

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2006-206870

(P2006-206870A)

(43) 公開日 平成18年8月10日(2006.8.10)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C09K 3/14 (2006.01)	C09K 3/14 550D	3C058
B24B 37/00 (2006.01)	B24B 37/00 H	4G076
C01F 17/00 (2006.01)	C01F 17/00 B	

審査請求 未請求 請求項の数 12 O L (全 32 頁)

(21) 出願番号	特願2005-237112 (P2005-237112)	(71) 出願人	000006183 三井金属鉱業株式会社
(22) 出願日	平成17年8月18日 (2005.8.18)		東京都品川区大崎1丁目11番1号
(31) 優先権主張番号	特願2004-379586 (P2004-379586)	(74) 代理人	110000268 特許業務法人 田中・岡崎アンドアソシエ イツ
(32) 優先日	平成16年12月28日 (2004.12.28)	(72) 発明者	内野 義嗣 東京都品川区大崎1丁目11番1号 三井 金属鉱業株式会社機能材料事業本部レアメ タル事業部内
(33) 優先権主張国	日本国(JP)	(72) 発明者	望月 直義 東京都品川区大崎1丁目11番1号 三井 金属鉱業株式会社機能材料事業本部レアメ タル事業部内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セリウム系研磨材用原料及びセリウム系研磨材用原料の製造方法、並びに、セリウム系研磨材及びセリウム系研磨材の製造方法

(57) 【要約】

【解決課題】 フッ素濃度が低減されたセリウム系研磨材用原料について、研磨速度を維持しつつ高精度の研磨面を形成することができる研磨材の製造を可能とするものを提供すること。

【解決手段】 本発明は、全希土類酸化物 (T R E O) に対する酸化セリウム含有量 30 質量%以上、T R E O に対するフッ素濃度 0.5 質量%以下であり、且つ、炭酸根を含む希土類化合物を含むセリウム系研磨材用原料であって、T R E O 濃度が 126 g / L となるように純水と混合した原料スラリーを 10 分間静置した際の沈降体積が、該原料スラリー 100 mL に対して 30 mL 以上であるセリウム系研磨材用原料である。また、この研磨材用原料は、120 で 12 時間乾燥後の静置法見掛け比容が、1.0 ~ 3.0 mL / g であることが好ましく、更に、塩酸に溶解した際に測定されるヘキササン抽出物質の含有量が、T R E O 基準で 700 質量 ppm 以下であることが好ましい。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

全希土類酸化物 (T R E O) に対する酸化セリウム含有量 30 質量%以上、 T R E O に対するフッ素濃度 0.5 質量%以下であり、且つ、炭酸根を含む希土類化合物を含むセリウム系研磨材用原料であって、

T R E O 濃度が 126 g / L となるように純水と混合した原料スラリーを 10 分間静置した際の沈降体積が、該原料スラリー 100 mL に対して 30 mL 以上であるセリウム系研磨材用原料。

【請求項 2】

120 で 12 時間乾燥後の静置法見掛け比容 (J I S K 5101 - 1991 による) が、 1.0 ~ 3.0 mL / g である請求項 1 記載のセリウム系研磨材用原料。 10

【請求項 3】

塩酸に溶解した際に測定されるヘキサン抽出物質の含有量が、 T R E O 基準で 700 質量 ppm 以下である請求項 1 又は請求項 2 記載のセリウム系研磨材用原料。

【請求項 4】

セリウム系研磨材用原料の製造方法であって、

アルカリ金属炭酸塩、アルカリ金属炭酸水素塩、炭酸アンモニウム、炭酸水素アンモニウム、炭酸ゲアニジン、カルバミン酸アンモニウム、及び、尿素からなる群から選択された少なくとも 1 種の炭酸系沈澱剤の水溶液を攪拌し、

全希土類酸化物 (T R E O) に対する酸化セリウム含有量 30 質量%以上であり、且つ、 T R E O に対するフッ素濃度 0.5 質量%以下である希土類化合物水溶液を前記炭酸系沈澱剤の水溶液に添加して沈澱物を生成し、 20

前記沈澱物を分離及び洗浄する工程を含むセリウム系研磨材用原料の製造方法。

【請求項 5】

セリウム系研磨材用原料の製造方法であって、

全希土類酸化物 (T R E O) に対する酸化セリウム含有量 30 質量%以上であり、且つ、 T R E O に対するフッ素濃度 0.5 質量%以下である希土類化合物水溶液を周速 100 m / 分以上で攪拌し、

アルカリ金属炭酸塩、アルカリ金属炭酸水素塩、炭酸アンモニウム、炭酸水素アンモニウム、炭酸ゲアニジン、カルバミン酸アンモニウム、及び、尿素からなる群から選択された少なくとも 1 種の炭酸系沈澱剤の水溶液を、前記希土類化合物水溶液に添加して沈澱物を生成し、 30

前記沈澱物を分離及び洗浄する工程を含むセリウム系研磨材用原料の製造方法。

【請求項 6】

希土類化合物水溶液は、下記 (a) 又は (b) の少なくともいずれかの処理を行なうことにより、ヘキサン抽出物質が低減されたものである請求項 4 又は請求項 5 記載のセリウム系研磨材用原料の製造方法。

(a) 希土類化合物水溶液を静置して、希土類化合物水溶液中のヘキサン抽出物質を分離除去する処理。

(b) 希土類化合物水溶液と油吸着剤とを接触させてヘキサン抽出物質を吸着除去する処理。 40

【請求項 7】

請求項 4 ~ 請求項 6 のいずれか 1 項記載の方法により製造されるセリウム系研磨材用原料。

【請求項 8】

請求項 4 又は請求項 5 記載の方法により製造される、請求項 1 又は請求項 2 記載のセリウム系研磨材用原料。

【請求項 9】

請求項 6 に記載の方法により製造される、請求項 3 記載のセリウム系研磨材用原料。

【請求項 10】

請求項 1 ~ 請求項 3 のいずれか 1 項、又は、請求項 7 ~ 請求項 9 のいずれか 1 項記載のセリウム系研磨材用原料より製造されるセリウム系研磨材。

【請求項 1 1】

請求項 1 ~ 請求項 3 のいずれか 1 項、又は、請求項 7 ~ 請求項 9 のいずれか 1 項記載のセリウム系研磨材用原料を使用するセリウム系研磨材の製造方法。

【請求項 1 2】

請求項 1 ~ 請求項 3 のいずれか 1 項、又は、請求項 7 ~ 請求項 9 のいずれか 1 項記載のセリウム系研磨材用原料を使用するセリウム系研磨材の製造方法であって、

焙焼工程、該焙焼工程前に行なう研磨材用原料の粉碎工程を含み、

前記粉碎工程は、アンモニア、炭酸アンモニウム、炭酸水素アンモニウム、炭酸グアニジン、カルバミン酸アンモニウム、及び、尿素からなる群から選択された少なくとも 1 種の化合物を含む水溶液、又は、水に前記研磨材用原料を浸漬し、60 ~ 100 で加熱して研磨材用原料を粉碎するものであるセリウム系研磨材の製造方法。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、セリウム系研磨材用原料、その製造方法、及び、このセリウム系研磨材用原料により製造されるセリウム系研磨材に関する。

【背景技術】

【0002】

セリウム系研磨材（以下、単に研磨材と称するときがある。）は、主成分である酸化セリウム（ CeO_2 ）粒子と、他の希土類金属酸化物粒子とからなる研磨材粒子からなり、従来から種々のガラス材料の研磨に用いられている。特に最近では、ハードディスク等の磁気記録媒体用ガラス、液晶ディスプレイ（LCD）のガラス基板といった電気・電子機器で用いられているガラス材料の研磨にも用いられており、その応用分野が広がっている。

20

【0003】

セリウム系研磨材の製造方法としては、まず、研磨材用原料を粉碎し、必要に応じて化学処理を施した後、高温加熱して焙焼することにより原料粒子同士を焼結し、これを再度粉碎して適宜に分級することで所望の粒径、粒度分布を有する研磨材が製造される。

