

(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2014-503367
(P2014-503367A)

(43) 公表日 平成26年2月13日(2014.2.13)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
B24D 3/00 (2006.01)	B24D 3/00 340	3C063
C01F 7/02 (2006.01)	B24D 3/00 320A	4G055
C04B 41/91 (2006.01)	C01F 7/02 G	4G076
B28B 11/14 (2006.01)	C04B 41/91 E	4H017
C09K 3/14 (2006.01)	B28B 11/14	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 50 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2013-536680 (P2013-536680)
 (86) (22) 出願日 平成23年10月21日 (2011.10.21)
 (85) 翻訳文提出日 平成25年5月17日 (2013.5.17)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2011/057203
 (87) 国際公開番号 W02012/061033
 (87) 国際公開日 平成24年5月10日 (2012.5.10)
 (31) 優先権主張番号 61/548, 941
 (32) 優先日 平成23年10月19日 (2011.10.19)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)
 (31) 優先権主張番号 61/408, 813
 (32) 優先日 平成22年11月1日 (2010.11.1)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 505005049
 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, ミネソタ州 55133
 -3427, セント ポール, ポスト オ
 フィス ボックス 33427, スリーエ
 ム センター
 (74) 代理人 100088155
 弁理士 長谷川 芳樹
 (74) 代理人 100128381
 弁理士 清水 義憲
 (74) 代理人 100162640
 弁理士 柳 康樹

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 成形セラミック研磨粒子を製造するためのレーザー方法、成形セラミック研磨粒子、及び研磨物品

(57) 【要約】

成形セラミック研磨粒子を製造する方法は、レーザービームを用いてセラミック前駆体材料の層を切断し、成形セラミック前駆体粒子を形成することを含む。更なる熱処理が、成形セラミック研磨粒子をもたらす。この方法によって製造可能な成形セラミック研磨粒子及びこれらを含む研磨物品も開示される。

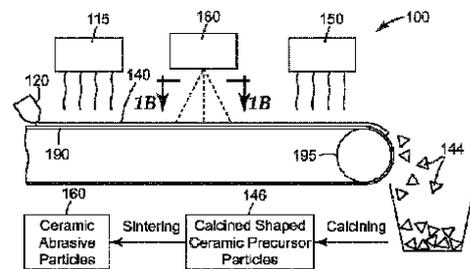


FIG. 1A

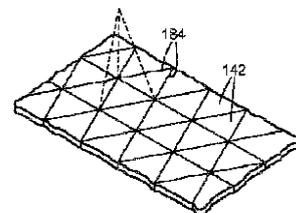


FIG. 1B

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

担体上に支持されたセラミック前駆体材料の層であって、前記セラミック前駆体材料の層がセラミック前駆体と遊離水とを含む、層を提供することと、

レーザービームを用いて、前記セラミック前駆体材料の層を切断し、成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、を含む方法。

【請求項 2】

前記成形セラミック前駆体粒子を乾燥させて、乾燥した成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

前記乾燥した成形セラミック前駆体粒子を焼成して、焼成された成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

前記焼成された成形セラミック前駆体粒子を焼結して、成形セラミック研磨粒子をもたらすことと、を更に含む、請求項 1 に記載の方法。

10

【請求項 3】

前記成形セラミック研磨粒子が、アルミナ系成形セラミック研磨粒子を含む、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記セラミック前駆体材料の層が、ゾル - ゲル層を部分的に乾燥させることによってもたらされる、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 5】

前記セラミック前駆体材料の層が、重力のために実質的に非流動性である、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の方法。

20

【請求項 6】

前記セラミック前駆体材料の層が、60 ~ 70 重量%の範囲の固体含量を有する、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 7】

前記成形セラミック前駆体粒子を乾燥させて、乾燥した成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

前記乾燥した成形セラミック前駆体粒子を焼成して、焼成された成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

前記焼成された成形セラミック前駆体粒子を、第 2 の液体媒質と、金属酸化物及びその前駆体のうちの少なくとも 1 つとを含有する混合物を含む含浸組成物で含浸させて、含浸され焼成された成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、を更に含み、前記焼成された成形セラミック前駆体粒子の他の表面よりも前記レーザービームによる切削によって形成された表面で、より軽度に、前記含浸組成物が、前記焼成された成形セラミック前駆体粒子に含浸される、請求項 1 に記載の方法。

30

【請求項 8】

前記含浸され焼成された成形セラミック前駆体粒子を焼結して、成形セラミック研磨粒子をもたらすことを更に含む、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

担体上に支持されたセラミック前駆体材料の層であって、前記セラミック前駆体材料の層がセラミック前駆体と遊離水とを含む、層を提供することと、

レーザービームを用いて、前記セラミック前駆体材料の層に刻み目をつけ、セラミック前駆体材料の刻み目つきの層をもたらすことと、を含む方法。

40

【請求項 10】

前記セラミック前駆体材料の刻み目つきの層を、刻み目線に沿って破断させ、成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

前記成形セラミック前駆体粒子を焼成して、焼成された成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

前記焼成された成形セラミック前駆体粒子を焼結して、成形セラミック研磨粒子をもた

50

らすことと、を更に含む、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 1 1】

前記セラミック前駆体材料の刻み目つきの層が、前記セラミック前駆体材料の層内の刻み目線に沿って、互いに結合した潜在的な研磨材前駆体粒子の最密配置を形成するように刻み目がつけられている、請求項 1 0 に記載の方法。

【請求項 1 2】

前記レーザービームを用いて、前記セラミック前駆体材料の層を切断することによって、前記潜在的な研磨材前駆体粒子の最密配置内に境界線を形成することを更に含み、前記境界線が、前記潜在的なセラミック前駆体粒子の最密配置の部分を分離する、請求項 1 1 に記載の方法。

10

【請求項 1 3】

前記潜在的な研磨材前駆体粒子の最密配置の部分が、前記刻み目線の少なくとも何本かに沿って破断し、前記成形セラミック前駆体粒子を形成するように、前記担体を変形させることを更に含む、請求項 1 2 に記載の方法。

【請求項 1 4】

前記セラミック前駆体材料の刻み目つきの層を乾燥させて、セラミック前駆体材料の刻み目つきの乾燥した層をもたらすことと、

前記セラミック前駆体材料の刻み目つきの乾燥した層を、刻み目線に沿って破断させて、乾燥した成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

前記乾燥した成形セラミック前駆体粒子を焼成して、焼成された成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

前記焼成された成形セラミック前駆体粒子を焼結して、成形セラミック研磨粒子をもたらすことと、を更に含む、請求項 9 に記載の方法。

20

【請求項 1 5】

前記セラミック前駆体材料の層が、前記セラミック前駆体材料の層内の刻み目線に沿って、互いに結合した潜在的な乾燥したセラミック前駆体粒子の最密配置を形成するように刻み目がつけられている、請求項 1 4 に記載の方法。

【請求項 1 6】

前記レーザービームを用いて、前記セラミック前駆体材料の層を切断することによって、前記潜在的な乾燥したセラミック前駆体粒子の最密配置内に境界線を形成することを更に含み、前記境界線が、前記潜在的な乾燥したセラミック前駆体粒子の最密配置の部分を分離する、請求項 1 5 に記載の方法。

30

【請求項 1 7】

前記セラミック前駆体材料の刻み目つきの層を刻み目線に沿って前記破断させることが、少なくとも一部で、前記潜在的なセラミック前駆体粒子の最密配置の前記部分が、前記刻み目線の少なくとも何本かに沿って破断し、前記乾燥した成形セラミック前駆体粒子を形成するように前記担体を変形させることによって起こる、請求項 1 6 に記載の方法。

【請求項 1 8】

前記成形セラミック研磨粒子が、アルミナ系成形セラミック研磨剤粒子を含む、請求項 1 0 ~ 1 7 のいずれか一項に記載の方法。

40

【請求項 1 9】

前記セラミック前駆体材料の層が、ゾル - ゲル層を部分的に乾燥させることによってもたらされる、請求項 9 ~ 1 8 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 2 0】

前記セラミック前駆体材料の層が、重力のために実質的に非流動性である、請求項 9 ~ 1 9 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 2 1】

前記セラミック前駆体材料の層が、6 0 ~ 7 0 重量%の固体含量を有する、請求項 9 ~ 2 0 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 2 2】

50

前記レーザービームが、赤外ファイバレーザーによって発生される、請求項 9 ~ 21 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 23】

前記セラミック前駆体材料が、前記レーザービームの入射電磁放射線を吸収しかつそれを熱へと変換する吸収剤を更に含む、請求項 9 ~ 22 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 24】

前記吸収剤が、前記レーザービームの主波長で少なくとも $10000 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ のモル吸光係数を有する、請求項 23 に記載の方法。

【請求項 25】

前記吸収剤が、前記レーザービームの入射電磁放射線の少なくとも 30% を吸収するのに十分な量で存在する、請求項 23 又は 24 に記載の方法。

10

【請求項 26】

請求項 1 ~ 25 のいずれか一項に記載の方法により調製される、成形セラミック研磨粒子。

【請求項 27】

成形セラミック研磨粒子であって、前記成形セラミック研磨粒子のそれぞれが、本体部材と、前記本体部材から延在する少なくとも 3 つのロッド形部材とを独立して備える、成形セラミック研磨粒子。

【請求項 28】

前記少なくとも 3 つのロッド形部材のうちのそれぞれ 1 つが、円形、楕円形、正方形、長方形、又は三角形から独立して選択される断面の輪郭を有する、請求項 27 に記載の成形セラミック研磨粒子。

20

【請求項 29】

前記少なくとも 3 つのロッド形部材が、前記本体部材の面の外にあり、前記少なくとも 3 つのロッド形部材が、前記本体部材の同じ辺から延在する、請求項 27 又は 28 に記載の成形セラミック研磨粒子。

【請求項 30】

前記成形セラミック研磨粒子が、アルミナを含む、請求項 27 ~ 29 のいずれか一項に記載の成形セラミック研磨粒子。

【請求項 31】

前記本体部材が、その中に開口を有する、請求項 27 ~ 30 のいずれか一項に記載の成形セラミック研磨粒子。

30

【請求項 32】

前記少なくとも 3 つのロッド形部材が、第 1、第 2、第 3、第 4、第 5、第 6、第 7、及び第 8 のロッド形部材を備える、請求項 27 ~ 31 のいずれか一項に記載の成形セラミック研磨粒子。

【請求項 33】

前記成形セラミック研磨粒子が、アルミナを含む、請求項 27 ~ 32 のいずれか一項に記載の成形セラミック研磨粒子。

【請求項 34】

前記成形セラミック研磨粒子が、研磨業界公認の公称等級に対応するサイズ分布を有する、請求項 27 ~ 33 のいずれか一項に記載の成形セラミック研磨粒子。

40

【請求項 35】

成形セラミック研磨粒子であって、前記成形セラミック研磨粒子のそれぞれが、周囲ループ部分によって境界づけられた本体部分を有し、前記周囲ループ部分は前記本体部分に比べて粗い表面質感を有する、成形セラミック研磨粒子。

【請求項 36】

前記成形セラミック研磨粒子が、研磨業界公認の公称等級に対応するサイズ分布を有する、請求項 35 に記載の成形セラミック研磨粒子。

【請求項 37】

50

前記成形セラミック研磨粒子が アルミナを含む、請求項 3 5 又は 3 6 に記載の成形セラミック研磨粒子。

【請求項 3 8】

成形セラミック前駆体粒子であって、前記成形セラミック前駆体粒子が、内部を包囲しかつそれに接触する周囲ループ部分を有し、前記周囲ループ部分が、アルミナを含み、前記内部が、アルミナ前駆体を含みかつアルミナを含まない、成形セラミック前駆体粒子。

【請求項 3 9】

前記アルミナ前駆体が、ペーナイトゲルを含む、請求項 3 8 に記載の成形セラミック前駆体粒子。

【請求項 4 0】

成形セラミック研磨粒子であって、前記成形セラミック研磨粒子が、内部を包囲しかつそれに接触するが、前記内部を完全には取り囲まない周囲ループ部分を有し、前記周囲ループ部分が、前記内部とは異なる微細結晶構造を有する、成形セラミック研磨粒子。

【請求項 4 1】

前記成形セラミック研磨粒子が、研磨業界公認の公称等級に対応するサイズ分布を有する、請求項 4 0 に記載の成形セラミック研磨粒子。

【請求項 4 2】

結合剤内に保持された、請求項 4 0 又は 4 1 に記載の成形セラミック研磨粒子を含む、接合研磨物品。

【請求項 4 3】

成形セラミック前駆体粒子であって、前記成形セラミック前駆体粒子のそれぞれが、第 1 及び第 2 の、表裏となる非隣接の主表面と、前記第 1 の主表面と前記第 2 の主表面との間から延在する周囲部表面とを有し、前記周囲部表面が、前記第 1 の主表面に隣接して前記周囲部表面に沿って延在するが前記第 2 の主表面とは接触しないアブレーションされた領域と、前記第 2 の主表面に隣接して前記周囲部表面に沿って延在するが前記第 1 の主表面とは接触しない断裂領域とを備える、成形セラミック前駆体粒子。

【請求項 4 4】

前記断裂領域が、前記アブレーションされた領域の面積よりも大きい面積を有する、請求項 4 3 に記載の成形セラミック前駆体粒子。

【請求項 4 5】

前記成形セラミック前駆体粒子が、アルミナ前駆体を含む、請求項 4 3 又は 4 4 に記載の成形セラミック前駆体粒子。

【請求項 4 6】

成形セラミック研磨粒子であって、前記成形セラミック研磨粒子のそれぞれが、第 1 及び第 2 の、表裏となる非隣接の主表面と、前記第 1 の主表面と前記第 2 の主表面との間で延在する周囲部表面とを有し、前記周囲部表面が、前記第 1 の主表面に隣接して前記周囲部表面に沿って延在するが前記第 2 の主表面とは接触しないアブレーションされた領域と、前記第 2 の主表面に隣接して前記周囲部表面に沿って延在するが前記第 1 の主表面とは接触しない断裂領域とを備える、成形セラミック研磨粒子。

【請求項 4 7】

前記断裂領域が、前記アブレーションされた領域の面積よりも大きい面積を有する、請求項 4 6 に記載の成形セラミック研磨粒子。

【請求項 4 8】

前記成形セラミック研磨粒子が アルミナを含む、請求項 4 6 又は 4 7 に記載の成形セラミック研磨粒子。

【請求項 4 9】

前記成形セラミック研磨粒子が、研磨業界公認の公称等級に対応するサイズ分布を有する、請求項 4 6 ~ 4 8 のいずれか一項に記載の成形セラミック研磨粒子。

【請求項 5 0】

10

20

30

40

50

結合剤内に保持された請求項 46 ~ 49 のいずれか一項に記載の成形セラミック研磨粒子を含む接合研磨物品。

【請求項 51】

成形セラミック研磨粒子であって、前記成形セラミック研磨粒子のそれぞれが、第 1 及び第 2 の対向する辺並びに第 1 及び第 2 の対向する端部によって接続される第 1 及び第 2 の、表裏となる主表面を備え、前記第 1 及び第 2 の主表面が、実質的に滑らかであり、前記第 1 及び第 2 の対向する辺並びに前記第 1 及び第 2 の対向する端部が、屈曲し丸められたマイクロメートルスケールの凸部及び凹部を備える表面トポグラフィを有し、前記第 1 の辺が前記第 1 の主表面に接触して鋭角の二面角を形成し、前記第 2 の辺が前記第 1 の主表面に接触して、鈍角の二面角を形成する、成形セラミック研磨粒子。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は、研磨粒子、研磨粒子の製造方法、及び研磨粒子を含む研磨物品に関する。

【背景技術】

【0002】

成形されたセラミック研磨粒子を製造することが知られている。例えば、1つの方法は、マイクロレプリカツールの表面上の空隙をベーマイトのゾル-ゲルで充填し、このゾル-ゲルを乾燥させてツールの空隙内に成形ベーマイト粒子を形成し、成形ベーマイト粒子をツールの空隙から除去して、次いで成形ベーマイト粒子を焼結してアルミナの成形研磨粒子を形成することを順次含む。この方法は概念的には単純であるが、ツールを製造することが概して非常に高価である。更に、セラミックの成形研磨粒子の新しい所望の形状を製造するためには、異なるツールが望ましい。

20

【0003】

成形セラミック研磨粒子を製造するための他の方法としては、スクリーン印刷技術が挙げられ、ここで、ゾル-ゲルセラミック前駆体材料が基材上にスクリーン印刷され、乾燥されてセラミックの成形された研磨前駆体粒子を形成し、基材から除去され、焼結されて成形セラミック研磨粒子を形成する。この技術は、マイクロレプリカツールを用いる方法よりもいくらか安価であり、概して分離能が低い、成形セラミック研磨粒子のそれぞれの所望の形状に関して別々のスクリーンの調製を必要とする。

30

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0004】

1つの態様において、本開示は、

担体上に支持されたセラミック前駆体材料の層であって、セラミック前駆体材料の層がセラミック前駆体と遊離水とを含む、層を提供することと、

レーザービームを用いて、セラミック前駆体材料の層を切断し、成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、を含む方法を提供する。

【0005】

一部の実施形態では、本方法は、

成形セラミック前駆体粒子を乾燥させて、乾燥した成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

乾燥した成形セラミック前駆体粒子を焼成して、焼成された成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

焼成された成形セラミック前駆体粒子を焼結して、成形セラミック研磨粒子をもたらすことと、を更に含む。

40

【0006】

一部の実施形態では、本方法は、

成形セラミック前駆体粒子を乾燥させて、乾燥した成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

50

乾燥した成形セラミック前駆体粒子を焼成して、焼成された成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

焼成された成形セラミック前駆体粒子を、第2の液体媒質と、金属酸化物及びその前駆体のうちの少なくとも1つとを含有する混合物を含む含浸組成物で含浸させて、含浸され焼成された成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、焼成された成形セラミック前駆体粒子の他の表面よりもレーザービームによる切削によって形成された表面で、より軽度に、含浸組成物が、焼成された成形セラミック前駆体粒子に含浸される、ことと、

必要に応じて、含浸され焼成された成形セラミック前駆体粒子を焼結して、成形セラミック研磨粒子をもたらすことと、を更に含む。

【0007】

10

別の態様において、本開示は、

担体上に支持されたセラミック前駆体材料の層であって、セラミック前駆体材料の層がセラミック前駆体と遊離水とを含む、層を提供することと、

レーザービームを用いて、セラミック前駆体材料の層に刻み目をつけ、セラミック前駆体材料の刻み目つきの層をもたらすことと、を含む方法を提供する。

【0008】

一部の実施形態では、本方法は、

セラミック前駆体材料の刻み目つきの層を、刻み目線に沿って破断させ、成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

成形セラミック前駆体粒子を焼成して、焼成された成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

20

焼成された成形セラミック前駆体粒子を焼結して、成形セラミック研磨粒子をもたらすことと、を更に含む。

【0009】

一部の実施形態では、本方法は、

セラミック前駆体材料の刻み目つきの層を乾燥させて、セラミック前駆体材料の刻み目つきの乾燥した層をもたらすことと、

セラミック前駆体材料の刻み目つきの乾燥した層を、刻み目線に沿って破断させて、乾燥した成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

乾燥した成形セラミック前駆体粒子を焼成して、焼成された成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

30

焼成された成形セラミック前駆体粒子を焼結して、成形セラミック研磨粒子をもたらすことと、を更に含む。

【0010】

一部の実施形態では、セラミック前駆体材料の層は、ゾル-ゲルセラミック前駆体層を部分的に乾燥させることによってもたらされる。いくつかの実施形態では、セラミック前駆体材料の層は、ゾル-ゲルセラミック前駆体層を部分的に乾燥させることによってもたらされる。一部の実施形態では、セラミック前駆体材料の層は、重力のために実質的に非流動性である。一部の実施形態では、セラミック前駆体材料の層は、60~70重量%の範囲の固体含量を有する。

