

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2005-518953

(P2005-518953A)

(43) 公表日 平成17年6月30日(2005.6.30)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

**B24D 11/00**  
**B24D 3/00**  
**B24D 3/02**  
**B24D 3/28**  
**C09K 3/14**

F 1

B 2 4 D 11/00  
B 2 4 D 11/00  
B 2 4 D 3/00 3 2 0 B  
B 2 4 D 3/02 3 1 O A  
B 2 4 D 3/28

テーマコード(参考)

3 C 0 6 3

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 23 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2003-574389 (P2003-574389)	(71) 出願人	599056437 スリーエム イノベイティブ プロパティ ズ カンパニー アメリカ合衆国, ミネソタ 55144- 1000, セント ポール, スリーエム センター
(86) (22) 出願日	平成15年1月21日 (2003.1.21)	(74) 代理人	100062144 弁理士 青山 葵
(85) 翻訳文提出日	平成16年9月1日 (2004.9.1)	(74) 代理人	100088801 弁理士 山本 宗雄
(86) 國際出願番号	PCT/US2003/001767	(74) 代理人	100122297 弁理士 西下 正石
(87) 國際公開番号	W02003/076136		
(87) 國際公開日	平成15年9月18日 (2003.9.18)		
(31) 優先権主張番号	10/091,080		
(32) 優先日	平成14年3月5日 (2002.3.5)		
(33) 優先権主張国	米国(US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】被覆ダイヤモンド研磨スラリーのための配合物

## (57) 【要約】

本発明は、研磨物品、および研磨物品の製造方法に関する。該研磨物品上の研磨コーティングは、少なくとも 20 重量 % の超砥粒を含む。この研磨コーティングは研磨スラリーから得られる。研磨スラリーは、および AV を有する分散剤を含み、ここで  $AV = 1000 \times [(アミン価) / (Mw)]$  である。分散剤は、分子量 (Mw) が 500 g / mol を超え AV が 4.5 を超えるポリマー、分子量 (Mw) が 10,000 g / mol を超え AV が 1.0 を超えるポリマー、または分子量 (Mw) が 100,000 g / mol を超え AV が 0 を超えるポリマーを含む。

**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

主面を有するバッキングと、  
前記バッキングの前記主面上にあり少なくとも 20 重量 % の超砥粒を含む研磨コーティングとを含む研磨物品であって、前記研磨コーティングが、  
超砥粒と、  
連続相と、  
分子量 (Mw) が 500 を超え AV が 4.5 を超えるポリマーを含む分散剤とを含む研磨スラリーから得られる研磨物品。

**【請求項 2】**

前記研磨コーティングが、分子量 (Mw) が 1000 を超えるポリマーを含む分散剤を含む研磨スラリーから得られる、請求項 1 に記載の研磨物品。

**【請求項 3】**

前記研磨コーティングが、分子量 (Mw) が約 3000 ~ 約 4000 の間であるポリマーを含む分散剤を含む研磨スラリーから得られる、請求項 1 に記載の研磨物品。

**【請求項 4】**

前記研磨コーティングが、AV が約 5 ~ 約 7.5 の間であるポリマーを含む分散剤を含む研磨スラリーから得られる、請求項 3 に記載の研磨物品。

**【請求項 5】**

前記研磨コーティングが、分子量 (Mw) が約 8000 ~ 約 9000 の間であるポリマーを含む分散剤を含む研磨スラリーから得られる、請求項 1 に記載の研磨物品。

**【請求項 6】**

前記研磨コーティングが、AV が約 12 ~ 約 13 の間であるポリマーを含む分散剤を含む研磨スラリーから得られる、請求項 5 に記載の研磨物品。

**【請求項 7】**

前記研磨コーティングが少なくとも約 30 重量 % の超砥粒を含む、請求項 1 に記載の研磨物品。

**【請求項 8】**

前記研磨コーティングが約 30 重量 % ~ 約 80 重量 % の間の超砥粒を含む、請求項 7 に記載の研磨物品。

**【請求項 9】**

前記研磨コーティングが、バインダー前駆体をさらに含む研磨スラリーから得られる、請求項 1 に記載の研磨物品。

**【請求項 10】**

前記研磨コーティングがバインダーを含む、請求項 9 に記載の研磨物品。

**【請求項 11】**

前記超砥粒がダイヤモンドである、請求項 1 に記載の研磨物品。

**【請求項 12】**

前記ダイヤモンドの粒度が 2  $\mu$ m 未満である、請求項 11 に記載の研磨物品。

**【請求項 13】**

主面を有するバッキングと、  
前記バッキングの前記主面上にあり少なくとも 20 重量 % の超砥粒を含む研磨コーティングとを含む研磨物品であって、前記研磨コーティングが、  
超砥粒と、  
連続相と、  
分子量 (Mw) が 10,000 を超え AV が 1.0 を超えるポリマーを含む分散剤とを含む研磨スラリーから得られる研磨物品。

**【請求項 14】**

主面を有するバッキングと、  
前記バッキングの前記主面上にあり少なくとも 20 重量 % の超砥粒を含む研磨コーティングとを含む研磨物品。

ングとを含む研磨物品であって、前記研磨コーティングが、  
超砥粒と、  
連続相と、  
分子量 (Mw) が 100,000 を超え AV が 0 を超えるポリマーを含む分散剤とを含む研磨スラリーから得られる研磨物品。

【請求項 15】

前記研磨コーティングが、分子量 (Mw) が 150,000 を超えるポリマーを含む分散剤を含む研磨スラリーから得られる、請求項 14 に記載の研磨物品。

【請求項 16】

主面を有するパッキングと、  
前記パッキングの前記主面上にあり少なくとも 20 重量 % の超砥粒を含む研磨コーティングとを含む研磨物品であって、前記研磨コーティングが、  
超砥粒と、  
連続相と、  
分子量 (Mw) が 500 を超え測定可能な全アミン価を有するポリマーを含む分散剤とを含む研磨スラリーから得られる研磨物品。

【請求項 17】

超砥粒と、連続相と、分子量 (Mw) が 500 を超え AV が 4.5 を超えるポリマーを含む分散剤とを含む研磨スラリーをパッキング上にコーティングするステップであって、前記超砥粒が、前記スラリー中の全固形分の少なくとも 20 乾燥重量 % を構成するステップと、

前記研磨スラリーを固化させるステップと、  
を含む研磨物品の製造方法。

【請求項 18】

前記スラリーが硬化させられる、請求項 17 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、新規な被覆研磨材に関し、特にディスク、シート、またはロールの形態のラップ仕上用材料に関する。

【背景技術】

【0002】

ラップ仕上用フィルムは、非常に微細で十分に制御された仕上を有する表面が得られるまで、粒子状研磨材料を工作物表面に押し付けるために使用される。一般に、高度の寸法管理が実現され維持されながら、非常に滑らかな表面仕上がりが望ましく、それによって、得られる製品が非常に精密な仕上および寸法規格に適合する。元の状態から最終仕上までの表面のラップ仕上は、漸進的な作業であり、最初の比較的粗い砥粒から最終的にはだんだん細かい粒度になっていく一連の研磨材の使用を伴う。保証される結果は、使用される研磨材の性質、研磨材を工作物に対して押し付けるときの圧力、工作物が砥粒と接触する際に維持される運動パターン、およびその他の考慮点などの多数の要因に依存する。

