

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3776675号
(P3776675)

(45) 発行日 平成18年5月17日(2006.5.17)

(24) 登録日 平成18年3月3日(2006.3.3)

(51) Int. Cl.	F I	
B 2 4 B 57/02 (2006.01)	B 2 4 B 57/02	
B 0 3 B 5/00 (2006.01)	B 0 3 B 5/00	Z
B 0 3 B 5/28 (2006.01)	B 0 3 B 5/28	B
B 0 3 B 9/06 (2006.01)	B 0 3 B 9/06	
B 0 3 C 1/00 (2006.01)	B 0 3 C 1/00	A
請求項の数 10 (全 17 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2000-147870 (P2000-147870)	(73) 特許権者	597116997
(22) 出願日	平成12年5月19日(2000.5.19)		三倉物産株式会社
(65) 公開番号	特開2001-341074 (P2001-341074A)		宮崎県宮崎郡清武町大字今泉字竹頭丙16
(43) 公開日	平成13年12月11日(2001.12.11)		41-5
審査請求日	平成13年5月18日(2001.5.18)	(74) 代理人	100103621
審査番号	不服2003-18543 (P2003-18543/J1)		弁理士 林 靖
審査請求日	平成15年9月24日(2003.9.24)	(72) 発明者	重永 次伸
(31) 優先権主張番号	実願2000-1871 (U2000-1871)		宮崎県宮崎郡清武町大字船引838番地1
(32) 優先日	平成12年3月30日(2000.3.30)	(72) 発明者	伊藤 彰記
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		宮崎県宮崎郡田野町甲2703番地1
		(72) 発明者	森山 剛
			宮崎県宮崎郡清武町大字今泉丙2635番地
			サンライズ第一ビル 105号
		(72) 発明者	高橋 一敏
			宮崎県宮崎市大字熊野1432番地
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 無機研磨剤廃液の再生処理装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

使用済みでスラリー状となった無機研磨剤廃液から粉末状の無機研磨剤を回収して再生する無機研磨剤廃液の再生処理装置であって、

使用済みの無機研磨剤廃液を貯槽するとともに、給水により濃度を所定濃度に調整する原液貯槽部と、

前記原液貯槽部から供給され濃度調整されたスラリー状の廃液から異物分を除去し前記異物分除去後の廃液を湿式分級する除去分級部と、

前記除去分級部から供給されたスラリー状の廃液に洗浄液を加え、無機研磨剤表面に付着してその再生研磨剤特性に影響を与える劣化物質を凝固、凝集を誘引する誘引物質まで含めて攪拌、噴霧及び加熱により除去し前記廃液から洗浄する洗浄部と、

前記洗浄部から送られる所定濃度のスラリー状の廃液を湿式分級して含水スラリー状固形物と溶液に分離する分級部と、

前記分級部で分離された含水スラリー状固形物を250 ~ 1400 で培焼して粉末化する粉末再生部を備えたことを特徴とする無機研磨剤廃液の再生処理装置。

【請求項2】

前記洗浄液が10 ~ 130 の温度範囲にある温水もしくは熱水、またはアルコール系溶剤であることを特徴とする請求項1記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置。

【請求項3】

前記原液貯槽部が原料タンクと濃度調整タンクを備え、前記原料タンクにおいて攪拌機

10

20

と水位検知器とエアープインチバルブを用いて攪拌と水位制御を行うとともに前記濃度調整タンクに無機研磨剤廃液を送り、該濃度調整タンクで給水装置によって水を補給して、無機研磨剤廃液の固形分濃度を管理することを特徴とする請求項1または2に記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置。

【請求項4】

前記除去分級部が、鉄分を除去する除鉄機と、他の異物を除去するための篩いと、湿式分級機を備え、無機研磨剤廃液から異物分を除去し、1次の湿式分級を行うことを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置。

【請求項5】

前記洗浄部が、洗浄タンクと、研磨剤の再生研磨剤特性に影響を与える劣化物質を洗浄するための洗浄機構を備えたことを特徴とする請求項1から3のいずれかに記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置。

10

【請求項6】

前記洗浄機構が前記洗浄タンクに設けられた噴霧器を備え、前記洗浄液に少なくとも蒸気圧以上の背圧を加えて噴霧し洗浄することを特徴とする請求項5記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置。

【請求項7】

前記洗浄機構が前記洗浄タンクに設けられた加熱装置を備え、廃液と洗浄液を加熱して洗浄することを特徴とする請求項5または6に記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置。

【請求項8】

20

前記分級部が2次の湿式分級を行うための湿式分級機を備え、溶液中の粒子を粒子径及び/または比重の違いで複数のクラスに分離することを特徴とした請求項1～7のいずれかに記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置。

【請求項9】

前記粉末再生部が、含水スラリー状固形物を 1300 ~ 1400 の範囲で培焼させたことを特徴とする請求項1～8のいずれかに記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置。

【請求項10】

前記原液貯槽部、前記除去分級部、前記洗浄部、前記分級部及び前記粉末再生部を所定の制御動作に従って制御する制御部が設けられたことを特徴とする請求項1～9のいずれかに記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置。

30

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】

本発明は、使用済みのスラリー状となった無機研磨剤廃液から粉末化した再生無機研磨剤と溶液を回収することができる無機研磨剤廃液の再生処理装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

一般に、使用済みの無機研磨剤を含んだ廃液はスラリー状であり、このどろどろの固形分の中には、加工の際用いられた無機研磨剤と、研磨機、研削機に由来する鉄(Fe)や、錫(Sn)、さらにその他の無機物質が含まれている。なお、ここでいう無機研磨剤として一般的に用いられるものをあげると、 $Al_2O_3 - ZrSiO_4$ 系、 Al_2O_3 系、SiC系、酸化セリウム成分等の研磨剤があげられる。さて、この無機研磨剤廃液の処理装置としては、従来、大型の沈降槽をいくつも用いた沈降分離装置が一般的で、この沈降槽で固液分離し、上澄み液は濾過後再使用し、無機研磨剤を含んでいるにもかかわらず、固形分は廃棄処分していた。

40

【0003】

しかし、このような処理では、有効資源が無駄になるばかりでなく、環境保全上も問題を残すものであった。

【0004】

そこで、こうして廃棄される無機研磨剤を回収するために、従来いくつかの技術が提案さ

50

れている。例えば、特公昭64-10247号公報で提案されたのは、切断砥粒を含む溶液から、この切断砥粒などの固形分と溶液のような混合成分を分離する装置である。具体的には濾過材による固液分離を行うもので、円筒型濾過材に連続気孔付軟質樹脂を用い、内部圧力を下げて吸引方式で原液中の固形分粒子を濾過材外周面に吸着させ、固形物と溶液に分離させるものである。

【0005】

次に、特開平4-315576号公報で提案されたのは、ラップ加工装置から排出される使用済みの砥粒液を再生し、この再生した砥粒液を繰り返し循環する再生・循環装置に関するものである。再生砥粒液は次第に量を減らしていくため、新規な砥粒と純水を計量して適量を添加して循環することに特徴をもつものである。

10

【0006】

さらに、特開平7-186041号公報で提案された従来の技術は、ウエハ等のプレートに対する研磨装置に関するものであり、複数のサイクロンを用いて研磨剤を分流分級し、荒仕上げ用、中仕上げ用、仕上げ用の研磨剤に分別して、循環再利用するものである。ここで提案されている技術も、特開平4-315576号で提案された技術と同様に、研磨剤はスラリー液で循環され、不足した砥粒が添加されるものである。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