40

【0011】

好都合なことに、本開示による方法は、高価なマイクロレプリカツールの必要なしに成形セラミック研磨粒子を調製するために用いられ得、所望の粒子形状間で迅速かつ安価に変換され得る。更に、本開示による方法は、マイクロレプリカツール又はスクリーン印刷を用いる乾燥中に亀裂が生じやすい成形セラミック研磨粒子を調製するために用いられ得る。故に、本開示による方法は、今まで信頼性及び経済的根拠で達成し難かった成形セラミック研磨粒子を調製するために用いられ得る。

【0012】

更に別の態様において、本開示は、本開示によるいずれかの方法により調製された成形セラミック研磨粒子を提供する。

50

【0013】

更に別の態様において、本開示は、成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、成形セラミック研磨粒子のそれぞれは、本体部材と本体部材から延在する少なくとも3つのロッド形状部材とを独立して備える。

【0014】

更に別の態様において、本開示は、結合剤で接着された本開示による成形セラミック研磨粒子を含む研磨物品を提供する。

【0015】

別の態様において、本開示は、成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、成形セラミック研磨粒子は実質的に平面であり、本体部材と本体部材から延在する少なくとも3つのロッド形部材とを備える。一部の実施形態では、少なくとも3つのロッド形部材のそれぞれは、円形、楕円形、正方形、長方形、又は三角形から独立して選択される断面の輪郭を有する。

10

【0016】

状況に応じて、本開示による方法によって、成形セラミック研磨粒子の様々な特殊な形状が製造され得る。例えば、一部の実施形態では、少なくとも3つのロッド形部材は、本体部材の平面の外にあり、ここでは少なくとも3つのロッド形部材は、本体部材の同じ側から延在する（すなわち、これらは共通の少なくとも一方向の成分を有する）。

【0017】

一部の実施形態では、本体部材は、その内部に開口を有する。一部の実施形態において、ロッド形部材の少なくとも2つは同一直線上にある。例えば、一部の実施形態では、少なくとも3つのロッド形部材は、第1、第2、第3、第4、第5、第6、第7、及び第8のロッド形部材からなる。一部の実施形態において、第1及び第2のロッド形部材は一直線上にあり、第3及び第4のロッド形部材は同一直線上にあり、第5及び第6のロッド形部材は同一直線上にあり、第7及び第8のロッド形部材は同一直線上にあり、第1及び第2のロッド形部材は同一直線上にあり、第3及び第4のロッド形部材は同一直線上にあり、第5及び第6のロッド形部材は同一直線上にあり、第7及び第8のロッド形部材は同一直線上にあり、第1及び第3のロッド形部材は平行であり、かつ第5及び第7のロッド形部材は平行である。これら実施形態のいくつかにおいて、第1及び第5のロッド形部材は、互いに垂直である。

20

30

【0018】

更に、別の実施形態では、本開示の方法は、成形セラミック研磨粒子をもたらすために用いられ得、ここで、成形セラミック研磨粒子のそれぞれは、周囲ループ部分によって境界づけられた本体部分を有し、周囲ループ部分は本体部分に比べて粗い表面質感を有する。

【0019】

別の実施形態において、本開示の方法は、成形セラミック前駆体粒子をもたらすために用いられ得、ここで、成形セラミック前駆体粒子は、内部を包囲しかつそれに接触する周囲ループ部分を有し、この周囲ループ部分は アルミナを含み、内部は アルミナ前駆体を含みかつ アルミナを含まない。

40

【0020】

別の態様において、本開示の方法は、成形セラミック研磨粒子をもたらすために用いられ得、ここで、成形セラミック研磨粒子は、内部を包囲しかつそれに接触するが、内部を完全には取り囲まない周囲ループ部分を有し、周囲ループ部分が、内部とは異なる微細結晶構造を有する。

【0021】

別の態様では、本開示の方法は、成形セラミック前駆体粒子をもたらすために用いられ得、ここで、成形セラミック前駆体粒子のそれぞれが、第1及び第2の、表裏となる非隣接の主表面と、第1の主表面と第2の主表面との間から延在する周囲部表面とを有し、周囲部表面が、第1の主表面に隣接して周囲部表面に沿って延在するが第2の主表面とは接

50

触しないアブレーションされた領域と、第2の主表面に隣接して周囲部表面に沿って延在するが第1の主表面とは接触しない断裂領域とを備える。

【0022】

別の態様において、本開示の方法は、成形セラミック研磨粒子をもたらすために用いられ得、ここで、成形セラミック研磨粒子のそれぞれが、第1及び第2の、表裏となる非隣接の主表面と、第1の主表面と第2の主表面との間で延在する周囲部表面とを有し、周囲部表面が、第1の主表面に隣接して周囲部表面に沿って延在するが第2の主表面とは接触しないアブレーションされた領域と、第2の主表面に隣接して周囲部表面に沿って延在するが第1の主表面とは接触しない断裂領域とを備える。

【0023】

別の態様において、本開示は、成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、成形セラミック研磨粒子のそれぞれが、第1及び第2の対向する辺並びに第1及び第2の対向する端部によって接続される第1及び第2の、表裏となる主表面を備え、第1及び第2の主表面が、実質的に滑らかであり、第1及び第2の対向する辺並びに第1及び第2の対向する端部が、屈曲し丸められたマイクロメートルスケールの凸部及び凹部を備える表面トポグラフィを有し、第1の辺が第1の主表面に接触して鋭角の二面角を形成し、第2の辺が第1の主表面に接触して、鈍角の二面角を形成する。

【0024】

一部の実施形態において、本開示による成形セラミック研磨粒子は、アルミナを含む。一部の実施形態において、成形セラミック研磨粒子は、研磨業界公認の公称等級に対応するサイズ分布を有する。

【0025】

好都合なことに、本開示による成形セラミック研磨粒子は、今まで容易に達成できなかった構成勾配、形状、及び/又は構造を有することが可能であり、これが低充填密度、結合剤に付着する粒子の増大（例えば、研磨粒子表面上の質感のために）、及び/又は研磨性能をもたらす。

【0026】

結果的に、更に別の態様において、本開示は、結合剤で接着された、若しくは結合剤内に保持された（例えば、接合研磨物品として）、又は結合剤によって裏材に固定された（例えば、被覆研磨物品として）、本開示による成形セラミック研磨粒子を含む研磨物品を提供する。

【0027】

本明細書で使用する場合、

用語「アブレーションされた領域」とは、融解、蒸発、及び/又は気化（例えば、レーザービームによって生じるような）によって形成され、丸い及び/又は鋭い突起並びに滑らかな凹みを含む不規則なトポグラフィによって概ね特徴づけられた表面の領域を指し、

用語「焼成」とは、最低でも乾燥した基材内に存在した任意の残留する揮発物（全ての有機材料及び水を含む）が除去される温度に加熱することを指し、

用語「乾燥」とは、乾燥される物品内に含有される少なくとも一部の水を除去することを指し、必ずしも全ての水を除去する必要はなく、

用語「重力」とは、地球の表面での重力の力を指し、

用語「マイクロメートルスケール」とは、0.1マイクロメートル～1ミリメートルのサイズ範囲を指し、

用語「成形粒子」とは、粒子の製造で用いられる所定の形状から得られる形状（例えば、形状は、所定の精密な形状を有する空隙内での鑄造の結果であり得るか、又は切削レーザーによる特定の切削パターンの結果であり得る）を有する粒子を指し、

用語「焼結」とは、最低でも化学結合が焼成した基材の接触するセラミック粒子間で形成するような温度に加熱することを指し、典型的には、増加した強度及び密度をもたらす、並びに

10

20

30

40

50

用語「実質的に平面」とは、厚さに関して比較的広範な表面を備えた平坦な形状を有することを意味する（例えば、厚さは表面の長さ及び／又は幅よりも少なくとも2、3、4、5、又は10分の1未満であり得る）。

【0028】

本願では、変更可能な用語「含む（comprise）」は、用語「含む（comprise）」が用語「本質的になる（consist essentially of）」又は「なる（consist of）」によって置き換えられている実施形態も想定することが意図されている。

【0029】

前述の態様及び実施形態は、組み合わせが本開示の教示から明らかに誤りではない限り、これらを任意に組み合わせ実施してもよい。本開示の特徴及び利点は、発明を実施するための形態、及び添付の特許請求の範囲を考慮することで更に深い理解が得られるであろう。

10

【図面の簡単な説明】

【0030】

【図1A】本開示による例示の方法の流れ図。

【図1B】線1Bに沿って取られた図1Aのセラミック前駆体材料140の層の拡大概略図。

【図2A】本開示の方法によって調製された例示の成形セラミック前駆体粒子200の概略平面図。

【図2B】本開示による例示の成形セラミック研磨粒子270の概略透視図。

20

【図3A】本開示による例示の成形セラミック前駆体粒子300の概略透視図。

【図3B】本開示による例示の成形セラミック研磨粒子350の概略透視図。

【図4】例示の成形セラミック研磨粒子350の走査型電子顕微鏡写真。

【図5A】本開示による例示の成形セラミック前駆体粒子500の概略透視図。

【図5B】本開示による例示の成形セラミック研磨粒子550の概略透視図。

【図6A】本開示による例示の成形セラミック研磨粒子の概略透視図。

【図6B】本開示による例示の成形セラミック研磨粒子の概略透視図。

【図6C】本開示による例示の成形セラミック研磨粒子の概略透視図。

【図6D】本開示による例示の成形セラミック研磨粒子の概略透視図。

【図6E】本開示による例示の成形セラミック研磨粒子の概略透視図。

30

【図6F】本開示による例示の成形セラミック研磨粒子の概略透視図。

【図6G】本開示による例示の成形セラミック研磨粒子の概略透視図。

【図7A】ロッド形部材が本体部材の平面の外にある、例示の成形セラミック研磨粒子の走査型電子顕微鏡写真。

【図7B】図5Aに示される例示の成形セラミック研磨粒子の拡大図。

【図8A】本開示による例示の成形セラミック研磨粒子の概略透視図。

【図8B】図8Aに示される実施形態による例示の成形セラミック研磨粒子の走査型電子顕微鏡写真。

【図9】本開示による、例示の接合研磨材のカットオフホイール900の透視図。

【図10】本開示による例示の被覆研磨物品1000の側面図。

40

【図11】本開示による例示の被覆研磨物品1100の側面図。

【図12A】本開示による例示の不織布研磨物品1200の透視図。

【図12B】図12Aの領域12Bの拡大図。

【図13】それぞれ実施例1及び2のセラミック前駆体材料の層をレーザー切断した結果を示す顕微鏡写真。

【図14】それぞれ実施例1及び2のセラミック前駆体材料の層をレーザー切断した結果を示す顕微鏡写真。

【図15】実施例2で生成された成形セラミック前駆体研磨粒子を示す走査型電子顕微鏡写真。

【図16】実施例4において切削レーザーによって用いられたビームトレースパターンの

50

概略平面図。

【図 1 7 A】実施例 6 において生じた様々な粒子の走査型電子顕微鏡写真。

【図 1 7 B】実施例 6 において生じた様々な粒子の走査型電子顕微鏡写真。

【図 1 7 C】実施例 6 において生じた様々な粒子の走査型電子顕微鏡写真。

【図 1 8 A】実施例 8 で調製された成形セラミック研磨粒子の走査型電子顕微鏡写真。

【図 1 8 B】実施例 8 で調製された成形セラミック研磨粒子の走査型電子顕微鏡写真。

【0031】

上記の図面には本開示の複数の実施形態が記載されているが、考察の中で記述したとおり、その他の実施形態も考えられる。いかなる場合も、本開示は本開示を代表して提示するものであって、限定するものではない。本開示の原理の範囲及び趣旨の範囲内に含まれる他の多くの改変例及び実施形態が当業者によって考案されうる点は理解されるはずである。図は、縮尺どおりに描かれていない場合もある。

10

【発明を実施するための形態】

【0032】

図 1 A を参照すると、本開示による例示の方法 100 において、セラミック前駆体材料 140 の層が担体 190 上に支持されている。セラミック前駆体材料 140 の層は、レーザービーム 180 を通過させるので、レーザービーム 180 は、セラミック前駆体材料 140 の層にカット 184 (図 1 B に示される) を形成して成形セラミック前駆体粒子 142 を形作り、これがヒータ 150 によって更に乾燥され、ローラ 195 上を通過することによって屈曲され、乾燥した成形セラミック前駆体粒子 144 の担体 190 からの分離をもたらす。この乾燥した成形セラミック前駆体粒子 144 は、必要に応じて焼成され、焼成された乾燥成形セラミック前駆体粒子 146 を形成し、所望により無機塩で含浸され、更に焼結されて、成形セラミック研磨粒子 160 をもたらす。取り扱いを容易にするために成形セラミック前駆体粒子 142 を乾燥することが一般的であるが、これは必ずしも必要ではない。同様に、乾燥した成形セラミック前駆体粒子 144 を焼成し、焼結前に硬度を増加させるために得られた焼成され乾燥した成形セラミック前駆体粒子 146 を無機希土類塩で含浸させることが一般的ではあるが、これらは必ずしも必要ではない。

20

【0033】

レーザーがセラミック前駆体材料 140 の層を部分的にのみ貫通する(例えば、刻み目をつける)実施形態において、このセラミック前駆体材料の層が、更なる乾燥及びローラ 195 上の通過による屈曲の後に、乾燥した成形セラミック前駆体粒子 144 として互いから分離する潜在的な成形セラミック前駆体粒子を形成する。ローラが図 1 A の実施形態で示されているが、例えば、ピーターバー又は、バー若しくはナイフエッジ上を通過させるなどの他の方法も使用されてもよいことが認識されるであろう。

30

【0034】

図 1 A 及び 1 B に示される実施形態において、セラミック前駆体材料 140 の層、すなわち、乾燥され焼結される場合にセラミック材料(例えば、ペータイトのゾル-ゲル層)を形成する材料が、担体 190 上にコーティングされるが、他の方法が用いられてもよい。典型的なコーティング処理は、レーザー切断(すなわち、レーザービームによる切断)工程のために望ましい粘度よりも比較的低い粘度を有する材料に最適である。結果的に、レーザー切断工程の前に、ヒータ 115 によって、セラミック前駆体材料 140 の層が部分的に乾燥される。

40

【0035】

図 1 A 及び 1 B に記載される方法の変法において、レーザービームがセラミック前駆体材料の層を切断しないが、この代わりに単に部分的に切断するか又は穿孔を形成することによってセラミック前駆体材料の層に刻み目線を形成して、セラミック前駆体材料の刻み目つきの層を形成し、これが必要に応じて更に乾燥され(例えば、ヒータ及び/又はオープンを用いて)、次いで刻み目線に沿って乾燥した成形セラミック前駆体粒子に破断される。次いで得られた乾燥した成形セラミック前駆体粒子が、図 1 A に記載されるように処理され、成形セラミック研磨粒子をもたらす。

50

【0036】

上記の例示の処理は、ここで更に詳細に説明される。

第1の工程は、担体上への、すなわち最終的にセラミック材料に変換され得るセラミック前駆体材料の層（例えば、セラミック前駆体の粒子を含有する種添加又は種非添加分散液として）をコーティングすることを伴う。好適なセラミック前駆体の例としては、酸化アルミニウム-水和物（例えば、ペーマイト）などのアルミナ前駆体、並びに米国特許第5,551,963号(Larmie)に記載されたものなどのジルコニア前駆体及び混合したジルコニア-アルミナ前駆体が挙げられる。セラミック前駆体の粒子は、水を含有する揮発性成分を含む液体中に分散されてもよい（又はそれと混合されてもよい）が、これは必ずしも必要ではない。分散液及び/又はスラリーは、担体上の品質コーティングを可能にするように分散液の粘度が十分に低くなるための液体の十分な量を含むことが好ましいが、後続の液体分散の除去を極端に高価にさせるほどの多量な液体を含まない。この分散液は、典型的には、30~50重量%のセラミック前駆体粒子及び50~70重量%の揮発性成分を含むが、他の比率が用いられてもよい。結果として生じる成形セラミック研磨粒子の物理的特性は、一般に、分散液で使用される材料の種類に依存する。

10

【0037】

ペーマイト分散液は、既知の技術によって調製すること、あるいは市販のものを入手することができる。市販のペーマイトの例としては、いずれもSasol North America, Incから入手可能な商品名「DISPERAL」及び「DISPAL」の製品、並びにBASF Corporationから入手可能な商品名「HiQ-40」の製品が挙げられる。これらの酸化アルミニウム-水和物は比較的純粋であり、すなわち、一水和物以外の水和相を、たとえ含んでいるとしても比較的少なく含み、また表面積を有する。

20

【0038】

一実施形態では、セラミック前駆体材料の層（例えば、セラミック前駆体粒子の分散液）は、ゲル状態にある。本明細書で使用される「ゲル」とは、液体に分散された3次元網状組織の固体である。分散液は、修正用添加剤、又は修正用添加剤の前駆体を含有することができる。修正用添加剤は、成形セラミック研磨粒子の1つ以上の所望の特性を改良するか又は後続の焼結工程の効力を増加させるよう機能することができる。修正用添加剤又は修正用添加剤の前駆体は、溶解性の塩の形状であってよく、典型的には水溶性の塩であってよい。これらは、典型的には、金属含有化合物を含有し、マグネシウム、亜鉛、鉄、シリコン、コバルト、ニッケル、ジルコニウム、ハフニウム、クロム、イットリウム、プラセオジウム、サマリウム、イッテルビウム、ネオジウム、ランタン、ガドリニウム、セリウム、ジスプロシウム、エルビウム、チタン、及びこれらの混合物の酸化物の前駆体であり得る。分散液中に存在できるこれらの添加剤の具体的な濃度は、当該技術に基づき変動する場合がある。典型的には、修正用添加剤又は修正用添加剤の前駆体の導入によって、分散液はゲルになる。また、一定の時間をかけて加熱することにより、分散液をゲルに誘導することもできる。

30

【0039】

セラミック前駆体粒子の分散液はまた、水和又は焼成した酸化アルミニウムからアルミナへの変換を促進するために、成核剤を含有することもできる。本開示に好適な成核剤としては、アルミナ、酸化第二鉄又はその前駆体、酸化チタン及びチタン酸塩、酸化クロム、並びにこの形質転換の成核剤となるであろう他の任意の物質の微粒子が挙げられる。成核剤を使用する場合、その量は、アルミナの形質転換を引き起こすために十分でなくてはならない。そのような分散液に核を生成する工程は、米国特許第4,744,802号(Schwabe)に開示されている。

40

【0040】

解膠剤をセラミック前駆体粒子の分散液に加えて、より安定したヒドロゾル又はコロイド分散液を作製することができる。好適な解膠剤は、酢酸、塩酸、ギ酸、及び硝酸のような一塩基酸又は酸化合物である。多塩基酸を使ってもよいが、多塩基酸は研磨材分散液を

50

急速にゲル化し、取り扱い又は追加的な成分の導入を困難にする。ペーマイトのいくつかの商用ソースは、安定した研磨材分散液の形成を助ける（吸収されたギ酸又は硝酸のような）酸タイターを含有する。

【0041】

セラミック前駆体粒子の分散液は任意の好適な手段、例えば、解膠剤を酸化アルミニウム-水和物含有水と混合することによって、又は酸化アルミニウム-水和物のスラリーを生成し、そこに解膠剤を加えることによって、容易に作り出す又は形成することができる。気泡を形成する傾向又は混合中に空気が混入する傾向を低減するために、消泡剤又は他の好適な化学物質を加えることができる。湿潤剤、アルコール、又はカップリング剤のような追加的な化学物質を所望により追加することができる。

10

【0042】

アルミナセラミック前駆体材料の分散液に有用な追加の添加剤としては、米国特許第5,645,619号(Erickson)に開示されたようなシリカ及び鉄酸化物、米国特許第5,551,963号(Larmie)に開示されたようなジルコニア、及び米国特許第6,277,161号(Castro)に開示されたような成核剤が挙げられる。

