

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B1)

(11) 特許番号

特許第5850192号
(P5850192)

(45) 発行日 平成28年2月3日(2016.2.3)

(24) 登録日 平成27年12月11日(2015.12.11)

(51) Int.Cl. F 1
B 2 4 B 57/02 (2006.01) B 2 4 B 57/02
B 2 4 B 37/34 (2012.01) B 2 4 B 37/00 X

請求項の数 4 (全 14 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2015-55772 (P2015-55772) (22) 出願日 平成27年3月19日 (2015.3.19) 審査請求日 平成27年7月7日 (2015.7.7)</p> <p>早期審査対象出願</p>	<p>(73) 特許権者 000001270 コニカミノルタ株式会社 東京都千代田区丸の内二丁目7番2号</p> <p>(74) 代理人 110001254 特許業務法人光陽国際特許事務所</p> <p>(72) 発明者 乾 智恵 東京都千代田区丸の内二丁目7番2号 コ ニカミノルタ株式会社内</p> <p>(72) 発明者 前澤 明弘 東京都千代田区丸の内二丁目7番2号 コ ニカミノルタ株式会社内</p> <p>(72) 発明者 永井 佑樹 東京都千代田区丸の内二丁目7番2号 コ ニカミノルタ株式会社内</p> <p style="text-align: right;">最終頁に続く</p>
--	---

(54) 【発明の名称】 研磨材の回収方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ケイ素を主成分として含む被研磨物を研磨した研磨材スラリーから研磨材を回収する研磨材の回収方法であって、

pH調整剤を使用しない条件下、少なくとも下記工程1から工程3を経て被研磨物成分を除去し、研磨材を回収し、かつ

前記研磨材スラリーに含有される被研磨物成分の濃度に応じて、少なくとも前記工程1で添加する溶媒量を調整することを特徴とする研磨材の回収方法。

工程1：前記研磨材スラリーに溶媒を加える工程

工程2：前記研磨材スラリーに含有されている前記被研磨物成分のうちの被研磨物粒子を溶解する工程

工程3：前記研磨材スラリーを濾過して研磨材を回収する工程

【請求項 2】

前記被研磨物成分の濃度が、前記被研磨物の飽和溶解度の1.8倍以下になるように前記溶媒を前記研磨材スラリーに加えて調整することを特徴とする請求項1に記載の研磨材の回収方法。

【請求項 3】

前記工程2で、前記溶媒を前記研磨材スラリーに加えた後、加温をすることを特徴とする請求項1又は請求項2に記載の研磨材の回収方法。

【請求項 4】

10

20

前記研磨材スラリーの温度が、40～90 の範囲内になるように加温をすることを特徴とする請求項3に記載の研磨材の回収方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、研磨材の回収方法に関する。より詳しくは、被研磨物成分を溶媒に溶解させることにより純度の高い研磨材を回収することができる研磨材の回収方法に関する。

【背景技術】

【0002】

光学ガラスや水晶発振子を仕上工程で精密研磨する研磨材としては、従来、ダイヤモンド、窒化ホウ素、炭化ケイ素、アルミナ、アルミナジルコニア、酸化ジルコニウム、酸化セリウム等に代表される高い硬度を有する微粒子が使用されている。

これらの研磨材は、硬度が高い微粒子であるため、光学レンズや半導体シリコン基板、水晶ウエハー及び液晶画面のガラス板など、電子部品関係の光学研磨材として鏡面に研磨するために多量に使用されている。

【0003】

研磨方法としては、研磨パッド等の研磨部材と被研磨物との間に研磨材スラリーを介させた状態で研磨を行うCMP (Chemical Mechanical Polishing) が採用されている。

これらの研磨材スラリーは、研磨を行うことにより研磨材スラリー中に被研磨物含有量が多くなると加工レートが低下するため、廃棄されている。

一般に、研磨材の主構成元素の中には、日本国内では産出しない鉱物から得られるものもあるため、一部では輸入に頼っている資源であり、かつ材料価格としても高価なものも多く、使用量も多い重要な資源であり、その再利用を強く望まれている資源の一つである。

【0004】

研磨材を回収する上で重要となるのが、被研磨物由来の成分を回収したスラリーから除去することであり、例えば特許文献1及び特許文献2には、被研磨物由来の成分を溶解させるために分散剤や電解質を添加する方法が開示されている。

しかし、これらの方法では、回収したスラリーに異物が混入しやすく、純度の低下につながるという問題があった。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特開2003-205460号公報

