



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2020년03월18일
(11) 등록번호 10-2090494
(24) 등록일자 2020년03월12일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09K 3/14 (2006.01) B24B 37/00 (2006.01)
C01F 17/00 (2020.01)
(52) CPC특허분류
C09K 3/1436 (2013.01)
B24B 37/00 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-7008059
(22) 출원일자(국제) 2016년08월09일
심사청구일자 2018년03월21일
(85) 번역문제출일자 2018년03월21일
(65) 공개번호 10-2018-0042375
(43) 공개일자 2018년04월25일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2016/073486
(87) 국제공개번호 WO 2017/051629
국제공개일자 2017년03월30일
(30) 우선권주장
JP-P-2015-187767 2015년09월25일 일본(JP)
(56) 선행기술조사문헌
JP2006097014 A*
JP2006124566 A*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
쇼와 덴코 가부시카이가이사
일본국 도쿄도 미나토구 시바다이몬 1쵸메 13번
9고
(72) 발명자
마스다 토모유키
일본국 토야마켄 토야마시 니시노미야마치 3번 1
고 쇼와 덴코 세라믹스 가부시카이가이사 토야마 코
쵸 나이
사에구사 히로시
일본국 토야마켄 토야마시 니시노미야마치 3번 1
고 쇼와 덴코 세라믹스 가부시카이가이사 토야마 코
쵸 나이
(74) 대리인
하영욱

전체 청구항 수 : 총 6 항

심사관 : 정현아

(54) 발명의 명칭 **세륨계 연마재 및 그 제조 방법**

(57) 요약

유리 기판 등의 표면 연마에 있어서 연마 속도가 높고, 또한 연마면에 있어서의 스크래치나 피트 등의 표면 결함의 발생 및 연마재 입자의 부착을 억제할 수 있는 저비용이며 또한 생산 효율이 우수한 세륨계 연마재 및 그 제조 방법을 제공한다. 입방정 복합 산화 희토 및 복합 산불화 희토를 포함하고, 전체 희토류 원소를 산화물 환산량으로 95.0~99.5질량% 함유하고, 상기 전체 희토류 원소의 산화물 환산량에 대해서 세륨을 산화물 환산량으로 54.5~95.0질량%, 란탄을 산화물 환산량으로 4.5~45.0질량%, 네오디뮴을 산화물 환산량으로 0.5~2.0질량% 함유하고, 불소 원자를 0.5~4.0질량% 함유하고, 상기 전체 희토류 원소의 산화물 환산량에 대해서 나트륨 원자를 0.001~0.50질량% 함유하는 세륨계 연마재 및 그 제조 방법.

(52) CPC특허분류
C01F 17/265 (2020.01)

명세서

청구범위

청구항 1

입방정 복합 산화 희토 및 복합 산불화 희토를 포함하고,

전체 희토류 원소를 산화물 환산으로 95.0~99.5질량% 함유하고,

상기 전체 희토류 원소의 산화물 환산량에 대해서 세륨을 산화물 환산량으로 54.5~95.0질량%, 란탄을 산화물 환산량으로 4.5~45.0질량%, 네오디뮴을 산화물 환산량으로 0.5~1.0질량% 함유하고,

불소 원자를 0.9~4.0질량% 함유하고,

상기 전체 희토류 원소의 산화물 환산량에 대해서 나트륨 원자를 0.001~0.50질량% 함유하는 세륨계 연마재.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

CuK α 선을 사용한 X선 회절 측정에 있어서의 상기 입방정 복합 산화 희토의 메인 피크의 강도에 대한 산불화 희토의 메인 피크의 강도의 비가 0.01~0.50인 세륨계 연마재.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 기재된 세륨계 연마재를 제조하는 방법으로서,

세륨, 란탄, 및 네오디뮴을 함유하는 혼합 경희토 화합물을 500~1100℃에서 소성하여 혼합 산화 희토로 하고, 상기 혼합 산화 희토에 세륨, 란탄, 및 네오디뮴을 함유하는 불화 희토를 첨가하여 분쇄 및 소성하는 공정을 포함하고, 상기 소성보다 전에 나트륨 화합물을 첨가하는 세륨계 연마재의 제조 방법.

청구항 4

제 3 항에 있어서,

상기 불화 희토가 상기 혼합 경희토 화합물에 불화물을 첨가해서 400℃ 이하에서 열처리해서 얻어진 것인 세륨계 연마재의 제조 방법.

청구항 5

제 3 항에 있어서,

상기 혼합 산화 희토와 첨가하는 상기 불화 희토의 혼합 질량비가 99:1~65:35인 세륨계 연마재의 제조 방법.

청구항 6

제 3 항에 있어서,

상기 나트륨 화합물이 탄산 수소나트륨, 탄산 나트륨, 아세트산 나트륨, 인산 나트륨, 황산 나트륨, 질산 나트륨, 옥살산 나트륨, 및 폴리아크릴산 나트륨으로 이루어지는 군 중으로부터 선택되는 적어도 1종의 나트륨염인 세륨계 연마재의 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 액정 패널, 하드디스크, 특정 주파수 커팅용 필터 등에 사용되는 유리 기판, 광학렌즈용 유리 기판 등의 유리재의 연마에 사용되는 세륨계 연마재 및 그 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 유리 재료는 다양한 용도에 사용되고 있고, 그 용도에 따라서는 표면 연마가 필요하게 되는 경우가 있다. 예를

들면, 광학렌즈에 있어서는 경면 마무리가 요구된다. 또한, 광 디스크나 자기 디스크용의 유리 기판, 박막 트랜지스터(TFT)형이나 수퍼 트루스티드 네마틱(STN)형의 액정 디스플레이(LCD) 등에 사용되는 유리 기판, 액정 텔레비전용 컬러 필터, 대규모 집적 회로(LSI) 포토 마스크용 유리 기판 등에 있어서는 표면 거칠기가 작고, 높은 평탄성을 갖고 있는 것, 또한 무결함인 것이 요구되어 보다 고밀도인 표면 연마가 요구되어 있다.

[0003] 이러한 유리의 표면 연마에는 종래로부터 세륨계 연마제가 사용되어 있다. 세륨계 연마제에 있어서는 연마력을 향상시키기 위해서 일반적으로 수% 정도의 불소 원자를 함유시킨다.

[0004] 세륨계 연마제의 연마 기구의 상세는 명백하지는 않지만 산화 세륨 입자 자체의 경도에 기인하는 메커니컬 효과와 함유되는 불소에 의한 케미컬 효과의 복합 작용에 의해 연마 가공이 촉진되는 것이 확인되어 있다. 또한, 불소는 연마제 제조 시에 이미 피소성물 원료에 함유된 상태로 소성됨으로써 연마제의 구성 입자의 소결이 적절하게 촉진되어 높은 연마력을 발휘하는 것이 알려져 있다.