【0043】

セラミック前駆体材料の層を形成するためのセラミック前駆体材料の分散液のコーティングは、例えば、ナイフコーティング、バーコーティング、スロットダイコーティング、カーテンコーティング、グラビアコーティング、又はロールコーティングを含む任意の好適な方法によって達成され得る。担体は、典型的には、紙、フィルム、フォイル、ベルトなどの薄くて容易に取り扱い可能な基材であるが、所望により他の基材が用いられてもよい。この担体は、成形セラミック前駆体粒子に剥離可能に接着するよう選択され得るが、例えば、レーザー切断動作中に基材が切断され、引き続き焼成中に焼去されるような場合には、これは必ずしも必要ではない。好適な担体の例としては、紙（例えば、シリコン紙又はパラフィン紙を含む）、ポリマーフィルム（例えば、ポリプロピレン、又はポリエステルフィルム）、及び金属ベルト（例えば、ステンレス鋼ベルト）が挙げられる。この担体は、所望により、使用前に剥離剤（例えば、フッ素性化学物質、ピーナッツ油、又はシリコン）で処理されてもよい。

20

【0044】

第2番目として、必要に応じて、コーティングの後に、セラミック前駆体材料の分散液が、重力のみの作用下でセラミック前駆体材料の層を非流動性にさせるために十分な量が部分的に乾燥される（例えば、5~20分のスパンにわたって）。これが、成形セラミック前駆体粒子がレーザー切断後に更に処理され得るまで、それらの弛み又はスランピングを防止することに役立つ。適切に乾燥されれば、セラミック前駆体材料の層は、典型的には、ゾル-ゲル層を乾燥することによって生じるクラックを実質的に含まない。しかしながら、過剰な乾燥は、セラミック前駆体材料の層の望ましくないクラッキングにつながる可能性がある。アルミナセラミック前駆体材料については、部分的乾燥後に、40~75重量%の、より典型的には60~70重量%の固体含量が特に有用である。コーティングされた分散液を部分的に乾燥させるために好適な装置としては、ヒータ（例えば、赤外ヒータ、ヒートガン、担体を通した下からの放射熱、及び/又はマイクロ波灯）、オープン、熱缶、過熱蒸気、及び強制空気が挙げられる。

30

40

【0045】

第3番目に、セラミック前駆体粒子を形成するように、セラミック前駆体材料の層が切断される。セラミック前駆体材料の層を切断するために用いられるレーザーは、赤外、可視、及び/又は紫外出力波長で作動する任意の好適なレーザーであり得る。好適なレーザーの例には、ガスレーザー、エキシマーレーザー、固定レーザー、及び化学レーザーが挙げられる。代表的ガスレーザーには、二酸化炭素レーザー（例えば、10.6 μm で100kWまでのパワーを生じるもの）、アルゴン-イオンレーザー（例えば、458ナノメートル(nm)、488nm又は514.5nmで光を放射するもの）、一酸化炭素レー

50

ザー（例えば、500 kWまでのパワーを生じることができるもの）、及び深紫外波長を発生するガスレーザーである金属イオンレーザーが挙げられる。ヘリウム-銀（HgAg）224 nmレーザー及びネオン-銅（NeCu）248 nmレーザーは2つの例である。これらレーザーは、3 GHz（0.5 ピコメートル）未満の特に狭い振動線幅を有する。CO₂レーザーは、本開示の実行に典型的に適切である。

【0046】

化学レーザーは、化学反応によってエネルギー供給されており、高パワーを連続運転で達成することができる。例えば、フッ化水素レーザー（2700～2900 nm）及びフッ化重水素レーザー（3800 nm）においては、反応は、三フッ化窒素中における、水素又は重水素ガスとエチレンの燃焼生成物との混合である。

10

【0047】

エキシマーレーザーは、2つの化学種（原子）で、その少なくとも1つが励起した電子状態であるものから形成された半減期の短い二量体分子又はヘテロ二量体分子である励起した二量体（すなわち「エキシマー」）を伴う化学反応によって電力供給される。これらは、典型的には紫外線を生じる。通常用いられるエキシマー分子としては、F₂（フッ素、157 nmで放射する）、及び稀ガス化合物（ArF（193 nm）、KrCl（222 nm）、KrF（248 nm）、XeCl（308 nm）、及びXeF（351 nm））が挙げられる。

【0048】

固体レーザー材料は通常、結晶性固体ホストを必要とされるエネルギー状態をもたらすイオンでドーピングすることによって製造される。例として、ルビーレーザー（例えば、ルビー又はクロムドーブされたサファイアから作られる）が挙げられる。別の一般的なタイプは、Nd:YAGとして知られるネオジウムドープイットリウムアルミニウムガーネット（YAG）から作られる。Nd:YAGレーザーは、1064 nmでの赤外スペクトルにおいて高出力を生み出すことができる。Nd:YAGレーザーはまた、可視の（緑色）コヒレントなソースが望ましい場合、一般的に周波数が二倍になり532 nmを生じる。

20

【0049】

イッテルビウム、ホルミウム、ツリウム、及びエルビウムは、固体レーザーにおける他の一般的なドーパントである。イッテルビウムは、典型的には1020～1050 nm周辺で作動する、Yb:YAG、Yb:KGW、Yb:KYW、Yb:SYS、Yb:BOYS、Yb:CaF₂などの結晶で用いられる。これらは、小さい量子欠損のために潜在的に非常に効率的かつ高パワーである。超短パルスにおける極めて高いパワーが、Yb:YAGで達成され得る。ホルミウムドープYAG結晶は、2097ナノメートル（nm）で放射し、貯水組織によって強く吸収される赤外波長で作動する有効なレーザーを形成する。Ho-YAGは、通常パルスモードで作動される。チタンドープサファイア（Ti:サファイア）は、一般的に分光法に、並びに最も一般的な超短パルスレーザーに用いられる、高度に同調可能な赤外レーザーを生じる。固体レーザーはまた、例えば、活性化学種としてのエルビウム又はイッテルビウムイオンを有するガラス又は光ファイバホストレーザーも包含する。ファイバレーザー（例えば、赤外ファイバレーザー）は、本開示を実行するために好適である固体レーザーの1つの代表的種類である。ファイバレーザーは、レーザー媒質であるファイバコア（典型的には0.1マイクロメートル（μm）～1000 μmの範囲の直径を有する）を有する。

30

40

【0050】

このレーザーは、パルスモード及び/又は持続波モードで用いられ得る。例えば、レーザーは少なくとも部分的に持続波モードで及び/又は少なくとも部分的にパルスモードで動作し得る。個々のパルスは時間的にプロファイルされ得る。好適なパルスレーザーの1つの特定の例は、Coherent, Inc.（Santa Clara, California）から入手可能なCO₂レーザー、モデルDiamond 84であり、以下の技術仕様を有する：高周波励起、密封式CO₂パルスレーザー、スキャナー系、入力ビ

50

ーム径 = 7.0 ミリメートル (mm)、及び最終ビーム径 = 0.250 mm ; 動作波長 = 10.6 μm ; 1 キロヘルツ (kHz) で 60 % デューティサイクルでの最大パワー = 300 W ; パルスエネルギー域 = 10 ~ 450 ミリジュール (mJ) ; パルス幅域 = 10 ~ 1000 マイクロ秒 (μs) ; 及びパルス上昇及び下降時間 < 60 μs 。

【0051】

好適な持続波レーザーの1つの特定の例は、Synrad (Mukilteo, West Virginia) から入手可能な、CO₂ レーザー、Evolution シリーズであり、これは以下の技術仕様を有する：波長：10.6 μm ; 最大パワー：- 持続モード：100 ワット (W)、- パルスモード：150 W ; 変調：20 kHz まで ; 上昇時間：< 150 μs ; 説明：高周波励起、持続波出力への密封式 CO₂ パルスレーザー ; 送達の方法：XYプロッタ系 ; 入力ビーム径：4.0 mm ; 最終ビーム径：0.250 mm。

10

【0052】

アルミニウム系水性ゾル-ゲルが、セラミック前駆体材料の層を含むこれら実施形態において、9.37 マイクロメートルの波長に同調される CO₂ レーザーが特に有用であり得る。

【0053】

レーザー切断の制動効力は、レーザービームが、切断される媒質 (例えば、セラミック前駆体材料の層) によって吸収される度合いに対して感度が高い。一部の紫外波長 (例えば、UV-B 又は UV-C 波長) では、吸収は適切であり得るが、より長い波長の吸収は、典型的に問題になり、レーザービームの波長がセラミック前駆体材料の層の特定の吸収に同調されるか、又は吸収剤 (すなわち、レーザー波長で高度に吸収性である材料) がセラミック前駆体に添加されるかのいずれかが好ましい。吸収剤の役割は、レーザービームの電磁放射線を吸収し、それを熱に変換することである。好適な吸収剤は、電磁スペクトルの紫外、可視、及び/又は赤外部分において吸収バンドを有することが好ましい。広くは、吸収剤は、レーザービームの波長と同時に、高いモル吸光係数を有するべきである。好ましくは、吸収剤は、レーザービームの主波長で少なくとも 1,000 (モル/リットル)⁻¹ - センチメートル⁻¹ ($\text{M}^{-1} \text{cm}^{-1}$)、500 $\text{M}^{-1} \text{cm}^{-1}$ 、10,000 $\text{M}^{-1} \text{cm}^{-1}$ 又は更に少なくとも 25000 $\text{M}^{-1} \text{cm}^{-1}$ のモル吸光係数を有する。吸収剤の混合もまた用いられ得る。存在する場合、吸収剤 (複数可) は、レーザービームの入射電磁放射線の少なくとも 5、10、20、30、40、50、60、70%、又は少なくとも 80% さえも吸収するために十分な量で存在することが好ましい。使用される量は、吸収剤 (複数可) の吸収スペクトル、レーザービームの波長 (複数可)、及びゾル-ゲルセラミック前駆体の層の厚さに応じて変化するであろうし、例えば、ベール・ランパートの法則により容易に決定され得る。

20

30

【0054】

典型的には、収束したレーザースポットサイズは、レーザー波長の約 10 倍のスポットサイズに限定される。したがって UV レーザーについては、レーザースポットは、10 マイクロメートル未満の直径に収束され得る。しかしながら、赤外レーザーについては、収束したスポット直径は、典型的には 100 ~ 250 マイクロメートルのオーダーであるが、これは必ずしも必要ではない。一部の実施形態において、最終的に作製された成形セラミック研磨粒子は、好ましくは 6 マイクロメートル以下の曲率半径を有する、鮮鋭なエッジ及び角部を有するだろう。角部が小さい曲率半径を達成することは、より大きなスポットサイズでは困難な場合がある。例えば、半径が 10 マイクロメートル未満である角部を引き出すために、250 マイクロメートルの広いスポット直径を有するレーザービームを用いることは難しい。

40

【0055】

好適な吸収剤としては、例えば、フタラジン、シアニン、ピリリウム、ルミノール、ナフトールグリーン B (酸グリーン 1)、インドシアニングリーン、ナフトキノン、アントラキノン、テトラキスアルミニウム化合物、金属チオレン、スルホン化又はカルボキシル化金属フタロシアニン、及びカーボンブラックなどの染料及び色素 (好ましくは少なくとも

50

いくらかの水溶解性を有するもの)が挙げられる。市販の近赤外染料の例としては、Fabric Color Holding Company, Paterson, New JerseyからTETRAARYLDIAMINE、製品コードFHI 104422Pとして入手可能なもの、Lumichem, Budapest, HungaryからLUNIR5 NIR吸収色素及びLUWSIR-3 Water Soluble NIR Absorberとして入手可能なもの、並びにEpolin, Inc. Newark, New JerseyからEPOLIGHT 2735 NEAR INFRARED DYEとして入手可能なものが挙げられる。好ましくは、吸収剤(複数可)は、少なくともいくらかの水への溶解度又は分散性を有するが、これは必ずしも必要ではない。水分散性を増加させるために、セラミック前駆体材料の層への組み込みを容易にするように、

10

【0056】

必ずしも必要ではないが、セラミック前駆体材料の層を支持する担体は、担体の損傷を最小限にとどめるためにレーザービームの吸収性が高くないことが好ましい。このことは、例えば、レーザーの選択、担体の選択、セラミック前駆体材料の層内における吸収剤(複数可)の封入、又はこれらの組み合わせによって達成され得る。例えば、典型的ペーマイトのゾル-ゲルは、ポリエチレンテレフタレート(PET)ポリエステルによる吸収が最小である波長である、約9.4マイクロメートルで吸収極大を有する。このような場合においては、約9.4マイクロメートルの波長を有するレーザーが用いられることが好ましい。したがって、レーザー放射が担体にほとんど到達しないように、セラミック前駆体

20

【0057】

レーザービームは、典型的には、光学的に方向付けされるか又は走査され、かつ変調され、所望の成形セラミック研磨粒子形状を得る所望の切削パターンを形成する。レーザービームは、1つ以上のミラー(例えば、回転ミラー及び/又は走査ミラー)及び/又はレンズの組み合わせを通じて方向付けされ得る。あるいは又はそれに加えて、基材がレーザービームに対して移動され得る。更に別の構成において、収束要素が、ウェブ(例えば、X、Y、Zアルファ、又はシータ方向の1つ以上)に対して移動することができる。レーザービームは、セラミック前駆体材料の層の表面(例えば上面)に対して入射角で走査され得る。例えば、入射角は90°(すなわち、セラミック前駆体材料の層に垂直)、85°、83°、80°、70°、60°、50°、45°又はこれ未満でもあり得る。

30

【0058】

典型的には、切削パターンは、得られる成形セラミック前駆体粒子の高充填密度(例えば、最大充填密度)が達成されるように生じる。例えば、このパターンは、セラミック前駆体材料の層を三角形、正方形、長方形、又は六角形などの形状の最密配置に切断してもよい。

【0059】

図2Aは、成形セラミック前駆体粒子210の例示のアレイ200を示す。少なくともいくつかのレーザー切断条件(例えば、その中でレーザービームがセラミック前駆体材料の層を実質的に又は完全に切断したような条件)下では、切断線230に沿って発生する加熱が、ゾル-ゲル内の水のフラッシュ蒸発をもたらし得、これによって、多孔質表面質感をもたらし、次いでこれが後続の処理工程全体にわたって固定化されたままで残る(すなわち、「定位置に凍結される」)。結果的に、一部の実施形態において、成形セラミック前駆体粒子210は、本体部分237を有し、これは本体部分237の表面質感に比べて粗い表面質感を有する周囲ループ部分235によって囲まれているが、他の実施形態においては、レーザー切断後に、切断線に沿った滑らかな表面が観察され得る。成形セラミック前駆体粒子210を焼成及び焼結することは、成形セラミック研磨粒子270をもたらし(図2Bを参照)、ここで、成形セラミック前駆体粒子210の表面質感が、成形セラミック研磨粒子270にも維持されている。したがって、一部の実施形態において、成形セラミック研磨粒子270(図2Bに示される)は本体部分277を有し、これは本体

40

50

部分 277 (例えば、図 7 A 及び 7 B に示されるような) に比べて粗い表面質感を有する周囲ループ部分 275 によって囲まれている。この粗い表面質感は、静電塗装及び / 又は結合剤樹脂への接着 (例えばメークコート又はスラリーコートにおける) を容易にし得る。

【 0 0 6 0 】

一部の実施形態において、レーザー切断は、セラミック前駆体材料の層を貫通する。一部の実施形態において、レーザーはセラミック前駆体材料の層を貫通しないが、セラミック前駆体材料の層を刻み目線に沿って破断することによって、通常更なる乾燥後に、それに沿って成形セラミック前駆体粒子を得ることが可能な刻み目線を切削する。例えば、超音波振動、ピーターパー、ローラ、スクラッパー、及びこれらの組み合わせによって、破断は実行され得る。

10

【 0 0 6 1 】

必ずしも必要ではないが、効率のために、セラミック前駆体材料の層がレーザービームによって刻み目をつけられることで、潜在的な研磨前駆体粒子の最密配置を形成し、レーザービームがセラミック前駆体材料の層を完全に切断する場合、これらが分離されるが互いに隣接し、あるいはレーザービームがセラミック前駆体材料の層を単に部分的に切断する場合でも、これらは、セラミック前駆体材料の層でレーザービームによって形成された刻み目線に沿って互いに結合される。

【 0 0 6 2 】

レーザービームがセラミック前駆体材料の層を完全に切断する実施形態において、後続の乾燥及び変形 (例えば、図 1 A に示されるように、担体 190 がローラ 195 の周りを走行すると同時に屈曲すること) が、成形セラミック前駆体粒子の担体からの分離を導く。

20

【 0 0 6 3 】

レーザービームがセラミック前駆体材料の層を単に部分的にのみ切断する実施形態においては、後続する乾燥及び変形 (例えば、図 1 A に示されるように、担体 190 がローラ 195 の周りを走行すると同時に屈曲すること) が、刻み目線に沿ってクラックを形成させて、これによって、成形セラミック前駆体粒子の互いからの分離及び担体からの分離を容易にする。最良の結果のために、セラミック前駆体材料の層は、クラック (例えば、外観上は泥割れと類似) が層の周囲部領域で形成され始めるポイントを乾燥させておかなければならない。

30

【 0 0 6 4 】

この方法で形成された成形セラミック前駆体粒子は、二重の特性を有する周囲部表面によって特徴づけられることができ、これは前駆体セラミック材料の蒸発 / アブレーションによって形成された部分、及び図 3 A に示されるような、少なくとも部分的な乾燥後の層の断裂によって形成された部分である。ここで図 3 A を参照すると、成形セラミック前駆体粒子 300 は、第 1 及び第 2 の、表裏となる非隣接の主表面 312、314 と、第 1 の主表面 312 と第 2 の主表面 314 との間で延在する周囲部表面 320 とを有する。周囲部表面 320 は、第 1 の主表面 312 に隣接して周囲部表面 320 に沿って延在するが第 2 の主表面 314 には接触しないアブレーションされた領域 324 を備える。断裂領域 326 は、第 2 の主表面に隣接して周囲部表面 320 に沿って延在するが第 1 の主表面 312 に接触しない。

40

【 0 0 6 5 】

図 3 A に示される成形セラミック前駆体粒子の成形セラミック研磨粒子 (図 3 B に示される) への変換の際には、例えば、焼結によって、成形セラミック研磨粒子 350 が得られる。ここで図 3 B を参照すると、成形セラミック研磨粒子 350 は、第 1 及び第 2 の、表裏となる非隣接の主表面 362、364 と、第 1 の主表面 362 と第 2 の主表面 364 との間で延在する周囲部表面 370 とを有する。周囲部表面 370 は、第 1 の主表面 362 に隣接して周囲部表面 370 に沿って延在するが第 2 の主表面 364 に接触しないアブレーションされた領域 374 を備える。断裂領域 376 は、第 2 の主表面に隣接して周囲

50

部表面 3 2 0 に沿って延在するが第 1 の主表面 3 1 2 に接触しない。示されるように、アブレーションされた領域 3 7 4 及び断裂領域 3 7 6 は互いに接触し、周囲部表面の全領域を構成するが、これは必ずしも必要ではない。更なる参照のために、この実施形態による例示の成形セラミック前駆体粒子の顕微鏡写真が、図 4 に示される。成形セラミック前駆体粒子を形成するために使用される刻み目線の深さに応じて、破断領域又はアブレーションされた領域のいずれかが、周囲部表面の領域の大部分を構成してもよい。迅速な処理を容易にするために、刻み目線の深さが最小にとどめられ、これが比較的大きな破断領域につながることを好ましい。

