

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4989792号  
(P4989792)

(45) 発行日 平成24年8月1日(2012.8.1)

(24) 登録日 平成24年5月11日(2012.5.11)

(51) Int.Cl. F I  
**C O 4 B 35/10 (2006.01)** C O 4 B 35/10 E  
**B 2 4 D 3/00 (2006.01)** B 2 4 D 3/00 3 2 O A

請求項の数 9 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2012-503810 (P2012-503810)	(73) 特許権者	000002004
(86) (22) 出願日	平成23年10月18日 (2011.10.18)		昭和電工株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2011/073900		東京都港区芝大門1丁目13番9号
(87) 国際公開番号	W02012/060213	(74) 代理人	100078732
(87) 国際公開日	平成24年5月10日 (2012.5.10)		弁理士 大谷 保
審査請求日	平成24年2月8日 (2012.2.8)	(74) 代理人	100089185
(31) 優先権主張番号	特願2010-245579 (P2010-245579)		弁理士 片岡 誠
(32) 優先日	平成22年11月1日 (2010.11.1)	(74) 代理人	100135758
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		弁理士 伊藤 高志
早期審査対象出願		(72) 発明者	富川 伸一郎
			長野県塩尻市大字宗賀1番地 昭和電工株式会社 塩尻事業所内
		(72) 発明者	宮澤 宏和
			長野県塩尻市大字宗賀1番地 昭和電工株式会社 塩尻事業所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アルミナ質焼結体の製造方法、アルミナ質焼結体、砥粒、及び砥石

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

イルメナイト粉末とアルミナ粉末とを混合し焼結することを特徴とする下記(1)及び(2)を満たすアルミナ質焼結体の製造方法。

(1) チタン化合物をTiO<sub>2</sub>換算した含有量と鉄化合物をFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>換算した含有量とアルミナの含有量との合計量が98質量%以上

(2) チタン化合物をTiO<sub>2</sub>換算した含有量と鉄化合物をFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>換算した含有量との合計量が5~13質量%

【請求項2】

アルミナ粉末に対するイルメナイト粉末の質量混合比(イルメナイト粉末:アルミナ粉末)を0.05:0.95~0.16:0.84とする請求項1に記載のアルミナ質焼結体の製造方法。

【請求項3】

イルメナイト粉末及びアルミナ粉末の累積質量50%径(d<sub>50</sub>)がそれぞれ3μm以下である請求項1に記載のアルミナ質焼結体の製造方法。

【請求項4】

さらに、ケイ素化合物粉末及び/又はカルシウム化合物粉末を混合する請求項1に記載のアルミナ質焼結体の製造方法。

【請求項5】

前記ケイ素化合物粉末がシリカであり、前記カルシウム化合物粉末が酸化カルシウム及

びノ又炭酸カルシウムである請求項 4 に記載のアルミナ質焼結体の製造方法。

【請求項 6】

さらに、シリカ、酸化カルシウム及びアルミナの全部あるいはそれらの中の 2 種が複合酸化物を形成した複合酸化物粉末を混合する請求項 1 に記載のアルミナ質焼結体の製造方法。

【請求項 7】

請求項 1 に記載の製造方法により得られるアルミナ質焼結体。

【請求項 8】

請求項 7 に記載のアルミナ質焼結体からなる砥粒。

【請求項 9】

請求項 8 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、アルミナ質焼結体の製造方法、当該製造方法により得られるアルミナ質焼結体、当該アルミナ質焼結体を用いてなる砥粒、及び当該砥粒を用いてなる砥石に関する。

【背景技術】

【0002】

アルミナ質焼結体は、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。特に、鉄鋼産業における重研削砥石の原料（砥粒）として使用されている。

【0003】

また、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 SUS 304 等に比べて硬いため、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 = 被削材が削られた量（研削量） / 砥石の摩耗量

【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」と「破壊靱性」に影響される。「研削比と硬度」、及び「研削比と破壊靱性」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大きくなる。

(2) 破壊靱性が高くなると砥粒の摩耗量が少なくなるため研削比は大きくなる。

【0005】

上記(1)及び(2)を考慮すれば、研削比の式における分子部分は研削量によって影響され、分母部分は摩耗量によって影響される。砥石の研削比を向上させるためには硬度及び破壊靱性がともに高いことが理想的である。

【0006】

そこで、高硬度及び高破壊靱性を有する耐摩耗性に優れたアルミナ焼結体として、アルミナ結晶中に固溶可能な Ti、Mg、Fe 等の金属化合物を添加したアルミナ焼結体が提案されている（例えば、特許文献 1 参照）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【特許文献 1】特開平 11 - 157962 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

