

(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2005-511324

(P2005-511324A)

(43) 公表日 平成17年4月28日(2005.4.28)

(51) Int.Cl.⁷

B24D 11/00

B24D 3/28

C08J 5/14

// C08L 61:20

F 1

B24D 11/00

B24D 3/28

C08J 5/14

C08L 61:20

テーマコード(参考)

3C063

4FO71

CFA

CFA

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 23 頁)

(21) 出願番号 特願2003-526970 (P2003-526970)
 (86) (22) 出願日 平成14年9月12日 (2002.9.12)
 (85) 翻訳文提出日 平成16年3月11日 (2004.3.11)
 (86) 國際出願番号 PCT/US2002/028875
 (87) 國際公開番号 WO2003/022899
 (87) 國際公開日 平成15年3月20日 (2003.3.20)
 (31) 優先権主張番号 0122153.0
 (32) 優先日 平成13年9月13日 (2001.9.13)
 (33) 優先権主張国 英国(GB)

(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 葉
 (74) 代理人 100088801
 弁理士 山本 宗雄
 (74) 代理人 100122297
 弁理士 西下 正石

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】研磨材物品のためのバインダー、それを含む研磨材物品、およびその製造方法

(57) 【要約】

塩酸、クエン酸、硝酸、硫酸、酢酸、リン酸およびそれらの組み合わせからなる群より選択される酸と次式: $H_2N - R - NH_2$ (式中、Rは、炭素原子3から10のアルキレン基である)のジアミンとの塩の少なくとも1つから本質的になる単一触媒の存在下で硬化された尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体を含む、研磨材製品のためのバインダー、被覆研磨材物品およびその製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも 1 つの主表面を有するバッキングと、少なくとも 1 つのバインダーにより前記バッキングの前記主表面の 1 つの少なくとも一部分に結合された複数の砥粒とを含む被覆研磨材物品であって、前記バインダーが、塩酸、クエン酸、硝酸、硫酸、酢酸、リン酸およびそれらの組み合わせからなる群より選択される酸と次式：



(式中、R は、炭素原子 3 から 10 のアルキレン基である) のジアミンとの塩の少なくとも 1 つから本質的になる単一触媒の存在下で硬化された尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体を含む被覆研磨材物品。

10

【請求項 2】

前記酸がリン酸を含む、請求項 1 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 3】

R がヘキサメチレンを含む、請求項 1 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 4】

前記触媒が、前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体と触媒との総乾燥重量を基準として、約 1 重量 % から約 25 重量 % の量で存在する、請求項 1 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 5】

前記触媒が、前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体と触媒との総乾燥重量を基準として、約 2 重量 % から約 10 重量 % の量で存在する、請求項 1 に記載の被覆研磨材物品。

20

【請求項 6】

前記バインダーが、少なくとも 1 つの酸性充填材または中性充填材をさらに含む、請求項 1 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 7】

前記充填材が、10 マイクロメートル未満の粒度を有する小平板型のものである、請求項 6 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 8】

前記充填材が、少なくとも 1 つの雲母または粘土を含む、請求項 6 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 9】

前記充填材が、前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体と触媒との乾燥重量を基準として、約 5 重量 % から約 50 重量 % の量で存在する、請求項 6 に記載の被覆研磨材物品。

30

【請求項 10】

前記充填材が、前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体と触媒との乾燥重量を基準として、約 15 重量 % から約 30 重量 % の量で存在する、請求項 9 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 11】

前記バインダーが湿潤剤をさらに含む、請求項 1 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 12】

前記湿潤剤が、ポリエチレングリコールのエステル、ポリアクリル酸のアンモニウム塩、ネオペンチル - ジアリル - オキシ - トリジオクチルピロ - ホスファトチタネートのメタクリルアミド官能性アミン付加物およびそれらの組み合わせからなる群より選択される要素である、請求項 11 に記載の被覆研磨材物品。

40

【請求項 13】

前記湿潤剤が、前記充填材の約 0.1 重量 % から約 1 重量 % の量で存在する、請求項 1 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 14】

前記バインダーが強化剤をさらに含む、請求項 1 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 15】

前記強化剤が、酢酸ビニル、塩化ビニル、エチレン、ステレンブチルアクリレートおよびバーサチック酸のビニルエステル、それらのポリマーおよびコポリマーならびにそれら

50

の組み合わせからなる群より選択されるポリマーである、請求項 1 4 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 1 6】

前記強化剤が、酢酸ビニル - エチレン、酢酸ビニル - 塩化ビニル - エチレン、酢酸ビニル - プチルアクリレート、ステレン - アクリレートコポリマーおよびそれらの組み合わせからなる群より選択されるポリマーである、請求項 1 4 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 1 7】

前記ポリマーが酢酸ビニル - 塩化ビニル - エチレンコポリマーである、請求項 1 6 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 1 8】

前記強化剤が、前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体と触媒との総乾燥重量を基準として、約 1 重量 % から約 50 重量 % の量で存在する、請求項 1 4 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 1 9】

前記バインダーが脱泡剤をさらに含む、請求項 1 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 2 0】

周囲温度でナンバー 1 スピンドルを有するブルックフィールドスピニングディスク粘度計を使用して水性媒体中 60 重量 % 固形分で測定された場合に、硬化前の前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液が 0.6 パスカル秒から 1.6 パスカル秒の範囲の粘度を有する、請求項 1 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 2 1】

水性媒体中 60 % 固形分で測定された場合に、硬化前の前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液が約 0.86 パスカル秒の粘度を有する、請求項 2 0 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 2 2】

前記バインダーが少なくともマークコートとして存在する、請求項 1 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 2 3】

前記バインダーが少なくともサイズコートとして存在する、請求項 1 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 2 4】

前記バインダーが少なくともスーパーサイズコートとして存在する、請求項 1 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 2 5】

前記バッキングが、紙、ポリマー材料、布材料およびそれらの組み合わせからなる群より選択される要素である、請求項 1 に記載の被覆研磨材物品。

【請求項 2 6】

複数の砥粒、ならびに尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液と、塩酸、クエン酸、硝酸、硫酸、酢酸、リン酸およびそれらの組み合わせからなる群より選択される酸および次式：



(式中、R は、炭素原子 3 から 10 のアルキレン基である) のジアミンの塩の少なくとも 1 つから本質的になる単一触媒の溶液とを含むバインダーをバッキングの主表面に被覆する工程と、前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体を硬化する工程とを含む、被覆研磨材物品の製造方法。

【請求項 2 7】

R がヘキサメチレンを含む、請求項 2 6 に記載の被覆研磨材の製造方法。

【請求項 2 8】

前記触媒が、前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体と触媒との総重量を基準として、約 1 重量 % から約 25 重量 % の量で存在する、請求項 2 6 に記載の被覆研磨材製品の製造方法。

10

20

30

40

50

【請求項 2 9】

前記触媒が、前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体と触媒との総重量を基準として、約2重量%から約10重量%の量で存在する、請求項26に記載の被覆研磨材製品の製造方法。

