

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4768444号
(P4768444)

(45) 発行日 平成23年9月7日(2011.9.7)

(24) 登録日 平成23年6月24日(2011.6.24)

(51) Int.Cl.		F I			
B 2 4 D	3/18	(2006.01)	B 2 4 D	3/18	
B 2 4 D	3/00	(2006.01)	B 2 4 D	3/00	3 2 0 B
			B 2 4 D	3/00	3 4 0

請求項の数 6 (全 17 頁)

(21) 出願番号	特願2005-517487 (P2005-517487)	(73) 特許権者	390030351
(86) (22) 出願日	平成17年1月27日 (2005.1.27)		クレトイン株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2005/001124		東京都港区浜松町2丁目1番5号
(87) 国際公開番号	W02005/072912	(74) 代理人	100140109
(87) 国際公開日	平成17年8月11日 (2005.8.11)		弁理士 小野 新次郎
審査請求日	平成19年10月9日 (2007.10.9)	(74) 代理人	100089705
(31) 優先権主張番号	特願2004-19778 (P2004-19778)		弁理士 社本 一夫
(32) 優先日	平成16年1月28日 (2004.1.28)	(74) 代理人	100075270
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		弁理士 小林 泰
		(74) 代理人	100080137
			弁理士 千葉 昭男
		(74) 代理人	100096013
			弁理士 富田 博行
		(74) 代理人	100108899
			弁理士 松本 謙

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ビトリファイドダイヤモンド砥石の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

ビトリファイド結合剤とダイヤモンド砥粒との混合物を空気雰囲気下で焼成する工程を含むビトリファイドダイヤモンド砥石の製造方法であって、

前記製造方法は、750 以上の軟化点を有するビトリファイド結合剤を含む混合物を750 ~ 900 の空気雰囲気下で焼成する工程を含み、

前記ビトリファイド結合剤の軟化点の上限温度は前記焼成温度までであり、

前記ビトリファイド結合剤は、50 ~ 65 wt % の SiO_2 、5 ~ 15 wt % の Al_2O_3 、15 ~ 25 wt % の B_2O_3 、1 ~ 6 wt % の RO (RO は CaO 、 MgO 及び BaO から選ばれる少なくとも一種)、および4 ~ 10 wt % の R_2O (R_2O は K_2O 、 Na_2O 及び Li_2O から選ばれる少なくとも一種) の化学組成を有する

ことを特徴とする前記製造方法。

【請求項2】

前記ビトリファイド結合剤にセラミック微粉を1 ~ 10 wt % 添加して使用することを特徴とする、請求項1に記載の製造方法。

【請求項3】

直径25 . 4 mmの金型にビトリファイド結合剤15 gを充填し、高さ20 mmで成型し、その成型した円柱状ペレットを、表面に凹凸がなくかつ滑らかな板状でかつ焼成温度で変質しないセラミックス、セラミックス複合材料または耐火物の上に載せ、この円柱状ペレットを砥石焼成と同条件の焼成温度にて焼成し、焼成後に取り出した円柱状ペレット

10

20

の高さ / 直径の比率を流動性の指標とする流動性テストにおいて、

使用される前記ピトリファイド結合剤は、該ピトリファイド結合剤から成型してなる高さ / 直径の比率 0 . 7 9 の円柱状ペレットが、焼成により高さ / 直径の比率が 0 . 1 ~ 0 . 6 となる流動性を有するものであることを特徴とする、請求項 1 又は 2 に記載の製造方法。

【請求項 4】

金属または無機質材料で被覆されたダイヤモンド砥粒を使用することを特徴とする、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の製造方法。

【請求項 5】

前記混合物が、前記ダイヤモンド砥粒に加えて、立方晶窒化ホウ素砥粒、アルミナ系砥粒、炭化珪素系砥粒、シリカ、酸化セリウム及びムライトからなる群から選択される 1 種類以上の砥粒を更に含むことを特徴とする、請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の製造方法。

10

【請求項 6】

前記混合物が、気孔形成剤として有機質粉体または無機中空体を更に含むことを特徴とする、請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ピトリファイド結合剤で結合されたダイヤモンド砥石の製造方法に関するものである。

20

【背景技術】

【0002】

従来ピトリファイドダイヤモンド砥石は窒素雰囲気下で焼成されていた。その理由は、ダイヤモンド砥粒は空气中で加熱すれば 650 以上の温度から急激に砥粒重量が減少し 800 近辺でダイヤモンド砥粒が焼失してしまうからである。これは空气中の酸素と反応し、二酸化炭素ガスが発生し、要するに燃焼してしまうことが原因であると言われている(1985年1月号 機械と工具P156; 本データはR.C.DeVries "Technical information series Cubic Boron Nitride; handbook of Properties" GE社 June 1972年より転用されている)。そのため、一般的にはピトリファイドダイヤモンド砥石の焼成は 650 以上の高温では非酸素雰囲気下、例えば窒素雰囲気下で行われていた。

30

【0003】

一方、空気雰囲気若しくは非酸素雰囲気下で 650 以下でピトリファイドダイヤモンド砥石を焼成した例としては、特開昭 60 - 67078 号公報ではリン酸アルミニウム系結合剤で焼成温度 100 、特開 2001 - 71268 号公報では記載の無機接着剤で焼成温度 150 ~ 300 、特開 2002 - 18726 号公報では Li₂O - ZnO 系結合剤で焼成温度 590 などが開示されている。

【0004】

さらに、ピトリファイドダイヤモンド砥石の空気雰囲気下の焼成に関する技術としては、特公平 8 - 18254 号公報に軟化点 650 以下のガラス質結合剤の粉末を混合して成形した後、焼成時に温度が 650 以上になる前にダイヤモンド砥粒をガラス質結合剤で被覆されるようにし、その後 650 以上で焼成することが開示されている。

