウムの量の割合は０．３２質量部であった。

【００７５】

酢酸カルシウムが付着したアルミナペレットを電気炉に入れ、２００分かけて室温から１７００℃まで昇温した。そして、このアルミナペレットを１７００℃の温度で１時間、焼成して、実施例６のアルミナ焼結体を作製した。なお、熱処理雰囲気は大気中とした。

【００７６】

＜比較例１＞

アルカリ土類金属化合物を塗布しなかったこと以外は、実施例１と同様の方法で、比較例１のアルミナ焼結体を作製した。

【００７７】

＜比較例２＞

粒度Ｆ１２（ＪＩＳ　Ｒ６００１）の円柱形状のアルミナ焼結体原料（昭和電工株式会社製、品番ＳＲ－１）、すなわち、実施例１で用いたアルミナ焼結体原料を比較例２のアルミナ焼結体としてそのまま用いた。すなわち、比較例１との違いは、比較例２においてはアルミナ焼結体に対する熱処理は行わないことである。

【００７８】

＜比較例３＞

酢酸カルシウム水溶液の代わりに、蒸留水１０．０ｍＬに２．０ｇの酢酸マグネシウム（和光純薬工業株式会社製）を溶かして作製した酢酸マグネシウム水溶液を用いたこと以外は、実施例１と同様の方法でアルミナ焼結体を作製した。なお、酢酸マグネシウムを塗布する前のアルミナ焼結体原料１００質量部に対する、塗布された酢酸マグネシウムの質量をＭｇＯ換算したマグネシウムの量の割合は０．３８質量部であった。

【００７９】

［２．アルミナ焼結体の評価］

＜アルミナ焼結体の断面の観察及び外層の厚さの測定＞

実施例１及び４のアルミナ焼結体の表面を含む断面を走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）（日本電子株式会社製、機種名「ＪＳＭ－６５１０Ｖ」）を用いて観察した。図３は実施例１、図４は実施例４のアルミナ焼結体の断面の走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）画像（ともに５００倍）である。これらのＳＥＭ画像を見ると、内部側と表面側とで含まれるアルミナ結晶粒のアスペクト比が異なる２つの層を有するアルミナ焼結体が得られていることが分か

る。　実施例１～６のアルミナ焼結体について、アルミナ焼結体の表面における内部よりもアスペクト比が大きなアルミナ結晶粒が形成している部分の表面からの深さを測定し、その範囲を外層の厚さとした。実施例１～６の外層の厚さの測定結果を表２に示す。なお、比較例１～３については外層が形成されていないため、外層の厚さの測定はできなかった。

【００８０】

【表２】

	アルミナ結晶粒のアスペクト比		外層		ふるい上質量/g	ビッカース硬度 / Hv
	外層	内層	厚さ/μm	被覆率/%		
実施例1	3.3	1.3	34	33	8.59	17.4
実施例2	3.4	1.3	20	58	8.65	18.2
実施例3	4.0	1.3	59	51	8.70	17.2
実施例4	3.0	1.3	27	97	8.83	18.4
実施例5	3.1	1.3	30	98	8.87	17.8
実施例6	3.8	1.3	13	58	8.81	17.4
比較例1	−	1.3	−	−	7.81	17.7
比較例2	−	1.3	−	−	7.87	17.4
比較例3	−	1.3	−	−	7.85	17.6

【００８１】

＜アルミナ焼結体の外層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比＞

実施例１～６及び比較例１～３のアルミナ焼結体の表面を、上記のＳＥＭを用いて観察した。観察したアルミナ焼結体の画像の例として、図５に実施例２（１０００倍）、図６に実施例４（３０００倍）、図７に比較例１（３０００倍）のアルミナ焼結体の表面の走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）画像を示す。ＳＥＭにより観察されたアルミナ焼結体の表面の１００個の結晶粒をランダムに選択し、選択されたアルミナ結晶粒の短辺と長辺の長さを測定し、アスペクト比を算出し、１００個のアルミナ結晶粒のアスペクト比の数基準の平均値を算出し、外層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比とした。実施例１～６及び比較例１～３における外層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比の測定結果を表２に示す。なお、比較例１～３について、測定結果が「－」となっているのは、上記の通り、これらの比較例においては外層が形成されていないためである。