[0005] 그러나 최근 유리 기판에 요구되는 표면 정밀도는 보다 엄격해지고 있어 세륨계 연마제에 대해서도 연마면에 스크래치나 피트, 연마제 입자의 부착 등의 표면 결함을 발생시키지 않고, 또한 높은 연마 속도가 요구되고 있다.

[0006] 이에 대해서는, 예를 들면 특허문헌 1에는 환경으로의 배려의 관점으로부터 불소 원자의 함유량을 저감시키는 반면에, 전체 희토류 원소의 산화물 환산량(TREO)에 대해서 알칼리 금속을 0.01~3.0질량%, 염소 농도를 0.3질량% 이하로 함으로써 연마력 및 연마 정밀도의 개선을 도모하는 것이 제안되어 있다.

[0007] 또한, 특허문헌 2에는 불소 원자를 함유시킴과 아울러, 세륨 이외의 네오디뮴이나 프라세오디뮴 등의 희토류 원소의 산화물의 비율을 제어하고, 희토류 원소가 실질적으로 세륨과 란탄인 2성분계의 세륨계 연마제가 기재되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 일본 특허공개 2006-124566호 공보

(특허문헌 0002) 일본 특허공개 2012-66370호 공보

발명의 내용

[0009] 그러나 상기 특허문헌 1에 기재된 세륨계 연마제에 있어서는 불소를 거의 함유하지 않음으로써 연마면에 있어서는 스크래치의 발생을 저감할 수 있지만, 상기 연마제 중의 산화 란탄과 불소가 반응해서 생성하는 옥시 불화 란탄(LaOF)이 불충분하게 된다. 이 때문에 연마면에 연마제 입자가 부착되기 쉬워지고, 또한 보다 많은 불소를 함유하는 경우와 동등 정도의 연마 속도를 확보하는 것은 어렵다. 또한, 불소의 함유량이 적으면 연마제 원료의 소성 공정에 있어서 저온에서는 원료 입자가 소결하기 어려워지며, 높은 연마 속도를 확보하기 위해서는 소성 온도를 보다 높게 할 필요가 있어 제조 시의 에너지 비용이 비싸진다.

[0010] 한편, 상기 특허문헌 2에 기재된 세륨계 연마제는 불소 원자의 함유량이 5.0~15.0질량%로 많다. 이 때문에 연마면에 연마제 입자가 부착되기 어려워지지만, 연마제 원료의 소성 공정에 있어서 원료 입자의 소결의 촉진이 현저하고, 이상 입자 성장에 의해 연마면에 스크래치나 피트 등의 표면 결함을 발생시키기 쉬워진다.

[0011] 이렇게 종래의 세륨계 연마제는 불소 원자의 함유량을 많게 하면 높은 연마 속도를 확보할 수 있지만, 연마면에 스크래치가 발생하기 쉬워지고, 한편 불소 원자의 함유량을 적게 하면 연마면에 연마제 입자가 부착되기 쉬워져 높은 연마 속도를 확보할 수 없다는 과제를 갖고 있었다.

[0012] 본 발명은 상기 기술적 과제를 해결하기 위해 이루어진 것이며, 유리 기판 등의 표면 연마에 있어서 연마 속도가 높고, 또한 연마면에 있어서는 스크래치나 피트 등의 표면 결함의 발생 및 연마제 입자의 부착을 억제할 수 있는 저비용이며 또한 생산 효율이 우수한 세륨계 연마제 및 그 제조 방법을 제공하는 것을 목적으로 하는 것이다.

[0013] 본 발명은 세륨계 연마제에 있어서 희토류 원소의 세륨, 란탄, 및 네오디뮴의 함유량비, 및 불소 원자 및 나트륨 원자의 함유량의 연마 특성으로의 영향에 착목하여 특정 범위의 함유량에 있어서 연마 속도 및 표면 정밀도는 물론, 세륨계 연마제의 생산 효율을 향상시킬 수 있는 것을 발견한 것에 의거하는 것이다.

- [0014] 즉, 본 발명은 이하의 [1]~[6]을 제공하는 것이다.
- [0015] [1] 입방정 복합 산화 회토 및 복합 산불화 회토를 포함하고, 전체 회토류 원소를 산화물 환산으로 95.0~99.5질량% 함유하고, 상기 전체 회토류 원소의 산화물 환산량에 대해서 세륨을 산화물 환산량으로 54.5~95.0질량%, 란탄을 산화물 환산량으로 4.5~45.0질량%, 네오디뮴을 산화물 환산량으로 0.5~2.0질량% 함유하고, 불소 원자를 0.5~4.0질량% 함유하고, 상기 전체 회토류 원소의 산화물 환산량에 대해서 나트륨 원자를 0.001~0.50질량% 함유하는 세륨계 연마재.
- [0016] [2] 상기 [1]에 있어서, CuK α 선을 사용한 X선 회절 측정에 있어서의 상기 입방정 복합 산화 회토의 메인 피크의 강도에 대한 산불화 회토의 메인 피크의 강도의 비가 0.01~0.50인 세륨계 연마재.
- [0017] [3] 상기 [1] 또는 [2]에 기재된 세륨계 연마재를 제조하는 방법으로서, 세륨, 란탄, 및 네오디뮴을 함유하는 혼합 경회토 화합물을 500~1100℃에서 소성하여 혼합 산화 회토로 하고, 상기 혼합 산화 회토에 세륨, 란탄, 및 네오디뮴을 함유하는 불화 회토를 첨가하여 분쇄 및 소성하는 공정을 포함하고, 상기 소성보다 전에 나트륨 화합물을 첨가하는 세륨계 연마재의 제조 방법.
- [0018] [4] 상기 [3]에 있어서, 상기 불화 회토가 상기 혼합 경회토 화합물에 불화물을 첨가해서 400℃ 이하에서 열처리해서 얻어진 것인 세륨계 연마재의 제조 방법.
- [0019] [5] 상기 [3] 또는 [4]에 있어서, 상기 혼합 산화 회토와 첨가하는 상기 불화 회토의 혼합 질량비가 99:1~65:35인 세륨계 연마재의 제조 방법.
- [0020] [6] 상기 [3] 내지 [5] 중 어느 한 항에 있어서, 상기 나트륨 화합물이 탄산 수소나트륨, 탄산 나트륨, 아세트산 나트륨, 인산 나트륨, 황산 나트륨, 질산 나트륨, 옥살산 나트륨, 및 폴리악릴산 나트륨으로 이루어지는 군 중으로부터 선택되는 적어도 1종의 나트륨염인 세륨계 연마재의 제조 방법.
- [0021] (발명의 효과)
- [0022] 본 발명의 세륨계 연마재에 의하면 유리 기관 등의 표면 연마에 있어서 연마 속도가 높고, 또한 연마면에 있어서의 스크래치나 피트 등의 표면 결함의 발생 및 연마재 입자의 부착이 억제된 고품질인 연마면을 얻을 수 있다.
- [0023] 또한, 본 발명의 제조 방법에 의하면 상기 세륨계 연마재를 저비용이며 또한 우수한 생산 효율로 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0024] 도 1은 실시예 2의 세륨계 연마재의 X선 회절 스펙트럼을 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0025] 이하, 본 발명을 상세하게 설명한다.
- [0026] [세륨계 연마재]
- [0027] 본 발명의 세륨계 연마재는 입방정 복합 산화 회토 및 복합 산불화 회토를 포함하는 것이다. 그리고 전체 회토류 원소의 산화물 환산량(TREO)이 95.0~99.5질량%이며, 상기 TREO에 대해서 세륨을 산화물 환산량으로 54.5~95.0질량%, 란탄을 산화물 환산량으로 4.5~45.0질량%, 네오디뮴을 산화물 환산량으로 0.5~2.0질량% 함유하고 있다. 또한, 불소 원자를 0.5~4.0질량%, 상기 TREO에 대해서 나트륨 원자를 0.001~0.50질량% 함유하고 있다.
- [0028] 또한, TREO는 옥살산염 침전, 소성, 및 중량법에 의해 측정되고, 구체적으로는 후술하는 실시예에 기재된 방법에 의해 측정된다.
- [0029] 또한, 회토류 원소의 함유량은 유도 결합 플라즈마(ICP) 분석이나 형광 X선 분석 등의 기기 분석에 의해 측정할 수 있다. 본 발명에 있어서는 ICP 분석에 의한 측정값으로부터 회토류 원소를 산화물로서 환산한 값을 산화물 환산량으로 한다.
- [0030] 본 발명의 세륨계 연마재는 상기한 바와 같이 소정 비율로 세륨, 란탄, 및 네오디뮴을 함유하고, 또한 소정량의 나트륨 원자를 함유하는 것으로써 불소 원자 함유량이 비교적 적어도 높은 연마 속도를 유지할 수 있고, 또한 유리 등의 연마면에 있어서의 스크래치나 피트 등의 표면 결함의 발생 및 연마재 입자의 부착을 억제할 수 있어