40

【非特許文献 1】 機械と工具 1985 年 1 月号 156 頁

【特許文献 1】 特開昭 60 - 67078 号公報

【特許文献 2】 特開 2001 - 71268 号公報

【特許文献 3】 特開 2002 - 18726 号公報

【特許文献 4】 特公平 8 - 18254 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

50

しかしながら、窒素雰囲気中で焼成されたビトリファイドダイヤモンド砥石はダイヤモンド砥粒の保持力が弱いという問題がある。すなわち、一般的には窒素雰囲気下で焼成したビトリファイド結合剤は、空気雰囲気下で焼成するビトリファイド結合剤と比較して強度が劣る。またダイヤモンドは一般的に不活性でありダイヤモンドと他の物質との接着性があまり強くないことが知られており、特にビトリファイド結合剤を主に構成するガラスとの接着性が強くないことは当業者の一般的認識である。このため従来のビトリファイドダイヤモンド砥石はダイヤモンド砥粒の保持力を保つために多量の結合剤を使用する必要があったが、それによって砥石の気孔率が減少し切れ味の悪い砥石となるという問題があった。このためビトリファイドダイヤモンド砥石はあまり使用されていないのが現状である。

10

【0006】

また上記3件の先行技術(特許文献1~3)の例では、ダイヤモンド砥粒の重量減少が起こらない650以下の焼成温度で焼成しており、砥石の強度が高くなく砥粒の保持力が低いので耐久性のある砥石が得られず、せっかくのダイヤモンド砥粒の特性を活かしていない。なお特公平8-18254号公報に記載されるようにガラス質成分にガラスの軟化点を低下させるのに有効な成分である鉛成分を使用することも提案されているが、鉛は人体に非常に有害な成分であることから環境上の問題が取り沙汰され、最近では鉛成分を使用したビトリファイド砥石は使用されていない。

【0007】

他方、低軟化点ガラスとして上記3件の先行技術に記載されているようなビトリファイド結合剤を650以上で焼成すると、結合剤の流動性が高くなり過剰な反応を起こして砥石が膨れるといった現象が発生するため、砥石製造は不可能であると考えられる。

20

【0008】

砥粒の保持力を高めるためには、結合剤の流動性の他に結合剤の熱膨張係数が重要である。この点、ダイヤモンドと同等に扱われ砥粒硬さがダイヤモンドに次いで硬いCBN砥粒(ダイヤモンドとCBNを総称して超砥粒と呼ばれている。)を使用することが考えられる。CBN砥粒はダイヤモンドほど加熱による重量減少がないので一般的には650~950の空気雰囲気(場合により窒素雰囲気)で焼成されている。CBN砥粒の結合剤としては一般的にホウケイ酸ガラスが良好に使用されている。CBN砥粒はダイヤモンド砥粒と比較した場合、ガラス質結合剤に対する活性はある。さらにCBN砥粒と熱膨張係数がほどよくマッチングしているので良好な砥石となり得る。ダイヤモンド砥粒もCBN砥粒と同様な熱膨張係数であり、CBN砥粒用ビトリファイド砥石と同様に熱膨張係数をマッチングさせないと砥粒保持力が良好なビトリファイドダイヤモンド砥石ができないものであるが、一般的には軟化点の低いガラス成分は熱膨張係数が高い傾向にある。それはガラスを軟化させる代表的な成分として一価のアルカリ金属(Na、K、Li)を使用するが、これはビトリファイド結合剤の熱膨張係数を上げるものであるから多量に使用することは好ましくない。

30

【0009】

特公平8-18254号公報ではPb成分により一価のアルカリ金属を代替しているが、一価のアルカリ金属の量とガラス質結合剤の軟化点及び熱膨張係数の関係、それにより得られる切れ味のよい耐久性のあるビトリファイドダイヤモンド砥石の製造についての示唆はない。

40

【0010】

また一般的にホウケイ酸ガラスの軟化点は高く、特公平8-18254号公報で要求される650以下の軟化点には当てはまらず、ホウケイ酸ガラスの代表例パイレックス(登録商標)ガラスなどは熱膨張係数が 3.2×10^{-6} とダイヤモンド砥粒及びCBN砥粒とマッチングするが、軟化点は高い温度であり前記砥粒との接着性に問題がある。また一般的にホウケイ酸ガラスは熱処理温度により分相が生じやすく、特に低温加熱処理した場合に分相が発生し、分相したSiO₂成分はクリストバライト結晶となる。これは200~300にて急激な体積変化を生じるのでビトリファイド結合剤にクラックを発生させ

50

る。このためホウケイ酸ガラスは焼成温度650以下では使用できない。

【0011】

以上の点から、耐久性があり、切れ味のよいビトリファイドダイヤモンド砥石を得るには、ダイヤモンド砥粒との良好な接着性と熱膨張係数をマッチングさせることが必要であり、これらを満たすビトリファイド結合剤としてはCBN砥粒と共に使用されているホウケイ酸ガラスを使用したいところであるが、窒素雰囲気焼成ではダイヤモンド砥粒の保持力が不足するという問題がある。

【0012】

さらに上記の先行技術のビトリファイド結合剤では、環境問題から使用できないもの、650以下の低温で焼成できるが砥粒の保持力が不足しているものである。

10

【0013】

要するに砥粒の保持力を向上させるには砥粒とビトリファイド結合剤との熱膨張係数のマッチング及び良好な流動性が必要であると考えられるが、ダイヤモンド砥粒の場合、一般的に不活性で他の物質との接着性が悪く、つまり化学反応による接着機構が得られない。空気雰囲気では650以上の加熱で急激な重量減少を起こすので空気雰囲気では焼成できないという問題がある。

【0014】

また650以下の低軟化点のビトリファイド結合剤を使用する場合、650以下の焼成では熱膨張係数がマッチングしない。また650以上で前記結合剤を使用して焼成すれば砥石の膨れが発生するという問題がある。

20

【0015】

本発明は、上記の諸題点に鑑み、従来当業者の認識によると不可能であると考えられていた空気雰囲気下で650以上の焼成により、切れ味がよくさらに耐久性のあるビトリファイドダイヤモンド砥石を製造できる方法を提供することを課題とする。

〔発明の要旨〕

【0016】

上記課題を解決するための本発明の製造方法は、ビトリファイド結合剤とダイヤモンド砥粒との混合物を空気雰囲気下で焼成する工程を含むビトリファイドダイヤモンド砥石の製造方法であって、650より高い軟化点を有するビトリファイド結合剤を含む混合物を700～900の空気雰囲気下で焼成することを特徴とする。

30

【0017】

また本発明の製造方法は、50～65wt%のSiO₂、5～15wt%のAl₂O₃、15～25wt%のB₂O₃、1～6wt%のRO（ROはCaO、MgO及びBaOから選ばれる少なくとも一種）、および4～10wt%のR₂O（R₂OはK₂O、Na₂O及びLi₂Oから選ばれる少なくとも一種）の化学組成を有するビトリファイド結合剤を使用することが好ましい。