【００８２】

＜アルミナ焼結体の内層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比＞

実施例１～６及び比較例１～３のアルミナ焼結体の内層の断面のサーマルエッチング像を、上記のＳＥＭを用いて観察した。図８は、ＳＥＭにより観察された実施例２のアルミナ焼結体の内層のサーマルエッチング像（３５００倍）である。また、図９は、ＳＥＭにより観察された実施例２のアルミナ焼結体の内層のサーマルエッチング像（３５００倍）である。これらは、サーマルエッチング像の例として２つ示したが、実施例１～６及び比較例１～３の全てにおいて、この画像に基づいて内層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比を以下の通り測定した。

【００８３】

画像解析ソフト（株式会社マウンテック製、ソフト名「Ｍａｃ－Ｖｉｅｗ　ｖｅｒ．４」）を用いて、拡大倍率３５００倍のアルミナ焼結体の内層のサーマルエッチング像から、４５０個の結晶粒をランダムに選択し、選択された結晶粒の短辺と長辺の長さを測定し、アスペクト比を算出し、４５０個の結晶粒のアスペクト比の数基準の平均値を算出し、内層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比とした。実施例１～６及び比較例１～３における内層に含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比の測定結果を表２に示す。

【００８４】

＜内層に対する外層の被覆率＞

実施例１～６のアルミナ焼結体の表面を、走査型電子顕微鏡（日本電子株式会社製、機

種名「ＪＳＭ－６５１０Ｖ」）を用いて観察し、実施例１～６のアルミナ焼結体の表面における外層のアルミナ結晶粒の面積割合を測定した。

【００８５】

具体的な測定方法としては、まず、例えば図６に示されるような、アルミナ焼結体の表面の３０００倍の画像をランダムに選ばれた２０視野について取得した。次に、それぞれの視野においてアスペクト比が２．０よりも大きな結晶粒子が画面に占める割合を求め、２０視野におけるこの割合の平均値を算出し、アルミナ焼結体の表面における外層のアルミナ結晶粒の面積割合とした。そして、その面積割合を、実施例１～６のアルミナ焼結体における内層に対する外層の被覆率（％）として表２に示した。表２において、比較例１～３の測定結果が「－」となっているのは、上記の通り、これらの比較例では外層が形成されていないためである

【００８６】

＜耐摩耗性の評価＞

実施例１～６及び比較例１～３で作製されたアルミナ焼結体の耐摩耗性は、ＪＩＳ　Ｒ６００１－１に規定される粒度Ｆ１２の円柱形状として評価された。

【００８７】

まず、焼結体１００ｇをＪＩＳ　Ｒ６００１－１に規定されるＦ１２の試験用ふるい（ここでは、以下、「Ｆ１２ふるい」とする）を用いてロータップ試験機によって１０分間篩い分け、３段目の篩に留まった焼結体１０．５ｇを測定試料とした。

【００８８】

この測定試料１０．５ｇを、Φ２０ｍｍのクロム鋼球が１５００ｇ入った、内法Φ１１５×１１０ｍｍの鋼のボールミル容器（リフター３本付）に入れた。このボールミルを回転数９５回／分で５分間一軸回転させ、粉砕試料を得た。

【００８９】

Ｆ１２ふるいを用いて粉砕試料を５分間篩い分け、１～４段目の篩に留まった粉砕試料の質量（ふるい上質量）をｘ（ｇ）とした。この評価において、ふるい上質量の値が大きいほど、試料の耐摩耗性が高いと言える。この評価結果を表２に示す。

【００９０】

実施例１～６の試料は、比較例１～３の試料に比べてふるい上質量の値が大きく、耐摩耗性に優れていることが分かった。このことから、含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比が１．０～２．０である内層と、内層の少なくとも一部を外側から覆い、含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比が２．５以上である外層と、を有するアルミナ焼結体は耐摩耗性に優れていることが分かった。

【００９１】

＜ビッカース硬度＞

装置として株式会社アカシ製、機種名「ＭＶＫ－ＶＬ、Ｈａｒｄｎｅｓｓ　Ｔｅｓｔｅｒ」を用い、測定は、荷重０．９８Ｎ、圧子の打ち込み時間１０秒の条件とし、１５点の測定値の平均値をマイクロビッカース硬度とした。この測定結果を表２に示す。表２から、実施例１～６のアルミナ焼結体は、比較例１～３のアルミナ焼結体と同等の硬度を有することが分かった。