고품질인 연마면을 얻을 수 있다.

- [0031] 본 발명의 세륨계 연마제는 실질적으로 입방정 복합 산화 희토 및 복합 산불화 희토로 이루어지는 것이다.
- [0032] 여기에서 입방정 복합 산화 희토란 희토류 원소를 RE로 나타내면, 예를 들면 RE₂O₃과 같이 나타내어지는 산화물이다. 또한, 복합 산불화 희토란, 예를 들면 REOF·REO와 같이 나타내어지는 불소 함유 화합물이다.
- [0033] 본 발명의 세륨계 연마제는 실질적으로 이들 화합물로 구성된다. 「실질적으로」란 상기 연마제의 결정 구조가 기본적으로 입방정 복합 산화 희토 및 복합 산불화 희토로 구성되어 있으며, X선 회절 측정에 있어서 이들 화합물 이외의 결정 피크는 거의 검출되지 않는 것을 의미한다. 단, 상기 결정 피크에는 상기 연마제 중의 희토류 원소 화합물 이외의 첨가제 등의 첨가에 기인하는 결정 피크는 포함시키지 않는 것으로 한다.
- [0034] 상기 세륨계 연마제는 TREO가 95.0~99.5질량%이며, 바람직하게는 95.2~99.3질량%, 보다 바람직하게는 95.5~99.0질량%이다.
- [0035] TREO가 95.0질량% 미만인 경우 연마에 기여하지 않는 입자가 많아지고, 연마 속도가 낮아지거나 연마면에 있어서의 스크래치 발생의 원인이 된다. 또한, 99.5질량%를 초과하면 상대적으로 불소 원자 및 나트륨 원자의 함유량이 적어지고, 이들 성분에 의한 높은 연마 속도의 유지, 연마면의 표면 결함의 억제 등의 효과가 얻어지지 않는다.
- [0036] 또한, 세륨의 함유량이 산화물 환산량으로 상기 TREO에 대해서 54.5~95.0질량%이며, 바람직하게는 58.0~95.0질량%, 보다 바람직하게는 60.0~92.0질량%이다.
- [0037] 상기 함유량이 54.5질량% 미만인 경우 연마에 기여하지 않는 입자가 많아지고, 연마 속도가 낮아지거나 연마면에 있어서의 스크래치 발생의 원인이 된다. 또한, 95.0질량%를 초과하면 상대적으로 다른 희토류 원소의 함유량이 적어지고, 연마면의 표면 결함의 억제 등의 효과가 충분히 얻어지지 않는다.
- [0038] 란탄의 함유량은 산화물 환산량으로 상기 TREO에 대해서 4.5~45.0질량%이며, 바람직하게는 6.0~40.0질량%, 보다 바람직하게는 9.0~35.0질량%이다. 또한, 네오디뮴의 함유량은 산화물 환산량으로 상기 TREO에 대해서 0.5~2.0질량%이며, 바람직하게는 0.5~1.5질량%, 보다 바람직하게는 0.5~1.0질량%이다.
- [0039] 란탄 및 네오디뮴의 각 함유량이 상기 범위 미만인 경우 연마면에 스크래치가 발생하기 쉬워지고, 상기 범위를 초과할 경우 연마 속도가 낮아지기 쉬운 경향이 있다.
- [0040] 또한, 상기 세륨계 연마제 중의 불소 원자의 함유량은 0.5~4.0질량%의 범위 내이며, 바람직하게는 0.7~4.0질량%, 보다 바람직하게는 0.9~4.0질량%이다.
- [0041] 상기 함유량이 0.5질량% 미만의 경우 연마 속도가 낮아지고, 4.0질량%를 초과할 경우 연마제 입자의 소결이 촉진되어 연마면에 스크래치가 발생하기 쉬워진다.
- [0042] 또한, 나트륨 원자의 함유량은 상기 TREO에 대해서 0.001~0.50질량%이며, 바람직하게는 0.002~0.40질량%이며, 보다 바람직하게는 0.005~0.30질량%이다.
- [0043] 상기 함유량이 0.001질량% 미만의 경우 연마 속도가 낮아지고, 또한 연마면에 연마제 입자가 부착되기 쉬워진다. 또한, 0.50질량%를 초과할 경우 연마제 입자의 소결이 촉진되어 연마 속도는 높아지지만, 연마면에 스크래치가 발생하기 쉬워진다.
- [0044] 상기 세륨계 연마제는 X선 회절 측정을 행한 경우의 입방정 복합 산화 희토에 기인하는 메인 피크(2θ)가 28.0° 이상에 위치하는 것이 바람직하다. 상기 메인 피크 위치가 이러한 범위인 것에 의해 연마 속도가 높아지고, 연마면에 스크래치가 발생하기 어려워지는 경향이 있다.
- [0045] 상기 X선 회절 측정은 X선 회절 측정 장치(rigaku co., ltd.제)로 X선 관구(Cu 양극), Ni막 필터를 사용하여 CuKα선, X선 발생 전압 40kV, 전류 30mA, 스캔 스피드 4.0° /분, 측정 스텝 0.02° /분, 발산 슬릿 및 산란 슬릿 1° , 수광 슬릿 0.3mm의 조건으로 측정한 값이다.
- [0046] 상기 X선 회절 측정에 있어서 입방정 복합 산화 희토의 메인 피크의 강도에 대한 산불화 희토의 메인 피크의 강도의 비가 0.01~0.50인 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 0.05~0.40, 더 바람직하게는 0.06~0.34의 범위 내이다.
- [0047] 여기에서 피크의 강도란 회절 강도의 최대값을 의미한다. 상기 세륨계 연마제에 있어서의 산불화 희토의 메인

