(19)日本国特許庁(JP)　(12)特許公報(B2)　(11)特許番号 特許第6568179号 (P6568179)

(45)発行日 令和1年8月28日(2019.8.28)　(24)登録日 令和1年8月9日(2019.8.9)

(51)Int.Cl.			F I		
B24D 3/00	(2006.01)		B24D	3/00	330E
C09K 3/14	(2006.01)		B24D	3/00	320A
			C09K	3/14	550D

請求項の数 4　外国語出願　(全 21 頁)

(21)出願番号　特願2017-218568(P2017-218568)
(22)出願日　平成29年11月13日(2017.11.13)
(62)分割の表示　特願2012-517574(P2012-517574)の分割
原出願日　平成22年6月15日(2010.6.15)
(65)公開番号　特開2018-65245(P2018-65245A)
(43)公開日　平成30年4月26日(2018.4.26)
審査請求日　平成29年12月13日(2017.12.13)
(31)優先権主張番号　61/219,161
(32)優先日　平成21年6月22日(2009.6.22)
(33)優先権主張国・地域又は機関　米国(US)
(31)優先権主張番号　12/570,067
(32)優先日　平成21年9月30日(2009.9.30)
(33)優先権主張国・地域又は機関　米国(US)

(73)特許権者　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　100110803
弁理士　赤澤　太朗
(74)代理人　100135909
弁理士　野村　和歌子
(74)代理人　100133042
弁理士　佃　誠玄
(74)代理人　100157185
弁理士　吉野　亮平

最終頁に続く

(54)【発明の名称】真円度係数の低い成形研磨粒子

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
少なくとも１つの主面が平面をなす薄型の成形研磨粒子であって、アルファアルミナを含み、前記平面に垂直に切断した断面における前記成形研磨粒子の断面形状が、略ｎ角形形状を有し、
前記断面において、ｎ本の直線を、対応する前記略ｎ角形形状のｎ個の各辺のそれぞれと交差せずに２点において外側から接するように配置して、前記断面形状を囲むｎ角形を形成し、前記断面形状の面積をＡ、前記直線がなすｎ角形の面積をＢとするとき、Ａに対する（Ｂ－Ａ）の割合が、１５％～５％であり、ｎが３、４または５である、成形研磨粒子。
【請求項２】
前記平面が略多角形をなし、前記略多角形の角部の平均先端半径が７５マイクロメートル未満である、請求項１に記載の成形研磨粒子。
【請求項３】
前記平面に接続された側壁を有し、前記平面と前記側壁との間の抜き勾配が９０度より大きく１３５度以下である、請求項１または２に記載の成形研磨粒子。
【請求項４】
前記平面が略三角形状をなす、請求項１ないし３のいずれかに記載の成形研磨粒子。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】

【０００１】
　本特許出願は、２００９年６月２２日出願の米国特許仮出願第６１／２１９，１６１号の利益を主張し、この仮出願は、２００９年９月出願の米国特許出願第１２／５７０，０６７号の優先権を主張し、これらの開示は参照することにより全文が本明細書に組み込まれる。
【背景技術】
【０００２】
　研磨粒子及びこれらの研磨粒子から作製される研磨物品は、物品の製造工程において広範な材料及び表面を研磨、仕上げ、又は研削するために有用である。したがって、研磨粒子及び／又は研磨物品のコスト、性能、又は寿命を改善する必要性が引き続き存在する。
【０００３】
　三角形状の成形研磨粒子、及びこの三角形状の成形研磨粒子を使用する研磨物品は、米国特許第５，２０１，９１６号（Ｂｅｒｇ）、同第５，３６６，５２３号（Ｒｏｗｅｎｈｏｒｓｔ）（Ｒｅ　３５，５７０）、及び同第５，９８４，９８８号（Ｂｅｒｇ）に開示されている。１つの実施形態では、この研磨粒子の形状は正三角形を含んでいた。三角形状の成形研磨粒子は、高い切削速度を有する研磨物品の製造に有用である。
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００４】
　成形研磨粒子は、概して、ランダムに破砕された研磨粒子に勝る性能を有することができる。研磨粒子の形状を調整することによって、研磨物品がもたらす性能を調整することが可能である。本発明者らは、真円度係数の低い成形研磨粒子の断面形状を作製することによって、研削性能が改善されることを見出した。
【課題を解決するための手段】
【０００５】
　成形研磨粒子を用いて基材を研削するとき、成形研磨粒子の長手方向軸に対して横方向に配向される破断面に沿って分裂することにより、成形研磨粒子が使用中破断する傾向があると考えられる。これら破断面は、典型的に、成形研磨粒子の基部から研削先端まで延在する成形研磨粒子の長手方向軸に対して正確に９０度の角度で配向される訳ではない。したがって、破断面は、成形研磨粒子の長手方向軸及び基部に対して傾斜している傾向がある。傾斜破断面は、破断面の最高部分の縁部に沿って研削力を集中させる傾向がある。この縁部は、成形研磨粒子の断面の破断面の角部等、成形研磨粒子の２つの面が交わる場所であることが多い。成形研磨粒子の破断面の最高角部がここでは研削面を形成するので、この最高角部を可能な限り鋭くすることが重要である。あるいは、縁部の一部が研削面を形成する場合、正確に研がれたのみの刃と同様に挙動するように、縁部が可能な限り平坦かつ平滑であることが重要である。
【０００６】
　角部及び縁部の鋭さは、成形研磨粒子を形成するために用いられる成形型のキャビティに存在している間、成形研磨粒子の充填性を改善し、収縮を低減する加工条件によって改善できると考えられる。特に、乾燥速度が増すにつれて、成形型のキャビティを充填して成形研磨粒子を作製するために用いられるゾルゲルの酸性度も上昇して、破断面の角部及び縁部がより鋭くなるはずであると見出されている。ゾルゲルの酸性度が研削性能及び得られる成形研磨粒子の鋭さに対して顕著な効果を有することは予想外であった。その理由は、炉内で成形研磨粒子を焼成した後、異なる酸性度で作製された成形研磨粒子が、本質的に同じ硬度を有していたためである。輸送及び取扱中の成形研磨粒子の前駆体に対する損傷を最小化することによって、角部の鋭さを更に改善することができる。成形型から取り出された成形研磨粒子の前駆体は、成形研磨粒子が最終的な硬化状態に焼成される炉に搬送及び輸送されている間、丸みをおびた縁部を有することができる。
【０００７】
　成形研磨粒子の研削性能は、改善された研削性能を有する低い平均真円度係数を有する

成形研磨粒子の平均真円度係数と関連付けられている。したがって、１つの実施形態では、本発明は、成形研磨粒子であって、アルファアルミナを含み、かつその成形研磨粒子の長手方向軸に沿った断面形状を有し、断面形状が非円形断面を含み、その成形研磨粒子が約１５％～０％の平均真円度係数を有する、成形研磨粒子に属する。

【０００８】

当業者は、本説明はあくまで例示的な実施形態の説明であって、本開示のより広範な観点を制限することを意図するものでなく、それらのより広範な観点が例示的な構築に具現化されていることを理解するであろう。

【図面の簡単な説明】

【０００９】

【図１】三角形状を有する成形研磨粒子の平面図。

【図２】図１の成形研磨粒子の側面図。

【図３】図１の成形研磨粒子から作製された被覆研磨物品。

【図４】図１の４－４における三角形状の成形研磨粒子の断面の顕微鏡写真。

【図５】成形研磨粒子の各面の最高２点に対する接線として引かれた線によって囲まれた図４の三角形状の成形研磨粒子の断面の測定領域を示す。

【図６】図５の接線と図４の成形研磨粒子の面との間に存在する領域を示す。

【図７】先行技術の三角形状の成形研磨粒子の断面の測定領域を示す。

【図８】接線と図７の先行技術の三角形状の成形研磨粒子の断面との間の領域を示す。

【図９】平均真円度係数の低い成形研磨粒子の研削性能を先行技術の成形研磨粒子と比較するグラフ。

【００１０】

明細書及び図中で繰り返し使用される参照記号は、本開示の同じ又は類似の特徴又は要素を表すことを意図する。

【００１１】

定義

本明細書で使用されているように、「含む」、「有する」、及び「包含する」という単語の形態は、法律的に同意義でありかつ制約されない。それゆえ、列挙されている要素、機能、工程又は制限に加えて、列挙されていない付加的な要素、機能、工程又は制限が存在し得る。

【００１２】

本明細書で使用される「研磨材分散液」という用語は、成形型のキャビティに導入されるアルファアルミナに変換可能なアルファアルミナ前駆体を意味する。この組成物は、揮発性成分が十分に除去されて研磨材分散液の固化が生じるまでの研磨材分散液を指す。