30

【0004】

ここで、セリウム系研磨材の原料としては、従来は、バストネサイトと呼ばれる希土鉱石を選鉱したバストネサイト精鉱という天然原料を使用するのが一般的であった。しかし、近年の環境問題に対する関心及び製造される研磨材の性能の改善を目的として、最近ではバストネサイト鉱や比較的安価な中国産複雑鉱より希土類化合物を分離抽出した研磨材用原料が使用されつつある。

【0005】

例えば、特許文献 1 では、アルカリ金属、アルカリ土類金属、放射性物質の含量が低減されたセリウムを主成分とする軽希土類原料が開示されている。この研磨材用原料では、バストネサイトに含まれている放射性物質、フッ素を除去することにより環境問題への対応を考慮しており、また、研磨材としたとき研磨傷の発生に影響を与えるアルカリ金属、アルカリ土類金属を除去することで研磨材の性能改善を図っている。

40

【特許文献 1】特開 2004 - 2870 号公報

【0006】

また、本願出願人は、研磨力および研磨精度に優れた研磨材用原料として、特許文献 2 記載の研磨材用原料を開示している。この研磨材用原料は、バストネサイト等から製造される希土類化合物（セリウム系希土類炭酸塩）を仮焼することにより、その一部をセリウム系希土類酸化物に変化させて製造され、1000 で 1 時間加熱した場合の強熱減量が乾燥質量基準で 0.5 ~ 25% であるセリウム系研磨材用原料である。

【特許文献 2】特許第 3365993 号公報

50

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

ところで、セリウム系研磨材に限らず研磨材全般には研磨面に傷を生じさせることなく高精度の研磨面を高い研磨速度で形成することができることが求められる。特に、セリウム系研磨材においては、上記のように磁気記録媒体用ガラス等の研磨への適用例が増えており、その要求が強い。

【0008】

しかしながら、上記特許文献1記載の研磨材用原料は、環境問題への配慮に関しては有用であるが、これにより製造される研磨材は研磨速度が低く、また、研磨傷の発生が十分抑制できない。また、特許文献2記載の原料についていえば、特許文献1記載の原料よりも研磨速度、研磨面精度に優れる研磨材を低コストで効率的に製造することができる。しかし、ハードディスク等の記録媒体の高密度化、LCD板の高精度化・精密化に伴い、仕上げ研磨用の研磨材には、これまで以上に精度の高い研磨面を形成できるものが求められている。従って、この研磨材用原料にもより一層の改良が必要である。

10

【0009】

本発明は、以上のような背景の下になされたものであり、セリウム系研磨材に適用される原料であって、研磨速度を維持しつつ高精度の研磨面を形成することができる研磨材の製造を可能とするものを提供することを目的とする。また、そのような研磨材用原料の製造方法についても明らかとすることを目的とする。

20

【課題を解決するための手段】

【0010】

上記課題を解決するため、本発明者等はセリウム系研磨材用原料の諸特性と研磨材とした際の研磨特性との関係について検討した。そして、研磨材用原料を水に混合し原料スラリー化した際の特性である沈降体積と研磨材の研磨特性との間に着目し、本発明に想到した。

【0011】

即ち、本発明は、全希土類酸化物(TREO)に対する酸化セリウム含有量30質量%以上、TREOに対するフッ素濃度0.5質量%以下であり、且つ、炭酸根を含む希土類化合物を含むセリウム系研磨材用原料であって、TREO濃度が126g/Lとなるように純水と混合した原料スラリーを10分間静置した際の沈降体積が、該原料スラリー100mLに対して30mL以上であるセリウム系研磨材用原料である。

30

【0012】

研磨材用原料の沈降体積を、原料スラリー100mLに対して30mL以上とするのは、30mL未満であると、製造される研磨材の研磨精度が低くなり研磨傷発生の問題が生じるからである。一方、沈降体積の上限については、研磨精度の観点からは特に限定されるものではないが、沈降体積が大きすぎる場合、研磨速度が低くなり効率的な研磨作業ができなくなる。そこで、これらの点を考慮すると、沈降体積は、30~90mLが好ましく、30~70mLがより好ましく、40~60mLが更に好ましい。

【0013】

また、本発明において沈降体積の測定基準となるスラリー濃度を126g/Lとしたのは次の理由による。即ち、典型的なセリウム系研磨材用原料(TREO45質量%)の場合、原料と水とを質量比1対3で混合したスラリーにおいては、原料による沈降体積の差が明確に出易く、その結果、原料の沈降体積と、それから製造される研磨材の性能の差がわかり易い。そして、この原料と水とを質量比1対3で混合したスラリーのTREO濃度が約126g/Lだからである。但し、本発明に係る研磨材用原料は水分を含む場合があり、スラリーのTREO濃度を正確に126g/Lとするのは困難である。そこで、実際にはTREO濃度126g/Lを目標にしつつ、 126 ± 5 g/Lの範囲内とすることで、測定される沈降体積の誤差は少なくなり、研磨材用原料の評価基準として使用可能な値を得ることができる。

40

50

【0014】

沈降体積の測定法としては、セリウム系研磨材用原料と純水とを混合し、T R E O 濃度 1 2 6 g / L になるように原料スラリーを調製し、十分混合させて原料スラリーを製造する。そして、原料スラリーを呼び容量 1 0 0 m L のメスシリンダーに 1 0 0 m L の線まで注ぎ、1 0 分間経過後の沈澱と液の界面を読み取り、沈澱の占める体積を沈降体積とする。尚、呼び容量 1 0 0 m L のメスシリンダーとしては、J I S R 3 5 0 5 - 1 9 9 4 「ガラス製体積計」に記載のクラス A もしくはクラス B のものまたは同等以上の精度を有するものを使用する。このとき、無栓形、有栓形いずれも使用可能である。また、沈降体積を測定する際の温度は、1 0 ~ 5 0 の一定温度で測定することが好ましく、より好ましくは、1 5 ~ 4 0 、更に好ましくは 2 0 ~ 3 0 の一定温度で測定することが好ましい。そして、T R E O 含有率が A (質量%) である研磨材用原料から、T R E O 濃度 1 2 6 g / L の原料スラリーを B (m L) 調整する場合、使用する研磨材用原料の量 C (g) は、下記の計算式に基づいて計算される。

10

【0015】

【数1】

$$C \times A \div 100 = 126 \times B \div 1000$$

$$C = 12.6 \times B \div A$$

(A は、研磨材用原料の T R E O 含有率 (質量%) であり、B は、原料スラリーの調整量 (m L) であり、C は、使用する研磨材用原料の量 (g) である。)

20

【0016】

尚、原料の T R E O 含有率 A は、原料の T R E O を測定することで求めてもよいが、T R E O の測定には手間と時間を要する。そこで、T R E O よりは比較的測定が容易な強熱減量 D (質量%) を求め、 $A = 100 - D$ として求めてもよい。

【0017】

そして、本発明に係る研磨材用原料は、更に、1 2 0 で 1 2 時間乾燥後の静置法見掛け比容が、1 . 0 ~ 3 . 0 m L / g であることが好ましい。見掛け比容が小さすぎる原料から製造される研磨材は平均表面粗さ (R a) が大きくなり易い一方、見掛け比容が大きい原料より製造される研磨材は、研磨速度が低くなる傾向があるからである。この見掛け比容は、J I S K 5 1 0 1 - 1 9 9 1 (顔料試験方法) の「2 0 . 見掛け密度又は見掛け比容」の「2 0 . 1 静置法」により得られる値である。見掛け比容のより好ましい範囲は 1 . 3 ~ 2 . 7 m L / g であり、更に好ましい範囲は 1 . 5 ~ 2 . 5 m L / g である。

30

【0018】

また、見掛け比容の測定対象を乾燥後のものとするのは、本発明に係る研磨材用原料は、水分を含有している場合が多く、そのまま見掛け比容を測定すると、測定値が変動し、特に、水分量が非常に多い場合には測定が困難となり、研磨材用原料としての良否の判定基準とすることができなくなるからである。そこで、十分に水分を除去するため、1 2 0 、1 2 時間で乾燥させることとしたのである。