【００９２】

＜樹脂親和性の評価＞

実施例２、４及び比較例２のアルミナ焼結体を含む樹脂成形体を作製して、作製された樹脂成形体の３点曲げ強さ測定することにより、これらのアルミナ焼結体の樹脂親和性を評価した。

【００９３】

評価に用いる樹脂成形体の作製方法について説明する。まず、０．００９７ｇのＸＩＡＭＥＴＥＲ（登録商標）ＯＦＳ－６０２０　ＳＩＬＡＮＥ（東レ・ダウコーニング株式会社製）を１０ｇの水に投入し、５分間マグネチックスターラーで攪拌し、加水分解させ、シランカップリング剤水溶液を作製した。実施例２、４及び比較例２で作製したアルミナ

焼結体をそれぞれ５００ｇ量り取り、シランカップリング剤水溶液をそれぞれに添加し、アルミナ焼結体の表面が均一に濡れるまでチャック付き袋の中で混ぜた。その後、アルミナ焼結体を８０℃で１０時間乾燥させ、シランカップリング処理したアルミナ焼結体を作製した。

【００９４】

次に、シランカップリング処理したアルミナ焼結体６１．５ｇと、氷晶石（関東化学株式会社製）１５．５ｇと、硫化鉄（細井化学株式会社製）２４．０ｇとを２００ｍｌディスポカップ（アズワン株式会社製）に投入し、マゼルスター（登録商標）（倉敷紡績株式会社製ＫＫ－４００Ｗ）で公転速度を設定値４、自転速度を設定値９、運転時間を６０秒間として混合した。その後、８．０ｇのショウノール（登録商標）ＢＲＬ－２５３４を加え、マゼルスターで公転速度を設定値４、自転速度を設定値９、運転時間を６０秒間の条件で２回均一混合したのち、１４．０ｇのショウノール（登録商標）ＢＲＰ－８１５２を加え、マゼルスターで公転速度を設定値４、自転速度を設定値９、運転時間を３０秒間の条件で均一混合し、アルミナ焼結体混合物（以下、「混合物」とする）を作製した。

【００９５】

この混合物を、製品部寸法で幅２６ｍｍ、長さ１５０ｍｍ、厚さ５０ｍｍの金型に投入し、油圧成形機（王子機械株式会社製）で面圧１２．６ＧＰａ、１５０℃、１５分の条件でホットプレス処理を行い、成形体を作製した。得られた成形体を乾燥機（株式会社カトー製、型式ＴＨＫ３３Ｐ）に入れ、１２０℃まで８時間で昇温し、１２０℃で４時間保持し、その後１８０℃まで５時間で昇温し、１８０℃で８時間保持したのち、１１時間かけて６０℃まで降温した。以上の工程により得られたものを樹脂親和性評価用の樹脂成形体とした。

【００９６】

樹脂成形体の３点曲げ強さ測定方法について説明する。測定装置はオートグラフ（登録商標）（株式会社島津製作所製ＡＧＳ－Ｊ）を用い、外部支点間距離Ｌ＝５０ｍｍ、圧子の半径は５ｍｍ、及び試験速度５ｍｍ／ｍｉｎの条件で行った。

【００９７】

樹脂成形体の３点曲げ強さは以下の式より算出した。

（３点曲げ強さ（ＭＰａ））＝３×Ｐ×Ｌ／（２×ｗ×ｔ^{2}）

Ｐ：樹脂成形体が破断するまでに測定された最大荷重（Ｎ）

Ｌ：外部支点間距離（ｍｍ）（＝５０ｍｍ）

ｗ：樹脂成形体の幅（ｍｍ）

ｔ：樹脂成形体の厚さ（ｍｍ）

樹脂成型体の幅（ｗ）及び厚さ（ｔ）はノギスを用いて測定した。

【００９８】

各実施例及び比較例でサンプル数ｎ＝１０で、得られた測定値の算術平均値を求めた値を表３に示す。樹脂成形体の３点曲げ強さの値が大きいほど、アルミナ焼結体は樹脂との親和性が良いことを意味し、研削中に砥石から砥粒が脱粒しづらいと考えられる。