【００１３】

本明細書で使用される「成形研磨粒子の前駆体」という用語は、成形型のキャビティから取り出すことができ、後続の加工作業中にその成型された形状を実質的に保持できる固化体を形成するために、研磨材分散液が成形型のキャビティ内にあるときに、この研磨材分散液から十分な量の揮発性成分を除去することによって生成される未焼結粒子を意味する。

【００１４】

本明細書で使用される「成形研磨粒子」という用語は、その研磨粒子の少なくとも一部が、成形研磨粒子の前駆体を形成するために使用される成形型のキャビティから複製された所定の形状を有するセラミック研磨粒子を意味する。研磨破片の場合（例えば、米国特許仮出願第６１／０１６９６５号に記載）を除き、成形研磨粒子は、一般に、成形研磨粒子の形成に使用された成形型のキャビティを実質的に複製する、所定の幾何学形状を有することになる。本明細書で使用される成形研磨粒子は、機械的な粉砕作業によって得られる研磨粒子を除く。

【発明を実施するための形態】

【００１５】

真円度係数の低い成形研磨粒子

図１及び２を参照すると、代表的な成形研磨粒子２０が図示されている。幾つかの実施形態では、成形研磨粒子は、９０度以外の抜き勾配αを有する側壁２２を含み、これは、以後傾斜側壁と称される。成形研磨粒子２０が作製される材料は、アルファアルミナを含む。アルファアルミナ粒子は、本明細書で後述するように、ゲル化され、型で成形され、その形状を維持するために乾燥され、か焼され、次いで焼結される酸化アルミニウム一水和物の分散液から作製することができる。成形研磨粒子の形状は、次に成形構造体に成形される、結合剤中に研磨粒子を含む粒塊を形成するために、結合剤を必要とすることなく維持される。

【００１６】

一般に、成形研磨粒子２０は、第１の面２４と、第２の面２６とを有し、厚さｔを有する薄型本体を含む。幾つかの実施形態では、厚さｔは、約２５マイクロメートル～約５００マイクロメートルの範囲である。第１の面２４及び第２の面２６は、傾斜側壁である少なくとも１つの側壁２２によって互いに接続される。幾つかの実施形態では、「Ｓｈａｐｅｄ　Ａｂｒａｓｉｖｅ　Ｐａｒｔｉｃｌｅｓ　Ｗｉｔｈ　Ａ　Ｓｌｏｐｉｎｇ　Ｓｉｄｅｗａｌｌ」と題された２００８年１２月１７日出願の係属中の米国特許出願第１２／３３７０７５号により詳細に記載されているように、１超の傾斜側壁２２が存在してもよく、各傾斜側壁２２の傾斜又は角度は同じであっても異なっていてもよい。

【００１７】

幾つかの実施形態では、第１の面２４が実質的に平面であるか、第２の面２６が実質的に平面であるか、又は両面が実質的に平面である。あるいは、代理人整理番号が６４７１６ＵＳ００２である、２００８年１２月１７日出願の「Ｄｉｓｈ－Ｓｈａｐｅｄ　Ａｂｒａｓｉｖｅ　Ｐａｒｔｉｃｌｅｓ　Ｗｉｔｈ　Ａ　Ｒｅｃｅｓｓｅｄ　Ｓｕｒｆａｃｅ」と題された同時係属中の米国特許出願第１２／３３６９６１号により詳細に論じられているように、これらの面は凹状であっても凸状であってもよい。更には、代理人整理番号が６４７６５ＵＳ００２である、２００８年１２月１７日出願の「Ｓｈａｐｅｄ　Ａｂｒａｓｉｖｅ　Ｐａｒｔｉｃｌｅｓ　Ｗｉｔｈ　Ａｎ　Ｏｐｅｎｉｎｇ」と題された同時係属中の米国特許出願第１２／３３７１１２号により詳細に論じられているように、これらの面を貫通する開口部又は孔が存在してもよい。

【００１８】

１つの実施形態では、第１の面２４及び第２の面２６は互いに対して実質的に平行である。他の実施形態では、第１の面２４及び第２の面２６は、１つの面が他の面に対して傾斜しており、各面に接する想像線が一点で交差するように非平行であってよい。成形研磨粒子２０の側壁２２は様々であってよく、一般に、第１の面２４及び第２の面２６の外辺部２９を形成する。１つの実施形態では、第１の面２４及び第２の面２６の外辺部２９は、幾何学形状であるように選択され、第１の面２４及び第２の面２６は、同一の幾何学形状を有するように選択されるが、それらは寸法が異なっており、一方の面が他方の面よりも大きい。１つの実施形態では、第１の面２４の外辺部２９及び第２の面２６の外辺部２９は、図示される三角形であった。

【００１９】

成形研磨粒子２０の第２の面２６と側壁２２との間の抜き勾配αは様々であり、各面の相対的寸法を変化させてよい。本発明の様々な実施形態では、抜き勾配αは、約９０度～約１３０度、又は約９５度～約１３０度、又は約９５度～約１２５度、又は約９５度～約１２０度、又は約９５度～約１１５度、又は約９５度～約１１０度、又は約９５度～約１０５度、又は約９５度～約１００度であってよい。米国特許出願第１２／３３７０７５号で論じられているように、特定の範囲の抜き勾配αが、傾斜側壁を備える成形研磨粒子から作製された被覆研磨物品の研削性能を驚くほど向上させることが見出されている。特に、抜き勾配９８度、１２０度、又は１３５度は、９０度の抜き勾配よりも研削性能を向上させることが見出されている。研削性能の向上は、米国特許出願第１２／３３７０７５号の図６及び７に示されているように、抜き勾配９８度又は１２０度で特に顕著である。

【００２０】
　図３を参照すると、成形研磨粒子２０を用いて、研磨材層により被覆されている裏材４２の第１の主表面４１を有する被覆研磨物品４０を作製することができる。研磨材層は、第１の主表面４１上のメイクコート（make coat）４４と、典型的に側壁２２によってメイクコート４４に取り付けられた複数の成形研磨粒子２０とを含む。サイズコート（size coat）４６は、成形研磨粒子２０を裏材４２に更に取り付けるか又は接着するために塗布される。当業者に既知であるように任意のスーパーサイズコーティングを塗布してもよい。

【００２１】
　図１を再度参照すると、成形研磨粒子２０は、基部５２から研削先端５４まで延在する長手方向軸５０を含む。基部５２の側壁２２は、典型的に、メイクコート４４によって被覆研磨物品４０の裏材４２に取り付けられる。真円度係数を求めるために、成形研磨粒子１０を長手方向軸５０に対して９０度で横方向に切断する。横方向切断Ｃは、横方向切断が粒子の全長の中央を通るように、長手方向軸に沿って粒子の全長の１／４の所に引かれた第１の横方向線５６と、粒子の全長の３／４の所に引かれた第２の横方向線５８との間の位置で行うべきである。望ましくは、横方向切断は、長手方向軸５０の中点６０のできる限り近くの位置で行う。シリコンウエファー用薄切り鋸を用いて成形研磨粒子２０を横方向に切断してもよく、又は成形研磨粒子を適切な寸法まで削ってもよい。横方向切断は、得られる断面の外辺部が鮮明（crisp）でありかつ境界が明瞭であるようにかなり平滑でなければならない。必要に応じて、得られる断面を均一な高さに研磨してもよい。

【００２２】
　成形研磨粒子２０は、薄切り後、横方向に切断した断面が水平になるように基部５２を走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）の台に載せる。ＳＥＭの後方散乱電子イメージングを用いて断面の顕微鏡写真を撮影する。断面全体を見ることができ、かつ断面の大きさを最大化してＳＥＭの視野を満たすような適切な倍率を用いる。１００倍の倍率における断面の典型的なＳＥＭ画像を図４に示す。

【００２３】
　次に、図５に示すように、成形研磨粒子２０の各面（側壁２２、第１の面２４、及び第２の面２６）を、面に沿ってどこにでも位置する２つの最高点に対する接線として引かれた線６２で囲み、多角形形状を有する最大領域６４を取り囲む。例えば、ほぼ三角形の断面を有する成形研磨粒子の場合３本の線を引き、ほぼ四角形の断面を有する成形研磨粒子の場合４本の線を引き、五角形の断面の場合５本の線を引く。

【００２４】
　次に、Ｉｍａｇｅ　Ｊ（ｔｈｅ　Ｎａｔｉｏｎａｌ　Ｉｎｓｔｉｔｕｔｅ　ｏｆ　Ｈｅａｌｔｈから入手可能）等の画像解析ソフトウェアを用いて、多角形によって囲まれた最大領域６４から図５に黒色で示される断面の実際の領域６６を減じて、図６に黒色で示される欠損領域６８を求める。欠損領域６８は、成形研磨粒子２０の丸みをおびた角部及び凹凸のある縁部に起因して存在する領域の量を表す。粒子はより鋭い角部及びより平坦な縁部を有する傾向があるので、欠損領域６８を最小化することによって研削性能が向上すると考えられる。