【0003】

ラップ仕上用フィルムは、研磨スラリーをパッキング上にコーティングし、そのスラリーを乾燥および/または硬化させることによって製造される。一般に、研磨スラリーは、ダイヤモンドが不連続相を形成し、有機溶媒またはバインダー前駆体などの液体が連続相を形成しているスラリーの形態にある。ダイヤモンドは、その硬度のために、ラップ仕上用フィルムにおける砥粒として使用されている。

【0004】

スラリーがコーティングされる際、ダイヤモンドおよび/またはその他の超砥粒は、重力の作用によって連続相から沈降する。その沈降速度は、超砥粒の粒度および密度、連続

相の粘度、ならびに特に超砥粒の凝集状態などの多数の要因に依存する。大部分の超砥粒が一次粒度で分散し、この粒度分布が長時間維持されることが望ましい。さらに、凝集は最終製品の砥粒の粒度を大きくすることがあり、それによって工作物表面に擦傷が生じることがある。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明は、ミクロン単位およびサブミクロン単位の超砥粒の有機溶媒系中での分散を促進するために、スラリー中にある種のポリマー分散剤を使用することによって上記問題を解決する。本発明のスラリー中では、砥粒は個々の粒子として連続相中に分散し、再凝集は起こらない。さらに、本発明の砥粒は、重力に対する影響がこれらの粒子の凝集体よりも単独の粒子の方が少ないため、連続相からの沈降が起こりにくい。

10

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明は、研磨物品、および研磨物品の製造方法に関する。本発明の研磨物品は、主面を有するバッキングと、バッキングの主面上にあり少なくとも20重量%の超砥粒を含む研磨コーティングとを含む。この研磨コーティングは、超砥粒と、連続相と、分子量( $M_w$ )が500g/molを超えるAVが4.5を超えるポリマーを含む分散剤とを含む研磨スラリーから得られ、ここで $AV = 1000 \times [(\text{アミン価}) / (M_w)]$ である。

20

【0007】

別の実施態様では、本発明の研磨物品コーティングは、超砥粒と、連続相と、分子量( $M_w$ )が10,000g/molを超えるAVが1.0を超えるポリマーを含む分散剤とを含む研磨スラリーから得られる。

【0008】

さらに別の実施態様では、本発明の研磨物品コーティングは、超砥粒と、連続相と、分子量( $M_w$ )が100,000g/molを超えるAVが0を超えるポリマーを含む分散剤とを含む研磨スラリーから得られる。

30

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

定義

「分子量( $M_w$ )」とは、バレックスII ELS D (Varex II ELS D) 検出器によるゲル浸透クロマトグラフィーを使用し、後述する分子量測定の項の説明のように測定される単位g/molの重量平均分子量を意味する。

【0010】

「アミン価」とは、ASTM標準試験D2073-92に準拠して、測定、または測定および補正によって有効ポリマー1gにおける値で求められる、ポリマーの単位mg KOH/gにおける全アミン価を意味する。

【0011】

「アンカー基」とは、砥粒と結合する分散剤上の官能基を意味する。

【0012】

「バインダー」とは、砥粒をバッキングに接合させる組成物を意味する。

40

【0013】

「バインダー前駆体」とは、スラリー中に存在するときのバインダーの成分を意味する。

【0014】

「連続相」とは、超砥粒を分散させるために使用される溶媒、バインダー前駆体、またはその両方を意味する。

【0015】

本発明は、連続相中で混合された砥粒の不連続相と分散剤とを含む分散体を含む。分散体は、当技術分野で公知のあらゆる機械的攪拌方法、たとえば振盪、混合、高剪断混合、

50

衝撃粉碎、媒体粉碎、または超音波処理によって得ることができる。

【 0 0 1 6 】

## 砾 粒

本発明で使用される砥粒は超砥粒である。一般に、各超砥粒の粒度は約2μm未満であり、たとえば1μm未満である。ある実施態様では、粒度は0.1μmを超える、たとえば約0.15μmを超える。好適な砥粒の具体例では粒度が0.2μmを超える、たとえば約0.4μmを超える。超砥粒の例としては、立方晶窒化ホウ素およびダイヤモンドの粒子が挙げられる。これらの超砥粒は天然物（たとえば天然ダイヤモンド）または合成物（たとえば立方晶窒化ホウ素および合成ダイヤモンド）でもよい。超砥粒は、互いに会合した塊状形状であってもよいし、あるいは針状形状であってもよい。一般に、超砥粒には表面コーティングは行われない。本発明の研磨物品は、超砥粒および従来の砥粒（たとえばアルミナ、炭化ケイ素、セリア、およびシリカ）の混合物を含んでもよい。

10

[ 0 0 1 7 ]

## 分散剤

本発明で使用される分散剤は、陽イオン性アンカー基を有する高分子量ポリマーを含む一種のポリマー分散剤である。一般に高分子量とは、分子量( $M_w$ )が500を超える、一般に1000を超えることを意味する。ある実施態様では分子量( $M_w$ )は10,000を超える、別の実施態様では分子量( $M_w$ )は150,000を超える。一般に、アンカー基は第2級、第3級、または第4級のアミンを含む。分散剤は他の官能基、たとえば酸性基(たとえばカルボン酸、サルフェート、ホスフェート)、シリコーン類、およびフルオロカーボンをさらに有してもよく、その一部によってもアンカー機能が得られてもよい。このポリマーは、炭化水素、ポリアクリル、ポリメタクリル、ポリウレタン、ポリエステル、ポリエーテル、ポリイミン、およびそれらのコポリマーであってよい。ある実施態様では、好適な分散剤は、アミン価が10を超えるポリマーである。

20

[ 0 0 1 8 ]

好適な分散剤は、アミン価と分子量の間の関係によって選択される。この関係は次式：

$$AV = 1000 \times [(\text{アミン価}) / (M_w)]$$

によって定義することができる。好適な分散剤は、500を超えるあらゆるMw、特に1,000を超えるMwの場合、AVが4.5を超える。分散剤の具体例としては、分子量(Mw)が約3000~約4000の間でありAVが約5~約7.5の間である分散剤、分子量(Mw)が約8000~約9000の間でありAVが約12~約13の間である分散剤が挙げられる。

30

[ 0 0 1 9 ]

別の好適な分散剤は、10,000を超えるあらゆるMwにおいてAVが1を超える。別の好適な分散剤の種類としては、AVが0を超えMwが100,000を超える、特にMwが150,000を超える分散剤が挙げられる。

[ 0 0 2 0 ]

一般に、好適な分散剤は、好適な粒度分布を付与し、前述のように攪拌によって適切に分散させた後で溶液から超砥粒が沈殿するのを実質的に遅延させる。

[ 0 0 2 1 ]

好適な分散剤の例としては、オハイオ州ストーのエフカ・アディティブズ U S A ・インコーポレイテッド ( E F K A A d d i t i v e s U S A , I n c . , S t o w , O H ) より商品名エフカ 4 4 0 0 ( E F K A 4 4 0 0 ) およびエフカ 4 0 4 6 ( E F K A 4 0 4 6 ) で市販される分散剤、ならびにノースカロライナ州シャーロットのアベシア・ピグメンツ・アンド・アディティブズ ( A v e c i a P i g m e n t s a n d A d d i t i v e s , C h a r l o t t e , N . C . ) より商品名ソルスパース 2 4 0 0 0 S C ( S O L S P E R S E 2 4 0 0 0 S C ) およびソルスパース 3 2 0 0 0 ( S O L S P E R S E 3 2 0 0 0 ) で市販される分散剤が挙げられる。