ところで、近年、産業廃棄物に対する環境保全の問題が世界的に大きく取り上げられ、各所で大きな問題となっている。環境問題のほか、産業廃棄物として廃棄するということは、地球レベルで考えると資源・エネルギーを無駄にするものである。そして個々の企業において再利用可能なものを廃棄することは、製造コストを押し上げ、競争力にも影響がでるといった側面も有している。従って、産業廃棄物を如何にうまく再生し、再利用するかが、今まさに企業に厳しく問われており、社会的には産業界の責任とまで考えられている。

20

【0008】

こうした産業廃棄物をリサイクル利用しようとする動きの中で、使用済みの無機研磨剤の再生技術が提案されているのは上述したとおりである。しかし、特公昭64-10247号公報で提案された分離装置は、円筒型濾過材に連続気孔付軟質樹脂を用いて、吸引して固形物と溶液に分離させるものであるが、固形物で粒子径の異なる物や、凝集し易い溶液では、濾過材の目が直ぐに目詰まりし、その都度、運転を中断して、目詰まりした固形物を掻き取るか、濾過材を交換する必要があるものであった。

30

【0009】

また、特開平4-315576号公報で開示された再生・循環装置は、再生砥粒液に、新規な砥粒と純水を添加して循環するものであるが、再生砥粒液には粒子径の異なる砥粒、さらにはラップ盤、被研磨物体からの削りクズ等がたえず混入する。その上、砥粒粒子の特徴である鋭角な粒子形状が丸くなって、そのまま再生すると本来の性能が著しく低下する等の問題点を有するものであった。この点に関しては、特開平7-186041号公報で開示された研磨装置も同様であり、再生液の利用を続けていると研磨剤の再生研磨剤特性が低下してしまう。このため、無機研磨剤廃液の実用性のある再生処理装置が期待されてきた。

40

【0010】

ところで、この特開平4-315576号公報、特開平7-186041号公報で開示された技術は、いずれも基本的に再生砥粒液に新規砥粒等を添加して再利用するもので、砥粒液から砥粒を完全に戻して用いるものでなく、どうしても再生した砥粒や溶液の純度に限界があるものであった。再生無機研磨剤の純度を上げるというニーズは高いものの、こうした循環型の再生処理装置では再生無機研磨剤の純度を上げることは基本的に難しいものであった。

【0011】

そこで本発明は上記の問題点を解決するもので、使用済みの無機研磨剤廃液から、未使用

50

の無機研磨剤と変わらない研磨剤特性をもつ高純度の無機研磨剤を効率的に回収でき、分離した溶液も再使用が可能な無機研磨剤廃液の再生処理装置を提供することを目的とする。

【0012】

【課題を解決するための手段】

本発明の無機研磨剤廃液の再生処理装置は、使用済みの無機研磨剤廃液を貯槽するとともに、給水により濃度を所定濃度に調整する原液貯槽部と、原液貯槽部から供給された濃度調整されたスラリー状の廃液から異物分を除去し異物分除去後の廃液を湿式分級する除去分級部と、除去分級部から供給されたスラリー状の廃液に洗浄液を加え、無機研磨剤表面に付着してその再生研磨剤特性に影響を与える劣化物質を凝固、凝集を誘引する誘引物質まで含めて攪拌、噴霧及び加熱により除去し前記廃液から洗浄する洗浄部と、洗浄部から送られる所定濃度のスラリー状の廃液を湿式分級して含水スラリー状固形物と溶液に分離する分級部と、分級部で分離された含水スラリー状固形物を250～1400で培焼して粉末化する粉末再生部を備えたことを特徴とする。

10

【0013】

これにより、使用済みの無機研磨剤廃液から、未使用の無機研磨剤と変わらない研磨剤特性をもつ高純度の無機研磨剤を効率的に回収でき、分離した溶液も再使用が可能である。

【0014】

【発明の実施の形態】

請求項1に記載された発明は、使用済みでスラリー状となった無機研磨剤廃液から粉末状の無機研磨剤を回収して再生する無機研磨剤廃液の再生処理装置であって、使用済みの無機研磨剤廃液を貯槽するとともに、給水により濃度を所定濃度に調整する原液貯槽部と、原液貯槽部から供給され濃度調整されたスラリー状の廃液から異物分を除去し異物分除去後の廃液を湿式分級する除去分級部と、除去分級部から供給されたスラリー状の廃液に洗浄液を加え、無機研磨剤表面に付着してその再生研磨剤特性に影響を与える劣化物質を凝固、凝集を誘引する誘引物質まで含めて攪拌、噴霧及び加熱により除去し前記廃液から洗浄する洗浄部と、洗浄部から送られる所定濃度のスラリー状の廃液を湿式分級して含水スラリー状固形物と溶液に分離する分級部と、分級部で分離された含水スラリー状固形物を250～1400で培焼して粉末化する粉末再生部を備えたことを特徴とする無機研磨剤廃液の再生処理装置であるから、原液貯槽部で所定濃度に調整するため除去分級部ではその濃度調整された濃度で異物分除去と湿式分級でき、分級部では洗浄部から送られた所定濃度のスラリー状の廃液を湿式分級できる。また、洗浄部における攪拌に加えての噴霧及び加熱によって無機研磨剤表面に付着している付着凝集物質、誘引物質等の劣化物質が除去され、これによって粉末再生部における250～1400での培焼処理の際不純物がほぼ完全になくなるとともに、無機研磨剤は培焼処理で不純物の含まれていない元の結晶形に戻ることが可能で、未使用の無機研磨剤とほとんど変わらない安定した研磨剤特性をもつ高純度の無機研磨剤に再生することができる。また、分級部で分離回収された溶液は除去洗浄部、洗浄部がほとんどの不純物、劣化物質を除去しているので、不純物が含まれておらず、そのまま再使用できる程度の純度を有している。

20

30

【0015】

請求項2に記載された発明は、洗浄液が10～130の温度範囲にある温水もしくは熱水、またはアルコール系溶剤であることを特徴とする請求項1記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置であるから、劣化物質がきわめて効果的に除去され、粉末再生部における培焼処理の際不純物を残留させる劣化物質をほぼ完全に除去することができる。

40

【0016】

請求項3に記載された発明は、原液貯槽部が原料タンクと濃度調整タンクを備え、原料タンクにおいて攪拌機と水位検知器とエアピンチバルブを用いて攪拌と水位制御を行うとともに濃度調整タンクに無機研磨剤廃液を送り、該濃度調整タンクで給水装置によって水を補給して、無機研磨剤廃液の固形分濃度を管理することを特徴とする請求項1または2に記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置であるから、攪拌機で無機研磨剤廃液中の固形分

50

を分散させ、水位検知器とエア－ピンチバルブ、給水装置を用いて廃液中の固形分濃度を管理し、無機研磨剤スラリー廃液を最適な濃度に調整することができる。

【0017】

請求項4に記載された発明は、除去分級部が、鉄分を除去する除鉄機と、他の異物を除去するための篩いと、湿式分級機を備え、無機研磨剤廃液から異物分を除去し、1次の湿式分級を行うことを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置であるから、無機研磨剤廃液中の鉄分や他の異物を取り除き、1次の湿式分級で十分粒度管理された廃液にすることができる。

