

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4194489号  
(P4194489)

(45) 発行日 平成20年12月10日 (2008.12.10)

(24) 登録日 平成20年10月3日 (2008.10.3)

(51) Int.Cl.	F I
<b>C09K 3/14 (2006.01)</b>	C09K 3/14 550D
<b>B24B 37/00 (2006.01)</b>	B24B 37/00 H
<b>C03C 10/02 (2006.01)</b>	C03C 10/02

請求項の数 4 (全 45 頁)

(21) 出願番号	特願2003-517179 (P2003-517179)	(73) 特許権者	599056437
(86) (22) 出願日	平成14年8月2日 (2002.8.2)		スリーエム イノベイティブ プロパティ
(65) 公表番号	特表2005-526145 (P2005-526145A)		ズ カンパニー
(43) 公表日	平成17年9月2日 (2005.9.2)		アメリカ合衆国 55133-3427
(86) 国際出願番号	PCT/US2002/024522		ミネソタ州, セント ポール, スリーエム
(87) 国際公開番号	W02003/012000		センター ポスト オフィス ボックス
(87) 国際公開日	平成15年2月13日 (2003.2.13)		33427
審査請求日	平成17年8月2日 (2005.8.2)	(74) 代理人	100062144
(31) 優先権主張番号	09/922, 528		弁理士 青山 稔
(32) 優先日	平成13年8月2日 (2001.8.2)	(74) 代理人	100088801
(33) 優先権主張国	米国 (US)		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】 研磨粒子、ならびにその製造および使用方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

A l<sub>2</sub> O<sub>3</sub> および希土類酸化物 (R E O) を含むガラス - セラミックを含む研磨粒子であって、該希土類酸化物 (R E O) が C e O<sub>2</sub>、D y<sub>2</sub> O<sub>3</sub>、E r<sub>2</sub> O<sub>3</sub>、E u<sub>2</sub> O<sub>3</sub>、G d<sub>2</sub> O<sub>3</sub>、H o<sub>2</sub> O<sub>3</sub>、L a<sub>2</sub> O<sub>3</sub>、L u<sub>2</sub> O<sub>3</sub>、N d<sub>2</sub> O<sub>3</sub>、P r<sub>6</sub> O<sub>11</sub>、S m<sub>2</sub> O<sub>3</sub>、T b<sub>2</sub> O<sub>3</sub>、T h<sub>4</sub> O<sub>7</sub>、T m<sub>2</sub> O<sub>3</sub> および Y b<sub>2</sub> O<sub>3</sub> ならびにこれらの組み合わせからなる群から選択され、該ガラス - セラミックの全重量に対して、該ガラス - セラミックの少なくとも 80 重量パーセントが A l<sub>2</sub> O<sub>3</sub> および該希土類酸化物 (R E O) を合わせて構成される、研磨粒子。

【請求項 2】

少なくとも一部が請求項 1 記載の研磨粒子である、特定された公称粒度を有する複数の研磨粒子。

【請求項 3】

結合材および複数の請求項 1 記載の研磨粒子を有する研磨物品。

【請求項 4】

前記セラミックが (a) 平均晶子サイズが 1 マイクロメートル未満の晶子を含むマイクロ構造を示し、そして (b) 共晶マイクロ構造の特徴を有していない、請求項 1 記載の研磨粒子。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

20

## 【 0 0 0 1 】

本発明は研磨粒子およびその使用方法に関する。研磨粒子は各種の研磨物品、たとえば固定砥粒研磨材、被覆砥粒研磨材、不織研磨材、および研磨ブラシなどに組み込むことができる。

## 【 背景技術 】

## 【 0 0 0 2 】

数多くの非晶質（ガラスを含む）およびガラス - セラミック組成物が知られている。酸化物ガラス系の大部分では、ガラスの形成を促進させるために、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$ 、 $\text{P}_2\text{O}_5$ 、 $\text{GeO}_2$ 、 $\text{TeO}_2$ 、 $\text{As}_2\text{O}_3$  および  $\text{V}_2\text{O}_5$  のような公知のガラス形成剤を用いている。これらのガラス形成剤を用いて形成されたガラス組成物のいくつかのものは、熱処理することによってガラス - セラミックを形成させることが可能である。そのようなガラス形成剤から形成されたガラスやガラス - セラミックの使用最高温度は、1200

未満、典型的には700～800 である。ガラス - セラミックの方が、それを形成させる原料のガラスよりは耐熱性が高い傾向がある。

## 【 0 0 0 3 】

さらに、公知のガラスおよびガラス - セラミックの性質の多くは、ガラス形成剤の持つ固有の性質によって制限を受けている。たとえば、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$  および  $\text{P}_2\text{O}_5$  系のガラスおよびガラス - セラミックのヤング率、硬度および強度は、そのようなガラス形成剤が原因の限度がある。そのようなガラスおよびガラス - セラミックは一般に、たとえば  $\text{Al}_2\text{O}_3$  や  $\text{ZrO}_2$  に比較すると、機械的性質に劣る。 $\text{Al}_2\text{O}_3$  や  $\text{ZrO}_2$  の性質に類似した機械的性質を有するガラス - セラミックがあれば望ましい。

## 【 0 0 0 4 】

従来にはなかったようなたとえば希土類酸化物 - 酸化アルミニウム系のガラス（たとえば、2001年4月19日に公開された特許文献1、および、2000年2月15日に公開された特許文献2など参照）のような、従来にはなかったようなガラスもいくつかは知られてはいるが、さらなる新規なガラスおよびガラス - セラミック、さらには公知および新規なガラスおよびガラス - セラミックの新規な使用が望まれる。

## 【 0 0 0 5 】

もうひとつの態様において、各種の研磨粒子（たとえば、ダイヤモンド粒子、立方晶窒化ケイ素粒子、溶融研磨粒子、および焼結したセラミック研磨粒子（ゾルゲル法による研磨粒子を含む））が当業者には公知である。いくつかの研磨用途においては、研磨粒子が分散した形態で使用されるのに対し、他の用途では、粒子が研磨材製品（たとえば、被覆砥粒研磨材製品、固定砥粒研磨材製品、不織研磨材製品、および研磨ブラシ）の中に組み込まれる。特定の研磨用途のための研磨粒子を選択する際に用いられる基準としては、研磨材の可使時間、切削速度、基材表面仕上げ、研削効率、および製造コストなどが挙げられる。

## 【 0 0 0 6 】

1900年頃から1980年代中頃まで、被覆砥粒研磨材製品および固定砥粒研磨材製品を使用する研磨用途のために最も主要な研磨粒子は、典型的には溶融研磨粒子であった。一般的には2つのタイプの溶融研磨粒子、すなわち（1）溶融アルファアルミナ研磨粒子（たとえば、特許文献3（コールター（Coulter））、特許文献4（トーン（Tone））、特許文献5（サウンダース（Saunders）ら）、特許文献6（アレン（Allen））、および特許文献7（バウマン（Baumann）ら）を参照）ならびに（2）溶融（「共溶融」と呼ばれることもある）アルミナ - ジルコニア研磨粒子（たとえば、特許文献8（ラウズ（Rowse）ら）、特許文献9（ベット（Pett）ら）、特許文献10（キナン（Quinan）ら）、特許文献11（ワトソン（Watson））、特許文献12（プーン（Poon）ら）、および特許文献13（ギブソン（Gibson）ら）を参照）がある。（さらには、ある種の溶融オキシナイトライド研磨粒子について報告している、たとえば、特許文献14（デュボッツ（Dubots）ら）および特許文献15（デュボッツ（Dubots）ら）も参照のこと）。溶融アルミナ研磨粒子の

典型的な製法では、アルミニウム鉱石またはボーキサイトのようなアルミナ源、さらにはその他の所望の添加物を炉に装入し、原料をその融点以上に加熱し、その融解物を冷却して凝固した塊状物とし、その凝固した塊状物を破砕して粒子とし、次いでその粒子を篩い分けて分級して、所望のサイズ分布の研磨材を得る。溶融アルミナ - ジルコニア研磨粒子も典型的には同様な方法で製造するが、ただし、炉にはアルミナ源とジルコニア源の両方を装入し、その融解物を、溶融アルミナ研磨粒子製造のため使用する融解物より、もっと急速に冷却させる。溶融アルミナ - ジルコニア研磨粒子では、アルミナ源の量は典型的には約 50 ~ 80 重量パーセント、ジルコニアの量は 50 ~ 20 重量パーセントのジルコニアである。溶融アルミナおよび溶融アルミナ研磨粒子の製造方法には、冷却工程より前に融解物から不純物を除去することが含まれていてもよい。

10

#### 【 0 0 0 7 】

溶融アルファアルミナ研磨粒子および溶融アルミナ - ジルコニア研磨粒子は現在でも研磨用途（被覆砥粒研磨材製品および固定砥粒研磨材製品を用いる場合を含む）で広く使用されているが、1980年代中頃以降はゾルゲル法によるアルファアルミナ粒子が多くの研磨用途で最も主要な研磨粒子となった（たとえば、特許文献16（ライトハイザー（Leitheiser）ら）、特許文献17（ライトハイザー（Leitheiser）ら）、特許文献18（コットリンガー（Cottringer）ら）、特許文献19（シュワーベル（Schwabel））、特許文献20（モンロー（Monroe）ら）、特許文献21（ウッド（Wood）ら）、特許文献22（ペロー（Pellow）ら）、特許文献23（ウッド（Wood））、特許文献24（ベルグ（Berg）ら）、特許文献25（ローベンホルスト（Rowenhorst）ら）、特許文献26（ラーミー（Larmie））、特許文献27（コンウェル（Conwell）ら）、特許文献28（ラーミー（Larmie））、特許文献29（ラーミー（Larmie））、および特許文献30（ガーグ（Garg）ら）参照）。

20

#### 【 0 0 0 8 】

ゾルゲル法によるアルファアルミナ研磨粒子には、非常に微細なアルファアルミナ晶子からなるマイクロ構造を有していてもよく、付加的な二次相は存在する場合も存在しない場合もある。ゾルゲル法による研磨粒子の金属に対する研削性能は、たとえば、その研磨粒子を使用して製造した研磨材製品の可使寿命によって測定されるが、従来からの溶融アルミナ研磨粒子から製造した製品に比較して劇的に長くなった。

30

#### 【 0 0 0 9 】

ゾルゲル法により研磨粒子を製造する方法は通常、従来からの溶融研磨粒子を製造する方法よりも複雑でコストも高いものとなる。一般的に言って、ゾルゲル法による研磨粒子を製造するには通常、水、アルミナー水和物（ペーマイト）および任意成分としての解膠剤（たとえば硝酸のような酸）を含む分散液またはゾルを調製し、その分散液をゲル化させ、ゲル化させた分散液を乾燥し、乾燥させた分散液を破砕して粒子とし、その粒子を篩い分けて所望のサイズの粒子とし、その粒子を焼成して揮発分を除去し、焼成した粒子をアルミナの融点より低い温度で焼結し、そして得られた粒子を篩い分けて分級して所望のサイズ分布を有する研磨粒子を得る。金属酸化物改質剤（単一または複数）を、焼結した研磨粒子の中に加えて、焼結した研磨粒子の性質および/またはマイクロ構造を変化させたりあるいは改質させることもよく行われる。

40

#### 【 0 0 1 0 】

当業者には各種の研磨材製品（「研磨物品」と呼ばれることもある）が知られている。典型的には、研磨材製品にはバインダーと、バインダーによって研磨材製品の中に固定されている研磨粒子とが含まれている。研磨材製品の例を挙げれば、被覆砥粒研磨材製品、固定砥粒研磨材製品、不織研磨材製品、および研磨ブラシなどがある。

#### 【 0 0 1 1 】

固定砥粒研磨材製品の例としては、研削ホイール、カットオフホイール、およびホーニングストーンなどがある。固定砥粒研磨材製品を製造するために使用される主な結合システムのタイプとしては、レジノイド、ピトリファイド、および金属がある。レジノイド固

50

定砥粒研磨材では、有機バインダーシステム（たとえば、フェノール系バインダーシステム）を使用して研磨粒子を結合させて成形塊状物を形成させる（たとえば、特許文献３１（ナラヤナン（Narayanan）ら）、特許文献３２（ヘインズ（Haynes）ら）、特許文献３３（ナラヤナン（Narayanan）ら）、および特許文献３４（ナラヤナン（Narayanan）ら）を参照）。その他の主なタイプとしてはビトリファイドホイールがあり、その場合にはガラスバインダーシステムを使用して研磨粒子を結合させて塊状物とする（たとえば、特許文献３５（ルー（Rue））、特許文献３６（ヘイ（Hay）ら）、特許文献３７（マルコフ・マテニイ（Markhoff - Matheny）ら）、および特許文献３８（チー（Qi）ら）参照）。これらガラス結合は通常、９００～１３００の間の温度で養生させる。現在では、ビトリファイドホイールでは、溶融アルミナとゾルゲル法による研磨粒子との両方が使用されている。しかしながら、溶融アルミナ - ジルコニアがビトリファイドホイールに取り入れられることは通常ないが、その理由の一部はアルミナ - ジルコニアの耐熱安定性の点にある。ガラス結合を養生させるような高温にすると、アルミナ - ジルコニアの物理的性質が劣化し、その研磨性能が著しく低下する。金属固定砥粒研磨材製品では通常、研磨粒子を結合させるために、焼結またはめっきした金属を使用する。

【特許文献１】国際公開第０１／２７０４６Ａ１号パンフレット

【特許文献２】特開２０００ - ０４５１２９号公報

【特許文献３】米国特許第１，１６１，６２０号公報

【特許文献４】米国特許第１，１９２，７０９号公報

【特許文献５】米国特許第１，２４７，３３７号公報

【特許文献６】米国特許第１，２６８，５３３号公報

【特許文献７】米国特許第２，４２４，６４５号公報

【特許文献８】米国特許第３，８９１，４０８号公報

【特許文献９】米国特許第３，７８１，１７２号公報

【特許文献１０】米国特許第３，８９３，８２６号公報

【特許文献１１】米国特許第４，１２６，４２９号公報

【特許文献１２】米国特許第４，４５７，７６７号公報

【特許文献１３】米国特許第５，１４３，５２２号公報

【特許文献１４】米国特許第５，０２３，２１２号公報

【特許文献１５】米国特許第５，３３６，２８０号公報

【特許文献１６】米国特許第４，３１４，８２７号公報

【特許文献１７】米国特許第４，５１８，３９７号公報

【特許文献１８】米国特許第４，６２３，３６４号公報

【特許文献１９】米国特許第４，７４４，８０２号公報

【特許文献２０】米国特許第４，７７０，６７１号公報

【特許文献２１】米国特許第４，８８１，９５１号公報

【特許文献２２】米国特許第４，９６０，４４１号公報

【特許文献２３】米国特許第５，１３９，９７８号公報

【特許文献２４】米国特許第５，２０１，９１６号公報

【特許文献２５】米国特許第５，３６６，５２３号公報

【特許文献２６】米国特許第５，４２９，６４７号公報

【特許文献２７】米国特許第５，５４７，４７９号公報

【特許文献２８】米国特許第５，４９８，２６９号公報

【特許文献２９】米国特許第５，５５１，９６３号公報

【特許文献３０】米国特許第５，７２５，１６２号公報

【特許文献３１】米国特許第４，７４１，７４３号公報

【特許文献３２】米国特許第４，８００，６８５号公報

【特許文献３３】米国特許第５，０３７，４５３号公報

【特許文献３４】米国特許第５，１１０，３３２号公報

10

20

30

40

50

【特許文献35】米国特許第4,543,107号公報

【特許文献36】米国特許第4,898,587号公報

【特許文献37】米国特許第4,997,461号公報

【特許文献38】米国特許第5,863,308号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

研磨材業界では依然として、従来からの研磨粒子および研磨材製品よりは、製造するのがより容易で、製造コストが低く、および/または優れた性能を与える、研磨粒子および研磨材製品を望んでいる。

10

【課題を解決するための手段】

【0013】

本発明は、セラミック（非晶質物質、ガラス、結晶質セラミック（たとえば、複合金属酸化物（たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ ）の晶子、を含む）、および、（理論的酸化物基準で表すが、たとえば、反応生成物（たとえば、 $CeAl_{11}O_{18}$ ）として存在してもよい） $Al_2O_3$ および少なくとも1種の他の金属酸化物（たとえば、 $REO$ および、 $REO$ と $ZrO_2$ または $HfO_2$ の内の少なくとも1種）を含むガラス-セラミックを含む研磨粒子を提供する。一態様において、本発明による研磨粒子は通常、以下の「発明を実施するための最良の形態」のところで記述する方法で測定した平均硬度（すなわち、変形に対する抵抗性；「微小硬度」と呼ばれることもある）が、少なくとも15 GPa、16 GPa、17 GPa、あるいはさらに少なくとも18 GPa（またはそれ以上）である。一態様において、本発明による研磨粒子を含むセラミックは、セラミックの全重量に対して、たとえば40（35、30、25、20、15、10、5、3、2、1、さらには0）重量パーセント未満の通常使用されるガラス形成剤、たとえば $SiO_2$ 、 $B_2O_3$ 、 $P_2O_5$ 、 $GeO_2$ 、 $TeO_2$ 、および/またはそれらの組み合わせを含んでいてもよい。もうひとつの態様において、本発明による研磨粒子を含むセラミックは通常、たとえばゼロ、25、20、15、10、5、4、3、2、または1容量パーセント未満の非晶質物質を含んでいる。もうひとつの態様において、本発明による研磨粒子を含むセラミックは通常、たとえば、少なくとも75、80、85、90、95、97、98、99、さらには100容量パーセントの結晶質セラミックを含んでいる。

20

30

【0014】

いくつかの実施態様では、本発明による研磨粒子を含むセラミックには好ましくは、セラミックの全重量に対して、少なくとも30（より望ましくは約30～約60の範囲の）重量パーセントの $Al_2O_3$ を含む。もうひとつの態様においては、いくつかの実施態様では、本発明による研磨粒子を含むセラミックには望ましくは、結晶質セラミックを含み、そこでは、いくつかの実施態様では、そのセラミックが（a）平均晶子サイズが1マイクロメートル未満（典型的には500ナノメートル未満、さらには300または150ナノメートル未満；実施態様によっては20ナノメートル未満）の晶子（たとえば、複合金属酸化物（類）（たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ ）の晶子）を含むマイクロ構造を示し、そして（b）共晶マイクロ構造の特徴の少なくとも1つを有さない（すなわち、コロニーや層状構造を有さない）かまたは非孔質マイクロ構造である、ような実施態様を含む。特定の平均晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の平均晶子値の範囲外となる少なくとも1つの（別の）結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

40

【0015】

本発明による研磨粒子の実施態様のいくつかでは、 $Al_2O_3$ と、少なくとも1種の他の金属酸化物（たとえば、 $REO$ および； $REO$ と $ZrO_2$ または $HfO_2$ の少なくとも1種；）を含むガラス-セラミックを含み、ここで、ガラス-セラミックの全重量に対して、少なくとも80（85、90、95、97、98、99、またはさらには100）重量パーセントのガラス-セラミックが、合わせて $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金

50

属酸化物を含む。このガラス - セラミックには、たとえば、少なくとも 1、2、3、5、10、15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75、80、85、90、または 95 容量パーセントの非晶質物質を含んでいてもよい。このガラス - セラミックには、たとえば、少なくとも 99、98、97、95、90、85、80、75、70、65、60、55、50、45、40、35、30、25、20、15、10、または 5 容量パーセントの結晶質セラミックを含んでいてもよい。