【 0 0 6 6 】

セラミック前駆体材料の層を部分的にのみ貫通する刻み目線を形成するようにレーザーを用いる場合、場合によっては、この刻み目線に一致しない望ましくないクラックも形成される可能性がある。この影響を最小にとどめるために、セラミック前駆体材料の層を、セラミック前駆体材料の層にわたって完全に延在する線によって境界づけられた複数の領域に分割するようにレーザービームを用いることが好ましい場合がある。この境界線（これは任意の幅を有するが、単一のレーザー走査線の幅であることが好ましい）は、セラミック前駆体材料の層の一部を形成し得るいかなる無関係のクラックの伝搬も分断するよう働き、これによって廃棄を低減する。結果的に、一部の実施形態において、レーザービームを用いてセラミック前駆体材料の層を切断することによって、境界線がセラミック前駆体材料の層内に（例えば、潜在的な乾燥したセラミック前駆体粒子の最密配置を取り囲むか又はその内部に）形成されることで、境界線が潜在的な乾燥したセラミック前駆体粒子の最密配置の部分を分離する。

10

20

【 0 0 6 7 】

一部の実施形態では、成形セラミック研磨粒子は、少なくとも 1 つの側壁によって接続されかつ厚さによって分離された表裏となる主表面を有する薄い本体を備える。幾つかの実施形態では、厚さは、約 2 5 マイクロメートル～約 5 0 0 マイクロメートルの範囲である。一般的に、厚さを増加させることは、切削の有用なレベルを達成するために、所与のレーザーについて滞留時間を増加させることに関係する。

【 0 0 6 8 】

好都合なことに、一部の状況下（例えば、高レーザーパワーが用いられる場合）において、レーザービームによって生じる急激な加熱が、レーザービームによって作り出されるセラミック近隣切断部へのセラミック前駆体材料の変換をもたらし得る。ペーマイトゲルの場合には、これは、アルミナが成形セラミック前駆体粒子の周囲部表面で形成されるが、粒子の内部は前駆体（例えば、少なくとも部分的に乾燥したペーマイトのゾル-ゲル）内に留まっていることを意味する。結果的に、本開示による方法は、図 5 A に示される種類の成形前駆体粒子を製造することが可能であり、ここで、成形セラミック前駆体粒子 5 0 0 は、内部 5 2 0 を包囲しかつそれに接触する周囲ループ部分 5 1 0 を有する。周囲ループ部分 5 1 0（例えば、図 1 8 B を参照）は、内部 5 2 0（例えば、図 1 8 A を参照）とは異なる微細結晶構造を有する。

30

【 0 0 6 9 】

図 5 A に示される成形セラミック前駆体粒子の成形セラミック研磨粒子（図 5 B に示される）への変換の際に、例えば、焼結によって、得られた成形セラミック研磨粒子 5 5 0 は、内部 5 7 0 を包囲しかつそれに接触する周囲ループ部分 5 6 0 を有する。成形セラミック前駆体粒子におけるアルミナでは周囲ループ部分 5 6 0 が、成形セラミック研磨粒子におけるセラミック微細結晶粒（例えば、アルミナ微細結晶粒）の形成を制御するように働き、周囲部ループ部分と内部との間での微細結晶構造での差異をもたらす。

40

【 0 0 7 0 】

加えて、本開示によるレーザー切断処理を用いることで、鋳型における乾燥の際の収縮及び/又はクラッキングのために従来開放鋳型を用いては不可能である形状を備えた成形セラミック研磨粒子を容易に製造することが可能である。このような形状の例として、本体部材と、本体部材から延在する少なくとも 3 つのロッド形部材を備える成形セラミッ

50

ク研磨粒子が挙げられる。このロッド形部材は、任意の断面の輪郭を有してよい。例えば、それらは、円形、楕円形、正方形、長方形、又は三角形から独立に選択される断面の輪郭を有してよい。思いがけないことに、本発明者は、いくつかの状況下において、レーザー切断動作中に、ロッド形部材が担体から離れてカールすることを発見した。カールの程度は、一般的には乾燥中の湿度条件によって影響される。乾燥中のより湿った条件は、観察したカールを減少させる傾向がある。このような場合には、少なくとも3つのロッド形部材は、本体部材に関する平面の外にあり、本体部材の同じ辺から延在する。このことが、低い嵩充填密度を有する成形セラミック研磨粒子へと導く。例えば、この成形セラミック研磨粒子は、理論的最大値の20%~90%、理論的最大値の20%~60%、又は理論的最大値の20%~40%の嵩充填密度を有し得る。

10

【0071】

開放鋳型における収縮がクラッキング及び/又は破断へと導く可能性があるような成形セラミック研磨粒子形状として、例えば、ラムダ、クロスハッチ、T、Y、又は井桁(tic-tac-toe)パターンが挙げられる。例示のこのような形状は、図6A~6Gに示されている。

【0072】

例えば、図6Aは、実質的に平面の成形セラミック研磨粒子600Aを示し、これは本体部材670Aと、本体部材670Aから延在する4つのロッド形部材681A、682A、683A、及び684Aを備え、十字の形状を形成する。ロッド形部材の端部は、方形化されてもよく、端部691Aのように実質的に方形化されてもよく、端部692Aのように丸められてもよく、先細りの形状でもよく、又は他の形状でもよく、あるいは前述の形状の混合を総じて備えてもよい。

20

【0073】

図6Bは、実質的に平面の成形セラミック研磨粒子600Bを示し、これは本体部材670Bと、本体部材670Bから延在する3つのロッド形部材681B、682B、及び683Bを備え、T字の形状を形成する。この実施形態において、ロッド形部材681B及び682Bは、同一直線上にある。

【0074】

図6Cは、実質的に平面の成形セラミック研磨粒子600Cを示し、これは本体部材670Cと、本体部材670Cから延在する6つのロッド形部材681C、682C、683C、684C、685C、及び686Cを備え、星形又はアスタリスクの形状を形成する。この実施形態において、対応のロッド形部材681C及び682C、683C及び684C、並びに685C及び686Cは同一直線上にある。

30

【0075】

図6Dは、実質的に平面の成形セラミック研磨粒子600Dを示し、これは本体部材670Dと、本体部材670Dから延在する3つのロッド形部材681D、682D、及び683Dを備え、ギリシャ文字ラムダの形状を形成する。この実施形態において、ロッド形部材681D及び682Dは、同一直線上にある。

【0076】

一部の実施形態において、成形セラミック研磨粒子は、第1及び第2のロッド形部材が同一直線上にあり、第3及び第4のロッド形部材が同一直線上にあり、第5及び第6のロッド形部材が同一直線上にあり、第7及び第8のロッド形部材が同一直線上にあり、第1及び第2のロッド形部材が同一直線上にあり、第3及び第4のロッド形部材が同一直線上にあり、第5及び第6のロッド形部材が同一直線上にあり、第7及び第8のロッド形部材が同一直線上にあり、第1及び第3のロッド形部材が平行であり、並びに第5及び第7のロッド形部材が平行であるように、成形されてもよい。一部の実施形態では、第1及び第5のロッド形部材が互いに垂直である。

40

【0077】

図6Eは、実質的に平面の成形セラミック研磨粒子600Eを示し、これは本体部材670Eと、本体部材670Eから延在する8つのロッド形部材681E、682E、68

50

3 E、6 8 4 E、6 8 5 E、6 8 6 E、6 8 7 E、及び6 8 8 Eを備え、その中に開口6 6 5 Eを有する。ロッド形部材6 8 1 E及び6 8 2 E、6 8 3 E及び6 8 4 E、6 8 5 E及び6 8 6 E、並びに6 8 7 E及び6 8 8 Eは同一直線上にある。ロッド形部材6 8 1 E及び6 8 5 Eは互いに垂直であり、井桁格子を形成する。この場合は、本体部材6 7 0 Eは、中空の正方形の形状を有する。

【0078】

同様に、図6 Fは、実質的に平面の成形セラミック研磨粒子6 0 0 Fを示し、これは本体部材6 7 0 Fと、本体部材6 7 0 Fから延在する8つのロッド形部材6 8 1 F、6 8 2 F、6 8 3 F、6 8 4 F、6 8 5 F、6 8 6 F、6 8 7 F、及び6 8 8 Fを備える。ロッド形部材6 8 1 F及び6 8 2 F、6 8 3 F及び6 8 4 F、6 8 5 F及び6 8 6 F、並びに6 8 7 F及び6 8 8 Fは同一直線上にある。ロッド形部材6 8 1 F及び6 8 5 Fは互いに垂直であり、埋められた井桁格子を形成する。この場合には、本体部材6 7 0 Fは、埋められた正方形の形状を有する。

10

【0079】

同様に、図6 Gは、実質的に平面の成形セラミック研磨粒子6 0 0 Gを示し、これは本体部材6 7 0 Gと、本体部材6 7 0 Gから延在する8つのロッド形部材6 8 1 G、6 8 2 G、6 8 3 G、6 8 4 G、6 8 5 G、6 8 6 G、6 8 7 G、及び6 8 8 Gを備え、これは、その内部に開口6 6 5 Gを有する。ロッド形部材6 8 1 G及び6 8 2 G、6 8 3 G及び6 8 4 G、6 8 5 G及び6 8 6 G、並びに6 8 7 G及び6 8 8 Gは同一直線上にある。ロッド形部材6 8 1 G及び6 8 5 Gは互いに垂直であり、本体部材6 7 0 G内の中央に位置する円形の中央開口を有する井桁格子を形成する。

20

【0080】

思いがけないことに、発明者は、本明細書に記載されるようなレーザー処理技術を用いて、ロッド形部材が本体部材に対して平面の外にあり、本体部材の同じ辺から延在する形状をもたらすように、レーザー切断中にロッド形部材が本体部材から延在しかつ担体基材から離れてカールするような成形セラミック研磨粒子を作製することが可能であることをここで発見した。ロッド形部材のこのようなカール/曲がり、レーザー処理中の担体基材の特異収縮及び/又は変形の結果であり得る。実施例4により作製された例示のこのような成形セラミック研磨粒子は、図7 A及び7 Bに示されている。

【0081】

別の実施形態において、本開示の方法は、押出し成形及び鋳造などの他の方法によっては容易に調製されない細長い成形セラミック研磨粒子を調製するために有用である。ここで図8 Aを参照すると、例示の成形セラミック研磨粒子8 0 0は、第1及び第2の対向する辺8 2 0、8 2 2並びに第1及び第2の対向する端部8 3 0、8 3 2によって接続された第1及び第2の、表裏となる主表面8 1 0、8 1 2を備える。第1及び第2の、表裏となる主表面8 1 0、8 1 2は、実質的に滑らかである（本明細書で使用されるような「実質的に滑らか」とは、概ね滑らかであるが、例えば、調製中の不完全性及び不規則性から得られたものとしての少量の表面粗さを含有する可能性があることを意味する）。第1及び第2の対向する辺8 2 0、8 2 2並びに第1及び第2の対向する端部8 3 0、8 3 2は、屈曲し丸められたマイクロメートルスケールの凸部8 4 0及び凹部8 5 0を備える表面トポグラフィーを有する。一部の実施形態において、表面トポグラフィーは、屈曲し丸められたマイクロメートルスケールの凸部及び凹部からなり、一方他の実施形態においては、屈曲し丸められたマイクロメートルスケールの凸部及び凹部が、第1及び第2の対向する辺並びに第1及び第2の対向する端部の一部分のみを被覆する。図8 Aに示される実施形態において、第1の辺8 2 0は、第1の主表面8 1 0と接触し、鋭角の二面角8 7 0を形成する。第2の辺8 2 2は、第1の主表面8 1 0と接触し、鈍角の二面角8 7 2を形成する。図1 8は、実施例7により調製された例示のこのような成形セラミック研磨粒子を示す。好ましくは、第1及び第2の対向する端部は、平行の平行四辺形を備える。好ましくは、第1及び第2の対向する辺は、実質的に平行である。

30

40

【0082】

50

前述の成形セラミック研磨粒子は、本開示によるレーザー切断処理によって製造され得るが、これらは、例えばゾル-ゲルセラミック前駆体材料のマイクロ押し成形法などの他の技術によっても製造され得る。このような実施形態において、ロッド形部材は、これらが接触するところで互いに重なり合って本体部材を形成し得、及び/又はこれらは本体部材とぴったり重なることができる。

【0083】

所望の場合、切削パターンは、セラミック前駆体粒子の複数の形状を生成することが可能であり、これは組み合わせられた状態で残されてもよく、又は形状によって分離されてもよい(例えば、ふるい分け)。一部の実施形態では、切削がその露出面に対して実質的に垂直であるように、レーザーがセラミック前駆体材料の層で方向づけされてもよい。一部の実施形態において、切削がその露出面に対して実質的にある角度であるように、レーザーがセラミック前駆体材料の層で方向づけされてもよい。

10

【0084】

典型的には、レーザービームは、出力が特定の部分(例えば、ビーム中心)において集中される特性を有するが、これは必ずしも必要、又は好ましいというわけではない。結果として、レーザー切断は、傾斜する側壁を備えた谷部分に似る可能性がある。他の実施形態では、ビームは、例えば、垂直壁を作成するために、平坦形状を有してもよい。

【0085】

一旦形成されると、成形セラミック前駆体粒子は、必要に応じて、例えば、担体から分離する前に、本明細書で上述されたような乾燥技術を用いて更に乾燥される。この段階での更なる乾燥の目的は、粒子の耐久性を増加させるため、並びに後続の処理中でのクラッキング及び/又は破損の可能性を低減するためのものである。例えば、成形セラミック前駆体粒子は、50 ~ 160 又は120 ~ 150 の範囲の温度で、1 ~ 480分、又は120 ~ 400分乾燥され得る。

20

【0086】

成形セラミック前駆体粒子は、一般的に、例えば、焼成、金属イオンドーピング、及び焼結を含むことができる後続の処理工程の前に、担体から分離される。場合によっては、例えば、担体が可燃性であるような場合には、焼成又は焼結中に担体が焼却されてしまうために、成形セラミック前駆体粒子をその上に載せたままで担体を更に処理することが可能であり得る。例えば、振動(超音波振動を含む)、剥離、又は加圧空気などの方法が、分離を容易にするために有用であり得る。場合によっては、成形セラミック前駆体粒子は、例えば、ロールの周りを通ると同時に、自然に分離し得る。

30

【0087】

次の工程は、典型的には成形セラミック前駆体粒子を焼成することを伴う。焼成中に、本質的に全ての揮発性材料が除去され、研磨剤分散液中に存在していた多様な成分は、金属酸化物へと形質転換される。焼成中、成形セラミック前駆体研磨粒子は、一般に、400 ~ 800 の温度に加熱され、遊離水及び90重量%を超すあらゆる結合揮発性材料が除去されるまで、この温度範囲内に維持される。

【0088】

任意の次の工程において、含浸処理によって、添加剤金属などの修正添加剤を導入することが望ましい場合がある。例えば、金属酸化物添加剤、又は可溶性金属塩などのその前駆体が、焼成した成形セラミック前駆体粒子の孔への含浸によって導入され得る。次いで、含浸粒子が、再度予備焼成される。この選択肢は、米国特許第5,164,348号(Wood)に更に記載されている。添加剤金属の例としては、ジルコニウム、マグネシウム、ハフニウム、コバルト、ニッケル、亜鉛、イットリウム、プラセオジウム、サマリウム、イッテルビウム、ネオジウム、ランタン、ガドリニウム、セリウム、ジスプロシウム、及びエルビウムが挙げられる。好ましい修正添加剤は、イットリウム、マグネシウムの酸化物、並びにプラセオジウム、サマリウム、イッテルビウム、ネオジウム、ランタン、ガドリニウム、セリウム、ジスプロシウム、及びエルビウムから選択される希土類金属の酸化物である。

40

50

【0089】

成形セラミック研磨粒子の作製における最後の工程は、焼成された、必要に応じて含浸させた、成形セラミック前駆体粒子を焼結することを伴う。焼結前は、焼成された成形セラミック前駆体粒子は完全には緻密化されていないので、研磨粒子として使用するための硬度が足りない。焼結は、焼成された成形セラミック前駆体粒子を、1000 ~ 1650 の温度に加熱し、実質的に全てのセラミック前駆体がセラミックに変換されるまで、それらをこの温度範囲に維持することによって行われる。

【0090】

アルミナー水和物（又はその等価物）の場合には、焼結は、それを アルミナに変換し、多孔性は体積で15%未満に低減される。焼成された成形セラミック前駆体粒子が変換の十分なレベルを達成するために焼結温度にさらされるべき時間の長さは、様々な因子に依存するが、通常は5秒~48時間が一般的である（例えば、アルミナの場合）。一実施形態において、焼結工程の持続時間は1分間~90分間の範囲である。一旦焼結されると、得られた成形セラミック研磨粒子は、10ギガパスカル（GPa）、16GPa、18GPa、20GPa、又はそれを超えるピッカーズ硬さを有することができる。

10

【0091】

記載される処理を変更するために、他の工程、例えば、材料を焼成温度から焼結温度まで急激に加熱する、スラッジ、廃物、及び他の固体粒子を除去するためにセラミック前駆体粒子の分散液を遠心分離するなどといった工程を用いることができる。更に、所望により2つ以上の処理工程を組み合わせることによってこの処理を変更することができる。本開示の処理を修正するために使用できる従来処理工程は、米国特許第4,314,827号（Leitheiser）においてより完全に詳述されている。

20

【0092】

成形セラミック研磨粒子は、表面被覆を有してもよい。表面被覆は、研磨物品の研磨粒と結合剤との接着を改善することで知られており、又は成形セラミック研磨粒子の静電蒸着を支援するために使用することができる。かかる表面被覆は、例えば、米国特許第1,910,444号（Nicholson）、同第3,041,156号（Rowser）、同第4,997,461号（Markhoff-Matheny）、同第5,009,675号（Kunz）、同第5,011,508号（Wald）、同第5,042,991号（Kunz）、同第5,085,671号（Martin）、及び同第5,213,591号（Celikkaya）に記載されている。加えて、表面被覆は、成形セラミック研磨粒子のキャッピングを防ぐことがある。キャッピングとは、研磨中の加工物からの金属粒子が、成形セラミック研磨粒子の頂部に溶着するようになる現象を表す用語である。上記の機能を発揮する表面被覆は、当業者には既知である。

30

【0093】

本開示に従って作製される成形セラミック研磨粒子は、研磨物品に組み込まれるか、又は粉状（loose form）で用いられてよい。研磨粒子は、概して、使用前に、定められた粒径分布に等級分けされる。そのような分布は典型的には、粗粒子から微粒子までのある範囲の粒径を有している。研磨の技術分野において、この範囲は、ときには「粗い」画分、「統制された」画分、及び「細かい」画分と呼ばれる。研磨業界公認の等級基準に従って等級分けされた研磨粒子は、各公称等級に対する粒径分布を数量的限界内で指定している。このような工業的に認められた等級分け規格（すなわち、研磨業界規格の公称等級）としては、アメリカ規格協会（ANSI）規格、研磨製品の欧州生産者連盟（FEPA）規格及び日本工業規格（JIS）規格として知られているものが挙げられる。本明細書で使用するとき、「公称」は、実際とは異なり得る指定又は理論的寸法及び/若しくは形状、あるいは実際とは異なり得る指定又は理論的寸法及び/若しくは形状に関連するということを意味する。

40

【0094】

ANSI等級の表記（すなわち、公称等級として指定される）としては、ANSI 4、ANSI 6、ANSI 8、ANSI 16、ANSI 24、ANSI 36、A

50

NSI 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、及びANSI 600が挙げられる。FEPA等級表記としては、P8、P12、P16、P24、P36、P40、P50、P60、P80、P100、P120、P150、P180、P220、P320、P400、P500、P600、P800、P1000、及びP1200が挙げられる。JIS等級表記としては、JIS8、JIS12、JIS16、JIS24、JIS36、JIS46、JIS54、JIS60、JIS80、JIS100、JIS150、JIS180、JIS220、JIS240、JIS280、JIS320、JIS360、JIS400、JIS600、JIS800、JIS1000、JIS1500、JIS2500、JIS4000、JIS6000、JIS8000、及びJIS10,000が挙げられる。