【００２５】
　画像解析ソフトウェア又は他の適切な測定技術を用いて、図５に黒色で示す実際の領域６６の占める面積、及び図６に黒色で示す欠損領域６８の占める面積を求める。パーセントとして表される真円度係数は、欠損領域６８（図６の黒色）を実際の領域６６（図５の黒色）で除し、１００を乗じることによって計算される。真円度係数（％）＝欠損領域／実際の領域×１００。１０個の個々の成形研磨粒子を切断し測定するように、このプロセスを繰り返す。１０個の個々の結果を平均することによって、１０サンプルの平均真円度係数を求める。真円度係数０％とは、成形研磨粒子が完全に満たされた角部及び完全に直線状である縁部を有していたことを示す。円形が各辺に接する正方形によって囲まれた場合、真円度係数は２７．３％となり、これは、正方形の欠損角部を満たすために円の面積

の約２７．３％が必要であることを意味する。

【００２６】

次に、図７（実際の領域６６）及び図８（欠損領域６８）を参照すると、米国特許第５，２０１，９１６号（Ｂｅｒｇ）、同第５，３６６，５２３号（Ｒｏｗｅｎｈｏｒｓｔ）（Ｒｅ　３５，５７０）、及び同第５，９８４，９８８号（Ｂｅｒｇ）に開示されている方法に従って作製された三角形状の成形研磨粒子（Ｒｏｗｅｎｈｏｒｓｔ粒子）の典型的な断面が示されている。図から分かるように、先行技術によって作製される三角形状の成形研磨粒子は、より丸みをおびた角部及びより大きな縁部のうねりを有する傾向がある。

【００２７】

以下の表１は、先行技術に対する本発明の成形研磨粒子の平均真円度係数を報告する。

【００２８】

【表１】

表１：平均真円度係数

サンプル	平均真円度係数(%)	標準偏差 N＝10
実施例1	7．8	2．6
実施例2	9．5	5．3
先行技術 (比較例)	20．0	7．7

【００２９】

先行技術のＲｏｗｅｎｈｏｒｓｔ粒子の平均真円度係数は、２０．０％であり、これは、正方形によって囲まれた完全な円形から得られる２７．３％の真円度係数にかなり近い。したがって、Ｒｏｗｅｎｈｏｒｓｔ粒子はかなり丸みをおびた断面を有する。対照的に、本発明の成形研磨粒子は、断面の丸みが遥かに少なく、これは、図９に示すように研削性能を著しく改善させると考えられる。本発明の様々な実施形態では、成形研磨粒子の平均真円度係数は、約１５％～０％、又は約１３％～０％、又は約１２％～０％、又は約１２％～約５％であってもよい。

【００３０】

成形研磨粒子２０は、様々な三次元形状であってよい。外辺部２９の幾何学形状は、三角形、矩形、円形、楕円形、星形、又は他の正多角形若しくは非正多角形であってよい。１つの実施形態では、正三角形の外辺部を用い、別の実施形態では、二等辺三角形の外辺部を用いた。

【００３１】

成形研磨粒子を横方向に切断して生じる断面の幾何学形状も多様であり得る。全ての実施形態では、非円形の断面が用いられる。円形断面は丸みをおびており、より鈍いと考えられる。非円形の断面は研削性能が改善されると考えられるが、それは、１つ以上の鋭い角部が存在し、１つ以上の辺がのみの刃と同様にほぼ直線状であり得るためである。望ましくは、断面形状は、三角形、矩形、台形、又は五角形を含むが、これらに限定されない多角形状である。１つの実施形態では、成形研磨粒子の外辺部は図１に示すように三角形であり、断面形状は図２及び４に示すように台形であった。

【００３２】

成形研磨粒子２０は、様々な体積アスペクト比を有してよい。体積アスペクト比は、体積の重心を貫通する最大断面積を、重心を貫通する最小断面積で除した比率として定義される。一部の形状では、最大断面積及び最小断面積は、その形の外部形状に対して平面傾斜しているか、角度がついているか、又は傾斜していてよい。例えば、球体は１．０００の体積アスペクト比を有するが、立方体は１．４１４の体積アスペクト比を有する。長さＡに等しい各辺及びＡに等しい均一の厚さを有する正三角形の形状の成形研磨粒子は、１．５４の体積アスペクト比を有する。均一の厚さが０．２５Ａに減少すると、体積アスペ

クト比は２．６４に増加する。より大きい体積アスペクト比を有する成形研磨粒子は、改善された切削性能を有すると考えられる。本発明の様々な実施形態では、成形研磨粒子の体積アスペクト比は、約１．１５超、又は約１．５０超、又は約２．０超、又は約１．１５～約１０．０、又は約１．２０～約５．０、又は約１．３０～約３．０であってよい。

【００３３】

成形研磨粒子は、第１の面２４上に存在する成形研磨粒子の頂点又は角部において遥かに小さい曲率半径を有してよい。米国特許第５，２０１，９１６号（Ｂｅｒｇ）、同第５，３６６，５２３号（Ｒｏｗｅｎｈｏｒｓｔ）（Ｒｅ　３５，５７０）及び同第５，９８４，９８８号（Ｂｅｒｇ）に開示されている正三角形の成形研磨粒子は、平均先端半径が１０３．６マイクロメートルである、三角形の頂点の曲率半径（その頂点の周りの一辺から隣の辺までを測定した）を有していた。曲率半径は、倒立光学顕微鏡と接続したＣｌｅｍｅｘ　Ｉｍａｇｅ　Ａｎａｌｙｓｉｓプログラム又は他の好適な画像解析ソフトウェアなどの画像解析を使用して、第１又は第２の面の研磨断面から測定できる。各三角形の頂点の曲率半径は、１００倍の倍率で横断面を観察するときに、各頂点に３つの点を定めることによって予測できる。点は先端の曲線の始点に配置され、先端の頂点において直線の縁部から曲線の始点への移行と、湾曲した先端から直線の縁部に戻る移行とが存在する。次に画像解析ソフトウェアは、３つの点（曲線の始点、中間点、及び終点）によって画定される弧を描き、曲率半径を算出する。少なくとも３０の頂点について曲率半径が測定され、平均をとって、平均先端半径が決定される。本方法によって作製される成形研磨粒子は、遥かにより正確に作製される。したがって、成形研磨粒子の平均先端半径は遥かに小さい。本開示に従って作製される成形研磨粒子の平均先端半径は、１９．２マイクロメートル未満と測定されている。本発明の様々な実施形態では、平均先端半径は、７５マイクロメートル未満、又は５０マイクロメートル未満、又は２５マイクロメートル未満であってよい。より鋭利な先端部は、使用中の成形研磨粒子の、より攻撃的な初期切削、破断の改善を促進すると考えられる。

【００３４】

本開示に従って作製される成形研磨粒子２０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、一般に、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、研磨工業規格の公称等級）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。

【００３５】

ＡＮＳＩ等級表記（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、ＡＮＳＩ　４０、ＡＮＳＩ　５０、ＡＮＳＩ　６０、ＡＮＳＩ　８０、ＡＮＳＩ　１００、ＡＮＳＩ　１２０、ＡＮＳＩ　１５０、ＡＮＳＩ　１８０、ＡＮＳＩ　２２０、ＡＮＳＩ　２４０、ＡＮＳＩ　２８０、ＡＮＳＩ　３２０、ＡＮＳＩ　３６０、ＡＮＳＩ　４００、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。

【００３６】

あるいは、成形研磨粒子２０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、成形研磨粒子２０がＡＳＴＭ Ｅ－１１の１８号ふるいの規格に一致する試験用ふるいを通過するものであり、ＡＳＴＭ Ｅ－１１の２０号ふるいの規格に一致する試験用ふるいに残るものであることを意味する。１つの実施形態では、傾斜側壁２２を有する成形研磨粒子２０は、大部分の粒子が１８号のメッシュ試験用ふるいを通過し、２０、２５、３０、３５、４０、４５、又は５０号のメッシュ試験用ふるいに残るような粒径を有する。本発明の様々な実施形態では、傾斜側壁２２を有する成形研磨粒子２０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を含む公称スクリーニング等級を有することができる。

【００３７】

１つの態様において、本開示は、研磨工業規格の公称等級又は公称スクリーニング等級を有する複数の成形研磨粒子を提供し、この複数の成形研磨粒子の少なくとも一部は、成形研磨粒子２０である。別の態様において、本開示は、研磨工業規格の公称等級又は公称スクリーニング等級を有する複数の成形研磨粒子２０を提供するために、本開示に従って作製された成形研磨粒子２０を等級分けする工程を含む方法を提供する。