【0018】

また本発明の製造方法は、前記ビトリファイド結合剤にセラミック微粉を1～10wt%添加して使用することが好ましい。

【0019】

また本発明の製造方法は、使用される前記ビトリファイド結合剤は、該ビトリファイド結合剤から成型してなる高さ/直径の比率0.79の円柱状ペレットを焼成温度に曝す流動性テストにおいて、焼成によりペレットの高さ/直径の比率が0.1～0.6となる流動性を有するものであることが好ましい。

40

【0020】

さらに本発明の製造方法は、金属または無機質材料で被覆されたダイヤモンド砥粒を使用することが好ましい。

【0021】

また本発明の製造方法は、前記混合物が、前記ダイヤモンド砥粒に加えて、立方晶窒化ホウ素砥粒、アルミナ系砥粒、炭化珪素系砥粒、シリカ、酸化セリウム及びムライトから

50

なる群から選択される 1 種類以上の砥粒を更に含むとしてもよい。

【 0 0 2 2 】

また本発明の製造方法は、前記混合物が、気孔形成剤として有機質粉体または無機中空体を更に含むとしてもよい。

【発明の効果】

【 0 0 2 3 】

本発明のビトリファイドダイヤモンド砥石の製造方法は、軟化点が 6 5 0 より高い所定のビトリファイド結合剤を使用し、7 0 0 ~ 9 0 0 の空気雰囲気下で焼成するので、従来の窒素雰囲気下で焼成する場合や低温軟化のビトリファイド結合剤を使用する場合と比較して、ビトリファイドダイヤモンド砥石の大幅な耐久性向上をもたらす。また各種研削作業において大幅な作業効率の向上及び被削物の品質向上をもたらす。

10

【図面の簡単な説明】

【 0 0 2 4 】

【図 1】図 1 は、加熱テスト 2 による熱重量および示差熱分析の結果を示すグラフである。

【図 2】図 2 は、流動性および濡れ性テストに用いられるダイヤモンドプレートおよび結合剤パッドを示す斜視図である。

【図 3】図 3 は、流動性および濡れ性テストの結果として、焼成後の各結合剤パッドを示す写真である。

【図 4】図 4 は、砥粒の熱処理テストの結果として、未処理および熱処理後の砥粒の各表面を示す SEM 写真である

20

【発明を実施するための最良の形態】

【 0 0 2 5 】

先ず発明者は従来の技術常識にとらわれず、機械と工具 1 9 8 5 年 1 月号 1 5 6 頁 (上記の非特許文献 1) に示されたダイヤモンドの焼失が再現できるかどうかを確認した。下記実施例 1 で示される通り意外にも 6 5 0 以上で急激な重量減少が起こらず 8 5 0 でも 6 0 % 以上の残存率であった (非特許文献では完全に消失することになる) 。このことから、6 5 0 以上でダイヤモンドが急激に焼失するという技術常識とは異なり、ダイヤモンド砥粒を使用して焼成温度 6 5 0 以上の空気雰囲気下で焼成可能であると考えられた。

30

【 0 0 2 6 】

例えば、特公平 8 - 1 8 2 5 4 号公報 (特許文献 4) によると 6 5 0 以下の軟化点を持ったガラス質結合剤で被覆しダイヤモンド砥粒から空気を遮断した状態で焼成すれば 9 0 0 近辺でも焼成は可能との記載がある。しかし、本発明者の実験の結果、上述の通り空気雰囲気下であっても 6 5 0 以上の焼成が可能であり、この発見に伴い、軟化点が 6 5 0 以上のビトリファイド結合剤を使用し、空気雰囲気下で 6 5 0 以上、具体的には 7 0 0 ~ 9 0 0 での焼成が可能であることが見出された。そして既に述べた通り、C B N 砥粒などで使用されているホウケイ酸ガラス質ビトリファイド結合剤が良好に使用できる可能性があり、この点に着目して更に検討が進められた。

【 0 0 2 7 】

先ず本発明に好適に使用されるビトリファイド結合剤の詳細を説明する。

40

【 0 0 2 8 】

本発明に使用されるビトリファイド結合剤には、ホウケイ酸ガラス系の結合剤が含まれ、その化学組成は、結合剤の流動性と熱膨張係数を考慮して、5 0 ~ 6 5 w t % の $S i O_2$ 、5 ~ 1 5 w t % の $A l_2 O_3$ 、1 5 ~ 2 5 w t % の $B_2 O_3$ 、1 ~ 6 w t % の $R O$ ($R O$ は $C a O$ 、 $M g O$ 及び $B a O$ から選ばれる少なくとも一種)、及び 4 ~ 1 0 w t % の $R_2 O$ ($R_2 O$ は $K_2 O$ 、 $N a_2 O$ 及び $L i_2 O$ から選ばれる少なくとも一種) が良好である。

【 0 0 2 9 】

$S i O_2$ が 5 0 w t % より低いと熱膨張係数が上がりかつ軟化点が下がりすぎる。6 5 w t % より多いと軟化点が上がりすぎてダイヤモンド砥粒の保持力が不足し、またホウケ

50

イ酸ガラス質の安定性がなくなり分相現象が発生する。

【0030】

Al_2O_3 が5wt%より少ないと軟化点が下がりすぎかつホウケイ酸ガラス質の安定性がなくなり分相現象が発生し、15wt%より多いと軟化点が上がりすぎダイヤモンド砥粒の保持力が不足する。

【0031】

RO (ROはCaO、MgO及びBaOから選ばれる少なくとも一種)が2wt%より少ないと軟化点が上がりすぎ結合剤の流動性が不足し、6wt%より多いと軟化点が下がりすぎる。

【0032】

R_2O (R_2O は K_2O 、 Na_2O 及び Li_2O から選ばれる少なくとも一種)が4wt%より少ないと軟化点が上がりすぎ結合剤の流動性が不足し、10wt%より多いと熱膨張係数が上がりすぎる。

【0033】

なお、上記ビトリファイド結合剤に上記の成分以外の無機質元素又は調整材として微粉のセラミック材料を添加してもかまわない。例えば、微粉のセラミック材料を1~10wt%添加してもよい。添加効果の観点から1wt%以上が好ましく、流動性を確保するという観点から10wt%以下であることが好ましい。そのような添加剤の代表例としてはムライト、ジルコン、アルミナ、コーディライト、スポジュメン、リチウムアルミニウムシリケート系結晶等が挙げられる。