18

〔 0 0 2 2 〕

## 連續相

50

本発明の分散体は連続相の内部に形成される。この連続相は、反応性（たとえば硬化性材料）または蒸発性（すなわち乾燥性溶媒）であってよい。ある実施態様では、連続相は反応性材料および蒸発性材料の混合物である。一般に連続相は、研磨物品のバインダーになるバインダー前駆体を含む。一般に連続相は有機液体である。

#### 【0023】

##### 溶媒

ある実施態様では、連続相は溶媒であり、たとえば蒸発性の溶媒である。溶媒は、アルコール、グリコールエーテル、ラクテート、およびグリコールエーテルアセテートなどのプロトン性溶媒、または非プロトン性溶媒であってよい。特定の実施態様では、溶媒は、炭化水素、ケトン、エーテル、フルオロカーボン、ハイドロ-フルオロエーテル、およびアセテートなどの実質的に非プロトン性の蒸発性溶媒である。本発明の特定の実施態様では、蒸発性溶媒はメチルエチルケトンである。

10

#### 【0024】

##### バインダー前駆体

ある実施態様では、反応性または非反応性のいずれかであるバインダー前駆体は、分散体の連続相となる。たとえば、反応性バインダー前駆体は、被覆研磨物品を形成するために、蒸発性溶媒を有する分散体に加えることができる。本発明で有用なバインダー前駆体は、水素結合、ファンデルワールス力などによって分散剤の利点が損なわれることのない範囲内で、研磨材技術分野で一般に使用されるバインダー前駆体から選択することができる。バインダー前駆体は、研磨物品の意図する用途に必要な所望の性質を有するように選択すべきである。非反応性バインダー前駆体は、固化させるために乾燥のみを必要とし、さらなる反応硬化は必要としない。たとえば、ある種のポリエステル樹脂、アクリル樹脂、およびセルロース樹脂は、さらなる反応硬化を使用しなくても固化する。

20

#### 【0025】

ある種のバインダーは、バインダー前駆体を反応硬化させることによって得られる。このようなバインダーとしては、熱硬化性バインダー、架橋性バインダー、および付加（連鎖反応）重合によって硬化可能なバインダーが挙げられる。研磨物品の製造中、バインダー前駆体の重合または硬化過程の開始を促進するエネルギー源にスラリーを曝露して、バインダーを得ることができる。エネルギー源の例としては、熱エネルギーおよび放射エネルギー（たとえば電子ビーム、紫外光、および可視光の放射線）が挙げられる。

30

#### 【0026】

付加重合によって硬化可能なバインダー前駆体は一般にフリーラジカル開始剤またはイオン開始剤を必要とする。フリーラジカルまたはイオンは、光開始剤または熱開始剤をバインダー前駆体に加えることによって生成させることができる。光開始剤が単独で使用される場合、あるいは紫外線または可視光などの化学線に曝露される場合に、光開始剤はフリーラジカルまたはイオンを生成する。熱開始剤が使用される場合、熱によってフリーラジカルまたはイオンが発生する。このフリーラジカルまたはイオンは、バインダー前駆体の重合を開始させる。放射線または熱に曝露することでフリーラジカルを生成する有用な開始剤の例としては、有機過酸化物、アゾ化合物、キノン類、ベンゾフェノン類、ニトロソ化合物、ハロゲン化アクリル、ヒドロゾン類、メルカプト化合物、ピリリウム化合物、トリアクリルイミダゾール類、ビスイミダゾール類、クロロアルキルトリアジン、ベンゾインエーテル類、ベンジルケタール類、チオキサントン類、およびアセトフェノン誘導体、ならびにそれらの混合物が挙げられる。

40

#### 【0027】

付加（連鎖反応）重合によって硬化可能な典型的なバインダー前駆体の例としては、エチレン系不飽和を有するポリマー、オリゴマー、およびモノマー、たとえばスチレン、ジビニルベンゼン、ビニルトルエン、およびペンダント，不飽和カルボニル基を有するアミノラスト樹脂など（1分子当たり少なくとも1.1個のペンダント，不飽和カルボニル基を有するもの、または米国特許第4,903,440号明細書に記載されるようなオリゴマーを含む）；アクリル化樹脂、たとえば少なくとも1つのペンダントアクリ

50

レート基を有するイソシアヌレート樹脂（トリス（ヒドロキシエチル）イソシアヌレートのトリアクリレートなど）、アクリル化ウレタン樹脂、アクリル化工ポキシ樹脂、および少なくとも1つのペンダントアクリレート基を有するイソシアネート誘導体が挙げられる。上記バインダー前駆体の混合物を使用することもできる。用語「アクリル化」とは、一アクリル化、一メタクリル化、多アクリル化、および多メタクリル化されたモノマー、オリゴマー、およびポリマーを含むことを意味する。好適な溶媒中に溶解するのであれば、室温で固体であるバインダー前駆体を使用してもよい。

## 【0028】

非放射線硬化性のウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、およびポリマーイソシアネートも、本発明のスラリー中でバインダー前駆体として機能しうる。好適なウレタン樹脂としては、短鎖活性水素官能性モノマー（たとえばトリメチロールプロパンモノアリルエーテル、エタノールアミンなど）、または長鎖活性水素官能性ブレポリマー（たとえばヒドロキシ末端ポリブタジエン、ポリエステル樹脂）、またはその両方と、ポリイソシアネートと、任意に架橋開始剤との反応生成物が挙げられる。必ずしも必要ではないが、米国特許第4,202,957号明細書に記載されるようなウレタン触媒を使用してもよい。

## 【0029】

エポキシ樹脂はオキシラン（エポキシド）を有し、開環によって重合する。エチレン系不飽和結合を含有しないエポキシ樹脂は、一般に、カチオン開始剤を使用する必要がある。これらの樹脂は、樹脂の主鎖および置換基の性質によって性質が大きく変化する。たとえば主鎖は、エポキシ樹脂と通常関連があるあらゆる種類のものであってよく、それに結合する置換基は、室温でオキシラン環に対して反応性の（または反応性にすることができる）活性水素原子が存在しないあらゆる基であってよい。許容される置換基の代表例としては、ハロゲン、エステル基、エーテル基、スルホネート基、シロキサン基、ニトロ基、およびホスフェート基が挙げられる。エチレン系不飽和基を有さないエポキシ樹脂の例としては、2,2-ビス[4-(2,3-エポキシプロポキシ)-フェニル]プロパン（ビスフェノールAのジグリシジルエーテル）およびフェノールホルムアルデヒドノボラック樹脂のグリシジルエーテルが挙げられる。

## 【0030】

カチオン光開始剤は酸源を発生して、付加重合により硬化可能なバインダー前駆体の重合を開始させる。カチオン光開始剤は、カラー（Culler）に付与された米国特許第5,368,619号明細書に記載されている。

## 【0031】

バインダー前駆体は、典型的には本発明のスラリー中に、溶液またはスラリーの全重量の約10～約80乾燥重量%で存在し、ある実施態様では溶液またはスラリーの全重量の約30～約70乾燥重量%で存在する。