【００３８】

所望により、研磨工業規格の公称等級又は公称スクリーニング等級を有するこの成形研磨粒子２０を他の既知の研磨粒子又は非研磨粒子と混合することができる。幾つかの実施形態では、複数の研磨粒子の総重量に基づき、研磨工業規格の公称等級又は公称スクリーニング等級を有する複数の研磨粒子の少なくとも５、１０、１５、２０、２５、３０、３５、４０、４５、５０、５５、６０、６５、７０、７５、８０、８５、９０、９５、又は更には１００重量％が、本開示に従って作製された成形研磨粒子２０である。

【００３９】

成形研磨粒子２０との混合に好適な粒子としては、従来の研磨グレイン、希釈グレイン、又は米国特許第４，７９９，９３９号及び同第５，０７８，７５３号に記載されているものなどの侵食性粒塊（erodable agglomerates）が挙げられる。従来の研磨グレインの代表的な例としては、溶融酸化アルミニウム、シリコンカーバイド、ガーネット、溶融アルミナジルコニア、キュービック窒化ホウ素、ダイヤモンドなどが挙げられる。希釈グレインの代表的な例としては、大理石、せっこう、及びガラスが挙げられる。異なる形状の成形研磨粒子２０のブレンド（例えば、三角形及び正方形）、又は異なる抜き勾配を有する傾斜側壁を有する成形研磨粒子２０のブレンド（例えば、１２０度の抜き勾配を有する粒子と混合した９８度の抜き勾配を有する粒子）を、本発明の物品中で使用することができる。

【００４０】

成形研磨粒子２０は、表面被覆を有してもよい。表面被覆は、研磨物品の研磨グレインと結合剤との接着を改善することで知られており、又は成形研磨粒子２０の静電蒸着を支援するために使用することができる。このような表面被覆は、米国特許第５，２１３，５９１号、同第５，０１１，５０８号、同第１，９１０，４４４号、同第３，０４１，１５６号、同第５，００９，６７５号、同第５，０８５，６７１号、同第４，９９７，４６１号、及び同第５，０４２，９９１号に記載されている。加えて、表面被覆は、成形研磨粒

子のキャッピングを防ぐことがある。キャッピングとは、研磨中の加工対象物からの金属粒子が成形研磨粒子の頂上部に溶接され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。

【００４１】

低真円度係数を有する成形研磨粒子を備える研磨物品

図３を参照すると、被覆された研磨物品４０は、裏材４２の第１の主表面４１に塗布される結合剤の第１の層（以下、メイクコート４４と呼ぶ）を有する裏材４２を含む。複数の成形研磨粒子２０がメイクコート４４に取り付けられ又は部分的に埋め込まれ、研磨材層を形成する。結合剤の第２の層（以下、サイズコート４６と呼ぶ）が成形研磨粒子２０に塗布される。メイクコート４４の目的は、成形研磨粒子２０を裏材４２に固定することであり、サイズコート４６の目的は、成形研磨粒子２０を補強することである。当業者に既知であるように、任意のスーパーサイズコーティングを塗布してもよい。成形研磨粒子２０の大部分は、先端４８（図１の研削先端５４）又は頂点が裏材４２から離れる方向を向くように配向され、成形研磨粒子は側壁２２上に存在する。傾斜側壁が用いられる場合、成形研磨粒子２０は、一般的に、図示されるように先細になるか又は傾斜している。

【００４２】

傾斜配向を更に最適化するために、傾斜側壁を有する成形研磨粒子は、オープンコートの研磨材層で裏材に適用される。クローズドコートの研磨材層は、製造機を１回通過させて研磨物品のメイクコートに塗布できる研磨粒子又は研磨粒子のブレンドの最大重量として定義される。オープンコートは、塗布可能な最大重量（グラム単位）よりも重量が少ない、被覆された研磨物品のメイクコートに塗布される研磨粒子又は研磨粒子のブレンドの量である。オープンコートの研磨材層では、研磨粒子を有するメイクコートの範囲が１００％未満になるため、粒子間に空き領域及び目に見える樹脂層を残す。本発明の様々な実施形態では、研磨材層中の空き領域パーセントは、約１０％～約９０％、又は約３０％～約８０％、又は約４０％～約７０％であってもよい。

【００４３】

裏材に塗布される、傾斜側壁を有する成形研磨粒子の数が過剰な場合、粒子間の間隔が不十分になり、メイクコート及びサイズコートを硬化させる前に粒子が傾斜したり先細になったりできるようになると考えられる。本発明の様々な実施形態では、オープンコートの研磨材層を有する被覆研磨物品中の成形研磨粒子の５０％、６０％、７０％、８０％、又は９０％超が、９０度未満の配向角β（図３）を有して先細になるか又は傾斜している。

【００４４】

理論に束縛されるものではないが、９０度未満の配向角βは、傾斜側壁を有する成形研磨粒子に改善された切削性能をもたらすと考えられる。驚くべきことに、この結果は、被覆された研磨物品内のＺ軸を中心とする成形研磨粒子の回転配向にかかわらず生じる傾向にある。図３は理想化されており、全ての粒子が同方向に整列しているように示されているが、実際の被覆研磨ディスクは、ランダムに分布し、回転した粒子を有する。研磨ディスクは回転しており、成形研磨粒子はランダムに分布しているので、一部の成形研磨粒子は、９０度未満の配向角度βで被削材の方に移動され（被削材は最初に第２の面２６を衝打していた）、一方で隣接する成形研磨粒子はちょうど１８０度回転される場合がある（被削材は成形研磨粒子の背面及び第１の面２４を衝打する）。粒子がランダムに分布し、ディスクが回転するので、半分未満の成形研磨粒子が、最初に第１の面２４ではなく、第２の面２６を被削材に衝打させる場合がある。しかし、定義された回転方向及び定義された被削材との接点を有する研磨ベルトの場合、傾斜側壁を有する成形研磨粒子をベルト上に整列させ、各成形研磨粒子が９０度未満の配向角度βで移動し、図３で理想化されたように被削材が最初に第２の面２６へと移動するようにすることが可能であろう。本発明の様々な実施形態では、被覆された研磨物品の研磨層内の傾斜側壁を有する成形研磨粒子の少なくとも大部分の配向角度βは、約５０度～約８５度、又は約５５度～約８５度、又は約６０度～約８５度、又は約６５度～約８５度、又は約７０度～約８５度、又は約７５度

～約８５度、又は約８０度～約８５度であってよい。
【００４５】
メイクコート４４及びサイズコート４６は、樹脂性接着剤を含む。メイクコート４４の樹脂性接着剤は、サイズコート４６の樹脂性接着剤と同じものでも異なるものでもよい。これらのコートに好適な樹脂性接着剤の例としては、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、尿素ホルムアルデヒド樹脂、アクリレート樹脂、アミノプラスト樹脂、メラミン樹脂、アクリル化エポキシ樹脂、ウレタン樹脂、及びこれらの組み合わせが挙げられる。樹脂性接着剤に加えて、メイクコート４４若しくはサイズコート４６、又は両方のコートは、例えば、充填剤、研削助剤、湿潤剤、界面活性剤、染料、顔料、カップリング剤、接着促進剤、及びこれらの組み合わせのような当該技術分野で既知の添加剤を更に含むことができる。充填剤の例としては、炭酸カルシウム、シリカ、タルク、粘土、メタケイ酸カルシウム、ドロマイト、硫酸アルミニウム、及びこれらの組み合わせが挙げられる。
【００４６】
研削助剤は、被覆研磨物品に塗布されてよい。研削助剤は粒子材料として定義され、その添加が研磨の化学的及び物理的な工程に顕著な影響を及ぼし、それによって改善された性能をもたらす。研削助剤は、広範な様々な材料を包含し、また無機又は有機であり得る。研削助剤の薬品群の例としては、ワックス、有機ハロゲン化合物、ハロゲン化物塩、並びに金属及びその合金が挙げられる。有機ハロゲン化合物は、典型的には、研磨の間に分解し、ハロゲン酸又はガス状のハロゲン化合物を放つ。そのような材料の例としては、テトラクロロナフタレン、ペンタクロロナフタレンのような塩素化ワックス、及びポリ塩化ビニルなどが挙げられる。ハロゲン化物塩の例としては、塩化ナトリウム、カリウムクリオライト、ナトリウムクリオライト、アンモニウムクリオライト、テトラフルオロホウ酸カリウム、テトラフルオロホウ酸ナトリウム、フッ化ケイ素、塩化カリウム、塩化マグネシウムが挙げられる。金属の例としては、スズ、鉛、ビスマス、コバルト、アンチモン、カドミウム、鉄、及びチタンが挙げられる。他の研削助剤としては、イオウ、有機イオウ化合物、グラファイト、及び金属硫化物が挙げられる。異なる研削助剤の組み合わせを使用することも本発明の範囲内であり、また場合によっては、これによって相乗効果がもたらされることがある。１つの実施形態では、研削助剤はクリオライト又はテトラフルオロホウ酸カリウムであった。このような添加剤の量は、所望の性状をもたらすために調整されてよい。スーパーサイズコートを使用することもまた、本発明の範囲内である。スーパーサイズコートは、典型的に、結合剤及び研削助剤を含有する。結合剤は、フェノール樹脂、アクリレート樹脂、エポキシ樹脂、尿素ホルムアルデヒド樹脂、メラミン樹脂、ウレタン樹脂、及びこれらの組み合わせのような材料から生成することができる。幾つかの実施形態では、熱硬化性エポキシ樹脂、硬化剤、熱可塑性炭化水素樹脂、研削助剤、分散剤、及び色素を含むスーパーサイズコートが、米国特許第５，４４１，５４９号（Ｈｅｌｍｉｎ）に開示されているように用いられる。
【００４７】
結合研磨物品、不織布研磨物品、又は研磨ブラシに成形研磨粒子２０を使用できることもまた、本発明の範囲内である。結合研磨材は、結合剤によって共に結合されて成形された塊を形成する複数の成形研磨粒子２０を含んでよい。結合研磨材に使用される結合剤は、金属、有機、又はガラス質であってよい。不織研磨材は、有機結合剤によって繊維状不織布ウェブに結合した複数の成形研磨粒子２０を含む。
【００４８】
低真円度係数を有する成形研磨粒子を作製する方法
第１のプロセス工程は、アルファアルミナに変換可能なシードされた又はシードされていない研磨材分散液のいずれかを提供することを含む。アルファアルミナ前駆体組成物は、揮発性成分である液体を含むことが多い。１つの実施形態では、揮発性成分は水である。研磨材分散液は、成形型のキャビティを充填して成形型表面を複製することを可能にするために、研磨材分散液の粘性を十分に低くするために十分な量でありながらも、後に成形型のキャビティから液体を除去することを実現不可能なほど高価にしない程度の量の液