【請求項 3 0】

前記バインダーが、少なくとも1つの酸性充填材または中性充填材をさらに含む、請求項26に記載の被覆研磨材製品の製造方法。

【請求項 3 1】

前記バインダーが湿潤剤をさらに含む、請求項26に記載の被覆研磨材製品の製造方法。

10

【請求項 3 2】

前記バインダーが強化剤をさらに含む、請求項26に記載の被覆研磨材の製造方法。

【請求項 3 3】

前記バインダーが脱泡剤をさらに含む、請求項26に記載の被覆研磨材製品の製造方法。

【請求項 3 4】

前記バインダーが少なくともマークコートとして適用される、請求項26に記載の被覆研磨材の製造方法。

【請求項 3 5】

前記バインダーが少なくともサイズコートとして適用される、請求項26に記載の被覆研磨材の製造方法。

20

【請求項 3 6】

前記バインダーが少なくともスーパーサイズコートとして適用される、請求項26に記載の被覆研磨材の製造方法。

【請求項 3 7】

前記バッキングが、紙、ポリマー材料、布、不織物材料およびそれらの組み合わせからなる群より選択される要素である、請求項26に記載の被覆研磨材の製造方法。

30

【請求項 3 8】

前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体が75から140の温度で硬化される、請求項26に記載の被覆研磨材の製造方法。

30

【請求項 3 9】

前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体が、80から90の温度で20分から40分間硬化される、請求項26に記載の被覆研磨材の製造方法。

【請求項 4 0】

前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体が、115から125の温度で10分間未満で硬化される、請求項26に記載の被覆研磨材の製造方法。

40

【請求項 4 1】

塩酸、クエン酸、硝酸、硫酸、酢酸、リン酸およびそれらの組み合わせからなる群より選択される酸と次式：



(式中、Rは、炭素原子3から10のアルキレン基である)のジアミンとの塩の少なくとも1つから本質的になる単一触媒の存在下で硬化された尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体を含む研磨材製品における使用に適切なバインダー。

【請求項 4 2】

前記酸がリン酸を含む、請求項41に記載のバインダー。

【請求項 4 3】

Rがヘキサメチレンを含む、請求項41に記載のバインダー。

【請求項 4 4】

前記触媒が、前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体と触媒との総重量を基準として、約1重量%から約25重量%の量で存在する、請求項41に記載のバインダー。

50

【請求項 4 5】

前記触媒が、前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体と触媒との総重量を基準として、約2重量%から約10重量%の量で存在する、請求項41に記載のバインダー。

【請求項 4 6】

前記バインダーが、少なくとも1つの酸性充填材または中性充填材をさらに含む、請求項41に記載のバインダー。

【請求項 4 7】

前記バインダーが湿潤剤をさらに含む、請求項41に記載のバインダー。

【請求項 4 8】

前記湿潤剤が、前記充填材の総重量を基準として約0.1重量%から約1重量%の量で存在する、請求項41に記載のバインダー。 10

【請求項 4 9】

前記バインダーが強化剤をさらに含む、請求項41に記載のバインダー。

【請求項 5 0】

前記バインダーが脱泡剤をさらに含む、請求項41に記載のバインダー。

【請求項 5 1】

前記酸がリン酸を含む、請求項26に記載の方法。

【請求項 5 2】

尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体水溶液を含む成分と、塩酸、クエン酸、硝酸、硫酸、酢酸、リン酸およびそれらの組み合わせからなる群より選択される酸と次式： 20



(式中、Rは、炭素原子3から10のアルキレン基である)のジアミンとの塩の少なくとも1つから本質的になる触媒の、前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体の架橋を開始させるために十分な量の单一触媒水溶液とを混合して混合物を提供する工程と、前記混合物を加熱してバインダーを提供する工程とを含む、バインダーの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、研磨材物品において使用するための触媒された尿素ホルムアルデヒドバインダー、前記バインダーの製造方法、それによって製造された研磨材物品、そして特に被覆研磨材物品および被覆研磨材物品の製造方法に関する。 30

【背景技術】

【0002】

一般的に被覆研磨材物品は、典型的に1以上の接着剤層を経てバッキングに結合された砥粒の形状の研磨材を含む。かかる物品は通常、シート、ディスク、ベルト、バンド等の形状を取り、パッド、ホイールまたはドラム上に取り付けるために適合させることができる。例えば、スチールおよび他の材料、木材、木材様ラミネート、プラスチック、繊維ガラス、革またはセラミックの様々な表面をサンディング、グラインディングまたはポリッシングするために、研磨材物品を使用することができる。

【0003】

被覆研磨材物品において使用されるバッキングは、典型的に紙、ポリマー材料、布、バルカナイズドファイバーまたはこれらの材料の組み合わせから製造される。共通の種類の結合系としては、メークコート、サイズコートおよび任意にスーパーサイズコートが挙げられる。メークコートは典型的に、研磨粒子をバッキングに接着させる韌性、弾力性ポリマーバインダーを含む。サイズコートも典型的に、メークコートバインダーと同一であっても異なっていてもよい韌性、弾力性ポリマーバインダーを含み、これは粒子をさらに補強するためにメークコートおよび研磨粒子上に適用される。スーパーサイズコートは1以上の抗装填成分またはおそらくグライディング助剤を含み、次いで所望であればサイズコート上に適用されてよい。

【0004】

20

30

40

50

典型的な製造プロセスにおいて、被覆研磨材物品は連続ウェブ形状で製造され、次いでシート、ディスク、ベルト等のような所望の構造へと変換される。砥粒をバッキングに接着させる目的のためのバインダーとしては、慣例的なフェノール樹脂、尿素・ホルムアルデヒド樹脂、ハイドグレー、ワニス、エポキシ樹脂およびポリウレタン樹脂、またはより最近の種類の放射線硬化架橋アクリレートバインダーが挙げられる。例えば、特許文献1(トウメイ(T u m e y)ら)および特許文献2(オックスマン(O x m a n)ら)を参照のこと。

【0005】

高性能被覆研磨材物品は、フェノールサイズ樹脂を慣例的に使用している。かかる樹脂系は、それらが最適硬化のために長時間、高温を必要とするという不利益を被る。それらが硬化温度に耐性を有さないか、または高い硬化温度が、周囲温度への冷却時に被覆シートの寸法不安定性、例えばカーリングを引き起こすかのいずれかであるため、これは、幾つかのポリマーバッキングに対するかかる樹脂の使用を妨げる。フェノール樹脂は尿素・ホルムアルデヒド樹脂系と比較して、より高価である傾向があり、かつより望ましくない排出物を有することが、付加的な不利益である。

【0006】

1930年代中頃、3Mカンパニー(3M Company)(「3M」)により、被覆研磨材のための接着剤として使用するための尿素ホルムアルデヒド(UF)が最初に特許権を得た(特許文献3)。この時から、酸触媒されたUF樹脂を用いて多くの異なる被覆研磨材製品が製造されている。現在、UF樹脂で使用される2つの最も共通の触媒は、塩化アルミニウム(AlCl₃)および塩化アンモニウム(NH₄Cl)である。

【0007】

尿素・アルデヒド樹脂は、被覆研磨材において大成功である。しかしながら、被覆研磨材の製造プロセスにおいて揮発性有機炭化水素(VOC)の放出に寄与する溶媒および未反応の反応物の使用を減少させる必要、ならびにそれらの性能レベルを維持または増加させながら研磨材の品質を増加させる必要が、その産業を困難にさせている。

【0008】

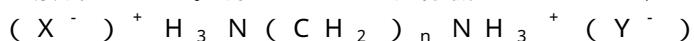
触媒として塩化アルミニウムを使用する場合、尿素・アルデヒド樹脂を硬化するために通常より高い温度を使用しなければならないが、これは繰り返して被覆研磨材の端部のカーリングを導く。またゲル時間、ポットライフおよびピーク発熱温度も全て、塩化アルミニウムの濃度に依存する。従って、特に低フリーアルデヒドUF樹脂に対して、塩化アルミニウム濃度と硬化条件との間に妥協点が存在する。