## 【0032】

## 添加剤

本発明の研磨コーティングは、任意選択の添加剤をさらに含むことができ、たとえば砥粒表面改質剤、カップリング剤、充填剤、発泡剤、纖維、帶電防止剤、硬化剤、懸濁剤、光増感剤、潤滑剤、湿潤剤、界面活性剤、顔料、染料、UV安定剤、および酸化防止剤を含むことができる。これらの材料の量は、所望の性質が得られるように選択される。

## 【0033】

添加剤の具体例としては、ニュージャージー州バウンドブルックのサイテック・インダストリーズ（Cytac Industries, Bound Brook, NJ）より市販され商品名エアロゾルAY50（AEROSOL AY 50）で販売されるものなどの界面活性剤、およびアリゾナ州テンペのパイラム・プロダクツ・カンパニー（Pyram Products Co., Tempe, AZ）より入手可能であり商品名パイラム・リキッド・オイル・ペーブル522982（Pyram Liquid Oil Purple 522982）で販売されるものなどの可溶性染料が挙げられる。

10

20

20

30

40

50

## 【0034】

## スラリー

本発明のスラリーは、すべての成分、たとえば砥粒、連続相、分散剤、および希望に応じてコーティング用の任意の添加剤を混合することによって形成される。

## 【0035】

## パッキング

本発明の方法に使用される研磨物品に使用することができる典型的なパッキングの例としては、ポリマーフィルム、プライマー処理されたポリマーフィルム、布、紙、不織布、およびそれらの処理された種類のもの、およびそれらの組み合わせが挙げられる。本発明の実施における研磨中、ラップ仕上手段に大量の水が典型的に使用されるので、研磨作業中にパッキングが大きく劣化しないようにするために、紙または布のパッキングは耐水性処理を行うべきである。

## 【0036】

パッキングの具体的な一種はポリマーフィルムであり、その例としては、ポリエステルフィルム、ポリエステルおよびコポリエステル、微小空隙ポリエステルフィルム、ポリイミドフィルム、ポリアミドフィルム、ポリビニルアルコールフィルム、ポリプロピレンフィルム、ポリエチレンフィルムなどが挙げられる。たとえば、好適なポリマーフィルムはポリエチレンテレフタレートである。硬化したスラリーは、ポリマーフィルムパッキングに対して良好な接着性を有するべきである。多くの場合、ポリマーフィルムパッキングはプライマー処理される。

## 【0037】

プライマーは、表面変質型または化学型のプライマーであってよい。表面変質型の例としては、コロナ処理、UV処理、電子ビーム処理、火炎処理、および表面積を増加させるためのスカフィングが挙げられる。化学型プライマーの例としては、米国特許第3,188,265号明細書(シャルボノー(Charbonneau)ら)に開示されるようなエチレンアクリル酸コポリマー、米国特許第4,906,523号明細書(ビルカジ(Bilkadi)ら)に教示されるコロイド状分散体、米国特許第4,749,617号明細書(キャンティ(Canty))に開示されるようなアジリジン型材料、ならびに米国特許第4,563,388号明細書(ボンク(Bonk)ら)および米国特許第4,933,234号明細書(コウベ(Kobe)ら)に教示される放射線グラフト化プライマーが挙げられる。

## 【0038】

結果として得られる被覆研磨材を支持パッドまたはバックアップパッドを固定するために、パッキングは、スラリーのコーティングと反対側の表面上に取り付け手段を有してもよい。この取り付け手段は、感圧接着剤(PSA)またはテープ、フック・ループ取り付け具のループ布、または相互かみ合い取り付け装置であってよい。

## 【0039】

パッキングは、意図される使用条件下でバインダーおよび砥粒を支持するために十分な強度を有するべきである。さらにパッキングは、ラップ仕上工具の表面上に取り付けられるように十分に可撓性であるべきである。ラップ仕上用フィルムを高精度物品の仕上に好都合に使用できるように、一般にパッキングは平滑で均一な厚さを有することが望ましい。

## 【0040】

パッキングは、コーティングを搭載するために十分な強度が得られるように十分な厚さを有するべきであるが、可撓性に悪影響が生じるほど厚くなるべきではない。典型的には、パッキングの厚さは約10ミル(254μm)未満、たとえば2ミル(50.8μm)~3ミル(76.2μm)となるべきである。

## 【0041】

## 研磨物品の製造方法

本発明の一方法によるラップ処理用被覆研磨材などの研磨物品を製造するために、最初

に本発明のスラリーが、バッキングの少なくとも一面上にコーティングされる。このスラリーは、たとえば吹き付け、ロールコーティング、押出コーティング、またはナイフコーティングによって適用することができる。続いて、選択された系において必要に応じて、溶媒およびバインダー前駆体が蒸発または反応してコーティングを形成するようにスラリーが処理される。たとえば、蒸発性溶媒が存在する場合は、スラリーを乾燥する必要がある。またスラリーは、バインダー前駆体を固化させる（たとえば反応または乾燥させる）条件に置かれる。このような硬化条件としては、熱曝露、紫外光曝露、電子ビーム曝露、アミン蒸気曝露、および湿気曝露が挙げられる。

#### 【0042】

ある実施態様では、結果として得られるラップ仕上用フィルムが三次元形状を有する。本発明のスラリーがコーティングされたバッキングは、蒸発または硬化の前に、パターン形成された製造工具の外面と接触させることができる。スラリーがパターン形成された表面をぬらして、中間物品が形成される。次に、この中間物品は製造工具から取り外される。一般に、これは連続工程である。別 の方法では、最初にスラリーが製造工具に適用され、スラリーがコーティングされた製造工具は、工具およびバッキングの間にスラリーが存在するようにバッキングと接触させられ、必要に応じて乾燥させたスラリーは硬化条件に曝露される。本発明に記載される新規態様以外のラップ仕上用被覆研磨材の製造方法の1つが、ピーパー（P e p e r）らに付与された米国特許第5,152,917号明細書に記載されている。

#### 【0043】

有効な研磨特性を得るために、最終研磨物品上のコーティングは、いかなる場所でも約20重量%～90重量%の間の超砥粒を含むことができる。一般に本発明の研磨コーティングは、約20重量%～80重量%の超砥粒を含む。具体例では、本発明の研磨コーティングは少なくとも約30重量%の超砥粒、たとえば約30重量%～80重量%の超砥粒を含む。好適なダイヤモンドラップ仕上用フィルムでは、後述の定義されるフラップラップ試験において15.0～25.0mgの切削量が得られる。

#### 【0044】

本発明の範囲を限定することを意図しない以下の実施例によって、本発明をさらに説明する。これらの実施例は、単に説明のみを目的としており、添付の請求項の範囲を限定することを意味するものではない。実施例および明細書の残りの部分におけるすべての部、パーセント値、比率などは、他に明記しない限りは重量を基準としている。