【0016】

本発明による研磨粒子の実施態様のいくつかでは、 $Al_2O_3$  と、少なくとも 1 種の他の金属酸化物（たとえば、 $REO$  および  $REO$  と  $ZrO_2$  または  $HfO_2$  の少なくとも 1 種）とを含むガラス - セラミックを含み、ここで、ガラス - セラミックの全重量に対して、少なくとも 60（65、70、75、80、85、90、95、97、98、99、さらには 100）重量パーセントのガラス - セラミックが、合わせて、 $Al_2O_3$  と少なくとも 1 種の他の金属酸化物とを含み、そして、20 未満（好ましくは、15、10、5 未満、またはさらには 0）重量パーセントの  $SiO_2$ 、および 20 未満（好ましくは 15、10、5 未満、またはさらには 0）重量パーセントの  $B_2O_3$ 、を含む。このガラス - セラミックには、たとえば、少なくとも 1、2、3、5、10、15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75、80、85、90、または 95 容量パーセントの非晶質物質を含んでいてもよい。このガラス - セラミックには、たとえば、少なくとも 99、98、97、95、90、85、80、75、70、65、60、55、50、45、40、35、30、25、20、15、10、または 5 容量パーセントの結晶質セラミックを含んでいてもよい。

【0017】

本発明による研磨粒子の実施態様のいくつかでは、 $Al_2O_3$  と、少なくとも 1 種の他の金属酸化物（たとえば、 $REO$  および  $REO$  と  $ZrO_2$  または  $HfO_2$  の少なくとも 1 種）とを含むガラス - セラミックを含み、ここで、ガラス - セラミックの全重量に対して、少なくとも 60（65、70、75、80、85、90、95、97、98、99、またはさらには 100）重量パーセントのガラス - セラミックが、合わせて  $Al_2O_3$  と少なくとも 1 種の他の金属酸化物とを含み、合わせて 40 重量パーセント未満（好ましくは、35、30、25、20、15、10、5 未満、またはさらには 0）の  $SiO_2$ 、 $B_2O_3$  および  $P_2O_5$  を含む。このガラス - セラミックには、たとえば、少なくとも 1、2、3、5、10、15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75、80、85、90、95 容量パーセントの非晶質物質を含んでいてもよい。このガラス - セラミックには、たとえば、少なくとも 99、98、97、95、90、85、80、75、70、65、60、55、50、45、40、35、30、25、20、15、10、または 5 容量パーセントの結晶質セラミックを含んでいてもよい。

【0018】

本発明による研磨粒子の実施態様のいくつかでは、 $Al_2O_3$  と、少なくとも 1 種の他の金属酸化物（たとえば、 $REO$  および  $REO$  と  $ZrO_2$  または  $HfO_2$  の少なくとも 1 種）とを含むガラス - セラミックを含み、ここでそのガラス - セラミックが、(a) 平均晶子サイズが 1 マイクロメートル未満（典型的には 500 ナノメートル未満、さらには 300 または 150 ナノメートル未満；実施態様によっては 20 ナノメートル未満）の晶子（たとえば、複合金属酸化物（類）（たとえば、複合  $Al_2O_3 \cdot REO$ ）の晶子）を含むマイクロ構造を示し、そして (b) 共晶マイクロ構造の特徴を有さない。本発明による研磨粒子の実施態様のいくつかは、 $Al_2O_3$  と少なくとも 1 種の他の金属酸化物（たとえば、 $REO$  および  $REO$  と  $ZrO_2$  または  $HfO_2$  の少なくとも 1 種）とを含むガラス - セラミックを含み、ここで、そのガラス - セラミックが、(a) 平均晶子サイズが 1 マイクロメートル未満（典型的には 500 ナノメートル未満、さらには 300 または 150 ナノメートル未満；実施態様によっては 20 ナノメートル未満）の晶子（たとえば、複合金属酸化物（類）（たとえば、複合  $Al_2O_3 REO$ ）の晶子）を含む非孔質マイクロ構造を示す。このガラス - セラミックには、たとえば、少なくとも 1、2、3、5、1

10

20

30

40

50

0、15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75、80、85、90、95容量パーセントの非晶質物質を含んでいてもよい。このガラス-セラミックには、たとえば、少なくとも99、98、97、95、90、85、80、75、70、65、60、55、50、45、40、35、30、25、20、15、10、または5容量パーセントの結晶質セラミックを含んでいてもよい。特定の平均晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の平均晶子値の範囲外となる少なくとも1つの(別の)結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

#### 【0019】

本発明による研磨粒子の実施態様のいくつかでは、結晶質セラミック(たとえば、少なくとも1、2、3、5、10、15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75、80、85、90、95、97、98、99、またはさらには100容量パーセントの結晶質セラミック)を含むセラミックを含み、その結晶質セラミックには、 $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物(たとえば、 $REO$ および; $REO$ と $ZrO_2$ または $HfO_2$ の少なくとも1種)とを含み、ここで、結晶質セラミックの全重量に対して、少なくとも80(85、90、95、97、98、99、またはさらには100)重量パーセントの結晶質セラミックが、合わせて $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物を含む。いくつかの望ましい実施態様では、そのセラミックが、(a)平均晶子サイズが1マイクロメートル未満(典型的には500ナノメートル未満、さらには300または150ナノメートル未満;実施態様によっては20ナノメートル未満)の晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含むマイクロ構造を示し、そして(b)共晶マイクロ構造の特徴を有さない、実施態様を含む。本発明による研磨粒子のいくつかの実施態様では、そのセラミックが、(a)平均晶子サイズが1マイクロメートル未満(典型的には500ナノメートル未満、さらには300または150ナノメートル未満;実施態様によっては20ナノメートル未満)の晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含む非孔質なマイクロ構造を示す、実施態様を含む。このセラミックには、たとえば、少なくとも99、98、97、95、90、85、80、75、70、65、60、55、50、45、40、35、30、25、20、15、10、5、3、2、または1容量パーセントの非晶質物質を含んでいてもよい。特定の平均晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の平均晶子値の範囲外となる少なくとも1つの(別の)結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

#### 【0020】

本発明による研磨粒子の実施態様のいくつかでは、結晶質セラミック(たとえば、少なくとも1、2、3、5、10、15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75、80、85、90、95、97、98、99、またはさらには100容量パーセントの結晶質セラミック)を含むセラミックを含み、その結晶質セラミックには、 $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物(たとえば、 $REO$ および; $REO$ と $ZrO_2$ または $HfO_2$ の少なくとも1種)とを含み、ここで、結晶質セラミックの全重量に対して、少なくとも60(65、70、75、80、85、90、95、97、98、99、さらには100)重量パーセントの結晶質セラミックが、合わせて、 $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物とを含み、そして、20未満(好ましくは、15、10、5未満、またはさらには0)重量パーセントの $SiO_2$ 、および20未満(好ましくは15、10、5未満、またはさらには0)重量パーセントの $B_2O_3$ 、を含む。いくつかの望ましい実施態様では、そのセラミックが、(a)平均晶子サイズが1マイクロメートル未満(典型的には500ナノメートル未満、さらには300または150ナノメートル未満;実施態様によっては20ナノメートル未満)の晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含むマイクロ構造を示し、そして(b)共晶マイクロ構造の特徴を有さない、実施態様を含む。本発明による研磨粒子のいくつかの実施態様では、そのセラミックが、(a)平均晶子サイズが1マイク

10

20

30

40

50

ロメートル未満（典型的には500ナノメートル未満、さらには300または150ナノメートル未満；実施態様によっては20ナノメートル未満）の晶子（たとえば、複合金属酸化物（類）（たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ ）の晶子）を含む非孔質なマイクロ構造を示す、実施態様を含む。このセラミックには、たとえば、少なくとも99、98、97、95、90、85、80、75、70、65、60、55、50、45、40、35、30、25、20、15、10、5、3、2、または1容量パーセントの非晶質物質を含んでいてもよい。特定の平均晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の平均晶子値の範囲外となる少なくとも1つの（別の）結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

#### 【0021】

本発明による研磨粒子の実施態様のいくつかでは、結晶質セラミック（たとえば、少なくとも1、2、3、5、10、15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75、80、85、90、95、97、98、99、またはさらには100容量パーセントの結晶質セラミック）を含むセラミックを含み、その結晶質セラミックには、 $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物（たとえば、 $REO$ および； $REO$ と $ZrO_2$ または $HfO_2$ の少なくとも1種）とを含み、ここで、結晶質セラミックの全重量に対して、少なくとも60（65、70、75、80、85、90、95、97、98、99、またはさらには100）重量パーセントの結晶質セラミックが、合わせて $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物とを含み、合わせて40未満（好ましくは、35、30、25、20、15、10、5未満、またはさらには0）重量パーセントの $SiO_2$ 、 $B_2O_3$ および $P_2O_5$ を含む。いくつかの望ましい実施態様では、そのセラミックが、（a）平均晶子サイズが1マイクロメートル未満（典型的には500ナノメートル未満、さらには300または150ナノメートル未満；実施態様によっては20ナノメートル未満）の晶子（たとえば、複合金属酸化物（類）（たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ ）の晶子）を含むマイクロ構造を示し、そして（b）共晶マイクロ構造の特徴を有さない、実施態様を含む。本発明による研磨粒子のいくつかの実施態様では、そのセラミックが、（a）平均晶子サイズが1マイクロメートル未満（典型的には500ナノメートル未満、さらには300または150ナノメートル未満；実施態様によっては20ナノメートル未満）の晶子（たとえば、複合金属酸化物（類）（たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ ）の晶子）を含む非孔質なマイクロ構造を示す、実施態様を含む。このセラミックには、たとえば、少なくとも99、98、97、95、90、85、80、75、70、65、60、55、50、45、40、35、30、25、20、15、10、5、3、2、または1容量パーセントの非晶質物質を含んでいてもよい。特定の平均晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の平均晶子値の範囲外となる少なくとも1つの（別の）結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

#### 【0022】

本発明による研磨粒子の実施態様のいくつかでは、結晶質セラミック（たとえば、少なくとも1、2、3、5、10、15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75、80、85、90、95、97、98、99、またはさらには100容量パーセントの結晶質セラミック）を含むセラミックを含み、そのセラミックには、 $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物（たとえば、 $REO$ および； $REO$ と $ZrO_2$ または $HfO_2$ の少なくとも1種）とを含む。望ましいいくつかの実施態様では、そのセラミックが、（a）平均晶子サイズが1マイクロメートル未満（典型的には500ナノメートル未満、さらには300または150ナノメートル未満；実施態様によっては20ナノメートル未満）の晶子（たとえば、複合金属酸化物（類）（たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ ）の晶子）を含むマイクロ構造を示し、そして（b）共晶マイクロ構造の特徴を有さない、実施態様を含む。本発明による研磨粒子のいくつかの実施態様では、そのセラミックが、（a）平均晶子サイズが1マイクロメートル未満（典型的には500ナノメートル未満、さらには300または150ナノメートル未満；実施態様によっては20ナノメートル未満）の晶子（たとえば、複合金属酸化物（類）（たとえば、複合A

10

20

30

40

50



$1_2O_3 \cdot REO$  )の晶子)を含む非孔質なマイクロ構造を示す、実施態様を含む。このセラミックには、たとえば、少なくとも99、98、97、95、90、85、80、75、70、65、60、55、50、45、40、35、30、25、20、15、10、5、3、2、または1容量パーセントの非晶質物質を含んでいてもよい。特定の平均晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の平均晶子値の範囲外となる少なくとも1つの(別の)結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

#### 【0023】

本発明による研磨粒子の実施態様のいくつかでは、結晶質セラミック(たとえば、少なくとも1、2、3、5、10、15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75、80、85、90、95、97、98、99、またはさらには100容量パーセントの結晶質セラミック)を含むセラミックを含んでいてもよく、そのセラミックには、 $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物(たとえば、 $REO$ および; $REO$ と $ZrO_2$ または $HfO_2$ の少なくとも1種)とを含み、ここで、セラミックの全重量に対して、少なくとも80(85、90、95、97、98、99、またはさらには100)重量パーセントのセラミックが、合わせて $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物を含む。いくつかの望ましい実施態様では、そのセラミックが、(a)平均晶子サイズが1マイクロメートル未満(典型的には500ナノメートル未満、さらには300または150ナノメートル未満;実施態様によっては20ナノメートル未満)の晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含むマイクロ構造を示し、そして(b)共晶マイクロ構造の特徴を有さない、実施態様を含む。本発明による研磨粒子のいくつかの実施態様では、そのセラミックが、(a)平均晶子サイズが1マイクロメートル未満(典型的には500ナノメートル未満、さらには300または150ナノメートル未満;実施態様によっては20ナノメートル未満)の晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含む非孔質なマイクロ構造を示す、実施態様を含む。このセラミックには、たとえば、少なくとも99、98、97、95、90、85、80、75、70、65、60、55、50、45、40、35、30、25、20、15、10、5、3、2、または1容量パーセントの非晶質物質を含んでいてもよい。特定の平均晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の平均晶子値の範囲外となる少なくとも1つの(別の)結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

#### 【0024】

本発明による研磨粒子の実施態様のいくつかでは、結晶質セラミック(たとえば、少なくとも1、2、3、5、10、15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75、80、85、90、95、97、98、99、またはさらには100容量パーセントの結晶質セラミック)を含むセラミックを含んでいてもよく、そのセラミックには、 $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物(たとえば、 $REO$ および; $REO$ と $ZrO_2$ または $HfO_2$ の少なくとも1種)とを含み、ここで、セラミックの全重量に対して、少なくとも60(65、70、75、80、85、90、95、97、98、99、さらには100)重量パーセントのセラミックが、合わせて、 $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物とを含み、そして、20未満(好ましくは、15、10、5未満、またはさらには0)重量パーセントの $SiO_2$ 、および20未満(好ましくは15、10、5未満、またはさらには0)重量パーセントの $B_2O_3$ 、を含む。いくつかの望ましい実施態様では、そのセラミックが、(a)平均晶子サイズが1マイクロメートル未満(典型的には500ナノメートル未満、さらには300または150ナノメートル未満;実施態様によっては20ナノメートル未満)の晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含むマイクロ構造を示し、そして(b)共晶マイクロ構造の特徴を有さない、実施態様を含む。本発明による研磨粒子のいくつかの実施態様では、そのセラミックが、(a)平均晶子サイズが1マイクロメートル未満(典型的には500ナノメートル未満、さらには300または150ナノメートル未満)の晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含む非孔質なマイクロ構造を示す、実施態様を含む。このセラミックには、たとえば、少なくとも99、98、97、95、90、85、80、75、70、65、60、55、50、45、40、35、30、25、20、15、10、5、3、2、または1容量パーセントの非晶質物質を含んでいてもよい。特定の平均晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の平均晶子値の範囲外となる少なくとも1つの(別の)結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

10

20

30

40

50

ル未満；実施態様によっては20ナノメートル未満)の晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含む非孔質なマイクロ構造を示す、実施態様を含む。このセラミックには、たとえば、少なくとも99、98、97、95、90、85、80、75、70、65、60、55、50、45、40、35、30、25、20、15、10、5、3、2、または1容量パーセントの非晶質物質を含んでいてもよい。特定の平均晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の平均晶子値の範囲外となる少なくとも1つの(別の)結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

#### 【0025】

本発明による研磨粒子の実施態様のいくつかでは、結晶質セラミック(たとえば、少なくとも1、2、3、5、10、15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75、80、85、90、95、97、98、99、またはさらには100容量パーセントの結晶質セラミック)を含むセラミックを含んでいてもよく、そのセラミックには、 $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物(たとえば、 $REO$ および; $REO$ と $ZrO_2$ または $HfO_2$ の少なくとも1種)とを含み、ここで、セラミックの全重量に対して、少なくとも60(65、70、75、80、85、90、95、97、98、99、またはさらには100)重量パーセントのセラミックが、合わせて $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物とを含み、合わせて40未満(好ましくは、35、30、25、20、15、10、5未満、またはさらには0)重量パーセントの $SiO_2$ 、 $B_2O_3$ および $P_2O_5$ を含む。望ましいいくつかの実施態様では、そのセラミックが、(a)平均晶子サイズが1マイクロメートル未満(典型的には500ナノメートル未満、さらには300または150ナノメートル未満；実施態様によっては20ナノメートル未満)の晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含むマイクロ構造を示し、そして(b)共晶マイクロ構造の特徴を有さない、実施態様を含む。本発明による研磨粒子のいくつかの実施態様では、そのセラミックが、(a)平均晶子サイズが1マイクロメートル未満(典型的には500ナノメートル未満、さらには300または150ナノメートル未満；実施態様によっては20ナノメートル未満)の晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含む非孔質なマイクロ構造を示す、実施態様を含む。このセラミックには、たとえば、少なくとも99、98、97、95、90、85、80、75、70、65、60、55、50、45、40、35、30、25、20、15、10、5、3、2、または1容量パーセントの非晶質物質を含んでいてもよい。特定の平均晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の平均晶子値の範囲外となる少なくとも1つの(別の)結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

#### 【0026】

本発明による研磨粒子のいくつかの実施態様では、 $Al_2O_3$ および $REO$ を含むガラス-セラミックを含んでいてもよく、そこで、そのガラス-セラミックが、(a)平均晶子サイズが200ナノメートル未満(150ナノメートル、100ナノメートル、75ナノメートル、またはさらには50ナノメートル未満)の晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含むマイクロ構造を示し、そして(b)密度が、理論密度の少なくとも90%(95%、96%、97%、98%、99%、99.5%、または100%)である。いくつかの実施態様では、共晶マイクロ構造の特徴の少なくとも1つが無いが、または非孔質マイクロ構造であってもよい。特定の平均晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の平均晶子値の範囲外となる少なくとも1つの(別の)結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

#### 【0027】

本発明による研磨粒子のいくつかの実施態様では、 $Al_2O_3$ および $REO$ を含むガラス-セラミックを含んでいてもよく、そこで、そのガラス-セラミックが、(a)晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含む

マイクロ構造を示し、そこでその晶子のいずれの大きさも200ナノメートル(150ナノメートル、100ナノメートル、75ナノメートル、またはさらには50ナノメートル)以下であり、そして、(b)密度が、理論密度の少なくとも90%(95%、96%、97%、98%、99%、99.5%、または100%)である。いくつかの実施態様では、共晶マイクロ構造の特徴の少なくとも1つが無いが、または非孔質マイクロ構造であってもよい。特定の晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の晶子値の範囲外となる少なくとも1つの(別の)結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

#### 【0028】

本発明による研磨粒子のいくつかの実施態様では、 $Al_2O_3$ およびREOを含むガラス-セラミックを含んでいてもよく、そこで、そのガラス-セラミックが、(a)晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含むマイクロ構造を示し、そこでその晶子の少なくとも一部はその大きさが150ナノメートル(100ナノメートル、75ナノメートル、またはさらには50ナノメートル)以下であり、そして、(b)密度が、理論密度の少なくとも90%(95%、96%、97%、98%、99%、99.5%、または100%)である。いくつかの実施態様では、共晶マイクロ構造の特徴の少なくとも1つが無いが、または非孔質マイクロ構造であってもよい。特定の晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の晶子値の範囲外となる少なくとも1つの(別の)結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

#### 【0029】

本発明による研磨粒子のいくつかの実施態様では、 $Al_2O_3$ およびREOを含む完全に結晶化したガラス-セラミックを含んでいてもよく、そこで、そのガラス-セラミックが、(a)晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含むマイクロ構造を示し、そこでその晶子の平均の大きさが1マイクロメートル(500ナノメートル、300ナノメートル、200ナノメートル、150ナノメートル、100ナノメートル、75ナノメートル、またはさらには50ナノメートル)以下であり、そして、(b)密度が、理論密度の少なくとも90%(95%、96%、97%、98%、99%、99.5%、または100%)である。いくつかの実施態様では、共晶マイクロ構造の特徴の少なくとも1つが無いが、または非孔質マイクロ構造であってもよい。特定の晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の晶子値の範囲外となる少なくとも1つの(別の)結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