しかし、特許文献 1 のアルミナ焼結体は、Ti と Mg との組み合わせ、及び Fe と Mg

10

20

30

40

50

との組み合わせだけを開示し、その他の組み合わせについては具体的に開示されていない。また、特許文献1の実施例で使用されている金属化合物は、酸化チタン粉末や $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 粉末といった単一の金属を含む金属酸化物である。これら金属酸化物を使用する場合は、通常、純度の高いものを使用することになるため、生産コストが高くなって生産性を低下させてしまうことがある。

【0009】

本発明は、このような状況下になされたものであり、高硬度で破壊靱性の優れた砥粒を与えるアルミナ質焼結体を、生産コストを抑えて効率よく製造できる製造方法を提供することを目的とするものである。また、当該製造方法により得られ、高硬度で破壊靱性の優れた砥粒を与えるアルミナ質焼結体、当該アルミナ質焼結体を用いてなる砥粒及び当該砥粒を用いてなる砥石を提供することを目的とするものである。

10

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明者らは、上記目的を達成するために鋭意研究を重ねた結果、アルミナ質焼結体を製造するにあたってアルミナと共に含有させる化合物としてイルメナイト粉末を用いると、高硬度で破壊靱性の優れた砥粒を与えるアルミナ質焼結体を、生産コストを抑えて効率よく製造できることを見出した。本発明は、かかる知見に基づいて完成したものである。

【0011】

すなわち、本発明は下記のとおりである。

[1] イルメナイト粉末とアルミナ粉末とを混合し焼結することを特徴とする下記(1)及び(2)を満たすアルミナ質焼結体の製造方法。

20

(1) チタン化合物を $\text{TiO}_2$ 換算した含有量と鉄化合物を $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 換算した含有量とアルミナの含有量との合計量が98質量%以上

(2) チタン化合物を $\text{TiO}_2$ 換算した含有量と鉄化合物を $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 換算した含有量との合計量が5~13質量%

[2] アルミナ粉末に対するイルメナイト粉末の質量混合比(イルメナイト粉末:アルミナ粉末)を0.05:0.95~0.16:0.84とする上記[1]に記載のアルミナ質焼結体の製造方法。

[3] イルメナイト粉末及びアルミナ粉末の累積質量50%径( $d_{50}$ )がそれぞれ3 $\mu\text{m}$ 以下である上記[1]又は[2]に記載のアルミナ質焼結体の製造方法。

30

[4] さらに、ケイ素化合物粉末及び/又はカルシウム化合物粉末を混合する上記[1]~[3]のいずれかに記載のアルミナ質焼結体の製造方法。

[5] 前記ケイ素化合物粉末がシリカであり、前記カルシウム化合物粉末が酸化カルシウム又は炭酸カルシウムである上記[4]に記載のアルミナ質焼結体の製造方法。

[6] さらに、シリカ、酸化カルシウム及びアルミナの全部あるいはそれらの中の2種が複合酸化物を形成した複合酸化物粉末を混合する上記[1]~[3]のいずれかに記載のアルミナ質焼結体の製造方法。

[7] 上記[1]~[6]のいずれかに記載の製造方法により得られるアルミナ質焼結体。

[8] 上記[7]に記載のアルミナ質焼結体からなる砥粒。

40

[9] 上記[8]に記載の砥粒の層を作用面に有する砥石。

【発明の効果】

【0012】

本発明によれば、高硬度で破壊靱性の優れた砥粒を与えるアルミナ質焼結体を、生産コストを抑えて効率よく製造できる製造方法を提供することができる。また、当該製造方法により得られ、高硬度で破壊靱性の優れた砥粒を与えるアルミナ質焼結体、当該アルミナ質焼結体を用いてなる砥粒及び当該砥粒を用いてなる砥石を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0013】

【図1】本発明の製造方法により得られたアルミナ質焼結体に対する衝撃の伝わり方を説

50

明する作用説明図である。

【図2】本発明の製造方法により得られたアルミナ質焼結体に対する衝撃試験前後のSEM写真であり、(A)は衝撃試験前の結晶組織の様子(サーマルエッチング処理済み)を示し、(B)は衝撃試験後のクラック伝播の様子(サーマルエッチング処理なし)を示す。

【図3】アルミナだけからなる焼結体に対する衝撃の伝わり方を説明する作用説明図である。

【図4】アルミナだけからなる焼結体に対する衝撃試験前後のSEM写真であり、(A)は衝撃試験前の結晶組織の様子(サーマルエッチング処理済み)を示し、(B)は衝撃試験後のクラック伝播の様子(サーマルエッチング処理なし)を示す。

【図5】実施例7のアルミナ質焼結体の組成分析(X線回折測定)結果を示すX線回折図である。

【発明を実施するための形態】

【0014】

[アルミナ質焼結体の製造方法及びアルミナ質焼結体]