#### 【実施例】

#### 【0045】

材料および供給元

10

20

30

材料名	説明	供給元
エフカ4400(Efka 4400)	ポリマー分散剤	エフカ・アディティブズUSA・インコーポレイテッド(オハイオ州ストー)(EFKA Additives USA, Inc. Stow, Ohio)
エフカ4046(Efka 4046)	ポリマー分散剤	エフカ・アディティブズUSA・インコーポレイテッド(オハイオ州ストー)(EFKA Additives USA, Inc. Stow, Ohio)
ソルスパークPD-9000 (Solsperse PD-9000)	ポリマー分散剤	アベシア・ピグメンツ・アンド・アディティブズ(ノースカロライナ州シャーロット)(Avecia Pigments and Additives Charlotte, NC)
ソルスパーク24000 SC (Solsperse 24000 SC)	ポリマー分散剤	アベシア・ピグメンツ・アンド・アディティブズ(ノースカロライナ州シャーロット)(Avecia Pigments and Additives Charlotte, NC)
ソルスパーク 32000 (Solsperse 32000)	ポリマー分散剤	アベシア・ピグメンツ・アンド・アディティブズ(ノースカロライナ州シャーロット)(Avecia Pigments and Additives Charlotte, NC)
ラクチモン(Lactimon)	湿潤及び分散添加剤	ビックケミーUSA・インコーポレイテッド(イリノイ州パロスパーク)(Byk-Chemie USA Inc. Palos Park, Ill.)
ディスパー ビック-161 (Disperbyk-161)	ポリマー分散剤	ビックケミーUSA・インコーポレイテッド(イリノイ州パロスパーク)(Byk-Chemie USA Inc. Palos Park, Ill.)
ディスパー ビック-164 (Disperbyk-164)	ポリマー分散剤	ビックケミーUSA・インコーポレイテッド(イリノイ州パロスパーク)(Byk-Chemie USA Inc. Palos Park, Ill.)
エアロゾルAY50 (Aerosol AY 50)	界面活性剤	サイテック・インダストリーズ(ニュージャージー州バウンドブルック)(Cytec Industries, Boundbrook, NJ))
バリクワットCC-59 (Variquat CC-59)	第4級アミン 湿潤剤	ゴールドシュミット・ケミカル・コーポレーション(ウィスコンシン州ジェーンズビル)(Goldschmidt Chemical Corp., Janesville, WI)
SJK-5C3M	0~2ミクロン ( $\mu$ ) ダイヤモンド粉末	ゼネラル・エレクトリック・ミクロン・プロダクツ(フロリダ州ディアフィールドビーチ)(General Electric Micron Products Deerfield Beach, FL)
トーメイ(Tomei) ダイヤモンド	250nm ダイヤモンド粉末	トーメイ・コーポレーション・オブ・アメリカ(ニュージャージー州エングルウッドクリフツ)(Tomei Corporation of America Englewood Cliffs, NJ)
YP-50S	フェノキシ樹脂	トーホウ・カセイ・カンパニー・リミテッド、イナバラ・アメリカ・コーポレーション(ニューヨーク州ニューヨーク)Toho Kasei Co. Ltd., Inabata America Corp., New York, NY)
モンジュール-MRS (Mondur-MRS)	イソシアネート 架橋剤	バイエル・コーポレーション(ペンシルバニア州ピッツバーグ)(Bayer Corporation, Pittsburgh, PA)
シルウェットL-7200 (Silwet L-7200)	シリコーン/ エチレンオキシド/ プロピレンオキシド湿潤剤	OSiスペシャルティーズ(コネチカット州グリニッヂ)(OSi Specialties, Greenwich, CT)

## 粉碎手順

約40ccの直径0.5mmのイットリア安定化ジルコニアビーズ(オハイオ州ハドソンの東ソー(Tosoh, Hudson, OH)またはジョージア州アトランタの東セラミックス、ジョージ・ミスバッカ・アンド・カンパニー(Toray Ceramics, George Missbach & Co., Atlanta, GA)より入手可能)を、ホックマイヤーHM-1/16ミクロ・ミル・エレクトリック(Hockmeyer HM-1/16 Micro Mill Electric)(「ホックマイヤー・ミル(Hockmeyer mill)」)(ニュージャージー州ハリソンのホックマイヤー・イクイップメント・コーポレーション(Hockmeyer Equipment Corp., Harrison, NJ))のかごに入れた。所望の超砥粒を秤量してチヤンバーに入れた。次に指定の分散剤および溶媒をダイヤモンド粉末の上から注ぎ、スパチュラで簡単に攪拌した。得られた混合物を次に、ホックマイヤーミルの70%速度設定(約4200rpm)で粉碎した。

## 【0047】

### 分子量測定

ポリマー分散剤の分子量測定にはゲル浸透クロマトグラフィーを使用する。適切な濃度0.25%になるように試料をテトラヒドロフランに溶解した。注入前にこの溶液を0.2μm PTFE使い捨てフィルターで濾過した。注入体積は150μlとした。試料溶液をシェーカーで少なくとも24時間激しく振盪してから、濾過および注入を行った。使用した装置は、ウォーターズ2690アライアンス・インジェクター/ポンプ・システム(Waters 2690 Alliance Injector/Pump System)(マサチューセッツ州ミルフォードのウォーターズ・コーポレーション(Waters Corp., Milford, MA)を備え、バレックスELSD II Aマス・ディテクター(Varex ELSD II A Mass Detector)(イリノイ州ディアフィールドのアルテック・アソシエーツ・インコーポレイテッド(Altech Associates Inc., Deerfield, IL))、カラム:ジョーディ・ミックスド・ベッド(Jordi Mixed Bed)(50cm)1本およびジョーディ500A(Jordi 500 A)1本(25cm)(マサチューセッツ州ベーリングハムのジョーディ・アソシエーツ(Jordi Associates, Belingham, MA))を搭載した。流速は1.0ml/分とした。較正に使用した標準物質はポリスチレン標準物質(イージカル(Easical))(マサチューセッツ州アーマストのポリマー・ラボラトリーズ・インコーポレイテッド(Polymer Laboratories, Inc., Amherst, MA))であった。

## 【0048】

以下の表1は、供給元から入手した状態の分散剤材料の分散剤試料の上記手順を使用して求めた分子量(Mw)を示している。

## 【0049】

表1

分散剤	Mw
ディスパービック-161(Disperbyk-161)	141653
ディスパービック-164(Disperbyk-164)	6217
ソルスパース24000 SC(Solsperse 24000 SC)	3990
ソルスパース32000(Solsperse 32000)	3060
エフカ4400(EFKA 4400)	8121
エフカ4046(EFKA 4046)	192532

10

20

30

40

50

## 【0050】

## アミン価測定

分散剤の全アミン価を滴定によって測定した。これらの滴定には、メトローム751タ  
イトリノ<sup>TM</sup> (Metrohm 751 Titriano<sup>TM</sup>) 自動滴定装置 (スイスの  
ヘリザウのメトローム・リミテッド (Metrohm, Ltd., Herisau, Swi  
tzerland)) およびロス (Ross) 兼用ガラス電極 (マサチューセッツ州ケ  
ンブリッジのオリオン・リサーチ・インコーポレイテッド (Orion Research, Inc., Cambridge, MA)) を使用した。動的滴定のパラメータは、p  
H 滴定モード、通常滴定速度、最小増分 10  $\mu$ L、および滴定液としてイソプロピルアル  
コール中 0.0995 N HCl であった。使用した方法は、全アミン価のASTM標準  
試験 D 2073-92 に対応する。供給元から入手した状態の分散剤を、トルエンおよび  
イソプロピルアルコールの 1:1 混合物 50 mL に溶解した。次に、この溶液を終点まで  
滴定した。各試料について 3 回ずつ分析を行った。次に、有効成分 1 g 当たりについてア  
ミン価を計算し、これを表 2 に示す。