【0018】

請求項5に記載された発明は、洗浄部が、洗浄タンクと、研磨剤の再生研磨剤特性に影響を与える劣化物質を洗浄するための洗浄機構を備えたことを特徴とする請求項1から3のいずれかに記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置であるから、廃液中の不要な油成分、汚水成分、ゴミ、付着凝集物、バクテリア等の劣化物質を洗浄機構で洗い流すことができる。また、不要な廃液はオーバーフローさせ、その後濃度調整し、分級部に連続して無機研磨剤のスラリー状廃液を一定量ずつ安定して送り込める。

10

【0019】

請求項6に記載された発明は、洗浄機構が洗浄タンクに設けられた噴霧器を備え、洗浄液に少なくとも蒸気圧以上の背圧を加えて噴霧し洗浄することを特徴とする請求項5記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置であるから、無機研磨剤に付着した凝集物等の劣化物質まで確実に洗浄することができる。

20

【0020】

請求項7に記載された発明は、洗浄機構が洗浄タンクに設けられた加熱装置を備え、加熱して洗浄することを特徴とする請求項5または6に記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置であるから、洗浄液を加えた廃液を加熱して、廃液中の劣化物質だけでなく無機研磨剤に付着した凝集物等の劣化物質まで確実に洗浄することができる。加熱のほかに加圧したり、加熱した廃液を噴霧することでさらに洗浄効果を高めることもできる。

【0021】

請求項8に記載された発明は、前記分級部が2次の湿式分級を行うための湿式分級機を備え、溶液中の粒子を粒子径及び/または比重の違いで複数のクラスに分離することを特徴とした請求項1～7のいずれかに記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置であるから、2次の湿式分級によって目的とする無機研磨剤の含水スラリー状固形物と、この他いくつかのクラスごとに粒のそろった均一な粒子を得ることができ、濾過、分離に優れ、歩留まりの高い固液分離とすることができる。

30

【0022】

請求項9に記載された発明は、粉末再生部が、含水スラリー状固形物を80～1400の範囲で乾燥もしくは培焼させたことを特徴とする請求項1～8のいずれかに記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置であるから、含水スラリー状固形物の水分が80～1400でほぼ完全に除去され、微量な不純物を飛ばし、研磨剤粒子の結晶形を完全に元に戻すことができる。洗浄部で劣化物質を洗浄しているので不燃の不純物など残らないのでほぼ完全に不純物を除くことができる。

40

【0023】

請求項10に記載された発明は、原液貯槽部、前記除去分級部、前記洗浄部、前記分級部及び前記粉末再生部を所定の制御動作に従って制御する制御部が設けられたことを特徴とする請求項1～9のいずれかに記載の無機研磨剤廃液の再生処理装置であるから、原液貯槽部から粉末再生部に至るまで濃度管理、粒度管理、温度管理の各ユニットを所定のシーケンスで制御することができる。

【0024】

(実施の形態1)

以下、本発明の実施の形態1の無機研磨剤廃液の再生処理装置について図1を用いて説明する。図1は本発明の実施の形態1における無機研磨剤廃液の再生処理装置の構成図であ

50

る。

【 0 0 2 5 】

図 1 において、A は使用済みでスラリー状となった無機研磨剤廃液から粉末状の無機研磨剤を回収する原液貯槽部、B は原液貯槽部 A から送られたスラリー状の廃液から鉄分その他の異物分を除去しこれを湿式分級する除去分級部、C は再生研磨剤特性に影響を与える不要な油分や加熱（再生）時に残留する不純物等の劣化物質を洗浄して除去する洗浄部、D は洗浄部 C で洗浄されたスラリー状の廃液を湿式分級して含水スラリー状固形物と溶液に分離する分級部、E は分級部 D から送られた含水スラリー状固形物を乾燥もしくは培焼して粉末化した研磨剤を再生する粉末再生部、F は所定の制御動作に従って原液貯槽部 A から粉末再生部 E までの各ユニットを連携制御し、高純度の再生無機研磨剤と溶液を自動

10

【 0 0 2 6 】

また、図 1 において、1 は原料タンク、2 a , 2 b , 2 c , 2 d , 2 e は攪拌機、3 a , 3 b , 3 c , 3 d は水位検知器、4 はエアピンチバルブ、5 , 1 1 , 1 7 は濃度調整タンク、6 , 1 2 , 1 8 はエアードポンプ、9 , 1 5 は分級用ポンプ、7 は振動篩、8 は除鉄分級タンク、1 0 , 1 6 は湿式分級機、1 3 は洗浄タンク、1 9 a は噴霧乾燥機、1 9 b は 2 5 0 ~ 1 4 0 0 の培焼が行える培焼炉、2 0 は再生処理装置を制御するための制御盤で、マイクロコンピューター等で構成され、制御動作が手順として記憶されたものである。制御盤 2 0 は、この制御動作のシーケンスに従って原液貯槽部 A , 除去分級部 B , 洗浄部 C , 分級部 D 及び粉末再生部 E の各ユニットを連携制御する。そして、それぞ

20

【 0 0 2 7 】

以下、A ~ F の各ユニットについて詳細に説明する。原液貯槽部 A は、攪拌機 2 a、水位検知器 3 a , 3 b が設けられた原料タンク 1 と、エアピンチバルブ 4 を介して原料タンク 1 と接続された濃度調整タンク 5 と、濃度調整タンク 5 から次のユニットである除去分級部 B に廃液を送るためのエアードポンプ 6 から構成される。濃度調整タンク 5 には攪拌機 2 b が設けられている。攪拌機 2 a , 2 b は、それぞれ原料タンク 1 と濃度調整タンク 5 内を攪拌して固形物の沈殿を防止し、濃度管理を行うものである。ここで、濃度は 1 0 % ~ 1 5 % に調整される。この際、攪拌機 2 a , 2 b は攪拌によって原料タンク 1 と濃度調整タンク 5 内の液面を上下させ、その液面を水位検知器 3 a , 3 b で検出することによって簡易に回転数をコントロールするが、スラリー状の廃液の保持量も変化しても回転数のコントロールがし易いインバーターで制御するのがより適当である。この場合、水位検知器 3 a , 3 b によって液面を検出し、その信号でインバーターを制御して攪拌機 2 a , 2 b の回転数をコントロールするため、原料タンク 1 と濃度調整タンク 5 からのオーバーフローと、低水位時の攪拌機 2 a , 2 b による廃液の飛散が確実に防止できる。なお、濃度調整は、廃液の単位体積当たりの重量を計測するとともに水位を検知し、その後エアピンチバルブ 4 を開いて濃度調整タンク 5 に廃液を送り、給水装置（図示しない）で水を補給して濃度が 1 0 % ~ 1 5 % になるように希釈調整する。

30

40

【 0 0 2 8 】

このように、水位検知器 3 a , 3 b を設けることによって回転数の制御を行っているので、各タンク 1 , 5 内を攪拌することで生じる液面の揺れによる廃液のオーバーフローや飛散を防止でき、廃液中の固形分濃度が管理されるから再生研磨剤の最終的な純度に影響する供給誤差を防止することができる。なお、水位検知器 3 a , 3 b は水面の揺れによる誤差の小さい圧力式液面スイッチが望ましい。また本実施の形態 1 においては、原液貯槽部 A にエアピンチバルブ 4 を設けるから、研磨剤によってバルブが摩耗するような不具合や、配管内における沈降凝集による誤動作がない。無機研磨剤廃液は濃度調整タンク 5 で 1 0 % ~ 1 5 % の濃度に調整された後、ダイヤフラム式のエアードポンプ 6 よって安定し