本発明のアルミナ質焼結体の製造方法は、イルメナイト粉末とアルミナ粉末とを混合し焼結することを特徴とする下記(1)及び(2)を満たすアルミナ質焼結体の製造方法である。

(1)チタン化合物を $TiO_2$ 換算した含有量(以下、「 $TiO_2$ 換算含有量」ということがある)と鉄化合物を $Fe_2O_3$ 換算した含有量(以下、「 $Fe_2O_3$ 換算含有量」ということがある)とアルミナの含有量との3成分合計量が98質量%以上

(2) $TiO_2$ 換算含有量と $Fe_2O_3$ 換算含有量との2成分合計量が5~13質量%

【0015】

本発明のアルミナ質焼結体の製造方法の詳細について下記のとおり説明する。

(原料)

本発明のアルミナ質焼結体の製造方法においては、原料としてイルメナイト粉末及びアルミナ粉末を用いる。必要に応じてさらにケイ素化合物粉末及び/又はカルシウム化合物粉末を用いる。

【0016】

これらの原料の形態としては、粉末、金属粉末、スラリー、水溶液等が挙げられるが、本発明においては、作業時のハンドリングのし易さ等の観点から、粉末の原料を用いるのが好ましい。粉末原料を用いる場合、アルミナ粉末、イルメナイト粉末、ケイ素化合物粉末、及びカルシウム化合物粉末の累積質量50%径( $d_{50}$ )は、均質な混合粉末を得るために、それぞれ3 $\mu m$ 以下であることが好ましく、1 $\mu m$ 以下であることがより好ましい。

ここで、各種粉末の累積質量50%径( $d_{50}$ )は、レーザー回折法により測定することができる。

【0017】

アルミナ粉末は、得られるアルミナ質焼結体において、コランダム結晶からなる主結晶相を形成するための原料であることから、高純度のものが好ましく、例えばバイヤー法で形成されたアルミナ等を用いるのが好ましい。

【0018】

イルメナイトはチタン鉄鉱とも呼ばれ、天然産の鉄及びチタンの酸化鉱物で、組成としては $FeTiO_3$ で表される。産地としては、オーストラリア、ノルウェー、ロシアウラル地方、インド、カナダ、アメリカ、マレーシア等であり、産地によって化学組成が異なる。 $FeTiO_3$ の $Fe^{2+}$ の一部が $Mg^{2+}$ で置換されたものもある。

イルメナイト粉末は高純度の $TiO_2$ 粉末及び高純度の $Fe_2O_3$ 粉末よりも安価であるため、砥粒の製造コストを抑えることができる。

【0019】

イルメナイト(オーストラリア クイーンズランド産)を構成する成分のうち、アルミ

10

20

30

40

50

ナ成分と、鉄化合物、チタン化合物、ケイ素化合物及びカルシウム化合物を酸化物換算した場合のそれぞれの化学組成を下記表 1 に示す。

【 0 0 2 0 】

【表 1】

表1 イルメナイト中のアルミナ、及び酸化物換算した場合の各成分の含有量(質量%)

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO
0.43	46.93	49.10	0.35	0.02

10

【 0 0 2 1 】

イルメナイト粉末を使用する場合、アルミナ粉末に対するイルメナイト粉末の質量混合比(イルメナイト粉末:アルミナ粉末)は0.05:0.95~0.16:0.84とすることが好ましく、0.08:0.92~0.12:0.88とすることがより好ましい。質量混合比を0.05:0.95~0.16:0.84とすることで、TiO<sub>2</sub>換算含有量とFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>換算含有量との2成分合計量を5~13質量%することができる。

【 0 0 2 2 】

また、ケイ素化合物やカルシウム化合物を用いる場合は、ケイ素化合物をSiO<sub>2</sub>換算した含有量(以下、「SiO<sub>2</sub>換算含有量」ということがある)とカルシウム化合物をCaO換算した含有量(以下、「CaO換算含有量」ということがある)とが合計2質量%以下、好ましくは0.5~2質量%となるようにする。これらを用いることで破壊靱性値をより向上させることができる。

20

ケイ素化合物粉末、カルシウム化合物粉末としては、それぞれ高純度のSiO<sub>2</sub>粉末及び高純度のCaO粉末、炭酸カルシウム粉末等であってもよい。また、シリカ、酸化カルシウム、アルミの全部あるいはそれらの中の2種が複合酸化物を形成した複合酸化物粉末であってもよい。複合酸化物粉末としては、ムライト、ゼオライト、ベントナイト、ゲレナイト、アノーサイト等の粉末が挙げられる。

【 0 0 2 3 】

(混合物の調製)