【0009】

塩化アルミニウム触媒とは異なって、ゲル時間、ポットライフおよびピーク発熱温度は全て、塩化アンモニウム濃度から独立している。しかしながら、塩化アンモニウムの活性(反応を触媒する触媒能力)は、バインダー前駆体組成物におけるフリーホルムアルデヒド濃度に依存する。低フリーアルデヒド樹脂に対して、十分な温度に達するまで、塩化アンモニウムはそれほど容易には縮合反応を活性化しない。しかしながら、上記の通り、高温では被覆研磨材の端部がカーリングする傾向があり、かつ性能改善が得られない。

【0010】

特許文献4(エンゲン(Engen)ら)は、それらの少なくとも1つの主表面においてバインダーと研磨粒子とを含む研磨材コーティングを被覆したバッキングを含む、被覆研磨材を報告する。バインダーは、凝固された尿素・アルデヒド樹脂から構成されており、この樹脂は低フリーアルデヒド含有量を有する尿素・アルデヒド樹脂を含むバインダー前駆体と助触媒とから誘導される。助触媒は、ルイス酸、好ましくは塩化アルミニウム、あるいは有機アミン塩またはアンモニウム塩、好ましくは塩化アンモニウムから本質的になる触媒である。好ましい直鎖有機アミン塩は、一般式:



(式中、XおよびYは同一であっても異なっていてもよいハロゲン化物原子であり、かつnは約3から約10までの範囲の整数である)を有する化合物の群より選択されるもので

10

20

30

40

50

ある。有用性が見出されているかかる直鎖有機アミン塩の例はヘキサメチレンジアミンの二塩化物塩であり、これは塩酸(HCl)によるヘキサメチレンジアミン水溶液の酸性化によって得られる。有用性が見出されている1つの分枝鎖有機アミン塩は、デラウェア州、ウィルミントン(Wilmington, DE)のE.I.デュポンドヌムール&カンパニー(E.I.duPont de Nemours & Co.)から入手可能な商品名「ダイテック(DYTEK)-A」で既知であるものであり、これは一般的に2-メチル-ペンタメチレンジアミンとして既知である。

【特許文献1】米国特許第4,751,138号公報

【特許文献2】米国特許第4,828,583号公報

【特許文献3】英国特許第419,812号公報

10

【特許文献4】米国特許第5,611,825号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

尿素ホルムアルデヒド樹脂は、被覆研磨材においてマーク、サイズおよびスパーサイズ樹脂として使用されているが、それらは一般的に、フェノール-ホルムアルデヒド樹脂により製造される被覆研磨材の性能には適合し得ない。

【課題を解決するための手段】

【0012】

被覆研磨材の製造において使用される場合、ある種の尿素ホルムアルデヒド樹脂系がフェノールホルムアルデヒド樹脂に匹敵する性能を提供し得ることが見出された。本発明に従って、少なくとも1つの主表面を有するパッキングと、少なくとも1つのバインダーにより前記パッキングの前記主表面の1つの少なくとも一部分に結合された複数の砥粒とを含む被覆研磨材物品であって、前記バインダーが、塩酸、クエン酸、硝酸、硫酸、酢酸、リン酸およびそれらの組み合わせからなる群より選択される酸と次式：



(式中、Rは、炭素原子3から10のアルキレン基である)のジアミンとの塩の少なくとも1つから本質的になる単一触媒の存在下で硬化された尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体を含む被覆研磨材物品が提供される。

【0013】

さらなる態様において、本発明は、複数の砥粒、ならびに尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液と、塩酸、クエン酸、硝酸、硫酸、酢酸、リン酸およびそれらの組み合わせからなる群より選択される酸および次式：



(式中、Rは、炭素原子3から10のアルキレン基である)のジアミンの塩の少なくとも1つから本質的になる単一触媒の溶液とを含むバインダーをパッキングの主表面に被覆する工程と、前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体を硬化する工程とを含む、被覆研磨材の製造方法を提供する。硬化は典型的に、少なくとも60の温度、好ましくは約75から140の範囲の温度で、または80から90の範囲の温度で40分間以下で、または115から125の範囲の温度で10分間未満で加熱することにより達成される。

【0014】

さらなる態様において、本発明は、塩酸、クエン酸、硝酸、硫酸、酢酸、リン酸およびそれらの組み合わせからなる群より選択される酸と次式：



(式中、Rは、炭素原子3から10のアルキレン基である)のジアミンとの塩の少なくとも1つから本質的になる単一触媒の存在下で硬化された尿素ホルムアルデヒド前駆体樹脂を含む、研磨材製品における使用に適切なバインダーを提供する。

【0015】

さらなる態様において、本発明は、尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体水溶液を含む成分

30

40

50

と、塩酸、クエン酸、硝酸、硫酸、酢酸、リン酸およびそれらの組み合わせからなる群より選択される酸と次式：



(式中、Rは、炭素原子3から10のアルキレン基である)のジアミンとの塩の少なくとも1つから本質的になる触媒の、前記尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体の架橋を開始させるために十分な量の単一触媒水溶液とを混合して混合物を提供する工程と、前記混合物を加熱してバインダーを提供する工程とを含む、バインダーの製造方法を提供する。

【0016】

本明細書において使用される場合、用語「単一触媒」は、1種類のみの触媒が使用されることを意味し、これは上記で定義された通りジアミン塩触媒である。

10

【0017】

用語「触媒」は、上記で定義されたジアミン塩触媒を指し、尿素-ホルムアルデヒド樹脂前駆体の重合を開始して、架橋される硬化尿素-ホルムアルデヒド樹脂を提供する能力を指す。

【0018】

低アルカリジアミンと酸との塩である特定の触媒を、尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体と組み合わせて使用することにより、低い硬化温度およびより短い硬化時間が可能でありますながら、フェノール樹脂系の使用に匹敵し、かつ時にはより優れた物理的性質を提供し得る、被覆研磨材における使用に適切なバインダー系が提供されることが見出された。尿素ホルムアルデヒドバインダー系の費用はフェノール樹脂系の費用より著しく低く、かつ尿素ホルムアルデヒド樹脂は、90%を超過する、フェノール樹脂系より少ない排出物を有し得る。

20

【発明を実施するための最良の形態】

【0019】

本発明において使用される触媒は、3から10の炭素原子を含むアルカリジアミンから誘導される。好ましくは、ジアミンは1,2ヘキサメチレンジアミンまたはオクタジアミンである。酸は、塩酸、クエン酸、硝酸、硫酸、酢酸およびリン酸より選択される。リン酸が好ましい。好ましい触媒は、1,6ヘキサメチレンジアミンリン酸塩である。

【0020】

本発明に従って尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体の硬化を開始するために有用である触媒は、塩を形成するためにジアミンと酸とを反応させることによって形成される。ジアミンは典型的に、HCl塩に関しては約10.0から約10.5の範囲、そしてリン酸塩および他の酸の塩に関しては約6のpHを有する塩溶液を与えるように反応される。最適pHは、使用される酸に依存し、かつ塩化物塩を除いて一般的に約6である。典型的に水溶液として入手可能な尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体は、ジアミン塩触媒の水溶液と混合され、そして樹脂前駆体を硬化させるために加熱される。