## 【0051】

表 2

分散剤	測定値	有効成分の重量% (供給元提供)	アミン価(補正済)
ディスパー ビック-161 (Disperbyk-161)	12.4	30	41.3
ディスパー ビック-164 (Disperbyk-164)	16.6	60	27.7
ソルスパー ス24000 SC (Solsperse 24000 SC)	28.0	100	28.0
ソルスパー ス32000 (Solsperse 32000)	17.2	100	17.2
エフカ4400 (EFKA 4400)	42.2	40	105.5
エフカ4046 (EFKA 4046)	15.2	40	38.0
ソルスパー スPD-9000 (Solsperse PD-9000)	0.0	100	0.0

## 【0052】

次に、各試料の AV を式

$$AV = 1000 \times [(アミン価) / (M_w)]$$

を使用して計算した。結果を表 3 に示す。

## 【0053】

表 3

10

20

30

40

分散剤	アミン価	Mw	AV
ディスパー ビック-161 (Disperbyk-161)	41.3	141653	0.29
ディスパー ビック-164 (Disperbyk-164)	27.7	6217	4.45
ソルスパー ス24000 SC (Solsperse 24000 SC)	28.0	3990	7.02
ソルスパー ス32000 (Solsperse 32000)	17.2	3060	5.62
エフカ4400(EFKA 4400)	105.5	8121	12.99
エフカ4046(EFKA 4046)	38.0	192532	0.197
ソルスパー スPD-9000 (Solsperse PD-9000)	0.0	不明	0

10

20

30

## 【0054】

## 実施例1～3および比較例A～C

3 g のダイヤモンド (SJK<sup>\*</sup> - 5C3Mダイヤモンド、公称直径 1  $\mu\text{m}$ )、0.2 g の分散活性物質、および全試料重量を 10 g にするために十分な量のメチルエチルケトンを含む試料の超音波処理を行い、その外観を記録することによって、分散剤の初期スクリーニングを行った。ダイヤモンド、分散剤、およびメチルエチルケトンを最初に木製の棒で混合し、続いてベンチトップ型ガラス器具洗浄用超音波浴中で 10 分間超音波処理した。次に、試料を最長 1 時間静置した。その外観を記録し、コールター N 4 + 動的光散乱装置 (Coulter N 4 + Dynamic Light Scattering device) (フロリダ州マイアミのコールター・コーポレーション (Coulter Corp. Miami, FL)) を使用し 1 - メトキシ - 2 - プロパノール中 25% で粒度を測定した。結果を表 4 に示す。

## 【0055】

表 4

実施例	分散剤	外観	測定粒度
比較例A	なし	3 分で透明流体と、底部に灰色ケーキ	測定せず
比較例B	ラクチモン (Lactimon)	3 分で透明流体と、底部に灰色ケーキ	$>3 \mu m$
1	エフカ4046 (Efka 4046)	1 時間、不透明懸濁液	779.6nm
比較例C	ソルスパーク PD-9000 (Solsperse PD-9000)	1 時間、不透明懸濁液	87% 557.0nm、 13% 1915.9nm
2	ソルスパーク 32000 (Solsperse 32000)	1 時間、不透明懸濁液	65% 941.6nm、 35% 414.0nm
3	ディスパービック-161 (Disperbyk-161)	1 時間、不透明懸濁液	64% 1556.2nm、 36% 498.2nm

10

20

30

## 【0056】

## 実施例4～7および比較例D～G

2 g のダイヤモンド (SJK<sup>\*</sup> - 5C3Mダイヤモンド、公称直径 1  $\mu m$  )、0.5 g の分散活性物質、および全試料重量を 5 g にするために十分な量のメチルエチルケトンを含む試料の超音波処理を行い、その外観を記録することによって、分散剤の初期スクリーニングを行った。ダイヤモンド、分散剤、およびメチルエチルケトンを最初に木製の棒で混合し、20 kHz において 300 W の連続出力 (直径 1/2 インチの「マイクロチップ」ホーンを取り付けたウルトラソニック・プロセッサ・モデル GE600-5 (ultrasonic Processor Model GE600-5)、ニュージャージー州バインランドのエース・グラス・インコーポレイテッド (Ace Glass Inc., Vineland, N.J.) ) で 25 秒間超音波処理した。次に、試料を最長 1 時間静置した。その外観を記録し、コールター N 4+ 動的光散乱装置 (Coulter N 4+ Dynamic Light Scattering device) (フロリダ州マイアミのコールター・コーポレーション (Coulter Corp. Miami, FL) ) を使用し 1 - メトキシ - 2 - プロパノール中 25 で粒度を測定した。沈降 5 分以内に透明層が形成される試料については、他に明記市内限り粒度分布を測定しなかった。結果を表 5 に示す。

## 【0057】

表 5

実施例	分散剤	5分後の外観	測定粒度
4	エフカ4046(Efka 4046)	濁り	790nm
5	エフカ4400(Efka 4400)	濁り	768nm
6	ソルスパー32000 (Solsperse 32000)	濁り	780nm
比較例D	PD-9000	透明	測定せず
7	ディスパービック-164 (Disperbyk-164)	透明	790～1500nm
比較例E	ドデシル硫酸ナトリウム	透明	測定せず
比較例F	臭化セチルトリメチルアンモニウム	透明	測定せず
比較例G	シリウェットL-7200(Silwet L-7200)	透明	>3 μ m

10

20

30

## 【0058】

## 実施例8～13および比較例H～I

一連のダイヤモンド分散体 (SJK<sup>\*</sup> - 5C3Mダイヤモンド) を調製し、ダイヤモンド含有量を基準にして有効成分10%の量で評価を行った。直径25mmのガラスビン中で分散剤を秤量し、材料の合計が9.00gとなるまでメチルエチルケトンを加えることによって初期スラリーを調製した。分散剤を溶解させた後、指定量のダイヤモンド (SJK<sup>\*</sup> - 5C3M) を加えた。試料を調製してから、手で振り混ぜ、5分間沈降させた。溶媒および浮遊するダイヤモンドの薄灰色層の下の暗灰色層として観察される沈降した分散体の液面の高さを測定し、ビン底部からのmmで記録した。次に、各ビンを20kHzにおいて300Wの連続出力 (直径1/2インチの「マイクロチップ」ホーンを取り付けたウルトラソニック・プロセッサ・モデルGE600-5 (Ultrasonic Processor Model GE600-5)、ニュージャージー州バインランドのエース・グラス・インコーポレイテッド (Ace Glass Inc., Vineland, N.J.)) で20秒間超音波処理した。試料を再び5分間静置して、沈降した分散体の測定を繰り返した。試料の沈降をさらに25分続け (超音波処理後、合計30分)、沈降した分散体の測定を再度実施した。次に、ビンのふたを開けて、木製攪拌棒 (直径3mm) 分散体中にゆっくり下ろして、ケーキ状材料が底部に感じられるかどうかを調べた。再度ビンにふたをして、ゆっくりと横に傾け、ケーキ状材料が存在するかどうかを目視で観察した。実際の重量を以下の表6に示す。

## 【0059】

表6：ダイヤモンド分散体の調製

実施例	分散剤	分散剤重量 (g)	ダイヤモンド重量 (g)
8	ソルスパース24000 SC (Solsperse 24000 SC)	0.1	1.12
9	ソルスパース32000 (Solsperse 32000)	0.1	1.00
10	エフカ4400(Efka 4400)	0.25	1.02
11	エフカ4046(Efka 4046)	0.25	1.00
12	ディスパー ビック-161 (Disperbyk-161)	0.33	1.13
13	ディスパー ビック-164 (Disperbyk-164)	0.17	1.02
比較例H	ラクチモン(Lactimon)	0.20	1.02
比較例I	ソルスパースPD-9000 (Solsperse PD-9000)	0.10	1.00