피크(2θ) 위치는 26.7° 전후이다.

- [0048] 메인 피크의 강도비가 상기 범위 내이면, 세륨계 연마재 중의 산화 란탄에 기인하는 연마 속도의 저하나 연마면에 있어서의 표면 결함의 발생이 충분히 억제된다.
- [0049] 상기 세륨계 연마재의 비표면적은 2.0~8.0m²/g인 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 2.5~8.0m²/g, 더 바람직하게는 2.7~8.0m²/g이다. 비표면적은 BET법에 의해 측정된다.
- [0050] 비표면적이 2.0m²/g² 이상이면 연마면에 있어서의 스크래치의 발생이 억제되고, 8.0m²/g 이하이면 충분히 높은 연마 속도를 유지할 수 있다.
- [0051] 또한, 상기 세륨계 연마재의 평균 입경 D50은 연마 대상이나 연마 조건 등에도 의하지만, 0.5~3.0μm인 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 0.7~2.0μm, 더 바람직하게는 0.8~1.7μm이다.
- [0052] 또한, 본 발명에서 말하는 평균 입경 D50은 입도 분포 측정 장치(코울터 멀티 사이저; Beckman Coulter, Inc.제)를 사용하여 30μm 애퍼처 튜브로 측정된 체적 분포 50% 누적값에 있어서의 입자 지름에 상당하는 것이다.
- [0053] 본 발명의 세륨계 연마재는 통상 분말형상으로 취급되지만, 연마 시에는, 예를 들면 물 등의 분산매에 분산시켜서 슬러리의 상태로 사용된다. 슬러리 중의 연마재의 분산 농도는 연마 대상이나 연마 조건 등에 의해 적당히 조정되지만, 통상 1.0~30.0질량%이다.
- [0054] 슬러리의 분산매로서는 물이나 수용성 유기 용매가 적합하게 사용되고, 통상 물이 사용된다. 수용성 유기 용매로서는 알코올, 다가 알코올, 아세톤, 테트라히드로푸란 등을 들 수 있다.
- [0055] 또한, 상기 슬러리에는 필요에 따라 분산성 향상, 침강 방지, 안정성 향상, 및 작업성 향상 등을 위해 에틸렌글리콜, 폴리에틸렌글리콜 등의 글리콜류; 트리폴리인산, 헥사메타인산염 등의 인산염; 폴리아크릴산염 등의 고분자 분산제, 메틸셀룰로오스, 카르복시메틸셀룰로오스 등의 셀룰로오스에테르류, 폴리비닐알코올 등의 수용성 고분자를 첨가해도 좋다. 이들 각 첨가량은 상기 세륨계 연마재의 슬러리 중의 고형분 질량에 대해서 통상 0.05~20질량%이며, 바람직하게는 0.1~15질량%, 보다 바람직하게는 0.1~10질량%이다.
- [0056] 본 발명의 세륨계 연마재는 특히 광 디스크나 자기 디스크용의 유리 기관, 액정 디스플레이용의 유리 기관, 컬러 필터나 포토 마스크용의 유리 기관, 광학렌즈용의 유리 기관 등 각종 유리재 및 유리 제품의 마무리 연마에 적합하게 사용된다.
- [0057] 본 발명의 세륨계 연마재를 사용하여 연마된 유리 기관 등은 연마면으로의 스크래치나 피트 등의 표면 결함의 발생 및 연마재 입자의 부착이 억제되어 고품질인 연마면이 얻어진다.
- [0058] [세륨계 연마재의 제조 방법]
- [0059] 본 발명의 세륨계 연마재의 제조 방법은 상기와 같은 세륨계 연마재를 제조하는 방법으로서, 세륨, 란탄, 및 네오디뮴을 함유하는 혼합 경희토 화합물을 500~1100℃에서 소성해서 혼합 산화 희토로 하고, 상기 혼합 산화 희토에 세륨, 란탄, 및 네오디뮴을 함유하는 불화 희토를 첨가해서 분쇄 및 소성하는 공정을 포함하고, 상기 소성보다 전에 나트륨 화합물을 첨가하는 것을 특징으로 하는 것이다.
- [0060] 나트륨 화합물의 첨가 혼합은 소성하기 전이면 언제이어도 좋고, 혼합 산화 희토에 불화 희토를 첨가할 때이어도, 나트륨 화합물 이외의 피소성물 원료를 분쇄한 후이어도, 분쇄 시이어도, 소성 직전이어도 좋다. 이러한 나트륨 화합물의 소성보다 전에 있어서의 첨가에 의해 상술한 본 발명의 세륨계 연마재를 효율적으로 제조할 수 있다.
- [0061] 구체적으로는 세륨, 란탄, 및 네오디뮴을 함유하는 혼합 경희토 화합물을 500~1100℃에서 소성해서 혼합 산화 희토로 하는 공정(1)과, 상기 혼합 산화 희토에 세륨, 란탄, 및 네오디뮴을 함유하는 불화 희토를 첨가해서 습식 분쇄하고, 이것에 나트륨 화합물을 첨가 혼합해서 피소성물 원료를 조제하는 공정(2)과, 상기 피소성물 원료를 건조한 후, 소성하고, 과쇄하고, 분급하는 공정(3)을 거침으로써 제조하는 것이 바람직하다.
- [0062] 이하, 각 공정을 순차적으로 설명한다.
- [0063] (공정(1))
- [0064] 우선, 세륨, 란탄, 및 네오디뮴을 함유하는 혼합 경희토 화합물을 500~1100℃에서 소성해서 혼합 산화 희토로

한다.