体を含まなくてはならない。１つの実施形態では、研磨材分散液は、アルファアルミナに変換可能な、酸化アルミニウム一水和物（ベーマイト）のような粒子を２重量％～９０重量％、及び水のような揮発性成分を少なくとも１０重量％、又は５０重量％～７０重量％、又は５０重量％～６０重量％含む。逆に、幾つかの実施形態における研磨材分散液は、固体を３０重量％～５０重量％、又は４０重量％～５０重量％含有する。

【００４９】

また、ベーマイト以外の酸化アルミニウム水和物を使用してもよい。ベーマイトは、既知の技術によって調製すること、又は市販のものを入手することができる。市販のベーマイトの例としては、Ｓａｓｏｌ　Ｎｏｒｔｈ　Ａｍｅｒｉｃａ，Ｉｎｃ．から入手可能な「ＤＩＳＰＥＲＡＬ」（商標）及び「ＤＩＳＰＡＬ」（商標）、あるいはＢＡＳＦ社から入手可能な「ＨｉＱ－４０」（商標）が挙げられる。これらの酸化アルミニウム一水和物は比較的純粋である。すなわち、一水和物以外の水和物の相をたとえ含んでいるとしても比較的少量含み、高い表面積を有する。結果として生じる成形研磨粒子２０の物理的特性は、一般に、研磨材分散液で使用される材料の種類に依存する。

【００５０】

１つの実施形態では、研磨材分散液はゲル状である。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。研磨材分散液は、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、研磨粒子の幾つかの所望の性状を強化するため又は後の焼結工程の効果を増すために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、金属含有化合物からなり、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ってよい。研磨材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、研磨材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って研磨材分散液をゲル化することもできる。

【００５１】

研磨材分散液はまた、水和又はか焼した酸化アルミニウムからアルファアルミナへの変換を促進するために、成核剤（シーディング）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、アルファアルミナ、アルファ酸化第二鉄若しくはその前駆体、酸化チタン及びチタン酸塩、酸化クロム、又はこの変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、アルファアルミナの変換を引き起こすために十分でなくてはならない。そのような研磨材分散液に核を生成する工程は、米国特許第４，７４４，８０２号（Ｓｃｈｗａｂｅｌ）に開示されている。

【００５２】

研磨材分散液に解膠剤を添加して、より安定したヒドロゾル又はコロイド状研磨材分散液を製造することができる。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。多塩基酸を使用してもよいが、多塩基酸は研磨材分散液を急速にゲル化し、取り扱い又は追加的な成分の導入を困難にする。ベーマイトの幾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。

【００５３】

研磨材分散液は任意の好適な手段、例えば、単に酸化アルミニウム一水和物を解膠剤含有水と混合することによって、又は酸化アルミニウム一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を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。アルファアルミナ研磨材グレインは、１９９７年７月８日付の米

国特許第５，６４５，６１９号（Ｅｒｉｃｋｓｏｎら）に開示されているように、シリカ及び酸化鉄を含有することができる。アルファアルミナ研磨材グレインは、１９９６年9月３日付の米国特許第５，５５１，９６３号（Ｌａｒｍｉｅ）に開示されているように、ジルコニアを含有することができる。あるいは、アルファアルミナ研磨材グレインは、２００１年8月２１日付の米国特許第６，２７７，１６１号（Ｃａｓｔｒｏ）に開示されているように、ミクロ構造又は添加剤を有することができる。

【００５４】

第２のプロセス工程は、少なくとも１つの成形型のキャビティ、好ましくは複数のキャビティを有する成形型を提供することを伴う。成形型は、一般に平面の底面と複数の成形型のキャビティとを有してよい。複数のキャビティは、生産工具内で形成することができる。生産工具は、ベルト、シート、連続ウェブ、輪転グラビアのようなコーティングロール、コーティングロール上に載置されるスリーブ、又はダイであることが可能である。１つの実施形態では、生産工具は高分子材料を含む。好適な高分子材料の例としては、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリ（エーテルスルホン）、ポリ（メチルメタクリレート）、ポリウレタン、ポリ塩化ビニル、ポリオレフィン、ポリスチレン、ポリプロピレン、ポリエチレン、又はこれらの組み合わせなどの熱可塑性樹脂、あるいは熱硬化性材料が挙げられる。１つの実施形態では、工具全体が高分子材料又は熱可塑性材料で作製される。別の実施形態では、乾燥工程中にゾルゲルと接触する、複数のキャビティの表面などの工具表面は、高分子材料又は熱可塑性材料を含み、工具の他の部分は他の材料で作製することができる。好適な高分子塗膜を金属工具に塗布して、実施例の方法によって表面張力性状を変更することができる。

【００５５】

高分子又は熱可塑性工具は、金属種工具を完全に複製するものであってよい。種工具は、生産工具に所望の逆パターンを有する。種工具は、生産工具と同様の方法で製造することも可能である。１つの実施形態では、種工具を、例えばニッケルのような金属で作製し、ダイヤモンドターニング加工することができる。高分子シート材料を種工具と共に加熱して、この２つを一緒に加圧成形することにより、高分子材料を、種工具パターンでエンボス加工することができる。高分子又は熱可塑性材料はまた、種工具上へと押出加工又はキャスティングし、次に加圧成形することもできる。熱可塑性材料を冷却し固化させて、生産工具が製造される。熱可塑性生産工具が使用される場合、熱可塑性生産工具を歪めて寿命を制限する恐れのある過度の熱を生成しないよう注意が必要である。生産工具又は種工具の設計及び製作に関する更なる情報は、米国特許第５，１５２，９１７号（Ｐｉｅｐｅｒら）、同第５，４３５，８１６号（Ｓｐｕｒｇｅｏｎら）、同第５，６７２，０９７号（Ｈｏｏｐｍａｎら）、同第５，９４６，９９１号（Ｈｏｏｐｍａｎら）、同第５，９７５，９８７号（Ｈｏｏｐｍａｎら）、同第６，１２９，５４０号（Ｈｏｏｐｍａｎら）に見出すことができる。

【００５６】

キャビティへは、成形型の上面又は底面にある開口部から達することができる。場合によっては、キャビティは成形型の厚さ全体に延在することができる。あるいは、キャビティは成形型の厚さの一部分のみに延在することができる。１つの実施形態では、上面は、ほぼ均一の深さを有するキャビティを伴う成形型の底面とほぼ平行である。成形型の少なくとも１つの側部、すなわちキャビティが形成される側部は、揮発性成分除去の工程の間、周囲の大気に曝露したままにすることができる。

【００５７】

キャビティは、指定の３次元形状を有する。１つの実施形態では、キャビティの形状は上から見たときに傾斜側壁を有する三角形であり、つまり、キャビティの底面は上面の開口部よりわずかに小さいものであると説明できる。傾斜側壁は、研削性能を改善させ、成形型から研磨粒子の前駆体を取り出しやすくすると考えられる。別の実施形態では、成形型は複数の三角形のキャビティを含んでいた。複数の三角形のキャビティのそれぞれは、正三角形を含む。