40

【0019】

本発明に係る研磨材用原料においては、T R E O に対する酸化セリウム含有量が 3 0 質量% 以上であることが必要であるが、5 0 質量% 以上が好ましい。原料中の酸化セリウム含有量は、そのまま研磨材中の酸化セリウム含有量に反映し、研磨材の研磨速度に影響を及ぼす。原料中の酸化セリウム含有量が 3 0 質量% 未満の場合、製造される研磨速度が低くなる。尚、酸化セリウム含有量の上限については特に制限はないが、原料コストの観点から 9 9 . 9 % 以下のものが好ましい。

50

【0020】

また、原料中のフッ素濃度は、T R E Oに対して0.5質量%以下でありことが必要であり、0.2質量%以下が好ましく、0.1質量%以下がより好ましい。上記のように、フッ素についての環境問題等の観点から、フッ素成分の添加のない研磨材を製造する場合には当然に原料中のフッ素も低減されることが好ましいからである。また、フッ素成分を添加して研磨材を製造するような場合であっても、フッ素濃度が低い原料を用いた方がフッ素成分量の制御が容易となるからである。

【0021】

尚、本発明において、「炭酸根を含む」とするのは、本発明に係る研磨材用原料がセリウム系希土類炭酸塩を含むものであることを明確にするものである。そして、本発明に係る研磨材用原料は、一部にモノオキシ炭酸塩、水酸化炭酸塩、水酸化物、酸化物を含有していても良い。

10

【0022】

本発明に係る研磨材用原料は、塩素濃度が低減されているものが好ましく、具体的には、0.5質量%以下(T R E O基準)が好ましく、0.3質量%以下がより好ましく、0.1質量%以下が更に好ましい。研磨材用原料に塩素が含まれていると、研磨材としたときに研磨速度が低下する傾向があるからである。

【0023】

そして、この研磨材用原料は、1000で1時間加熱した場合の強熱減量が、20%以上のものが好ましい。強熱減量とは、対象物を強熱した際の質量減少率をいう。本発明において強熱減量を20質量%以上とするのは、強熱減量が20質量%未満であると、原料中の炭酸根の含有量が少なく、研磨材製造工程で後述する浸漬加熱粉碎を行う際に、その効果が不十分になるからである。そして、この理由により、強熱減量の値は大きいことが好ましく、35質量%以上がより好ましく、50質量%以上が更に好ましい。また、上限については特に限定はないが、強熱減量が高すぎる場合、その運搬コストが上昇することとなるため、90質量%以下のものが好ましく、70質量%以下がより好ましく、60質量%以下が更に好ましい範囲となる。

20

【0024】

尚、強熱減量の測定方法としては、予め質量を測定したるつばに研磨材用原料を入れ、その質量を測定した後、炉中で1000で1時間強熱した後乾燥雰囲気下で放冷し、放冷後るつばの質量を測定し、下記計算式に従うことで強熱減量を求めることができる。尚、原料が水分を多く含む場合、1000で急に強熱すると、るつばの外に原料が吹きこぼれて正確な測定ができないことがあるため、水分の多い原料では、予め質量を測定したるつばに研磨材用原料を入れ、その質量を測定した後、100~150で加熱して水分量を低減させてから強熱すると良い。

30

【0025】

【数2】

$$B = (W_1 - W_2) / (W_1 - W_3) \times 100$$

40

(B : 強熱減量 (%), W_1 : 加熱前の研磨材用原料とるつばの質量 (g)、

W_2 : 加熱後の研磨材用原料とるつばの質量 (g)、 W_3 : るつばの質量)

【0026】

また、本発明に係る研磨材用原料は、塩酸に溶解した際に測定されるヘキサン抽出物質の含有量が、T R E O基準で700質量ppm以下であることが好ましい。このヘキサン抽出物質は、原料を研磨材としたときの研磨特性に直接影響を及ぼすものではない。ただ、ヘキサン抽出物質が多いと研磨材用原料の沈降体積を測定する際の界面が見難くなるた

50

め、ヘキサン抽出物質は少ない方が好ましい。そして、ヘキサン抽出物質は、700質量ppm以下が好ましい。より好ましくは、250質量ppm以下であり、150質量ppm以下が更に好ましい。

【0027】

ヘキサン抽出物質含有量の測定方法は、研磨材用原料を塩酸に溶解し、JIS K 0102:1998「工場排水試験方法」の「24.ヘキサン抽出物質」の「24.2抽出法」に準じてヘキサン抽出物質の量を測定することで算出される。即ち、TREO含有率A(質量%)である研磨材用原料D(g)を、塩酸に溶解し、この液について測定されたヘキサン抽出物質の量をE(mg)とすると、研磨材用原料中のTREO基準のヘキサン抽出物質(質量ppm)は、 $E \times 1000 \div (D \times A \div 100)$ となる。

10

【0028】

本発明に係る研磨材用原料の製造方法においては、製造された原料をスラリー化した際の沈降体積が所定範囲内となるようにする必要がある。本発明者等によれば、アルカリ金属炭酸塩、アルカリ金属炭酸水素塩、炭酸アンモニウム、炭酸水素アンモニウム、炭酸グアニジン、カルバミン酸アンモニウム、及び、尿素からなる群から選択された少なくとも1種の炭酸系沈澱剤の水溶液と、希土類化合物を含む水溶液とを混合することで沈降体積が制御された研磨材用原料が製造できるようになる。

【0029】

ここで重要なのは、炭酸系沈澱剤の水溶液と希土類化合物を含む水溶液との混合の順序である。本発明に係る研磨材用原料は、沈降体積を30mL(原料スラリー100mLに対して)以上となるように増大させることが必要となる。本発明者等によれば、これら水溶液の混合の順序によらずに、沈降体積が増大した原料を製造することはできるが、攪拌した炭酸系沈澱剤の水溶液に希土類化合物を含む水溶液を添加する場合(以下、説明を簡易にするため、この順序での混合を逆添加法と称する。)においては、炭酸系沈澱剤の水溶液の攪拌速度によらずに沈降体積が増大した原料を製造できる。

20

【0030】

即ち、本発明に係る研磨材用原料を製造するための第1の方法は、アルカリ金属炭酸塩、アルカリ金属炭酸水素塩、炭酸アンモニウム、炭酸水素アンモニウム、炭酸グアニジン、カルバミン酸アンモニウム、及び、尿素からなる群から選択された少なくとも1種の炭酸系沈澱剤の水溶液を攪拌し、この水溶液に、全希土類酸化物(TREO)に対する酸化セリウム含有量30質量%以上、TREOに対するフッ素濃度0.5質量%以下であり、且つ、炭酸根を含む希土類化合物を含む水溶液を混合して沈澱物を生成し、この沈澱物を分離及び洗浄するものである。

30

【0031】

一方、上記逆添加法とは逆の混合順序、つまり、希土類化合物を含む水溶液を攪拌し、これに炭酸系沈澱剤の水溶液を添加する場合(以下、説明を簡易にするため、この順序での混合を正添加法と称する。)においては、順序)では、希土類化合物水溶液を攪拌する際の攪拌速度を速く、具体的には、100m/分以上とすることで、沈降体積が増大した原料を製造することができる。

【0032】

即ち、本発明に係る研磨材用原料を製造するための第2の方法は、全希土類酸化物(TREO)に対する酸化セリウム含有量30質量%以上であり、且つ、TREOに対するフッ素濃度0.5質量%以下である希土類化合物水溶液を周速100m/分以上で攪拌し、アルカリ金属炭酸塩、アルカリ金属炭酸水素塩、炭酸アンモニウム、炭酸水素アンモニウム、炭酸グアニジン、カルバミン酸アンモニウム、及び、尿素からなる群から選択された少なくとも1種の炭酸系沈澱剤の水溶液を、前記希土類化合物水溶液に添加して沈澱物を生成し、前記沈澱物を分離及び洗浄する工程を含むものである。