30

【0021】

触媒は典型的に、尿素ホルムアルデヒド前駆体を重合させる反応を開始して尿素ホルムアルデヒド樹脂を形成させるためにちょうど十分な量で使用されるが、追加量も有用であり得る。乾燥重量基準のジアミン触媒の量は典型的に、尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体とジアミン触媒との総乾燥重量を基準として、約1重量%から約25重量%、好ましくは約2重量%から約10重量%、最も好ましくは約3重量%から約5重量%の範囲である。

40

【0022】

驚くべきことに、尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体と組み合わせられたこれらのジアミン塩触媒は、相当するトリアミンまたはヘキサアミン触媒系の使用により製造されたものと比較して、改良された硬化尿素ホルムアルデヒド樹脂バインダーを提供することが見出された。

【0023】

上記の定義されたジアミン塩は、本発明の尿素ホルムアルデヒドバインダーにおいて利用される単一触媒である。ジアミン塩は潜在触媒であり、かつ約60未満の温度におい

50

ては樹脂の硬化を触媒しない。従って、周囲温度における樹脂バインダー系のポットライフはより長く、被覆研磨材の製造プロセスにおいて特に有益である。これは、周囲温度で樹脂系の硬化を開始し、制限されたポットライフを有する、塩化アルミニウムのようなルイス酸およびアミン塩を含む助触媒系とは対照的である。

【0024】

用語「尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体」は、架橋される固体ポリマー材料である完全に硬化された尿素ホルムアルデヒド樹脂を提供するために適切な触媒の存在下で硬化可能であるモノマーまたはオリゴマーを含み得る化合物を指す。尿素とホルムアルデヒドとの反応によって、本発明において有用な尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体組成物を調製することができる。樹脂のホルムアルデヒドと尿素とのモル比（「F / U比」）は、約1.4 : 1.0から約1.6 : 1.0の範囲である。低い、すなわち1%未満のフリーホルムアルデヒドを有する尿素ホルムアルデヒド樹脂が好ましい。周囲温度（例えば、20°C）でナンバー1スピンドルを有するブルックフィールド（BROOKFIELD）LV粘度計を使用して水性媒体中60重量%固形分で測定された場合に、尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体水溶液は一般的に、600から1600（0.6パスカル秒から1.6パスカル秒）の範囲の粘度を有する。好ましい尿素ホルムアルデヒド樹脂は、周囲温度において約860cps（0.86パスカル秒）の粘度を有する。

【0025】

市販品として入手可能な尿素 - ホルムアルデヒド樹脂前駆体水溶液の例としては、米国、イリノイ州、ウェストチェスター（Westchester, IL, USA）のボーデン ケミカル カンパニー（Borden Chemical Co.）から市販品として入手可能な商品名「AL3029R」を有するもの、および英国、モルド（Mold, U.K.）のダイノケム リミテッド（Dynochem Limited）から市販品として入手可能な商品名「CBU UF」を有するものが挙げられる。

【0026】

バインダーは、好ましくは一般的に、少なくとも1つの酸性充填材または中性充填材を付加的に含む。好ましい充填材は、10マイクロメートル未満の粒度を有する小平板型のものである。好ましい充填材としては、雲母および粘土（例えば、カオリンおよびシラン処理カオリン）が挙げられる。ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウムカルシウムを使用してもよい。充填材として使用するために適切な具体的な材料としては、商品名SX400雲母、バンシル（VANSIL）EW20（ウォラストナイト、ケイ酸カルシウム）、ニタル（NYTAL）200、400および7700（ケイ酸マグネシウムカルシウム、英国、ダービー（Derby, U.K.）のマイクロファイン ミネラルズ リミテッド（Microfine Minerals Ltd.）；ポーラライト（POLARITE）102A（シラン処理焼成カオリン）、ポールスター（POLESTAR）200R（焼成カオリン）、カオリングレードE - シラン処理された、サブリーム チャイナ クレイ（Supreme China Clay）（フランス、パリ（Paris, France）のイメリーズ カンパニー（Imerys Co.））のものが挙げられる。

【0027】

充填材は、尿素ホルムアルデヒドバインダーの乾燥重量（尿素ホルムアルデヒド前駆体の乾燥重量とジアミン触媒の乾燥重量である）の約5重量%から約50重量%、好ましくは、尿素ホルムアルデヒドバインダーの乾燥重量の約15重量%から約30重量%、より好ましくは約25重量%の量で一般的に利用される。充填材の存在は、硬化されたバインダー系の曲弾性率に寄与する。

【0028】

バインダーは、好ましくは、充填材のデフロキューレーティング（deflocculation）および分散を補助するための湿潤剤を含む。特定の湿潤剤の選択は、バインダー配合物に存在する充填材に依存する。適切な湿潤剤としては、ポリエチレングリコールのエステル、ポリアクリル酸のアンモニウム塩およびネオペンチル - ジアリル - オキシ - トリジオクチルピロ - ホスファトチタネートのメタクリルアミド官能性アミン付加物が挙げ

10

20

30

40

50

られる。

【0029】

充填材のための湿潤剤として使用するために適切な材料としては、商品名ディスペックス (D I S P E X) A 4 0 (ポリアクリル酸のアンモニウム塩、カンザス州、カンザスシティ (K a n s a s C i t y , K S) のハルクロス ケミカルズ インコーポレイテッド (H a r c r o s C h e m i c a l s , I n c .) 、イルガスタッフ (I R G A S T A T) 3 3 (ポリエチレングリコールのエステル、スイス、バーゼル (B a s e l , S w i t z e r l a n d) のチバ スペシャルティー ケミカルズ (C i b a S p e c i a l t y C h e m i c a l s) 、リカ (L I C A) 3 8 J (ネオベンチル - ジアリル - オキシ - トリジオクチルピロ - ホスファトチタネートのメタクリルアミド官能性アミン付加物、ニュージャージー州、ベーヨン (B a y o n n e , N J) のケンリッチ ペトロケミカルズ インコーポレイテッド (K e n r i c h P e t r o c h e m i c a l s I n c .)) で入手可能なものが挙げられる。

10

【0030】

湿潤剤は、充填材の総重量を基準として、約 0 . 1 重量 % から約 1 . 0 重量 % の範囲で一般的に使用されるが、追加量も有用であり得る。

【0031】

本発明で使用されるバインダー配合物は、好ましくは、強化剤を付加的に含んでよい。これは好ましくは、酢酸ビニル、塩化ビニル、エチレン、スチレンブチルアクリレートおよびバーサチック酸 (v e r s a t i c a c i d) のビニルエステル、ポリマーおよびコポリマーより選択されるポリマーラテックスである。

20

【0032】

強化剤として使用されるポリマーのガラス転移温度 (T g) は、典型的に 0 から 5 0 の範囲である。典型的に有用なポリマーとしては、ニュージャージー州、ブリッジウォーター (B r i d g e w a t e r , N J) のビナムル ポリマーズ (V i n a m u l P o l y m e r s) から市販品として入手可能なビナムル (V I N A M U L) 、例えば、ビナムル (V I N A M U L) 3 3 0 3 (酢酸ビニル - エチレン、T g 0) 、ビナムル (V I N A M U L) 3 4 0 5 (酢酸ビニル、塩化ビニルおよびエチレンモノマーと、分散剤としてのノニルフェノールエトキシレート界面活性剤とのブレンド) 、ビナムル (V I N A M U L) 3 4 7 9 (酢酸ビニル - 塩化ビニル - エチレン、T g 3 0) 、ビナムル (V I N A M U L) 6 9 2 2 3 (酢酸ビニル - バーサチック酸 (v e r s a t i c a c i d) のビニルエステル、T g 2 2) 、ビナムル (V I N A M U L) 3 2 5 2 (酢酸ビニル - エチレン、T g 3) 、ビナムル (V I N A M U L) 3 2 5 3 (酢酸ビニル - エチレン、T g 7) 、ビナムル (V I N A M U L) 3 1 2 5 9 (酢酸ビニル - エチレン) 、ビナムル (V I N A M U L) 3 1 7 1 (酢酸ビニル - エチレン、T g 4) 、ビナムル (V I N A M U L) 4 3 6 2 7 (酢酸ビニル - ブチルアクリレート) 、ならびにビナムル (V I N A M U L) 7 1 3 9 (スチレン - アクリレート、T g 5 0) が挙げられる。