#### 【0030】

本発明による研磨粒子のいくつかの実施態様では、結晶質セラミックを含むセラミックを含んでいてもよく、そこで、そのセラミックが $Al_2O_3$ とREOを含み、(a)平均晶子サイズが200ナノメートル未満(150ナノメートル、100ナノメートル、またはさらには50ナノメートル)の晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含むマイクロ構造を示し、そして(b)密度が、理論密度の少なくとも90%(95%、96%、97%、98%、99%、99.5%、または100%)である。いくつかの実施態様では、共晶マイクロ構造の特徴の少なくとも1つが無いが、または非孔質マイクロ構造であってもよい。特定の平均晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の平均晶子値の範囲外となる少なくとも1つの(別の)結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

#### 【0031】

本発明による研磨粒子のいくつかの実施態様では、結晶質セラミックを含むセラミックを含んでいてもよく、そこで、セラミックが $Al_2O_3$ とREOを含み、(a)晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含むマイクロ構造を示し、そこでその晶子のいずれの大きさも200ナノメートル(150ナノメートル、100ナノメートル、75ナノメートル、またはさらには50ナノメートル)

以下であり、そして、(b)密度が、理論密度の少なくとも90%(95%、96%、97%、98%、99%、99.5%、または100%)である。いくつかの実施態様では、共晶マイクロ構造の特徴の少なくとも1つが無いが、または非孔質マイクロ構造であってもよい。特定の晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の晶子値の範囲外となる少なくとも1つの(別の)結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

#### 【0032】

本発明による研磨粒子のいくつかの実施態様では、結晶質セラミックを含むセラミックを含んでいてもよく、そこで、そのセラミックが $Al_2O_3$ と $REO$ を含み、(a)晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含むマイクロ構造を示し、そこでその晶子の少なくとも一部はその大きさが150ナノメートル(100ナノメートル、75ナノメートル、またはさらには50ナノメートル)以下であり、そして、(b)密度が、理論密度の少なくとも90%(95%、96%、97%、98%、99%、99.5%、または100%)である。いくつかの実施態様では、共晶マイクロ構造の特徴の少なくとも1つが無いが、または非孔質マイクロ構造であってもよい。特定の晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の晶子値の範囲外となる少なくとも1つの(別の)結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

#### 【0033】

本発明による研磨粒子のいくつかの実施態様では、結晶質セラミックを含むセラミックを含んでいてもよく、そこで、そのセラミックが $Al_2O_3$ と $REO$ を含み、(a)晶子(たとえば、複合金属酸化物(類)(たとえば、複合 $Al_2O_3 \cdot REO$ )の晶子)を含むマイクロ構造を示し、そこでその晶子の平均の大きさが1マイクロメートル(500ナノメートル、300ナノメートル、200ナノメートル、150ナノメートル、100ナノメートル、75ナノメートル、またはさらには50ナノメートル)以下であり、そして、(b)密度が、理論密度の少なくとも90%(95%、96%、97%、98%、99%、99.5%、または100%)である。いくつかの実施態様では、共晶マイクロ構造の特徴の少なくとも1つが無いが、または非孔質マイクロ構造であってもよい。特定の晶子値の範囲内に入る少なくとも1つの結晶質相と、特定の晶子値の範囲外となる少なくとも1つの(別の)結晶質相とを有するいくつかの実施態様もまた、本発明の範囲に含まれる。

#### 【0034】

本明細書における定義を以下に述べる：

「非晶質物質」という用語は、融解物および/または気相から得られる物質でX線回折を測定したときに長距離(long range)の結晶構造を示さないものおよび/または、本明細書の中で「示差熱分析」として記述している試験法により測定されるような、DTA(示差熱分析)で測定したときに非晶質物質の結晶化に相当する発熱ピークを示すものを指す；

「セラミック」という用語には、非晶質物質、ガラス、結晶質セラミック、ガラス-セラミック、およびそれらの組み合わせを含む；

「複合金属酸化物」という用語は、2種またはそれ以上の異なる金属元素と酸素とを含む金属酸化物(たとえば、 $CeAl_{11}O_{18}$ 、 $Dy_3Al_5O_{12}$ 、 $MgAl_2O_4$ 、および $Y_3Al_5O_{12}$ )を指す；

「複合 $Al_2O_3$ 金属酸化物」という用語は、理論的酸化物基準で、 $Al_2O_3$ と1種または複数の $Al$ 以外の金属元素を含む複合金属酸化物(たとえば、 $CeAl_{11}O_{18}$ 、 $Dy_3Al_5O_{12}$ 、 $MgAl_2O_4$ 、および $Y_3Al_5O_{12}$ )を指す；

「複合 $Al_2O_3Y_2O_3$ 」という用語は、理論的酸化物基準で、 $Al_2O_3$ と $Y_2O_3$ とを含む複合金属酸化物(たとえば、 $Y_3Al_5O_{12}$ )を指す；

「複合 $Al_2O_3REO$ 」という用語は、理論的酸化物基準で、 $Al_2O_3$ と希土類酸化物とを含む複合金属酸化物(たとえば、 $CeAl_{11}O_{18}$ および $Dy_3Al_5O_{12}$ )

を指す；

「ガラス」という用語は、ガラス転移温度を示す非晶質物質を指す；

「ガラス - セラミック」という用語は、非晶質物質を熱処理することによって形成される結晶を含むセラミックを指す；

「 $T_g$ 」という用語は、本明細書の中で「示差熱分析」として記述している試験法により測定されるガラス転移温度を指す；

「 $T_x$ 」という用語は、本明細書の中で「示差熱分析」として記述している試験法により測定される結晶化温度を指す；

「希土類酸化物」という用語は、酸化セリウム（たとえば、 $CeO_2$ ）、酸化ジスプロシウム（たとえば、 $Dy_2O_3$ ）、酸化エルビウム（たとえば、 $Er_2O_3$ ）、酸化ユウロピウム（たとえば、 $Eu_2O_3$ ）、ガドリニウム（たとえば、 $Gd_2O_3$ ）、酸化ホルミウム（たとえば、 $Ho_2O_3$ ）、酸化ランタン（たとえば、 $La_2O_3$ ）、酸化ルテチウム（たとえば、 $Lu_2O_3$ ）、酸化ネオジム（たとえば、 $Nd_2O_3$ ）、酸化プラセオジム（たとえば、 $Pr_6O_{11}$ ）、酸化サマリウム（たとえば、 $Sm_2O_3$ ）、テルビウム（たとえば、 $Tb_2O_3$ ）、酸化トリウム（たとえば、 $Th_4O_7$ ）、ツリウム（たとえば、 $Tm_2O_3$ ）、および酸化イットルビウム（たとえば、 $Yb_2O_3$ ）、ならびにそれらの組み合わせを指す；

「 $REO$ 」という用語は、希土類酸化物（類）を指す。

#### 【0035】

さらに本明細書においては、たとえばガラス - セラミックの中で、金属酸化物（たとえば、 $Al_2O_3$ 、複合 $Al_2O_3$ ・金属酸化物など）が結晶質であると特に記述している以外では、それは、非晶質であっても、結晶質であっても、あるいは部分的に非晶質で部分的に結晶質であってもよい、と理解すべきである。たとえば、ガラス - セラミックに $Al_2O_3$ と $ZrO_2$ とが含まれている場合には、その $Al_2O_3$ と $ZrO_2$ のそれぞれが、非晶質状態でも、結晶質状態でも、または一部が非晶質状態で一部が結晶質状態でも、さらには他の金属酸化物（類）との反応生成物であってもよい（例を挙げれば、たとえば $Al_2O_3$ が結晶質の $Al_2O_3$ または $Al_2O_3$ の特定の結晶質相（たとえば、アルファ $Al_2O_3$ ）として存在していると特に記述していない場合には、それは、結晶質 $Al_2O_3$ および/または部分的に1種または複数の結晶質の複合 $Al_2O_3$ ・金属酸化物として存在していてもよい）。

#### 【0036】

さらに、 $T_g$ を示さない非晶質物質を加熱することによって形成されるガラス - セラミックは、実際にはガラスを含まず、むしろ結晶と $T_g$ を示さない非晶質物質とを含んでいてもよい、ということとは理解されたい。

#### 【0037】

本発明による研磨物品にはバインダーと複数の研磨粒子とを含み、ここで、その研磨粒子の少なくとも一部は本発明による研磨粒子である。研磨材製品を例示すれば、被覆研磨物品、結合研磨物品（たとえば、ホイール）、不織布研磨物品、それに研磨ブラシなどが挙げられる。典型的には、被覆研磨物品には、背中合わせに第1および第2の主表面を有するバックングが含まれ、そこで第1の主表面の少なくとも一部の上で、バインダーと複数の研磨粒子が研磨材層を形成している。

#### 【0038】

いくつかの実施態様においては、研磨物品中の研磨粒子の全重量に対して、研磨物品中の研磨粒子の少なくとも5、10、15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75、80、85、90、95、またはさらには100重量パーセントが本発明による研磨粒子であるのが好ましい。

#### 【0039】

研磨粒子は通常、所定のサイズ分布に分類してから使用する。そのような分布では通常、粗粒子から微粒子まで、ある範囲のサイズを有している。研磨材業界においては、この範囲を「粗粒（coarse）」、「中粒（control）」および「微粉（fine）」

10

20

30

40

50

）」画分と呼ぶこともある。業界に受容された分級標準に従って分級された研磨粒子はそれぞれ、そのサイズ分布を、ある数値限度内の公称粒度として規定される。そのような業界に受容された分級標準（すなわち、規定の公称粒度）としては、アメリカン・ナショナル・スタンダーズ・インスティテュート・インコーポレーテッド（American National Standards Institute、Inc.）（ANSI）標準、フェデレーション・オブ・ユーロピアン・プロデューサーズ・オブ・アブレイシブ・プロダクツ（Federation of European Producers of Abrasive Products）（FEPA）標準、および日本工業規格（JIS）標準として知られているものが挙げられる。一態様において、本発明は、複数の研磨粒子の少なくとも一部が本発明による研磨粒子である、特定の公称粒度を有する複数の研磨粒子を提供する。いくつかの実施態様においては、複数の研磨粒子の全重量に対して、複数の研磨粒子の少なくとも5、10、15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75、80、85、90、95、またはさらには100重量パーセントが本発明による研磨粒子であるのが好ましい。

10

#### 【0040】

本発明による研磨粒子は、被覆砥粒研磨材、固定砥粒研磨材、不織研磨材および研磨ブラシのような各種の研磨材製品に組み込むこともできるし、さらには分散させた形態で使用することもできる。

#### 【0041】

本発明はまた表面を研磨するための方法も提供するが、その方法に含まれるのは：

20

本発明による研磨粒子をワークピースの表面に接触させること；および

本発明による研磨粒子または接触させた表面の少なくとも一方を動かして、本発明による研磨粒子の一部を用いて、その表面の少なくとも一部を研磨すること、である。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0042】

本発明による研磨粒子は、非晶質物質または非晶質物質を含むセラミックを結晶化させて、ガラス-セラミックを形成させることによって作ることができる。一態様において、本発明による研磨粒子を作るための非晶質物質としては、 $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物（たとえば、 $REO$ および； $REO$ と $ZrO_2$ または $HfO_2$ の少なくとも1種）とを含むものが挙げられ、ここで、非晶質物質の全重量に対して、非晶質物質の少なくとも80（85、90、95、97、98、99、またはさらには100）重量パーセントが、合わせて $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物を含む。

30

#### 【0043】

もうひとつの態様において、本発明による研磨粒子を作るための非晶質物質としては、 $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物（たとえば、 $REO$ および； $REO$ と $ZrO_2$ または $HfO_2$ の少なくとも1種）とを含むものが挙げられ、ここで、非晶質物質の全重量に対して、非晶質物質の少なくとも60（65、70、75、80、85、90、95、97、98、99、さらには100）重量パーセントが、合わせて、 $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物とを含み、そして、20未満（好ましくは、15、10、5未満、またはさらには0）重量パーセントの $SiO_2$ 、および20未満（好ましくは15、10、5未満、またはさらには0）重量パーセントの $B_2O_3$ 、を含む。

40

#### 【0044】

もうひとつの態様において、本発明による研磨粒子を作るための非晶質物質としては、 $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物（たとえば、 $REO$ および； $REO$ と $ZrO_2$ または $HfO_2$ の少なくとも1種）とを含むものが挙げられ、ここで、非晶質物質の全重量に対して、非晶質物質の少なくとも60（65、70、75、80、85、90、95、97、98、99、またはさらには100）重量パーセントが、合わせて $Al_2O_3$ と少なくとも1種の他の金属酸化物とを含み、合わせて40未満（好ましくは、35、30、25、20、15、10、5未満、またはさらには0）重量パーセントの $SiO_2$ 、 $B_2O_3$ および $P_2O_5$ を含む。

50

## 【0045】

非晶質物質または非晶質物質を含むセラミックは、適切な金属酸化物源を加熱（火炎中での加熱も含める）して融解物、望ましくは均一な融解物を形成させ、次いでその融解物を急速に冷却して非晶質物質を得ることによって、作ることができる。たとえば、非晶質物質は、適切な金属酸化物源を加熱（火炎中での加熱も含める）して融解物、望ましくは均一な融解物を形成させ、次いでその融解物を急速に冷却して非晶質物質を得ることなどによって、作ることができる。いくつかの実施態様の非晶質物質は、各種の好適な炉（たとえば、誘導加熱炉、ガスだき炉、または電気炉）またはたとえば、プラズマ中で、金属酸化物源を融解させることによって作ることができる。得られた融解物を冷却する（たとえば、融解物を冷却媒体（たとえば、高速空気ジェット、液状物、金属プレート（冷却金属プレートを含む）、金属ロール（冷却金属ロールを含む）、金属ボール（冷却金属ボールを含む）、その他）中に吐出する）。1つの方法では、非晶質物質および非晶質物質を含むセラミックは、たとえば米国特許第6,254,981号（キャスル（Castle））に開示されているようにして、火炎溶融を用いて作ることができる。この方法では、金属酸化物源物質を（たとえば、「フィード粒子」と呼ばれることもある、粒子の形で）直接バーナー（たとえば、メタン - 空気バーナー、アセチレン - 酸素バーナー、水素 - 酸素バーナー、など）の中にフィードし、次いで、水、冷却油、空気などの中で急冷させる。フィード粒子は、金属酸化物源を、たとえば粉碎、凝集（たとえば、スプレー乾燥）、融解、または焼結させることによって形成することが可能である。通常は火炎中にフィードするフィード粒子の大きさによって、生成してくる粒子を含む非晶質物質の大きさが決まる。

10

20

## 【0046】

また、自由落下による冷却を併用したレーザスピンメルト（laser spin melt）、テイラー（Taylor）ワイヤ法、プラズマトロン法、ハンマーアンビル法、遠心急冷、空気銃によるスプラット冷却、単ローラ急冷および双ローラ急冷、ローラプレート急冷、液滴（pendant drop）の溶湯吸上げ（Rapid Solidification of Ceramics）、ブロックウェイ（Blockway）ら、メタルズアンドセラミックスインフォメーションセンター（Metals And Ceramics Information Center）、デパートメントオブデフェンスインフォメーションアナリシスセンター（A Department of Defense Information Analysis Center）、オハイオ州コロンブス（Columbus）、1月、1984（その開示は本明細書に援用する）などを参照のことなどの他の手法で非晶質材料のいくつかの実施形態を得ることも可能である。また、好適な前駆体の熱（火炎またはレーザまたはプラズマを利用したものを含む）による熱分解、金属前駆体の物理的気相合成（physical vapor synthesis）（PVS）、機械化学的処理などの他の手法で非晶質材料のいくつかの実施形態を得るようにしてもよい。

30

## 【0047】

非晶質物質の配合として有用なものとしては、（単一または複数の）共晶組成物（たとえば、二元および三元共晶組成物）かそれに近いものが挙げられる。本明細書に開示された組成物に加えて、四元またはさらに高次の共晶組成物を含むその他の組成物も、本明細書を読めば当業者には自明であろう。

40

## 【0048】

商業的な供給源も含めた $Al_2O_3$ （理論的酸化物基準）の供給源としては、ボーキサイト（天然産のボーキサイトおよび合成ボーキサイトの両方）、焼成ボーキサイト、水和アルミナ（たとえば、ペーマイト、やギブザイト）、アルミニウム、バイヤー法アルミナ、アルミニウム鉱石、ガンマアルミナ、アルファアルミナ、アルミニウム塩、硝酸アルミニウム、およびそれらの組み合わせが挙げられる。この $Al_2O_3$ 源は、 $Al_2O_3$ を含むか、あるいは $Al_2O_3$ のみが得られるものであってもよい。それとは別に、 $Al_2O_3$ 源が、 $Al_2O_3$ と、さらには $Al_2O_3$ 以外の1種または複数の金属酸化物（複合A

50

$\text{La}_2\text{O}_3$ ・金属酸化物（たとえば、 $\text{Dy}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{CeAl}_{11}\text{O}_{18}$  など）の材料またはそれらを含む）とを含むか、それらが得られるものであってもよい。

#### 【0049】

商業的供給源を含めた希土類酸化物の供給源としては、希土類酸化物粉体、希土類金属、希土類含有鉱石（たとえば、バストネサイトおよびモナザイト）、希土類塩、希土類硝酸塩、および希土類炭酸塩などが挙げられる。この希土類酸化物（類）源は、希土類酸化物（類）を含むか、あるいは希土類酸化物（類）のみが得られるものであってもよい。それとは別に希土類酸化物（類）源が、希土類酸化物（類）と、さらには希土類酸化物（類）以外の1種または複数の金属酸化物（複合希土類酸化物・他の金属酸化物（たとえば、 $\text{Dy}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{CeAl}_{11}\text{O}_{18}$  など）の材料またはそれらを含む）とを含むか、それらが得られるものであってもよい。

10

#### 【0050】

商業的な供給源も含めた $\text{Y}_2\text{O}_3$ （理論的酸化物基準）の供給源としては、酸化イットリウム粉体、イットリウム、イットリウム含有鉱石、およびイットリウム塩（たとえば、イットリウムの炭酸塩、硝酸塩、塩酸塩、水酸化物、およびそれらの組み合わせ）などが挙げられる。この $\text{Y}_2\text{O}_3$ 源は、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ を含むか、あるいは $\text{Y}_2\text{O}_3$ のみが得られるものであってもよい。それとは別に $\text{Y}_2\text{O}_3$ 源は、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ と、さらには $\text{Y}_2\text{O}_3$ 以外の1種または複数の金属酸化物（たとえば複合 $\text{Y}_2\text{O}_3$ ・金属酸化物（たとえば、 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ）の材料またはそれらを含む）とを含むか、それらが得られるものであってもよい。

20

#### 【0051】

商業的な供給源も含めた $\text{ZrO}_2$ （理論的酸化物基準）の供給源としては、酸化ジルコニウム粉体、ジルコンサンド、ジルコニウム、ジルコニウム含有鉱石、およびジルコニウム塩（たとえば、ジルコニウムの炭酸塩、酢酸塩、硝酸塩、塩酸塩、水酸化物、およびそれらの組み合わせ）などが挙げられる。それに加えて、またはその代わりに、 $\text{ZrO}_2$ 源は、 $\text{ZrO}_2$ と、さらにハフニアのような他の金属酸化物とを含むか、それらが得られるものであってもよい。商業的な供給源も含めた $\text{HfO}_2$ （理論的酸化物基準）の供給源としては、酸化ハフニウム粉体、ハフニウム、ハフニウム含有鉱石、およびハフニウム塩などが挙げられる。それに加えて、またはその代わりに、 $\text{HfO}_2$ 源は、 $\text{HfO}_2$ と、さら

30

#### 【0052】

さらに、その他の有用な金属酸化物としては、理論的酸化物基準で、 $\text{BaO}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CoO}$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{GeO}_2$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{MnO}$ 、 $\text{NiO}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{P}_2\text{O}_5$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{SrO}$ 、 $\text{TeO}_2$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{V}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZnO}$ 、およびそれらの組み合わせなどを挙げることができる。商業的な供給源も含めた供給源としては、酸化物そのもの、複合酸化物、鉱石、炭酸塩、酢酸塩、硝酸塩、塩酸塩、水酸化物、などがある。