【特許文献2】特開平6-254764号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明は、上記問題に鑑みてなされたものであり、その解決課題は、使用済み研磨材を含有する回収スラリーから、簡易な方法で高純度の研磨材を回収することができる研磨材の回収方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明者は、上記課題を解決すべく、上記問題の原因等について検討する過程において、ケイ素を主成分として含む被研磨物を研磨した研磨材スラリーから研磨材を回収する研磨材の回収方法であって、

pH調整剤を使用しない条件下、少なくとも前記研磨材スラリーに溶媒を加え、研磨材スラリーに含有されている被研磨物粒子を溶解し、研磨材スラリーを濾過して研磨材を回収する研磨材の回収方法により、使用済み研磨材を含有する回収スラリーから、簡易な方

10

20

30

40

50

法で高純度の研磨材を回収することができることを見だし、本発明に至った。

すなわち、本発明の上記問題は、下記的手段により解決される。

【0008】

1. ケイ素を主成分として含む被研磨物を研磨した研磨材スラリーから研磨材を回収する研磨材の回収方法であって、

pH調整剤を使用しない条件下、少なくとも下記工程1から工程3を経て被研磨物成分を除去し、研磨材を回収し、かつ

前記研磨材スラリーに含有される被研磨物成分の濃度に応じて、少なくとも前記工程1で添加する溶媒量を調整することを特徴とする研磨材の回収方法。

工程1：前記研磨材スラリーに溶媒を加える工程

工程2：前記研磨材スラリーに含有されている前記被研磨物成分のうちの被研磨物粒子を溶解する工程

工程3：前記研磨材スラリーを濾過して研磨材を回収する工程

【0010】

2. 前記被研磨物成分の濃度が、前記被研磨物の飽和溶解度の1.8倍以下になるように前記溶媒を前記研磨材スラリーに加えて調整することを特徴とする第1項に記載の研磨材の回収方法。

【0011】

3. 前記工程2で、前記溶媒を前記研磨材スラリーに加えた後、加温をすることを特徴とする第1項又は第2項に記載の研磨材の回収方法。

【0012】

4. 前記研磨材スラリーの温度が、40～90の範囲内になるように加温をすることを特徴とする第3項に記載の研磨材の回収方法。

【発明の効果】

【0013】

本発明の上記手段により、使用済み研磨材を含有する回収スラリーから、簡易な方法で高純度の研磨材を回収することができる研磨材の回収方法を提供することができる。

【0014】

本発明において上記のような効果を発揮する理由は、明確にはなっていないが、以下のように推察している。

本発明の研磨材の回収方法は、使用済みの研磨材を含む回収スラリーに溶媒を加えることで、凝集状態になっている被研磨物成分のうち被研磨物粒子の溶解を進めることができ、pH調整剤を用いない簡便な方法で回収の際の純度を高くしている点にある。

【図面の簡単な説明】

【0015】

【図1】研磨工程から使用済み研磨材スラリーが排出されるフローの一例を示す模式図

【図2】回収スラリーから回収研磨材として回収するフィルター濾過装置の一例を示す模式図

【発明を実施するための形態】

【0016】

本発明の研磨材の回収方法は、ケイ素を主成分として含む被研磨物を研磨した研磨材スラリーから研磨材を回収する研磨材の回収方法であって、pH調整剤を使用しない条件下、少なくとも下記工程1から工程3を経て被研磨物成分を除去し、研磨材を回収することを特徴とする。

工程1：前記研磨材スラリーに溶媒を加える工程

工程2：前記研磨材スラリーに含有されている前記被研磨物成分のうちの被研磨物粒子を溶解する工程

工程3：前記研磨材スラリーを濾過して研磨材を回収する工程

【0017】

また、本発明の効果発現の観点から、前記研磨材スラリーに含有される被研磨物成分の

10

20

30

40

50

濃度に応じて、前記工程 1 及び前記工程 2 で添加する溶媒量を調整することが好ましい。

【0018】

また、本発明の効果発現の観点から、前記被研磨物成分の濃度が、前記被研磨物の飽和溶解度の 1.8 倍以下になるように前記溶媒を前記研磨材スラリーに加えて調整することが好ましい。

【0019】

また、本発明の効果発現の観点から、前記工程 2 で、前記溶媒を前記研磨材スラリーに加えた後、加温をすることが好ましい。

【0020】

また、本発明の効果発現の観点から、前記研磨材スラリーの温度が、40～90 の範囲内になるように加温をすることが好ましい。

【0021】

以下、本発明とその構成要素、及び本発明を実施するための形態・態様について詳細な説明をする。なお、本発明において示す「～」は、その前後に記載される数値を下限値及び上限値として含む意味で使用する。