30

【0033】

強化剤は一般的に、尿素ホルムアルデヒド樹脂 (すなわち、樹脂前駆体と触媒) の重量を基準として、約 1 重量 % から約 5 0 重量 % の範囲の量で存在する。

40

【0034】

バインダー配合物は、他のアジュバント、例えば脱泡剤、および被覆研磨材バインダー配合物において典型的に使用される他の従来のアジュバントを付加的に含んでもよい。

【0035】

尿素ホルムアルデヒドバインダーは、メークコート、サイズコートおよび / またはスーパーサイズコートとして存在してよい。好ましくは、バインダーはサイズコートとして使用される。当該分野において既知である従来技術のいずれかによって、バインダーを被覆してよい。バインダーは一般的に、7 5 から 1 4 0 の範囲の温度において硬化される。8 0 から 9 0 の温度で 2 0 分から 4 0 分間で低温硬化を実行することができる。あるいは、より短い硬化時間 (例えば、1 0 分未満) で、より高い温度 (例えば、1 1 5

50

から 125) を利用してもよい。硬化前に、より低い温度 (例えば、50) で、樹脂スラブを典型的に予備乾燥させる。

【 0036 】

スーパー サイズコートとして使用される場合、バインダー配合物は、抗装填剤、充填材、静電防止剤、潤滑剤、グラインディング助剤等を含んでよい。かかる添加剤の例としては、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、アラキン酸およびベヘン酸のような脂肪酸の塩および鹼化物、ステアリン酸塩、特にステアリン酸カルシウム、ステアリン酸亜鉛およびステアリン酸リチウム、フッ素化化合物、例えば、極性基もしくは部分に付加されたフッ素化脂肪族基を含む化合物、および少なくとも約 750 の分子量を有し、かつ (a) 最少 3 つより多い C - F 結合を含むか、または (b) C - H 結合の 25 % が C - F 結合により置換されてフルオロケミカル化合物が少なくとも 15 重量 % のフッ素を含む、複数のペンドントフッ素化脂肪族基を有する非フッ素化ポリマー骨格を含む化合物より選択されるフルオロケミカル化合物、フルオロホウ酸カリウム、フルオロケイ酸ナトリウム、フッ化カリウム、硫化鉄、リン酸カリウム、二硫化モリブデンおよびリン酸水素カルシウム、ならびに米国特許第 5,704,952 号 (ロウ (Law) ら) に開示された抗装填成分が挙げられる。

【 0037 】

被覆研磨材物品に使用されるパッキング基材は、紙、ポリマー材料、布およびそれらの組み合わせを含む広範囲の材料のいずれかより選択されてよい。

【 0038 】

研磨材物品は、100 % 単一砥粒鉱物組成物を含み得る。あるいは研磨材物品は、異なる砥粒鉱物組成物のブレンドまたは混合物を含み得る。1 % から 99 %、好ましくは 50 % から 95 % ブレンドで、開放または密閉被覆構造のいずれかを形成するために、鉱物を被覆してよい。有用な従来の砥粒としては、溶融酸化アルミニウム、熱処理酸化アルミニウム、ホワイトヒューズド酸化アルミニウム、シリカ、炭化ケイ素、二ホウ化チタン、炭化ホウ素、炭化タンクスチタン、炭化チタン、ダイヤモンド、立方窒化ホウ素、ガーネット、溶融アルミナジルコニア、ゾルゲル砥粒等が挙げられる。ゾルゲル砥粒の例は、米国特許第 4,314,827 号 (レイザイサー (Leithaiser) ら) ; 第 4,623,364 号 (コットリンガー (Cottlinger) ら) ; 第 4,744,802 号 (シュワベル (Schwabel)) ; 第 4,770,671 号 (モンロー (Monroe) ら) および第 4,881,951 号 (ウッド (Wood) ら) において見出される。ダイヤモンドおよび立方窒化ホウ素砥粒は、単結晶または多結晶であってよい。これらの従来の砥粒の粒度は、約 0.01 マイクロメートルから 1500 マイクロメートル、典型的に 1 マイクロメートルと 1000 マイクロメートルとの間の範囲であり得る。また砥粒は、有機または無機コーティングを含み得る。かかる表面コーティングは、例えば、米国特許第 5,011,508 号 (ウォールド (Wald) ら) ; 第 1,910,444 号 (ニコルソン (Nicholson)) ; 第 3,041,156 号 (ローズ (Rose) ら) ; 第 5,009,675 号 (クンズ (Kunz) ら) ; 第 4,997,461 号 (マルコニコフ - メセニー (Markhoff - Metheny)) ; 第 5,213,591 号 (セリッカヤ (Celikkaya) ら) ; 第 5,085,671 号 (マーティン (Martin) ら) ; および第 5,042,991 号 (クンズ (Kunz) ら) に記載される。

【 0039 】

一実施形態において、得られる被覆研磨材をバックアップパッドに固定することができるよう、被覆研磨材の裏側に感圧接着剤を被覆する。もう 1 つの実施形態において、被覆研磨材は、被覆研磨材をバックアップパッドに固定するためのフックおよびループ型付属物系を含んでもよい。ループ布は、バックアップパッド上でフックを有する被覆研磨材の裏側にあってもよい。あるいは、フックが、バックアップパッド上でループを有する被覆研磨材の裏側にあってもよい。このフックおよびループ型付属物系は、米国特許第 4,609,581 号 (オット (Ott)) ; 第 5,254,194 号 (オット (Ott) ら) 50

) ; および第 5 , 505 , 747 号 (バリー (B a r r y) ら) にさらに記載される。

【実施例】

【0040】

以下の実施例によって本発明の実施形態をさらに説明するが、これらの実施例において記述された特定の材料およびそれらの量、ならびに他の条件および詳細については、本発明を過度に制限するように解釈されるべきではない。全ての部およびパーセンテージは、特記しない限り重量による。

【0041】

実施例において、以下の材料を使用した：

C B U U F : 英国、フリンツシャー、モルド (M o l d , F l i n t s h i r e , U . K .) のダイノケム リミテッド (D y n o c h e m L i m i t e d) から市販品として入手可能な尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体。これは、樹脂の分子量に依存して 685 c p s から 1600 c p s (0 . 685 パスカル秒から 1 . 6 パスカル秒) の粘度 (典型的に、約 790 c p s 、 0 . 79 パスカル秒) を有する 67 % ~ 70 % 固形分水溶液として供給される。 10

S X 4 0 0 : 英国、ダービー (D e r b y , U . K .) のマイクロファイン ミネラルズ リミテッド (M i c r o f i n e M i n e r a l s L t d .) から市販品として入手可能な雲母。

ポーラライト (P O L A R I T E) 1 0 2 A : フランス、パリ (P a r i s , F r a n c e) のイメリーズ カンパニー (I m e r y s C o .) から市販品として入手可能なシラン処理焼成カオリ。