#### 【0053】

いくつかの実施形態では、酸化物形成のエンタルピーが負である金属（ $\text{Al}$ 、 $\text{Ca}$ 、 $\text{Cu}$ 、 $\text{Cr}$ 、 $\text{Fe}$ 、 $\text{Li}$ 、 $\text{Mg}$ 、 $\text{Ni}$ 、 $\text{Ag}$ 、 $\text{Ti}$ 、 $\text{Zr}$ 、これらの組み合わせ） $M$ またはその合金のうちの少なくとも1つを含む微粒子状の金属材料を溶湯に加えることで、金属酸化物源の少なくとも一部分（いくつかの実施形態では、好ましくは10、15、20、25、30、35、40、45、あるいは実に少なくとも50重量パーセント）を得るか、そうでなければこれらに他の原料で金属を付けるようにすると都合がよいことがある。理論に拘束されることなく言えば、金属の酸化に伴う発熱反応によって発生する熱が、均一な融解物、そして結果として非晶質物質を形成させるのに有利に働くものと考えられる。たとえば、原料物質の内部で酸化反応によって発生した追加の熱によって、伝熱が不十分となることを回避または最小限にとどめ、その結果、特に $x$ 、 $y$ および $z$ 軸の寸法が150マイクロメートルを超える非晶質粒子を形成させる場合には、融解物の生成と均一化が

40

50



容易となるものと、考えられる。さらに、追加の熱が利用できることによって、各種の化学反応および物理的变化（たとえば、高密度化や球状化）を促進して完結させるのに役立つとも考えられる。さらに、いくつかの実施態様では、酸化反応によって発生した追加の熱が存在することによって、材料の融点が高いために他の方法では困難あるいは非実用的であるような融解物を形成させることも実際に可能となると考えられる。さらに、酸化反応によって発生した追加の熱が存在することによって、他の方法では作れない、または所望のサイズ範囲では作れないような非晶質物質を実際に形成させることが可能となる。本発明のその他の利点を挙げれば、非晶質物質を形成させる場合に、融解、高密度化および球状化のような化学的および物理的な工程の多くを短時間の間に達成することが可能なために、非常に高速な急冷を達成することができる。さらに詳しい説明については、本願と同日出願の、同時係属中の米国特許出願第\_\_\_\_\_号（代理人整理番号 5 6 9 3 1 U S 0 0 7 ）を参照のこと。

10

#### 【 0 0 5 4 】

ある種の金属酸化物を添加することによって、本発明による研磨粒子を含むセラミックの性質および／または結晶質構造またはマイクロ構造と、さらにはセラミックを製造する場合の原料物質および中間物質の加工性を変化させることが可能となる。たとえば、 $MgO$ 、 $CaO$ 、 $Li_2O$  および  $Na_2O$  などのような酸化物を添加すると、ガラスの  $T_g$  および  $T_x$  の両方（ここで  $T_x$  は結晶化温度である）が変化することが観察されている。理論に拘束されることなく言えば、そのようなものを添加することによってガラスの形成に影響が出るものと考えられる。さらに、たとえば、そのような酸化物を添加すると、系全体の融解温度を下げる（すなわち、系がより融点が高い共晶となる）ことが可能となり、ガラスの生成が容易となる。ガラスの形成性が向上するために、多成分系（四元など）における複合共晶が得やすくなる。液状融解物の粘度およびその「作業（working）」範囲におけるガラスの粘度も、 $MgO$ 、 $CaO$ 、 $Li_2O$ 、および  $Na_2O$  などのようなある種の金属酸化物を添加することによって、代えることができる。

20

#### 【 0 0 5 5 】

典型的には、本発明による非晶質物質およびガラス - セラミックは、互いに直交する  $x$ 、 $y$  および  $z$  軸の寸法を有していて、その  $x$ 、 $y$  および  $z$  軸の寸法のいずれもが、少なくとも 10 マイクロメートルである。いくつかの実施態様においては、この  $x$ 、 $y$  および  $z$  軸の寸法が、少なくとも 30 マイクロメートル、35 マイクロメートル、40 マイクロメートル、45 マイクロメートル、50 マイクロメートル、75 マイクロメートル、100 マイクロメートル、150 マイクロメートル、200 マイクロメートル、250 マイクロメートル、500 マイクロメートル、1000 マイクロメートル、2000 マイクロメートル、2500 マイクロメートル、1 mm、5 mm、あるいはさらには少なくとも 10 mm である。材料のこの  $x$ 、 $y$  および  $z$  軸の寸法は、寸法の大きさに応じて、肉眼か顕微鏡を使用するかのもので測定する。 $z$  軸方向の寸法として報告されるのは、たとえば、球の直径、コーティングの厚み、あるいはプリズム形状の最大長さなどである。

30

#### 【 0 0 5 6 】

さらに、非晶質物質および非晶質を含むセラミックの結晶化は、ある種の原料を添加することによっても影響を受ける可能性がある。たとえば、ある種の金属、金属酸化物（たとえば、チタン酸塩およびジルコン酸塩）およびフッ化物などは、たとえば核形成剤として働いて、結晶が好適な不均質な核形成をするようになる。また、ある種の酸化物を添加することによって、再加熱した際に非晶質物質から失透（devitrifying）する準安定相の性質を変えることができる。もうひとつの態様において、結晶質の  $ZrO_2$  を含むセラミックでは、 $ZrO_2$  の正方晶／立方晶の形態を安定化させることで知られている、金属酸化物（たとえば、 $Y_2O_3$ 、 $TiO_2$ 、 $CaO$ 、および  $MgO$ ）を添加するのが望ましいこともある。

40

#### 【 0 0 5 7 】

本発明によるセラミックを作るための金属酸化物源およびその他の添加物を具体的に選択する際に通常考慮すべきことは、たとえば、得られる結晶質含有セラミックの希望する

50

組成およびマイクロ構造、結晶性があるとすれば希望するその結晶性の程度、得られるセラミックの希望する物理的性質（たとえば、硬度や靱性）、望ましくない不純物の排除または最小化、得られるセラミックの希望する特性、および／または、セラミックを調製するのに使用する、具体的なプロセス（装置や、溶融および／または凝固の前および／または最中に行う原料物質の精製）などである。

#### 【0058】

場合によっては、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{P}_2\text{O}_5$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{TeO}_2$ 、 $\text{V}_2\text{O}_3$ 、およびそれらの組み合わせからなる群より選択される限定された量の金属酸化物を取り入れるのが好ましいこともある。商業的な供給源も含めた供給源としては、酸化物そのもの、複合酸化物、鉱石、炭酸塩、酢酸塩、硝酸塩、塩酸塩、水酸化物、などがある。これらの金属酸化物を、たとえば、得られる研磨粒子の物理的性質を修正したり、および／または加工性を改良したりするために添加することができる。これらの金属酸化物を使用するならば典型的には、ガラスセラミックの0より多く20重量%まで、好ましくは0より多く5重量%まで、より好ましくは0より多く2重量%までの量で添加するが、その量はたとえば希望する性質によって決まってくる。

#### 【0059】

これらの金属酸化物源およびその他の添加物は、本発明による研磨粒子を含むセラミックを作るのに使用するプロセスと装置に適したものであれば、どのような形であってもよい。これらの原料物質は、酸化物ガラスや非晶質金属を作るための、当業者には公知の技術および装置を使用して、融解および急冷をさせることができる。望ましい冷却速度としては、50 K/s以上である。当業者公知の冷却技術に、ロール冷却（roll-chilling）がある。ロール冷却を実施するには、たとえば、金属酸化物源をその融点よりも通常20～200 高い温度で融解させ、その融解物を（たとえば、空気、アルゴン、窒素などのガスを使用した）高圧下で、高速回転しているロールの上にスプレーすることによって、冷却／急冷させる。典型的にはこれらのロールは金属製で、水冷する。さらに金属ブックモールドも、融解物を冷却／急冷させるには有用である。

#### 【0060】

融解物を形成し、融解物を冷却／急冷し、および／またはその他の方法で非晶質物質形成させるためのその他の技術としては、気相急冷法、プラズマスプレー法、融解急冷法、およびガスまたは遠心噴霧法などがある。気相急冷法は、たとえばスパッタリングによって実施することができ、その場合金属合金または金属酸化物源を（単一または複数の）スパッタリングターゲットに形成して使用する。このターゲットをスパッタリング装置の中の所定の位置に固定し、コーティングする相手の（単一または複数の）基材をその（単一または複数の）ターゲットに対向する位置におく。圧力は典型的には、酸素ガスおよびArガスで $10^{-3}$  トルとし、その（単一または複数の）ターゲットと（単一または複数の）基材との間で放電させると、Arまたは酸素イオンがターゲットに衝突して反応スパッタリングが始まり、それによって基材の上に組成物の膜が析出する。プラズマスプレーに関するさらに詳しい説明については、たとえば、本願と同日出願の、同時係属中の米国特許出願第\_\_\_\_\_（代理人整理番号57980US002）を参照のこと。

#### 【0061】

ガス噴霧法では、フィード粒子を融解させることが含まれていて、それらを変換して、融解させる。そのように融解させたものの希薄な流れを、乱流を起こさせるための空気ジェットと接触させることによって霧化させる（すなわち、その流れを微細な液滴に分散させる）。次いで、そのようにして得られる実質的にばらばらとなった、通常は楕円形のガラス粒子（たとえば、ビーズ）を回収する。ビーズの大きさの例をあげれば、その直径が約5マイクロメートルから約3 mmである。融解急冷法はたとえば、米国特許第5,605,870号（ストローム・オルセン（Strom-Olsen）ら）に開示されているような方法で実施することができる。国際公開第01/27046A1号パンフレット（公開2001年4月4日）（その開示は参考として引用し本明細書に組み入れる）に開示されているようなレーザービーム加熱を使用した無容器（containerless）

10

20

30

40

50

ガラス成形法もまた、本発明によるガラスを作るのには有用である。

【0062】

冷却速度が急冷された非晶質物質の性質に影響すると考えられる。たとえば、ガラスのガラス転移温度、密度およびその他の性質は、冷却速度によって変わるのが普通である。

【0063】

急速な冷却をする場合には、たとえば還元性、中性、酸化性雰囲気などその環境を調節して、冷却の間に所望の酸化状態などを維持したり、および/または影響を与えることもできる。この雰囲気は、過冷却の液の状態からの結晶化の動力学に影響を与えることによって、ガラスの形成にも影響する可能性がある。たとえば、空気中に比較してアルゴン中では、 $Al_2O_3$ の融解物を、より低い温度まで結晶化せずに過冷却できることが報告されている。

10

【0064】

物質のマイクロ構造または相の構成（ガラス質/非晶質/結晶質）は、多くの方法を用いて調べることができる。たとえば、光学顕微鏡法、電子顕微鏡法、示差熱分析法（DTA）、およびX線回折法（XRD）などを使用することによって、多くの情報を得ることができる。

【0065】

光学顕微鏡法を使用すると、非晶質物質では、結晶粒界のような光散乱中心がないために、典型的にはほとんど透明であるが、それに対して結晶質物質は結晶質構造を示し、光散乱効果のために不透明となる。

20

【0066】

ビーズについての非晶質の生成パーセントは、-100+120メッシュのサイズ画分（すなわち、150マイクロメートル開口寸法から125マイクロメートル開口寸法までの間の篩で集められた画分）を使用して計算することができる。測定は以下のような方法で行う。ガラススライドの上に、ビーズを1層の厚みで拡げる。それらのビーズを光学顕微鏡を用いて観察する。光学顕微鏡の接眼レンズにある十字線を利用して、直線上に並んでいるビーズが、その光学的な透明性から判断して非晶質、結晶質のいずれであるかを数えていく。全部で500個のビーズを調べて、数えたビーズの全数で非晶質ビーズの数を割り算することによって、非晶質の生成パーセントを求める。

【0067】

30

DTA法を使用した場合、物質のDTA曲線に発熱による結晶化事象（ $T_x$ ）が含まれていれば、その物質は非晶質と分類される。その同一の曲線に、 $T_x$ よりも低い温度で吸熱事象（ $T_g$ ）がさらに存在すれば、それはガラス相からできていると考えられる。物質のDTA曲線にそれらの事象が含まれていなければ、それは結晶質相を含んでいると考えられる。

【0068】

示差熱分析（DTA）は以下の方法に従って実施することができる。DTAを測定するには、-140+170メッシュのサイズ画分（すなわち、105マイクロメートル開口寸法から90マイクロメートル開口寸法までの間の篩で集められた画分）を使用し、機器としては、たとえば独国ゼルブ（Selb, Germany）のネット・インストゥルメンツ（Netzsch Instruments）から入手可能な商品記号「ネット（NETZSCH）STA409DTA/TGA」を使用する。それぞれの篩い分けしたサンプル（典型的には約400ミリグラム（mg））を、100-マイクロリットルの $Al_2O_3$ 製サンプルホルダー中に入れる。それぞれのサンプルを、静的空気（static air）中で、室温（約25）から1100まで10/分の速度で昇温させる。

40

【0069】

粉体X線回折、XRDを使用することで、（たとえば、ニュージャージー州モーウォー（Mahwah, NJ）のフィリップス（Phillips）から商品記号「フィリップス（PHILLIPS）XRG3100」として入手できるようなX線回折計で、1.54050オングストロームの銅K $\alpha$ 1照射を使用）、結晶化させた材料のXRD曲線中に

50

存在するピークを、JCPDS (ジョイント・コミッティー・オン・パウダー・ディフラクション・スタンダーズ (Joint Committee on Powder Diffraction Standards)、インターナショナル・センター・フォア・ディフラクション・データ (International Center for Diffraction Data) 出版のデータベースから得られる、結晶質相のXRDパターンと比較することによって、物質中に存在する相を調べることができる。さらに、XRDを使用して、相のタイプを定性的に調べることも可能である。ブロードに拡がった強度ピークがあれば、物質は非晶質な性質を有しているとみなす。ブロードなピークと明瞭なピークの両方が存在するならば、非晶質マトリックスの中に結晶質物質が存在していることを示しているとみなす。最初に形成される非晶質物質またはセラミック (結晶化前のガラスを含む) は、目的とするサイズよりも大きいこともあり得る。そのような非晶質物質またはセラミックは、当業者公知の破碎 (crushing) および/または微粉碎 (comminuting) 方法を用いて、より小さい粒子とすることができるが、そのような方法としては、ロールクラッシャー粉碎、カナリアミル粉碎、ジョークラッシャー粉碎、ハンマーミル粉碎、ボールミル粉碎、ジェットミル粉碎、インパクトクラッシャー粉碎などがある。場合によっては、2種類または多段の破碎工程を実施するのが望ましい。たとえば、セラミックを形成 (凝固) させたときに、それが所望していたよりは大きな形状であることもある。第1の破碎工程では、それらの比較的大きな塊状物すなわち「チャンク (chunks)」を破碎して、より小さな粒子とする。これらのチャンクをこのように破碎するには、ハンマーミル、インパクトクラッシャーまたはジョークラッシャーを使用することができる。次いで、このようにしてより小さくした粒子をさらに破碎して、所望のサイズ分布にする。所望のサイズ分布 (グリットサイズとか粒度とか呼ばれることもある) を製造するためには、多段の破碎工程を実施する必要があることもある。一般的には、破碎条件を最適化して、所望の (1種または複数の) 粒子形状およびサイズ分布を得る。所望のサイズになるようにした最終的な粒子が、大きすぎれば再粉碎すればよいし、小さすぎればリサイクルして再溶融のための原料物質として使用すればよい。

#### 【0070】

研磨粒子の形状は、たとえば、セラミックの組成および/またはマイクロ構造、冷却時の幾何学的配置、およびセラミックの破碎方法 (すなわち、使用した破碎技術) などによって、決まってくる。一般的に言って、「塊状 (blocky)」の形状が好ましい場合には、その形状を得るためにはより大きなエネルギーが必要である。逆に、「圭角状 (sharp)」の形状が好ましい場合には、その形状を得るために用いるエネルギーは小さくてもよい。破碎技術を変更することで、異なった所望の形状を得ることもできる。いくつかの粒子では、平均のアスペクト比を1:1から5:1までとするのが通常望まれるが、実施態様によっては、1.25:1から3:1まで、さらには1.5:1から2.5:1とする場合もある。

#### 【0071】

たとえば、所望の形状に研磨粒子を直接形成することもまた、本発明の範囲に含まれる。たとえば、型の中に融解物を注入するかまたは型内部で成形することによって、研磨粒子を形成 (成形を含む) することもできる。

#### 【0072】

さらに、たとえば融合 (coalescing) させることによってセラミック (結晶化前のガラスを含む) を作ることも、本発明の範囲に含まれる。この融合工程は本質的には、2個以上の小さな粒子から、より大きな粒子体を形成させるものである。たとえば、粒子 (たとえば、破碎により得たもの) (ビーズおよびマイクロスフェアを含む)、繊維などを含む非晶質物質を、より大きな粒子径とすることができる。たとえば非晶質物質を含む粒子および/または繊維などを $T_g$ よりも高い温度に加熱して、その粒子などを融合させた形状としてから、融合させた形状物を冷却することによって、セラミック (結晶化前のガラスを含む) を得ることができる。融合させる場合の温度と圧力は、非晶質物質の組成や、得られる物質で希望する密度によって決めることができる。その温度はガラス結晶

化温度より低くなくてはならず、またガラスの場合には、そのガラス転移温度よりは高くなければならない。ある種の実施態様においては、この加熱は、約 850 から約 1100 までの範囲の中の少なくとも 1 つの温度で実施する（実施態様によっては、900 ~ 1000 が好ましい）。典型的には、非晶質物質は融合の間は加圧下（たとえば、0 よりは大きく 1 GPa まで、またはそれ以上）に置いて、非晶質物質の融合を促進させる。1 つの実施態様においては、粒子などをダイの中に装入して、熱間圧縮によってガラス転位点よりも高い温度に加熱すると、粘稠なガラスが流動して融合し、比較的大きなものとなる。典型的な融合方法の例を挙げると、熱間圧縮法、高温静水圧圧縮法、熱間押し法などがある。典型的には、得られた融合体を冷却してから、さらなる熱処理をするのが通常好ましい。所望するならば熱処理した後で、その融合体を破碎して、より小さな粒子径としたり、所望のサイズ分布とすることができる。

10

#### 【0073】

本発明による研磨粒子を作るためのガラスの形態は、たとえば、ガラスまたはガラスを含む粒子（ビーズ、ミクロスフェア、および粉体（たとえば、破碎によって得られたもの）および繊維などを含む）を  $T_g$  より高い温度に加熱して、ガラスを含む粒子などを融合させた形状を形成し、その融合させた形状を冷却することによって、作ることもできる。ある種の実施態様においては、この加熱は、約 850 ~ 約 1100 の範囲の少なくとも 1 つの温度で実施する。典型的には、このガラスは融合の間は加圧下に置いて、ガラスの融合を促進させる。1 つの実施態様においては、ガラス粒子などをダイの中に装入して、熱間圧縮によってガラス転位点よりも高い温度に加熱すると、粘稠なガラスが流動して融合し、比較的大きなものとなる。さらなる熱処理を実施して、材料の所望の性質をさらに改良することもまた、本発明の範囲に含まれる。たとえば、（たとえば、約 900 から約 1400 までの温度で）高温静水圧圧縮を実施して、残存している気孔を除き、物質の密度を上げることもできる。さらに、ガラス粒子などを融合させることを高温静水圧圧縮によって実施するのも、本発明の範囲に含まれる。場合によっては、得られた融合させた物品を熱処理することで、ガラス - セラミック、結晶質セラミック、または結晶質セラミックを含む以外のセラミックを得ることもできる。