【0034】

ビトリファイド結合剤の軟化点は、0.55~0.75mm、長さ235mmのファイバーを4~6 /分で加熱したとき、伸びが1mm /分になったときの温度であり、粘度は約 $10^{7.6}$ ポイズと定義される(ガラスの辞典 朝倉書店 376頁下から6~3行目)。

【0035】

本発明に使用すべきビトリファイド結合剤は、その軟化点が650 以上、好ましくは675 以上、より好ましくは700 以上、特に好ましくは750 以上である。このような高い軟化点の設定は次の利点をもたらす。すなわち、ホウケイ酸ガラス系のビトリファイド結合剤の軟化点を650 以下にするには軟化促進成分 R_2O (R_2)を多く添加する必要があり、その場合、熱膨張係数が上がる。本発明の焼成条件では、ホウケイ酸ガラス系のビトリファイド結合剤の特性が活かされる。

【0036】

他方、軟化点の上限温度は所定焼成温度までであり、すなわち700 以下、725 以下、750 以下、800 以下、850 以下、ないし900 より低い温度にするとよい。それら所定の上限を越えるとダイヤモンド砥粒の保持力が不足しがちである。

【0037】

ビトリファイド結合剤の流動性は、ダイヤモンド砥粒とビトリファイド結合剤との保持力を判断する上で重要である。この観点から本発明に使用すべきビトリファイド結合剤は、下記流動性テストで確認できる所定の流動性を有することが望ましい。

【0038】

直径25.4mmの金型にビトリファイド結合剤15gを充填し、高さ20mmで成型する。その成型した円柱状ペレットを、表面に凹凸がなくかつできるだけ滑らかな板状かつ所定焼成温度で変質しないセラミックス、セラミックス複合材料または耐火物の上に載せる。この円柱状ペレットを砥石焼成と同条件の焼成温度にて焼成する。焼成後に取り出した円柱状ペレットの直径(一番大きい部分)と高さを測定し、ペレットの高さ/直径の比率を求め、これを流動性とする。

【0039】

本発明では、上記流動性テストにおいて、焼成後のペレットの高さ/直径の比率が0.1~0.6となる範囲の流動性を有するビトリファイド結合剤を使用することが好ましい

10

20

30

40

50

。流動性が0.1より小さいと正常な砥石の製造に適さず、また0.6より大きいと砥粒保持力が減少しがちである。前記流動性は0.15～0.55が好ましく、0.2～0.50がさらに好ましい。

【0040】

本発明のビトリファイドダイヤモンド砥石は、好ましくは、砥粒体積率が10～55%、気孔体積率が10～70%である。その結合剤率は、100から砥粒体積率及び気孔体積率を引いた値である。高い気孔率の砥石を製造する場合、気孔形成剤として有機質粉体又は無機中空体を使用することができる。有機質の気孔形成剤は、所定の粒度に調整されて砥石原料と混合され、それが焼成中に消失することにより現れる空洞部として気孔を形成するものである。また無機質中空体は、中空状のガラス又はセラミック質であり、所定焼成温度より高い軟化点を有することが望ましい。使用された無機質中空体は、焼成された砥石中に残存し、その中空部分が気孔となるものである。気孔形成剤の種類及び添加量は、砥石が使用される研削条件等を考慮して適宜決めることができる。

10

【0041】

本発明の砥石の製造には、ダイヤモンド砥粒を単独で使用することができるが、これを他の砥材と組み合わせて使用することもできる。ダイヤモンド砥粒と共に使用できる他の砥粒には、主に立方晶窒化ホウ素砥粒、アルミナ系砥粒、炭化珪素系砥粒、シリカ、酸化セリウム及びムライト等からなる群から選択される1種類以上の砥粒が含まれる。これらは例示列挙であり、本発明の目的を逸脱しない限りここに列挙されていない他の砥粒を使用してもよい。

20

【0042】

本発明に使用されるダイヤモンド砥粒の粒度範囲は、粒度表示16/18の粗目粒度～#10000（平均径1μmより小さい）の範囲で使用できるが、60/80～#5000の範囲が好ましく、100/120～#3000の範囲がより好ましく、120/140～#1000の範囲が特に好ましい。

【0043】

本発明に使用されるダイヤモンド砥粒には、表面に被覆処理がなされていない砥粒を使用できるが、ダイヤモンド砥粒表面に金属又は無機質材料で被覆された砥粒を使用すればなお良好である。

【0044】

本発明の製造方法の好ましい態様では、ダイヤモンド砥粒を砥材とし、上記成分のホウケイ酸ガラス質で軟化点が650以上であるビトリファイド結合剤を使用して砥石を成型し、700～900の空気雰囲気下で焼成する。本法によれば、意外にもダイヤモンド砥粒の焼失がなく、良好なビトリファイドダイヤモンド砥石を製造することができる。本明細書に開示されていない他の製造条件等の詳細は、当該技術分野において技術常識となっている公知の方法、条件を適用すればよい。当業者によれば、本発明の開示に基づいて適時条件を追加又は変更することにより本発明のあらゆる態様を実施することができるであろう。

30

【0045】

本発明により製造された砥石は円筒研削のみならず、平面研削、内面研削にも応用でき、被削材としては超硬、シリコン、アルミナ、炭化物、窒化物、サファイア、石英、各種ガラス、セラミック材料などの硬脆性材料の研削研磨に使用できる。

40

【0046】

以下、本発明の実施例を比較例とともに説明するが、これらは本発明の実施可能性及び有用性を例証するものであり、本発明の構成を何ら限定する意図はない。

【実施例】

【0047】

[ダイヤモンド砥粒の加熱テスト]

ダイヤモンド砥粒を高温に加熱し、加熱による重量減少を確認した。

(加熱テスト1)

50

GE社製 MBG660 メッシュ120/140のダイヤモンド砥粒に対し下記の加熱テストを行った。

加熱テストの条件

上記の砥粒2gを白金ルツボに入れ、空気雰囲気中で最高保留温度、580、630、700、800、850、950で7時間保持した後、加熱前と加熱後の重量変化から加熱残存率を算出した。テスト結果を表1に示す。