10

【0095】

あるいは、成形セラミック研磨粒子は、ASTM E-11「Standard Specification for Wire Cloth and Sieves for Testing Purposes」に従う米国標準試験用ふるいを用いて公称スクリーニング等級に等級分けすることができる。ASTM E-11は、所定の粒径に従って物質を分類するために枠に実装された金網の媒体を用いて試験用ふるいを設計及び構築するための要件について記載している。典型的な表記は、-18+20のように表される場合があり、これは、成形セラミック研磨粒子がASTM E-11の18号ふるいの規格に準拠する試験用ふるいを通過するものであり、ASTM E-11の20号ふるいの規格に準拠する試験用ふるいに残るものであることを意味する。例えば、成形セラミック研磨粒子は、-18+20、-20+25、-25+30、-30+35、-35+40、-40+45、-45+50、-50+60、-60+70、-70+80、-80+100、-100+120、-120+140、-140+170、-170+200、-200+230、-230+270、-270+325、-325+400、-400+450、-450+500、又は-500+635の公称スクリーニング等級を有することができる。

20

【0096】

所望の場合、成形セラミック研磨粒子及び/又は成形セラミック前駆体粒子は、非基準寸法等級に基づき選択されてもよい。例えば、成形セラミック研磨粒子及び/又は成形セラミック前駆体粒子は、0.001マイクロメートル~26マイクロメートル、0.1マイクロメートル~10マイクロメートル、若しくは0.5マイクロメートル~1マイクロメートルもの範囲で長さ(すなわち最大寸法)を有するよう、及び/又は0.001マイクロメートル~26マイクロメートル、0.1マイクロメートル~10マイクロメートル、若しくは0.5マイクロメートル~5マイクロメートルもの範囲で幅を有するよう、及び/又は0.005マイクロメートル~10マイクロメートル、若しくは0.2マイクロメートル~1.2マイクロメートルの範囲で厚さを有するよう選択されてもよい。いくつかの実施形態では、セラミックの成形された研磨粒子は、少なくとも2、3、4、5、6又はそれ以上のアスペクト比(長さ対厚さ)を有してもよい。本明細書で使用する場合、長さは、最長粒子寸法であり、幅はこの長さに垂直な最大粒子寸法であり、厚さはこの長さ及び幅に垂直である。

30

40

【0097】

成形セラミック研磨粒子の複数の形状が同時に生成される実施形態において、様々な粒径及び/又は形状を分離するためには、ふるい分けが有用であり得る。

【0098】

成形セラミック研磨粒子は、例えば、粒塊研磨粒、被覆研磨物品(例えば、従来のメークコート及びサイズコートされた研磨物品、スラリーコートされた研磨物品、及び構造化研磨物品)、研磨ブラシ、不織布研磨物品、並びに研削ホイール、ホーン及び砥石などの接合研磨物品が挙げられる例えば研磨物品の構成において有用である。

50

【0099】

例えば、図9は、本開示の一実施形態による、タイプ27の凹状の中央の研削ホイール900の例示の実施形態（すなわち、接合研磨物品の実施形態）を示す。中央孔912は、タイプ27の凹状の中央の研削ホイール900を、例えば動力駆動工具に取り付けるために使用される。タイプ27の凹状の中央の研削ホイール900は、結合剤925内に保持された、本開示による成形セラミック研磨粒子920を備える。好適な結合剤の例としては、エポキシ結合剤、フェノール樹脂結合剤、アミノプラスト結合剤、及びアクリルの結合剤などの有機結合剤、並びにガラス状の結合剤などの無機結合剤が挙げられる。

【0100】

被覆研磨物品の1つの例示の実施形態では、研磨コートは、メークコート、サイズコート、及び研磨粒子を備えることができる。図10を参照すると、例示の被覆研磨物品1000は、裏材1020と研磨材層1030とを有する。研磨材層1030は、それぞれが、同一でも異なるものであってもよい対応の結合剤（例えば、エポキシ樹脂、ウレタン樹脂、フェノール樹脂、アミノプラスト樹脂、アクリル樹脂）を有するメーク層1050及びサイズ層1060によって、裏材1020に固定された本開示による研磨粒子1040を含有する。

10

【0101】

被覆研磨物品の別の例示の実施形態では、研磨コートは、硬化可能な結合剤前駆体及び本開示による研磨粒子の硬化したスラリーを含んでもよい。図11を参照すると、例示の被覆研磨物品1100は、裏材1120と研磨材層1130とを有する。研磨材層1130は、研磨粒子1140と結合剤1145（例えば、エポキシ樹脂、ウレタン樹脂、フェノール樹脂、アミノプラスト樹脂、アクリル樹脂）とを含有する。

20

【0102】

本開示による成形セラミック研磨粒子を、上記の実施形態による被覆研磨物品に組み込むための技術及び材料は、当業者には明らかであるだろうし、例えば、米国特許第4,314,827号（Leitheiserら）、同第4,652,275号（Bloecherら）、同第4,734,104号（Broberg）、米国特許第4,751,137号（Tumeyら）、同第5,137,542号（Buchananら）、同第5,152,917号（Pieperら）、同第5,417,726号（Stoutら）、同第5,573,619号（Benedictら）、同第5,942,015号（Cullerら）、及び同第6,261,682号（Law）に見ることができる。

30

【0103】

不織布研磨物品は、一般的には、結合剤によってそこに結合された研磨粒子を有する多孔性（例えば、嵩高な開放多孔性）ポリマーフィラメント構造を含有する。本発明による不織布研磨物品の例示の実施形態は、図12A及び12Bに示されており、ここで嵩高な開放した低密度の繊維ウェブ1200が、結合剤1220（例えば、エポキシ樹脂、ウレタン樹脂、フェノール樹脂、アミノプラスト樹脂、アクリル樹脂）で含浸された絡み合わされたフィラメント1210から形成されている。本開示による研磨粒子1240が、フィラメント1210の露出表面上の繊維ウェブ1200の全体にわたって分散されている。結合剤1220は、フィラメント1210の一部をコーティングし、個々のフィラメント若しくはフィラメントの束を取り囲む、フィラメントの表面に付着する、及び/又は、接触するフィラメントの交点に集まることのできる小球1250を形成し、不織布研磨物品全体にわたって研磨部位を提供する。

40

【0104】

本開示による成形セラミック研磨粒子を、上記の実施形態による不織布研磨物品に組み込むための技術及び材料は、当業者には明らかであるだろうし、例えば、米国特許第2,958,593号（Hooverら）、同第4,018,575号（Davissら）、同第4,227,350号（Fitzerら）、同第4,331,453号（Daurら）、同第4,609,380号（Barnettら）、同第4,991,362号（Heyerら）、同第5,554,068号（Carrら）、同第5,712,210号（Win

50

disc hら)、同第5, 591, 239号(Edb l omら)、同第5, 681, 361号(Sanders)、同第5, 858, 140号(Bergerら)、同第5, 928, 070号(Lux)、同第6, 017, 831号(Beardsleyら)、同第6, 207, 246号(Morenら)、及び同第6, 302, 930号(Lux)に見ることができる。

【0105】

本開示による成形セラミック研磨粒子を、上記の実施形態による接合研磨物品に組み込むための技術及び材料は、当業者には明らかであるだろうし、例えば米国特許第4, 800, 685号(Haynesら)、同第4, 898, 597号(Hayら)、同第4, 933, 373号(Moren)、及び同第5, 282, 875号(Woodら)で見ることができる。

10

【0106】

本開示の研磨物品は、加工物を研磨するために有用である。研磨の方法は、スナッグング(すなわち、高圧高ストック除去)から艶出し仕上げ(例えば、被覆研磨材ベルトで医療用インプラントを艶出し仕上げする)まで及び、ここにおいて、後者は一般的には、より微細な等級の研磨粒子で実行される。1つのこのような方法は、研磨物品(例えば、被覆研磨物品、不織布研磨物品、又は接合研磨物品)を加工物の表面に摩擦接触させる工程と、研磨物品又は加工物の少なくとも一方を、他方に対して動かして表面の少なくとも一部分を研磨する工程と、を含む。

【0107】

20

加工物材料の例としては、金属、合金、新合金(exoticmetal)、セラミックス、ガラス、木材、木材様材料、複合材料、塗装表面、プラスチック、強化プラスチック、石、及び/又はこれらの組み合わせ物が挙げられる。加工物は、平らであってもよく、又は関連した形状若しくは外形を有してもよい。代表的な加工物としては、金属構成成分、プラスチック構成成分、パーティクルボード、カムシャフト、クラクシャフト、家具、及びタービンブレードが挙げられる。研磨中に加えられる力は、典型的には、約1キログラム~約100キログラムの範囲である。

【0108】

本開示による研磨物品は、手で使用してもよく、及び/又は機械と組み合わせて使用してもよい。研磨物品及び加工物の少なくとも一方は、研磨時に他方に対して動かされる。研磨は、湿潤状態で実施されても、又は乾燥状態で実施されてもよい。代表的な湿潤研磨用液体としては、水、慣用の腐食防止化合物を含有する水、潤滑剤、油、石鹼液、及び切削液が挙げられる。その液体はまた、消泡剤、脱脂剤などを含有してもよい。

30

【0109】

好適な結合剤の例としては、エポキシ結合剤、フェノール樹脂結合剤、アミノプラスト結合剤、及びアクリルの結合剤などの有機結合剤、並びにガラス状の結合剤などの無機結合剤が挙げられる。

【0110】

本開示の選択された実施形態

第1の実施形態では、本開示は、

40

担体上に支持されたセラミック前駆体材料の層であって、セラミック前駆体材料の層がセラミック前駆体と遊離水とを含む、層を提供することと、

レーザービームを用いて、セラミック前駆体材料の層を切断し、成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、を含む方法を提供する。

【0111】

第2の実施形態では、本開示は第1の実施形態による方法を提供し、この方法は、

成形セラミック前駆体粒子を乾燥させて、乾燥した成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

乾燥した成形セラミック前駆体粒子を焼成して、焼成された成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

50

焼成された成形セラミック前駆体粒子を焼結して、成形セラミック研磨粒子をもたらすことと、を更に含む。

【0112】

第3の実施形態では、本開示は、第2の実施形態による方法を提供し、ここで、成形セラミック研磨粒子は、アルミナ系成形セラミック研磨粒子を含む。

【0113】

第4の実施形態では、本開示は、第1～第3の実施形態のいずれか1つによる方法を提供し、ここで、セラミック前駆体材料の層は、ゾル-ゲル層を部分的に乾燥することによってもたらされる。

【0114】

第5の実施形態では、本開示は、第1～第4の実施形態のいずれか1つによる方法をもたらすことと、ここで、セラミック前駆体材料の層は、重力のために実質的に非流動性である。

【0115】

第6の実施形態では、本開示は、第1～第5の実施形態のいずれか1つによる方法を提供し、ここで、セラミック前駆体材料の層は、60～70重量%の範囲の固体含量を有する。

【0116】

第7の実施形態では、本開示は、第1の実施形態による方法を提供し、この方法は、成形セラミック前駆体粒子を乾燥させて、乾燥した成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

乾燥した成形セラミック前駆体粒子を焼成して、焼成された成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

焼成された成形セラミック前駆体粒子を、第2の液体媒質と、金属酸化物及びその前駆体のうちの少なくとも1つとを含有する混合物を含む含浸組成物で含浸させて、含浸され焼成された成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、を更に含み、焼成された成形セラミック前駆体粒子の他の表面よりもレーザービームによる切削によって形成された表面で、より軽度に、含浸組成物が、焼成された成形セラミック前駆体粒子に含浸される。

【0117】

第8の実施形態では、本開示は、第7の実施形態による方法を提供し、この方法は、含浸され焼成された成形セラミック前駆体粒子を焼結して、成形セラミック研磨粒子をもたらすことを更に含む。

【0118】

第9の実施形態では、本開示は、

担体上に支持されたセラミック前駆体材料の層であって、セラミック前駆体材料の層がセラミック前駆体と遊離水とを含む、層を提供することと、

レーザービームを用いて、セラミック前駆体材料の層に刻み目をつけ、セラミック前駆体材料の刻み目付きの層をもたらすことと、を含む方法を提供する。

【0119】

第10の実施形態では、本開示は、第9の実施形態による方法を提供し、この方法は、セラミック前駆体材料の刻み目付きの層を、刻み目線に沿って破断させ、成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

必要に応じて成形セラミック前駆体粒子を焼成して、焼成された成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

焼成された成形セラミック前駆体粒子又は成形セラミック前駆体粒子を焼結して、成形セラミック研磨粒子をもたらすことと、を更に含む。

【0120】

第11の実施形態では、本開示は、第10の実施形態による方法を提供し、ここで、セラミック前駆体材料の刻み目付きの層は、セラミック前駆体材料の層内の刻み目線に沿って、互いに結合した潜在的な研磨材前駆体粒子の最密配置を形成するように刻み目がつけられている。

10

20

30

40

50

【 0 1 2 1 】

第 1 2 の実施形態では、本開示は、第 1 1 の実施形態による方法を提供し、この方法は

、
レーザービームを用いてセラミック前駆体材料の層を切断することによって、潜在的な研磨材前駆体粒子の最密配置内に境界線を形成することを更に含み、この境界線が、潜在的なセラミック前駆体粒子の最密配置の部分を分離する。

【 0 1 2 2 】

第 1 3 の実施形態では、本開示は、第 1 2 の実施形態による方法を提供し、この方法は

、
潜在的な研磨材前駆体粒子の最密配置の部分が、刻み目線の少なくとも何本かに沿って破断し、成形セラミック前駆体粒子を形成するように、担体を変形させることを更に含む。

10

【 0 1 2 3 】

第 1 4 の実施形態では、本開示は、第 9 の実施形態による方法を提供し、この方法は、セラミック前駆体材料の刻み目つきの層を乾燥させて、セラミック前駆体材料の刻み目つきの乾燥した層をもたらすことと、

セラミック前駆体材料の刻み目つきの乾燥した層を、刻み目線に沿って破断させて、乾燥した成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

必要に応じて乾燥した成形セラミック前駆体粒子を焼成して、焼成された成形セラミック前駆体粒子をもたらすことと、

20

焼成された成形セラミック前駆体粒子又は乾燥した成形セラミック前駆体粒子を焼結して、成形セラミック研磨粒子をもたらすことと、を更に含む。

【 0 1 2 4 】

第 1 5 の実施形態では、本開示は、第 1 4 の実施形態による方法を提供し、ここで、セラミック前駆体材料の層は、セラミック前駆体材料の層内の刻み目線に沿って、互いに結合した潜在的な乾燥したセラミック前駆体粒子の最密配置を形成するように刻み目がつけられている。

【 0 1 2 5 】

第 1 6 の実施形態では、本開示は、第 1 5 の実施形態による方法を提供し、この方法は

、
レーザービームを用いて、セラミック前駆体材料の層を切断することによって、潜在的な乾燥したセラミック前駆体粒子の最密配置内に境界線を形成することを更に含み、この境界線は、潜在的な乾燥したセラミック前駆体粒子の最密配置の部分を分離する。

30

【 0 1 2 6 】

第 1 7 の実施形態では、本開示は、第 1 6 の実施形態による方法を提供し、ここで、セラミック前駆体材料の刻み目つきの層を刻み目線に沿って破断させることが、少なくとも一部で、潜在的なセラミック前駆体粒子の最密配置の部分が、刻み目線の少なくとも何本かに沿って破断し、乾燥した成形セラミック前駆体粒子を形成するように担体を変形させることによって起こる。

【 0 1 2 7 】

第 1 8 の実施形態では、第 1 0 ~ 第 1 7 の実施形態のいずれか 1 つによる方法を提供し、ここで、成形セラミック研磨粒子は、アルミナ系の成形セラミック研磨粒子を含む。

40

【 0 1 2 8 】

第 1 9 の実施形態では、本開示は、第 9 ~ 第 1 8 の実施形態のいずれか 1 つによる方法を提供し、ここで、セラミック前駆体材料の層は、ゾル - ゲル層を部分的に乾燥させることによってもたらされる。

【 0 1 2 9 】

第 2 0 の実施形態では、本開示は、第 9 ~ 第 1 9 の実施形態のいずれか 1 つによる方法を提供し、ここで、セラミック前駆体材料の層は、重力のために実質的に非流動性である。

50

【0130】

第21の実施形態では、本開示は、第9～第20の実施形態のいずれか1つによる方法を提供し、ここで、セラミック前駆体材料の層は、60～70重量%の範囲の固体含量を有する。

【0131】

第22の実施形態では、本開示は、第9～第21の実施形態のいずれか1つによる方法を提供し、ここで、レーザービームは、赤外ファイバレーザーによって発生される。

【0132】

第23の実施形態では、本開示は、第9～第22の実施形態のいずれか1つによる方法を提供し、ここで、セラミック前駆体材料は、レーザービームの入射電磁放射線を吸収しかつそれを熱へと変換する吸収剤を更に含む。

10

【0133】

第24の実施形態では、本開示は、第23の実施形態による方法を提供し、ここで、この吸収剤は、レーザービームの主波長で少なくとも $10,000\text{ M}^{-1}\text{ cm}^{-1}$ のモル吸光係数を有する。

【0134】

第25の実施形態では、本開示は、第23又は第24の実施形態による方法を提供し、ここで、吸収剤は、レーザービームの入射電磁放射線の少なくとも30%を吸収するのに十分な量で存在する。

【0135】

第26の実施形態では、本開示は、第1～第25の実施形態のいずれか1つの方法により調製される、成形セラミック研磨粒子を提供する。

20

【0136】

第27の実施形態では、本開示は、成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、成形セラミック研磨粒子のそれぞれは、本体部材と、本体部材から延在する少なくとも3つのロッド形部材とを独立して備える。

【0137】

第28の実施形態では、本開示は、第27の実施形態による成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、少なくとも3つのロッド形部材のうちのそれぞれ1つは、円形、正方形、長方形、又は三角形から独立して選択される断面の輪郭を有する。

30

【0138】

第29の実施形態では、本開示は、第27又は第28の実施形態による成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、少なくとも3つのロッド形部材は、本体部材の平面の外にあり、少なくとも3つのロッド形部材は、本体部材の同じ辺から延在する。

【0139】

第30の実施形態では、本開示は、第27～第29の実施形態のいずれか1つによる成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、成形セラミック研磨粒子は、アルミナを含む。

【0140】

第31の実施形態では、本開示は、第27～第30の実施形態のいずれか1つによる成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、本体部材は、その内部に開口を有する。

40

【0141】

第32の実施形態では、本開示は、第27～第31の実施形態のいずれか1つによる成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、少なくとも3つのロッド形部材は、第1、第2、第3、第4、第5、第6、第7、及び第8のロッド形部材を備える。

【0142】

第33の実施形態では、本開示は、第27～第32の実施形態のいずれか1つによる成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、成形セラミック研磨粒子は、アルミナを含む。

【0143】

50

第34の実施形態では、本開示は、第27～第33の実施形態のいずれか1つによる成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、成形セラミック研磨粒子は、研磨業界公認の公称等級に対応するサイズ分布を有する。

【0144】

第35の実施形態では、本開示は、成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、成形セラミック研磨粒子のそれぞれは、周囲ループ部分によって境界づけられた本体部分を有し、周囲ループ部分は本体部分に比べて粗い表面質感を有する。

【0145】

第36の実施形態では、本開示は、第35の実施形態による成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、成形セラミック研磨粒子は、研磨業界公認の公称等級に対応するサイズ分布を有する。

10

【0146】

第37の実施形態では、本開示は、第35又は第36の実施形態による成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、成形セラミック研磨粒子は、アルミナを含む。

【0147】

第38の実施形態では、本開示は、成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、成形セラミック研磨粒子は、内部を包囲しかつそれに接触する周囲ループ部分を有し、周囲ループ部分が、アルミナを含み、内部が、アルミナ前駆体を含みかつアルミナを含まない。

【0148】

20

第39の実施形態では、本開示は、第38の実施形態による成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、アルミナ前駆体は、ペーナイトゲルを含む。