本発明のアルミナ質焼結体の製造方法において、原料の混合物を調製する方法に特に制限はないが、例えば下記の方法を好ましく採用することができる。

30

まず、ポリビニルアルコールを含む水性媒体中に、バイヤー法で得られたアルミナ粉末、イルメナイト粉末を、それぞれ所定量を加える。その後、例えば、超音波分散機、遊星ボールミル、ボールミル、サンドミル等のメディアを用いた分散機、アルティマイザー(商品名)、ナノマイザー(商品名)等のメディアレス分散機等を用いて均質なスラリーを得る。次いで、このスラリーを乾燥処理したのち、粉碎して、累積質量50%径(d<sub>50</sub>)3μm以下、好ましくは1μm以下の混合物(粉末)を調製する。

【 0 0 2 4 】

(混合物の焼結)

上記のようにして調製された原料の混合物の成形体を焼結して、相対密度95%以上、好ましくは97%以上である本発明のアルミナ質焼結体を得る。相対密度が95%以上であることで、焼結体中の気孔・空隙に起因する焼結体硬度および破壊靱性の低下を抑制することができる。なお、相対密度はアルキメデス法で測定した焼結嵩密度を真密度で除して求めることができる。

40

また、焼結に際しては、公知の成形手段、例えば金型プレス、冷間静水圧プレス、鋳込成形、射出成形、押し出し成形等により任意の形状に成形し、次いでこの成形体を公知の焼結法、例えば、ホットプレス法、常圧焼成法、ガス加圧焼成法、マイクロ波加熱焼成法等、種々の焼結手法によって焼結する。

【 0 0 2 5 】

このようにして得られた本発明のアルミナ質焼結体は、既述のとおりTiO<sub>2</sub>換算含有

50

量と  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  換算含有量とアルミナの含有量との3成分合計量が98質量%以上で、 $\text{TiO}_2$  換算含有量と  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  換算含有量との2成分合計量が5~13質量%となっており、8~10質量%となっていることが好ましい。

【0026】

ここで、 $\text{TiO}_2$  換算含有量及び  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  換算含有量の2成分合計量と硬度との関係については、合計量が多くなるほど硬度は低くなるという関係にあるが、2成分合計量が本発明の範囲にあれば、硬度の指標である平均ビッカース硬度が例えば16GPa以上となり、実用的にも優れた硬度を有することになる。

【0027】

一方、2成分合計量と破壊靱性との関係については、上記硬度のような関係はないが、本発明者らは、2成分合計量が特定の範囲において、破壊靱性が著しく高くなることを見出した。すなわち、2成分合計量が本発明の範囲にあれば、破壊靱性値が例えば  $3.0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  以上になる。

【0028】

ここで、上記のような効果が得られると推察されるメカニズムについて説明する。

まず、アルミナだけからなる焼結体の場合は、図3に示すように、クラックの伝わり方は、アルミナ粒子12の粒界に沿って矢印Y方向に進行することになる。そして、衝撃の大きさによっては、図4(B)のSEM写真に示すように、粒界に沿って直線的に亀裂が生じることになる。なお、図4は、後述の比較例1に係る焼結体のSEM写真であり、図4(A)は衝撃を加える前の結晶組織の様子を示し、図4(B)は衝撃を加えた後のクラック伝播の様子を示す。

【0029】

一方で、チタン化合物及び鉄化合物を含有させることで、図1に示すように、破壊靱性値の高い複合金属酸化物の結晶相(例えば  $\text{FeTiAlO}_5$  粒子10)がアルミナ粒子12の粒界に生成する。この  $\text{FeTiAlO}_5$  粒子10がアルミナ粒子12の粒界に存在することで、衝撃を加えた際に発生するクラックが進行しても、当該粒子10を起点にクラックが矢印X方向に迂回するように偏向するため、衝撃力が一方向でなく分散して緩和される。そのため全体として破壊靱性値が高くなると考えられる。

このことは、図2に示す衝撃試験の結果を示すSEM写真からもわかる。すなわち、図2(A)のSEM写真のようにアルミナ粒子の粒界に  $\text{FeTiAlO}_5$  粒子が存在する状態で衝撃を加えると、図2(B)のようにクラックは  $\text{FeTiAlO}_5$  粒子を起点にこれを迂回するように進行する。

なお、図2は、後述の実施例3に係る焼結体のSEM写真であり、当該図中、アルミナ粒子の粒界にある三重点に位置する灰色部分(色の薄い部分)が  $\text{FeTiAlO}_5$  粒子に相当する。