【００９９】

【表３】

	３点曲げ強さ/MPa
実施例2	438
実施例4	456
比較例2	356

【０１００】

［３．実施例の効果］

表２からわかるように、実施例１～６のアルミナ焼結体は、比較例１～３のアルミナ焼結体に比べて耐摩耗性に優れていることが分かる。また、実施例１～６のアルミナ焼結体は、比較例１～３のアルミナ焼結体と同等の硬度を有することが分かる。比較例２は、市

販のアルミナ焼結体であり、アルミナ焼結体が本来持っている高い硬度を有する。すなわち、実施例１～６のアルミナ焼結体は、アルミナ焼結体が本来持つ高い硬度を維持しつつ、優れた耐摩耗性を有すると言える。また、実施例１～６の製造工程においてはケイ素が添加されていないため、生成したアルミナ焼結体に含まれるケイ素は、原料における不可避不純物由来の成分のみである。

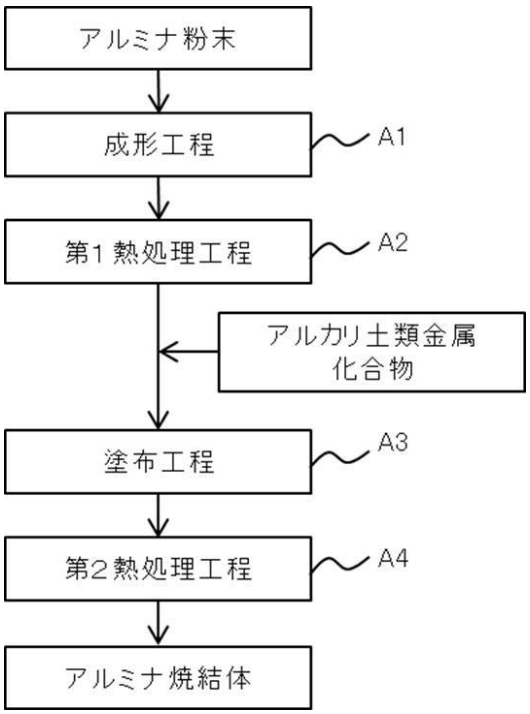
【０１０１】

したがって、含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比が１．０～２．０である内層と、内層の少なくとも一部を外側から覆い、含まれるアルミナ結晶粒の平均アスペクト比が２．０より大きい外層と、を有し、不可避不純物以外のケイ素を含まないアルミナ焼結体は、高硬度を有し、かつ耐摩耗性に優れていることが分かった。