- [0065] 여기에서 「혼합 경희토 화합물」이란 알칼리 금속, 알칼리 토류 금속, 및 방사성 물질 등의 비희토류 성분(불순물질), 및 중중(中重) 희토의 함유량이 저감된 세륨을 주성분으로 하는 혼합 탄산 희토, 혼합 옥살산 희토나 혼합 수산화 희토 등을 말한다.
- [0066] 상기 혼합 경희토 화합물을 얻기 위한 방법은 특히 한정되는 것은 아니지만, 희토류 원소를 포함하는 광석으로부터 희토류 원소 이외의 불순물질 및 중중 희토를 화학적으로 분리 제거함으로써 얻는 것이 바람직하다.
- [0067] 희토류 원소를 포함하는 광석으로서 천연에 존재하는 경희토류 원소인 세륨, 란탄, 네오디뮴, 및 프라세오디뮴을 많이 포함하는 바스트나이스석이나 모나자이트 등의 희토 정광이 적합하게 사용된다. 이러한 원료 광석으로부터 불순물질 및 중중 희토를 화학적으로 분리 제거하고, 이들 함유량이 저감된 세륨을 주성분으로 하는 혼합 탄산 희토, 혼합 옥살산 희토나 혼합 수산화 희토 등의 혼합 경희토 화합물을 얻는다.
- [0068] 여기에서 「중중 희토」란 프로메튬(Pm)보다 원자 번호가 큰 희토류를 말하는 것으로 한다. 또한, 「세륨을 주성분으로 한다」란 희토류 원소 중 세륨의 함유량이 가장 많은 산화물 환산량으로 TREO에 대해서 40질량%이상, 보다 바람직하게는 50질량%이상, 더 바람직하게는 60질량%이상인 것을 의미한다.
- [0069] 불순물질을 화학적으로 분리 제거하는 방법으로서 황산 배소가 일반적인 방법이다. 황산 배소는 분쇄된 상기 원료 광석을 황산과 함께 배소해서 황산염을 생성하고, 이 황산염을 물에 용해해서 불순물질을 불용물로서 제거하는 방법이다.
- [0070] 중중 희토를 화학적으로 분리 제거하는 방법으로서 용매 추출법이 일반적이다. 구체적으로는 상기와 같이 해서 원료 광석으로부터 불순물질을 분리 제거한 후, 수산화 나트륨 등의 알칼리에 의해 혼합 수산화 희토로 하고, 이것을 염산으로 용해해서 혼합 염화 희토 수용액으로서 유기 용매를 사용하여 용매 추출함으로써 중중 희토를 제거한다. 또한, 이 용매 추출에 있어서 필요에 따라 추출의 정도나 첨가제 등의 사용 등의 공지의 방법에 의해 세륨, 란탄, 및 네오디뮴의 함유량을 조정할 수 있다.
- [0071] 이렇게 해서 불순물질 및 중중 희토를 분리 제거함으로써 혼합 경희토 화합물이 얻어지지만, 혼합 산화 희토의 원료로 하는 혼합 경희토 화합물은 상기 분리 제거의 처리 후, 탄산 나트륨이나 중탄산 암모늄, 옥살산 등에 의해 탄산염 또는 옥살산염으로 한 혼합 탄산 희토 또는 혼합 옥살산 희토를 포함하고 있어도 좋다. 또한, 불순물질 및 중중 희토를 분리 제거한 혼합 경희토 화합물 중의 불순물질의 함유량이 1질량% 이하, 중중 희토의 함유량이 산화물 환산량으로 1질량% 이하까지 저감되어 있으면 좋다.
- [0072] 혼합 경희토 화합물은, 예를 들면 혼합 탄산 희토인 경우 TREO가 45~55질량%이며, 상기 TREO에 대해서 세륨의 함유량이 산화물 환산량으로 54.5~95.0질량%, 란탄의 함유량이 산화물 환산량으로 4.5~45.0질량%, 네오디뮴의 함유량이 산화물 환산량으로 0.5~2.0질량%이며, 탄산을 제외하는 비희토류 성분의 함유량은 0.5질량% 이하이며, 나머지는 탄산인 것이 바람직하다.
- [0073] 상기 혼합 경희토 화합물을 500~1100℃에서 소성해서 혼합 산화 희토로 한다.
- [0074] 이와 같이, 혼합 산화 희토는 상기 혼합 경희토 화합물을 상기 범위 내의 온도에서 소성해서 산화물로 함으로써 얻을 수 있다.
- [0075] 소성 온도는 혼합 희토 화합물의 조성에 따라 적당히 조정되지만, 바람직하게는 600~1000℃, 보다 바람직하게는 700~900℃이다. 소성 시간은 0.5~24시간인 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 1~12시간, 더 바람직하게는 1.5~5시간이다.
- [0076] (공정(2))
- [0077] 공정(1)에서 얻어진 혼합 산화 희토에 세륨, 란탄, 및 네오디뮴을 함유하는 불화 희토를 첨가해서 습식 분쇄하고, 이것에 나트륨 화합물을 첨가 혼합해서 피소성물 원료를 조제한다.
- [0078] 분쇄되는 혼합물은 혼합 산화 희토를 주원료, 불화 희토를 부원료로 하고, 이들을 소정의 비율로 함유하는 것이 바람직하다. 혼합 산화 희토와 불화 희토의 혼합비는 제조하는 세륨계 연마제에 요구되는 불소 원자 함유량에 따라 적당히 결정된다. 즉, 불화 희토의 혼합비를 변경함으로써 세륨계 연마제 중의 불소 원자 함유량을 용이하게 조정할 수 있다. 또한, 제조하는 세륨계 연마제 중에 미반응인 채로 불화 희토가 잔류하면 단단한 입자가 되어 연마면에 있어서의 스크래치의 원인이 될 우려가 있기 때문에 불화 희토의 혼합비는 혼합 산화 희토보다 적은 것이 바람직하다. 이러한 관점으로부터 혼합 산화 희토와 불화 희토의 혼합비는 질량비로 99:1~65:35

인 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 97:3~77:23, 더 바람직하게는 95:5~81:19이다.