20

#### 【0074】

さらなる熱処理を実施して、材料の所望の性質をさらに改良することもまた、本発明の範囲に含まれる。たとえば、（たとえば、約 900 から約 1400 までの温度で）高温静水圧圧縮を実施して、残存している気孔を除き、物質の密度を上げることもできる。場合によっては、得られた融合させた物品を熱処理することで、ガラス - セラミック、結晶質セラミック、または結晶質セラミックを含む以外のセラミックを得ることもできる。

30

#### 【0075】

非晶質物質および/またはガラス - セラミック（たとえば、粒子）の融合はまた、非加圧または加圧の焼結法（たとえば、焼結法、プラズマ励起焼結法、熱間圧縮法、HIP 法、熱間鍛造法、熱間押し法など）などを含めた各種の方法を用いて実施することもできる。

#### 【0076】

熱処理は、ガラス - セラミックを得るためにガラスを熱処理する、当業者公知のものを含めて各種の方法のどれを用いて実施してもよい。たとえば熱処理を、たとえば抵抗加熱炉、誘導加熱炉またはガス加熱炉を使用して、バッチで実施することもできる。別な方法で、たとえば熱処理を、連続的に、たとえばロータリーキルンを使用して実施することもできる。ロータリーキルンの場合には、高温で運転しているキルンの中に原料を直接フィードする。高温で処理する時間は、数秒（実施態様によっては、5 秒未満のこともある）から数分、さらには数時間の範囲である。その温度は、900 から 1600 までのどの範囲でもよいが、典型的には 1200 ~ 1500 の間である。さらに、一部の熱処理（たとえば、核形成工程のための処理）をバッチで行い、他の処理（たとえば、結晶成長工程および所望の密度を得るための工程）を連続で行うのも、本発明の範囲に含まれる。核形成工程では、その温度は典型的には約 900 から約 1100 までの範囲である

40

50

が、実施態様によっては、約 925 から約 1050 までの範囲とするのが好ましい。高密度化工程も同様で、その温度は典型的には約 1100 から約 1600 までの範囲であるが、実施態様によっては、約 1200 から約 1500 までの範囲とするのが好ましい。この熱処理は、たとえば昇温させた炉の中に原料を直接フィードすることによって起こさせることができる。あるいは、たとえば原料をもっと低い温度（たとえば室温）で炉の中にフィードし、次いで予め定めた昇温速度で目的の温度まで加熱してもよい。熱処理を空気以外の雰囲気で実施することも、本発明の範囲に含まれる。場合によっては、熱処理を還元性の雰囲気で行うのが望ましい場合もある。また、たとえば高温静水圧圧縮法やガス加圧炉中などで、たとえばガスの圧力下で熱処理するのが望ましいこともある。得られた物品や熱処理した物品を転化（たとえば破碎）させて、粒子（たとえば研磨粒子）を得ることも、本発明の範囲に含まれる。

10

## 【0077】

非晶質物質を熱処理して、非晶質物質を少なくとも部分的に結晶化させ、ガラス - セラミックを得る。ある種のガラスを熱処理してガラス - セラミックを形成させることは、当業者には公知である。各種のガラスについての、ガラス - セラミックを核形成させ成長させるための加熱条件は、知られている。それとは別に、当業者公知の技術を用いて、ガラスの時間 - 温度 - 変態 (TTT) を検討することで適切な条件を求めることは、当業者ならば、可能である。当業者ならば、本発明のこの明細書を読めば、本発明によるガラスのための TTT 曲線を得て、本発明によるガラス - セラミックを得るための核形成および / または結晶成長のための適切な条件を求めることができる筈である。

20

## 【0078】

典型的には、ガラス - セラミックはその原料となった非晶質物質よりも強度が高い。したがって材料の強度を、たとえば、非晶質物質を（１種または複数の）結晶質セラミック相に転化させる程度によって、調節することが可能である。別な方法で、あるいはそれに付け加えて、材料の強度は、たとえば作り出す核形成サイトの数で調節することも可能で、その数によって（１種または複数の）結晶質相の結晶の数と大きさが決まってくるからである。ガラス - セラミックの形成に関するさらに詳しいことは、たとえば、P. W. マクミラン (McMillan) の『ガラス - セラミック (Glass - Ceramics)』第 2 版、アカデミック・プレス・インコーポレーテッド (Academic Press Inc.)、1979 年を参照されたい。

30

## 【0079】

たとえば、本発明によるガラス - セラミックを作るためのいくつかの例示的な非晶質物質を加熱している間に、約 900 より高い温度では、たとえば  $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$  のような相と、 $\text{ZrO}_2$  が存在するならば、立方晶系 / 正方晶系の  $\text{ZrO}_2$  と場合によっては単斜晶系の  $\text{ZrO}_2$  が形成されるのが観察される。理論に拘束されことなく言えば、ジルコニア関連の相が、非晶質物質から核形成される最初の相であると考えられる。 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ReAlO}_3$ （ここで Re は少なくとも 1 種の希土類カチオン）、 $\text{ReAl}_{11}\text{O}_{18}$ 、 $\text{Re}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  などの相が形成されるのは、一般に約 925 よりも高い温度においてであると考えられる。この核形成工程間の晶子の径は典型的には、ナノメートルの桁である。たとえば、10 ~ 15 ナノメートルのような小さな結晶が観察された。少なくともいくつかの実施態様では、約 1300 で約 1 時間熱処理すると完全に結晶化する。一般的に言って、核形成および結晶成長工程それぞれの熱処理時間は、数秒（実施態様によっては、5 秒未満のこともある）から数分、さらには 1 時間からそれ以上までの範囲でよい。

40

## 【0080】

本発明によるセラミックの中に存在しうる結晶質相の例を挙げれば：複合  $\text{Al}_2\text{O}_3$  金属酸化物（類）（たとえば、複合  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{REO}$ （たとえば、 $\text{ReAlO}_3$ （たとえば  $\text{GdAlO}_3$ 、 $\text{LaAlO}_3$ ）、 $\text{ReAl}_{11}\text{O}_{18}$ （たとえば  $\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$ ）、および  $\text{Re}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ （たとえば  $\text{Dy}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ））、複合  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Y}_2\text{O}_3$ （たとえば  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ）、および複合  $\text{ZrO}_2\text{REO}$ （たとえば  $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$

50

))、 $Al_2O_3$  (たとえば  $-Al_2O_3$ )、および  $ZrO_2$  (たとえば立方晶系  $ZrO_2$  および正方晶系  $ZrO_2$ ) などがある。

【0081】

複合  $Al_2O_3$ ・金属酸化物 (たとえば、複合  $Al_2O_3$ ・ $Y_2O_3$  (たとえば、ガーネット結晶構造を示すアルミン酸イットリウム)) 中のイットリウムおよび/またはアルミニウムカチオンの一部を他のカチオンと置換することも、本発明の範囲に含まれる。たとえば、複合  $Al_2O_3$ ・ $Y_2O_3$  中の  $Al$  カチオンの一部を、 $Cr$ 、 $Ti$ 、 $Sc$ 、 $Fe$ 、 $Mg$ 、 $Ca$ 、 $Si$ 、 $Co$ 、およびそれらの組み合わせ、からなる群より選択される元素の少なくとも1種のカチオンと置換することができる。たとえば、複合  $Al_2O_3$ ・ $Y_2O_3$  中の  $Y$  カチオンの一部を、 $Ce$ 、 $Dy$ 、 $Er$ 、 $Eu$ 、 $Gd$ 、 $Ho$ 、 $La$ 、 $Lu$ 、 $Nd$ 、 $Pr$ 、 $Sm$ 、 $Th$ 、 $Tm$ 、 $Yb$ 、 $Fe$ 、 $Ti$ 、 $Mn$ 、 $V$ 、 $Cr$ 、 $Co$ 、 $Ni$ 、 $Cu$ 、 $Mg$ 、 $Ca$ 、 $Sr$ 、およびそれらの組み合わせ、からなる群より選択される元素の少なくとも1種のカチオンと置換することができる。同様にして、アルミナ中のアルミニウムカチオンの一部を置換することも、本発明の範囲に含まれる。たとえば、 $Cr$ 、 $Ti$ 、 $Sc$ 、 $Fe$ 、 $Mg$ 、 $Ca$ 、 $Si$  および  $Co$  を、アルミナ中のアルミニウムに置換させることができる。上記のようなカチオンの置換を行うと、熔融材料の性質 (たとえば、硬度、10 韌性、強度、熱伝導性など) が影響されることがある。

【0082】

さらに、複合  $Al_2O_3$ ・金属酸化物 (たとえば、複合  $Al_2O_3$ ・ $REO$ ) 中の希土類および/またはアルミニウムカチオンの一部を他のカチオンと置換することも、本発明の範囲に含まれる。たとえば、複合  $Al_2O_3$ ・ $REO$  中の  $Al$  カチオンの一部を、 $Cr$ 、 $Ti$ 、 $Sc$ 、 $Fe$ 、 $Mg$ 、 $Ca$ 、 $Si$ 、 $Co$ 、およびそれらの組み合わせ、からなる群より選択される元素の少なくとも1種のカチオンと置換することができる。たとえば、複合  $Al_2O_3$ ・ $REO$  中の  $Y$  カチオンの一部を、 $Y$ 、 $Fe$ 、 $Ti$ 、 $Mn$ 、 $V$ 、 $Cr$ 、 $Co$ 、 $Ni$ 、 $Cu$ 、 $Mg$ 、 $Ca$ 、 $Sr$ 、およびそれらの組み合わせ、からなる群より選択される少なくとも1種のカチオンと置換することができる。同様にして、アルミナ中のアルミニウムカチオンの一部を置換することも、本発明の範囲に含まれる。たとえば、 $Cr$ 、 $Ti$ 、 $Sc$ 、 $Fe$ 、 $Mg$ 、 $Ca$ 、 $Si$  および  $Co$  を、アルミナ中のアルミニウムに置換させることができる。上記のようなカチオンの置換を行うと、熔融材料の性質 (たと15 えば、硬度、韌性、強度、熱伝導性など) が影響されることがある。

【0083】

平均結晶サイズは、ASTM標準E112-96の「スタンダード・テスト・メソッズ・フォア・デターミネング・アベレージ・グレイン・サイズ (Standard Test Methods for Determining Average Grain Size)」に従った、直線切断法 (line intercept method) によって求めることができる。サンプルを、固定用樹脂 (たとえば、イリノイ州レーク・ブラフ (Lake Bluff, IL) のビューラー (Buehler) から商品記号「トランスオプティック・パウダー (TRANSOPTIC POWDER)」として得られるようなもの) で固定して、典型的には、直径約2.5 cm、高さ約1.9 cmの樹脂の円柱の形とする。固定した切片を、ポリッシャー (たとえば、イリノイ州レーク・ブラフ (Lake Bluff, IL) のビューラー (Buehler) から商品記号「エコメット (ECOMET) 3」20 として入手できるもの) を使用した通常のポリッシング法で調製する。このサンプルは、ダイヤモンドホイールを用いて約3分間ポリッシングした後で、それぞれ45、30、15、9、3および1マイクロメートルのスラリーを用いて5分間ポリッシングする。固定してポリッシングしたサンプルを、金・パラジウムの薄膜でスパッタリングしてから、走査電子顕微鏡 (たとえば、JEOL・SEMのモデルJSM840A) を用いて観察する。サンプル中に見出されるマイクロ構造の典型的な後方散乱電子 (BSE) 顕微鏡法を使用して、以下のようにして平均結晶サイズを求める。顕微鏡写真の上にランダムに引いた直線の単位長さ ( $N_L$ ) あたりの、それを切断している結晶の25 数を計数する。この数字から、以下の式を使用して平均の結晶サイズを求める。

10

20

30

40

50

【数 1】

$$\text{平均結晶サイズ} = \frac{1.5}{N_L M}$$

【0084】

ここで $N_L$ は、単位長さを切断している結晶の数であり、 $M$ は顕微鏡の倍率である。本発明による研磨粒子を含むセラミック（ガラス - セラミックを含む）には、少なくとも1、2、3、5、10、15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75、80、85、90、95、97、98、99、またはさらには100容量パーセントの晶子を含み、ここでその晶子は1マイクロメートル未満の平均サイズを有している。もうひとつの態様において、本発明による研磨粒子を含むセラミック（ガラス - セラミックを含む）には、少なくとも1、2、3、5、10、15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75、80、85、90、95、97、98、99未満、またはさらには100容量パーセントの晶子を含み、ここでその晶子は0.5マイクロメートル未満の平均サイズを有している。もうひとつの態様において、本発明による研磨粒子を含むセラミック（ガラス - セラミックを含む）には、少なくとも1、2、3、5、10、15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75、80、85、90、95、97、98、99未満、またはさらには100容量パーセントの晶子を含み、ここでその晶子は0.3マイクロメートル未満の平均サイズを有している。もうひとつの態様において、本発明による研磨粒子を含むセラミック（ガラス - セラミックを含む）には、少なくとも1、2、3、5、10、15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75、80、85、90、95、97、98、99未満、またはさらには100容量パーセントの晶子を含み、ここでその晶子は0.15マイクロメートル未満の平均サイズを有している。

【0085】

本発明によるセラミックの中に存在していてもよい結晶質相としては、アルミナ（たとえば、アルファおよび遷移アルミナ）、 $REO$ 、 $HfO_2$ 、 $ZrO_2$ 、さらにはたとえば1種または複数のその他の金属酸化物たとえば、 $BaO$ 、 $CaO$ 、 $Cr_2O_3$ 、 $CoO$ 、 $Fe_2O_3$ 、 $GeO_2$ 、 $Li_2O$ 、 $MgO$ 、 $MnO$ 、 $NiO$ 、 $Na_2O$ 、 $P_2O_5$ 、 $Sc_2O_3$ 、 $SiO_2$ 、 $SrO$ 、 $TeO_2$ 、 $TiO_2$ 、 $V_2O_3$ 、 $Y_2O_3$ 、 $ZnO$ 、「複合金属酸化物」（「複合 $Al_2O_3$ 金属酸化物（たとえば、複合 $Al_2O_3REO$ ）を含む）、およびそれらの組み合わせ、などが挙げられる。

【0086】

典型的には、そして望ましくは、本発明によるセラミックの（真）密度（比重と呼ばれることもある）は、理論密度の少なくとも70%となるのが普通である。本発明によるセラミックの（真）密度が、理論密度の少なくとも75%、80%、85%、90%、95%、96%、97%、98%、99%、99.5%または100%であれば、より好ましい。

【0087】

$Al_2O_3$ と、 $REO$ または $Y_2O_3$ の少なくとも1種と、 $ZrO_2$ または $HfO_2$ の少なくとも1種とを含むセラミックに関するさらに詳しいことは、その製法、使用法および性質も含めて、米国特許出願第09/922,526号、第09/922,527号および第09/922,530号（出願日2001年8月2日）および、本願と同日出願の米国特許出願第\_\_\_\_\_号（代理人整理番号、第56931US005号、第56931US006号、第56931US007号、第56931US008号、第56931US009号、第56931US010号、第57980US002号および第57981US002号）の出願に記載されている。

【0088】

10

20

30

40

50



本発明によるガラス - セラミックの実施態様を得るために、非晶質を熱処理することによって形成された結晶は、たとえば、等軸晶、柱状晶、または平板状 ( f l a t t e n e d   s p l a t - l i k e ) の形態を有していてもよい。

【 0 0 8 9 】

本発明による非晶質物質、ガラス - セラミックなどがバルク材料の形態であってもよいが、本発明による非晶質物質、ガラス - セラミックなどを含む複合材料を得ることもまた、本発明の範囲に含まれる。そのような複合材料には、本発明による非晶質物質、ガラス - セラミックなどの中に分散させた、たとえば相または ( 連続または不連続の ) 繊維または粒子 ( ホイスターを含む ) ( たとえば、金属酸化物粒子、ホウ化物粒子、炭化物粒子、窒化物粒子、ダイヤモンド粒子、金属粒子、ガラス粒子、およびそれらの組み合わせ ) を含んでいたり、または、層状化複合材構造 ( たとえば、ガラス - セラミックから、ガラス - セラミックとするために用いた非晶質物質へと傾斜をもたせたり、異なったガラス - セラミック組成物の層 ) をとっていてもよい。

10

【 0 0 9 0 】

本発明による研磨粒子には通常結晶質セラミックを含む ( たとえば、少なくとも 7 5、8 0、8 5、9 0、9 1、9 2、9 3、9 4、9 5、9 6、9 7、9 8、9 9、9 9 . 5、またはさらには 1 0 0 容量パーセントの結晶質セラミック )。もうひとつの態様において、本発明は、微粉から粗粒子までの範囲のサイズ分布を有する複数の粒子を提供し、そこで、その複数の粒子の少なくとも一部は本発明による研磨粒子である。もうひとつの態様において、本発明による研磨粒子の実施態様には一般に ( たとえば、少なくとも 7 5、8 0、8 5、9 0、9 1、9 2、9 3、9 4、9 5、9 6、9 7、9 8、9 9、9 9 . 5、9 9 . 9 またはさらには 1 0 0 容量パーセント ) のガラス - セラミックを含む。

20

【 0 0 9 1 】

本発明の物質の平均硬度は以下のようにして測定することができる。物質の切片を、固定用樹脂 ( たとえば、イリノイ州レーク・ブラフ ( L a k e   B l u f f、I L ) のビューラー ( B u e h l e r ) から商品記号「トランスオプティック・パウダー ( T R A N S O P T I C   P O W D E R ) 」として得られるもの ) で固定して、典型的には、直径約 2 . 5 c m、高さ約 1 . 9 c m の樹脂の円柱の形とする。固定した切片を、ポリッシャー ( たとえば、イリノイ州レーク・ブラフ ( L a k e   B l u f f、I L ) のビューラー ( B u e h l e r ) から商品記号「エコメット ( E C O M E T ) 3 」として入手できるもの ) を使用した通常のポリッシング法で調製する。このサンプルは、ダイヤモンドホイールを用いて約 3 分間ポリッシングした後で、それぞれ 4 5、3 0、1 5、9、3 および 1 マイクロメートルのスラリーを用いて 5 分間ポリッシングする。微小硬度の測定には従来タイプのピッカーズ圧子を取り付けた微小硬度試験器 ( たとえば、日本国東京の ( 株 ) ミットヨ ( M i t u t o y o   C o r p o r a t i o n ) から入手可能な商品記号「ミットヨ ( M I T U T O Y O ) M V K - V L 」 ) を使用し、押し込み荷重として 1 0 0 g を用いる。微小硬度の測定は、A S T M 試験方法 E 3 8 4 「テスト・メソッズ・フォア・マイクロハードネス・オブ・マテリアルズ ( T e s t   M e t h o d s   f o r   M i c r o h a r d n e s s   o f   M a t e r i a l s ) ( 1 9 9 1 ) 」に記載されたガイドラインに従って行う。

30

40

【 0 0 9 2 】

本発明による研磨粒子は、当業者には周知の方法を用いて篩い分けし、分級することが可能で、そのようなものとしては、産業界で承認されている分級標準たとえば、A N S I ( アメリカン・ナショナル・スタンダーズ・インスティテュート ( A m e r i c a n   N a t i o n a l   S t a n d a r d s   I n s t i t u t e ) )、F E P A ( フェデラシオン・ユーロピニー・デ・ファブリカント・デ・プロダクツ・アブラシフス ( F e d e r a t i o n   E u r o p e e n n e   d e s   F a b r i c a n t s   d e   P r o d u c t s   A b r a s i f s ) ) および J I S ( 日本工業規格 ) などを使用する。本発明による研磨粒子は広い範囲の粒子径で使用することができるが、典型的には、約 0 . 1 から約 5 0 0 0 マイクロメートルのサイズ範囲、より典型的には約 1 から約 2 0 0 0 マイクロ