【0048】

【表1】

テスト温度	加熱残存率 (%)
580℃	98.0
630℃	91.3
700℃	77.8
800℃	72.5
850℃	61.5
950℃	0.0

10

【0049】

表1に示される通り、950で完全に焼失したが、800で72.5%、850で61.5%とかなり残存率であり、少なくとも先行技術(非特許文献1)に記載されているように800で完全に消滅することはなかった。加熱時間に関し、非特許文献のデータからは保留時間3時間であるが、本テストは7時間であり本テストの方がより厳しい条件である。それにもかかわらず空気雰囲気中での加熱残留率に高い値が得られたことから、ダイヤモンド砥粒は空気雰囲気中での加熱残存率が急激に減少し800で完全消滅するとは限らないことが分かった。本テストにより、長い間技術常識となっていた事実に対し、上記ダイヤモンド砥粒を使用し空気雰囲気下で高温焼成することが可能であり、これにより強度の高いピトリファイドダイヤモンド砥石を製造できると考えられた。

20

(加熱テスト2)

熱重量/示差熱分析装置(セイコ-インスツルメンツ(株)(SII)製TG/DTA6300)を使用して、GE社製MBG600Tメッシュ230/270のダイヤモンド砥粒について熱分析を行った。前記の砥粒0.05gを、直径5.2mm、高さ2.5mmのカップ形状の白金皿に投入して10/minで昇温して、その重量変化を測定した。

30

【0050】

図1は前記砥粒についてTG(熱重量)およびDTA(示差熱)の温度依存性を示す。同図で示されるように、650近辺から砥粒重量の減少が始まり、900で80%以上が消失した。

[砥石曲げ強度のテスト]

上記のテスト結果を受けて、所定のピトリファイド結合剤と上記ダイヤモンド砥粒を使用し、テスト砥石を製造し、曲げ強度を測定した。本テストでは、空気雰囲気での焼成を実施例1とし、窒素雰囲気中での焼成を比較例1とする(表3参照)。

40

テスト砥石の製造

ピトリファイド結合剤として、下記表2の化学組成(wt%)で、軟化点が800、熱膨張係数が 5.5×10^{-6} のものを使用した。

【0051】

【表 2】

成分		組成 (w t %)
SiO ₂		60.0
Al ₂ O ₃		8.0
R ₁ O	CaO	2.0
R ₂ O	K ₂ O	1.5
	Na ₂ O	5.0
	Li ₂ O	0.5
B ₂ O ₃		18.0
ムライト微粉 (平均径 3 μm)		5.0
合計		100

10

【0052】

砥材の混合比はRVG230/270(GE社製)を1000重量部、ビトリファイド結合剤を250重量部、一次結合剤80重量部とし、砥粒体積率(V_g)=50、結合剤体積率(V_b)=20、気孔体積率(V_p)=30の設定とした。上記の原材料を均一に混合した後、金型に充填し43×5×12(mm)の直方体を成型した。40℃で12時間乾燥した後、所定の条件で焼成し、得られた各テスト砥石について下記の手順で曲げ強度を測定した。

20

曲げ強度のテスト手順

JIS規格(ファインセラミックスの曲げ強さ試験方法R1601、1995)に従い、各テスト砥石をスパン間距離30mm、荷重降下速度0.5mm/minにて3点曲げ強度を行った。各テストピースについて3つの平均値をとった。

【0053】

表3に本テストの焼成条件と結果を示す。

【0054】

30

【表 3】

	焼成温度	焼成雰囲気	最高温度保留時間	曲げ強度(MPa)
実施例1	850℃	空気雰囲気	7時間	85.0
比較例1	950℃	窒素雰囲気	7時間	33.6

【0055】

表3に示される通り、実施例1の空気雰囲気での高温焼成により、比較例1の窒素雰囲気下と比較して曲げ強度は2倍以上となった。

40

[研削テスト]

研削テストに使用される砥石の原材料の混合比は、RVG230/270(GE社製)を506重量部、炭化珪素砥粒(SiC)#220を494重量部、上記の表2の化学組成を持つビトリファイド結合剤を250重量部、一次結合剤を80重量部とし、ダイヤモンド砥粒体積率(V_g)=25、炭化珪素砥粒体積率(V_g)=25、結合剤体積率(V_b)=20、および気孔体積率V_p=30に調整した。研削テストのために円弧形状のセグメント砥石を作製した。具体的には、前記の原材料を均一に混合した後、金型に充填し、長さ39.41mm、厚み11mm、幅6mm、曲率がR=95mmの寸法を有するセグメント砥石を32個成型した。

【0056】

50

成型したセグメント砥石は、40 で12時間以上乾燥させた後、そのうち16個を850 の空気雰囲気中で焼成し（実施例2）、残りの16個を950 の窒素雰囲気（比較例2）で焼成した。

【0057】

焼成した各セグメント砥石は、外周190mm、厚み10mm、軸孔50.8mmの寸法を有する金属台金上に接着し、仕上げ加工を行い、外周200mm、厚み10mm、軸孔50.8mmの寸法を有する1A1タイプの砥石を製造した。

【0058】

表4の条件で研削テストを行った。

【0059】

【表4】

10

砥石寸法： $\phi 200 \times T10 \times H50.8$ mm

ダイヤモンドを含む研磨層の厚み3.0mm

被削材：材質 SiC

寸法 $\phi 210 \times 10$ mm

研削盤：岡本工作機械横軸平面研削盤 CNC-52B

研削液：クレカット NS201（ソリュブルタイプ）50倍希釈

20

ツルーイング、ドレッシング条件

ドレッサー：GC120G V

ドレッサー寸法： $\phi 125 \times T30 \times H50.8$ mm

砥石周速度： 4.75 m/s (454 m⁻¹)

ドレッサー周速度： 6.74 m/s (1030 m⁻¹) 最外周の速度

ドレッシングリード： 0.98 m/rev

ドレス切り込み： 0.005 mm/pass

ドレス回数：2回

30

研削条件

研削方式：湿式トラバース研削

砥石周速度： 25 m/s (2388 m⁻¹)

テーブル速度： 0.167 m/s

テーブルクロス送り： 2 mm/pass

研削切込み： 40 μ m/pass

総切込み： 0.48×2 回

40

【0060】

研削テストの評価項目は、下記で定義される研削抵抗、仕上げ面粗さ、及び研削比とする。

[研削比]

研削比は、被削材除去体積 / 砥石消耗体積で求められる。

[研削動力]