- [0079] 불화 희토는 세륨을 주성분으로 하는 것이 바람직하고, 또한 TREO가 60~90질량%인 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 65~88질량%, 더 바람직하게는 75~85질량%이다. 또한, 불소 원자 함유량은 20~30질량%인 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 22~29질량%, 더 바람직하게는 25~28질량%이다.
- [0080] 또한, 이러한 불화 희토는 상기 혼합 경희토 화합물에 불산, 불화 암모늄 또는 산성 불화 암모늄 등의 불화물을 불소원으로서 첨가하고, 400℃ 이하에서 열처리함으로써 얻을 수 있다.
- [0081] 상기 범위 내의 온도에서 열처리한 불화 희토에 의하면 상기 불화 희토 중의 불소와 불화 희토와 혼합되는 혼합 산화 희토의 반응성이 양호해져서 불화 희토의 단단한 입자의 잔류가 억제되기 때문에 바람직하다.
- [0082] 또한, 상기 혼합물은 혼합 산화 희토 및 불화 희토 이외에 세륨, 란탄, 및 네오디뮴을 함유하는 혼합 탄산 희토를 첨가해도 좋다.
- [0083] 습식 분쇄는 혼합 산화 희토와 불화 희토를 균등하게 혼합 분쇄하는 관점으로부터 습식 볼밀 등의 매체 밀을 사용하여 행하는 것이 바람직하다. 분산매로서는 물이 적합하게 사용된다. 이에 따라 혼합 슬러리가 얻어진다.
- [0084] 상기 혼합물의 습식 분쇄 후의 입자 지름은 후의 공정에서의 취급성 등의 관점으로부터 평균 입경 D50이 0.5~3.0 μ m인 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 0.7~2.8 μ m, 더 바람직하게는 0.9~2.5 μ m이다.
- [0085] 상기 습식 분쇄에 의해 얻어진 혼합 슬러리에 나트륨 화합물을 첨가 혼합해서 피소성물 원료로 한다. 즉, 피소성물 원료는 혼합 산화 희토, 불화 희토, 및 나트륨 화합물을 포함하는 것이다. 또한, 상술한 바와 같이 혼합 탄산 희토를 포함하고 있어도 좋다.
- [0086] 첨가하는 나트륨 화합물로서는 구체적으로는 탄산 수소나트륨, 탄산 나트륨, 아세트산 나트륨, 각종 인산 나트륨, 황산 나트륨, 질산 나트륨, 또한 옥살산 나트륨 등의 유기산 나트륨, 폴리아크릴산 등의 유기 고분자의 나트륨염 등을 들 수 있다. 이들 중에서도 탄산 수소나트륨이 바람직하다. 이들 나트륨염은 단독으로 사용해도, 2종 이상 병용해도 좋다.
- [0087] 나트륨 화합물의 첨가량은 얻어지는 세륨계 연마재 중의 나트륨 원자의 함유량이 상술한 범위를 만족시키도록 적당히 조정된다.
- [0088] (공정(3))
- [0089] 공정(2)에서 얻어진 피소성물 원료를 건조한 후, 소성하고, 파쇄하고, 분급함으로써 세륨계 연마재가 얻어진다.
- [0090] 건조, 소성, 파쇄, 및 분급은 종래의 세륨계 연마재의 제조에 있어서 적용되는 방법과 마찬가지로 행할 수 있다.
- [0091] 또한, 소성에 의해 피소성물 원료를 충분히 반응시키는 관점으로부터 소성 온도는 600~1200℃인 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 650~1150℃, 더 바람직하게는 700~1100℃이다. 소성 시간은 0.5~48시간인 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 1~36시간, 더 바람직하게는 1.5~24시간이다. 소성 분위기는 대기중인 것이 바람직하다.
- [0092] 실시예
- [0093] 이하, 본 발명을 실시예에 의해 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.
- [0094] (실시예 1)
- [0095] TREO가 47질량%, 중중 희토를 산화물 환산으로 2질량%, 네오디뮴을 산화물 환산으로 8질량% 함유하는 원료 광석(희토 정광)을 황산 배소 및 용매 추출법에 의해 처리하고, 비희토류 성분인 불순물질을 1질량% 이하, 중중 희토를 산화물 환산으로 1질량% 이하로 저감하고, 희토류 원소의 함유량을 조정하여 혼합 경희토 화합물로 했다. 이 혼합 경희토 화합물은 TREO에 대해서 세륨을 산화물(CeO₂) 환산량으로 64.6질량%, 란탄을 산화물(La₂O₃) 환산량으로 34.6질량%, 네오디뮴을 산화물(Nd₂O₃) 환산량으로 0.7질량% 함유하고 있었다.
- [0096] 이 혼합 경희토 화합물을 중탄산 암모늄으로 처리하여 혼합 탄산 희토를 얻었다. 또한, 혼합 탄산 희토는 TREO가 49질량%이었다.
- [0097] 이 혼합 탄산 희토 2kg을 전기로를 사용하여 800℃에서 2시간 열처리해서 혼합 산화 희토로 했다. 또한, 혼합 산화 희토는 TREO가 93질량%이었다.

- [0098] 또한, 상기 혼합 경회토 화합물의 일부에 불산을 추가하여 400℃에서 2시간 열처리해서 불화 회토를 얻었다. 이 불화 회토는 TREO가 85질량%이며, 상기 TREO에 대해서 세륨을 산화물 환산량으로 64.6질량%, 란탄을 산화물 환산량으로 34.6질량%, 네오디뮴을 산화물 환산량으로 0.7질량% 함유하고, 불소 원자를 27질량% 함유하고 있었다.
- [0099] 이 불화 회토 100g과, 상기 혼합 산화 회토 900g을 혼합하고, 물 600g을 첨가하여 습식 분말(분쇄 매체: 직경 5 mm 지르코니아제 볼)로 분쇄하고, 평균 입경 D50이 1.7 μ m의 입자를 포함하는 슬러리를 얻었다.
- [0100] 이 슬러리에 나트륨 화합물로서 탄산 수소나트륨 5g을 첨가 혼합하여 피소성물 원료를 조제했다.
- [0101] 표 1에 피소성물 원료에 사용한 혼합 산화 회토 및 불화 회토에 있어서의 TREO, 회토류 원소, 및 불소 원자의 함유량을 나타낸다.
- [0102] 그리고 이 피소성물 원료를 열풍 건조기로 100℃에서 건조한 후, 전기로를 사용하여 1100℃에서 2시간 소성했다. 얻어진 소성체를 방랭 후, 과쇄, 분급하여 세륨계 연마재를 제작했다.
- [0103] (실시예 2~16 및 비교예 1~6)
- [0104] 하기 표 1에 나타내는 바와 같은 TREO, 회토류 원소 함유량, 및 불소 원자 함유량인 혼합 산화 회토 및 불화 회토를 사용하여 나트륨 화합물의 종류 및 첨가(배합)량, 및 조제한 피소성물 원료의 소성 온도를 하기 표 2에 나타내는 조건으로 하고, 그 이외는 실시예 1과 마찬가지로 해서 세륨계 연마재를 제작했다.
- [0105] 단, 슬러리 중의 분쇄한 분체의 평균 입경 D50을 실시예 13은 1.0 μ m, 실시예 14는 2.0 μ m로 했다.