40

【0033】

以下、本発明に係る2つの研磨材用原料の製造方法について説明する。尚、特に明示がない限り、以下の説明は、逆添加法、正添加法の双方に適用されるものである。本発明に

50

係る方法においては、まず、炭酸系沈澱剤の水溶液と希土類化合物を含む水溶液の2つの水溶液を製造する。

【0034】

希土類化合物を含む水溶液の製造は、例えば、モナザイト精鉱、バストネサイト精鉱等のセリウム含有希土類精鉱を硫酸分解法、アルカリ分解法にて分解し、分別沈澱、分別溶解等の処理を行い、ウラン、トリウム、カルシウム、バリウム、鉄、リン等の不純物を低減・除去して、必要に応じて溶媒抽出等によりT R E O基準の酸化セリウム品位を高めることで製造できる。また、このようにして得られる塩酸系の希土類化合物水溶液を、煮詰めて冷却・固化して得られる塩化希土を水又は希塩酸で溶解しても良い。更に、上記のように天然のセリウム含有希土類精鉱を出発原料とするのではなく、製造済みの塩化希土、セリウム系希土類炭酸塩等の希土類化合物を入手し、これを塩酸等の酸で溶解し、適宜に成分調整して溶液としても良い。このとき、酸化セリウム含有量が本発明の対象外(30質量%未満)であっても、酸で溶解した後、溶媒抽出等によりT R E O基準の酸化セリウム含有量を高めることで本発明に使用することができる。

10

【0035】

また、T R E Oに対するフッ素濃度0.5質量%以下の研磨材用原料を製造するためには、T R E Oに対するフッ素濃度0.5質量%以下の希土類化合物水溶液を使用することは当然である。但し、フッ素が含まれている希土類化合物溶液は、溶液中でフッ化希土類の沈澱が生じており、固形分をほとんど含んでいない希土類化合物溶液は、T R E Oに対するフッ素濃度が0.5質量%以下である。そこで、固形分を含む希土類水溶液(即ち、フッ素が含まれている希土類化合物溶液)であっても、ろ過などにより固形分を除去することでT R E Oに対するフッ素濃度0.5質量%以下の希土類化合物水溶液とすることができる。

20

【0036】

希土類化合物水溶液中の希土類化合物の濃度は、T R E O基準で10~250g/Lが好ましく、20~200g/Lがより好ましい。希土類化合物の濃度が低すぎる場合、多量の溶液が必要となり排水処理の観点から好ましくない。一方、希土類化合物の濃度が高すぎる場合、沈澱発生の反応が不均一になりやすく、粗粒子発生のおそれがある。

【0037】

尚、上記説明から理解できるように、本発明で使用する希土類化合物水溶液の希土類化合物は、塩化物、硝酸塩、硫酸塩、過塩素酸塩等の形態が例示されるが、本発明で使用する希土類化合物水溶液は、希土類化合物が塩化物として存在するものが好ましい。塩化物水溶液から原料を製造すると、塩素の残留が懸念されるものの、残留塩素は後の洗浄工程での洗浄を十分行うことで容易に対応できるからである。この点、希土類化合物が硝酸塩として存在する水溶液を使用する場合においては、残留窒素除去のためには最近の窒素規制を考慮した高コストの排水処理が必要となる。

30

【0038】

炭酸系沈澱剤の水溶液は、水(純水)に炭酸系沈澱剤を混合することで製造可能である。炭酸系沈澱剤は、アルカリ金属炭酸塩、アルカリ金属炭酸水素塩、炭酸アンモニウム、炭酸水素アンモニウム、炭酸グアニジン、カルバミン酸アンモニウム、及び、尿素の少なくともいずれかを含むものである。アルカリ金属炭酸塩及びアルカリ金属炭酸水素塩のアルカリ金属としては、ナトリウム、カリウム、リチウムが好適である。炭酸系沈澱剤としては、アルカリ金属を含まないものが沈澱物中にアルカリ金属が混入しない点で好ましく、中でも、炭酸水素アンモニウムが好ましい。炭酸系沈澱剤の濃度は、0.2~1.0mol/Lが好ましい。0.2mol/L未満では排水量が増えるからであり、1.0mol/Lを超えると反応が不均一となるおそれがあるからである。そして、炭酸系沈澱剤の水溶液の使用量は、希土類化合物水溶液の使用量(目的とする原料の製造量に関連する)による。炭酸系沈澱剤の量が、希土類化合物水溶液中の希土類元素及び過剰な酸に対して、化学量論量の0.95~2.5倍(好ましくは1.0~2.0倍、より好ましくは1.1~1.5倍)となるようにし、この量を基準として炭酸系沈澱剤濃度を考慮し、その水

40

50

溶液の使用量を決定するのが好ましい。下限値未満では、希土類元素の沈澱が十分生じないため収率が低下することとなる。尚、希土類化合物水溶液の過剰な酸の量は、例えばプロモクレゾールグリーン-メチルレッド溶液を指示薬とした中和滴定により求めることができる。但し、希土類化合物水溶液のpHが1以上(特に2以上)の場合は、過剰な酸の量は少ないといえるため、無視してもほとんど影響はない。

【0039】

そして、製造した炭酸系沈澱剤の水溶液と希土類化合物水溶液とを混合することにより沈澱が生成する。ここで、逆添加法、正添加法では、攪拌の対象及び混合の順序が異なる。逆添加法では、炭酸系沈澱剤の水溶液を攪拌し、これに希土類化合物水溶液を添加するが、この際の攪拌速度に制限はない。

10

【0040】

一方、正添加法では、希土類化合物水溶液を攪拌しつつ、炭酸系沈澱剤の水溶液を添加するが、この際の攪拌速度は周速(攪拌羽根の攪拌軸から最も遠い部分の速度をいう)で100m/分以上とすることが必要である。これ以下の攪拌速度で攪拌しても沈降体積が30mL未満の研磨材用原料が製造される可能性が高いからである。そして、正添加法における攪拌速度は、125m/分以上がより好ましく、特に好ましいのは150m/分以上である。攪拌速度の上限には制限はないが、攪拌装置のコストの観点から、4000m/分以下、好ましくは3000m/分以下、より好ましくは2000m/分以下が好ましい。

【0041】

希土類化合物水溶液又は炭酸系沈澱剤の水溶液の添加時間は、5~1200分が好ましく、10~600分がより好ましく、20~300分が更に好ましい。あまりに素早く添加すると、生成する沈澱物が微粒となり、製造される研磨材の研磨速度が低下すると共に、生成する沈澱物が不均一となり、製造される研磨材の研磨精度も若干低下する。一方、あまりにゆっくりと添加しても、粗大な沈澱物が生成し、製造される研磨材の研磨精度が低下することとなる。また、混合時には、溶液を加温する必要は特にないが、加温しても良い。この場合、液温を60以下とするのが好ましく、40以下が特に好ましい。溶液が高温となると沈澱物が粗大となり、製造される研磨材の研磨精度が低下する。

20

【0042】

以上の炭酸系沈澱剤の水溶液と希土類化合物水溶液との混合で生成した沈澱物を固液分離し、洗浄することで本発明に係る研磨材用原料とすることができる。洗浄後の研磨材用原料は、適宜に乾燥を行っても良い。

30

【0043】

尚、上述のように、本発明に係る研磨材は、塩酸に溶解した際に測定されるヘキサン抽出物質の含有量が、TREO基準で700質量ppm以下であることが好ましい。ヘキサン抽出物質は、研磨材用原料の製造工程で一般的に実施される溶媒抽出用いる有機溶媒に由来するものである。そこで、ヘキサン抽出物質を低減する方法としては、第1の方法として、ヘキサン抽出物質を含む希土類化合物水溶液を静置し、水溶液中のヘキサン抽出物質を分離させて除去する方法がある。また、第2の方法として、ヘキサン抽出物質を含む希土類化合物水溶液をポリプロピレン繊維、植物繊維、活性炭等の油吸着剤と接触させ、ヘキサン抽出物質を吸着除去する方法がある。これらのヘキサン抽出物質除去の工程は、少なくともいずれかが実施されることが好ましいが、第1の方法を実施した後に第2の方法を実施することで、一層効果的なものとなる。