【0022】

《研磨材の回収方法の概要》

本発明の研磨材の回収方法は、ケイ素を主成分として含む被研磨物を研磨した研磨材スラリーから研磨材を回収する研磨材の回収方法であって、pH調整剤を使用しない条件下、少なくとも下記工程 1 から工程 3 を経て被研磨物成分を除去し、研磨材を回収する。

工程 1：前記研磨材スラリーに溶媒を加える工程

工程 2：前記研磨材スラリーに含有されている前記被研磨物成分のうちの被研磨物粒子を溶解する工程

工程 3：前記研磨材スラリーを濾過して研磨材を回収する工程

具体的には、本発明の研磨材の回収方法は、研磨工程においてガラス等を、研磨材スラリーを用いて研磨した後、洗浄液とともに使用済み研磨材を含有するスラリーの回収（以下、回収スラリーともいう。）し、回収スラリーに溶媒を添加し、被研磨物粒子を溶解させた後に濾過して、研磨材を回収する研磨材の回収方法である。

なお、研磨材スラリーに溶媒を加える工程 1 は、工程 2 の溶解工程の前のみではなく、濾過工程で濾過を行うとともに溶媒を添加してもよい。

また、本発明における被研磨物成分とは、被研磨物を構成する元素のイオン、複数の元素からなる化合物及び化合物のイオン等の被研磨物由来の成分であって、被研磨物の粒子等を含むものである。

はじめに図 1 を用いて、被研磨物の研磨工程から使用済み研磨材を含有するスラリーの回収（回収スラリー）までを説明する。

【0023】

〔研磨工程〕

ガラスレンズの研磨を例にとると、研磨工程では、研磨材スラリーの調製、研磨加工、研磨部の洗浄で一つの研磨工程を構成しているのが一般的である。

図 1 に示した研磨工程の全体の流れとしては、研磨機 1 は、不織布、合成樹脂発泡体、合成皮革などから構成される研磨布 K を貼付した研磨定盤 2 を有しており、この研磨定盤 2 は回転可能となっている。

研磨作業時には、ケイ素を主成分とする被研磨物 3 を、回転可能な保持具 H を用いて、所定の押圧力 N で上記研磨定盤 2 に押し付けながら、研磨定盤 2 と保持具 H を回転させる。同時に、スラリーノズル 5 から、ポンプ D を介してあらかじめ調整した研磨材液 4（研磨材スラリー）を供給する。使用後の研磨材液 4（使用済みの研磨材を含む研磨材スラリー）は、流路 6 を通じてスラリー槽 T 1 に貯留され、研磨機 1 とスラリー槽 T 1 との間を繰り返し循環する。

【0024】

また、研磨機 1 を洗浄するための洗浄水 7 は、洗浄水貯蔵槽 T 2 に貯留されており、洗

10

20

30

40

50

浄水噴射ノズル8より、研磨部に吹き付けて洗浄を行い、研磨材を含む洗浄液10（使用済みの研磨材を含む研磨材スラリー）として、ポンプを介し、流路9を通じて、洗浄液貯蔵槽T3に貯留される。

この洗浄液貯蔵槽T3は、洗浄（リンス）で使用された後の洗浄水を貯留するための槽である。この洗浄液貯蔵槽T3内は、沈殿、凝集を防止するため、常時攪拌羽根によって攪拌される。

【0025】

また、研磨により生じ、スラリー槽T1に貯留された後に循環して使用される研磨材液4と、洗浄液貯蔵槽T3に貯留される研磨材を含む洗浄液10は、研磨材粒子とともに、研磨された被研磨物3より削り取られた被研磨物由来のガラス成分等を含有した状態にな

10

っている。

【0026】

（1）研磨材スラリーの調製

研磨材の粉体を水等の溶媒に対して1～40質量%の濃度範囲となるように添加、分散させて研磨材スラリーを調製する。この研磨材スラリーは、研磨機1に対して、図1で示したように循環供給して使用される。研磨材として使用される粒子は、平均粒子径が数nmから数μmの大きさの粒子が使用される。

【0027】

（2）研磨

図1に示すように、研磨パット（研磨布K）と被研磨物3を接触させ、接触面に対して研磨材スラリーを供給しながら、加圧条件下で研磨布Kと被研磨物3を相対運動させる。

20

研磨された直後の被研磨物3及び研磨機1には大量の研磨材が付着している。そのため、研磨した後に研磨材スラリーの代わりに水等を供給し、被研磨物3及び研磨機1に付着した研磨材の洗浄が行われる。この際に、研磨材を含む洗浄液10は流路9に排出される。