50

て除去分級部 B に送られる。ダイヤフラム式のエアードポンプ 6 は回転部分がなく研磨剤による磨耗等が少ないため、粘度の高い液体を搬送するのに適している。

【 0 0 2 9 】

次に、除去分級部 B について説明する。除去分級部 B は、振動篩 7 と、除鉄機を備えた除鉄分級タンク 8 と、液体サイクロンから構成された湿式分級機 10 と、濃度調整タンク 11 を備えている。この除鉄分級タンク 8 と湿式分級機 10 の間には分級用ポンプ 9 が設けられ、濃度調整タンク 11 には洗浄部 C に濃度調整された無機研磨剤廃液を送るエアードポンプ 12 が設けられている。なお、分級用ポンプ 9 は耐磨耗性を向上させるために、インペラがゴムライニングされたターボ型のポンプを用いるのが適当である。湿式分級機 10 の作用でいったん高濃度になった廃液は、ここで再び 10 % ~ 40 % に調整される。

10

【 0 0 3 0 】

振動篩 7 により、スラリー状廃液に含まれる不純物や粗い異物が分離され、除鉄分級タンク 8 により、磁力で鉄分が効率よく取り除かれる。その後、湿式分級機 10 により、1 次の湿式分級が行われ濃度調整されるから、次段の洗浄、次々段の 2 次の湿式分級、その後の粉末化とあいまって高純度の再生無機研磨剤を回収することができる。

【 0 0 3 1 】

続いて洗浄部 C の説明を行う。洗浄部 C は、廃液中に残存する不要な油成分や、後の粉末化処理工程で残留物を残すような不純物等の、再生研磨剤特性に影響を及ぼす劣化物質を洗浄して除去する機能をもつ。ここでいう劣化物質は、上記した油成分のほか、污水成分、非溶解性のゴミ、研磨剤表面に凝固や凝集により付着する付着凝集物質、さらにはこの凝固や凝集を誘引する誘引物質等を含むものである。とくにこの凝固や凝集を誘引する誘引物質として代表的なものは、廃液に広く生息しているバクテリア等であり、 $-$ 電位や表面の糖鎖のため、死骸となっても微粒子の凝集を誘引し、凝集物を生成し、研磨剤に劣化物質となる不純物を付着させるものである。なお、バクテリア自身、乾燥培焼すると灰分を残存させて、再生研磨剤特性を劣化させるし、研磨剤にも付着するものである。

20

【 0 0 3 2 】

洗浄部 C は、洗浄タンク 13、攪拌機 2 d と、水位検知器 3 c , 3 d、電動バルブ 14、分級用ポンプ 15 と、後で詳述する洗浄機構 c0 から構成される。攪拌機 2 d は、洗浄タンク 13 内を攪拌して固形物の沈殿を防止し、濃度管理を行うもので、固形分濃度は再び 10 % ~ 15 % の範囲に調整される。この際、攪拌機 2 d は攪拌によって洗浄タンク 13 内の液面を上下させ、その液面を水位検知器 3 c , 3 d で検出することによって簡易に回転数をコントロールしている。ただ、スラリー状の廃液は自然沈降のため液中の濃度が変化しやすく、また、水位が下がってくる（回転数が増える）と攪拌機 2 d のインペラがキャビテーションにより著しく摩耗するので、回転数を必要最小限に落とす必要があり、回転数制御のしやすいインバーターで制御するのが望ましい。また、固形分濃度をあまり高濃度に調整すると、水位検知器 3 c , 3 d で検出して行う制御が難しくなるので、比較的低めの濃度で制御するのが制御を簡単にし得策である。

30

【 0 0 3 3 】

洗浄部 C では、洗浄機構 c0 と攪拌機 2 d によって洗浄液を加えて洗浄、攪拌し、廃液をオーバーフローさせ、その後濃度調整する一連のプロセスをできれば数回繰り返して行う。最初は廃液をオーバーフローさせることで所定量の廃液を洗浄タンク 13 内に確保し、濃度調整時には逆に洗浄タンク 13 内の攪拌によってオーバーフローして廃液が排出するのを防止するため液量が正しく保持され、廃液中の固形分濃度を正確に管理できるから、供給誤差を防止できる。また、オーバーフローは電動バルブ 14 で制御するため制御が電気的に行え、制御部 F による自動化が容易である。なお、上述した通り、洗浄、攪拌、濃度調整は繰り返して行われるが、最後の一回のプロセスは、廃液に所定量の洗浄液を加えて洗浄し、これを自然沈降させてから上澄み液を所定量オーバーフローさせ、系外に排出するのが望ましい。

40

【 0 0 3 4 】

そして、上記した最後の一回の考え方を利用し、制御や装置を簡略化するため次のように

50

するのでもよい。すなわち、廃液に洗浄液を加えて洗浄機構c0と攪拌機2dで研磨剤を洗浄し、その後自然沈降させ、この上澄み液をオーバーフローするとともに、濃度調整し、これを繰り返すというものである。除去分級部Bから送られてくる廃液中の固形分濃度はほぼ一定に保たれているため、上澄み液をオーバーフローで排出し、必要に応じて給水も行い、水位検知器3c, 3dで水位を検出すれば濃度調整が行えることを利用した方法である。この方法は装置を安価にでき、洗浄も効果的に行えるものであるが、自然沈降を繰り返すので洗浄に比較的長時間を必要とする。

【0035】

ところで、本発明の実施の形態1では、図2(a)に示すように、洗浄機構c0として洗浄タンク13に噴霧器とバッファ槽を設けている。図2(a)は本発明の実施の形態1における洗浄部の第1拡大図、図2(b)は本発明の実施の形態1における洗浄部の第2拡大図である。

10

【0036】

21は圧縮空気により洗浄液を洗浄タンク13内に噴出、噴霧する噴霧器、22は噴霧器21から噴出させる洗浄液の温度調整を行う温度調整装置、23は除去分級部Bから送られてきた廃液と洗浄タンク13でオーバーフローした廃液を合流できるバッファ槽、24はオーバーフローした廃液に含まれている不純物や劣化物質を濾過する濾過装置、25, 26は流路を切り替える電動バルブである。濾過装置24の能力や寿命が問題になる場合は、濾過装置24から廃液をバッファ槽23に返送しないで系外へ排出する方式を採用するのがよい。この場合、オーバーフローの流路は開回路となるから、排出する液の固形分濃度はできるだけ低い方がよく、上記の自然沈降後の上澄み液をオーバーフローさせて洗浄する方式とあわせて採用するのが適当である。

20

【0037】

噴霧器21には図示しない圧縮空気の供給装置が接続されており、蒸気圧以上の背圧を洗浄液に加えた状態で、洗浄タンク13内に噴霧するようになっている。洗浄液としては、10 ~ 130、できれば30 ~ 130、好ましくは100 ~ 130の温度範囲内にある温水もしくは熱水、あるいはアルコール系溶剤が用いられる。30以下になると洗浄力とバクテリア等に対する熱の影響が弱まり、10以下ではさらにその効果が低下するからである。温水もしくは熱水を洗浄液として用いる場合に、電気分解によってpH調整された酸性水やアルカリ水を用いると、さらに効果的な洗浄ができる。とくに、温水のなかでも10に近い水を用いる場合このpH調整を行うことが効果的である。ただ、アルコール系溶剤の場合は適度に加熱することにより効果が倍増するが、加熱しすぎるのは避けなければならない。そして、温度調整装置22は洗浄液が槽内に噴出された状態において、上記の温度になるように温度コントロールするものである。温度コントロールされた洗浄液は、噴霧器21から攪拌されるスラリー状の廃液に噴霧され、再生研磨剤特性に影響する劣化物質を洗浄、除去する。