40

【0044】

また、ヘキサン抽出物質を低減するためには、上記第1、第2の方法いずれにおいてもpHが低い方が効率的である。具体的には、希土類化合物水溶液のpHは、3.0以下が好ましく、2.0以下がより好ましく、1.0以下が更に好ましい。但し、pHを低くしすぎると、ヘキサン抽出物質除去の観点からは好ましいが、沈澱剤がより多く必要になる。したがって、ヘキサン抽出物質低減処理に供する希土類化合物水溶液のpHの下限値としては、0.0以上が好ましく、0.2以上がより好ましい。

50

【0045】

本発明に係る研磨材用原料によりセリウム系研磨材を製造するためには、基本的に従来の方が適用できる。即ち、研磨材用原料を粉碎した後、焙焼して適宜に粉碎・分級することで研磨材が製造できる。

【0046】

ここで、焙焼工程前に行なう研磨材用原料の粉碎工程としては、一般的には粉碎装置、特に湿式粉碎装置により行なう。本発明においても粉碎装置による粉碎は有用である。但し、より有効な粉碎の手法として、アンモニア、炭酸アンモニウム、炭酸水素アンモニウム、炭酸グアニジン、カルバミン酸アンモニウム、及び、尿素からなる群から選択された少なくとも1種の化合物を含む水溶液、又は、水に研磨材用原料を混合し、これを60～100で加熱して、研磨材用原料を粉碎しても良い(以下、このような粉碎方法を浸漬加熱粉碎と称する。)。この浸漬加熱粉碎を行なうことで、製造される研磨材は、研磨傷の少ないより高精度の研磨面を形成できるものとなる。この浸漬加熱粉碎のタイミングは、焙焼工程の前であれば特に限定されることはない。もっとも、浸漬加熱粉碎を行うことは、粉碎装置による粉碎を行なうことを妨げるものではない。従って、両方の粉碎法を適宜に組み合わせて行なっても良い。

【発明の効果】

【0047】

以上説明したように、本発明に係るセリウム系研磨材用原料を用いることで、従来のセリウム系研磨材用原料を用いて製造した研磨材に対し、研磨速度を同等以上としつつ、より高精度の研磨面が形成可能なセリウム系研磨材を製造することができる。本発明に係る研磨材用原料は、その本来の性質としてフッ素などをほとんど含有していないことから、環境問題、研磨材のリサイクルにも対応できる。尚、本発明に係るセリウム系研磨材用原料は、フッ素成分を添加せずに研磨材を製造する場合に特に有用であるが、フッ素成分濃度を調整しつつフッ素成分を添加して研磨材を製造する場合にも利用可能である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0048】

以下、本発明の好適な実施形態を説明する。本実施形態では、炭酸系沈澱剤水溶液と希土類化合物水溶液とを混合して研磨材用原料を製造する方法において、異なる出発原料、工程により複数の希土類化合物水溶液を製造し、これを炭酸系沈澱剤水溶液に添加・混合して複数の研磨材用原料を製造した。そして、これらからセリウム系研磨材を製造し、それらの研磨特性を評価した。

【0049】

A：希土類化合物水溶液の製造

以下の2種の工程により、複数の希土類化合物水溶液を製造した。

製造工程1

この製造工程は、出発原料として塩化希土を用いて希土類化合物水溶液を製造するものである。この製造工程により製造される希土類化合物水溶液から得られた研磨材用原料は、後述の実施例1～30、36～44、比較例1、2、4に該当する。この製造工程の概要を図1(a)に示す。

【0050】

塩化希土(TREO46質量%)を0.3mol/Lの塩酸で溶解してTREO濃度150g/Lの溶解液とし、これを溶媒抽出する。溶媒抽出は、30段(向流抽出10段、向流逆抽出20段)のミキサセトラセトラ部有効容量:200L/段)にて行った。有機溶媒は、容量6L/分で抽出部の第1段に入り第10段から出て、そのまま逆抽出部の第1段に入り第20段から出るようになっている。水相は、抽出部では溶解液を抽出部に第10段に1L/分で入れ、2mol/Lの水酸化ナトリウム水溶液を抽出部の第1、3、5、7段に各0.35L/分添加し、抽出部の第1段から出るようになっている。逆抽出部では、5.2mol/Lの塩酸を逆抽出部第20段から1L/分で入れ、第11段から0.56L/分拔出し、残りを逆抽出部第1段から拔出した。水酸化ナトリウムは、

溶解液中の希土類元素をほぼ全量有機溶媒に抽出するために添加したものである。尚、有機溶媒は抽出剤（PC-88A（大八化学工業（株）製））と希釈剤（IPソルベント（出光石油化学（株）製））を容量比で1：2で混合したものである。

【0051】

次いで、溶媒抽出工程の逆抽出部の第1段から抽出した逆抽出液（TREO濃度：291g/L）について塩酸にてpH調整を行い、pH=0.9とし、これを24時間静置し、油水分離した（但し、実施例22では静置時間を3時間とし、実施例21、24では油水分離を行っていない。）。

【0052】

そして、上記処理後の逆抽出液をポリプロピレン繊維が充填されたカラムに通して吸着剤処理を行った（但し、実施例21～23では、吸着剤処理は行っていない。）。

【0053】

以上の処理を行った逆抽出液（希土類化合物水溶液）について、純水にて適宜に濃度調整を行い、TREO濃度5～270g/Lの希土類化合物水溶液とした。尚、以上の工程における、処理前の塩化希土（溶解液）に含まれるTREO中の組成、及び、溶媒抽出後の逆抽出液（希土類化合物水溶液）に含まれるTREO中の組成は以下のようになっていた。また、製造された希土類化合物水溶液のTREO1kgあたりの希土類元素量は5.92molであった。

【0054】

【表1】

	TREO中の含有量（質量%）			
	CeO ₂	La ₂ O ₃	Pr ₆ O ₁₁	Nd ₂ O ₃
塩化希土 （溶解液）	51	28	6	15
逆抽出液 （希土類化合物水溶液）	60	33	5	2

【0055】

製造工程2

この製造工程は、中国産の炭酸セリウム（TREO45質量%、CeO₂/TREO>99.9質量%：この炭酸セリウムからなる研磨材用原料を比較例3とする。）を用いて希土類化合物水溶液を製造した。この製造工程により製造される希土類化合物水溶液から得られた研磨材用原料は、後述の実施例31～35に該当する。この製造工程の概要を図1（b）に示す。

【0056】

上記炭酸セリウムを0.2mol/Lの塩酸で溶解してろ過し、TREO濃度180g/Lの溶解液とした。そして、この溶解液について塩酸にてpH調整を行い、pH=0.9とし、これを24時間静置し、油水分離した。

【0057】

そして、上記処理後の溶解液をポリプロピレン繊維が充填されたカラムに通して吸着剤処理を行った。吸着剤処理後の溶液について、純水にて適宜に濃度調整を行い、TREO濃度50g/Lの希土類化合物水溶液とした。尚、この希土類化合物水溶液の酸化セリウム濃度（CeO₂/TREO）は99.9質量%以上であった。また、製造された希土類化合物水溶液のTREO1kgあたりの希土類元素量は5.81molであった（CeO₂/TREOを100質量%として計算）。

【0058】

B：炭酸系沈澱剤水溶液の製造

炭酸系沈澱剤の水溶液は、水に炭酸系沈澱剤（炭酸水素アンモニウム又は炭酸ナトリウ

10

20

30

40

50

ム)を溶解させて製造した。炭酸系沈澱剤の溶解量は、各希土類化合物水溶液が含有する希土類元素に対する化学量論量と、中和滴定で求めた過剰の酸を中和するのに必要な化学量論量との合計量に対して1.2倍量とした。尚、各実施例の希土類化合物水溶液中の希土類元素は、ほとんどすべてが3価であるので、3価で計算した。