표 1

		함유량 (질량%)					F
		TREO	[CeO ₂] /TREO	[La ₂ O ₃] /TREO	[Nd ₂ O ₃] /TREO	[Pr ₆ O ₁₁] /TREO	
실 시 예	1 혼합 산화 희토	93	64.6	34.6	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	64.6	34.6	0.7	0.1	27
	2 혼합 산화 희토	93	64.6	34.6	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	64.6	34.6	0.7	0.1	27
	3 혼합 산화 희토	93	64.6	34.6	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	64.6	34.6	0.7	0.1	27
	4 혼합 산화 희토	93	64.6	34.6	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	64.6	34.6	0.7	0.1	27
	5 혼합 산화 희토	93	64.7	34.7	0.5	0.1	-
	불화 희토	85	64.7	34.7	0.5	0.1	27
	6 혼합 산화 희토	93	64.5	34.5	1.0	0.1	-
	불화 희토	85	64.5	34.5	1.0	0.1	27
	7 혼합 산화 희토	93	70.0	29.2	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	70.0	29.2	0.7	0.1	27
	8 혼합 산화 희토	93	80.0	19.2	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	80.0	19.2	0.7	0.1	27
	9 혼합 산화 희토	93	90.0	9.2	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	90.0	9.2	0.7	0.1	27
	10 혼합 산화 희토	93	64.6	34.6	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	64.6	34.6	0.7	0.1	27
	11 혼합 산화 희토	93	64.6	34.6	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	64.6	34.6	0.7	0.1	27
	12 혼합 산화 희토	93	64.6	34.6	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	64.6	34.6	0.7	0.1	27
	13 혼합 산화 희토	93	64.6	34.6	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	64.6	34.6	0.7	0.1	27
	14 혼합 산화 희토	93	64.6	34.6	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	64.6	34.6	0.7	0.1	27
	15 혼합 산화 희토	93	64.6	34.6	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	64.6	34.6	0.7	0.1	27
	16 혼합 산화 희토	93	64.6	34.6	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	64.6	34.6	0.7	0.1	27
비 교 예	1 혼합 산화 희토	93	64.6	34.6	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	64.6	34.6	0.7	0.1	27
	2 혼합 산화 희토	93	64.6	34.6	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	64.6	34.6	0.7	0.1	27
	3 혼합 산화 희토	93	64.6	34.6	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	64.6	34.6	0.7	0.1	27
	4 혼합 산화 희토	93	64.9	34.9	0.1	0.1	-
	불화 희토	85	64.9	34.9	0.1	0.1	27
	5 혼합 산화 희토	93	64.6	34.6	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	64.6	34.6	0.7	0.1	27
	6 혼합 산화 희토	93	64.6	34.6	0.7	0.1	-
	불화 희토	85	64.6	34.6	0.7	0.1	27

[0106]

[0107] [연마재의 함유 성분]

[0108] 상기 실시예 및 비교예에서 얻어진 각 세립계 연마재에 대해서 TREO, TREO에 대한 각 희토류 원소의 산화물 환산량, 불소 원자 함유량, 및 TREO에 대한 나트륨 원자 함유량을 하기 표 2에 정리하여 나타낸다. 이들 측정 방법은 이하와 같다.

[0109] TREO는 연마재를 산용해하고, 용액에 암모니아수를 첨가해서 침전물을 발생시키고, 이 침전물을 여과, 세정해서 알칼리 금속을 제거한 후, 다시 산용해하고, 용액에 옥살산을 첨가해서 침전물을 발생시키고, 이 침전물을 소성해서 중량법으로 측정했다.

[0110] TREO에 대한 각 희토류 원소의 산화물 환산량은 연마재를 산용해하고, ICP 발광 분광 분석(ICP-AES)법에 의해 측정했다.

[0111] 불소 원자 함유량은 연마재를 알칼리 용융해서 온수 추출하여 불화물 이온 전극법에 의해 측정했다.

[0112] 나트륨 원자 함유량은 연마재를 산용해한 후, 원자 흡광법으로 측정했다.

- [0113] [연마재의 물성 측정]
- [0114] 상기 실시예 및 비교예에서 얻어진 각 세립계 연마재에 대해서 평균 입경 D50, X선 회절 측정(CuK α 선)에 있어서의 입방정 복합 산화 희토의 메인 피크의 강도에 대한 산불화 희토의 메인 피크의 강도의 비(피크 강도비) 및 비표면적을 하기 표 2에 정리해서 나타낸다. 이들의 측정 방법은 이하와 같다.
- [0115] 평균 입경 D50은 입도 분포 측정 장치(코울터 멀티 사이저; Beckman Coulter, Inc.제)로 30 μ m 애퍼처 튜브로 측정하고, 체적 분포 50% 누적값에 있어서의 입자 지름에 상당한다.
- [0116] X선 회절 측정에 있어서의 피크 강도비는 X선 회절 측정 장치(rigaku co., ltd.제)로 X선 관구(Cu 양극), Ni박 필터를 사용하여 CuK α 선, X선 발생 전압 40kV, 전류 30mA, 스캔 스피드 4.0° / 분, 측정 스텝 0.02° / 분, 발산 슬릿 및 산란 슬릿 1°, 수광 슬릿 0.3mm의 조건으로 X선 회절 측정을 행하고, 28.2° 이상에 위치하는 입방정 복합 산화 희토의 메인 피크의 강도의 최대값과, 26.7° 전후에 위치하는 산불화 희토의 메인 피크(2 θ)의 강도의 최대값의 비를 구했다. 도 1에 대표예로서 실시예 2의 세립계 연마재의 X선 회절 스펙트럼을 나타낸다.
- [0117] 비표면적은 JIS R 1626-1996(파인 세라믹 본체의 기체 흡착 BET법에 의한 비표면적의 측정 방법)의 「6.2 유동법(3.5) 일점법」에 준거하여 측정했다. 흡착질 기체에는 질소를 사용했다.
- [0118] [연마 시험]
- [0119] 상기 실시예 및 비교예에서 얻어진 각 세립계 연마재를 사용하여 농도 10질량%로 물에 분산시킨 연마재 슬러리를 조제했다. 이 연마제 슬러리를 사용하여 TFT 액정 디스플레이용 무알칼리 유리 기판의 연마 시험을 이하의 조건에서 행했다.
- [0120] 연마기: 편면 연마기
- [0121] 가공물: 5cm \times 5cm 무알칼리 유리, 면적 25cm 2
- [0122] 가공 매수: 1매/배치 \times 3배치
- [0123] 연마 패드: 발포 폴리우레탄 패드
- [0124] 하정반 회전수: 260rpm
- [0125] 가공 압력: 80g/cm 2
- [0126] 연마 시간: 20분
- [0127] 상기 연마 시험에 있어서의 연마 속도, 연마면에 있어서의 스크래치, 및 부착물의 유무의 평가 결과를 표 2에 정리해서 나타낸다. 이들의 평가 방법은 이하와 같다.
- [0128] 연마 속도는 유리 기판 1매당 4점으로 연마 전의 두께를 마이크로미터로 4점 측정하고, 이들의 평균값과 연마 전후의 중량 변화로부터 구했다.
- [0129] 스크래치는 미분 간섭 현미경으로 배율 50배로 유리 표면을 관찰하고, 연마면 1면당 스크래치의 개수를 계측했다.
- [0130] 부착물은 할로겐 광 10만럭스의 광원하에서 관찰하여 유무를 확인했다. 표 2의 평가 결과에 있어서는 연마면 1면당 연마제 입자의 부착수가 0개인 경우를 \odot , 1개인 경우를 \circ , 2~9개인 경우를 \triangle , 10개 이상인 경우를 \times 로 해서 나타낸다.