30

【0038】

温水もしくは熱水の場合はどのような劣化物質であってもまんべんなく洗浄できるという特徴があるが、アルコール系溶剤は油成分等の有機性の劣化物質をとくに効果的に洗浄できるという特徴がある。そして、一種類の洗浄液だけでなく、複数種類の洗浄液を用いて洗浄を繰り返すことで洗浄効果を高めることもできる。

40

【0039】

なお、バッファ槽23はオーバーフローした廃液を一時的に貯め、除去分級部Bから送られる廃液と合流させて洗浄タンク13に送り込むものである。オーバーフローした廃液がこのバッファ槽23の作用で、濃度調整に再度利用される。もちろん、不要な廃液はここから排出することもできる。洗浄タンク13に廃液を送り込むときには、電動バルブ25は開、電動バルブ26は閉とされる。洗浄部Cにおいて洗浄が済むと、濃度調整された廃液は、電動バルブ26を開、電動バルブ25を閉にして分級用ポンプ15により次の分級部Dに送られる。いずれも制御部Fの制御で行われる。

【0040】

50

ところで本実施の形態 1 の洗浄機構 c0 として、図 2 (b) に示すように洗浄タンク 1 3 に加熱装置を設けるのもよい。2 7 は洗浄タンク 1 3 内のスラリー状の廃液を加熱する加熱装置、2 8 は除去分級部 B から送られる廃液とオーバーフローした廃液や洗浄液を合流させ、この廃液を温度調整して加圧することができる温度調整加圧装置である。不要な廃液はここから排出することもできるし、場合によっては、温度調整加圧装置 2 8 にオーバーフローした廃液を返送しない方式もきわめて有力である。これは図 2 (a) で既に説明したオーバーフローの開回路の説明と同様であるから、詳細な説明は省略する。

【 0 0 4 1 】

本実施の形態 1 の洗浄機構 c0 は、加熱装置 2 7 により洗浄タンク 1 3 内を加熱するとともに、温度調整加圧装置 2 8 で所定の温度に温度調整した廃液を洗浄タンク 1 3 内に噴出させ、同時に攪拌機 2 d により攪拌することで洗浄を効果的にするものである。内部の液温度は上記の温度範囲と同様の温度を採用すればよい。この加熱と攪拌により、無機研磨剤に付着している劣化物質は確実に除去される。場合によっては図 2 (a) の噴霧器 2 1 を付設してあわせて洗浄液を噴出させて洗浄力を高めてもよいし、図 2 (b) に示すように加熱された廃水自体を自液洗浄ラインを介して噴霧器 2 1 から噴出させて、簡易な噴霧洗浄の構成としてもよい。そして、さらには洗浄タンク 1 3 内に超音波発生装置 (図示しない) を設け、超音波洗浄も併用すると洗浄効果を高めることができる。

【 0 0 4 2 】

このような洗浄機構 c0 を設けることにより、油成分、汚水成分、ゴミ、研磨剤表面に付着する付着凝集物質、さらには凝固や凝集を誘引するバクテリア等を確実に洗浄することができる。洗浄され 1 0 % ~ 1 5 % の範囲に濃度調整された廃液は、制御部 F が電動バルブ 2 5 , 2 6 を切り替えた後、分級用ポンプ 1 5 によって、安定して一定量づつ分級部 D へ自動的に送られる。なお、分級用ポンプ 1 5 に用られる材質は金属等の摩耗を考慮してゴムライニングしたインペラを用いることが望ましい。

【 0 0 4 3 】

続いて、分級部 D の説明をする。分級部 D は、湿式分級機 1 6 、濃度調整タンク 1 7 、エアードポンプ 1 8 と、濃度調整タンク 1 7 内を攪拌する攪拌機 2 e から構成されている。洗浄部 C で濃度調整されたスラリー状の廃液が濃度調整タンク 1 7 に供給されると、湿式分級機 1 6 が制御部 F からの指令により稼働を開始する。すなわち、この湿式分級機 1 6 において、除去分級部 B の 1 次湿式分級に続き、粒子径及び / または比重が異なる粒子に対して 2 次の湿式分級をする作業が開始される。この分級作業では、目的とする無機研磨剤粒子で相当脱水が進んだ含水スラリー状固形物と、その他のいくつかのクラスごとに粒のそろった粒子固形物をえることができる。

【 0 0 4 4 】

このような分級を実現するため、湿式分級機 1 6 は、廃液中の異なる粒子を複数、普通は 2 ~ 3 のクラスの粒子径に分離することができるマルチ・サイクロンを採用するのが適当である。これにより、例えば微細粒子と中細粒子と粗大粒子とに分離できるし、さらに比重の異なる物質も分離できる。なお、このマルチ・サイクロンは廃液中の固形分濃度が 1 0 % ~ 1 5 % の範囲にあるとき効率がよいため、洗浄部 C の洗浄タンク 1 3 においてこの範囲に濃度調整されて、一定量づつ送り込まれる。また、分級作業は一回で粒子径の異なる複数の粒子に分級できるが、必要に応じて 3 次、4 次と数回繰り返えし、さらに精度を高めることも可能である。湿式分級は濾材の内部に含水固形分が堆積し、目詰まり等を起こさないし、濾過、分離、脱水性に優れ、歩留まりが高いという利点がある。

【 0 0 4 5 】

ところで分級部 D においては、上記した各クラスの粒子からなる含水スラリー状固形物のほか、溶液も回収することができる。分級部 D において固形分が取り除かれ、除去分級部 B と洗浄部 C では異物分や、不純物、劣化物質がほとんど除去されているから、この分級部 D から回収される溶液は、そのまま再使用することが可能なほど高純度である。この純度をさらに上げるため、必要に応じて真空ドラムフィルターやフィルタープレス等の濾過器を通してよい。なお、分級部 D より前の工程でも溶液を回収することもできるが、こ

10

20

30

40

50

の場合はどうしても真空ドラムフィルターやフィルタープレス等の濾過器を設けなければ再使用することができず、コスト的に割高となる。また、回収ラインにオゾン発生器を設けて、回収した溶液を滅菌、消毒することも適当である。これにより、バクテリア等を低減でき、再び研磨剤を再生するとき劣化物質が少なくなり、高純度の再生無機研磨剤を回収することができるので継続的に再生処理する場合きわめて好ましい。

【0046】

廃液は、濃度調整タンク17で含水率（濃度）が40%程度の含水スラリー状固形物に調整され、粉末再生部Eにエアードンプ18で安定して送り込まれる。

【0047】

次いで、粉末再生部Eの説明をすると、粉末再生部Eは培焼炉19bから構成される。250 ~ 1400 の範囲で培焼する。この温度は、無機研磨剤の材質、目的とする純度等で決定される。というのは、250 以上であればあまり条件に影響されることなく、ほぼ完全に水分の含まない粉末状の研磨剤を再生回収できるからである。比較的再生研磨剤特性を要求しない場合は、250 ~ 400 程度の処理で十分であるが、実施の形態1では、より高い再生研磨剤特性を要求するため、1300 ~ 1400 の高温で培焼を行う。この場合、粉末粒子の結晶形を完全に元に戻すことができ、再生粉末は白色度が著しく増し、極めて良好な再生無機研磨剤とすることができる。なお、これは培焼により微量な不純物が温度により取り除かれたものと考えられる。実施の形態1の場合、再生された研磨剤と未使用（使用前）の研磨剤の特性比較を、成分分析値や粒度分布、顕微鏡写真を観察する等で行ったが、こうして再生された無機研磨剤は、未使用（使用前）の研磨剤と同等の成分と粒子径、粒子形状を有している。これに関しては後で詳述する。なお、噴霧乾燥機19aによって250 ~ 1400 で乾燥することもできる。