【0059】

C：炭酸系沈澱剤水溶液と炭酸系沈澱剤水溶液との混合

そして、希土類化合物溶液と、炭酸系沈澱剤水溶液とを混合して沈澱生成し、これを洗浄して研磨材用原料を製造した。

【0060】

実施例1～40では、逆添加法、つまり、炭酸系沈澱剤の水溶液を攪拌しつつ、希土類化合物水溶液をTREO30kg分添加した。このときの添加時間としては、3～1200分と複数の添加時間を採用し、また、水溶液の攪拌速度(周速)として50～175m/分と複数の速度を設定した。更に、添加時の溶液加熱については、行う場合(30～70)と行わない場合についての双方で混合を行った。希土類化合物水溶液添加後の溶液は、次のろ過工程開始まで30分間攪拌しておいた。

【0061】

一方、実施例41～44、比較例1、2、4では、正添加法、つまり、希土類化合物水溶液を攪拌しつつ、炭酸系沈澱剤の水溶液を添加する方法にて沈澱を生成した。この場合においても、攪拌速度として50～175m/分と複数の速度を設定した。

【0062】

尚、上記実施例においては、逆添加法、正添加法いずれの場合でも、炭酸系沈澱剤水溶液又は希土類化合物水溶液の攪拌速度は、特記しない限り75m/分とした。

【0063】

D：固液分離、洗浄

炭酸系沈澱剤の水溶液と希土類化合物水溶液との攪拌により生成する沈澱を分離するため、溶液を真空ろ過した。そして、ろ別された沈澱物を洗浄し、セリウム系研磨材用原料とした。この洗浄は、100L/回純水にて行い、0～5回の洗浄を行った(比較例7のみ洗浄せず(0回))。

【0064】

以上の工程により製造されたセリウム系研磨材用原料について、沈降体積、ヘキサン抽出物質含有量、TREO濃度、フッ素濃度、塩素濃度、強熱減量、平均粒径(D_{50} 粒径)を測定した。これらの特性の測定において、沈降体積、静置法見掛け比容、ヘキサン抽出物質含有量、強熱減量の測定は、上述の測定方法に従った。

【0065】

フッ素濃度の測定は、研磨材をアルカリ溶融して温水抽出し、フッ化物イオン電極法により測定した。塩素濃度の測定は、研磨材を硝酸にて溶解後、Volhard滴定法にて測定した。また、これらの基準となるTREOは、研磨材を酸溶解し、溶液にシュウ酸を添加して沈澱物を生じさせ、この沈澱物を焼成して重量法にて測定した。

【0066】

平均粒径(D_{50} 粒径)の測定は、レーザー回折・散乱法粒子径分布測定装置((株)堀場製作所製：LA-920)を使用して粒度分布を測定することにより、体積基準の積算分率における50質量%径を求めることにより行った。

【0067】

表2～表7は、本実施形態で製造した各種の研磨材用原料の諸特性を示す。

【0068】

【表 2】

	研摩材用原料製造条件										研摩材用原料						
	ヘキサノ抽出物質除去		炭酸系沈澱剤		希土類化合物水溶液			洗浄回数(回)	加熱温度(°C)	沈降体積(mL)	FV(mL/g)	ヘキサノ抽出物質/TREO(質量ppm)	CeO ₂ TREO(質量%)	FTREO(質量%)	ClTREO(質量%)	強熱減量(質量%)	D ₅₀ (μm)
	pH	静置 ^{*1} 処理	吸着 ^{*2} 処理	種類 ^{*3}	濃度(mol/L)	使用量(倍)	TREO濃度(g/L)										
実施例1							3		100	3.57					65	1.5	
実施例2							5		90	3.14					60	4.3	
実施例3							10		69	2.92					58	7.3	
実施例4							20		60	2.70					56	11.8	
実施例5							30		56	2.46					56	15.3	
実施例6	0.9	○	○	AHC	0.5	1.2	60	- ^{*4}	51	2.15	<25	60	<0.1	<0.03	56	19.8	
実施例7							120		48	1.96					55	23.3	
実施例8							180		42	1.79					55	26.9	
実施例9							300		40	1.51					55	29.4	
実施例10							600		34	1.34					54	31.7	
実施例11							1200		30	1.03					54	33.5	
比較例1 ^{*5}	0.9	○	○	AHC	0.5	1.2	1200	- ^{*4}	25	0.94	<25	60	<0.1	<0.03	54	62.5	
比較例2 ^{*5}								70	26	0.85					54	93.8	

*1 : ○ 24時間実施、△ 3時間実施、× 実施せず

*2 : ○ 実施、× 実施せず

*3 : 炭酸系沈澱剤の種類 AHC:炭酸水素アンモニウム、SC:炭酸ナトリウム

*4 : ーは加熱しなかったことを示す。温度は約20°Cであった。

*5 : 比較例1及び2のみ希土類化合物水溶液を攪拌しているところへ、炭酸系沈澱剤水溶液を添加した

【表 3】

	研摩材用原料製造条件										研摩材用原料						
	ヘキサン抽出物質除去		炭酸系沈澱剤		希土類化合物水溶液		加熱温度 (°C)	洗浄回数 (回)	沈降体積 (mL)	FV (mL/g)	ヘキサン抽出物質/TREO (質量ppm)	CeO ₂ TREO (質量%)	F TREO (質量%)	Cl TREO (質量%)	強熱減量 (質量%)	D ₅₀ (μm)	
	pH	静置 ^{*1} 処理	吸着 ^{*2} 処理	種類 ^{*3}	濃度 (mol/L)	使用量 (倍)	TREO濃度 (g/L)	添加時間 (分)	加熱温度 (°C)	洗浄回数 (回)	沈降体積 (mL)	FV (mL/g)	ヘキサン抽出物質/TREO (質量ppm)	CeO ₂ TREO (質量%)	F TREO (質量%)	Cl TREO (質量%)	強熱減量 (質量%)
実施例6								-*4			2.15					56	19.8
実施例12								30		44	1.83					56	21.7
実施例13	0.9	○	○	AHC	0.5	1.2	50	60	5	40	1.50	<25	60	<0.1	<0.03	55	23.4
実施例14								60		35	1.30					55	25.9
実施例15								70		31	1.05					54	32.7
実施例16							10			41	1.87					55	22.7
実施例6							50			51	2.15					56	19.8
実施例17							100			40	2.30	<25	60	<0.1	<0.03	56	16.2
実施例18	0.9	○	○	AHC	0.5	1.2	200	60	5	52	2.49					56	12.3
実施例19							250			59	2.65					58	9.4
実施例20							270			92	3.40					60	3.2
実施例21		x	x							53	2.31	830				56	18.8
実施例22		△	x							50	2.27	650				55	19.2
実施例23	0.9	○	x	AHC	0.5	1.2	50	60	5	49	2.23	230	60	<0.1	<0.03	55	19.5
実施例24		x	○							53	2.20	140				55	19.9
実施例6		○	○							51	2.15	<25				56	19.8

*1 : ○ 24時間実施、△ 3時間実施、x 実施せず

*2 : ○ 実施、x 実施せず

*3 : 炭酸系沈澱剤の種類 AHC:炭酸水素アンモニウム、SC:炭酸ナトリウム

*4 : -は加熱しなかったことを示す。温度は約20°Cであった。

【表 4】

	研摩材用原料製造条件										研摩材用原料						
	ヘキサノ抽出物質除去		炭酸系沈澱剤		希土類化合物水溶液		加熱温度 (°C)	洗浄回数 (回)	沈降体積 (mL)	FV (mL/g)	ヘキサノ抽出物質/TREO (質量ppm)	CeO ₂ /TREO (質量%)	F		Cl	強熱減量 (質量%)	D ₅₀ (μm)
	pH	静置 ^{*1} 処理	吸着 ^{*2} 処理	種類 ^{*3}	濃度 (mol/L)	使用量 (倍)							TREO濃度 (g/L)	添加時間 (分)			
実施例25							0	93	3.66					1.4	60	6.7	
実施例26							1	88	3.00					0.48	58	13.7	
実施例27	0.9	○	○	AHC	0.5	1.2	2	70	2.68	60		60	<0.1	0.30	56	15.5	
実施例28							3	60	2.57					0.19	55	17.2	
実施例29							4	57	2.50					0.10	55	18.6	
実施例6							5	51	2.43					<0.03	56	19.8	
実施例30	0.9	○	○	SC	0.5	1.2	5	49	2.23	60		60	<0.1	<0.03	55	22.6	
実施例6				AHC				51	2.15						56	19.8	