V 4 3 0 5 : ニュージャージー州、ブリッジウォーター (B r i d g e w a t e r , N J) のナショナル スターチ & ケミカル カンパニー (N a t i o n a l S t a r c h & C h e m i c a l C o .) から市販品として入手可能な酢酸ビニル - 塩化ビニル - エチレンラテックス。

V 3 4 7 9 : ナショナル スターチ & ケミカル カンパニー (N a t i o n a l S t a r c h & C h e m i c a l C o .) から市販品として入手可能な酢酸ビニル - 塩化ビニル - エチレンラテックス。

カオリングレード E : フランス、パリ (P a r i s , F r a n c e) のイメリーズ カンパニー (I m e r y s C o .) から市販品として入手可能なシラン処理カオリ。 30

リカ (L I C A) 3 8 J : ニュージャージー州、ベーヨン (B a y o n n e , N J) のケンリッヂ ペトロケミカルズ インコーポレイテッド (K e n r i c h P e t r o c h e m i c a l s I n c .) から市販品として入手可能なネオペンチル - ジアリル - オキシ - トリジオクチルピロ - ホスファトチタネットのメタクリルアミド官能性アミン付加物。

イルガstatt (I R G A S T A T T) 3 3 : スイス、バーゼル (B a s e l , S w i t z e r l a n d) のチバ スペシャルティー ケミカルズ (C i b a S p e c i a l t y C h e m i c a l s) から市販品として入手可能なポリエチレングリコールのエステル。

1 5 1 2 M : デラウェア州、ウィルミントン (W i l m i n g t o n , D E) のハーキュリーズ インコーポレイテッド (H e r c u l e s I n c .) から市販品として入手可能な脱泡剤。 40

【0042】

実施例 1 A ~ 1 E

実施例 1 A ~ 1 E は、それぞれ、種々の酸塩を有するジアミンをベースとする触媒により硬化された尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体を示す。

【0043】

実施例 1 A において、還流下で、1 , 6 - ヘキサメチレンジアミンの 60 重量 % 水溶液 47 . 5 g (0 . 25 モル) と、リン酸の 85 重量 % 溶液 46 . 6 g (0 . 48 モル) および水 200 g とを混合することにより、ジアミンリン酸塩触媒溶液を製造した。得られ 50

る混合物は熱を発生して発熱反応を示し、製造間および使用前に混合物を冷却した。得られる溶液には、23重量%のジアミンリン酸塩触媒が含まれた。

【0044】

以下の手順を使用して、実施例を調製した：

1. 尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体水溶液と、使用する場合、湿潤剤とを混合し、樹脂が予混合された滑らかなペーストを提供する。
2. 樹脂が予混合された滑らかなペースト中に充填材を高剪断混合する。
3. 使用する場合、強化剤ポリマー含有ラテックスにおいて混合する。
4. 使用する場合、脱泡剤において混合する。
5. ジアミン塩触媒溶液において混合する。

10

【0045】

実施例1B～1Eは、ジアミン塩触媒溶液を製造するために他の酸と反応される同一のジアミン、すなわち、1,6-ヘキサメチレンジアミンを使用する他の触媒の調製を示す。これらは、実施例1Aに関して上記されたものと類似の様式で、同一のモル等量を使用して調製された。

【0046】

得られた触媒をCBU UF尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体水溶液と混合して混合物を提供し、これをキャストして40mm×20mm×1mmのスラブを形成し、オープン中で30分間50℃で硬化し、続いて60分間75℃で硬化し、続いて、室温で7日間老化を行った。

20

【0047】

[表1]
実施例1A

成分	湿潤 重量%	固形分 (g)	乾燥 重量%
尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液 (CBU UF)	65.00	42.25	64.29
ヘキサメチレンジアミンリン酸塩溶液	15.00	3.47	5.28 ¹
雲母 (SX400)	20.00	20.00	30.43

30

¹樹脂の総乾燥重量(すなわち、尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体と触媒の乾燥重量)に基づく乾燥重量基準の触媒量は7.59%である。

【0048】

[表2]

実施例1B

成分	湿潤 重量%	固形分 (g)	乾燥 重量%
尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液 (CBU UF)	574.96	373.72	66.64
ヘキサメチレンジアミン硫酸塩溶液	51.12	25.83	4.61 ¹
酢酸ビニル-塩化ビニル-エチレンラテックス (V4305)	14.48	7.24	1.29
雲母 (SX400)	130.72	130.72	23.31
ネオペンチルジアリルーオキシトリジオクチルビローホスファトチタネートのメタクリルアミド官能性アミン付加物湿潤剤(リカ(LICA)38J)	0.30	0.30	0.05
湿潤剤(イルガstatt(IGASTAT)33)	7.36	7.36	1.31
脱泡剤(1512M)	4.48	4.48	0.80
オレンジ顔料	16.40	11.15	1.99

40

50

¹樹脂の6.46重量%

【0049】

[表3]

実施例1C

成分	湿潤 重量%	固形分 (g)	乾燥 重量%
尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液 (CBU UF)	574.96	373.72	67.70
ヘキサメチレンジアミン酢酸塩溶液	51.12	17.04	3.09 ¹
酢酸ビニル-塩化ビニル-エチレンラテックス (V4305)	14.48	7.24	1.31
雲母 (SX400)	130.72	130.72	23.68
湿潤剤 (リカ(LICA) 38J)	0.30	0.30	0.05
湿潤剤 (イルガstatt (IRGASTAT) 33)	7.36	7.36	1.33
脱泡剤 (1512M)	4.48	4.48	0.81
オレンジ顔料	16.40	11.15	2.02

10

¹樹脂の4.36重量%

【0050】

[表4]

実施例1D

成分	湿潤 重量%	固形分 (g)	乾燥 重量%
尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液 (CBU UF)	574.96	373.72	67.56
ヘキサメチレンジアミン硝酸塩溶液	51.12	18.23	3.29 ¹
酢酸ビニル-塩化ビニル-エチレンラテックス (V4305)	14.48	7.24	1.31
雲母 (SX400)	130.72	130.72	23.63
湿潤剤 (リカ(LICA) 38J)	0.30	0.30	0.05
湿潤剤 (イルガstatt (IRGASTAT) 33)	7.36	7.36	1.33
脱泡剤 (1512M)	4.48	4.48	0.81
オレンジ顔料	16.40	11.15	2.02

20

30

¹樹脂の4.65重量%

【0051】

[表5]

実施例1E

成分	湿潤 重量%	固形分 (g)	乾燥 重量%
尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液 (CBU UF)	574.96	373.72	66.94
ヘキサメチレンジアミンクエン酸塩溶液	51.12	23.30	4.17 ¹
酢酸ビニル-塩化ビニル-エチレンラテックス (V4305)	14.48	7.24	1.30
雲母 (SX400)	130.72	130.72	23.41
湿潤剤 (リカ (LICA) 38J)	0.30	0.30	0.05
湿潤剤 (イルガstatt (IRGASTAT) 33)	7.36	7.36	1.32
脱泡剤 (1512M)	4.48	4.48	0.80
オレンジ顔料	16.40	11.15	2.00

10

¹樹脂の5.87重量%

【0052】

マサチューセッツ州、カントン (Canton, MA) のインストロン コーポレイション (Instron Corp.) から商品名インストロン (INSTRON) 4301で市販品として入手可能な曲弾性率および韌性試験装置を使用して、3点曲げにより、室温でスラブの曲弾性率および韌性を測定した。以下の表に、結果の要約を報告する。