砥石軸モーターの消費電力をWとし、 $612 \times W / \text{周速}$ ($60 / 100$) として求められる。なお、周速として前記砥石周速度を使用した。

[仕上げ面粗さ Rz]

50

JIS B0660(1998年)に従い、テストする砥石の仕上げ面における面粗度は、十点平均粗さRzとして測定される。十点平均粗さRzは、粗さ曲線からその平均線の方向に基準長さだけ抜き取り、この抜き取り部分の平均線から縦倍率方向に測定し、最も高い山頂から5番目までの山頂の標高Ypの絶対値の平均値と、最も低い谷底から5番目までの谷底の標高Yvの絶対値の平均値との和として求められる。本実施例では、Rzが0.50μmを越え10.0μm以下で、基準長さ0.8mm及び評価長さ4mmの区分に従った。

【0061】

研削テストの結果を表5に示す。

【0062】

【表5】

	研削比	研削抵抗 (N)	仕上面粗さ (Rz)
実施例2	90	60	2.4
比較例2	55	30	3.5

【0063】

表5に示される通り、研削比は、実施例2が比較例2より大きく上回った。仕上面粗さも実施例2の方がよい。

【0064】

上記実施例1の砥石が優れた曲げ強度と研削性能を有するのは、空気雰囲気下の高温焼成時に所定のピトリファイド結合剤がダイヤモンド砥粒の表面上で高い流動性と濡れ性を持ち、それらの間に強い接着を得られたからであると考えられる。この推測を実証するために、ピトリファイド結合剤の流動性および濡れ性のテスト、さらにはダイヤモンド砥粒の熱処理テストを行った。

結合剤の流動性および濡れ性テスト

図2に示すように、長さ5.0mm、内径4.0mm、厚さ1.2mmのダイヤモンドプレート(エレメントシックス社製MWSL5012)上に、上記表2に示した化学組成のピトリファイド結合剤の3mm角パッドをのせ、上記曲げ強度テスト時と同様の条件、すなわち、850での空気雰囲気下または950での窒素雰囲気下で焼成を行った。

【0065】

図3は、焼成後の各結合剤パッドを示す。850の空気雰囲気下での焼成では、結合剤がよく流動化しており、ダイヤモンドプレートに対して良く濡れていることがわかる。950の窒素雰囲気による焼成では空気雰囲気の場合ほど流動化しておらず、濡れも小さい。それらの接着力について確かめてみると、窒素雰囲気下での焼成物は爪先でダイヤモンドプレートから簡単に剥離できたのに対し、空気雰囲気下での焼成物は剥離できなかった。本テストの結果から、空気雰囲気中で高温焼成されたピトリファイド結合剤は、窒素雰囲気の場合と比較して、ダイヤモンド材料に対する濡れ性が高く、接着力も優れていることが確認された。

ダイヤモンド砥粒の熱処理テスト

熱処理したダイヤモンド砥粒の表面を観察するテストを行った。GE社製MBG600Tメッシュ230/270のダイヤモンド砥粒を磁性パッド上に広げ、700の空気雰囲気下で100分間加熱した。砥粒重量の減少は4.94wt%であった。加熱処理したダイヤモンド砥粒の表面をSEMで観察した。

【0066】

図4は、熱処理されていない砥粒と熱処理された砥粒の各表面のSEM写真を表す。熱処理後のダイヤモンド砥粒は、その表面に微小な凹凸が形成されており、これにより砥粒の表面積が増大していることがわかった。

10

20

30

40

50

【 0 0 6 7 】

高温の空気雰囲気中に曝された砥粒表面は、酸素と加熱反応して部分的に燃焼し、サブミクロンサイズの凹凸が形成されたと考えられる。理論に縛られるつもりはないが、形成された凹凸により結合剤との間に投錨効果を伴う接着力が得られるので、これにより砥粒保持力が向上したと考えられる。

【 0 0 6 8 】

加えて、一般的にダイヤモンド砥粒には、砥材製造時に少量の金属が触媒として添加されており、本発明においてそのような金属触媒はビトリファイド結合剤との濡れ性及び接着性を向上させることに役立つことが分かった。上記加熱テスト2で得られたTG-DTA加熱曲線によると、650 近辺から本熱処理テストの焼成温度である850 までに5 ~ 10 wt %の重量減少を生じることが示唆される。実際に、本熱処理テストではダイヤモンドプレートには650 近辺からダイヤモンドの焼失が起こり金属触媒の露出が見られた。ダイヤモンドプレート上に露出した金属は空気雰囲気下で酸素により酸化されるので、溶融したビトリファイド結合剤が酸化金属触媒を介してダイヤモンド上に良く濡れ、またそれらが接着反応を起こすと考えられる。このように、溶融したビトリファイド結合剤は、露出して酸化した金属触媒を伝ってダイヤモンドプレートを流動することができるので、その流動性が促進され、接着性が向上したと考えられる。

10

【 0 0 6 9 】

さらに、上記の流動性テストで実証されたように空気雰囲気下ではビトリファイド結合剤のガラス化が促進され、窒素雰囲気下の場合と比較してダイヤモンド表面に対する濡れ性が向上する。したがって、空気雰囲気下での高温焼成では、砥粒表面への結合剤の高い濡れ性と砥粒表面上の凹凸形成との相乗効果によって非常に高い接着力が得られ、砥粒の保持力が改善された高性能な砥石を作製することができたと考えられる。

20

先行技術の砥石との比較テスト

〔 曲げ強度 〕

砥石の製造方法は、上記の曲げ強度テストに記載したのと同じ手順に従った。

【 0 0 7 0 】

実施例3の砥石には、表2に記載した化学組成のビトリファイド結合剤を使用した。その結合剤は、先ずムライト以外の化学成分は溶融フリット化し、その後所定のムライト微粉を加えることにより調製した。

30

【 0 0 7 1 】

比較例3として、特公平8 - 18254号公報に記載されるように、軟化点650 未満の結合剤を含む原材料を700 の空気雰囲気下で焼成して砥石を作製した。

【 0 0 7 2 】

比較例4として、特開2002 - 18726号公報に記載されるように、 B_2O_3 - ZnO系結合剤を含む原材料を590 の空気雰囲気下で焼成して砥石を作製した。