【００５８】

あるいは、円形、矩形、正方形、六角形、星形、又はこれらの組み合わせのような、全てがほぼ均一の深さの寸法を有する、他のキャビティの形状を使用してもよい。深さの寸法は、上面から底面の最下点までの垂直距離と等しい。与えられたキャビティの深さは、均一であってもよく、又はその長さ及び／又は幅に沿って変化してもよい。与えられた成形型のキャビティは、同じ形状であってもよく、又は異なる形状であってもよい。

【００５９】

第３のプロセス工程は、任意の従来の技法によって研磨材分散液を成形型のキャビティに充填することを伴う。幾つかの実施形態では、ナイフロールコーター又は真空スロットダイコーターを使用することができる。必要に応じて、成形型からの粒子の取り出しを支援するために離型剤を使用してよい。典型的な離型剤としては、例えば、ピーナッツオイル、又は鉱油、魚油のような油、シリコーン、ポリテトラフルオロエチレン、ステアリン酸亜鉛、及びグラファイトが挙げられる。一般に、離型剤を用いることが望ましい場合、成形型のユニット領域ごとに約０．１ｍｇ／インチ^2（０．０１６ｍｇ／ｃｍ^2）～約３．０ｍｇ／インチ^2（０．４７ｍｇ／ｃｍ^2）、又は約０．１ｍｇ／インチ^2（０．０１６ｍｇ／ｃｍ^2）～約５．０ｍｇ／インチ^2（０．７８ｍｇ／ｃｍ^2）の離型剤が存在するように、液体中（水又はアルコールなど）約０．１重量％～約５重量％の離型剤（ピーナッツオイルなど）が、ゾルゲルと接触する生産工具の表面に塗布される。１つの実施形態では、成形型の上面は、研磨材分散液で被覆される。研磨材分散液をポンプして上面に載せることができる。次に、スクレーパ又はならし棒を使用して、研磨材分散液を成形型のキャビティに完全に押し入れることができる。キャビティに入らない研磨材分散液の残りの部分は、成形型の上面から取り出して再利用することができる。幾つかの実施形態では、少量の研磨材分散液が上面に残る場合があり、他の実施形態では上面には分散液が実質的に存在しない。スクレーパ又はならし棒に加える圧力は、典型的には、１００ｐｓｉ（６８９．５ｋＰａ）未満、又は５０ｐｓｉ（３４４．７ｋＰａ）未満、又は１０ｐｓｉ（６８．９ｋＰａ）未満である。幾つかの実施形態では、研磨材分散液の曝露された表面が実質的に上面を超えて延在することはなく、結果として生じる成形研磨粒子２０の均一な厚さが確保される。

【００６０】

第４のプロセス工程は、揮発性成分を除去して分散液を乾燥させることを伴う。望ましくは、揮発性成分は高蒸発速度で除去する。幾つかの実施形態では、蒸発による揮発性成分の除去は、この揮発性成分の沸点を超える温度で生じる。乾燥温度の上限は、成形型を作製する材料に依存することが多い。ポリプロピレン工具では、温度はこのプラスチックの融点未満でなくてはならない。

【００６１】

１つの実施形態では、固体が約４０～５０％の水分散液とポリプロピレン成形型では、乾燥温度は約９０℃～約１６５℃、又は約１０５℃～約１５０℃、又は約１０５℃～約１２０℃であってよい。高温は生産速度の改善をもたらすことができるが、ポリプロピレン工具を劣化させて成形型としての耐用年数を制限することもあり得る。

【００６２】

１つの実施形態では、次の配合を使用してベーマイトゾルゲルの試料を作製した。つまり、１．８５％の硝酸水溶液（６０％）を１０分間高剪断混合することによって、商品名「ＤＩＳＰＥＲＡＬ」を有する酸化アルミニウム一水和物粉末（４０％）を分散させた。得られたゾル－ゲルを、塗布する前に少なくとも２４時間エージングした。深さ２８ミル（０．７１ｍｍ）及び各辺１１０ミル（２．７９ｍｍ）の三角形の成形型のキャビティを有する生産工具にゾルゲルを押し入れた。側壁と成形型の底面との間の抜き勾配αは９８度であった。生産工具は、成形型のキャビティの１００％が、三角形の一辺と９０度の角度で交差する、キャビティの底面から出る８つの平行な隆起部を有するように製造された。後述する代理人整理番号６４７９２ＵＳ００２を有する係属中の米国特許出願第６１／１３８２６８号に記載されているように、平行な隆起部は０．２７７ｍｍ毎の定間隔で置

かれ、隆起部の断面は、高さ０．０１２７ｍｍで、先端においてそれぞれの隆起部の辺がなす角度が４５度の三角形であった。

【００６３】

ゾルゲルは、生産工具の全ての開口部が完全に埋まるように、真空スロットダイコーティングステーションを使用してキャビティに押し入れた。ゾルゲル被覆された生産工具を、以下の通り設定された６０フィート（１８．３メートル）の対流オーブンを１７．５フィート／分（５．３メートル／分）で通過させた：２０フィート（６．１メートル）のゾーン１部は５０００ｃｆｍ（１４１．６ｋＬ／ｍ）の気流速度で華氏２４０度（摂氏１１６度）、２０フィート（６．１メートル）のゾーン２部は４３００ｃｆｍ（１２１．８ｋＬ／ｍ）の気流速度で華氏２４０度（摂氏１１６度）、及び２０フィート（６．１メートル）のゾーン３部は３５００ｃｆｍ（９９．１ｋＬ／ｍ）の気流速度で華氏２２５度（摂氏１０７度）。超音波ホーンを通過させることにより、成形研磨粒子の前駆体を生産工具から取り出した。

【００６４】

第５のプロセス工程は、成形研磨粒子の前駆体を成形型のキャビティから取り出すことを含む。成形研磨粒子の前駆体は、成形型のキャビティから粒子を取り出すために重力、振動、超音波振動、真空、又は加圧空気のプロセスを、単独で又は組み合わせで成形型に対して用いることによって、キャビティから取り出すことができる。

【００６５】

研磨粒子の前駆体を成形型の外で更に乾燥することができる。成形型内で望ましいレベルに研磨材分散液を乾燥する場合、追加的な乾燥工程は必要ない。しかし、場合によっては、この追加的な乾燥工程を採用して、成形型内に研磨材分散液がある時間を最低限にすることが経済的である場合がある。典型的には、成形研磨粒子の前駆体を１０～４８０分間、又は１２０～４００分間、５０℃～１６０℃、又は１２０℃～１５０℃の温度で乾燥することになる。

【００６６】

第６のプロセス工程は、成形研磨粒子の前駆体のか焼を伴う。か焼工程の間に、本質的に全ての揮発性材料が除去され、研磨材分散液に存在していた多様な成分が変換されて金属酸化物になる。成形研磨粒子の前駆体は、一般に、４００℃～８００℃の温度に加熱して、遊離水及び９０重量％を超す任意の結合した揮発性材料が除去されるまで、この温度範囲内に維持する。選択的工程において、所望により、含浸プロセスによって修正用添加剤を導入することができる。か焼された、成形研磨粒子の前駆体の孔に、水溶性の塩を含浸によって導入することができる。次に、成形研磨粒子の前駆体を再び予備焼成する。この選択については、欧州特許出願第２９３，１６３号に詳述されている。

【００６７】

第７のプロセス工程は、か焼された、成形研磨粒子の前駆体を焼結して、アルファアルミナ粒子を形成することを含む。焼結前は、か焼された、成形研磨粒子の前駆体は完全には緻密化されていないので、成形研磨粒子として使用するための所望の硬度が足りない。か焼された、成形研磨粒子の前駆体を１，０００℃～１，６５０℃の温度に加熱し、実質的に全てのアルファアルミナ一水和物（又は同等のもの）がアルファアルミナに転換し、気孔率が１５体積％未満に低減されるまで、それらをこの温度範囲内に維持することによって焼結を行う。このレベルの変換を達成するために、か焼された、成形研磨粒子の前駆体をこの焼結温度に曝露しなくてはならない時間の長さは、多様な因子に依存するが、通常、５秒～４８時間が典型的である。別の実施形態では、焼結工程の持続時間は１分間～９０分間の範囲である。焼結後、傾斜側壁を有する成形研磨粒子は、１０ＧＰａ、１６ＧＰａ、１８ＧＰａ、２０ＧＰａ以上のヴィッカース硬度を有してよい。