【0053】

[表6]

実施例 番号	触媒	曲弾性率 (MPa)	韌性 (MPa)
1A	ジアミンリン酸塩	10830	0.08
1B	ジアミン硫酸塩	10960	0.0795
1C	ジアミン酢酸塩	9127	0.0111
1D	ジアミン硝酸塩	9542	0.0724
1E	ジアミンクエン酸塩	8635	0.0645

20

【0054】

ジアミン-硫酸塩および硝酸塩ジアミン触媒によるスラブの表面は、ジアミンリン酸塩触媒によるスラブのように滑らかではなかった。

【0055】

実施例2~8

実施例1に従って、以下の配合物を調製し、試験した。

【0056】

実施例1の通り、配合物をスラブ中にキャストした。実施例1に記載の通り、樹脂配合物を硬化した。

【0057】

[表7]

実施例2

成分	湿潤 重量%	固形分 (g)	乾燥 重量%
尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液 (CBU UF)	65.00	42.25	55.92
4.7モル ヘキサメチレンジアミン塩酸塩溶液	15.00	13.31	17.62 ¹
雲母 (SX400)	20.00	20.0	26.47

40

¹樹脂の23.96重量%

50

曲弾性率 = 673 MPa

韌性 = 0.045 MPa

【0058】

[表8]

実施例3

成分	湿潤 重量%	固形分 (g)	乾燥 重量%
尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液 (CBU UF)	69.78	45.38	79.40
酢酸ビニル-塩化ビニル-エチレンラテックス (V4305)	19.77	10.00	17.51
4.7モル ヘキサメチレンジアミン塩酸塩溶液	1.99	1.77	3.09 ¹
水	8.46		

¹樹脂の3.5重量%

曲弾性率 = 466 MPa

韌性 = 0.191 MPa

【0059】

[表9]

実施例4

成分	湿潤 重量%	固形分 (g)	乾燥 重量%
尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液 (CBU UF)	80.41	52.27	82.69
酢酸ビニル-塩化ビニル-エチレンラテックス (V4305)	1.53	0.76	1.21
4.7モル ヘキサメチレンジアミンリン酸塩溶液	10.23	2.36	3.73 ¹
カオリングレードE	6.59	6.59	10.43
湿潤剤 (イルガスタッフ (IRGASTAT) 33)	0.82	0.82	1.30
脱泡剤 (1512M)	0.41	0.41	0.65

¹樹脂の4.32重量%

曲弾性率 = 722 MPa

韌性 = 0.13 MPa

【0060】

[表10]

実施例5

成分	湿潤 重量%	固形分 (g)	乾燥 重量%
尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液 (CBU UF)	62.48	40.61	66.75
酢酸ビニル-塩化ビニル-エチレンラテックス (V4305)	17.71	8.86	14.55
4.7モル ヘキサメチレンジアミン塩酸塩溶液	1.78	1.58	2.60 ¹
シラン処理焼成カオリン (ポーラライト (POLARITE) 102 A)	9.62	9.62	15.81
脱泡剤 (1512M)	0.18	0.18	0.30
水	8.22		

¹樹脂の3.74重量%

10

20

30

40

50

曲弾性率 = 484 MPa

韌性 = 0.11 MPa

【0061】

[表11]

実施例6

成分	湿潤 重量%	固形分 (g)	乾燥 重量%
尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液 (CBU UF)	76.56	49.76	76.79
酢酸ビニル-塩化ビニル-エチレンラテックス (V4305)	15.01	7.51	11.58
4.7モル ヘキサメチレンジアミン塩酸塩溶液	7.93	7.03	10.86 ¹
雲母 (SX400)	0.30	0.30	0.46
脱泡剤 (1512M)	0.20	0.20	0.31

¹樹脂の12.39重量%

曲弾性率 = 330 MPa

韌性 = 0.06 MPa

【0062】

[表12]

実施例7

成分	湿潤 重量%	固形分 (g)	乾燥 重量%
尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液 (CBU UF) (858 cps)	73.41	46.73	69.79
酢酸ビニル-塩化ビニル-エチレンラテックス (V3479)	1.85	0.91	1.35
ヘキサメチレンジアミンリン酸塩溶液 (1,6ヘキサメチレンジアミンの60%水溶液23.53gと リン酸の85%溶液23.22gと水100gとの混合物)	6.50	1.47	2.19 ¹
雲母 (SX400)	16.69	16.34	24.40
ネオペンチルジアリルーオキシートリジオクチルビ ロー ホスフアトチタネートのメタクリルアミド官能性 アミン付加物湿潤剤 (リカ(LICA) 38J)	0.04	0.04	0.06
湿潤剤 (イルガstatt (IRGASTAT) 33)	0.94	0.92	1.37
脱泡剤 (1512M)	0.57	0.56	0.84

¹樹脂の3.05重量%

曲弾性率 = 2293 MPa

韌性 = 0.08 MPa

【0063】

[表13]

実施例8

10

20

30

40

成分	湿潤 重量%	固形分 (g)	乾燥 重量%
尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液 (CBU UF)	77.31	45.77	75.36
酢酸ビニル-塩化ビニル-エチレンラテックス (V4305)	1.94	0.89	1.46
雲母充填材 (SX400)	12.25	11.16	18.38
脱泡剤 (1512M)	0.60	0.55	0.91
湿潤剤 (イルガstatt (IRGASTAT) 33)	0.99	0.90	1.48
ヘキサメチレンジアミンリン酸塩溶液 (pH 5.8 から pH6.1)	6.87	2.38	2.16 ¹
湿潤剤 (リカ (LICA) 38J)	0.02	0.02	0.04

10

¹樹脂の3.06重量%

【0064】

実施例1の技術に従ってこの混合物から製造されたスラブの曲弾性率および韌性を、3 M ユナイテッド キングダム パブリック リミテッド カンパニー (3 M Unit ed Kingdom plc) から市販品として入手可能な775L スチキット (STIKIT) (商標) 研磨材ディスクのサイズ層において使用されるフェノール樹脂混合物から製造されたスラブと比較した。

20

【0065】

[表14]

	尿素ホルムアルデヒド混合物	フェノール樹脂混合物
曲弾性率 (MPa)	1067	800
韌性 (MPa)	0.127	0.076

【0066】

P180 775L スチキット (STIKIT) (商標) ディスクのフェノール樹脂系の代わりに、サイズコートとして尿素ホルムアルデヒド混合物を使用した。それぞれのディスクの切断性能は、切断速度および累積切断の両方に関して非常に調和していた。

30

【0067】

実施例9

以下の配合物を調製した：

【0068】

[表15]

成分	湿潤 重量%	固形分 (g)	乾燥 重量%
ネオペンチルージアリルーオキシトリジオクチルピローホスファトチタネートのメタクリルアミド官能性アミン付加物 (リカ(LICA) 38J)	0.04	0.04	0.05
尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液 (CBU UF)	71.87	46.72	68.35
酢酸ビニル-塩化ビニル-エチレンラテックス (V4305)	1.81	0.91	1.32
雲母 (SX400)	16.34	16.34	23.91
脱泡剤 (1512M)	0.56	0.56	0.82
湿潤剤 (イルガstatt (IRGASTAT) 33)	0.92	0.92	1.35
ヘキサメチレンジアミンリン酸塩溶液	6.39	1.47	2.16 ¹
オレンジ顔料	2.05	1.39	2.04