【 0 0 7 3 】

上記の各比較例では、所定の化学成分を溶融フリット化することにより調製されたビトリファイド結合剤を使用した。

【 0 0 7 4 】

表6に、比較例3および4における結合剤の組成および他の条件を纏めて示す。

40

【 0 0 7 5 】

【表 6】

	比較例 3	比較例 4
結合剤組成 (wt %)		
SiO ₂	36 wt %	15 wt %
Al ₂ O ₃	7	4
B ₂ O ₃	3	35
ZnO	8	44
PbO	46	0
Na ₂ O	0	2
結合剤の軟化点	635℃に調整	—
焼成温度	700℃	590℃

10

【0076】

各砥石について、上記実施例 1 と同様に曲げ強度を測定した。表 7 にテスト結果を示す。

20

【0077】

【表 7】

	曲げ強度
実施例 3	85 MPa
比較例 3	40 MPa
比較例 4	30 MPa

30

【0078】

[砥石重量の減少率の測定]

上記の実施例 3、比較例 3 及び 4 の砥石について焼成時における砥石重量の減少率を測定し、上記の結果の砥石強度との関係について考察した。砥石重量の減少率は、上記製造工程における焼成前および焼成後の各砥石重量を測定し、計算式： $(1 - (\text{焼成後の砥石重量}) / (\text{焼成前の砥石重量})) \times 100$ により算出した。表 8 に測定結果を示す。

【0079】

【表 8】

	重量減少率 (%)
実施例 3	3.80
比較例 3	2.90
比較例 4	2.90

40

【0080】

使用された結合剤はフリット化（及びセラミック微粉添加）しているので焼成中に減少する成分を含んでいない。また各砥石の一次結合剤には同一の物質を使用している。したがって、砥石重量の減少率は、各砥粒の表面からのダイヤモンドの焼失量に相当する。

50

【 0 0 8 1 】

実施例 3 の砥石は、焼成後の減少率が比較例 3 及び比較例 4 と比べて 1 % ほど高い。すなわち、実施例 3 の製造工程では、ダイヤモンド砥粒が焼失しやすい。このダイヤモンドの焼失は、焼成温度への昇温過程で起こり、意外なことに、その昇温時の結合剤の挙動及び砥粒表面の変化をコントロールすることがそれらの間の濡れ性及び接着性の向上に寄与すると考えられ、具体的には以下のように説明することができる。

【 0 0 8 2 】

ダイヤモンドの焼失量は、結合剤の軟化点の高さに依存する。例えば、実施例 3 に使用されたビトリファイド結合剤は 8 0 0 の軟化点を持っており、焼成温度を最終温度 8 5 0 まで上昇させる過程において、焼成温度が軟化点 8 0 0 を越えるまでは、ダイヤモンド砥粒表面の大部分は空気雰囲気下に露出された状態であり得る。上記の熱処理テストで示したように空気雰囲気下ではダイヤモンド砥粒表面は少しずつ焼失しその表面に凹凸が形成され、金属触媒を含む砥粒では金属成分が露出する。その後、焼成温度が結合剤の軟化点である 8 0 0 を超えると、ビトリファイド結合剤は流動し始めて砥粒表面上に拡がり、好ましくはビトリファイド結合剤と酸化金属との反応が起こり砥粒表面への濡れが高まり、その結果、ビトリファイド結合剤とダイヤモンド砥粒との間に高い接着性が得られる。

10

【 0 0 8 3 】

比較例 3 及び比較例 4 では、結合剤の軟化点はダイヤモンド砥粒が焼失し始める 6 5 0 より低いので、6 5 0 では溶融したビトリファイド結合剤でダイヤモンド砥粒が被覆され得る。このため砥粒表面は、高温空気雰囲気下に曝される機会が奪われることになり、実施例 3 に見られるような上記の利点が得られず、主としてこの相違に起因して、表 8 に示す曲げ強度の差が生じたものと考えられる。

20

【 0 0 8 4 】

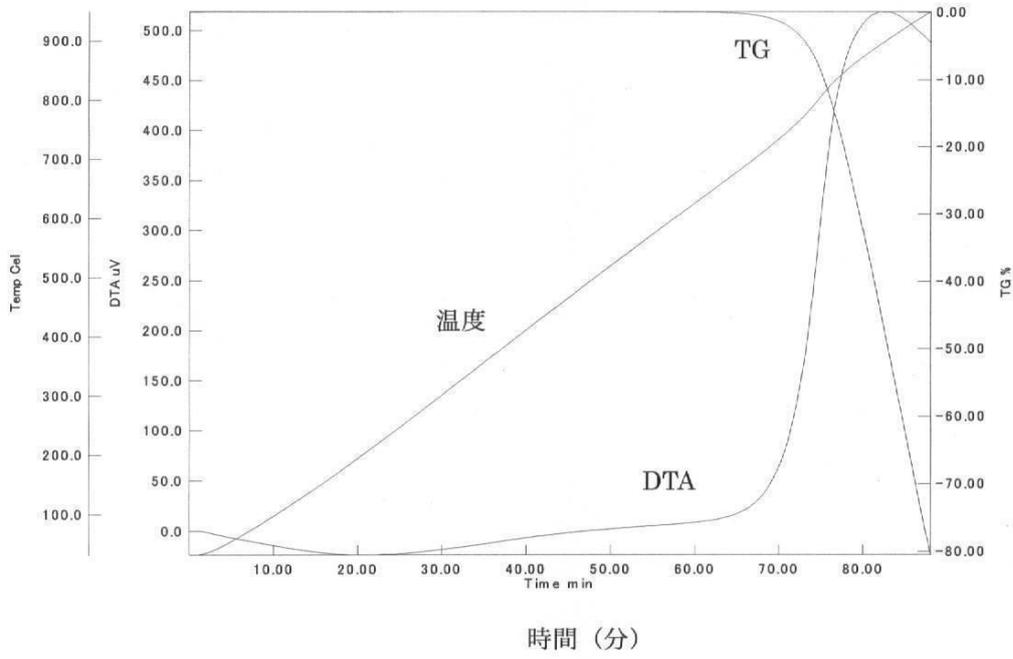
本テストの結果から、空気雰囲気下での焼成を行う場合において、所望の砥石を製造するには実施例 3 のように高い軟化点を有する結合剤の使用および十分に高い温度での焼成が重要であることが示された。