【0149】

第40の実施形態では、本開示は、成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、成形セラミック研磨粒子は、内部を包囲しかつそれに接触するが、内部を完全には取り囲まない周囲ループ部分を有し、周囲ループ部分が、内部とは異なる微細結晶構造を有する。

【0150】

第41の実施形態では、本開示は、第40の実施形態による成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、成形セラミック研磨粒子は、研磨業界公認の公称等級に対応するサイズ分布を有する。

30

【0151】

第42の実施形態では、本開示は、結合剤内に保持された、第40又は第41の実施形態による成形セラミック研磨粒子を含む接合研磨物品を提供する。

【0152】

第43の実施形態では、本開示は、成形セラミック前駆体粒子を提供し、ここで、成形セラミック前駆体粒子のそれぞれは、第1及び第2の、表裏となる非隣接の主表面と、第1の主表面と第2の主表面との間から延在する周囲部表面とを有し、周囲部表面が、第1の主表面に隣接して周囲部表面に沿って延在するが第2の主表面とは接触しないアブレーションされた領域と、第2の主表面に隣接して周囲部表面に沿って延在するが第1の主表面とは接触しない断裂領域とを備える。

40

【0153】

第44の実施形態では、本開示は、第43の実施形態による成形セラミック前駆体粒子を提供し、ここで、断裂領域は、アブレーションされた領域の面積よりも大きい面積を有する。

【0154】

第45の実施形態では、本開示は、第43又は第44の実施形態による成形セラミック前駆体粒子を提供し、ここで、成形セラミック前駆体粒子は、アルミナ前駆体を含む。

【0155】

第46の実施形態では、本開示は、成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、成形セラミック研磨粒子のそれぞれは、第1及び第2の、表裏となる非隣接の主表面と、第1の

50

主表面と第2の主表面との間で延在する周囲部表面とを有し、周囲部表面が、第1の主表面に隣接して周囲部表面に沿って延在するが第2の主表面とは接触しないアブレーションされた領域と、第2の主表面に隣接して周囲部表面に沿って延在するが第1の主表面とは接触しない断裂領域とを備える。

【0156】

第47の実施形態では、本開示は、第46の実施形態による成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、断裂領域は、アブレーションされた領域の面積よりも大きい面積を有する。

【0157】

第48の実施形態では、本開示は、第46又は第47の実施形態による成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、成形セラミック成形粒子は、アルミナを含む。

10

【0158】

第49の実施形態では、本開示は、第46～第48の実施形態のいずれか1つによる成形セラミック研磨粒子を提供し、ここで、成形セラミック研磨粒子は、研磨業界公認の公称等級に対応するサイズ分布を有する。

【0159】

第50の実施形態では、本開示は、結合剤内に保持された、第46～第49の実施形態のいずれか1つによる成形セラミック研磨粒子を含む接合研磨物品を提供する。

【0160】

第51の実施形態では、本開示は、成形セラミック研磨粒子であって、成形セラミック研磨粒子のそれぞれが、第1及び第2の対向する辺並びに第1及び第2の対向する端部によって接続される第1及び第2の、表裏となる主表面を備え、第1及び第2の主表面が、実質的に滑らかであり、第1及び第2の対向する辺並びに第1及び第2の対向する端部が、屈曲し丸められたマイクロメートルスケールの凸部及び凹部を備える表面トポグラフィを有し、第1の辺が第1の主表面に接触して鋭角の二面角を形成し、第2の辺が第1の主表面に接触して、鈍角の二面角を形成する、成形セラミック研磨粒子を提供する。

20

【0161】

以下の非限定的な実施例によって本開示の目的及び利点を更に例示するが、これらの実施例に記載する特定の材料及びその量、並びに他の条件及び詳細は、本開示を不当に限定するものと解釈されるべきではない。

30

【実施例】

【0162】

特に記載のない限り又は不適切でない限り、実施例及び本明細書の残りの部分における全ての部、パーセント、及び比率などは、重量による。

【0163】

比較実施例 A

125°F(52℃)で、水及び1.86%の硝酸を含有する溶液中で連続的に混合することによって、商品名「DISPERAL」(Sasol North America (Houston, Texas))を有する酸化アルミニウム一水和物粉末を分散させることで、ペーマイトゲルを作製した。得られたゾル-ゲルは、40重量%の固体であった。

40

【0164】

変換のためのゲルシートを形成するために、6インチ×6インチ開口×0.030インチ厚さ(15.24cm×15.24cm×0.762mm厚さ)のポリカーボネート型板及び8インチ(20.3cm)のドライウォールジョイントナイフを用いて、得られたゾル-ゲルを剥離紙、ポリエステルフィルム又はステンレス鋼基材のいずれかの上にコーティングし、セラミック前駆体材料の層を形成した。

【0165】

パルスCO₂レーザー(Coherent Diamond 84 Series工業用CO₂レーザー、Coherent Inc., Santa Clara, Calif

50

ornia)を用いて、ゲルシートを110ミル(2.8mm)の辺を有する等辺の三角形形状に切断した。レーザーを、1000mm/秒の走査速度、30マイクロ秒の第1パスパルス持続時間、10kHzのパルス周波数、及び20ミリ秒の第2パスパルス持続時間で、三角形パターンを2回トレースするよう設定した。

【0166】

精密な形状の達成は、これら条件下では不可能であった。

【0167】

(実施例1)

ゲルシートの周囲の乾燥時間が、30分まで増加されたことと、ステンレス鋼基材が用いられたことを除けば、比較実施例Aの手順を繰り返した。図13は、レーザー切断直後のゲルシートを示す。

10

【0168】

(実施例2)

セラミック前駆体材料の層の周囲の乾燥時間が2時間まで増加されたことと、ポリエステルフィルム基材が用いられたことを除けば、比較実施例Aの手順を繰り返した。図14は、レーザー切断直後のゲルシートを示す。

【0169】

粒子が、管状炉内1400で焼結(燃焼)された。得られた焼結された粒子は、3.950g/cm³の真密度を有し、約0.332mmの厚さであり、約1.80mmの辺長を有した。図15は、焼結された粒子のSEM顕微鏡写真である。

20

【0170】

(実施例3)

実施例2の焼結された研磨粒子を有する2つの7インチ(17.8cm)直径×7/8インチ(2.2cm)の中心孔研磨ディスクを調製した。このディスクは、フェノール-ホルムアルデヒド樹脂(2.5%の水酸化カリウムで触媒された1.5~2.1:1のフェノール:ホルムアルデヒド比を有する)の75%固体水溶液49部、炭酸カルシウム(J.M. Huber Corporation, Edison, New Jerseyからの「HUBERCARB Q325」)41部、及び水10部からなるフェノールメークコーティングを用いて、パルカンファイバ裏材上に調製された。実施例2の研磨粒子を、メークコーティング上に静電的にコーティングし、サイズコーティング[フェノール-ホルムアルデヒド樹脂(2.5%の水酸化カリウムで触媒された1.5~2.1:1のフェノール:ホルムアルデヒド比を有する)の75%固体水溶液29部、充填剤(Kopper Trading (Pittsburg, Pennsylvania)からの「CRYOLITE TYPE RTN-C」51部、酸化鉄色素2部、及び水18部からなる]を塗布した。全てのコーティング重量が表1(以下)に示される。切断に続いて、ディスクを研磨性能について評価した。

30

【0171】

【表1】

表1

ディスク	フェノールメークコート重量 (濡れた状態)	鉱物重量	サイズ重量 (濡れた状態)	ディスク重量	試験方法
1	3.9g	17.2g	15.3g	58.6g	1
2	4.5g	17.2	15.5g	59.1g	2

40

【0172】

各ディスクを、表1に指示される方法に従って試験した。比較ディスクAは、市販の等級36ファイバディスク(3M Company (St. Paul, Minnesota)からの「988C等級36」)であった。各試験に新しい比較ディスクAを用いた。

【0173】

摩耗試験

50

試験方法 1 - スイングアーム試験

評価される研磨ディスクを、3M Companyから部品番号05114145192として市販されている20.3cmの円形受け板に取り付けた。次いで、その受け板を、金属ねじ固定具を使用して、Reel Manufacturing, Centerville, Minnesotaから商標表記「SWING ARM TESTER」として入手した試験装置に固定した。30.5cm直径、1.897mm厚さの14ゲージ(1.9mm)1010鋼のディスク状加工物を計量し、試験装置に金属製固定具で固定した。各試験の間、鋼製の加工物を、研磨物品ディスクに2910グラム(28.5N)の荷重で適用した。研磨物品ディスクを毎分3500回転(rpm)で回転させ、加工物を2rpmで回転させながら、加工物をディスクに対して18.5度の角度で、1分間隔で8回配置した。インクリメンタルカットがイニシャルカットの40%以下に下降する場合を試験の終点と決定した。除去された鋼の量(スイングアームカットの総量)を記録した。

10

【0174】

試験方法 2 - スライドアクション試験

評価される研磨ディスクを用いて、1.25cm×18cm 1018の軟鋼加工物の面を研削した。使用した研削盤は、定荷重油圧式のディスク研削盤であった。それぞれの加工物と研磨ディスクとの間の一定の荷重を、16ポンド(71.2N)の力に維持した。切削機の受けパッドは、アルミニウムの受けパッドであった。ディスクは、止めナットでアルミニウム製パッドに固定し、5,000rpmで作動させた。動作中に、端部から延在しかつ加工物の中心に向かって3.5cmで延在する研磨バンドを呈するよう、試験ディスクを約7度で傾斜させた(傾けた)。試験の間、加工物は、約8.4cm/秒の速度で、その長さに沿って横断した。各ディスクを使用して、連続する60秒間隔で別個の加工物を研削した。終点に到達するまで、更に60秒の研削間隔にカットを決定した。終点は、1分間の試験間隔中に切削量が、初期の試験間隔の切削量の70%以下に降下する場合又はディスク一体性が損なわれる場合と決定した。試験結果を表2(以下)で報告する。

20

【0175】

【表2】

表2

30

標本	試験方法	切削量 グラム	試験の終点までの時間 分
ディスク1	1	382.5	5
比較ディスクA	1	155.3	3
ディスク2	2	3387.5	30
比較ディスクA	2	959.5	10

【0176】

(実施例4)

水及び1.86%の硝酸を含有する溶液中で125°F(52)で連続的に混合することによって、商品名「DISPERAL」(Sasol North America, Houston, Texas)を有する酸化アルミニウム一水和物粉末を分散させることで、ペーライトゲルを作製した。得られたゾル-ゲルは、40重量%の固体であった。

40

【0177】

得られたゾル-ゲルのシート(100mm×150mm×1.5mm厚さ)を、100mm幅×150mm長さを備える1.5mm厚さのポリカーボネート型板へ、アクリルのナイフ(3.09mm厚さ×44.57mm幅×300mm長さ)を用いて、Reynolds Kitchens(Richmond, Virginia)からのCut-Rightろろ紙で覆われたシートメタル上に鑄造した。

【0178】

50

鑄造の5分以内に、シートを20ポンド(9.1kg)のコピー用紙の部分で覆った。次いで、この組立品を周囲条件で1~2時間乾燥させて、ゲルが約70重量%の固体含量を有するまで、ゲルを乾燥させた。

【0179】

Nutfield Waverunnerソフトウェア及びPIPELINEコントローラ(Nutfield Technology (Hudson, New Hampshire)から)を用いる、Coherent, Inc. (Santa Clara, California)からのCoherent DIAMOND E-SERIES 400パルスCO₂レーザーを用いてゲルシートを切削し、これは、48.8ワットのパワー及び毎秒1m/s(1メートル)の走査速度を用いて、ネスト状の「井桁」パターン(図16にパターン1600として示され、ここでは最大寸法が6.67mmであった)を用いて、48.8ワットのパワー並びに7m/sの飛越し速度で4msの飛越し、1msのマーク、0.4msのプライ、1.2msのレーザーオン、1.5msのレーザーオフでセットされた遅延で1m/sの走査速度を供与するように、50kHz、10%デューティサイクル(2μs)にセットされた。切削されたシートを、69°F(21)で3日間乾燥させた。

10

【0180】

次いで切削形状をシートから遊離させて、次いで得られた分離し乾燥した成形セラミック前駆体粒子を、約650 で焼成させて、次いで、MgOとして1.4%、Y₂O₃として1.7%、La₂O₃として5.7%、及びCoOとして0.07%を含有する混合した硝酸溶液で飽和させることで、焼成されたゲルの重量を基準として70重量%のレベルで含浸させた。焼成された成形セラミック前駆体粒子を一旦含浸させたら、粒子を乾燥させて、その後650 で粒子を再度焼成させ、約1400 で焼結させた。焼成及び焼結の双方は、箱型炉を用いて実行した。代表的な得られた成形セラミック研磨粒子が、2種の倍率で図7A及び7Bに示される。

20

【0181】

(実施例5)

TETRAARYLDIAMINE(赤外染料、Fabric Color Holding Company, Paterson, New Jerseyからの製品コードFHI 104422P)を、比較実施例Aのように調製されたベーマイトのゾル-ゲルと、0.08重量%で混合した。得られた修正されたゾル-ゲルを、厚さ50ミル(1.27mm)を有する平坦なポリエチレンテレフタレートポリエステルフィルム上にコーティングした。得られた層を、SPI Lasers, Southampton, United Kingdomからの20ワットのパルスファイバレーザーを用いて切断した。レーザー波長は、1.06マイクロメートルであった。波形#1を用いた。選択されたレーザーパルス繰り返し率は、65kHzであった。フルパワー(100%)で、レーザー出力(平均パワー)は12.8ワットと測定した。163mmの焦点距離を有するテレセントリックレンズを備える、Scanlab AG, Munich, GermanyからのHURRYSCAN 14レーザースキャナーを用いて、レーザーが方向づけされた。ゾル-ゲルの層の上に収束されたスポットサイズは、約10マイクロメートルであると概算された。レーザーは、ゾル-ゲルシート表面に垂直に入射した。平行線を、互いに対して60度で三方向で切削し、最密配置の三角形の成形セラミック前駆体粒子を得た。レーザーパワーは、95%(12.1Wパワー)に設定した。線間距離は259マイクロメートルであり、レーザー横断速度は300mm/秒であった。代表的粒子(図4に示される)を、切削されたゾル-ゲルシートから除去し、SEMを介して検査した。上縁(レーザーに面する)は、アブレーションの人工物を示し、粒子エッジの底部は断裂されていた。

30

40

【0182】

(実施例6)

TETRAARYLDIAMINE(赤外染料、Fabric Color Holding Company, Paterson, New Jerseyからの製品コードF

50

H I 104422P)を、比較実施例Aのように調製されたベーマイトのゾル-ゲルと、0.13重量%で混合し、高速ミキサを用いて溶液を10分間攪拌した。得られた0.25重量%の染料でドーブされた溶液は、色が緑色であった。ドーブされたゾル-ゲルを、コーティング前に1時間プラスチックボトル内で熟成した。50ミル(1.27mm)のコーティングスロットを有する3インチ(8cm)の幅の正方形アプリケータを、5インチ×10インチ×5ミル(12.7cm×25.4×127マイクロメートル)のポリエチレンテレフタレート(PET)フィルムのシート上に配置した。ドーブされた溶液の30グラムをアプリケータの中央に配置して、PETフィルムのシートに塗布し、PETシートの表面にゾル-ゲルコーティングの50ミル(1.27mm)の層を得た。このゾル-ゲルコーティングを室内条件で15分間放置し、乾燥させた。SPI Laserからの20ワットのパルスファイバレーザーを用いて、得られた層を切断した。レーザー波長は、1.07+/-0.01マイクロメートルであった。波形#0を用いた。選択されたレーザーパルス繰り返し率は、30kHzであった。90%のパワーで、レーザー出力(平均パワー)は12.8ワットと測定した。レーザーパルス幅は、200ナノ秒(nsec)周辺と測定した。163mmの焦点距離を有するテレセントリックレンズを備える、Scanlab AG, Munich, GermanyからのHURRYSCAN 14レーザーキャナーを用いて、レーザーが方向づけされた。ゾル-ゲルの層上に収束したスポットサイズは、約10マイクロメートルと概算された。レーザーは、ゾル-ゲルシートに垂直に入射した。平行線を、互いに対して60度で三方向で切削し、最密配置の三角形の成形セラミック前駆体粒子を得た。線間距離は、93.5ミル(2.37mm)であった。レーザー横断速度は、1000mm/秒であった。図17Aは、上記手順から得られた例示の成形セラミック前駆体粒子を示す。図17Bは、後続の焼結後に上記手順から得られた例示の成形セラミック前駆体粒子を示す。図17Cは、後続の焼成及び焼結後に上記手順から得られた例示の成形セラミック前駆体粒子を示す。

【0183】

(実施例7)

TETRAARYLDIAMINE(赤外染料、Fabric Color Holding Company, Paterson, New Jerseyからの製品コードH I 104422P)を、比較実施例Aのように調製されたベーマイトのゾル-ゲルと0.24重量%で混合し、高速ミキサを用いて溶液を10分間攪拌した。50ミル(1.27mm)のコーティングスロットを有する正方形アプリケータの3インチ(8cm)の幅を、ポリエチレンテレフタレート(PET)フィルムの5インチ×10インチ×6ミル(12.7cm×25.4×127マイクロメートル)のシート上に配置した。染料でドーブされた溶液を、アプリケータの中央に配置し、PETフィルムのシートに塗布し、ゾル-ゲルコーティングの50ミル(1.27mm)の層をPETシートの表面上にもたらし、ゾル-ゲルコーティングを、レーザー切断実験前に、通常室内条件下で3時間(午前10:19~午後1:19)放置して乾燥させる。得られた層を、SPI Laserからの40ワットパルスファイバレーザーを用いて切断した。レーザー波長は、1.07+/-0.01マイクロメートルであった。波形#2を用いた。選択されたレーザーパルス繰り返し率は、76kHzであった。100%のパワーで、レーザー出力(平均パワー)は、40.3ワットと測定した。レーザーパルス幅は、60ナノ秒周辺と測定した。Scanlab AG, Munich, GermanyからのHURRYSCAN 25レーザーキャナーを用いて、レーザーが方向づけされた。ゾル-ゲルの層上に収束したスポットサイズは、約10マイクロメートルであると概算された。

【0184】

アングルカットを達成するために、PETフィルムをレーザービームに対して45度の角度で傾斜させた。線間距離はy方向で1mmであり、x方向で10mmであった。ステージが45度で傾けられたので、y方向に沿う部分の線だけが焦点内であった。ゾル-ゲル層を切断するために、約50%のレーザー出力(すなわち、76kHzで20W周辺の平均出力)及び75mm/秒のレーザーラインスキャン速度を用いた。レーザー切断後に

、サンプルを1日放置し乾燥させて、粒を分離し、得られた成形セラミック前駆体粒子を走査電子顕微鏡 (SEM) によって視覚化し、図8Bに示した。

【0185】

(実施例8)

TETRAARYLDIAMINE (赤外染料、Fabric Color Holding Company, Paterson, New Jerseyからの製品コードFHI 104422P)を、比較実施例Aのように調製されたベーマイトのゾル-ゲルと0.08重量%で混合した。得られた変性ゾル-ゲルを、平坦なポリエチレンテレフタレートポリエステルフィルム上に厚さ10ミル(25.4mm)でコーティングした。得られた層を、SPI Laserからの20ワットパルスファイバレーザーを用いて切断した。レーザー波長は、1.06マイクロメートルであった。波形#1を用いた。選択されたレーザーパルス繰り返し率は、65kHzであった。フルパワー(100%)で、レーザー出力(平均パワー)は12.8ワットと測定した。163mmの焦点距離を有するテレセントリックレンズを備える、Scanlab AGからのHURRYSCAN 14レーザーキャナーを用いて、レーザーが方向づけされた。ゾル-ゲルの層上に収束したスポットサイズは、約10マイクロメートルと概算された。レーザーは、ゾル-ゲルシート表面に垂直に入射した。平行線を、互いに対して60度で三方向で切削し、最密配置の三角形の成形セラミック前駆体粒子を得た。線間距離は93.5ミル(2.37mm)であった。レーザー横断速度は、200mm/秒であった。