【0030】

本発明の製造方法で得られたアルミナ質焼結体においては、コランダム結晶から構成される主結晶相の粒界に、既述のようにTi、Fe及びAlを含む複合金属酸化物の結晶相、具体的には  $\text{FeTiAlO}_5$  粒子が存在する。この  $\text{FeTiAlO}_5$  粒子の存在により、高硬度で破壊靱性に優れた砥粒を与えるアルミナ質焼結体となる。特に、 $\text{FeTiAlO}_5$  粒子は、コランダム相よりも破壊靱性が高いといった作用により、高硬度で破壊靱性に優れたアルミナ質焼結体が得られる。 $\text{FeTiAlO}_5$  粒子からなる結晶相の存在及び平均結晶サイズは、後述の実施例に記載の方法により確認することができる。

【0031】

Ti、Fe及びAlを含む複合金属酸化物の結晶相( $\text{FeTiAlO}_5$  粒子)の平均結晶サイズは、高破壊靱性化の観点から、 $3.4 \sim 7.0 \mu\text{m}$  であることが好ましく、 $3.7 \sim 6.5 \mu\text{m}$  であることがより好ましい。 $3.4 \sim 7.0 \mu\text{m}$  であることで、破壊時に生じるクラックの進行を抑制する効果が大きくなる。これは、平均結晶サイズがこの範囲にあることで、当該  $\text{FeTiAlO}_5$  粒子によるクラックの偏向効果を良好に保つことができる。

10

20

30

40

50

## 【0032】

また、本発明の製造方法で得られたアルミナ質焼結体は、より高い破壊靱性を有する焼結体を得るために、 $TiO_2$ 、 $Fe_2O_3$ 及び $Al_2O_3$ 以外の金属化合物であるケイ素化合物及び/又はカルシウム化合物を含有することが好ましい。

ケイ素化合物を $SiO_2$ 換算した含有量（以下、「 $SiO_2$ 換算含有量」ということがある）とカルシウム化合物を $CaO$ 換算した含有量（以下、「 $CaO$ 換算含有量」ということがある）との合計量は2質量%以下となっていることが好ましく、0.5～2質量%となっていることがより好ましい。

ケイ素化合物及びカルシウム化合物は粒成長剤として作用し、これらが酸化物換算で2質量%以下存在することで、アルミナのコランダム結晶の形状・サイズを不均一にし、クラックの偏向を生じさせるものと考えられる。つまり、特定量のチタン化合物及び鉄化合物、及び特定量のケイ素化合物及びカルシウム化合物の存在により、それぞれの作用が組み合わさってクラックの偏向が効率よく生じ、より高い破壊靱性化の効果が得られると考えられる。

## 【0033】

ここで、アルミナの含有量や、 $TiO_2$ 換算含有量、 $Fe_2O_3$ 換算含有量、 $SiO_2$ 換算含有量、 $CaO$ 換算含有量、その他の金属化合物の金属酸化物換算含有量は、蛍光X線元素分析法によって求めることができる。具体的には下記のようにして求める。

まず測定を行うために、元素の組成が既知の標準酸化物試料の湿式分析を行う。得られた湿式分析値を基準値として、測定の際に必要な検量線を作成する。サンプルの定量分析は、この作成した検量線を基に行う。測定機器としては、Panalytical社製、「PW2400型」を用いることができる。また測定は、管球：ロジウム管球、特性X線：K線の条件で実施することが好ましい。管電圧及び管電流は元素ごとに異なる条件で測定を行うことが好ましい。管電圧と管電流の条件の一例を下記表2に示す。

なお、本明細書において、各金属酸化物換算含有量を求める際の分母となる全体量は、アルミナ質焼結体に含まれる全ての金属元素を酸化物に換算して合計した量となる。

## 【0034】

## 【表2】

表2 金属酸化物ごとの管電圧及び管電流値

元素	管電圧 [kV]	管電流 [mA]
Al	24	120
Fe	60	48
Ti	40	72
Si	24	120
Ca	40	72

## 【0035】

以上のように、本発明の製造方法で得られるアルミナ質焼結体は、高硬度で優れた破壊靱性を有しており、例えば研削材、切削材、研磨材等の研削・切削・研磨等の工具、さらには鉄鋼産業における重研削用砥石の砥粒として好適である。

## 【0036】

## 〔砥粒〕

本発明の砥粒は、本発明のアルミナ質焼結体からなる。本発明のアルミナ質焼結体は、粉碎処理、混練処理、成形処理、乾燥処理、焼結処理を順次施すことで得られる。

## 【0037】

## 〔砥石〕

本発明の砥石は、本発明の砥粒の層を作用面に有するものである。

本発明の砥石における砥粒の作用面への固定方法としては、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る。

【0038】

レジンボンドは、切れ味は良好であるが、耐久性が低い。ビトリファイドボンドは、切れ味がよく、耐摩耗性も良好であるが、砥粒に内部応力が発生し、砥粒が割れたり、欠けたりしやすくなる。電着は、形状の自由度が大きく、切れ味も良好である。