【 0 0 8 5 】

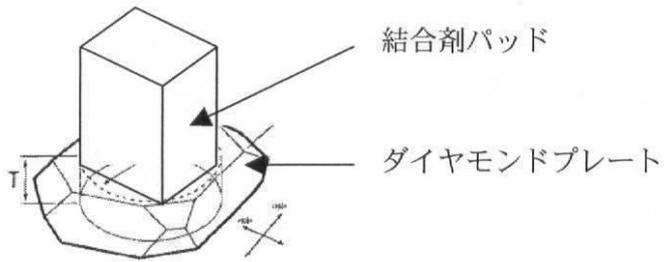
要するに本発明は、ダイヤモンドが焼失しない比較的低い温度で軟化する結合剤を使用してダイヤモンド砥粒をその焼失から保護することを企図した従来の技術とは異なり、ダイヤモンド砥粒が焼失し始める 6 5 0 よりも高い軟化点を有する結合剤を使用することにより空気雰囲気下での砥粒の適度な焼失を引き起こし、これによってビトリファイド結合剤のダイヤモンド砥粒への濡れ性および接着性を改善することができる。その結果、砥粒の保持力が向上した良好な研削性能を有する砥石を製造可能にする。

30

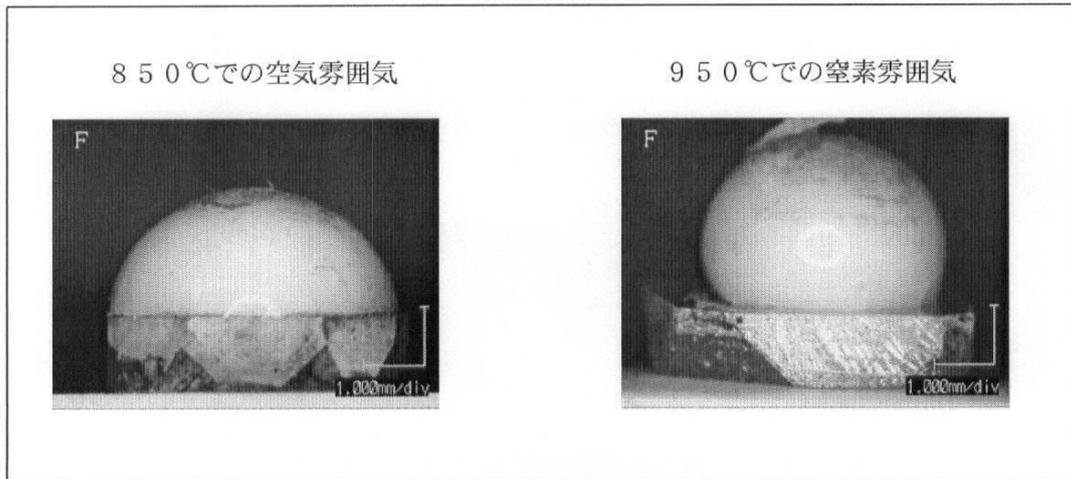
【 図 1 】



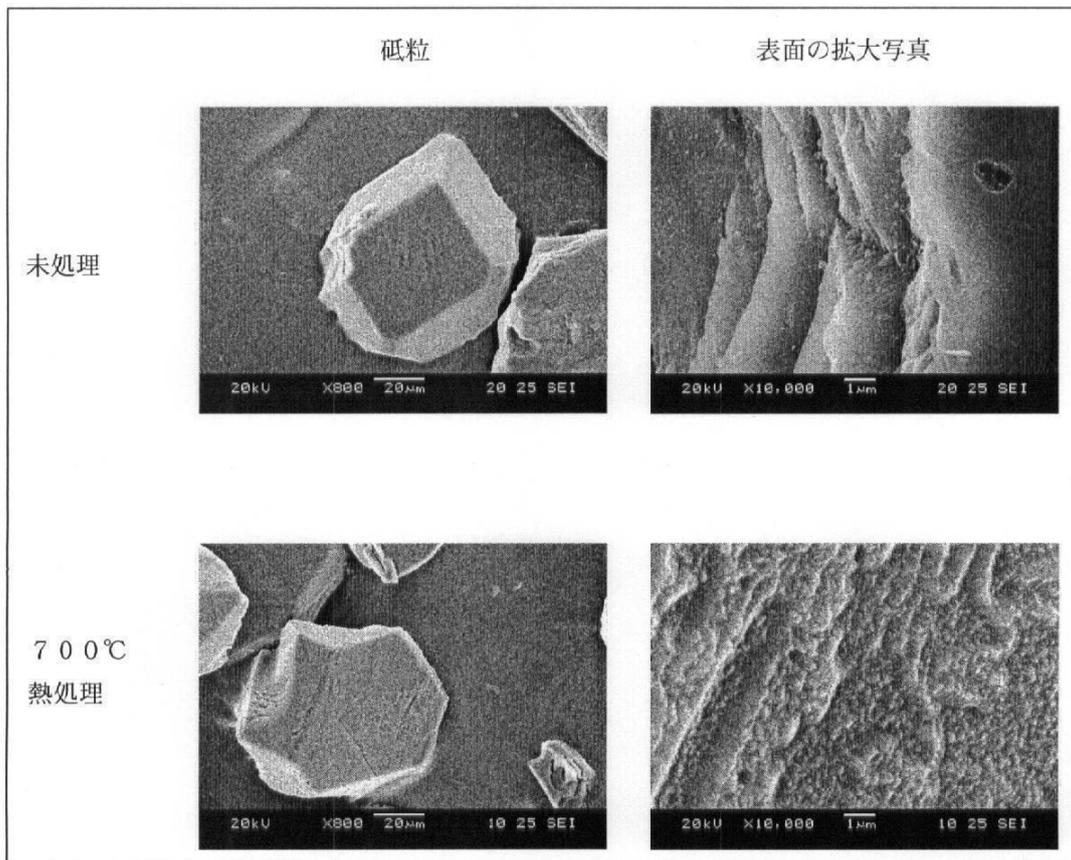
【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 4 】



フロントページの続き

(74)代理人 100076691

弁理士 増井 忠式

(74)代理人 100123548

弁理士 平山 晃二

(72)発明者 山口 昌三

広島県呉市吉浦新町2丁目3番20号 クレノートン株式会社内

審査官 段 吉享

(56)参考文献 特開平08-150567(JP,A)

特開昭59-069483(JP,A)

特開2003-181764(JP,A)

特開平10-138148(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B24D 3/00-18/00

B24B 53/00-57/04

B28D 1/00-7/04

B24B 3/00-3/60,21/00-39/06