50

メートル、望ましくは約5から約1500マイクロメートル、より望ましくは約100から約1500マイクロメートルの範囲である。

【0093】

所定のサイズ分布の中では、粗粒子から微粒子までの範囲のサイズがある。研磨材業界においては、この範囲を「粗粒(coarse)」、「中粒(control)」および「微粉(fine)」画分と呼ぶこともある。業界に受容された分級標準に従って分級された研磨粒子はそれぞれ、そのサイズ分布を、ある数値限度内の公称粒度として規定される。そのような業界に受容された分級標準としては、アメリカン・ナショナル・スタンダード・インスティテュート・インコーポレーテッド(American National Standards Institute, Inc.)(ANSI)標準、フェデレーション・オブ・ユーロピアン・プロデューサーズ・オブ・アブレイシブ・プロダクツ(Federation of European Producers of Abrasive Products)(FEPA)標準、および日本工業規格(JIS)標準として知られているものが挙げられる。ANSI粒度等級(すなわち規定の公称粒度)としては: ANSI 4、ANSI 6、ANSI 8、ANSI 16、ANSI 24、ANSI 36、ANSI 40、ANSI 50、ANSI 60、ANSI 80、ANSI 100、ANSI 120、ANSI 150、ANSI 180、ANSI 220、ANSI 240、ANSI 280、ANSI 320、ANSI 360、ANSI 400、およびANSI 600が挙げられる。本発明による研磨粒子を含む好ましいANSI粒度等級はANSI 8~220である。FEPA粒度等級としては、P 8、P 12、P 16、P 24、P 36、P 40、P 50、P 60、P 80、P 100、P 120、P 150、P 180、P 220、P 320、P 400、P 500、P 600、P 800、P 1000、およびP 1200が挙げられる。本発明による研磨粒子を含む好ましいFEPA粒度等級はP 12~P 220である。JIS粒度等級としては、JIS 8、JIS 12、JIS 16、JIS 24、JIS 36、JIS 46、JIS 54、JIS 60、JIS 80、JIS 100、JIS 150、JIS 180、JIS 220、JIS 240、JIS 280、JIS 320、JIS 360、JIS 400、JIS 400、JIS 600、JIS 800、JIS 1000、JIS 1500、JIS 2500、JIS 4000、JIS 6000、JIS 8000、およびJIS 10,000が挙げられる。本発明による研磨粒子を含む好ましいJIS粒度等級はJIS 8~220である。

【0094】

破碎して篩い分けた後では、典型的には、多くの異なった研磨粒子のサイズ分布粒子すなわち粒度等級が存在する。このように粒度等級が多いと、時期によっては、生産業者や供給業者の要求に適合しないこともあり得る。在庫を最小限に抑えるために、必要としない粒度等級品をリサイクルして、融解物に戻しガラスにすることができる。このリサイクルは破碎工程の後に実施でき、そのような粒子は、篩い分けで特定の粒度分布に入らない、大きすぎるチャUNKまたは小さすぎる粒子(「微粉」と呼ばれることもある)などである。

【0095】

もうひとつの態様において、本発明は研磨粒子を製造するための方法を提供し、その方法には、本発明によるガラス粒子を熱処理して、本発明によるガラス-セラミックを含む研磨粒子を得ることが含まれる。それとは別な方法で、たとえば、本発明は研磨粒子を製造するための方法を提供し、その方法には、本発明によるガラスを熱処理し、それによって得られる熱処理した材料を破碎することによって、本発明によるガラス-セラミックを含む研磨粒子を得ることが含まれる。ガラスを破碎をすると、かなり結晶化させたガラス-セラミックや結晶質材料を破碎したものよりは、より圭角状の粒子を与える傾向がある。

【0096】

もうひとつの態様において本発明は、バインダーによって結合された複数の本発明による、研磨粒子からなる凝集研磨材結晶粒を提供する。もうひとつの態様において本発明は

、バインダーおよび複数の研磨粒子を含む研磨物品（たとえば、被覆研磨物品、結合研磨物品（ビトリファイド、レジノイドおよび金属で結合させた研削ホイール、カットオフホイール、マウンテッドポイントおよびホーニングストーンを含む）、不織布研磨物品、および研磨ブラシ）を提供し、ここでその研磨粒子の少なくとも一部は、本発明による研磨粒子（研磨粒子が凝集している場合も含む）である。そのような研磨物品の製造方法および研磨物品の使用方法は当業者には周知である。さらに、本発明による研磨粒子は、研磨粒子を用いる研磨材用途、たとえば研磨コンパウンドのスラリー（たとえば、ポリッシングコンパウンド）、ミリング媒体、ショットブラスト媒体、振動ミル媒体などにおいて、使用することができる。

#### 【 0 0 9 7 】

10

被覆研磨物品には一般に、バックング、研磨粒子、およびその研磨粒子をバックングの上に保持するための少なくとも１種のバインダーが含まれる。バックングとしては適当な材料ならば何を使用してもよいが、たとえば、布、ポリマーフィルム、繊維、不織布ウェブ、紙、それらの組み合わせ、およびそれら进行处理したものなどが挙げられる。バインダーとしては適当なバインダーならば何を使用してもよいが、たとえば、無機または有機のバインダー（加熱硬化性樹脂および放射線硬化性樹脂を含む）を挙げることができる。研磨粒子は、被覆研磨物品の１層内に存在していても、２層内に存在していてもよい。

#### 【 0 0 9 8 】

被覆研磨物品の例を図１に示している。この図では、被覆研磨物品１には、バックング（基材）２と研磨材層３が含まれる。研磨材層３には、メイクコート５およびサイズコート６によってバックング２の主表面に保持されている、本発明による研磨粒子４が含まれる。場合によっては、スーパーサイズコートも使用される（図示せず）。

20

#### 【 0 0 9 9 】

結合研磨物品には典型的には、有機、金属系またはビトリファイドバインダーによって結合された研磨粒子の成形塊状物が含まれる。そのような成形塊状物は、たとえば、ホイール、たとえば研削ホイールまたはカットオフホイールのような形状であってもよい。研削ホイールの直径は典型的には、約１ｃｍから１メートルを超えるものまで、カットオフホイールの直径は約１ｃｍから８０ｃｍを超えるものまで（より典型的には３ｃｍ～約５０ｃｍ）ある。カットオフホイールの厚みは典型的には、約０．５ｍｍ～約５ｃｍ、より典型的には約０．５ｍｍ～約２ｃｍである。成形塊状物は、たとえば、ホーニングストーン、セグメント、マウンテッドポイント、ディスク（たとえば、ダブルディスクグラインダー）の形状、またはその他の従来からの固定砥粒研磨材形状であってもよい。結合研磨物品には典型的には、結合研磨物品の全容量に対して、約３～５０容量％の結合材料、約３０～９０容量％の研磨粒子（または研磨粒子ブレンド物）、５０容量％までの添加物（研削助剤を含む）、および７０容量％までの気孔が含まれる。

30

#### 【 0 1 0 0 】

好ましい形態は研削ホイールである。図２に研削ホイール１０を示しているが、これには、ホイールの形に成形されハブ１２に取り付けられた、本発明による研磨粒子１１が含まれている。

#### 【 0 1 0 1 】

40

不織布研磨物品は典型的には、通気性の多孔質で嵩やかなポリマーフィラメント構造を含んでいて、本発明による研磨粒子が構造全体に分散され、有機バインダーによってその中に接着結合させられている。フィラメントの例を挙げれば、ポリエステル繊維、ポリアミド繊維およびポリアラミド繊維などがある。図３では、典型的な不織布研磨物品を約１００倍に拡大した模式図を示している。このような不織布研磨物品には、基材としての繊維マット５０を含み、基材の上に本発明による研磨粒子５２がバインダー５４により接着されている。

#### 【 0 1 0 2 】

有用な研磨ブラシとしては、バックングと一体になった複数の剛毛を有するものが挙げられる（たとえば、米国特許第５，４２７，５９５号（ピール（P i h l）ら）、米国特

50

許第5,443,906号(ピール(P i h l)ら)、米国特許第5,679,067号(ジョンソン(J o h n s o n)ら)、および米国特許第5,903,951号(イオンタ(I o n t a)ら)を参照されたい。これらの開示は参考として引用し本明細書に組み入れる)。そのようなブラシは、ポリマーおよび研磨粒子の混合物を射出成形することによって製造するのが望ましい。

#### 【0103】

研磨物品を作るのに好適な有機バインダーとしては、熱硬化性有機ポリマーが挙げられる。好適な熱硬化性有機ポリマーの例としては、フェノール樹脂、尿素・ホルムアルデヒド樹脂、メラミン・ホルムアルデヒド樹脂、ウレタン樹脂、アクリレート樹脂、ポリエステル樹脂、  
、不飽和カルボニル基をペンダントさせたアミノブラスト樹脂、エポキシ樹脂、アクリレート化ウレタン、アクリレート化エポキシ、およびそれらの組み合わせ、を挙げることができる。バインダーおよび/または研磨物品にはさらに添加物を加えることができ、そのようなものとしては、繊維、潤滑剤、濡れ剤、チキソトロップ原料、界面活性剤、顔料、染料、静電防止剤(たとえば、カーボンブラック、酸化バナジウム、グラファイトなど)、カップリング剤(たとえば、シラン、チタン酸塩、ジルコアルミン酸塩など)、可塑剤、沈殿防止剤、などを挙げることができる。これら任意成分の添加物の量は、所望の性質が得られるように選択する。カップリング剤は、研磨粒子および/または充填材に対する接着性を改良する。バインダー用化学品は、加熱硬化、放射線硬化あるいはそれらの組み合わせで硬化させることができる。バインダー用化学品に関するさらに詳しいことは、米国特許第4,588,419号(カウル(C a u l)ら)、米国特許第4,751,138号(チュミイ(T u m e y)ら)および米国特許第5,436,063号(フォレット(F o l l e t t)ら)に見出すことができる。

#### 【0104】

ビトリファイド固定砥粒研磨材に関してさらに具体的に言えば、非晶質構造を示し典型的には硬度の高いガラス質結合材料が、当業者には周知である。場合によっては、そのガラス質結合材料には結晶質相が含まれる。本発明による結合させたビトリファイド研磨物品は、ホイール(カットオフホイールを含む)、ホーニングストーン、マウンテッドポイントの形態またはその他の従来からの固定砥粒研磨材の形態であってもよい。本発明によるビトリファイド結合研磨物品として好ましいのは研削ホイールである。

#### 【0105】

ガラス質結合材料を形成させるために使用される金属酸化物の例を挙げれば：シリカ、ケイ酸塩、アルミナ、ソーダ、カルシア、ポタシア、チタニア、酸化鉄、酸化亜鉛、酸化リチウム、マグネシア、ボリア、ケイ酸アルミニウム、ホウケイ酸ガラス、ケイ酸アルミニウムリチウム、それらの組み合わせ、などがある。典型的には、ガラス質結合材料は、10から100%までのガラスフリットを含む組成物から形成することができるが、より典型的には、20%~80%のガラスフリット、または30%~70%のガラスフリットを含む組成物から形成することができる。ガラス質結合材料の残りの部分は、非フリット材料でよい。あるいは、ガラス質の結合を、フリット非含有組成物から誘導することもできる。ガラス質結合材料は、典型的には約700~約1500の範囲の温度、通常は約800~約1300の範囲、時には約900~約1200の範囲、さらには約950~約1100の範囲で養生させる。結合を養生させる実際の温度は、たとえば、個々の結合の化学によって決まってくる。

#### 【0106】

好適なビトリファイド結合材料としては、シリカ、アルミナ(望ましくは少なくとも10重量パーセントのアルミナ)およびボリア(望ましくは少なくとも10重量パーセントのボリア)を含むものを挙げることができる。ほとんどの場合、このビトリファイド結合材料にはさらに、アルカリ金属酸化物(類)(たとえば、 $\text{Na}_2\text{O}$ および $\text{K}_2\text{O}$ )を含む(場合によっては、少なくとも10重量パーセントのアルカリ金属酸化物(類)を含む)。

#### 【0107】

10

20

30

40

50

バインダー材料には、さらに、充填材物質または研削助剤を、典型的には粒子状物質として含むことができる。典型的にはこの粒子状物質は、無機物質である。本発明のための充填材として有用なものの例を挙げると：金属炭酸塩（たとえば、炭酸カルシウム（たとえば、チョーク、方解石、マール、トラバーチン、大理石および石灰石）、炭酸カルシウムマグネシウム、炭酸ナトリウム、炭酸マグネシウム）、シリカ（たとえば、石英、ガラスビーズ、ガラスバブルおよびガラス繊維）、ケイ酸塩（たとえば、タルク、クレイ、（モンモリロナイト）、長石、マイカ、ケイ酸カルシウム、メタケイ酸カルシウム、アルミノケイ酸ナトリウム、ケイ酸ナトリウム）、金属硫酸塩（たとえば、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、硫酸ナトリウム、硫酸アルミニウムナトリウム、硫酸アルミニウム）、セッコウ、パーミキュライト、木粉、アルミニウム三水和物、カーボンブラック、金属酸化物（たとえば、酸化カルシウム（ライム）、酸化アルミニウム、二酸化チタン）、および金属亜硫酸塩（たとえば、亜硫酸カルシウム）などがある。

10

#### 【0108】

一般的には、研削助剤を添加すると、研磨物品の使用寿命が延びる。研削助剤は、研磨の化学的、物理的過程に大きな影響を与えて、それにより性能を向上させる物質である。理論に拘束されことなく言えば、研削助剤（類）は、（a）研磨粒子と、研磨されるワークピースとの間の摩擦を減少させ、（b）研磨粒子の「キャッピング（capping）」を防止する（すなわち、研磨粒子の上に金属粒子が融着するのを防止する）か、または少なくとも研磨粒子がキャッピングする傾向を抑え、（c）研磨粒子とワークピースの界面の温度を下げ、または（d）研削力を軽減する、と考えられる。

20

#### 【0109】

研削助剤には、幅広い範囲の各種物質が含まれ、それらは無機系であっても有機系であってもよい。研削助剤について化合物の群で例を挙げれば、ワックス、有機ハロゲン化合物、ハロゲン化合物塩ならびに金属およびそれらの合金がある。有機ハロゲン化合物は典型的には、研磨の際に分解して、ハロゲン酸または気体のハロゲン化合物を放出する。そのような物質の例としては、テトラクロロナフタレン、ペンタクロロナフタレン、およびポリ塩化ビニルのような塩素化ワックスが挙げられる。ハロゲン化合物塩の例としては、塩化ナトリウム、カリウム氷晶石、ナトリウム氷晶石、アンモニウム氷晶石、テトラフルオロオロホウ酸カリウム、テトラフルオロオロホウ酸ナトリウム、フッ化ケイ素、塩化カリウム、および塩化マグネシウムが挙げられる。金属の例としては、スズ、鉛、ビスマス、コバルト、アンチモン、カドミウム、および鉄チタンが挙げられる。その他の研削助剤には、硫黄、有機硫黄化合物、グラファイト、および金属硫化物を挙げることができる。各種の研削助剤を組み合わせることも本発明の範囲に含まれ、場合によってはそれによって相乗効果が得られることもある。好適な研削助剤は氷晶石であり、最も好適な研削助剤は、テトラフルオロオロホウ酸カリウムである。

30

#### 【0110】

研削助剤は、被覆研磨物品および結合研磨物品において特に有用である。被覆研磨物品の場合、研削助剤は典型的には、研磨粒子の表面に塗布されるスーパーサイズコートの中で使用される。しかしながら、場合によっては、研削助剤をサイズコートに添加することもある。被覆研磨物品の中に加える研削助剤の量は典型的には、約50～300 g/m<sup>2</sup>（望ましくは約80～160 g/m<sup>2</sup>）である。ビトリファイド結合研磨物品の場合には、典型的には研削助剤を物品の気孔の中に含浸させる。

40

#### 【0111】

研磨物品には、本発明による研磨粒子を100%含ませてもよいし、あるいは、そのような研磨粒子と他の研磨粒子および/または希釈粒子とのブレンド物を含ませてもよい。しかしながら、研磨物品中の研磨粒子の少なくとも約2重量%、望ましくは少なくとも約5重量%、より望ましくは約30～100重量%が、本発明による研磨粒子となるようにすべきである。場合によっては、本発明による研磨粒子を他の研磨粒子および/または希釈粒子と、その比を5対75重量%、約25対75重量%、約40対60重量%、または約50%対50重量%（すなわち、重量で等量）の間として、ブレンドしてもよい。好

50

適な従来からの研磨粒子の例を挙げれば、溶融酸化アルミニウム（白色溶融アルミナ、熱処理酸化アルミニウムおよび褐色酸化アルミニウムを含む）、炭化ケイ素、炭化ホウ素、炭化チタン、ダイヤモンド、立方晶窒化ケイ素、ガーネット、溶融アルミナ - ジルコニア、およびゾルゲル法による研磨粒子、などがある。ゾルゲル法による研磨粒子は、種結晶有りのものでも、無しのものでよい。同様に、ゾルゲル法による研磨粒子は、ランダムな形状をしていてもよいし、あるいは、種結晶に関連した、棒状または三角形などのような形状をとっていてもよい。ゾルゲル研磨粒子の例としては、以下の特許に記載されているものを挙げることができる：米国特許第4,314,827号（ライトハイザー（Leitheiser）ら）、米国特許第4,518,397号（ライトハイザー（Leitheiser）ら）、米国特許第4,623,364号（コットリンガー（Cottinger）ら）、米国特許第4,744,802号（シュワーベル（Schwabel））、米国特許第4,770,671号（モンロー（Monroe）ら）、米国特許第4,881,951号（ウッド（Wood）ら）、米国特許第5,011,508号（ワルド（Wald）ら）、米国特許第5,090,968号（ペロウ（Pellow））、米国特許第5,139,978号（ウッド（Wood））、米国特許第5,201,916号（ベルグ（Berg）ら）、米国特許第5,227,104号（バウアー（Bauer））、米国特許第5,366,523号（ローベンホルスト（Rowenhorst）ら）、米国特許第5,429,647号（ラーミー（Larmie））、米国特許第5,498,269号（ラーミー（Larmie））、および米国特許第5,551,963号（ラーミー（Larmie））。原料物質源としてアルミナ粉体を使用して製造した、焼結アルミナ研磨粒子に関するさらに詳しいこともまた、たとえば、米国特許第5,259,147号（ファルツ（Falz））、米国特許第5,593,467号（モンロー（Monroe））、および米国特許第5,665,127号（モルツゲン（Moltgen））に見出すことができる。溶融研磨粒子についてのさらに詳しいことは、たとえば、以下の特許に見出すことができる：米国特許第1,161,620号（コールター（Coulter））、米国特許第1,192,709号（トーン（Tone））、米国特許第1,247,337号（サウンダース（Saunders）ら）、米国特許第1,268,533号（アレン（Allen））、および米国特許第2,424,645号（バウマン（Baumann）ら）、米国特許第3,891,408号（ラウズ（Rowse）ら）、米国特許第3,781,172号（ペット（Pett）ら）、米国特許第3,893,826号（キナン（Quinan）ら）、米国特許第4,126,429号（ワトソン（Watson））、米国特許第4,457,767号（プーン（Poon）ら）、米国特許第5,023,212号（デュボッツ（Dubotts）ら）、米国特許第5,143,522号（ギブソン（Gibson）ら）、および米国特許第5,336,280号（デュボッツ（Dubotts）ら）、および米国特許出願第09/495,978号、第09/496,422号、第09/496,638号および第09/496,713号（上記はいずれも、2000年2月2日出願）、および、米国特許出願第09/618,876号、第09/618,879号、第09/619,106号、第09/619,191号、第09/619,192号、第09/619,215号、第09/619,289号、第09/619,563号、第09/619,729号、第09/619,744号および第09/620,262号（以上いずれも、2000年7月19日出願）、および米国特許出願第09/772,730号（2001年1月30日出願）。場合によっては、研磨粒子をブレンドすることによって得られる研磨物品が、それぞれの研磨粒子100%からなる研磨物品に比較して、改良された研削性能を示すこともあり得る。