以上に鑑み、砥石においては、その用途に応じて砥粒の固定方法が選択される。

【0039】

具体的には、例えばレジンボンド砥石の場合、フェノール樹脂、ポリイミド樹脂等の結合剤の粉末と砥粒を混合し、又は、結合剤を砥粒にコーティングし、金型に充填してプレス成形する方法、あるいは、エポキシ樹脂、不飽和ポリエステル樹脂等の液状の結合剤と砥粒を混合し、型に流し込んで硬化させる方法により、台金の作用面に砥粒層を固定してなる本発明の砥石が得られる。

本発明の砥石の形状については特に制限はなく、砥石の用途に応じて、ストレート型やカップ型等の形状から適宜選択すればよい。

【実施例】

【0040】

次に、本発明を実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例によってなら限定されるものではない。

なお、各例における諸特性は以下に示す方法に従って求めた。

【0041】

(1) 原料粉末の累積質量50%径( $d_{50}$ )測定

原料粉末の累積質量50%径( $d_{50}$ )は、レーザー回折法(日機装(株)製 マイクロトラック HRA)により測定した。

【0042】

(2) アルミナ質焼結体の平均ビッカース硬度測定

装置として(株)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平均ビッカース硬度とした。平均ビッカース硬度が16GPa以上であれば実用上問題ない。

【0043】

(3) アルミナ質焼結体の平均破壊靱性値

装置として松沢精機(株)製、機種名「DVK-1」を用い、測定は、最大荷重9.81N、圧子の打ち込み速度50 $\mu\text{m}/\text{sec}$ 、圧子の打ち込み時間15秒の条件にて15点の平均値を平均破壊靱性値とした。計算式は以下の通りである。また、平均破壊靱性値が3.0MPa $\cdot\text{m}^{1/2}$ 以上であれば実用上問題ない。

$$K_{IC} = 0.026 * E^{1/2} * P^{1/2} * a / c^{3/2}$$

$K_{IC}$  : 破壊靱性値 (MPa $\cdot\text{m}^{1/2}$ )

E : ヤング率 (Pa)

P : 最大荷重 (N)

a : 圧痕寸法 (m)

c : クラックの寸法 (m)

なお、本発明において上記ヤング率Eは、アルミナの値(3.9 $\times 10^{11}$ Pa)を用いた。

【0044】

(4) アルミナ質焼結体の各結晶相における平均結晶サイズの測定

装置として日本電子(株)製、機種名「JSM-6510V」を用いてSEM写真を撮影した。得られたSEM写真から各結晶相の平均結晶サイズを測定した。平均結晶サイズは、各結晶(50個)の同一方向における最大長さを直径法により測定し、平均を算出し

10

20

30

40

50

て求めた。

【0045】

(5) アルミナ質焼結体のTi、Fe及びAlを含む金属酸化物結晶相の組成分析

装置としてPanalytical社製、機種名「X'pert PRO」を用い、特性X線：CuK線、管電圧40kV、管電流40mAの条件にて上記金属酸化物結晶相の組成分析を行った。

【0046】

(6) 相対密度

相対密度はアルキメデス法で測定した各焼結体の嵩密度を真密度で除して求めた。

この際、添加した鉄化合物とチタン化合物とは全て反応してFeTiAlO<sub>5</sub>になったと仮定し、その上で、アルミナの真密度を3.98、FeTiAlO<sub>5</sub>の真密度を4.28とし、生成され得るFeTiAlO<sub>5</sub>の割合と残部であるアルミナの割合をもとに真密度を算出した。

【0047】

前述したように、焼結体の原料の形態としては、粉末、金属粉末、スラリー、水溶液等が挙げられる。本実施例においては、作業時のハンドリングのし易さ等の観点から、粉末の原料を用いるのが好ましいと考え、粉末原料を用いた。ここで、原料として用いたアルミナ粉末、イルメナイト粉末、酸化ケイ素(シリカ)粉末及び炭酸カルシウム粉末の化学組成(アルミナの含有量、TiO<sub>2</sub>換算含有量、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>換算含有量、SiO<sub>2</sub>換算含有量、CaO換算含有量)を下記表3~6に示す。

【0048】

【表3】

表3 アルミナ粉末中のアルミナ、及び酸化物換算した場合の各成分の化学組成(質量%)

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO
99.36	0.02	<0.01	0.01	<0.01

上記アルミナ粉末は、昭和電工(株)製「AL-160SG-3」であり、その累積質量50%径(d<sub>50</sub>)は0.6μmである。

【0049】

【表4】

表4 イルメナイト(FeTiO<sub>3</sub>)粉末中のアルミナ、及び酸化物換算した場合の各成分の化学組成(質量%)

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO
0.43	46.93	49.10	0.35	0.02