10

【0186】

得られたレーザー切断された成形セラミック前駆体粒子を回収し、約650で焼成し、次いで以下の濃度(酸化物として示される)の混合した硝酸溶液で飽和した:MgO、Y₂O₃、Nd₂O₃及びLa₂O₃のそれぞれが1.8%。過剰な酢酸溶液を除去し、飽和した、成形研磨粒子のレーザー切断された前駆体を乾燥させ、その後粒子を650で再焼成し、約1400で焼結した。焼成及び焼結の双方は、RAPID TENP FURNACE箱型炉(CM Inc., Bloomfield, New Jersey)を用いて実行した。代表的な得られた成形セラミック研磨粒子から得られたミクロ構造を、図18A及び18Bに示す。レーザー切断エッジに沿う独特かつ予期せぬミクロ構造は、MgO、Y₂O₃、Nd₂O₃及びLa₂O₃ドーパントの外見上の痕跡を示さず、このことは、レーザー切断によって発生した熱の結果として、レーザー切断エッジがアルミナに変換されたことを示唆する。一旦緻密かつ実質上多孔性でないアルミナに焼成されると、レーザー切断エッジは、ドーパントを吸収することができなかった。レーザー切断エッジのミクロ構造(例えば、図18B参照)は、レーザー切断エッジの非常に迅速な加熱によって生成されると考えられる約8~15マイクロメートルの緻密化アルミナセルを示した。逆に、粒子の内部(図18Aに示すように)は、MgO、Y₂O₃、Nd₂O₃及びLa₂O₃ドーパントの多孔性アルミナ前駆体への吸収から得られる予測されたミクロ構造を呈し、焼結される場合、周囲のアルミナマトリックス内に形成される板状晶を生成した。

20

30

【0187】

実施例9及び比較実施例B~C

実施例9及び比較実施例B~Cは、精密成形された研磨粒子及び先行技術の研磨粒子の研磨有効性と比較された、本発明の研磨粒子に関する経時的な相対的研磨有効性を立証する。

40

【0188】

(実施例9)

研磨粒子の調製

水及び1.86%の硝酸を含有する溶液中で、125°F(52)で連続的に混合することにより、商品名「DIEPERAL」(Sasol North Americaから)を有する酸化アルミニウム-水和物粉末を分散させて、ベーマイトゲルを作製した。得られたゾル-ゲルは、40重量%の固体であった。

50

【0189】

得られたゾル-ゲルのシート(100mm×150mm×1.5mm厚さ)を、アクリルのナイフ(3.09mm厚さ×44.57mm幅×300mm長さ)を用いて、100mm幅×150mm長さを備える1.5mmの厚さのポリカーボネート型板内へ、Reynold Kitchens, Richmond, VirginiaからのCUT-RIGHTろう紙で被覆された金属薄板上で鑄造した。鑄造したシートを周囲条件で30分間乾燥させた。

【0190】

Nutfield WEVERUNNERソフトウェア及びPIPELINEコントローラ(Nutfield Technologyから)を用いて、Coherent DIAMOND E-SERIES 400パルスCO₂レーザー(Coherent, Inc., Santa Clara, Californiaから)を用いて、これを25ワットのパワー及び220μmのスポットサイズで500mm/sのスキャン速度を供与するように、50kHz、8%のデューティサイクル(1.5μs)に設定して、得られたゲルシートを切削した。走査格子は1000mm×1000mmであり、走査されたパターンは、2.77mm×2.77mm×2.77mm×0.77mm厚さの寸法の三角形であった。切削されたシートを、周囲条件で空気乾燥させた。

10

【0191】

次いで切削形状をシートから遊離させ、次いで得られた分離し乾燥した成形セラミック前駆体粒子を約650で焼成し、次いでMgOとして1.4%、Y₂O₃として1.7%、La₂O₃として5.7%及びCoOとして0.07%を含有する混合硝酸溶液で飽和し、焼成されたゲルの重量を基準として70重量%のレベルで含浸させた。焼成された成形セラミック前駆体粒子が一旦含浸されると、この粒子を乾燥させて、その後この粒子を650で再度焼成し、約1400で焼結した。焼成及び焼結の双方は、箱型炉を用いて実行された。得られた三角形に成形された粒子は、比較実施例Bの粒子に寸法で類似した。

20

【0192】

コーティングされた研磨ディスクの調製

中心に直径7/8インチ(2.2cm)の穴及び0.83mm(33ミル)の厚さを有する直径7インチ(17.8cm)のプレカットパルカンファイバ(DYNOS GmbH, Troisdorf, Germanyから商品名「DYNOS VULCANIZED FIBRE」で得られる)ディスクブランクを、研磨基材として使用した。このファイバディスクを、フェノールメーク樹脂(これは、塩基触媒された(2.5%のKOH)1.5:1~2.1:1のフェノール-ホルムアルデヒド縮合体(水中75%)の49.2重量部、CACOの40.6重量部、及び脱イオン水10.2重量部を混合することによって調製された)で、ブラシにより、3.8+/-0.5グラムの重量までコーティングした。研磨粒子17.3グラムを、静電塗布装置を用いて塗布した。ディスクを90で1時間、続いて103で3時間加熱した。次いでディスクを、40.6重量部の塩基触媒された(2.5%のKOH)1.5:1~2.1:1のフェノール-ホルムアルデヒド縮合体(水中75%)、69.9重量部のクライオライト(Koppers Trading, Pittsburgh, Pennsylvaniaから「CRYOLITE TYPE RTN-C」として得られる)、2.5重量部のベンガラ色素、及び25重量部の脱イオン水を混合することで調製されたサイズ樹脂でブラシによりコーティングした。浸水した光沢のある外観がマットな外観に変わるまで、過剰なサイズ樹脂をドライブラシで除去した。サイズコーティング重量は、17.1グラムであった。ディスクを90で90分間、続いて103で16時間加熱した。硬化したディスクを、1.5インチ(3.8cm)直径のローラ上で直角に屈曲させて、試験前に周囲湿度で1週間均衡化させた。得られたディスクは実施例8である。

30

40

【0193】

比較実施例B

50

比較実施例 B を以下のことを除いては実施例 8 と同様に調製した。1) 研磨粒子は、深さ 28 ミル (0.71 mm) 及び各辺 110 ミル (2.79 mm) の三角形の成形用空隙を有する鋳型から作られた成形された アルミナ 研磨粒子であり、米国特許出願公開第 2010/0151196 A1 号 (Adefrisa) に開示されるような、エッジの勾配について約 98 度の夾角、等級 36+ を有するように、より大きな三角面の各辺が約 1.5 mm の長さ、約 0.3 mm の厚さで三角形成形研磨粒子を作製したこと、2) メーカーコート重量が 3.2 グラムであったこと、3) 研磨粒子コート重量が 16.9 グラムであったこと、並びに、4) サイズコート重量が 13.9 グラムであったこと。

【0194】

比較実施例 C

比較実施例 C は、Saint-Gobain Abrasives North America, Worcester, Massachusetts から「NORTON S G BLAZE F980 FIBER DISC、7 インチ×7/8 インチ (17.8 cm×2.22 cm)、36 等級」として得られる市販の研削ディスクであった。

【0195】

摩耗試験 - 試験方法 3

以下の手順を用いて研磨ディスクを試験した。評価用の直径 7 インチ (17.8 cm) の研磨ディスクを、7 インチ (17.8 cm) のリブ付きディスクパッド平面皿 (3M Company から入手した「80514 EXTRA HARD RED」) を装備した回転研削盤に取り付けた。次に、研削盤を稼働させ、0.75×0.75 インチ (1.9×1.9 cm) の予め計量した 1045 棒鋼の末端面を、10 ポンド (44.5 N) の荷重下で押し付けた。この荷重下でのこの加工物に対する研削盤の結果的な回転速度は 5000 rpm であった。この加工物を、これらの条件下で合計 100 回、20 秒の研削インターバル (サイクル) で研磨した。それぞれの 20 秒サイクルの後、加工物を室温まで冷却させ、計量して、研磨動作による切削量を測定した。表 3 に示すように、試験結果を、それぞれのインターバルについてのインクリメンタルカット及び除去された総切削量として報告した。比較実施例 B 及び比較実施例 C については、2 つのディスクを試験した。実施例 8 のディスクは、比較実施例 C のものに優る持続性カット及び比較実施例 B に匹敵する初期達成カットを示した。

【0196】

10

20

30

【表 3 - 1】

表 3

サイクル	インクリメンタルカット、グラム				
	実施例8	比較実施例B(1)	比較実施例B(2)	比較実施例C(1)	比較実施例C(2)
1	21.42	21.01	20.87	16.45	15.46
2	21.68	22.83	22.31	14.82	14.03
3	20.69	23.54	23.63	14.45	13.81
4	19.96	23.64	25.83	14.77	13.42
5	20.14	25.15	26.70	14.64	13.25
6	20.63	26.28	26.78	14.58	12.92
7	20.37	26.89	26.91	13.99	12.59
8	19.27	27.89	26.85	14.29	12.59
9	19.4	27.25	26.31	14.05	12.56
10	19.25	26.94	26.33	14	12.76
11	20.01	26.46	26.04	13.88	12.76
12	19.66	27.37	25.57	14.28	12.58
13	19.69	27.41	25.91	14.55	12.92
14	20.17	27.09	26.15	14.45	12.89
15	19.65	26.5	26.31	14.36	13.19
16	19.21	27.02	25.34	13.94	13.34
17	19.15	27.42	25.31	14.12	13.42
18	18.83	27.85	25.96	14.24	13.78
19	19.03	27.24	25.97	14.11	14.05
20	19.81	27.09	25.7	14.23	14.28
21	20.45	27.38	25.16	14.54	13.59
22	19.87	27.38	25.45	14.33	13.31
23	19.83	27.07	25.08	14.39	13.52
24	19.49	26.85	25.12	14.01	13.55
25	19.44	27.15	25.03	13.87	13.47
26	19.04	27.46	24.97	13.95	13.79
27	18.65	27.31	25.12	13.94	14.02
28	18.45	26.83	24.85	13.9	13.99
29	18.35	26.78	25.11	14.08	13.85
30	18.36	26.77	25.22	14.18	13.46
31	18.29	27.2	25.31	14.38	13.52
32	18.26	26.63	25.48	13.69	13.37
33	17.36	26.73	24.6	13.92	13.22
34	17.39	26.55	24.61	13.77	13.22

10

20

30

【 0 1 9 7 】

40

【表 3 - 2】

(表 3 の続き)

サイクル	インクリメンタルカット、グラム				
	実施例B	比較実施例B(1)	比較実施例B(2)	比較実施例C(1)	比較実施例C(2)
35	17.21	26.44	24.54	13.76	13.61
36	16.81	25.84	24.55	13.6	13.8
37	16.73	25.25	24.44	13.4	13.58
38	16.81	24.59	23.39	13.2	13.55
39	16.94	24.79	23.94	13.06	13.44
40	16.74	25.23	23.46	12.91	13.06
41	17.26	24.84	23.43	13.02	12.88
42	17.11	25.1	23.21	12.83	12.9
43	17.01	25.12	23.01	12.73	12.94
44	16.88	24.43	23.15	12.45	12.66
45	16.73	24.56	23.36	11.98	12.66
46	16.85	24.65	23.83	11.81	12.4
47	16.62	24.2	23.67	11.6	12.38
48	16.34	23.94	23.89	11.36	12.3
49	16.22	23.76	23.9	11.14	11.99
50	16.13	23.63	23.95	10.83	11.68
51	16.14	23.45	23.7	10.72	11.63
52	15.91	23.21	23.58	10.36	11.31
53	15.89	23.09	23.47	10.23	11.2
54	15.56	23.07	23.59	9.97	11.02
55	15.54	23.15	23.61	9.68	10.68
56	15.39	23.15	23.2	9.29	10.58
57	15.06	22.54	23.44	8.79	10.37
58	14.86	22.79	23.15	8.29	10.11
59	14.7	22.89	23.11	7.72	9.91
60	14.31	22.79	22.78	7.41	9.79
61	13.74	22.16	22.48	7.25	9.34
62	13.53	22.24	22.24	7.13	8.82
63	13.48	22.12	21.8	7.11	8.32
64	13.29	21.72	21.85	7.02	7.93
65	13.11	21.55	21.64	6.85	7.47
66	12.88	21.43	21.82	6.71	7.25
67	13	21.16	21.82	6.53	6.93
68	12.71	20.76	21.77	6.4	6.8

10

20

30

【 0 1 9 8 】

40

【表 3 - 3】

(表 3 の続き)

サイクル	インクリメンタルカット、グラム				
	実施例8	比較実施例B(1)	比較実施例B(2)	比較実施例C(1)	比較実施例C(2)
69	12.55	20.41	21.57	6.3	6.69
70	12.28	20.32	21.49	6.25	6.59
71	12.03	20.07	21.06	6.17	6.5
72	11.58	19.88	21.14	6.14	6.38
73	11.17	19.43	20.73	6.02	6.4
74	11.04	19.23	20.36	5.96	6.23
75	10.72	18.92	20.62	5.87	6.23
76	10.42	18.62	20.7	5.87	6.18
77	9.89	18.16	20.6	5.84	6.18
78	9.41	18.01	20	5.84	6.04
79	9.22	17.66	20	5.81	6.05
80	8.96	17.28	20.11	5.7	6.01
81	8.7	16.92	20.07	5.69	5.98
82	8.42	16.32	19.82	5.68	5.97
83	8.26	15.83	19.34	5.66	5.85
84	8.06	15.83	19.04	5.66	5.87
85	7.79	15.67	19.51	5.62	5.78
86	7.61	15.29	19.46	5.58	5.73
87	7.41	14.99	19.27	5.58	5.71
88	7.25	14.91	19.26	5.59	5.75
89	7.1	14.67	19.23	5.55	5.72
90	7.04	14.38	19.13	5.55	5.69
91	7.06	14.09	19.07	5.42	5.65
92	6.99	13.83	18.97	5.43	5.59
93	6.95	13.48	19	5.39	5.5
94	6.83	13.07	18.91	5.31	5.5
95	6.71	12.87	18.83	5.32	5.48
96	6.67	12.55	18.73	5.24	5.47
97	6.48	12.38	18.82	5.25	5.38
98	6.41	12.13	18.82	5.28	5.36
99	6.34	11.9	18.59	5.32	5.37
100	6.3	11.76	18.39	5.29	5.35
総切削量	1054	2069	2281	663	718

10

20

30

40

【0199】

本明細書で引用された全ての特許文献は、その全体が本明細書に組み込まれるものとする。いかなる矛盾も開示において存在し得るという点で、本開示が支配するものとする。当業者であれば本開示の範囲及び趣旨から逸脱することなく本開示の様々な改変及び変更を行うことが可能であり、また、本開示は上記に記載した例示の実施形態に不要に限定されるべきではない点は理解されるべきである。