10

20

【0048】

最後に、制御部Fは、原液貯槽部，除去分級部，洗浄部，分級部及び粉末再生部を所定の制御動作に従って制御するもので、原液貯槽部Aから粉末再生部Eに至るまでの各ユニットをシーケンスに従い連携制御するものである。制御部Fは制御盤20を備えており、各ユニットを連携制御するとともに、それぞれのユニット内も、水位検知器3a、3b、3c、3d等の検知器が検知した信号に基づいて、フィードバック制御や演算、最適化等を行うものである。

【0049】

さて、以上説明した本実施の形態1の無機研磨剤廃液の再生処理装置について、溶融Al₂O₃成分とZrSiO₄成分の混合物からなる無機研磨剤と、水溶性の潤滑油を用い、シリコンウエハを研磨した場合について、その動作と作用について具体的に説明する。

30

【0050】

このとき、無機研磨剤廃液は、水溶性の潤滑油と研磨剤、研磨機からの研磨屑の鉄分、シリコンウエハからの珪素と、その他の微量成分を含むどろどろの液体（研磨剤廃液）となる。この研磨剤廃液を、原液貯槽部Aの原料タンク1に導入し30分間攪拌する。液の単位体積当たりの重量を計測するとともに水位検知器3a、3bで水位を検知し、これから溶液量、濃度を推定する。その後制御部Fからの指令によりエアースピンチバルブ4が開かれ、矢印の方向に沿って配管パイプ内を濃度調整タンク5に廃液を落とし、給水装置で水を補給して濃度が10%~15%になるように希釈調整する。

40

【0051】

調整が終了すると、制御部Fは、エアードンプ6により、濃度調整された廃液を除去分級部Bの振動篩7に入り（流量9L/分）、粗粒子やゴミ等の異物を取り除いた後、除鉄分級タンク8に入り3500~10000ガウス程度の磁力を有する永久磁石を用いた除鉄機で鉄成分を除去する。ここで不純物としての研磨機の研磨屑はほとんど除去される。その後、分級用ポンプ9で研磨剤廃液は湿式分級機10に導入され、運転が開始される。

【0052】

湿式分級された研磨剤廃液は配管パイプを介して濃度調整タンク11に入る。このとき、研磨剤廃液の固形分濃度が40%以上になつているため再度、水を用い10~40%の濃

50

度に調整する。連続処理が続けられ、原料タンク 1 が規定水位下になると原料タンク 1 に研磨剤廃液が供給される。この時、振動篩 7 と除鉄分級タンク 8 は制御部 F による自動制御で停止し、1 次の湿式分級が終了する。

【 0 0 5 3 】

続いて、エアードポンプ 1 2 によって、湿式分級された研磨剤廃液は洗浄部 C の洗浄タンク 1 3 に入り、水位検知器 3 c , 3 d が運転開始レベルに液面が達したのを検知すると、攪拌機 2 d の運転が開始され、同時に洗浄機構 c0 による洗浄プロセスが開始される。これにより油成分、ゴミ、付着凝集物質、さらにはバクテリア等の不要な劣化物質が取り除かれる。その後、分級用ポンプ 1 5 によって、廃液は分級部 D の湿式分級機 1 6 に送られ、湿式分級機 1 6 が運転を開始され、2 次分級が開始される。分級作業により所定の粒子径に分級された研磨剤は、配管パイプを通過して濃度調整タンク 1 7 送られ、濃度調整と攪拌が開始される。ここで溶液も回収される。

10

【 0 0 5 4 】

次いで、粉末再生部 E で濃度（含水率）が 4 0 % に調整された研磨剤廃液をエアードポンプ 1 8 にて培焼炉 1 9 b に送り、1 3 0 0 ~ 1 4 0 0 程度の高温で培焼する。これにより粉末の白色度が著しく増し、結晶形が元に戻った良好な粉末にすることができる。もちろん、条件が変われば温度にも若干の変動がある。なお、研磨剤廃液をエアードポンプ 1 8 で噴霧乾燥機 1 9 a に送っても、上述したように温度 2 5 0 以上で水分をほぼ完全に含まない研磨剤を再生回収することができる。

【 0 0 5 5 】

さて、以上説明した再生された無機研磨剤がどのような研磨剤特性を示すかについて、再生された無機研磨剤と、未使用（使用前）の無機研磨剤、及びスラリー状の無機研磨剤廃液含有粒子を比較することで詳細に説明する。

20

【 0 0 5 6 】

図 3（a）は本発明の実施の形態 1 における使用前の無機研磨剤の粒度分布図、図 3（b）は本発明の実施の形態 1 におけるスラリー状の無機研磨剤廃液含有粒子の粒度分布図、図 3（c）は本発明の実施の形態 1 における再生無機研磨剤の粒度分布図、図 4（a）は本発明の実施の形態 1 における使用前の無機研磨剤の顕微鏡写真図、図 4（b）は本発明の実施の形態 1 におけるスラリー状の無機研磨剤廃液含有粒子の顕微鏡写真図、図 4（c）は本発明の実施の形態 1 における再生無機研磨剤の顕微鏡写真図である。

30

【 0 0 5 7 】

測定試料として上記の溶融 Al_2O_3 成分と $ZrSiO_4$ 成分の混合物からなる無機研磨剤を選び、その未使用（使用前）の研磨剤試料と、再生された研磨剤試料、及びスラリー状の無機研磨剤廃液含有粒子の試料を比較して成分分析を行った。分析機器は蛍光 X 線分析装置（リガク製 X - R A Y S E C R O M E T O R 3 2 7 0）を用いた。各試料は直径 3 0 m m のアルミリングを用い、専用ダイスにはさみ、プレス機で 2 0 トンの圧力で加圧成型し、蛍光 X 線スペクトルを測定した。得られた蛍光 X 線スペクトルに基づく主な検出成分の F P 法による推定定量分析結果を（表 1）に示す。含有量は単純酸化物換算で示している。

【 0 0 5 8 】

【表 1】

40

主な成分	含有量(重量%)		
	使用前無機研磨剤	スラリー状の無機 研磨剤廃液	再生無機研磨剤
Na ₂ O	0.000	0.380	0.000
MgO	0.090	0.090	0.090
Al ₂ O ₃	49.600	48.300	49.350
SiO ₂	18.663	21.000	19.045
P ₂ O ₅	0.032	0.050	0.040
SO ₃	0.035	0.056	0.038
TiO ₂	1.230	1.300	1.240
Fe ₂ O ₃	0.090	1.574	0.098
NiO	0.100	0.100	0.100
ZrO ₂	29.600	26.600	29.449
HfO ₂	0.560	0.550	0.550