표 2

비교예	배합량 (g)				소성 온도 (°C)	함유량 (질량%)							D50 (μm)	피크 강도 비	비표면적 (m ² /g)	연마 속도 (μm/min)	스크래치 (개)	부착률
	혼합 산화 입도	불화 입도	나트륨 화합물	나트륨 수산화물		TREO	[CaO] ₂ / TREO	[La ₂ O ₃] / TREO	[Nd ₂ O ₃] / TREO	[Pr ₆ O ₁₁] / TREO	F	Na / TREO						
1	900	100	탄산 수산화물: 5	탄산 수산화물: 5	1100	97.5	64.6	34.6	0.7	0.1	2.4	0.15	1.3	0.16	3.4	0.43	10	○
2	835	165	탄산 수산화물: 5	탄산 수산화물: 5	1040	95.9	64.6	34.6	0.7	0.1	3.9	0.15	1.3	0.27	3.4	0.45	11	○
3	835	165	탄산 수산화물: 2	탄산 수산화물: 2	1090	96.0	64.6	34.6	0.7	0.1	3.9	0.06	1.3	0.20	3.4	0.45	17	○
4	835	165	탄산 수산화물: 10	탄산 수산화물: 10	990	95.8	64.6	34.6	0.7	0.1	3.9	0.30	1.3	0.32	3.4	0.45	15	○
5	835	165	탄산 수산화물: 5	탄산 수산화물: 5	1040	95.9	64.7	34.7	0.5	0.1	3.9	0.15	1.3	0.26	3.4	0.45	19	○
6	835	165	탄산 수산화물: 5	탄산 수산화물: 5	1040	95.9	64.5	34.5	1.0	0.1	3.9	0.15	1.3	0.28	3.4	0.45	17	○
7	835	165	탄산 수산화물: 5	탄산 수산화물: 5	1000	95.9	70.0	29.2	0.7	0.1	3.9	0.15	1.3	0.22	3.4	0.45	18	○
8	880	120	탄산 수산화물: 5	탄산 수산화물: 5	970	95.9	80.0	19.2	0.7	0.1	2.9	0.15	1.3	0.17	3.4	0.45	22	○
9	900	100	탄산 수산화물: 5	탄산 수산화물: 5	940	95.9	90.0	9.2	0.7	0.1	2.4	0.15	1.3	0.14	3.4	0.45	24	○
10	950	50	탄산 수산화물: 0.2	탄산 수산화물: 0.2	1020	98.8	90.0	9.2	0.7	0.1	0.9	0.01	1.3	0.07	3.4	0.45	19	○
11	950	50	탄산 수산화물: 5	탄산 수산화물: 5	1000	98.6	90.0	9.2	0.7	0.1	0.9	0.15	1.3	0.11	3.4	0.45	20	○
12	835	165	탄산 수산화물: 5	탄산 수산화물: 5	1040	95.9	64.6	34.6	0.7	0.1	3.9	0.15	0.9	0.26	8.0	0.44	13	○
13	835	165	탄산 수산화물: 5	탄산 수산화물: 5	1040	95.9	64.6	34.6	0.7	0.1	3.9	0.15	1.6	0.28	3.0	0.44	25	○
14	835	165	탄산 수산화물: 5	탄산 수산화물: 5	1090	95.9	64.6	34.6	0.7	0.1	3.9	0.15	1.6	0.27	2.7	0.46	31	○
15	835	165	탄산 나트륨: 3.2	탄산 나트륨: 3.2	1040	95.9	64.6	34.6	0.7	0.1	3.9	0.15	1.3	0.28	3.4	0.45	12	○
16	835	165	아세트산 나트륨: 5	아세트산 나트륨: 5	1040	95.9	64.6	34.6	0.7	0.1	3.9	0.15	1.3	0.27	3.4	0.45	14	○
1	800	200	탄산 수산화물: 5	탄산 수산화물: 5	960	95.1	64.6	34.6	0.7	0.1	4.7	0.15	1.3	0.35	3.4	0.45	87	○
2	762	238	탄산 수산화물: 5	탄산 수산화물: 5	880	94.3	64.6	34.6	0.7	0.1	5.6	0.15	1.3	0.40	3.4	0.45	98	○
3	835	165	탄산 수산화물: -	탄산 수산화물: -	1130	96.1	64.6	34.6	0.7	0.1	3.9	0	1.3	0.16	3.4	0.39	53	x
4	835	165	탄산 수산화물: 5	탄산 수산화물: 5	1040	95.9	64.9	34.9	0.1	0.1	3.9	0.15	1.3	0.30	3.4	0.45	59	○
5	835	165	탄산 수산화물: 20	탄산 수산화물: 20	990	95.5	64.6	34.6	0.7	0.1	3.9	0.60	1.3	0.36	3.4	0.45	90	○
6	983	17	탄산 수산화물: 5	탄산 수산화물: 5	1160	99.4	64.6	34.6	0.7	0.1	0.4	0.15	1.3	0	3.4	0.30	43	x

[0131]

[0132]

[0133]

[0134]

표 2로부터 알 수 있는 바와 같이 실시예 1~16은 연마 속도가 높고, 또한 연마면에 있어서의 스크래치의 발생이 억제되며, 또한 연마제 입자가 거의 부착되지 않는 고품질인 연마면이 얻어지는 것이 확인되었다.

이에 대해서 불소 원자 함유량이 많은 경우(비교예 1, 2), 네오디뮴의 함유량이 적은 경우(비교예 4), 나트륨 원자 함유량이 많은 경우(비교예 5)에는 연마 속도는 높지만 스크래치의 발생이 많았다.

또한, 나트륨 원자를 포함하지 않는 경우(비교예 3), 불소 원자 함유량이 적은 경우(비교예 6)에는 연마 속도는 낮고, 연마면으로의 연마제 입자의 부착도 관찰되어 연마면의 품질도 뒤떨어지고 있었다. 또한, 이 경우 소성 온도를 1100℃를 초과하는 온도까지 높게 하지 않으면, 실시예 2와 동등한 비표면적을 갖는 연마제가 얻어지지 않았다.

도면
도면1