¹樹脂の3.06重量%

【0069】

ジアミンリン酸塩は、1,6-ヘキサメチレンジアミンの60%水溶液23.75gと、リン酸の85%溶液23.22gおよび水100gとの混合物であった。これらの成分を還流下で混合すると発熱が生じ、溶液は加熱された。調製の間、溶液を冷却した。

【0070】

混合手順は以下の通りである：

1. C B U 尿素ホルムアルデヒド樹脂前駆体溶液と、湿潤剤 (リカ (LICA) 38J) および充填材とを混合し、滑らかなペーストを提供する。
2. S X 4 0 0 雲母充填材において混合する。
3. オレンジ顔料において混合する。
4. 強化剤ポリマーを含有するラテックス (V 4 3 0 5) において混合する。
5. 脱泡剤 (1512M) において混合する。
6. 湿潤剤 (イルガstatt (IRGASTAT) 33) において混合する。
7. ヘキサメチレンジアミンリン酸塩溶液において混合する。

【0071】

直径15cmのP80ホーキット (HOOKIT) (商標)ディスク (ホーキット (HOOKIT) (商標)は3Mカンパニー (3M Company)の商標である)へと変換された被覆研磨材ウェブ上のサイズコートとして混合物を使用した。通常、市販品として入手可能な製品 (3M 775L) 上で使用される従来のフェノールホルムアルデヒドサイズコートの代わりに混合物を使用した。このディスクは、市販品として入手可能なディスクに厳密に調和した切断性能を示した。

【0072】

実施例10

この実施例は、スーパーサイズ層における尿素ホルムアルデヒド樹脂の使用を説明する。

【0073】

オレンジ顔料を添加しなかったことを除き、使用された尿素ホルムアルデヒドバインダーは実施例9に記載のものと同一であった。以下の重量比で、英国、リーズ (Leeds, U.K.) のイーケム リミテッド (eChem Ltd.) から市販品として入手可能なステアリン酸カルシウム分散系1097Aとバインダーとを混合した。

【0074】

[表16]

10

20

30

40

バインダー	ステアリン酸塩
5	95
10	90
20	80
30	70
45	55
70	30

【0075】

そのスーパーサイズ層がないことを除き商品名3M618で市販品として入手可能であるものと同等の研磨材シート上に、スーパーサイズを被覆した。3M618として識別される被覆研磨材は、3Mユナイテッドキングダムパブリックリミテッドカンパニー(3M United Kingdom plc)から入手可能であり、かつそれは紙パッキング、尿素ホルムアルデヒドマークコーティング、尿素ホルムアルデヒドサイズコーティングおよびSiC研磨粒子を含む。スーパーサイズコーティングを乾燥させ、そして105で5分間硬化した。

10

【0076】

(a)水をベースとするラッカーまたは(b)ワックス状ポリエステルで被覆された中密度繊維ボード(MDF)パネル上で手でサンディングすることにより試料を評価し、市販製品3M618と比較した。

20

【0077】

水をベースとするラッカーは、英国、サルフォード(Salford, U.K.)のグラナイトコーティングス(Granyte Coatings)から商品名「ウォーターベースドラッカー セミ-マット(WATER BASED LACQUER SEMI-MATT)」で入手可能であるものであった。ワックスポリマーは、英国、ノッティングレイ(Knottingley, U.K.)のアーチコーティング(Arch Coatings)から商品名「サヤーラック(SAYER LACK)PH6355」で入手可能であるものであった。

【0078】

各パネルを50ストロークでサンディングした(約20×4cm²)。研磨材シートはゴムブロック(5×2.5cm²)上に支持されたが、手で使用された。グラムで切断を測定した。

30

【0079】

55%以上のステアリン酸塩レベルでは、水をベースとするラッカーにおける試験に関して、本発明の試料の抗装填および切断性能は3M618被覆研磨材シートのものと同様であった。

【0080】

70%以上のステアリン酸塩レベルでは、ワックスポリエステルラッカーにおける試験に関して、本発明の試料の抗装填および切断性能は3M618被覆研磨材シートのものと同様であった。

40

【0081】

本発明の様々な修正および変更は、本発明の範囲および精神から逸脱することなく当業者に明白であり、本発明は、本明細書に明らかにされた説明のための実施形態に過度に制限されることは理解されるべきである。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/US 02/28875

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C08G12/12 B24D3/28

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 C08G B24D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category ^o	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 4 396 403 A (IBRAHIM MOHAMED M) 2 August 1983 (1983-08-02) column 2, line 64 -column 3, line 60 claim 1 examples E19, E20 ---	1-6, 26-30, 41-46, 51,52
Y	WO 94 06839 A (MINNESOTA MINING & MFG) 31 March 1994 (1994-03-31) cited in the application page 9, line 21 -page 10, line 12 ---	1-6, 26-30, 41-46, 51,52
A	WO 96 09141 A (MINNESOTA MINING & MFG) 28 March 1996 (1996-03-28) page 18, line 2 - line 30 claim 1 ---	1-52

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the International filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *&* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

Date of mailing of the international search report

12 December 2002

19/12/2002

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Paalman, R

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/US 02/28875

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)		Publication date
US 4396403	A	02-08-1983	AT	28813 T	15-08-1987	
			AU	557187 B2	11-12-1986	
			AU	8505682 A	17-02-1983	
			BR	8204145 A	12-07-1983	
			CA	1192050 A1	20-08-1985	
			DD	202255 A5	07-09-1983	
			DE	3276931 D1	17-09-1987	
			DE	71723 T1	29-09-1983	
			EP	0071723 A2	16-02-1983	
			ES	8402609 A1	01-05-1984	
			JP	1692036 C	27-08-1992	
			JP	3055271 B	22-08-1991	
			JP	58051078 A	25-03-1983	
			MX	160757 A	09-05-1990	
			YU	154482 A1	31-10-1985	
			ZA	8204334 A	27-04-1983	
-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
WO 9406839	A	31-03-1994	AT	138947 T	15-06-1996	
			AU	674338 B2	19-12-1996	
			AU	4803193 A	12-04-1994	
			BR	9307051 A	29-06-1999	
			CA	2143870 A1	31-03-1994	
			CN	1084872 A ,B	06-04-1994	
			DE	69303027 D1	11-07-1996	
			EP	0660850 A1	05-07-1995	
			ES	2088292 T3	01-08-1996	
			JP	8501340 T	13-02-1996	
			KR	270204 B1	16-10-2000	
			MX	9305405 A1	31-05-1994	
			WO	9406839 A1	31-03-1994	
			US	5486219 A	23-01-1996	
			US	5611825 A	18-03-1997	
			US	5551961 A	03-09-1996	
			ZA	9305852 A	11-02-1995	
-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
WO 9609141	A	28-03-1996	US	5611825 A	18-03-1997	
			BR	9508960 A	30-12-1997	
			EP	0782493 A1	09-07-1997	
			WO	9609141 A1	28-03-1996	
			US	5551961 A	03-09-1996	

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,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,IE,IT,LU,MC,NL,PT,SE,SK,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,N0,NZ,OM,PH,PL,PT,RO,RU,SD,SE,SG,SI,SK,SL,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,UZ,VC,VN,YU,ZA,ZM,ZW

(72)発明者 クリストファー・ジェイ・カーター

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

(72)発明者 リチャード・ジェイ・ダーウッド

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

(72)発明者 ロイ・スタッブズ

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 AA03 AB07 BC03 BD01 BD07 BG08 BH07 BH19 CC30 EE40

FF22

4F071 AA41 AD06 AE17 AE22 DA01 DA09 DA18