#### 【0112】

研磨粒子のブレンド物を用いる場合には、そのブレンド物を形成する研磨粒子のタイプは、同じサイズのものであってもよい。それとは逆に、その研磨粒子のタイプが異なったサイズを持っていたとしてもよい。たとえば、大きい方のサイズの研磨粒子が本発明による研磨粒子であり、小さい方のサイズの粒子が他のタイプの研磨粒子であってもよい。逆に、小さい方のサイズの研磨粒子が本発明による研磨粒子であり、大きい方のサイズの粒子が他

10

20

30

40

50

のタイプの研磨粒子であってもよい。

【0113】

好適な希釈粒子の例としては、大理石、セッコウ、フリント、シリカ、酸化鉄、ケイ酸アルミニウム、ガラス（ガラスバブルおよびガラスビーズを含む）、アルミナバブル、アルミナビーズおよび希釈凝集体を挙げることができる。本発明による研磨粒子を研磨材凝集体の中に組み込んだり、研磨材凝集体と共に使用することも可能である。典型的には研磨材凝集体粒子には、複数の研磨粒子、バインダーおよび任意の添加物が含まれる。そのバインダーは有機系および/または無機系であってよい。研磨材凝集体はランダムな形状をしていても、あるいはそれらに関連する予め定められた形状をしていてもよい。その形状は、ブロック状、円筒状、角錐状、コイン状、四角形などであってよい。研磨材凝集体粒子の典型的なサイズは、約100から約5000マイクロメートルの範囲、典型的には約250～約2500マイクロメートルである。研磨材凝集体粒子に関するさらに詳しいことは以下の特許に見出すことができる：たとえば、米国特許第4,311,489号（クレスナー（Kressner））、米国特許第4,652,275号（ブレッハー（Bloecher）ら）、米国特許第4,799,939号（ブレッハー（Bloecher）ら）、米国特許第5,549,962号（ホルムズ（Holmes）ら）、および米国特許第5,975,988号（クリスチャンソン（Christianson））、および米国特許出願第09/688,444号および第09/688,484号（2001年10月16日出願）。

【0114】

研磨粒子は、研磨物品の中に均一に分散させてもよいし、あるいは研磨物品の選択した領域または部分に集中させてもよい。たとえば、被覆砥粒研磨材の場合には、研磨粒子の層が2層であってもよい。第1層には本発明による研磨粒子以外の研磨粒子を含み、第2（最外）層には本発明による研磨粒子を含むようにする。固定砥粒研磨材の場合にも同様で、研削ホイールに2つの別々の区域が存在してもよい。最外区域には本発明による研磨粒子を含み、それに対して最内区域には本発明による研磨粒子を含まないようにしてもよい。別な方法として、本発明による研磨粒子を結合研磨物品の全体にわたって均一に分散させることもできる。

【0115】

被覆研磨物品に関するさらに詳しいことは以下の特許に見出すことができる：たとえば、米国特許第4,734,104号（プロベルグ（Broberg））、米国特許第4,737,163号（ラーキー（Larky））、米国特許第5,203,884号（ブキャナン（Buchanan）ら）、米国特許第5,152,917号（ピーパー（Pieper）ら）、米国特許第5,378,251号（カラー（Culler）ら）、米国特許第5,417,726号（スタウト（Stout）ら）、米国特許第5,436,063号（フォレット（Follett）ら）、米国特許第5,496,386号（プロベルグ（Broberg）ら）、米国特許第5,609,706号（ベネディクト（Benedict）ら）、米国特許第5,520,711号（ヘルミン（Helmin））、米国特許第5,954,844号（ロウ（Law）ら）、米国特許第5,961,674号（ガグリアルディ（Gagliardi）ら）、および米国特許第5,975,988号（クリスチナソン（Christinason））。結合研磨物品に関するさらに詳しいことは以下の特許に見出すことができる：たとえば、米国特許第4,543,107号（ルー（Rue））、米国特許第4,741,743号（ナラヤナン（Narayanan）ら）、米国特許第4,800,685号（ヘインズ（Haynes）ら）、米国特許第4,898,597号（ヘイ（Hay）ら）、米国特許第4,997,461号（マルコフ・マテニイ（Markhoff-Matheny）ら）、米国特許第5,037,453号（ナラヤナン（Narayanan）ら）、米国特許第5,110,332号（ナラヤナン（Narayanan）ら）、および米国特許第5,863,308号（チー（Qi）ら）。ガラス質固定砥粒研磨材に関するさらに詳しいことは以下の特許に見出すことができる：たとえば、米国特許第4,543,107号（ルー（Rue））、米国特許第

4, 898, 597号(ヘイ(Hay)ら)、米国特許第4, 997, 461号(マルコフ-マテニイ(Markhoff-Matheny)ら)、米国特許第5, 094, 672号(ジャイルズ、ジュニア(Giles Jr.)ら)、米国特許第5, 118, 326号(シェルドン(Sheldon)ら)、米国特許第5, 131, 926号(シェルドン(Sheldon)ら)、米国特許第5, 203, 886号(シェルドン(Sheldon)ら)、米国特許第5, 282, 875号(ウッド(Wood)ら)、米国特許第5, 738, 696号(ウー(Wu)ら)、および米国特許第5, 863, 308号(チー(Qi))。不織布研磨物品に関するさらに詳しいことは、たとえば、米国特許第2, 958, 593号(フーパー(Hoover)ら)に見出すことができる。

【0116】

10

本発明は、本発明による少なくとも1つの研磨粒子をワークピースの表面に接触させ、研磨粒子または被接触表面のうちの少なくとも1つを移動させ、前記表面の少なくとも一部分を研磨粒子で研磨することを含む、表面研磨方法を提供するものである。本発明による研磨粒子で研磨を行うための方法は、スナグギング(すなわち、高圧高研削量)からポリッシング(被覆砥粒を用いた研磨ベルトで医療用インプラントを研磨するなど)にまでわたり、後者は一般に細粒に近い(ANSI 220未満かこれよりも細かいものなど)研磨粒子を使用して行われる。これらの研磨粒子は、磁器質固定砥石を使用してカムシャフトを研削するなどの精密研磨の用途にも用いることができる。個々の研磨用途に用いられる研磨粒子のサイズは当業者には明らかであろう。

【0117】

20

本発明による研磨粒子を用いる研磨は、乾式と湿式のどちらでも実施できる。湿式研磨の場合、完全にあふれ出るように弱いミスト(light mist)の形で液体を導入供給することができる。一般に使用される液体の一例としては、水、水溶性油、有機潤滑剤、エマルションがあげられる。この液体は、研磨に伴う熱を低減するよう機能するおよび/または潤滑剤として作用するものである。この液体には、殺菌剤、消泡剤などの添加剤を少量含有させることができる。

【0118】

本発明による研磨粒子を利用すれば、アルミニウム金属、炭素鋼、軟鋼、工具鋼、ステンレス鋼、高硬度鋼、チタン、ガラス、セラミック、木材、木材様材料、塗料、塗装面、有機被覆面などのワークピースを研磨することができる。研磨時に印加する力は一般に約1から約100キログラムの範囲である。

30

【0119】

本発明による研磨粒子は、たとえば複合材料(たとえば、セラミック、金属、またはポリマー(熱硬化性または熱可塑性))における充填材/補強材としても有用である。それらの粒子は、たとえば、マトリックス材料のモジュラス、耐熱性、耐摩耗性および/または強度を上げることができる。複合材料を作る場合に使用する粒子のサイズ、形状および量は、たとえば、その複合材料の特定のマトリックス材料や用途によって決まってくるが、補強用粒子のサイズは典型的には、約0.1~1500マイクロメートル、より典型的には1~500マイクロメートルの範囲、そして望ましくは2~100マイクロメートルの間である。ポリマー用途の場合の粒子の量は、典型的には約0.5パーセント~約75重量パーセント、より典型的には約1~約50重量パーセントである。熱硬化性ポリマーの例としては、フェノール系、メラミン、尿素ホルムアルデヒド、アクリレート、エポキシ、ウレタンポリマーなどを挙げることができる。熱可塑性ポリマーの例としては、ナイロン、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリウレタン、ポリエステル、ポリアミドなどを挙げることができる。

40

【0120】

強化ポリマー材料の用途(すなわちポリマー中に本発明による研磨粒子を分散させた)の例としては、保護コーティング、たとえば、コンクリート、家具、床、道路、木材、木材類似材料、セラミックなどや、さらには、滑り止めコーティングや、射出成形したプラスチック部品や部材が挙げられる。

50



## 【0121】

以下、実施例を参照して本発明の利点と実施形態とについてさらに説明するが、これらの実施例に記載の個々の材料およびその量ならびに他の条件や詳細については、本発明を不当に限定するものと解釈すべきではない。特に明記しない限り、部およびパーセントはいずれも重量基準である。また、特に明記しない限り、どの実施例でも有意な量の  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$ 、 $\text{P}_2\text{O}_5$ 、 $\text{GeO}_2$ 、 $\text{TeO}_2$ 、 $\text{As}_2\text{O}_3$ 、 $\text{V}_2\text{O}_5$  は含有させなかった。

## 【実施例】

## 【0122】

## 実施例 1

ポリエチレン瓶に、819.6gのアルミナ粒子（アリゾナ州トゥーソン（Tucson、AZ）のコンデア・ビスタ（Condea Vista）から商品記号「APA-0.5」として入手）、818gの酸化ランタン粒子（モリコープ・インコーポレーテッド（Moly Corp Inc.）から入手）、362.4gのイットリア安定化酸化ジルコニウム粒子（ジョージア州マリエッタ（Marietta、GA）のジルコニア・セールス・インコーポレーテッド（Zirconia Sales、Inc.）から商品記号「HSY-3」として入手）および1050gの蒸留水を仕込んだ。約2000gのジルコニアミリング媒体（ニュージャージー州バウンド・ブルック（Bound Brook、NJ）のトーソー・セラミック・ディビジョン（Tosoh Ceramics、Division）から商品記号「YTZ」として入手）を瓶に加え、その混合物を24時間120回転/分（rpm）で粉碎した。粉碎後、ミリング媒体を取り除き、スラリーをガラス（「パイレックス（PYREX）」）製のパンの中に注ぎ込み、ヒートガンを使用して乾燥させた。乾燥させた混合物を乳鉢と乳棒を用いて磨砕してから、70-メッシュの篩（開口寸法212マイクロメートル）で篩い分けた。

## 【0123】

粉碎と篩い分けをしてから、粒子の幾分かを水素/酸素のトーチフレイム中に入れた。粒子を融解させて、それによって融解ガラスビーズを作るために用いたトーチは、ペンシルバニア州ヘラータウン（Hellertown、PA）のベツレヘム・アパラタス・カンパニー（Bethlehem Apparatus Co.）から入手したベツレヘム（Bethlehem）ベンチ・バーナーPM2DモデルBであり、水素と酸素を下記の速度で供給した。内環での水素の流量は8リットル（標準状態）/分（SLPM）、酸素の流量は3SLPMであった。外環での水素の流量は23（SLPM）、酸素の流量は9.8SLPMであった。乾燥させ、サイズをそろえた粒子を、直接トーチフレイムの中に供給すると、それらが融解するので、それを、その表面に冷水（約8リットル/分）を流している、傾斜をつけたステンレススチール製の板（幅約51センチメートル（cm）（20インチ）、傾斜角度45度）に表面に移し、ビーズを形成させた。

## 【0124】

## 実施例 2 ~ 25

実施例 2 ~ 25 のビーズは、実施例 1 に記載したのと同様にして調製したが、ただし、使用した原料物質と原料物質の量は下記の表 1 にまとめたものであり、原料物質の粉碎では90ミリリットル（mL）のイソプロピルアルコールと200gのジルコニア媒体（ニュージャージー州バウンド・ブルック（Bound Brook、NJ）のトーソー・セラミック・ディビジョン（Tosoh Ceramics、Division）から商品記号「YTZ」として入手）を用いて、120rpm、24時間実施した。原料物質の入手先は、後の表 2 にまとめている。

## 【0125】

【表 1】

表 1

実施例	成分の重量%	バッチサイズ、g
2*	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 48 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 52	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 240 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 260
3	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 43 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 32 ZrO <sub>2</sub> : 12 SiO <sub>2</sub> : 13	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 21.5 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 16 ZrO <sub>2</sub> : 6 SiO <sub>2</sub> : 6.5
4	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 45.06 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 34.98 ZrO <sub>2</sub> : 19.96	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 22.53 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 17.49 ZrO <sub>2</sub> : 9.98
5	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 38.65 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 38.73 ZrO <sub>2</sub> : 22.62	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 19.33 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 19.37 ZrO <sub>2</sub> : 11.31
6	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 32.58 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 52.98 ZrO <sub>2</sub> : 14.44	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 16.2 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 26.49 ZrO <sub>2</sub> : 7.22
7	CeO <sub>2</sub> : 41.4 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 40.6 ZrO <sub>2</sub> : 18	CeO <sub>2</sub> : 20.7 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 20.3 ZrO <sub>2</sub> : 9.00
8	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 41.0 ZrO <sub>2</sub> : 18.0 Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 41.0	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 20.5 ZrO <sub>2</sub> : 9.0 Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 20.5
9	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 40.9 Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 40.9 ZrO <sub>2</sub> : 18.2	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 20.45 Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 20.45 ZrO <sub>2</sub> : 9.1

【 0 1 2 6 】

10

20

30

【表 2】

10	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 35.0 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 40.98 ZrO <sub>2</sub> : 18.12 Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 5.0	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 17.5 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 20.49 ZrO <sub>2</sub> : 9.06 Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 2.50
11	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 35.0 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 40.98 ZrO <sub>2</sub> : 18.12 CeO <sub>2</sub> : 5.0	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 17.5 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 20.49 ZrO <sub>2</sub> : 9.06 CeO <sub>2</sub> : 2.50
12	HfO <sub>2</sub> : 35.5 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 32.5 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 32.5	HfO <sub>2</sub> : 17.75 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 16.25 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 16.25
13	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 41.7 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 35.4 ZrO <sub>2</sub> : 16.9 MgO: 6.0	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 20.85 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 17.7 ZrO <sub>2</sub> : 8.45 MgO: 3.0
14	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 43.02 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 36.5 ZrO <sub>2</sub> : 17.46 Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> : 3.0	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 21.51 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 18.25 ZrO <sub>2</sub> : 8.73 Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> : 1.50
15	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 38.8 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 40.7 ZrO <sub>2</sub> : 17.5 Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> : 6	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 19.4 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 20.35 ZrO <sub>2</sub> : 8.75 Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> : 3
16	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 43.02 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 36.5 ZrO <sub>2</sub> : 17.46 TiO <sub>2</sub> : 3%	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 21.51 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 18.25 ZrO <sub>2</sub> : 8.73 TiO <sub>2</sub> : 1.50
17 (参考例)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 45.06 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 34.98 ZrO <sub>2</sub> : 19.96	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 14.35 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 26.35 ZrO <sub>2</sub> : 9.3

10

20

30

【表 3】

18 (参考例)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 27.6 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 57.5 ZrO <sub>2</sub> : 14.9	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 13.8 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 23.75 ZrO <sub>2</sub> : 7.45
19 (参考例)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 27.44 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 57.14 ZrO <sub>2</sub> : 15.43	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 13.72 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 28.57 ZrO <sub>2</sub> : 7.71
20 (参考例)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 28.7 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 55.7 ZrO <sub>2</sub> : 15.5	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 14.35 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 27.85 ZrO <sub>2</sub> : 7.75
21	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 19 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 51 ZrO <sub>2</sub> : 17.9 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 12.1	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 9.5 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 25.5 ZrO <sub>2</sub> : 8.95 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 6.05
22	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 19.3 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 50.5 ZrO <sub>2</sub> : 17.8 Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 12.4	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 9.65 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 25.25 ZrO <sub>2</sub> : 8.9 Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 6.2
23 (参考例)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 27.4 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 50.3 ZrO <sub>2</sub> : 17.8 Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> : 4.5	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 13.7 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 25.15 ZrO <sub>2</sub> : 8.9 Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> : 2.25
24 (参考例)	HfO <sub>2</sub> : 20.08 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 46.55 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 25.37	HfO <sub>2</sub> : 14.04 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 23.27 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 12.67
25 (参考例)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 27.4 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 50.3 ZrO <sub>2</sub> : 17.8 MgO: 4.5	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 13.7 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 25.15 ZrO <sub>2</sub> : 8.9 MgO: 2.25

\* この実施例では、実施例 1 で用いたのと同じ粉碎手順に従った。

【 0 1 2 8 】

【表 4】

表 2

原料物質	入手先
アルミナ粒子 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	アリゾナ州トゥーソン (Tucson, AZ) のコンデア・ビスタ (Condea Vista) から、商品記号「APA-0.5」として入手
酸化カルシウム粒子 ( $\text{CaO}$ )	マサチューセッツ州ワードヒル (Ward Hill, MA) のアルファ・アエザル (Alfa Aesar) から入手
酸化セリウム粒子 ( $\text{CeO}_2$ )	仏国ローヌ・プーラン (Rhone-Poulenc, France) から入手
酸化エルビウム粒子 ( $\text{Er}_2\text{O}_3$ )	ウィスコンシン州ミルウォーキー (Milwaukee, WI) のアルドリッチ・ケミカル・カンパニー (Aldrich Chemical Co.) から入手
酸化ガドリニウム粒子 ( $\text{Gd}_2\text{O}_3$ )	カリフォルニア州マウンテン・パス (Mountain Pass, CA) のモリコープ・インコーポレーテッド (Molycorp Inc.) から入手
酸化ハフニウム粒子 ( $\text{HfO}_2$ )	オレゴン州オールバニー (Albany, OR) のテレダイン・ワー・チャン・オールバニー・カンパニー (Teledyne Wah Chang Albany Company) から入手
酸化ランタン粒子 ( $\text{La}_2\text{O}_3$ )	カリフォルニア州マウンテン・パス (Mountain Pass, CA) のモリコープ・インコーポレーテッド (Molycorp Inc.) から入手
炭酸リチウム粒子 ( $\text{Li}_2\text{CO}_3$ )	アルドリッチ・ケミカル・カンパニー (Aldrich Chemical Co.) から入手
酸化マグネシウム粒子 ( $\text{MgO}$ )	アルドリッチ・ケミカル・カンパニー (Aldrich Chemical Co.) から入手
酸化ネオジム粒子 ( $\text{Nd}_2\text{O}_3$ )	モリコープ・インコーポレーテッド (Molycorp Inc.) から入手
シリカ粒子 ( $\text{SiO}_2$ )	マサチューセッツ州ワードヒル (Ward Hill, MA) のアルファ・アエザル (Alfa Aesar) から入手
重炭酸ナトリウム粒子 ( $\text{NaHCO}_3$ )	アルドリッチ・ケミカル・カンパニー (Aldrich Chemical Co.) から入手
二酸化チタン粒子 ( $\text{TiO}_2$ )	ジョージア州サバナ (Savannah, GA) のケミラ・インコーポレーテッド (Kemira Inc.) から入手
イットリア安定化酸化ジルコニウム粒子 (Y-PSZ)	ジョージア州マリエッタ (Marietta, GA) のジルコニア・セールス・インコーポレーテッド (Zirconia Sales, Inc.) から商品記号「HSY-3」として入手
酸化イットリウム粒子 ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ )	マサチューセッツ州ニュートン (Newton, MA) の H. C. スターク (H. C. Stark) から入手

## 【 0 1 2 9 】

実施例 1 ~ 25 の物質の各種の物性 / 特性は以下のようにして測定した。粉体 X 線回折法 (X 線回折計 (ニュージャージー州モウオー (Mahwah, NJ) のフィリップス (PHILIPS) から商品記号「フィリップス (PHILIPS) XRG3100」として入手) で 1.54050 オングストロームの銅 K $\alpha$  1 照射を使用) を用いて、実施例の物質の中に存在する相を定性的に測定した。ブロードに広がった強度ピークがあれば、物質は非晶質な性質を有しているとみなした。ブロードなピークと明瞭なピークの両