この洗浄操作で、一定量の研磨材が流路9に排出されるため、系内の研磨材量が減少する。この減少分を補うために、スラリー槽T1に対して新たな研磨材スラリーを追加する。追加の方法は1加工毎に追加を行ってもよいし、一定加工毎に追加を行ってもよい。

【0028】

〔使用済み研磨材スラリー〕

本発明でいう使用済み研磨材スラリーとは、洗浄液貯蔵槽T3に貯蔵される研磨材スラリー並びに研磨機1、スラリー槽T1及び洗浄水貯蔵槽T2から構成される研磨工程の系外に排出される研磨材スラリーであって、主として以下の2種類がある。

30

一つ目は、洗浄操作で排出された洗浄液を含む洗浄液貯蔵槽T3に貯蔵されている研磨材スラリー（リンススラリー）であり、二つ目は一定加工回数使用された後に廃棄される、スラリー槽T1に貯留されている使用済みの研磨材スラリー（ライフエンドスラリー）である。

【0029】

洗浄水を含むリンススラリーの特徴として、以下の2点が挙げられる。

40

1）洗浄時に排出されるため、洗浄水が大量に混入し、研磨工程の系内の研磨材スラリーと比較して研磨材濃度が著しく低い。

2）研磨布K等に付着している切削されたガラス成分も、洗浄時にこのリンススラリー中に混入する。

一方、ライフエンドスラリーの特徴としては、新品の研磨材スラリーと比較してガラス成分の濃度が高くなっていることが挙げられる。

本実施例で使用した使用済みの研磨材スラリーは、スラリー槽T1に貯留されている使用済みの研磨材スラリー（ライフエンドスラリー）と洗浄液貯蔵槽T3に貯蔵されている研磨スラリーを混合し10分間攪拌したものを使用した。

【0030】

50

(スラリー回収工程)

スラリー回収工程は、使用済みの研磨材を含む研磨材スラリーを回収する工程である。前記のとおり、スラリー回収工程では、リンススラリーとライフエンドスラリーの片方又は両方を含んで回収する。

なお、回収された研磨材スラリー（回収スラリー）には、おおむね0.1～40質量%の範囲で研磨材が含まれる。

次いで、本発明の研磨材の回収方法について説明する。

【0031】

〔研磨材の回収方法〕

使用済みの研磨材を回収する本発明の研磨材の回収方法は、少なくとも溶媒添加工程、溶解工程及び濾過工程を備えていればよく、さらに異物除去工程及び濃縮工程を備えていることが好ましい。更に、濾過工程の後に溶解工程と濾過工程を繰り返し行った後に濃縮工程へ移ることが好ましい。なお、溶媒を添加する操作（工程）は、異物除去工程、溶解工程、濾過工程で必要に応じて行うことができる。

10

【0032】

（異物除去工程）

研磨機及びスラリー用タンクからなる系から排出される研磨材スラリー（回収スラリー）には、洗浄水と使用済みの研磨材スラリーが含まれる。

異物除去工程では、20～100 μ mのフィルターを使用して、研磨パッド等の異物を除去する。

20

【0033】

（溶解工程）

異物除去工程により異物を除去した回収スラリー22を、温度調節部を備え付けたフィルター濾過装置内のタンク21に投入する（図2参照）。

ここで、回収スラリー中の被研磨物成分、例えば、シリカ濃度を確認するために、ICP発光分光プラズマによる成分分析を行うことも好ましい。成分分析を行うことにより、被研磨物成分の含有量がわかるため、添加する溶媒量の調整や、溶解工程と濾過工程の繰り返し回数を調整することができる。

【0034】

被研磨物成分の濃度を確認した回収スラリーに溶媒を添加し、攪拌機15により攪拌して、被研磨物を溶解させる。

30

添加する溶媒量は、研磨材スラリーに含有される被研磨物成分の濃度に応じて調整することが好ましく、特に、前記被研磨物の飽和溶解度の1.8倍以下になるように溶媒を研磨材スラリーに加えて調整することが好ましい。

被研磨物成分の飽和溶解度の1.8倍以下であれば、回収した研磨材が、再利用可能な研磨材となることがわかった。

【0035】

また、回収スラリーは、前記タンク内で加温することも好ましく、40～90の範囲内に加温することが特に好ましい。

溶媒を添加し、場合によっては加温することにより、被研磨物成分の溶解が進み、一方で研磨材成分は溶媒に溶解しないため、フィルターによって分離することができる。

40

添加する溶媒としては、水であるが、少量のアセトン、エタノール、メタノール、エチレングリコール、プロピレングリコール等金属イオンを含まない溶媒が添加されていてもよい。