10

20

## 【0060】

試験結果を以下の表7にまとめる。

## 【0061】

表7：超音波処理前後の1μmダイヤモンド分散体の分析

実施例	5分後沈降* (mm)	5分後沈降* *(mm)	30分後沈降** (mm)	棒により 検出された ケーキ	目視で 検出された ケーキ
8	23	26	25	なし	なし
9	23	25	22	なし	なし
10	23	26	24	なし	なし
11	23	25	24	なし	なし
12	23	25	23	あり	あり
13	7	10	3	あり	あり
比較例H	5	6	5	あり	あり
比較例I	22	24	24	なし	なし

30

40

\* 超音波処理前

\*\* 超音波処理後

## 【0062】

「沈降した分散体」の高さが高いほど（すなわち、沈降が少ないほど）、良好な分散体である。ピン底部にケーキが目視で観察されないことは、良好な分散体の別の主観的指標となる。

## 【0063】

最後に、ピンを手で振り混ぜ、ホリバ(Horiba)光散乱粒度分析装置(カリリフォルニア州アービンのホリバ・インストルメンツ・カンパニー(Horiba Instr

50

ument s Company, Ir v i n e, C A )、モデル L A - 9 1 0 ( Model L A - 9 1 0 )による粒度分析のために、必要であればメチルエチルケトンを使用して試料を希釈した。試料を調製してから(試料セル中で希釈)できるだけ早く試料を分析し、次に、セル中での凝集(発生するのであれば)を観察するために、最初の分析終了から3分後に再分析した。結果を以下の表8にまとめる。

## 【0064】

表8：分散体の分析

実施例	初期分析			2回目の分析		
	$d_{50}(\mu)$	$d_{99.5}(\mu)$	% <1.5 $\mu$	$d_{50}(\mu)$	$d_{99.5}(\mu)$	% <1.5 $\mu$
8	0.995	2.587	86.2	0.981	2.560	87.0
9	0.988	2.612	86.3	0.993	2.659	85.7
10	1.042	2.796	82.7	1.046	2.807	82.4
11	1.034	2.772	83.2	1.055	2.781	82.3
12	1.067	2.615	86.0	1.026	2.745	83.8
13	1.103	2.977	78.2	1.103	2.963	78.4
比較例H	1.814	5.359	35.2	1.800	5.217	35.6
比較例I	1.259	3.631	65.5	1.265	3.642	65.1

## 【0065】

$d_{50}$ および $d_{99.5}$ の値が低いほど、良好な分散体である。1.5  $\mu$ m未満のパーセントが大きいほど、良好な分散体である。「初期」および「2回目」の分析値が互いに近いほど、良好な分散体である。

## 【0066】

実施例14

メチルエチルケトン中40%の分散剤(ソルスパース32000(Solspers 32000)(15.1g))の溶液を、402.4gのメチルエチルケトンと混合し、前述の粉碎手順に記載のように400.6gのダイヤモンド(SJK<sup>\*</sup>-5C3Mダイヤモンド粉末)の上に注いだ。 $t = 0$ 分、1分、2.5分、5.0分、10.0分、および20.0分でアリコートを採取し、ホリバ(Horiba)光散乱粒度分析装置(カリフォルニア州アービンのホリバ・インストルメンツ・カンパニー(Horiba Instruments Company, Ir v i n e, C A)、モデル L A - 9 1 0 (Model L A - 9 1 0))で試料を分析した。 $t = 10$ 分および20分における試料は、粒ゲージのヘグマン(Hegman)微粉度でも評価した。結果を表9に示す。

## 【0067】

表9

10

20

30

40

時間(分)	D <sub>50</sub> ( $\mu$ )	ヘグマン (Hegman) 観察
0	1.002	観察されず
1	1.097	観察されず
2.5	0.975	観察されず
5	0.881	観察されず
10	0.888	分散体は良好であり、わずかな凝集が見られる
20	0.990	分散体は良好であり、わずかな凝集が見られる

10

## 【0068】

## 実施例15

分散剤 (ソルスパース 24000 SC (S o l s p e r s e 2 4 0 0 0 S C ) ( 6 . 0 g ) ) および 395.7 g のメチルエチルケトンを清浄なビーカーに量り取り、分散剤が溶解するまでスパチュラで攪拌し、続いて前述の粉碎手順に記載のように 400.6 g のダイヤモンド (SJK\* - 5C3M ダイヤモンド粉末) の上に注いだ。50% の出力 (約 3000 rpm) で 20 分間粉碎を実施した。t = 0 分、1 分、2.5 分、5.0 分、10.0 分、および 20.0 分でアリコートを採取し、ホリバ (H o r i b a) 光散乱粒度分析装置 (カリフォルニア州アービンのホリバ・インストルメンツ・カンパニー (H o r i b a I n s t r u m e n t s C o m p a n y , I r v i n e , C A ) 、モデル LA-910 (Model L A - 910) ) で試料を分析した。t = 20 分における試料は、粒ゲージのヘグマン (H e g m a n) 微粉度でも評価した。結果を表 10 に示す。

20

## 【0069】

表 10

時間	D <sub>50</sub> ( $\mu$ )	ヘグマン (Hegman) 観察
0	0.906	観察されず
1	0.923	観察されず
2.5	0.887	観察されず
5	0.896	観察されず
10	0.944	観察されず
20	0.924	分散体は良好であり、わずかな凝集が見られる

30

## 【0070】

## 実施例16

前述の粉碎手順に従って、分散剤 (ソルスパース 24000 SC (S o l s p e r s e 2 4 0 0 0 S C ) ( 4 0 . 8 g ) ) および 239.7 g のメチルエチルケトンを、681 g のトーメイ (T o m e i) ダイヤモンドとともにホックマイヤーミル中に量り取った。「塊状物がなくなる」まで手で内容物を攪拌した。ミルを約 4200 rpm で 20 分間作動させた。記載の時間間隔でアリコートを採取し、t = 20 分における試料はホリバ (H o r i b a) 光散乱粒度分析装置 (カリフォルニア州アービンのホリバ・インストルメンツ・カンパニー (H o r i b a I n s t r u m e n t s C o m p a n y , I r v i n e , C A ) 、モデル LA-910 (Model L A - 910) ) で分析した。t = 20 分における試料は、粒ゲージのヘグマン (H e g m a n) 微粉度でも評価した。結果を表 11 に示す。

40

## 【0071】

表 11

50

時間(分)	$D_{50}(\mu)$	ヘグマン (Hegman) 観察
0	測定せず	無機物凝集体の沈降が速すぎて試料を採取できず
5	測定せず	試料を採取すると、わずかな凝集体が見られた
10	測定せず	分散体は良好であり、非常に少數の凝集物が存在した
20	0.296	分散体は非常に良好であり、凝集物は見られなかった