上記イルメナイト粉末は、オーストラリア産で、オーストラリアのCRL(Consolidated Rutile Limited)社製のものを、累積質量50%径(d<sub>50</sub>):0.75μmに粉砕して利用した。

【0050】

【表5】

表5 酸化ケイ素粉末中のアルミナ、及び酸化物換算した場合の各成分の化学組成(質量%)

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO
0	0	0	99.91	0

上記酸化ケイ素粉末は、日本アエロジル(株)製AEROSIL200であり、その累積質量50%径(d<sub>50</sub>)は約12nmである。

【 0 0 5 1 】

【 表 6 】

表6 炭酸カルシウム粉末中のアルミナ、及び酸化物換算した場合の各成分の化学組成(質量%)

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO
0	0	0	0	99.5

上記炭酸カルシウム粉末は、和光純薬工業(株)製 炭酸カルシウム(特級)であり、その累積質量50%径( $d_{50}$ )は2.3 $\mu$ mである。配合時はCaO換算して添加した。

【 0 0 5 2 】

(実施例1~11及び比較例1~7)

累積質量50%径( $d_{50}$ )0.6 $\mu$ mの上記アルミナ粉末と、累積質量50%径( $d_{50}$ )0.75 $\mu$ mの上記イルメナイト粉末とを、形成されるアルミナ質焼結体中のTiO<sub>2</sub>及びFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の各含有量が表7-1及び表7-2に示す値となるように混合して各種混合物を得た。

【 0 0 5 3 】

この各種混合物にそれぞれポリビニルアルコール5質量%を含む水溶液300gと純水を600g加え、ボールミルにて粉碎・混合処理(実施例1~5及び比較例1~6は4時間、他は8時間)を行い、混合物濃度が約25質量%の均質な各種スラリーを調製した。

【 0 0 5 4 】

次いで、この各種スラリーを、それぞれ120 $^{\circ}$ Cで24時間乾燥処理した後、乳鉢により解砕処理して、累積質量50%径( $d_{50}$ )300 $\mu$ m以下の各種粉碎品を得た。この各種粉碎品を、それぞれ100MPaの圧力で金型成形したのち、さらに150MPaの圧力で静水圧処理を施して各種成形体を作製した。

【 0 0 5 5 】

その後、この各種成形体を相対密度が95%以上になるように、電気炉(大気雰囲気)にて4時間焼成することにより各種のアルミナ質焼結体を得た。これらについて、既述のような試験(評価)を行った。結果を下記表7-1及び表7-2に示す。

また、図2に実施例3のアルミナ質焼結体に対する衝撃試験前後のSEM写真を、図4に、比較例1のアルミナ質焼結体に対する衝撃試験前後のSEM写真を示す。なお、これらの図中、(A)は衝撃試験前の結晶組織の様子を示し、(B)は衝撃試験後のクラック伝播の様子を示す。

【 0 0 5 6 】

10

20

30

【表7】

	焼結体組成(質量%) 残部 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>				焼結体物性				
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	相対密度 (%)	平均ヒックス硬度 (GPa)	平均破壊靱性値 (MPa·m <sup>1/2</sup> )	FeTiAlO <sub>5</sub> 平均結晶サイズ(μm)	FeTiAlO <sub>5</sub> の有無
実施例1	2.45	2.56	0.02	0.00	95.8	16.7	3.0	3.4	有
実施例2	3.41	3.57	0.03	0.00	96.7	16.5	3.4	3.7	有
実施例3	3.89	4.07	0.03	0.00	96.7	16.4	3.9	3.9	有
実施例4	4.38	4.58	0.03	0.00	96.9	16.3	3.6	4.1	有
実施例5	4.87	5.09	0.04	0.00	97.3	16.1	3.4	4.2	有
実施例6	2.45	2.56	0.33	0.66	95.7	16.4	3.8	4.3	有
実施例7	2.45	2.56	0.66	1.32	95.9	16.3	3.7	4.5	有
実施例8	3.89	4.07	0.33	0.66	95.5	16.1	4.0	5.6	有
実施例9	3.89	4.07	0.66	1.32	96.6	16.0	3.8	5.7	有
実施例10	4.87	5.09	0.33	0.66	97.0	16.0	3.8	5.8	有
実施例11	4.87	5.09	0.66	1.32	96.8	16.0	3.6	6.2	有