【0036】

（濾過工程）

溶解工程によって被研磨物成分を溶解させた回収スラリーを、濾過フィルター16を用いて、濾過を行う。濾過により、被研磨物成分を溶解させた濾液は排出し、研磨材が分散する分散液は濃縮工程を経て回収する。

濾過で用いる濾過フィルターとしては、特に制限はなく、例えば、中空系フィルター、

50

金属フィルター、糸巻フィルター、セラミックフィルター、ロール型ポリプロピレン製フィルター等を挙げることができる。

本発明に適用可能なセラミックフィルターとしては、例えば、フランスTAMI社製のセラミックフィルター、ノリタケ社製セラミックフィルター、日本ガイシ社製セラミックフィルター（例えば、セラレックDPF、セフィルト等）等が好ましい。

また、溶解工程の前に濾過工程を行い、濾液を分離した後に溶解工程を行うことも好ましい。これにより、効率的に被研磨物成分を除去することができる。

【0037】

（連続溶解工程）

前記溶解工程及び濾過工程を繰り返し行う、連続溶解工程を経ることも好ましい。連続溶解工程を行う場合、異物除去工程を経て濾過工程を行った後、溶解工程と濾過工程を繰り返し行う連続溶解工程を経てもよい。

前記被研磨物成分の濃度が、前記被研磨物の飽和溶解度の1.8倍以下になるように前記溶媒を前記研磨材スラリーに加えて調整することが好ましい。

具体的には、シリカの各温度における溶解度の1.8倍以下となるように、全工程で添加する溶媒量を調整することが好ましく、さらに好ましくは、溶解度以下となるように添加する溶媒量を調整する。また、溶解量を調整する方法としては、加温をすることにより調整することも好ましい。

ここで、被研磨物の飽和溶解度の1.8倍以下とは、溶媒に溶解及び分散する被研磨物成分が、各温度での被研磨物の飽和溶解度の1.8倍以下となっていることである。1.8倍以下とすることで、溶媒に分散する被研磨物成分の凝集が分散状態になりやすく、分離精製の効率が向上するためである。

【0038】

（濃縮工程）

連続溶解工程を含めた濾過工程を経た後、研磨材濃度が1～40質量%の範囲で所望の濃度となるように濃縮を行う。

研磨材濃度を1質量%以上とすることで、高い研磨性能を有する研磨材を得ることができ、40質量%以下とすることで、フィルターに詰まることなく適度な濃度の研磨材スラリーとして再生することができる。

本工程で使用するフィルターは、前記濾過工程で使用した濾過フィルター16を用いることができる。

以上の工程を経て、回収した研磨材スラリーを回収研磨材として再利用することができる。

【0039】

〔研磨材〕

一般に、光学ガラスや半導体基板等の研磨材としては、ベンガラ（ Fe_2O_3 ）、酸化セリウム、酸化アルミニウム、酸化マンガン、酸化ジルコニウム、コロイダルシリカ等の微粒子を水や油に分散させてスラリー状にしたものが用いられている。

本発明の研磨材の回収方法では、半導体基板の表面やガラスの研磨加工において、高精度に平坦性を維持しつつ、十分な加工速度を得るために、物理的な作用と化学的な作用の両方で研磨を行う、化学機械研磨（CMP）への適用が可能なダイヤモンド、窒化ホウ素、炭化ケイ素、アルミナ、アルミナジルコニア及び酸化ジルコニウムから選ばれる研磨材の回収に適用することが好ましい。

【0040】

本発明に係る研磨材として、ダイヤモンド系研磨材としては、例えば、合成ダイヤモンド、天然ダイヤモンドが挙げられ、窒化ホウ素系研磨材としては、例えば、立方晶窒化ホウ素BN（例えば、昭和電工社製）が挙げられる。窒化ホウ素系研磨材は、ダイヤモンドに次ぐ硬度を有する研磨材である。また、炭化ケイ素系研磨材としては、炭化ケイ素、緑色炭化ケイ素、黒色炭化ケイ素等を挙げることができる。また、アルミナ系研磨材としては、アルミナのほかに、褐色アルミナ、白色アルミナ、淡紅色アルミナ、解砕型アルミナ

10

20

30

40

50

、アルミナジルコニア系研磨材等を挙げることができる。また、酸化ジルコニウムとしては、例えば、第一稀元素化学工業社製の研磨材用のBRシリーズ酸化ジルコニウムを挙げることができる。

【0041】

本発明に使用される研磨材は、その成分及び形状に関しては、特に限定はなく、一般的に研磨材として市販されているものを使用することができ、研磨材含有量が50質量%以上である場合に、効果が大きく好ましい。