## 【0072】

## 実施例 17

4.5 g の界面活性剤 (エアロゾル A Y - 50 (Aerosol A Y - 50))、533.0 g のメチルエチルケトン、132.0 g のトルエン、および 36.5 g の 1 - メトキシ - 2 - プロパノールを混合釜に投入した。この釜に 270.8 g の前述の実施例 15 の分散体 (201 g のダイヤモンド (SJK<sup>\*</sup> - 5C3M)、3.0 g の分散剤 (ソルスパークス 24000SC (Solsperse 24000 SC))、および 66.8 g のメチルエチルケトンからなる) を加え、混合物を手で搅拌した。5.1 g の染料 (パイラム・リキッド・オイル・パープル 522982 (Pyram Liquid Oil Purple 522982)、アリゾナ州テンペのパイラム・プロダクツ・カンパニー (Pyram Products Co., Tempe, AZ))；トリス (テトラブロポキシル化) トリメチロールプロパンのモノリシン酸エステル (12.1 g、トルエン中 75 重量%)；5.0 g のバリクワット CC - 59 (Variquat CC - 59)；21% のネオペンチルグリコール、29% のポリ - - カブロラクトン、50% の MDI - イソシアネートを使用し従来のポリエステル縮合反応によって合成したポリエステルポリウレタン樹脂 (メチルエチルケトン中の 35% 溶液 246.0 g)；およびフェノキシ樹脂 (YP - 50S フェノキシ樹脂 (メチルエチルケトン中の 30% 溶液 123.0 g)) を加えた。得られたスラリーを 10 分間搅拌し、24.5 g のイソシアネート架橋剤 (モンジュール - MRS (Mondur - MRS)) を釜の中で混合した。得られた分散体を、3 ミル (73.5  $\mu\text{m}$ ) のポリエチレンテレフタレートフィルム上に、30 フィート / 分 (9.1 m / 分) において、ナイフ間隙 1.3 ミル (33  $\mu\text{m}$ ) でナイフコーティングし、長さ 200 フィート (60.6 m) のボックスオーブン中 225 °F (107.2

30) で乾燥させ、ロール上に巻き取った。オーブンから取り出したロールを 165 °F (73.3) 別のボックスオーブンに 24 時間入れ、続いて材料を取り出して、試験前に室温まで冷却した。

## 【0073】

## ラップラップ試験

寸法 1 / 16 インチ × 1 / 4 インチ × 1 インチ (1.58 mm × 6.35 mm × 25.4 mm) の 2 枚のカーバイド (# STB - 28A、イリノイ州ライルのケナメタル (Kenna Metal, Lisle, IL)) をシアノアクリレート接着剤で、1 / 4 インチ × 1 インチ × 1 インチ (6.35 mm × 25.4 mm × 25.4 mm) のアルミニウム板の平坦面の 1 / 16 インチ × 1 インチ (1.58 mm × 25.4 mm) 縁端部に沿って接着し、接着したカーバイド片が金属板に対して垂直になり、カーバイド片は互いに対しても平行となり、さらにカーバイド片の間隔が 3 / 4 インチ (19 mm) となるようにする。次に、この工作物を秤量し、レバーアームの下に取り付けて、4 1 / 2 インチ × 5 インチ (114 mm × 127 mm) のラップ仕上用フィルムに 2 つのカーバイド片を押し付け、2 枚のカーバイド片がラップ仕上用フィルムに対して常に水平になるようにする。次に、ラップ仕上用フィルムを鋼板に取り付け、この鋼板はモーターおよび偏心器で駆動し、ある軌道上を移動する。偏心器は、各回転で x および y 方向に ± 3 / 4 インチ (19 mm) 移動して鋼板が円形運動するように選択される。5 ポンド (22 N) の力で工作物をラップ仕上用フィルムに押し付け、ラップ仕上界面に脱イオン水および界面活性剤の 95 / 5 混合物 (コントラッド 70 (Contrad 70)、ペンシルバニア州ピッツバーグ

10

20

30

40

50

グのフィッシャー・サイエンティフィック (F i s h e r S c i e n t i f i c , P i t t s b u r g h , P A ) より入手可能) を 1 ~ 2 滴 / 秒で加えて潤滑しながら、ベースプレートおよびラップ仕上用フィルムを 3 0 4 ± 6 r p m で 5 0 0 0 回転させる。5 0 0 回転終了後、工作物を取り外し、残留潤滑剤および削りくずを取り除き、再度秤量する。試料に観察された切削量として m g 数の差を記録する。実施例 17 の物品は、m g 数の差が 1 5 . 1 m g となった。市販のダイヤモンドラップ仕上用フィルムでは、この試験で 1 5 . 0 ~ 2 5 . 0 m g の切削量が得られる。

【 0 0 7 4 】

当業者には、本発明の意図および範囲から逸脱しない本発明の種々の修正および変形が明らかとなるであろう。

## 【国際調査報告】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/US 03/01767

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
IPC 7 B24D3/34

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

## B. FIELDS SEARCHED

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

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

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

WPI Data, EPO-Internal, PAJ

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 867 757 A (PAYNE) 19 September 1989 (1989-09-19) abstract column 3, line 15 – line 52 ---	1,13,14, 16,17
A	US 5 814 113 A (NEULAND) 29 September 1998 (1998-09-29) abstract ---	1,13,14, 16,17
A	WO 01 08848 A (NORTON COMPANY) 8 February 2001 (2001-02-08) page 4, paragraph 1 -----	1,13,14, 16,17

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents:

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

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

Date of the actual completion of the international search  27 May 2003	Date of mailing of the international search report  04/06/2003
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentiaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer  Garella, M

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/US 03/01767

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
US 4867757	A 19-09-1989	NONE		
US 5814113	A 29-09-1998	US 5603739 A		18-02-1997
WO 0108848	A 08-02-2001	US 6375692 B1		23-04-2002
		AU 5274500 A		19-02-2001
		BR 0012824 A		30-04-2002
		CA 2379950 A1		08-02-2001
		CN 1360535 T		24-07-2002
		EP 1200231 A1		02-05-2002
		HU 0202174 A2		28-11-2002
		JP 2003505262 T		12-02-2003
		NO 20020456 A		29-01-2002
		NZ 515974 A		25-10-2002
		WO 0108848 A1		08-02-2001
		US 2002088183 A1		11-07-2002

## フロントページの続き

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	F I	テーマコード(参考)
	C 0 9 K	3/14 5 5 0 D
	C 0 9 K	3/14 5 5 0 F
	C 0 9 K	3/14 5 5 0 L
	C 0 9 K	3/14 5 5 0 Z

(81)指定国 AP(GH,GM,KE,LS,MW,MZ,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HU,IE,IT,LU,MC,NL,PT,SE,SI,SK,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC,EE,ES,FI,GB,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KP,KR,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX,MZ,NO,NZ,OM,PH,PL,PT,RO,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,UZ,VC,VN,YU,ZA,ZM,ZW

(72)発明者 ウィリアム・ジェイ・ハント

アメリカ合衆国 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7 ミネソタ州セント・ポール、ポスト・オフィス・ボックス 3  
3 4 2 7

(72)発明者 フィリップ・イー・ケンドール

アメリカ合衆国 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7 ミネソタ州セント・ポール、ポスト・オフィス・ボックス 3  
3 4 2 7

(72)発明者 グレッグ・ディ・ダールク

アメリカ合衆国 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7 ミネソタ州セント・ポール、ポスト・オフィス・ボックス 3  
3 4 2 7

F ターム(参考) 3C063 AA03 AB07 BB02 BC03 BD01 BG01 BG08 BH19 CC24 FF23