【 図 1 A 】

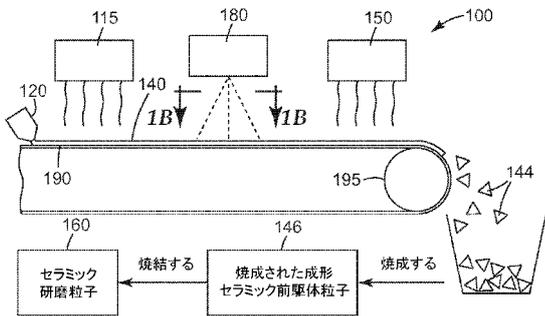


FIG. 1A

【 図 1 B 】

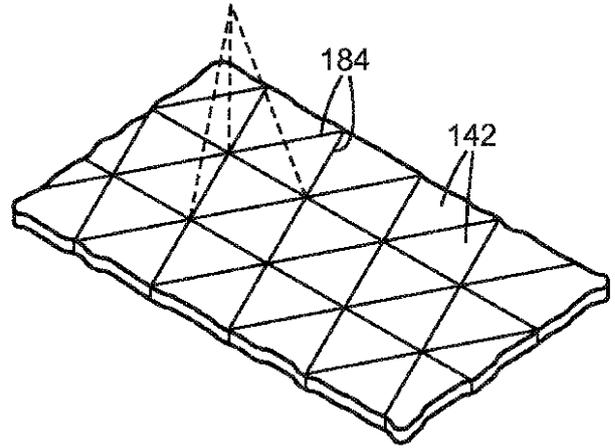


FIG. 1B

【 図 2 A 】

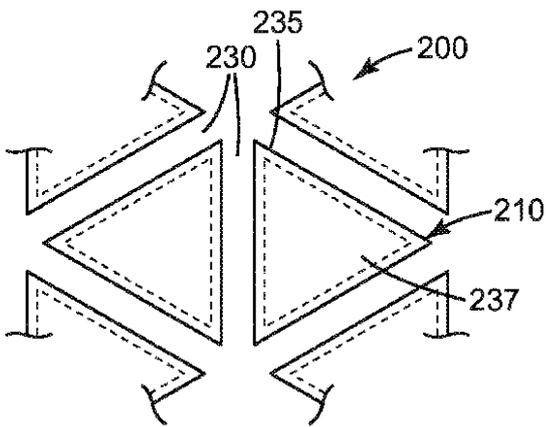


FIG. 2A

【 図 2 B 】

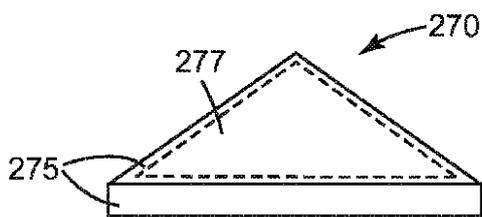


FIG. 2B

【 図 3 A 】

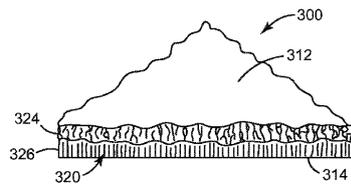


FIG. 3A

【 図 3 B 】

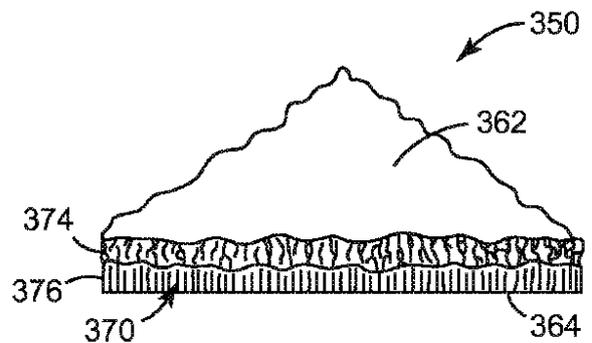


FIG. 3B

【 図 4 】

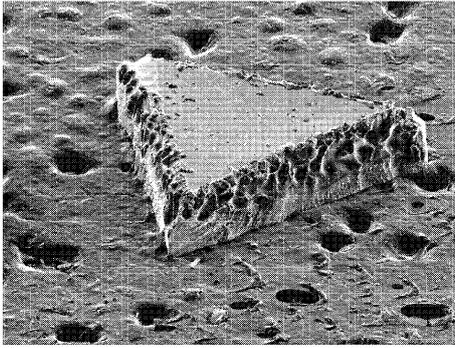


FIG. 4

100μm

【 図 5 B 】

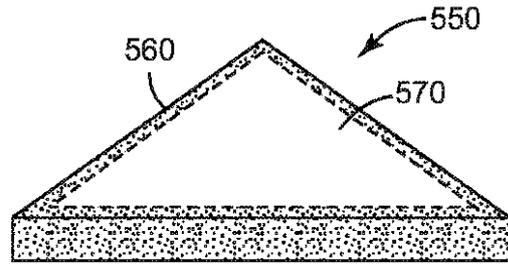


FIG. 5B

【 図 5 A 】

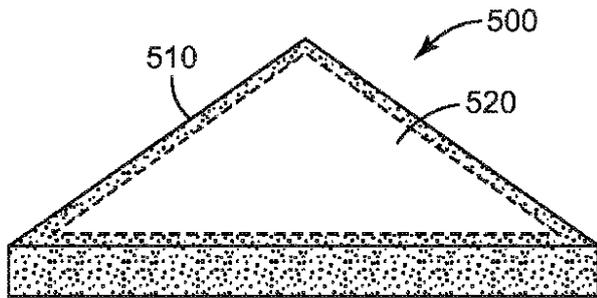


FIG. 5A

【 図 6 A 】

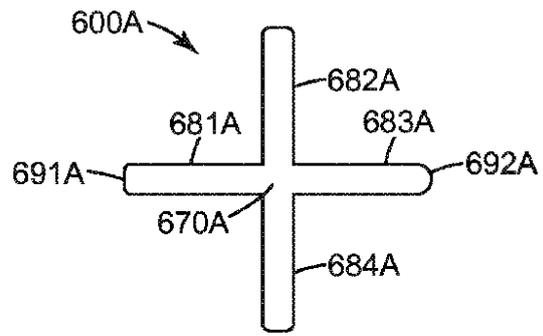


FIG. 6A

【 図 6 B 】

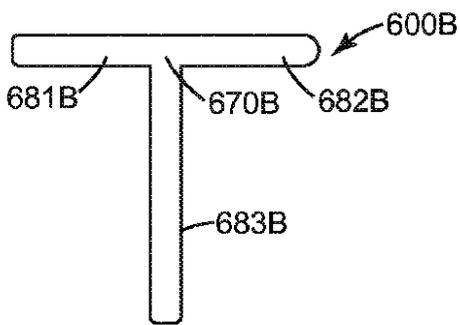


FIG 6B

【 図 6 D 】

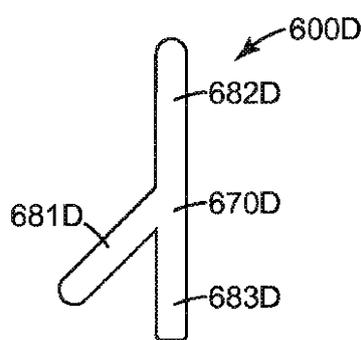


FIG. 6D

【 図 6 C 】

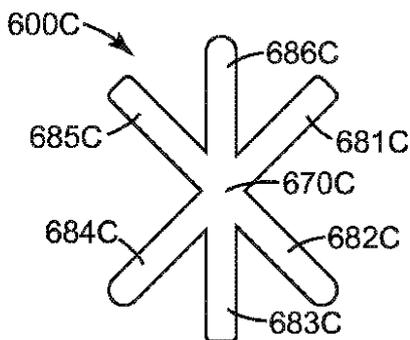


FIG. 6C

【 図 6 E 】

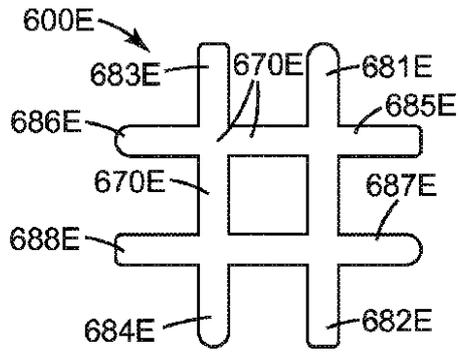


FIG. 6E

【 図 6 F 】

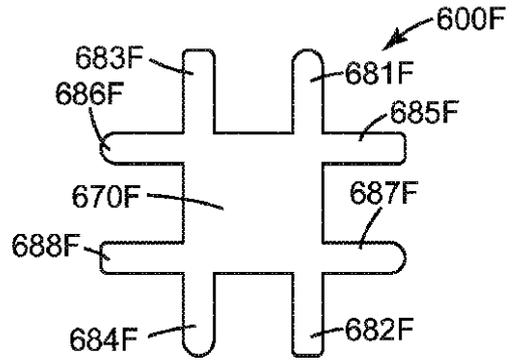


FIG. 6F

【 図 6 G 】

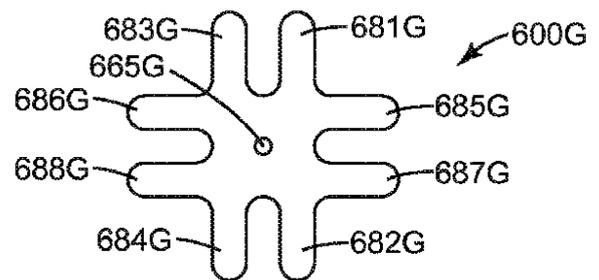


FIG. 6G

【 図 7 A 】

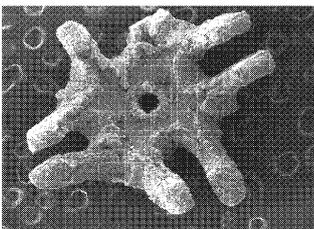


FIG. 7A 100µm

【 図 7 B 】

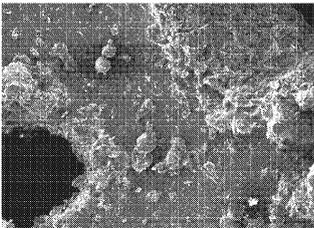


FIG. 7B 100µm

【 図 8 A 】

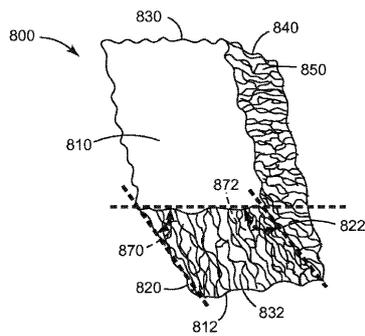


FIG. 8A

【 図 8 B 】

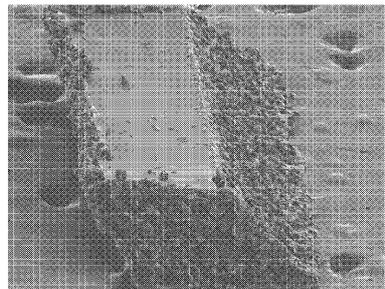


FIG. 8B 100µm

【 図 9 】

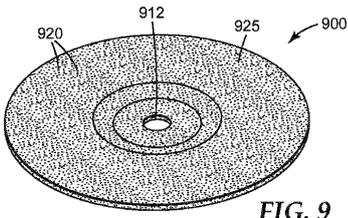


FIG. 9

【 図 1 2 A 】

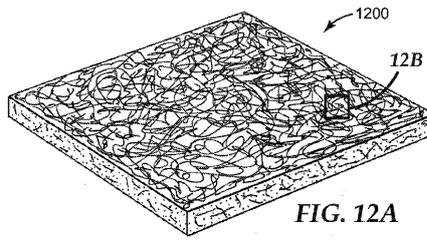


FIG. 12A

【 図 1 0 】

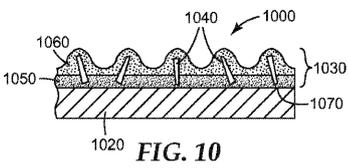


FIG. 10

【 図 1 2 B 】

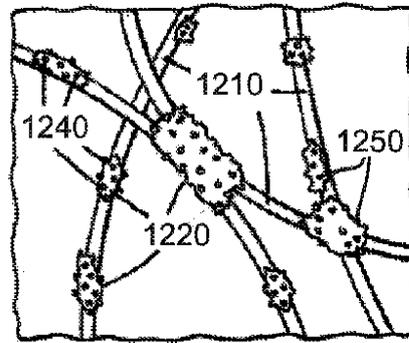


FIG. 12B

【 図 1 1 】

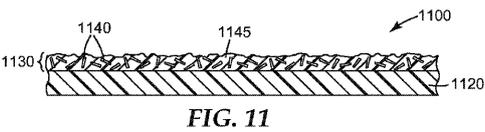


FIG. 11

【 図 1 3 】

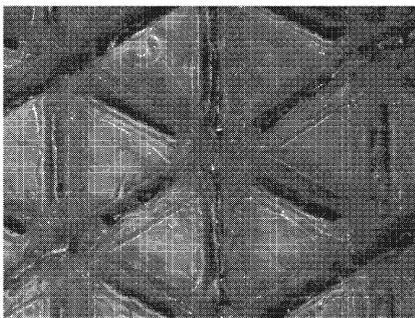


FIG. 13

【 図 1 5 】

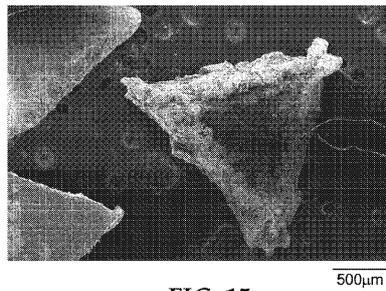


FIG. 15

【 図 1 4 】

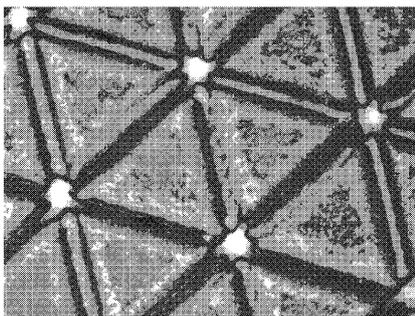


FIG. 14

【 図 1 6 】

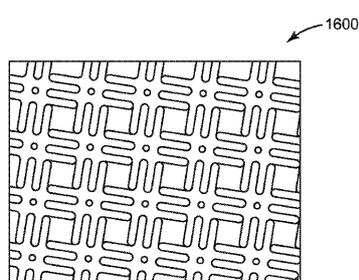


FIG. 16

【 図 17 A 】

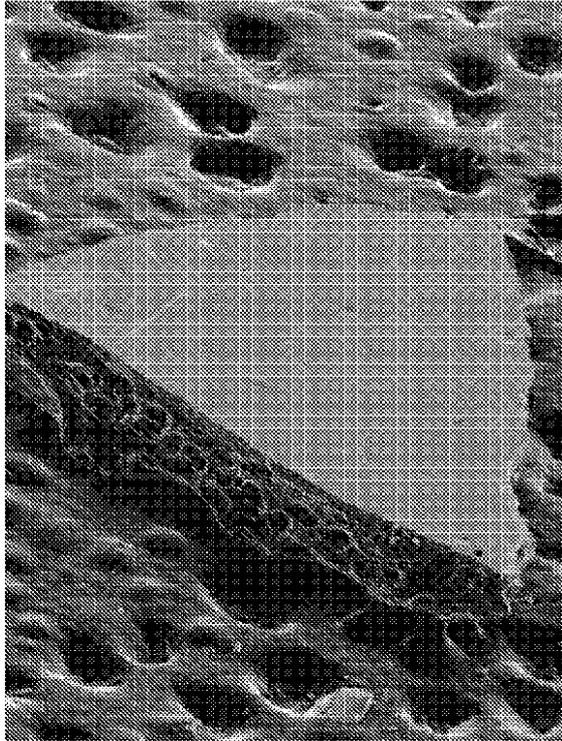
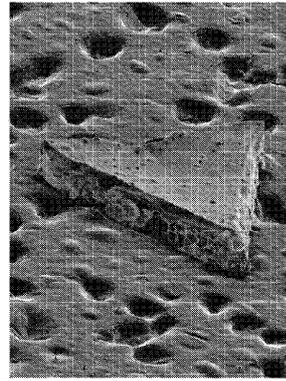


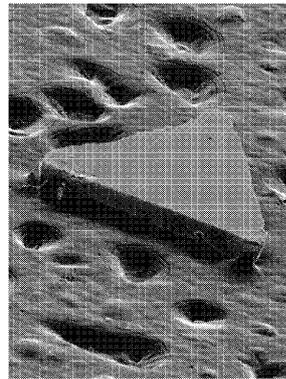
FIG. 17A
100μm

【 図 17 B 】



100μm
FIG. 17B

【 図 17 C 】



100μm
FIG. 17C

【 図 18 A 】

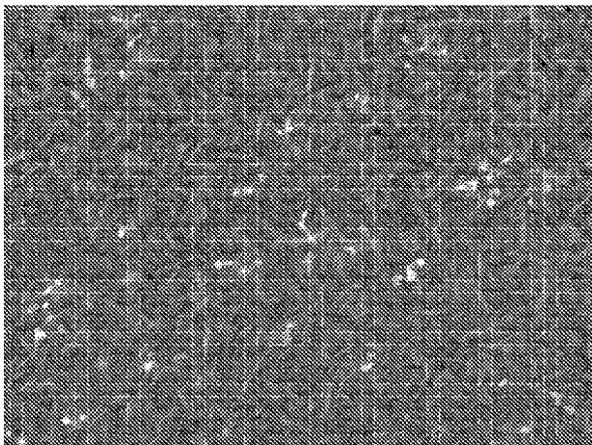
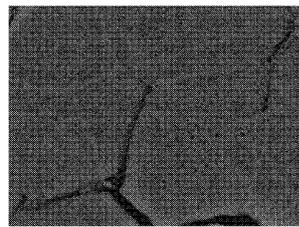


FIG. 18A
1μm

【 図 18 B 】



1μm
FIG. 18B

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US2011/057203
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>B24D 18/00(2006.01)i, B24D 3/00(2006.01)i, C09K 3/14(2006.01)i</i>		
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) B24D 18/00; B05C 1/08; C09K 3/14; C09G 1/02; B24B 49/12; B24B 1/00; B05C 19/00		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Korean utility models and applications for utility models Japanese utility models and applications for utility models		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) eKOMPASS(KIPO internal) & Keywords: shaped abrasive, particle, precursor, laser, cutting, loop, peripheral, cross, beam, star, ceramic		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2006-0048704 A1 (DENNIS G.WELYGAN et al.) 09 March 2006 See paragraphs 0133,135, 0151, and figure 1	1-4,7-18
A	US 04481016A A (CAMPBELL; NICOLL A. D. et al.) 06 November 1984 See abstract and column 1 lines 40-41	1-4,7-18
X A	US 2010-0151196 A1 (ADEFRIS NEGUS B. et al.) 17 June 2010 See paragraphs 0030,0095 and figures 1A,1B	38,39 27-29,35-37,40-48 ,51
A	US 2005-0227590 A1 (CHIEN-MIN SUNG) 13 October 2005 See paragraphs 0051,0052,0069, and figures 1,5	27-29,35-48,51
A	US 2010-0056024 A1 (JOSEPH WILLIAM D. et al.) 04 March 2010 See paragraph 0048 and figure 1	27-29,35-48,51
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family 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 application or patent 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 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 26 JUNE 2012 (26.06.2012)		Date of mailing of the international search report 28 JUNE 2012 (28.06.2012)
Name and mailing address of the ISA/KR  Korean Intellectual Property Office 189 Cheongsa-ro, Seo-gu, Daejeon Metropolitan City, 302-701, Republic of Korea Facsimile No. 82-42-472-7140		Authorized officer KIM, Hye Jin Telephone No. 82-42-481-8458 

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/US2011/057203

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. Claims Nos.: 24, 26
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:
Claims 24 and 26 do not clearly define the invention described because claims 24 and 26 dependent on claim 23 and any one of claims 5, 6, 19 to 25 respectively

3. Claims Nos.: 5, 6, 19-23, 25, 30-34, 49-50
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

1. As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.

2. As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.

3. As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

- Remark on Protest**
- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- No protest accompanied the payment of additional search fees.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/US2011/057203

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2006-0048704 A1	09.03.2006	AU 2003-240977 A1	16.02.2004
		CA 2494514 A1	05.02.2004
		CN 100357064 G	26.12.2007
		CN 100357064 G0	26.12.2007
		CN 101124066 A0	13.02.2008
		CN 101124066 B	23.11.2011
		CN 1671510 A0	21.09.2005
		EP 1526949 A1	04.05.2005
		EP 1526949 B1	12.08.2009
		EP 1827764 A2	05.09.2007
		JP 04-555080 B2	23.07.2010
		JP 2005-533670 A	10.11.2005
		JP 2008-524009 A	10.07.2008
		JP 2010-188522 A	02.09.2010
		KR 10-2005-0025665 A	14.03.2005
		KR 10-2007-0091344 A	10.09.2007
		KR 10-2010-0134115 A	22.12.2010
		US 2004-0018802 A1	29.01.2004
		US 2005-0081455 A1	21.04.2005
		US 2005-0107011 A1	19.05.2005
		US 2005-0130568 A1	16.06.2005
		US 2006-0048454 A1	09.03.2006
		US 2006-0156634 A1	20.07.2006
		US 6833014 B2	21.12.2004
		US 6969412 B2	29.11.2005
		US 7044989 B2	16.05.2006
		US 7294158 B2	13.11.2007
		US 7297170 B2	20.11.2007
		US 7384437 B2	10.06.2008
		US 7553346 B2	30.06.2009
		WO 2004-011196 A1	05.02.2004
		WO 2006-069179 A2	29.06.2006
		WO 2006-069179 A3	29.06.2006
US 04481016A A	06.11.1984	EP 0009315 A1	02.04.1980
		EP 0009315 B1	08.02.1984
		EP 0101096 A1	22.02.1984
		EP 0101096 B1	11.06.1986
		JP 03-048315 B	24.07.1991
		JP 1006494 A	11.01.1989
		JP 1684173 C	31.07.1992
JP 55-048510 A	07.04.1980		
US 2010-0151196 A1	17.06.2010	CA 2747203 A1	08.07.2010
		EP 2373747 A2	12.10.2011
		KR 10-2011-0099736 A	08.09.2011
		KR20110099736A	08.09.2011
		US 8142531 B2	27.03.2012
WO 2010-077519 A2	08.07.2010		

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/US2011/057203

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
		WO 2010-077519 A3	28.10.2010
US 2005-0227590 A1	13.10.2005	None	
US 2010-0056024 A1	04.03.2010	CN 102138203 A	27.07.2011
		EP 2327088 A2	01.06.2011
		KR 10-2011-0055686 A	25.05.2011
		KR20110055686A	25.05.2011
		TW 201012908 A	01.04.2010
		WO 2010-025003 A2	04.03.2010
		WO 2010-025003 A3	22.04.2010

フロントページの続き

(51)Int.Cl.	F I	テーマコード(参考)
C 0 9 K 3/10 (2006.01)	C 0 9 K 3/14	5 5 0 D
	C 0 9 K 3/14	5 4 0 H
	C 0 9 K 3/10	G
	C 0 9 K 3/10	E
	C 0 9 K 3/10	Z

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, T J, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, R O, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, H U, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI , NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN

- (72)発明者 ウェリガン, デニス ジー.
アメリカ合衆国, 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
, スリーエム センター
- (72)発明者 スタディナー, チャールズ ジェイ., ザ フォース
アメリカ合衆国, 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
, スリーエム センター
- (72)発明者 エリクソン, ドワイト ディー.
アメリカ合衆国, 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
, スリーエム センター
- (72)発明者 バウム, スコット エー.
アメリカ合衆国, 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
, スリーエム センター
- (72)発明者 ウー, エドワード ジェイ.
アメリカ合衆国, 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
, スリーエム センター
- (72)発明者 ウー, ピンファン
アメリカ合衆国, 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
, スリーエム センター
- (72)発明者 ボッツ, トラヴィス エル.
アメリカ合衆国, 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
, スリーエム センター

F ターム(参考) 3C063 AA02 AB07 BB03 BB15 BC03 CC01
4G055 AA08 AC01 BB01 BB05 BB14 BB17 BB18
4G076 AA02 AB02 AB06 AC08 BA38 BA46 BF06 BG04 CA02 CA08
CA11 DA30 FA02
4H017 AA04 AB01 AB15 AB17 AC01 AC02 AC05 AC08 AC17 AD01
AD06 AE03 AE05