【0059】

(表1)によれば、未使用(使用前)の無機研磨剤と再生研磨剤の成分は、各成分とも差はないか、あっても1%に満たない僅かな成分差であり、これは本来の未使用無機研磨剤の成分誤差の範囲に含まれる程度のものである。このように再生した無機研磨剤は未使用の無機研磨剤とほとんど変わらない純度を有するものである。これに対し、スラリー状の無機研磨剤廃液の粒子成分はFe₂O₃やSiO₂等その他の不純物が増えており、Al₂O₃やZrO₂が比較的減少しているのが分かる。この結果からみて本発明の再生処理装置は、洗浄部Cによる劣化物質の洗浄と、粉末再生部Eによる乾燥培焼で、無機研磨剤廃液から上述の不純物、さらには目には見えないがバクテリア等まで含めてほぼ完全に除去し、再生無機研磨剤の品質を未使用の品質程度にまで回復させているのが分かる。

【0060】

次に、図3(a)(b)(c)に示すように粒度分布の測定を行って特性比較した。測定機器は島津レーザ回折式粒度分布測定装置(SALD-2000)である。未使用(使用前)の無機研磨剤と再生した無機研磨剤の粒度分布は、大体12μm幅で10μm付近でピークを示すほぼ同様の分布を有している。この範囲以外に分布上ピークを示すところは存在しない。これはいずれもが10μm程度の大きさのほぼ均一な粒子から構成されていることを示している。これに対してスラリー状の無機研磨剤廃液の粒度分布は、10μmを中心にやや低めのピークを示すが、このほかにも6μm以下1μmまで非常に広範な分布を有しており、多数の微粒子を含んでいるのが分かる。さらに30μmから50μmの範囲の比較的大きな粒子も含んでいるのも分かる。これは、研磨後の無機研磨剤廃液には研磨剤粒子のほかにさまざまな粒子が含有されているためと考えられる。本発明の再生処理装置は、研磨の結果混入するこれらの異径の削り屑やその他の粒子を完全に除去し、未使用の無機研磨剤と同等の粒子の分布状態にまで再生研磨剤を再生させている。

【0061】

さらに、図4(a)(b)(c)に示すように粒子形状の顕微鏡観察を行った。測定機器は(株)島津製作所製EPMA1600(倍率×1000倍)である。未使用(使用前)の無機研磨剤と再生無機研磨剤の粒子形状は、いずれも角張った塊状で、稜線がいわばエッジとなった形状をしている。さらに、これらの塊の中でいくつかの粒子の表面に非常に小さな点状の凝着物(付着物)が付着しているのが確認できる。両者には、粒子形状と、表面の付着物の量にほとんど差がみられない。これに対し、スラリー状の無機研磨剤廃液の粒子は、研磨に寄与しない多数の小さな粒子が混入しているのが分かる。また全体的

に各粒子の形状が丸っぽく、エッジとなる稜線をもたない形状となっている。これは各粒子の表面を多量の付着物が覆っているためと考えられる。エッジの存在が研磨特性と密接な関係をもつから、この丸っぽい形状、いいかえれば表面を覆う付着物が研磨性能をおとす原因となる。本発明の再生処理装置は、洗浄部Cにおいてこの付着物の原因となる劣化物質をほぼ完全に除去し、粉末再生部Eにおいて乾燥培焼するから、再生無機研磨剤の研磨性能を未使用の無機研磨剤と同等のところまで再生、回復させることができたものである。

【0062】

最後に、(表2)は、未使用(使用前)の無機研磨剤と、再生された無機研磨剤の研磨特性の比較表である。研磨特性は、研磨速度、表面粗さ(Ra)、スクラッチ(不良数/処理数)について測定した。

10

【0063】

【表2】

特性	研削速度 ($\mu\text{m}/\text{分}$)	表面粗さ(Ra) (μm)	スクラッチ (不良数/処理数)
再生無機研磨剤	5.6	0.20	0/20
未使用無機研磨剤	5.5	0.20	0/20

20

試験方法は、研磨剤を水とラッピングオイルに懸濁させ、ラップ盤を用いて被研磨物を研磨して上記研磨特性を測定した。

【0064】

研磨特性のうち研削速度は、被研磨物としてシリコンウエハを20枚用い、ラッピング機械として不二越社製マシンを用いて、3インチのワークを加重 $100\text{g}/\text{cm}^2$ 、回転数 70rpm 、研磨用スラリーの注入量 $120\text{ml}/\text{分}$ で研磨して測定した。この研磨用スラリーの組成は、研磨剤 600g に対してラッピングオイル 450ml 、水 2250ml である。表面粗さ(Ra)は、こうして研磨を行ったシリコンウエハを研磨後に粗さ計(東京精密社製)で測定した。さらに、スクラッチは、この研磨後のシリコンウエハを40倍の光学顕微鏡で観察することで調査した。

30

【0065】

(表2)によれば、未使用(使用前)の無機研磨剤と再生された無機研磨剤とで、研磨特性に違いがないことが分かる。このように本発明の再生処理装置によれば、再生無機研磨剤は、高純度で使用前(未使用)の無機研磨剤とほとんど変わらない安定した研磨剤特性を有していることが分かる。

【0066】

なお、培焼炉において $1300 \sim 1400$ で培焼したときの無機研磨剤粉末の結晶形はX線回折で測定した。測定機器は島津製作所X線回折装置XD-1である。測定条件はX線管球について、ターゲットCu、管電流 15mA 、管電圧 35kV 、スリットについて、発散スリット $1(\text{deg})$ 、空気散乱防止スリット $1(\text{deg})$ 、検出スリット $0.30(\text{mm})$ である。この測定結果は、X線ピークパターンではコランダム結晶のアルミナとジルコンのピークが明確に析出しており、使用前と同様に Al_2O_3 成分相と ZrSiO_4 成分相の2相の結晶形からなっていることが確認できた。

40

【0067】

【発明の効果】

以上述べたように、本発明の無機研磨剤廃液の再生処理装置は、原液貯槽部を設けることによって所定濃度に調整し、除去分級部ではその調整された濃度で異物分除去と湿式分級でき、濃縮廃液中の異物分の除去を行い、研磨剤廃液の1次の湿式分級を行い、濃度管理によって品質的に安定した廃液を洗浄部に送り込むことができる。

【0068】

50

また、洗浄部を設けることによって、スラリー状の廃液から、再生研磨剤特性に影響する劣化物質である、汚水成分や油成分、付着凝集物質、バクテリア等を、攪拌に加えての噴霧及び加熱により無機研磨剤表面に付着している付着凝集物質、誘引物質等の劣化物質まで取り除き、安定した品質の研磨剤を再生することができる。

【0069】

また、分級部に湿式分級機を用いるから、廃液中の粒子を微細粒子と中細粒子と粗大粒子とに分別でき、さらには比重の異なる粒子も分離できる。

【0070】

また、粉末再生部を設けることによって研磨剤の含水スラリー状固形物の水分を完全に除去し、さらには研磨剤を完全に元の結晶形に戻し、粉末状の無機研磨剤にすることができる。

10

【0071】

また、制御部を設けたことにより、再生処理装置を自動的に安定して制御し、連続作業を行うことができる。

【0072】

また、再生無機研磨剤は、高純度で使用前（未使用）の研磨剤とほとんど変わらず安定した研磨剤特性を有し、さらに、分離された溶液も高純度で不純物が含まれておらず、そのまま再利用できる純度を有しており、使用済みで廃棄される無機研磨剤廃液を有効利用することができる、環境保全に貢献するものである。