【００６８】

記述したプロセスを修正するために、か焼温度から焼結温度まで材料を急速に加熱する工程、研磨材分散液を遠心分離してスラッジ、廃棄物等を除去する工程、といったような他の工程を使用することができる。更に、所望により２つ以上のプロセス工程を組み合わ

せることによってこのプロセスを修正することができる。本開示のプロセスを修正するために使用できる従来のプロセス工程は、米国特許第４，３１４，８２７号（Ｌｅｉｔｈｅｉｓｅｒ）に詳述されている。

【００６９】

加えて、２００８年１２月１７日出願の代理人整理番号６４７９２ＵＳ００２を有する「Ｓｈａｐｅｄ　Ａｂｒａｓｉｖｅ　Ｐａｒｔｉｃｌｅｓ　Ｗｉｔｈ　Ｇｒｏｏｖｅｓ」と題された同時係属中の米国特許仮出願第６１／１３８２６８号に記載されているように、成形研磨粒子は面の１つに溝を有してよい。溝は、成形型から成形研磨粒子の前駆体を取り出すことをより容易にすることが見出されている成形型のキャビティの底面の複数の隆起部によって形成される。成形研磨粒子の作製方法に関する更なる情報は、２００８年１２月１７日に出願の代理人整理番号６３５１２ＵＳ００２を有する「Ｍｅｔｈｏｄ　Ｏｆ　Ｍａｋｉｎｇ　Ａｂｒａｓｉｖｅ　Ｓｈａｒｄｓ，Ｓｈａｐｅｄ　Ａｂｒａｓｉｖｅ　Ｐａｒｔｉｃｌｅｓ　Ｗｉｔｈ　Ａｎ　Ｏｐｅｎｉｎｇ，Ｏｒ　Ｄｉｓｈ－Ｓｈａｐｅｄ　Ａｂｒａｓｉｖｅ　Ｐａｒｔｉｃｌｅｓ」と題された米国特許出願第１２／３３７，００１号に開示されている。

【実施例】

【００７０】

本開示の目的及び利点を以下の非限定的な実施例で更に例示する。これらの実施例において列挙されるその特定の材料及び量、並びに他の条件及び詳細は、本開示を過度に制限しないと解釈されるべきである。特に記載のない限り、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。

【００７１】

実施例１：ＲＥＯドーピングされた成形研磨粒子の調製

次の手順により、ベーマイトゲルを作製した。商品名「ＤＩＳＰＥＲＡＬ」を有する酸化アルミニウム一水和物粉末（１，２３５部）を、水（３，０２６部）と７０％水性硝酸（７１部）とを含有する溶液中に連続的に混合して分散した。次に、得られたゾルを連続乾燥機内で約１２５℃の温度に加熱して、固形分４４％の分散液にした。ゾルゲルを手で広げ、三角形状であり、深さ２８ミル（０．７１ｍｍ）、各辺１１０ミル（２．７９ｍｍ）の寸法のキャビティを有する生産工具に手動で押し入れた。側壁と底面が成す抜き勾配αは９８度であった。生産工具は、成形型のキャビティの５０％が、三角形の一辺と９０度の角度で交差するキャビティの底面から出る８つの平行の隆起部を有し、残りのキャビティが平滑な成形型底面を有するように製造された。上記で参照された代理人整理番号６４７９２ＵＳ００２の同時係属中の特許出願に記述されているように、平行な隆起部は０．２７７ｍｍ毎の定間隔で置かれ、隆起部の断面は、高さ０．０１２７ｍｍで、先端におけるそれぞれの隆起部の辺が成す角度が４５度の三角形であった。

【００７２】

１％のピーナッツオイルのメタノール分散液を生産工具にブラシで塗布して、約４６．５マイクログラム／平方ｃｍ（０．３ｍｇ／平方インチ）のピーナッツオイルの剥離塗膜を得た。工具の全ての開口部が完全に充填されるまで、ゾルゲルを手動で均一にキャビティに押し入れた。ゾル－ゲル被覆された生産工具を、５５℃に設定した対流オーブンに入れ、１時間乾燥させて、生産工具のキャビティ内にあるうちに成形研磨粒子の前駆体を生産した。超音波ホーンを通過させることにより、成形研磨粒子の前駆体を生産工具から取り出した。この成形研磨粒子の前駆体を、約６５０℃でか焼し、次いで以下の濃度の混合硝酸塩溶液（酸化物として報告された）を含浸させた：１．０％のＭｇＯ、１．２％のY_2O_3、及び４．０％のLa_2O_3、及び０．０５％のＣｏＯ。過剰の硝酸塩溶液を除去し、含浸した成形研磨粒子の前駆体を乾燥させ、その後、この粒子を再び６５０℃でか焼し、約１４００℃で焼結させた。か焼及び焼結は双方とも、回転式管状炉を使用して実行した。実施例１の成形研磨粒子の平均真円度係数を測定したところ、７．８％であると求められた。

【００７３】

実施例２：ＲＥＯドーピングされた成形研磨粒子の調製
次の配合を使用してベーマイトゾルゲルの試料を作製した。つまり、１．８５％の硝酸塩水溶液（６０％）を１０分間高剪断混合することによって、商品名「ＤＩＳＰＥＲＡＬ」を有する酸化アルミニウム一水和物粉末（４０％）を分散させた。得られたゾルーゲルを、塗布する前に少なくとも２４時間エージングした。ゾルゲルは、深さ２８ミル（０．７１ｍｍ）及び各辺１１０ミル（２．７９ｍｍ）の三角形の成形型のキャビティを有する生産工具に押し入れた。側壁と成形型の底面とがなす抜き勾配αは９８度であった。生産工具は、成形型のキャビティの１００％が、三角形の一辺と９０度の角度で交差するキャビティの底面から出る８つの平行の隆起部を有するように製造された。上記で参照された代理人整理番号６４７９２ＵＳ００２を有する係属中の米国特許出願第６１／１３８２６８号に記載されているように、平行な隆起部は０．２７７ｍｍ毎の定間隔で置かれ、隆起部の断面は、高さ０．０１２７ｍｍで、先端におけるそれぞれの隆起部の辺がなす角度が４５度の三角形であった。
【００７４】
ゾルゲルは、生産工具の全ての開口部が完全に埋まるように、真空スロットダイコーティングステーションを使用してキャビティに押し入れた。ゾルゲル被覆された生産工具を、以下の通り設定された６０フィート（１８．３メートル）の対流オーブンを１７．５フィート／分（５．３メートル／分）で通過させた：２０フィート（６．１メートル）のゾーン１部は５０００ｃｆｍ（１４１．６ｋＬ／ｍ）の気流速度で華氏２４０度（摂氏１１６度）、２０フィート（６．１メートル）のゾーン２部は４３００ｃｆｍ（１２１．８ｋＬ／ｍ）の気流速度で華氏２４０度（摂氏１１６度）、及び２０フィート（６．１メートル）のゾーン３部は３５００ｃｆｍ（９９．１ｋＬ／ｍ）の気流速度で華氏２２５度（摂氏１０７度）。超音波ホーンを通過させることにより、成形研磨粒子の前駆体を生産工具から取り出した。
【００７５】
この成形研磨粒子の前駆体を、約６５０℃でか焼し（１５分間）、次いで以下の濃度の混合硝酸塩溶液（酸化物として報告された）を含浸させた：１．０％のＭｇＯ、１．２％のY_2O_3、及び４．０％のLa_2O_3、及び０．０５％のＣｏＯ。過剰の酢酸溶液を除去し、含浸した成形研磨粒子の前駆体粒子を乾燥させ、その後、この粒子を６５０℃（１５分間）で再びか焼し、約１４００℃（５分間）で焼結した。か焼及び焼結のいずれも、回転管状炉を使用して実行した。実施例２の成形研磨粒子の平均真円度係数を測定したところ、９．５％であると求められた。
【００７６】
比較例：先行技術の成形粒子の調製
米国特許第５，２０１，９１６号（Ｂｅｒｇ）、同第５，３６６，５２３号（Ｒｏｗｅｎｈｏｒｓｔ）（Ｒｅ　３５，５７０）、及び同第５，９８４，９８８号（Ｂｅｒｇ）に開示されている方法に従って成形研磨粒子を調製した。得られた成形研磨粒子は、上記同様の大きさ及び形状であったが、縁部及び角部はそれほど明瞭ではなかった。
【００７７】
研磨物品の調製
本発明の成形研磨粒子及び比較例の成形研磨粒子を作製した後、各方法の成形研磨粒子から無端被覆研磨ベルトを作製した。表３に示す研磨物品構造を得るために、表２に示すフェノール性のメイクコート、サイズコート、及びスーパーサイズコート樹脂組成物を用いて、当該技術分野において周知の手順によって、米国特許第６，８４３，８１５号（Ｔｈｕｒｂｅｒら）の表１、裏材実施例１２に記載されている、処理されたポリエステル裏材に成形研磨粒子を静電被覆した。これらのフェノール樹脂は、レゾールフェノールーホルムアルデヒド樹脂、すなわち１～５％水酸化カリウム水溶液によって触媒される、１．５：１～２．１：１（フェノール：ホルムアルデヒド）縮合体から作製することができる。また、スーパーサイズコートをサイズコートに塗布した。用いられたスーパーサイズ組成物は、米国特許第５，４４１，５４９号（Ｈｅｌｍｉｎ）の実施例２６に従った。