【実施例】

【0042】

以下、実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、実施例において「%」の表示を用いるが、特に断りがない限り「質量%」を表す。また、ケイ素を主成分として含む被研磨物を研磨した後使用済みスラリーとして回収した研磨材スラリーの各温度におけるシリカの飽和溶解度の実測値を表1に示した。

【0043】

【表1】

温度 [°C]	飽和溶解度 [mg/L]
15	52
20	60
40	80
60	102
80	135
90	150
95	155
20 (NaOH)	90
40 (NaOH)	120

【0044】

《回収研磨材の調製》

〔回収研磨材101の調製〕

図1に記載の研磨工程で、研磨材として酸化セリウムを用いレンズの研磨加工を行った後、洗浄水及び使用済み研磨材を含む研磨材スラリーを回収スラリーとして回収し、100リットルとした。回収スラリーのセリウム濃度は、10000mg/L、シリカ濃度は、1000mg/Lで、液温は15、pHは7.5であった。当該回収スラリーを、以下「使用サンプル1」とする。

【0045】

1) 異物除去工程

回収スラリーを20µmのフィルターを使用して、パッド等の異物を除去した。

【0046】

2) Si濃度測定工程 (ICP発光分光プラズマによる成分分析)

回収スラリーに対して、ICP発光分光プラズマにより、研磨材固有成分、ガラス成分 (Si成分)、及び研磨材固有の成分以外の金属成分の濃度を測定した。具体的には、下記の手順に従って行った。

【0047】

試料液Aの調製

(a) 回収スラリーの10gを純水90mLで希釈した後、スターラーで攪拌しながら1mL採取した。

(b) 原子吸光用フッ化水素酸を5mL加えた。

- (c) 超音波分散してシリカを溶出させた。
 - (d) 室温で30分静置した。
 - (e) 超純水で、総量を50mLに仕上げた。
- 以上の手順に従って調製した各検体液を、試料液Aと称する。

【0048】

Siの定量

- (a) 試料液Aをメンブレンフィルター（親水性PTFE）で濾過した。
- (b) 濾液を誘導結合プラズマ発光分光分析装置（ICP-AES）で測定した。
- (c) Siを標準添加法により定量した。

【0049】

研磨材固有元素の定量

- (a) 試料液Aをよく分散し、5mL採取した。
- (b) 高純度硫酸を5mL加え、溶解させた。
- (c) 超純水で50mLに仕上げた。
- (d) 超純水で適宜希釈しICP-AESで測定した。
- (e) マトリクスマッチングの検量線法により、各研磨材固有元素を定量した。

【0050】

ICP発光分光プラズマ装置

エスアイアイナテクノロジー社製のICP-AESを使用した。

【0051】

3) 溶媒添加工程・溶解工程

前記異物除去工程で異物を除去した回収スラリーを、温度調整部を備えたフィルター濾過装置内のタンクに投入した。次いで、溶媒を添加し、回収スラリーを撈拌した。

【0052】

4) 濾過工程

セラミックフィルターを用いて濾過を行い、回収スラリー中のシリカ成分を除去した。具体的には、濾過フィルター内に濃縮物を通過させ、ガラス成分を含む溶解した成分を濾液として分離した。

分離した濾液は、配管で系外に排出した。この濾過処理は、濃縮物を、濾過装置内1.2L/minの流量で循環させ、使用済みスラリーの初期液量から指定した濃縮率となるまでとなるまで濾過を行った。

なお、濾過フィルターは、日本ガイシ社製のセラミックフィルター「セフィルト」（細孔径：0.8μm）を用いた。

【0053】

5) 濃縮工程

研磨材の濃度が40質量%以下になるように、前記濾過工程で用いたフィルターを使用して、フィルター濾過を行った回収スラリーを「回収研磨材101」とした。

【0054】

〔回収研磨材102～114の調製〕

回収研磨材101の調製において、溶解工程における温度、溶媒の合計添加量を表2に記載のように変更した点以外は、回収研磨材101の調製と同様にして回収研磨材102～114を調整した。

【0055】

〔回収研磨材115の調製〕

図1に示した研磨工程で、研磨材として酸化セリウムを用いレンズの研磨加工を行った後、洗浄水及び使用済み研磨材を含む研磨材スラリーを回収スラリーとして回収し、100リットルとした。回収スラリーのセリウム濃度は、10000mg/L、シリカ濃度は、200mg/Lで、液温は15、pHは7.5であった。当該回収スラリーを、以下「使用サンプル2」とする。