【図面の簡単な説明】

20

【図1】本発明の実施の形態1における無機研磨剤廃液の再生処理装置の構成図

【図2】(a)本発明の実施の形態1における洗浄部の第1拡大図

(b)本発明の実施の形態1における洗浄部の第2拡大図

【図3】(a)本発明の実施の形態1における使用前の無機研磨剤の粒度分布図

(b)本発明の実施の形態1におけるスラリー状の無機研磨剤廃液含有粒子の粒度分布図

(c)本発明の実施の形態1における再生無機研磨剤の粒度分布図

【図4】(a)本発明の実施の形態1における使用前の無機研磨剤の顕微鏡写真図

(b)本発明の実施の形態1におけるスラリー状の無機研磨剤廃液含有粒子の顕微鏡写真図

(c)本発明の実施の形態1における再生無機研磨剤の顕微鏡写真図

30

【符号の説明】

A 原液貯槽部

B 除去分級部

C 洗浄部

D 分級部

E 粉末再生部

F 制御部

1 原料タンク

2 a , 2 b , 2 c , 2 d , 2 e 攪拌機

3 a , 3 b , 3 c , 3 d 水位検知器

40

4 エアーピンチバルブ

5 , 11 , 17 濃度調整タンク

6 , 12 , 18 エアードポンプ

7 振動篩

8 除鉄分級タンク

9 , 15 分級用ポンプ

10 , 16 湿式分級機

13 洗浄タンク

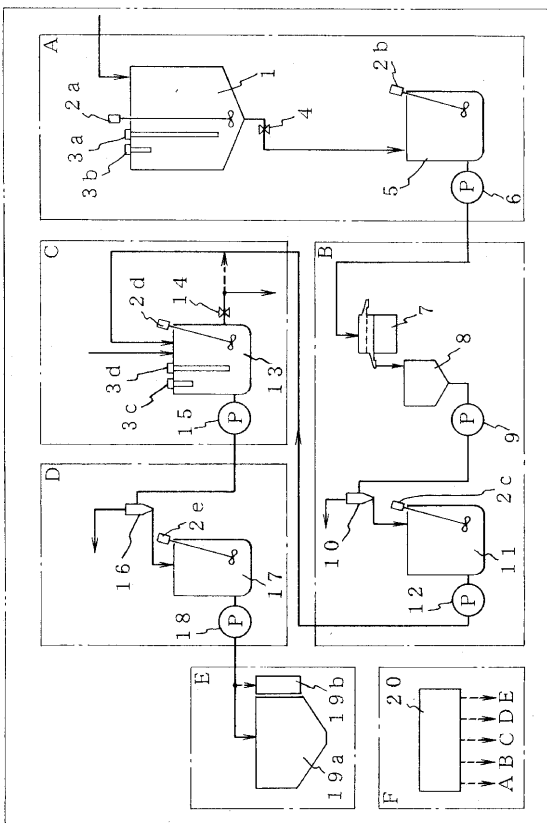
14 , 25 , 26 電動バルブ

19 a 噴霧乾燥機

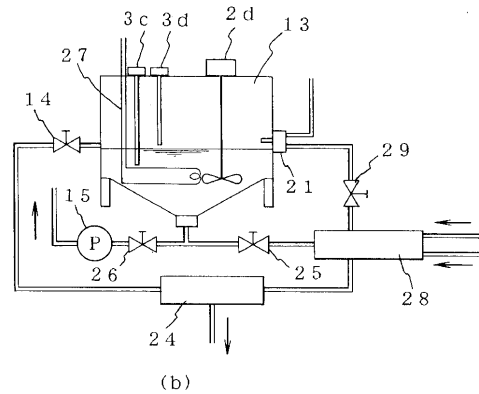
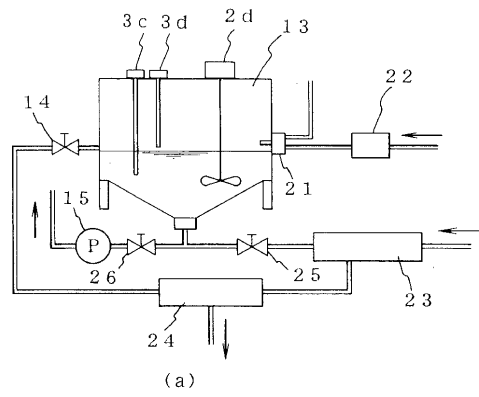
50

- 19 b 培焼炉
- 20 制御盤
- 21 噴霧器
- 22 温度調整装置
- 23 バッファ槽
- 24 濾過装置
- 27 加熱装置
- 28 温度調整加圧装置
- c0 洗浄機構

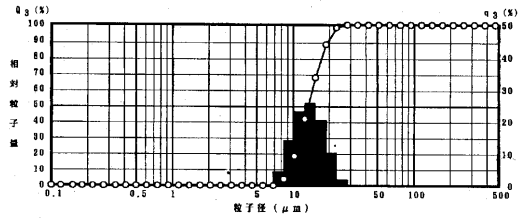
【 図 1 】



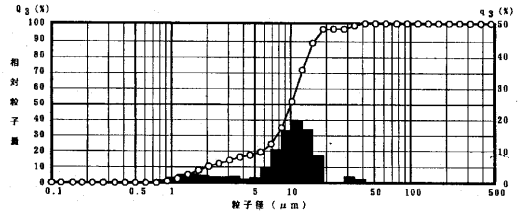
【 図 2 】



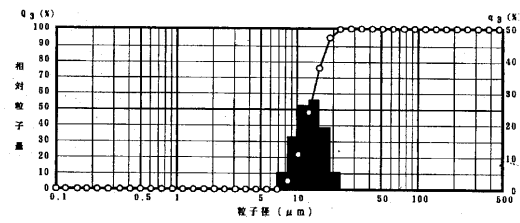
【 図 3 】



(a)

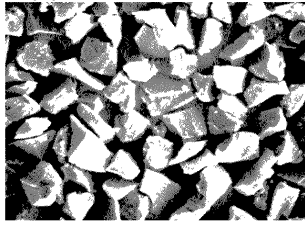


(b)

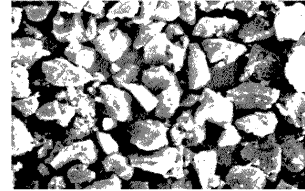


(c)

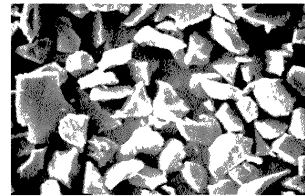
【 図 4 】



(a)



(b)



(c)

フロントページの続き

(51) Int.Cl. F I
B 0 3 C 1/28 (2006.01) B 0 3 C 1/28
B 2 4 B 37/00 (2006.01) B 2 4 B 37/00 K

(72)発明者 谷 勢津夫
宮崎県宮崎市吉村町上無田堤甲702番地6
(72)発明者 多木 宏光
宮崎県宮崎市大字島之内7078番地2

合議体

審判長 前田 幸雄
審判官 佐々木 正章
審判官 豊原 邦雄

(56)参考文献 特開平11-47631(JP,A)
特開平11-48146(JP,A)
特開平4-315576(JP,A)
特開2000-80348(JP,A)
特開昭62-36025(JP,A)
特開平10-174777(JP,A)
特開2000-79564(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B24B57/02
B24B37/00
B03B5/00
B03C1/00