*1 : ○ 24時間実施、△ 3時間実施、× 実施せず
 *2 : ○ 実施、× 実施せず
 *3 : 炭酸系沈澱剤の種類 AHC:炭酸水素アンモニウム、SC:炭酸ナトリウム
 *4 : -は加熱しなかったことを示す。温度は約20°Cであった。

【表 5】

	研磨材用原料製造条件										研磨材用原料								
	ヘキサン抽出物質除去		炭酸系沈澱剤		希土類化合物水溶液		洗浄回数 (回)	加熱温度 (°C)	沈降水積 (mL)	FV (mL/g)	ヘキサン抽出物質/TREO (質量ppm)	CeO ₂		F		Cl		強熱減量 (質量%)	D ₅₀ (μm)
	pH	精置 ^{*1} 処理	吸着 ^{*2} 処理	種類 ^{*3}	濃度 (mol/L)	使用量 (倍)						TREO濃度 (g/L)	添加時間 (分)	TREO (質量%)	TREO (質量%)	TREO (質量%)	TREO (質量%)		
比較例3									24	0.93	320	>99.5	<0.1	0.15				55	125.2
実施例31							— ^{*4}	58	2.35									57	8.5
実施例32							30	49	2.10									56	15.1
実施例33	0.9	○	○	AHC	0.5	1.2	60	40	1.53	<25	>99.9	<0.1	<0.03				55	19.0	
実施例34							60	35	1.32									55	28.9
実施例35							70	31	1.08									54	39.3

*1: ○ 24時間実施、△ 3時間実施、× 実施せず
 *2: ○ 実施、× 実施せず
 *3: 炭酸系沈澱剤の種類 AHC: 炭酸水素アンモニウム、SC: 炭酸ナトリウム
 *4: ーは加熱しなかったことを示す。温度は約20°Cであった。

【表 6】

	研摩材用原料製造条件						研摩材用原料												
	へキシン抽出物質除去			炭酸系沈澱剤			希土類化合物水溶液			洗浄回数									
	pH	静置*1 処理	吸着*2 処理	種類*3	濃度 (mol/L)	使用量 (倍)	標料速度 (m/min)	TREO濃度 (g/L)	TREO添加時間 (分)	加熱 温度 (°C)	洗浄 回数 (回)	沈降 体積 (mL)	FV (mL/g)	へキシン 抽出物質 /TREO (質量ppm)	CeO ₂ TREO (質量%)	F TREO (質量%)	Cl TREO (質量%)	強熱 減量 (質量%)	D ₅₀ (μm)
実施例36							50					48	2.02					57	22.5
実施例6							75					51	2.15					56	19.8
実施例37							100					54	2.26					56	18.7
実施例38	0.9	○	○	AHC	0.5	1.2	125	50	60	-*4	5	55	2.34	<25	60	<0.1	<0.03	55	17.5
実施例39							150					57	2.42					55	16.8
実施例40							175					59	2.80					55	16.1

*1 : ○ 24時間実施、△ 3時間実施、× 実施せず
 *2 : ○ 実施、× 実施せず
 *3 : 炭酸系沈澱剤の種類 AHC:炭酸水素アンモニウム、SC:炭酸ナトリウム
 *4 : -は加熱しなかったことを示す。温度は約20°Cであった。

【表 7】

	研摩材用原料製造条件										研摩材用原料															
	ヘキサン抽出物質除去					希土類化合物水溶液					炭酸系沈澱剤			洗浄回数 (回)	加熱温度 (°C)	沈降体積 (mL)	FV (mL/g)	ヘキサン抽出物質/TREO (質量ppm)	CeO ₂ TREO (質量%)	F TREO (質量%)	Cl TREO (質量%)	強熱減量 (質量%)	D ₅₀ (μm)			
	pH	静置*1 処理	吸着*2 処理	TREO濃度 (g/L)	攪拌速度 (m/min)	種類*3	濃度 (mol/L)	使用量 (倍)	添加時間 (分)	加熱温度 (°C)	洗浄回数 (回)															
												濃度 (mol/L)	使用量 (倍)	添加時間 (分)												
比較例4					50								21	0.82											58	95.3
比較例1					75								25	0.91											54	62.5
実施例41		○		50	100	AHC	0.5	1.2	1200	-*4	5		30	1.05			60	<0.1	<0.03					54	44.7	
実施例42					125								40	1.13											54	30.5
実施例43					150								48	1.25											53	25.3
実施例44					175								50	1.31											53	23.9

*1 : ○ 24時間実施、△ 3時間実施、× 実施せず

*2 : ○ 実施、× 実施せず

*3 : 炭酸系沈澱剤の種類 AHC: 炭酸水素アンモニウム、SC: 炭酸ナトリウム

*4 : ーは加熱しなかったことを示す。温度は約20°Cであった。

次に、製造した複数のセリウム系研磨材用原料を用いてセリウム系研磨材を製造した。研磨材製造工程では、まず、製造した研磨材用原料を浸漬加熱粉碎した。浸漬加熱粉碎は、容量350Lの槽で、研磨材用原料TREO30kgを純水150Lと混合し、攪拌しながら蒸気を吹き込み90℃に到達してから3時間この温度を維持し、その後放冷することにより行った。

【0075】

そして、浸漬加熱粉碎後のスラリーをろ過し、研磨材用原料を150℃で48時間乾燥を行い、アトマイザーにて乾式粉碎を行い、焙焼処理した。焙焼条件は、加熱温度を980℃(CeO₂/TREO>99.9質量%の場合)、1050℃(CeO₂/TREO60質量%の場合)とし、時間を24時間とした。

10

【0076】

焙焼処理後、焙焼品を純水により64Lのスラリーとした後、湿式粉碎した。湿式粉碎は、直径1.0mmのジルコニアボールを用いたビーズミルにて5パス行った。そして、スラリーをろ過後、150℃で48時間乾燥を行い、アトマイザーにて乾式粉碎を行うことでセリウム系研磨材とした。

【0077】

研磨材の特性評価

そして、製造された各種のセリウム系研磨材について、平均粒径及びBET表面積を測定すると共に、その研磨特性(研磨速度、研磨精度)を評価すべく研磨試験を行った。

【0078】

BET法比表面積の測定は、JIS R 1626-1996(ファインセラミックス粉体の気体吸着BET法による比表面積の測定方法)の「6.2 流動法の(3.5)一点法」に準拠して測定を行った。その際、キャリアガスであるヘリウムと、吸着質ガスである窒素の混合ガスを使用した。また、平均粒径(D₅₀粒径)の測定は原料の測定方法と同様とした。

20

【0079】

研磨試験については、研磨試験機(HSP-2I型、台東精機(株)製)を用意した。この研磨試験機は、スラリー状の研磨材を研磨対象面に供給しながら、当該研磨対象面を研磨パッドで研磨するものである。研磨試験に当たっては、研磨材と純水とを混合してTREO100g/Lのスラリー状の研磨材を20L調製した。そして、研磨試験では、スラリー状の研磨材を5リットル/分の割合で供給することとし、研磨材を循環使用した。尚、研磨対象物は65mmの平面パネル用ガラスとした。また、研磨パッドはポリウレタン製のものを使用した。研磨面に対する研磨パッドの圧力は9.8kPa(100g/cm²)とし、研磨試験機の回転速度は100rpmに設定し、30分間研磨した。