【００７８】
【表２】
表２：メーク、サイズ、及びスーパーサイズコートの配合

成分	供給元	メイクコート	サイズコート	スーパーサイズコート
フェノール樹脂	塩基触媒されたレゾール縮合体	52%	34．3%	なし
水		2．6%	9．1%	13．3%
ウォラストコート	NYCO Minerals Inc. から400 WOLLASTOCOATとして入手した表面処理されたケイ酸カルシウム	45．4%	なし	なし
クリオライト	TR International Trading Company, Inc. (Houston, TX)からRTNC CRYOLITEとして入手したクリオライト	なし	53．2%	なし
ベンガラ	Harcos Pigments Inc. (Valparaiso, IN)からKROMAとして入手したベンガラ顔料	なし	2．7%	2．3%
酸化チタン	Dupont Titanium Technologies(Wilimington, DE)からTITANIUM DIOXIDE R－960 TI－PUREとして入手した酸化チタン色素。	なし	0．7%	なし
エポキシ樹脂	Rhone－Poulenc, Inc. (Louisville, KY)から「CMD 35201」として入手した水中ビスフェノールAエポキシ樹脂	なし	なし	20．5%
硬化剤	Air Products(Allentown, PA)から「EMI－24」として入手した2－エチル－4－メチルイミダゾール	なし	なし	0．35%
KBF_4	Sigma－Aldrich Corp. (St. Louis, MO)から入手した微粉化テトラフルオロホウ酸カリウム。	なし	なし	53．3
分散剤	Cytec Industries, Inc(West Patterson, NJ)から「Aerosol OT」として入手したジオクチルスルホコハク酸ナトリウム	なし	なし	0．75%
熱可塑性炭化水素樹脂	Hercules Inc. (Wilmington, DE)から「Piccotex LC－55WK」として入手したビニルトルエン及びアルファメチルスチレンのコポリマー	なし	なし	9．5%
		100．0%	100．0%	100．0%

【００７９】
【表３】
表３：被覆研磨材の実施例

塗膜重量の説明	比較例	実施例1	実施例2
メイクコート重量(gsm)	248	248	227
Rowenhorst成形研磨粒子の重量(gsm)	1167	なし	なし
実施例1の成形研磨粒子の重量(gsm)	なし	928	なし
実施例2の成形研磨粒子の重量(gsm)	なし	なし	643
サイズコート重量(gsm)	622	622	517
スーパーサイズコート重量(gsm)	622	622	517

【００８０】
被覆研磨材の実施例を以下の硬化プロファイルに供した。メイクコート及びミネラルコートは、９０℃で６０分間及び１０２℃で３０分間硬化させた。サイズコートで被覆された構造は、９０℃で６０分間、及び１０２℃で１２時間硬化させた。スーパーサイズコートで被覆された構造は、９０℃で３０分間、及び１１０℃で２時間硬化させた。既知の接続技術を用いて、ベルトを無端１０．１６ｃｍ×９１．４４ｃｍのベルトに変換し、研削試験を用いて評価した。
【００８１】
研削試験
１０．１６ｃｍ×９１．４４ｃｍベルト上で研削試験を行った。被削材は、研磨される表面の寸法が２．５４ｃｍ×２．５４ｃｍである３０４ステンレススチール棒であった。２０．３ｃｍ直径の７０デュロ硬度ゴム、１：１ランド：グルーブ比の鋸歯状接触ホイールを使用した。ベルトを２７５０ｒｐｍで稼働させた。被削材を５ポンド／平方インチの垂直力（３４ｋＰａ）でベルトの中心部に適用した。各１５秒の研削サイクル後、被削材の重量減少を試験測定した。次いで、被削材を冷却し、再度試験した。切削速度（グラム／１５秒）が初期切削速度の１５％になったとき、試験を完結した。
【００８２】
比較試験の結果を図９に示し、これは、Ｒｏｗｅｎｈｏｒｓｔ成形研磨粒子を用いた比較例の先行技術のベルトに対して、実施例１及び２の本発明のベルトの合計切削量及び切削速度が改善されていることを明らかに示す。
【００８３】

当業者は、より具体的に添付の請求項に記載した本開示の趣旨及び範囲から逸脱せずに、本開示への他の修正及び変更を行うことが可能である。様々な実施形態の態様は、様々な実施形態の他の形態と全体に、若しくは一部に互換可能、又は結合され得るということが理解される。特許状への上記の出願の中で引用されている全ての参照、特許、又は特許出願は、全体として一貫した方法で参照することにより本明細書に組み込まれる。これらの組み込まれた参照と本明細書との間に部分的に不一致又は矛盾がある場合、先行する記述の情報が優先するものとする。当業者が請求項の開示を実行することを可能にするために与えられた先行する記述は、本請求項及びそれと等しい全てのものによって定義される本開示の範囲を限定するものと解釈されるべきではない。

【符号の説明】

【００８４】

２０…成形研磨粒子、２２…側壁、２４…第１の面、２６…第２の面、４０…被覆研磨物品、４１…主表面、４２…裏材、４４…メイクコート、４８…先端。

【図１】

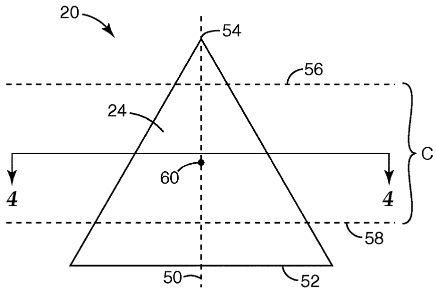

Fig. 1

【図２】

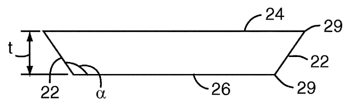

Fig. 2

【図３】

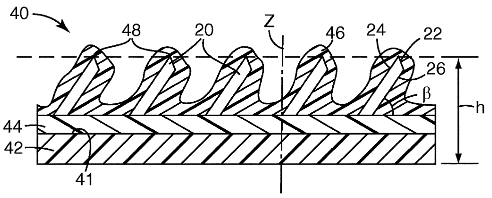

Fig. 3

【図４】

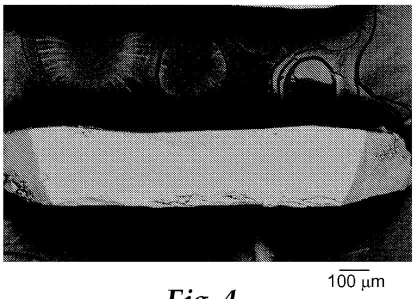

Fig. 4

【図５】

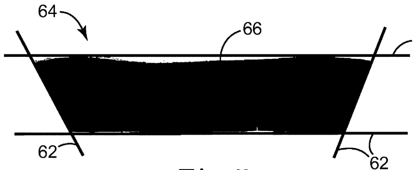

Fig. 5

【図６】

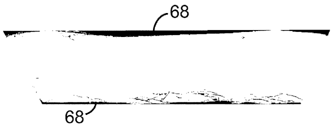

Fig. 6

【図７】

Fig. 7
先行技術

【図８】

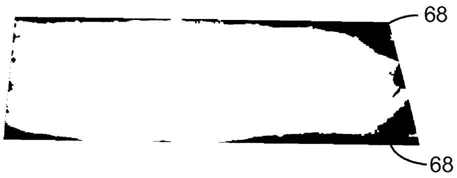

Fig. 8
先行技術

【図９】

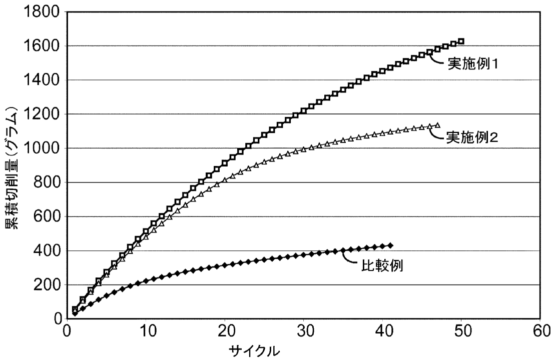

Fig. 9

フロントページの続き

(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　３３４２７
，　スリーエム　センター

審査官　山村　和人

(56)参考文献　特開平０６－２９７３３７（ＪＰ，Ａ）
特表平０７－５０９５０８（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｂ２４Ｄ　３／００