10

20

30

40

50

方が存在するならば、非晶質マトリックスの中に結晶質物質が存在していることを示しているとみなした。それぞれの実施例で検出された相を以下の表 3 に示す。

【 0 1 3 0 】

【表 5】

表 3

実施例	X線回折により 検出された相	色	T <sub>g</sub> ℃	T <sub>x</sub> ℃	熱間圧縮 温度、℃
1	非晶質＊	透明	834	937	960
2	非晶質＊	透明	840	925	960
3	非晶質＊	透明	837	1001	--
4	非晶質＊	透明	837	936	--
5	非晶質＊	透明	850	923	--
6	非晶質＊および結晶質	透明／乳濁色	858	914	965
7	非晶質＊および結晶質	褐色	838	908	960
8	非晶質＊	透明	886	933	985
9	非晶質＊	濃い桃色	858	914	--
10	非晶質＊	青色／紫色	836	930	965
11	非晶質＊	黄色	831	934	965
12	非晶質＊	透明／やや緑色	828	937	960
13	非晶質＊	透明	795	901	950
14	非晶質＊	透明	816	942	950
15	非晶質＊	透明	808	940	950
16	非晶質＊	透明／やや緑色	834	935	950
17	非晶質＊および結晶質	透明／乳濁色	865	941	980

【 0 1 3 1 】

【表 6】

18	非晶質＊および結晶質	透明／乳濁色	871	934	--
19	非晶質＊および結晶質	透明／乳濁色	874	937	--
20	非晶質＊および結晶質	透明／乳濁色	870	942	--
21	非晶質＊	透明	843	938	970
22	非晶質＊	青色／桃色	848	934	970
23	非晶質＊	透明	852	941	970
24	非晶質＊および結晶質	透明／やや緑色	867	948	--
25	非晶質＊および結晶質	透明／乳濁色	869	934	--

＊ガラス質（サンプルに T<sub>g</sub> が存在）

【 0 1 3 2 】

示差熱分析（DTA）測定のための材料は、篩い分けて 90～125 マイクロメートルのサイズ範囲に残ったものである。DTA は、独国ゼルプ（Selb、Germany）のネッツ・インストラメンツ（Netzsche Instruments）から商品記号「ネッツ（NETZSCH）STA 409 DTA / TGA」として入手可能な機器を使用して測定した。100 マイクロリットルの Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 製サンプルホルダーに入れるそれぞれの篩い分けしたサンプルの量は、400 ミリグラムであった。それぞれのサンプルを、静的空気（static air）中で、室温（約 25℃）から 1200℃ まで 10℃ / 分の速度で昇温させた。

【 0 1 3 3 】

図 4 を参照すると、123 のカーブは、実施例 1 の物質の DTA データをプロットしたものである。図 4 のカーブ 123 から、この物質は、温度が約 834℃ のところで、カー

10

20

30

40

50

ブ 1 2 3 が下向きになっていることからわかるように、この温度で吸熱事象を示した。この事象は、ガラス質の物質のガラス転位 ( $T_g$ ) によるものと考えられる。約 9 3 7 におけるカーブ 1 2 3 の鋭いピークから判るように、発熱事象も観察された。この事象は、物質の結晶化 ( $T_x$ ) によるものと考えられる。他の実施例におけるこれら  $T_g$  および  $T_x$  の値は、上記の表 3 に示している。

#### 【 0 1 3 4 】

実施例 1 ~ 2 5 のそれぞれについて、約 2 5 g のビーズをグラファイト製のダイに入れ、一軸プレス装置 (カリフォルニア州ブレア (Brea, CA) のサーマル・テクノロジー・インコーポレーテッド (Thermal Technology Inc.) から商品記号「HP 5 0」として入手) を用いて熱間圧縮した。この熱間圧縮はアルゴン雰囲気下で、1 3 . 8 メガパスカル (MPa) (2 0 0 0 ポンド / 平方インチ (2 ksi)) の圧力をかけて実施した。各種の実施例物質について、上記の熱間圧縮装置に取り付けられている変位調節ユニットで検出される、検知できる程度にガラスの流動が起きる熱間圧縮温度を、上の表 3 に示している。実施例 1 のビーズは約 4 0 0 g、実施例 2 のビーズは 2 0 0 g を熱間圧縮した。

#### 【 0 1 3 5 】

実施例 1 ~ 2 5 のビーズを炉 (カリフォルニア州ピコ・リベラ (Pico Rivera, CA) のキース・ファーネシズ (Keith Furnaces) から商品記号「モデル K K S K - 6 6 6 - 3 1 0 0」として入手できる電気加熱炉) の中で以下のようにして熱処理した。ビーズを室温 (約 2 5 ) から約 1 3 0 0 まで、約 1 0 / 分の昇温速度で加熱し、1 3 0 0 で約 1 時間保ってから、炉の電源を落として冷却して室温にまで戻した。

#### 【 0 1 3 6 】

図 5 ~ 9 はそれぞれ、加熱した実施例 2、6、7、8 および 1 7 の物質のポリッシングした切片の走査電子顕微鏡 (SEM) の顕微鏡写真である。このポリッシングした切片は、通常の固定法およびポリッシング法を用いて調製した。ポリッシングでは、ポリッシャー (イリノイ州レーク・ブラフ (Lake Bluff, IL) のビューラー (Buehler) から商品記号「エコメット・3・タイプ・ポリッシャー・グラインダー (ECOMET 3 TYPE POLISHER - GRINDER) として入手) を使用した。サンプルは、ダイヤモンドホイールを用いて約 3 分間ポリッシングした後で、それぞれ 4 5、3 0、1 5、9 および 3 マイクロメートルのダイヤモンドスラリーを用いて 3 分間ポリッシングした。ポリッシングしたサンプルを、金・パラジウムの薄膜でスパッタコーティングしてから、J E O L・SEM (モデル J S M 8 4 0 A) を用いて観察した。

#### 【 0 1 3 7 】

熱処理の後に存在している相を、前述の粉体 X 線回折法を用いて分析した。それらの結果を以下の表 4 にまとめた。

#### 【 0 1 3 8 】

## 【表 7】

表 4

実施例	X線回折により検出された相	硬度、GPa
1	立方晶系／正方晶系 $\text{ZrO}_2$ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ $\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$ $\text{LaAlO}_3$	16.4 +0.3
2	$\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$ $\text{LaAlO}_3$	16.0 +0.4
6	立方晶系／正方晶系 $\text{ZrO}_2$ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ $\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$ $\text{LaAlO}_3$	16.7 +0.2
8	立方晶系／正方晶系 $\text{ZrO}_2$ $\text{GdAlO}_3$ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	16.9 +0.1
17	立方晶系／正方晶系 $\text{ZrO}_2$ $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	17.4 +0.4
21	立方晶系／正方晶系 $\text{ZrO}_2$ $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ $\text{LaAlO}_3$ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	
23	立方晶系／正方晶系 $\text{ZrO}_2$ $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	16.9 +0.3

## 【0139】

熱処理した、選択した実施例からのビーズの平均微小硬度を、ばらばらのビーズ（サイズ約125マイクロメートル）を固定用樹脂（イリノイ州レーク・ブラフ（Lake Bluff, IL）のビューラー・リミテッド（Buehler Ltd.）から商品記号「エポメット（EPOMET）」として入手したもの）に固定することにより、測定した。樹脂から作った円筒は、その直径が約2.5cm（1インチ）で、高さが約1.9cm（0.75インチ）であった。固定したサンプルは、通常のグラインダー／ポリッシャー（ビューラー・リミテッド（Buehler Ltd.）から商品記号「エポメット（EPOMET）」として入手したもの）を用いてポリッシングし、そして、仕上げポリッシング工程では通常のダイヤモンドスラリーの1マイクロメートルのダイヤモンドスラリー（ビューラー・リミテッド（Buehler Ltd.）から商品記号「メタディ（METADI）」として入手したもの）を用いて、試料のポリッシングした切断面を得た。

## 【0140】

微小硬度の測定には従来タイプのピッカース圧子を取り付けた微小硬度試験器（日本国東京の（株）ミットヨ（Mitutoyo Corporation）から商品記号「ミットヨ（MITUTOYO）MVK-VL」として入手）を使用し、押し込み荷重として500gを用いた。微小硬度の測定は、ASTM試験方法E384「テスト・メソッズ・フォア・マイクロハードネス・オブ・マテリアルズ（Test Methods for Microhardness of Materials）（1991）」に記載されたガイドラインに従って行った。ここでの微小硬度の値は、20回の測定の平均値であった。平均微小硬度の値は表4に示している。

## 【0141】



実施例 1、1 A および 2 ならびに比較例 A ~ C の粉碎性能

実施例 1 および 2 のホットプレス材料を、「チップムンク (Chipmunk)」ジョークラッシャー (タイプ V D、カリフォルニア州バーバンク (Burbank) のビーアイシーオー・インコーポレイテッド (BICO Inc.) 製) で破碎して (研磨材) 粒子にし、分級してメッシュが - 25 + 30 の画分 (すなわちシートの目開きサイズ 25 マイクロメートルから目開きサイズ 30 マイクロメートルで回収される画分) とメッシュが - 30 + 35 の画分 (すなわちシートの目開きサイズ 30 マイクロメートルから目開きサイズ 35 マイクロメートルで回収される画分) (USA 標準試験シート) とを保持した。これらの 2 種類のメッシュの画分を混合し、50 / 50 のブレンドを得た。このブレンド材料を上記に説明したようにして 1300 で 1 時間熱処理した。得られたガラス - セラミックス研磨粒子 30 グラムを、被覆砥粒研磨円板に組み入れた。被覆砥粒研磨円板に関しては、従来の手順で作製した。従来の炭酸カルシウム充填フェノールメイク樹脂 (レゾールフェノール樹脂 48 %、炭酸カルシウム 52 %、水とグリコールエーテルとを用いて固形分 81 % まで希釈) と従来の氷晶石充填フェノールサイズ樹脂 (レゾールフェノール樹脂 32 %、酸化鉄 2 %、氷晶石 66 %、水とグリコールエーテルとを用いて固形分 78 % まで希釈) とを使用して、直径 17.8 cm、厚さ 0.8 mm のヴァルカナイズドファイバー裏材 (直径 2.2 cm の中心穴を有する) にガラス - セラミックス研磨粒子を結合した。メイク樹脂の湿重量は約 185 g / m<sup>2</sup> であった。メイクコートの塗布直後に、ガラス - セラミックス研磨粒子を静電塗布した。メイク樹脂を 88 にて 120 分かけて予備硬化させた。次に、氷晶石充填フェノールサイズコートをメイクコートおよび研磨粒子の上に塗布した。サイズの湿重量は 1 平方あたり約 850 グラム (g / m<sup>2</sup>) であった。サイズ樹脂を 99 にて 12 時間かけて硬化させた。試験の前に被覆砥粒研磨円板を屈曲させた。

#### 【0142】

破碎後に熱処理を施すのではなく、ホットプレスおよび熱処理を施した実施例 1 の材料を破碎して実施例 1 A の研磨粒子を得たこと以外は実施例 1 で説明したようにして、実施例 1 A の被覆砥粒研磨円板を作製した。

#### 【0143】

実施例 1 のガラス - セラミックス研磨粒子の代わりに熱処理した溶融アルミナ研磨粒子 (オーストリアのフラッハ (Villach) にあるトリエバッハ (Triebacher) から商品名「アロデュール・ビーエフアービーエル (ALODUR BFRPL)」で入手) を用いたこと以外は実施例 6 (上記) で説明したようにして、比較例 A の被覆砥粒研磨円板を作製した。

#### 【0144】

実施例 1 のガラス - セラミックス研磨粒子の代わりにアルミナ - ジルコニア研磨粒子 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> が 53 % と ZrO<sub>2</sub> が 47 % の共晶組成を有し、マサチューセッツ州ウースター (Worcester) のノートン・カンパニー (Norton Company) から商品名「ノーゾン (NORZON)」で入手) を用いたこと以外は実施例 6 (上記) で説明したようにして、比較例 B の被覆砥粒研磨円板を作製した

#### 【0145】

実施例 1 のガラス - セラミックス研磨粒子の代わりにゾル - ゲル研磨粒子 (ミネソタ州セントポール (St. Paul) のスリーエム・カンパニー (3M Company) から商品名「321 キュービットロン (CUBITRON)」で販売されている) を用いたこと以外は上述したようにして、比較例 C の被覆砥粒研磨円板を作製した。

#### 【0146】

実施例 1、1 A、2 および比較例 A ~ C の被覆砥粒研磨円板の粉碎性能を次のようにして評価した。面取りしたアルミニウム製バックアップパッドに各被覆砥粒研磨円板を装着し、事前に秤量した 1.25 cm x 1.8 cm x 1.0 cm の 1018 軟鋼ワークピースの表面の研削に使用した。バックアップパッドの面取りした端と重なっている円板の部分を荷重 8.6 キログラムでワークピースと接触させた状態で、円板を 5,000 rpm で動か

10

20

30

40

50

した。各円板を使用して、個々のワークピースを1分間隔で連続して研削した。試験時間を通してワークピースから除去された材料の量の合計を全切削量とした。12分間の粉碎後の各試料の全切削量ならびに12回目の1分間の切削量（すなわち最終切削量）を以下の表6に示す。実施例1の結果は、実施例1Aならびに比較例A、BおよびCのそれぞれで1枚の円板を試験した場合の2枚の円板の平均である。

【0147】

【表8】

表6

実施例	全切削量 (g)	最終切削量 (g)
1	1163	92
1A	1197	92
2	1094	91
比較例A	514	28
比較例B	689	53
比較例C	1067	89

10

【0148】

本発明の範囲および趣旨を逸脱することのない本発明のさまざまな改変および変更が当業者には明らかであろうし、本発明は本願明細書に記載の例示的な実施形態に不当に制限

20

【図面の簡単な説明】

【0149】

【図1】本発明による研磨粒子を含む被覆研磨物品の部分破断概略図である。

【図2】本発明による研磨粒子を含む結合研磨物品の斜視図である。

【図3】本発明による研磨粒子を含む不織布研磨物品の拡大概略図である。

【図4】実施例1の物質のDTA曲線である。

【図5】1300で1時間熱処理した実施例2、6、7、8、17の物質のSEM顕微鏡写真である。

【図6】1300で1時間熱処理した実施例2、6、7、8、17の物質のSEM顕微鏡写真である。

30

【図7】1300で1時間熱処理した実施例2、6、7、8、17の物質のSEM顕微鏡写真である。

【図8】1300で1時間熱処理した実施例2、6、7、8、17の物質のSEM顕微鏡写真である。

【図 1】

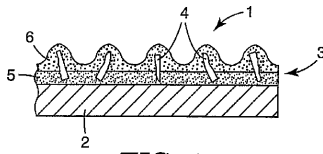


FIG. 1

【図 2】

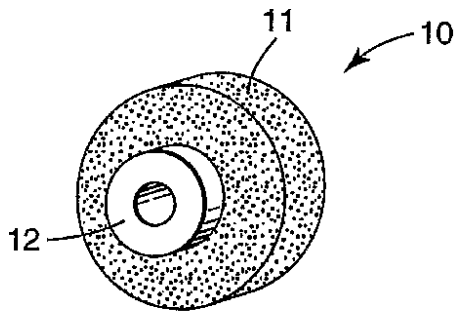


FIG. 2

【図 3】

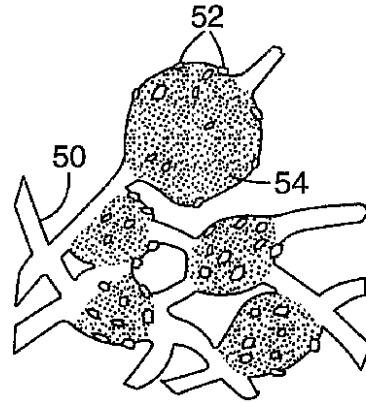


FIG. 3

【図 4】

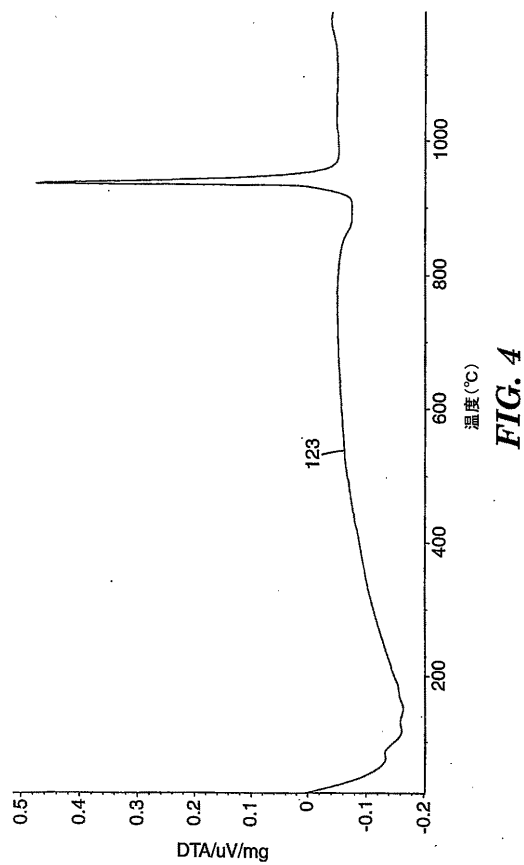


FIG. 4

【図 5】

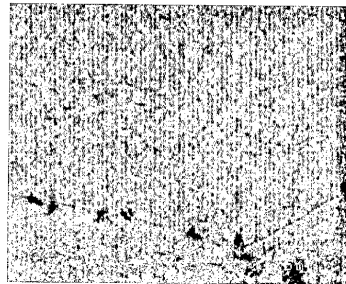


FIG. 5

【図 6】

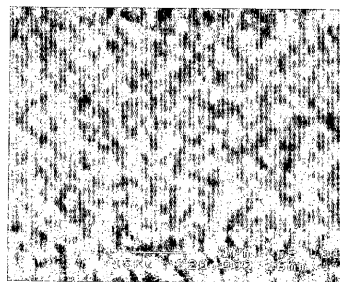
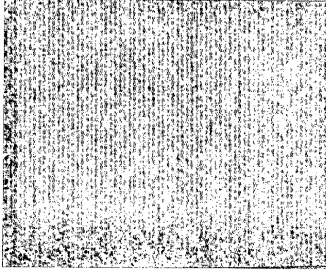


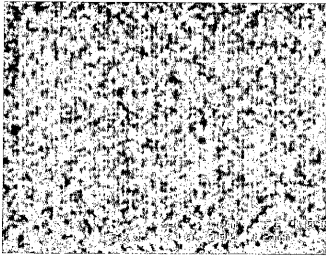
FIG. 6

【図 7】



*FIG. 7*

【図 8】



*FIG. 8*

---

フロントページの続き

(72)発明者 アナトリー・ゼット・ローゼンフランツ  
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

審査官 藤原 浩子

(56)参考文献 特開昭 6 4 - 1 1 1 8 3 ( J P , A )  
特開昭 5 0 - 7 8 9 8 5 ( J P , A )  
特開平 8 - 8 1 2 5 7 ( J P , A )  
特開 2 0 0 0 - 4 5 1 2 9 ( J P , A )  
国際公開第 0 1 / 0 2 7 0 4 6 ( W O , A 1 )  
特表 2 0 0 3 - 5 2 1 4 3 5 ( J P , A )  
特表 2 0 0 3 - 5 2 1 5 7 7 ( J P , A )  
特表 2 0 0 4 - 5 0 4 4 4 8 ( J P , A )

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C09K 3/14

B24B 37/00

C03C 10/00 - 10/16