表7-1

【 0 0 5 7 】

10

20

30

40

【表 8】

表7-2

	焼結体組成(質量%) 残部				焼結体物性					
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	相対密度 (%)	平均ビッカース硬度 (GPa)	平均破壊靱性値 (MPa・m <sup>1/2</sup> )	FeTiAlO <sub>5</sub> 平均結晶 サイズ(μm)	FeTiAlO <sub>5</sub> の有無
比較例1	0.01	0.00	0.01	0.00	0.00	96.6	17.4	2.4	—	無
比較例2	0.05	0.05	0.01	0.00	0.00	96.6	17.3	2.4	—	無
比較例3	0.49	0.51	0.01	0.00	0.00	96.3	17.1	2.5	3.0	有
比較例4	1.46	1.53	0.01	0.00	0.00	95.1	16.8	2.6	3.2	有
比較例5	7.30	7.64	0.05	0.00	0.00	97.5	15.6	2.8	7.2	有
比較例6	9.74	10.2	0.07	0.00	0.00	97.0	13.8	2.7	8.3	有
比較例7	7.30	7.64	0.33	0.66	0.66	95.9	15.0	3.0	7.5	有

【0058】

実施例1～11及び比較例3～7のアルミナ質焼結体において、コランダム結晶から構成される主結晶相の粒界に存在するTi、Fe及びAlを含む金属酸化物結晶相は、FeTiAlO<sub>5</sub>からなる結晶相であることがX線回折測定により確認された。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 5 9 】

なお、図5に実施例7のアルミナ質焼結体のX線回折測定の結果を示す。

X線回折測定の結果解析は、PANalytical社製の解析ソフト「X'Pert High Score Plus」を用いて行った。

この解析ソフトでは、 $\text{FeAlTiO}_5$ の構造を、1982年にTiedemann等が発表した文献を基に結晶構造を決定した。

それによって得られたパターンと、実験サンプルの結果を照合して、ピークが $\text{FeAlTiO}_5$ に起因するものであると判断した。

## 【符号の説明】

## 【 0 0 6 0 】

10 :  $\text{FeAlTiO}_5$  粒子

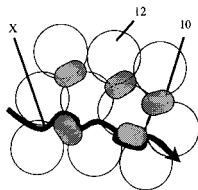
12 : アルミナ粒子

X : クラックの進行方向を示す矢印

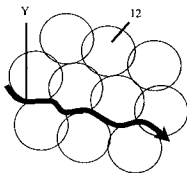
Y : クラックの進行方向を示す矢印

10

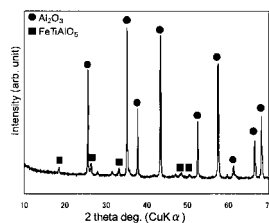
## 【 図 1 】



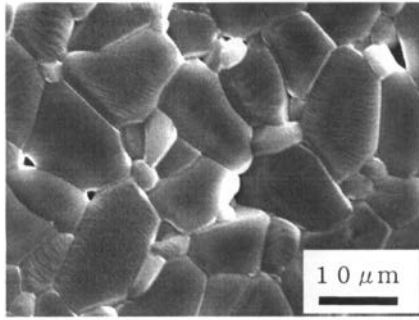
## 【 図 3 】



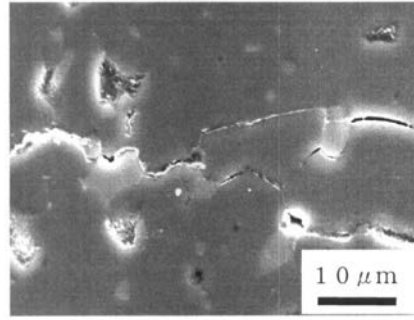
## 【 図 5 】



【 2 】

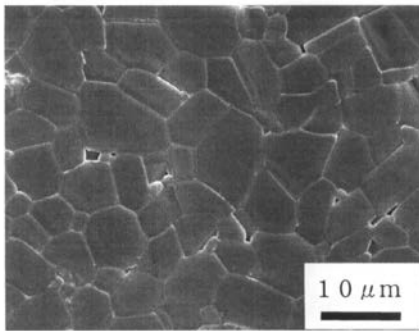


(A)

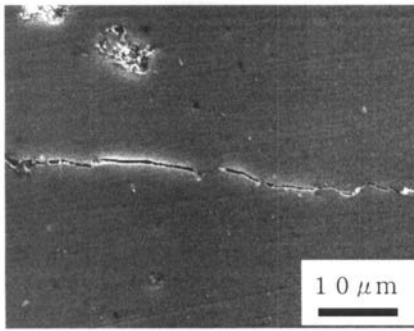


(B)

【 4 】



(A)



(B)

---

フロントページの続き

(72)発明者 家村 武志

長野県塩尻市大字宗賀1番地 昭和電工株式会社 塩尻事業所内

審査官 武石 卓

(56)参考文献 国際公開第90/02160(WO, A1)

特開平06-345524(JP, A)

特開平05-163060(JP, A)

特公昭51-036240(JP, B1)

特開平05-301765(JP, A)

特開2008-260645(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C04B 35/10-35/115

B24D 3/00

CAplus/REGISTRY(STN)

JSTPlus/JST7580(JDreamII)