その他の回収工程は回収研磨材101と同様である。

10

20

30

40

50

【 0 0 5 6 】

〔 回収研磨材 1 1 6 ~ 1 1 9 の調製 〕

回収研磨材 1 1 5 の調製において、溶解工程における温度、溶媒の合計添加量を表 2 に記載のように変更した点以外は、回収研磨材 1 1 5 の調製と同様にして回収研磨材 1 1 6 ~ 1 1 9 を調整した。

【 0 0 5 7 】

〔 回収研磨材 1 2 0 の調製 〕

回収研磨材 1 1 5 の調製において、溶解工程及び濾過工程において溶媒を添加せず、溶解工程において pH 調整剤である水酸化ナトリウムを添加した点以外は、回収研磨材 1 1 5 の調製と同様にして回収研磨材 1 2 0 を調整した。なお、溶解工程における溶解度は、表 1 に示すとおり、pH 調整剤を添加することにより他の回収研磨材とは異なる値を示している。

10

【 0 0 5 8 】

〔 回収研磨材 1 2 1 の調製 〕

回収研磨材 1 2 0 の調製において、溶解工程及び濾過工程において溶媒を添加した点以外は、回収研磨材 1 2 0 の調製と同様にして回収研磨材 1 2 1 を調整した。

【 0 0 5 9 】

〔 回収研磨材 1 2 2 ~ 1 2 7 の調製 〕

回収研磨材 1 0 1 の調製において、溶解工程における温度、溶媒の合計添加量を表 2 に記載のように変更した点以外は、回収研磨材 1 0 1 の調製と同様にして回収研磨材 1 2 2 ~ 1 2 7 を調整した。

20

【 0 0 6 0 】

【 表 2 】

回収 研磨材 番号	使用 サンプル	加温 有無	加温後の 温度 [°C]	溶解工程 溶解度 [mg/L]	溶媒の合計 添加量 [L]	pH 調整	飽和溶解度に 対する分散濃度 [%]	回収工程後 スラリー中Si含有率 [%]	評価1	評価2	備考
101	1	なし	15	52	2000	なし	0.64	0	◎	○	本発明
102	1	あり	20	60	2000	なし	0.79	0	◎	○	本発明
103	1	あり	40	80	2000	なし	0.60	0	◎	○	本発明
104	1	あり	60	102	2000	なし	0.47	0	◎	○	本発明
105	1	あり	80	135	2000	なし	0.35	0	◎	○	本発明
106	1	あり	90	150	2000	なし	0.32	0	◎	○	本発明
107	1	あり	95	155	2000	なし	0.31	0	◎	○	本発明
108	1	なし	15	52	1000	なし	1.75	43	○	○	本発明
109	1	あり	20	60	1000	なし	1.52	35	○	○	本発明
110	1	あり	40	80	1000	なし	1.14	13	○	○	本発明
111	1	あり	60	102	1000	なし	0.89	1	◎	○	本発明
112	1	あり	80	135	1000	なし	0.68	1	◎	○	本発明
113	1	あり	90	150	1000	なし	0.61	1	◎	○	本発明
114	1	あり	95	155	1000	なし	0.59	1	◎	○	本発明
115	2	なし	15	52	200	なし	1.28	25	○	○	本発明
116	2	あり	20	60	200	なし	1.11	13	○	○	本発明
117	2	あり	40	80	200	なし	0.83	3	◎	○	本発明
118	2	あり	60	102	200	なし	0.65	3	◎	○	本発明
119	2	あり	80	135	200	なし	0.50	3	◎	○	本発明
120	2	あり	20	90	0	NaOH	2.22	60	△	×	比較例
121	2	あり	40	120	1000	NaOH	0.15	0	◎	×	比較例
122	1	あり	40	80	600	なし	1.79	45	○	○	本発明
123	1	あり	60	102	600	なし	1.40	30	○	○	本発明
124	1	あり	80	135	600	なし	1.06	7	◎	○	本発明
125	1	あり	40	80	300	なし	3.13	69	△	○	本発明
126	1	あり	60	102	300	なし	2.45	60	△	○	本発明
127	1	あり	80	135	200	なし	2.48	61	△	○	本発明

【 0 0 6 1 】

《 回収研磨材の評価 》

〔 回収研磨材の純度評価 1 〕

回収研磨材 1 0 1 ~ 1 2 7 について、回収研磨材に含まれるシリカの回収率（%）を下

10

20

30

40

50

記の方法に従って、ICP発光分光プラズマ分析装置により成分分析を行った。

評価は以下のとおりに行った。

- ：被研磨物成分の回収率が10質量%以下
- △：被研磨物成分の回収率が10質量%を超え50質量%以下
- ◇：被研磨物成分の回収率が50質量%を超え80質量%以下
- ×：被研磨物成分の回収率が80質量%を超える