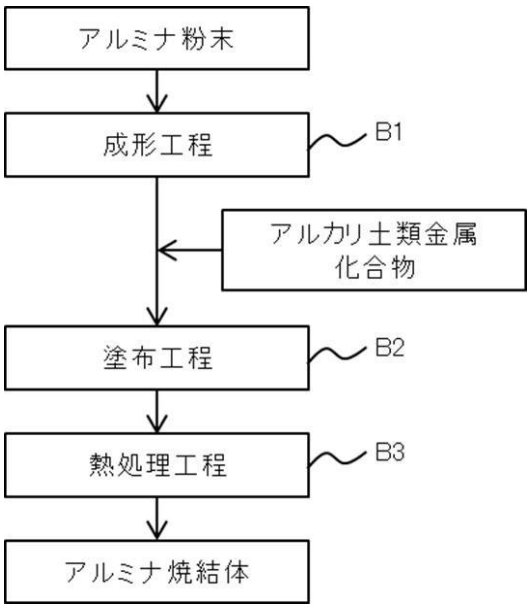
【０１０２】

また、表３から、このようなアルミナ焼結体は、良好な樹脂親和性を示すことも分かった。

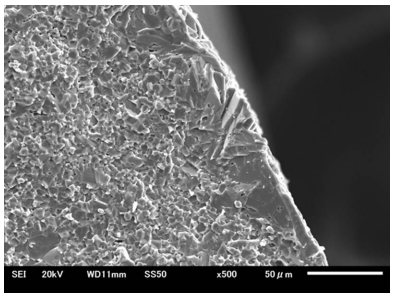
【図１】



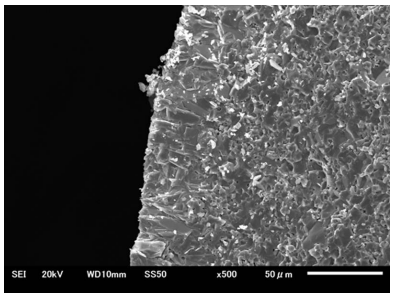
【図２】



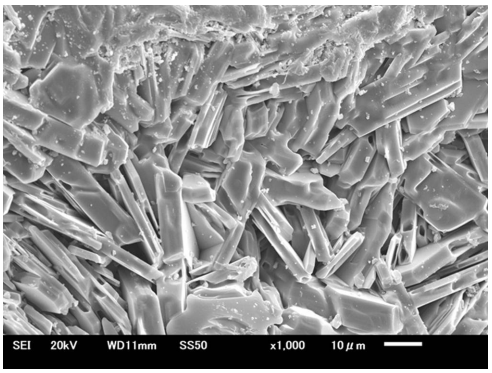
【図３】



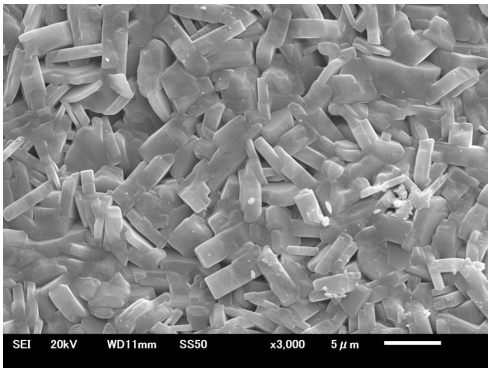
【図４】



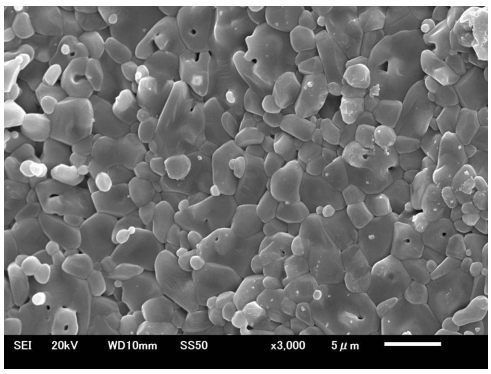
【図５】



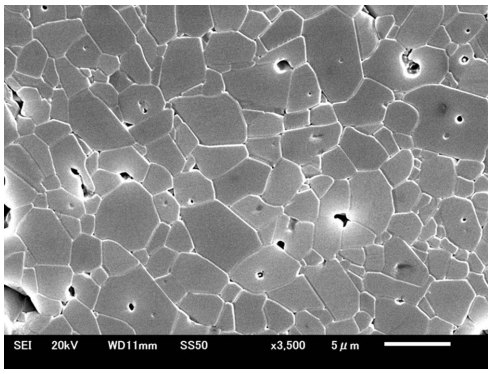
【図６】



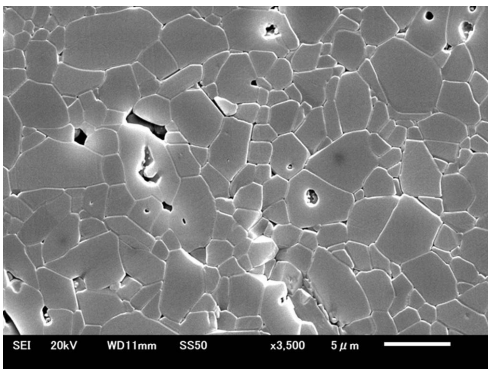
【図７】



【図８】



【図９】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開２００１－３２２８６５（ＪＰ，Ａ）
特表平９－５０７１６８（ＪＰ，Ａ）
特開２００１－３０２３３６（ＪＰ，Ａ）
D. Asmi et al., Materials Letters, １９９９年, Vol.40, p.96-102

(58)調査した分野(Int.Cl., ＤＢ名)
Ｂ２４Ｄ　　３／００
Ｃ０４Ｂ　３５／１１１
Ｃ０４Ｂ　４１／８７