【0062】

〔回収研磨材の純度評価2〕

回収研磨材101～127について、回収研磨材の純度評価1と同様に、ICP発光分光プラズマ分析装置により研磨材固有の成分以外の金属成分を分析した。本発明の研磨材の回収方法により回収する前の回収スラリー（洗浄水及び使用済み研磨材を含む研磨材スラリー）と、回収後の回収研磨材とで、研磨材固有の成分以外の金属成分の濃度を比較し、以下のとおり評価を行った。

○：回収研磨材の研磨材固有の成分以外の金属成分の濃度が、10mg/L未満

×：回収研磨材の研磨材固有の成分以外の金属成分の濃度が、10mg/L以上

【0063】

以上より、本発明の研磨材の回収方法により回収された回収スラリーである回収研磨材は、比較例の回収研磨材よりも被研磨物成分であるシリカの含有率が低く、異物の混入もなく再生研磨材として使用可能であることがわかった。

【符号の説明】

【0064】

- 1 研磨機
- 2 研磨定盤
- 3 被研磨物
- 4 研磨材液
- 5 スラリーノズル
- 6 流路
- 7 洗浄水
- 8 洗浄水噴射ノズル
- 9 流路
- 10 研磨材を含む洗浄液
- 15 攪拌機
- 16 濾過フィルター
- 21 タンク
- 22 回収スラリー
- D ポンプ
- K 研磨布
- N 押圧力
- H 保持具
- T1 スラリー槽
- T2 洗浄水貯蔵槽
- T3 洗浄液貯蔵槽

【要約】

【課題】使用済み研磨材を含有する回収スラリーから、簡易な方法で高純度の研磨材を回収することができる研磨材の回収方法を提供する。

【解決手段】本発明の研磨材の回収方法は、ケイ素を主成分として含む被研磨物を研磨した研磨材スラリーから研磨材を回収する研磨材の回収方法であって、pH調整剤を使用しない条件下、少なくとも下記工程1から工程3を経て被研磨物成分を除去し、研磨材を回収することを特徴とする。

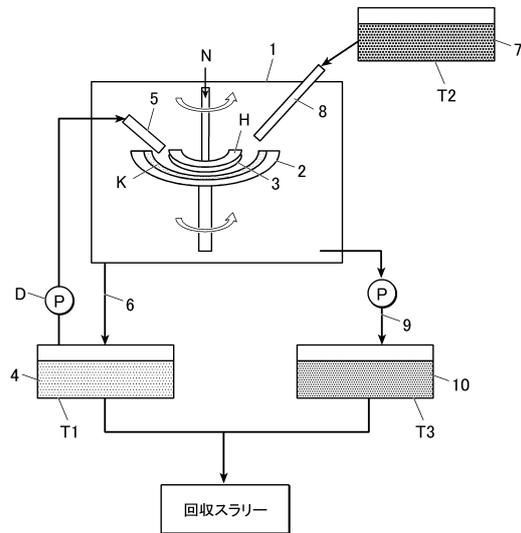
工程1：前記研磨材スラリーに溶媒を加える工程

工程 2 : 前記研磨材スラリーに含有されている前記被研磨物成分のうちの被研磨物粒子を溶解する工程

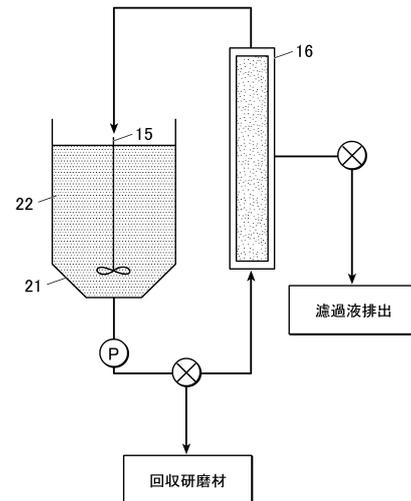
工程 3 : 前記研磨材スラリーを濾過して研磨材を回収する工程

【選択図】図 2

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

(72)発明者 平山 奈津実
東京都千代田区丸の内二丁目7番2号 コニカミノルタ株式会社内

審査官 亀田 貴志

(56)参考文献 特表2002-519209(JP,A)
特開2002-016027(JP,A)
米国特許出願公開第2012/0027660(US,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
B24B 57/02
B24B 37/34
B24B 55/12
H01L 21/304