30

【0080】

そして、研磨特性の評価は、まず、研磨前後のガラス重量を測定して研磨によるガラス重量の減少量を求め、この値に基づき研磨値を求めた。本研磨試験では、この研磨値を用いて研磨速度を評価した。なお、ここでは、実施例1によって得られた試料を用いて研磨した場合の研磨値を基準(100)とした。

【0081】

そして、研磨により得られたガラスの被研磨面を純水で洗浄し、無塵状態で乾燥させた後、研磨精度を評価を行った。この評価は、研磨後のガラスの被研磨面について、原子間力顕微鏡(AFM)により表面粗さを測定し、Ra(平均表面粗さ)を評価することにより行った。

40

【0082】

製造した各種研磨材の物性、及び、研磨特性について、表8~表13にその結果を示す。

【0083】

【表 8】

	研摩材用原料										沈降測定界面の見易さ	研摩材		研摩評価	
	沈降体積 (mL)	FV (mL/g)	ヘキサノ抽出物質/TREO (質量ppm)	CeO ₂ /TREO (質量%)	F/TREO (質量%)	Cl/TREO (質量%)	強熱減量 (質量%)	D ₅₀ (μm)	D ₅₀ (μm)	BET法比表面積 (m ² /g)		研摩速度 (相対値)	Ra (nm)		
実施例1	100	3.57					65	1.5	0.35	15.7	100	0.25			
実施例2	90	3.14				60	4.3	0.42	11.7	157	0.14				
実施例3	69	2.92				58	7.3	0.47	10.5	215	0.15				
実施例4	60	2.70				56	11.8	0.52	9.6	325	0.17				
実施例5	56	2.46				56	15.3	0.56	9.3	342	0.18				
実施例6	51	2.15	<25	60	<0.1	<0.03	56	19.8	0.58	8.9	353	0.19			
実施例7	48	1.96				55	23.3	0.61	8.3	367	0.20				
実施例8	42	1.79				55	26.9	0.66	7.9	375	0.22				
実施例9	40	1.51				55	29.4	0.69	7.4	381	0.27				
実施例11	34	1.34				54	31.7	0.74	6.7	385	0.46				
実施例13	30	1.03				54	33.5	0.79	6.3	388	0.97				
比較例1 ^{*5}	25	0.94	<25	60	<0.1	<0.03	54	62.5	0.82	5.8	337	2.59			
比較例2 ^{*5}	26	0.85				54	93.8	0.85	5.6	347	3.92				

沈降体積界面の見易さ

- 1: 界面の確認が非常に困難
- 2: 界面の確認が困難
- 3: 界面の確認が少し困難
- 4: わずかに濁りがあるが界面の確認が容易
- 5: 濁りがなく界面の確認が特に容易

【表 9】

	研磨材用原料										沈降測定界面の見易さ	研磨材		研磨評価	
	沈降体積 (mL)	FV (mL/g)	ヘキサン抽出物質/TREO (質量ppm)	CeO ₂ /TREO (質量%)	F/TREO (質量%)	Cl/TREO (質量%)	強熱減量 (質量%)	D ₅₀ (μm)	D ₅₀ (μm)	BET法比表面積 (m ² /g)		研磨速度 (相対値)	Ra (nm)		
実施例6	51	2.15					56	19.8	0.58	8.9	353	0.19			
実施例12	44	1.83				56	21.7	0.63	8.2	365	0.23				
実施例13	40	1.50	<25	60	<0.1	<0.03	55	23.4	0.67	7.9	377	0.29			
実施例14	35	1.30				55	25.9	0.71	6.9	385	0.50				
実施例15	31	1.05				54	32.7	0.79	6.2	394	0.96				
実施例16	41	1.87				55	22.7	0.83	5.8	371	0.22				
実施例6	51	2.15				56	19.8	0.58	8.9	353	0.19				
実施例17	40	2.30	<25	60	<0.1	<0.03	56	16.2	0.68	7.9	344	0.18			
実施例18	52	2.49				56	12.3	0.58	8.9	331	0.17				
実施例19	59	2.65				58	9.4	0.55	9.3	311	0.17				
実施例20	92	3.40				60	3.2	0.37	14.2	105	0.24				
実施例21	53	2.31	830			56	18.8	0.56	9.3	341	0.23				
実施例22	50	2.27	650			55	19.2	0.56	9.2	346	0.21				
実施例23	49	2.23	230	60	<0.1	<0.03	55	19.5	0.57	9.0	345	0.21			
実施例24	53	2.20	140			55	19.9	0.58	9.0	350	0.20				
実施例6	51	2.15	<25			56	19.8	0.58	8.9	353	0.19				

沈降体積界面の見易さ

1: 界面の確認が非常に困難

2: 界面の確認が困難

3: 界面の確認が少し困難

4: わずかに濁りがあるが界面の確認が容易

5: 濁りがなく界面の確認が特に容易

【表 1 0】

	研摩材用原料										研摩材		研摩評価	
	沈降 体積 (mL)	FV (mL/g)	ヘキサ ン抽出物 質/TREO (質量ppm)	CeO ₂ /TREO (質量%)	F /TREO (質量%)	Cl /TREO (質量%)	強熱 減量 (質量%)	D ₅₀ (μm)	沈降測定界面 の見易さ	D ₅₀ (μm)	BET法 比表面積 (m ² /g)	研摩 速度 (相対値)	Ra (nm)	
実施例25	93	3.66				1.4	60		0.37	15.3	95	0.66		
実施例26	88	3.00			0.48	58			0.42	11.9	150	0.33		
実施例27	70	2.68			0.30	56		5	0.46	10.9	250	0.22		
実施例28	60	2.57	<25	60	0.19	55			0.51	10.1	287	0.20		
実施例29	57	2.50			0.10	55			0.55	9.5	322	0.20		
実施例6	51	2.43			<0.03	56			0.58	8.9	353	0.19		
実施例30	49	2.23	<25	60	<0.1	55		5	0.67	8.0	359	0.22		
実施例6	51	2.15			<0.03	56			0.58	8.9	353	0.19		

沈降体積界面の見易さ

- 1: 界面の確認が非常に困難
- 2: 界面の確認が困難
- 3: 界面の確認が少し困難
- 4: わずかに濁りがあるが界面の確認が容易
- 5: 濁りがなく界面の確認が特に容易

【表 1 1】

	研磨材用原料										研磨材			研磨評価	
	沈降 体積 (mL)	FV (mL/g)	ヘキサノ 抽出物質 /TREO (質量ppm)	CeO ₂ TREO (質量%)	F TREO (質量%)	Cl TREO (質量%)	強熱 減量 (質量%)	D ₅₀ (μm)	沈降測定界面 の見易さ	D ₅₀ (μm)	BET法 比表面積 (m ² /g)	研磨 速度 (相対値)	Ra (nm)		
比較例3	24	0.93	320	>99.5	<0.1	0.15	55	125.2	1	0.98	4.8	367	5.84		
実施例31	58	2.35					57	8.5		0.60	8.3	537	0.20		
実施例32	49	2.10					56	15.1		0.65	7.8	540	0.25		
実施例33	40	1.53	<25	>99.9	<0.1	<0.03	55	19.0	5	0.68	7.1	545	0.29		
実施例34	35	1.32					55	28.9		0.73	6.3	547	0.50		
実施例35	31	1.08					54	39.3		0.88	5.7	551	0.83		

沈降体積界面の見易さ

- 1: 界面の確認が非常に困難
- 2: 界面の確認が困難
- 3: 界面の確認が少し困難
- 4: わずかに濁りがあるが界面の確認が容易
- 5: 濁りがなく界面の確認が特に容易

【表 1 2】

	研磨材用原料										沈降測定界面の見易さ	研磨材		研磨評価	
	沈降体積 (mL)	FV (mL/g)	ヘキサノ抽出物質/TREO (質量ppm)	CeO ₂ /TREO (質量%)	F/TREO (質量%)	Cl/TREO (質量%)	強熱減量 (質量%)	D ₅₀ (μm)	D ₅₀ (μm)	BET法比表面積 (m ² /g)		研磨速度 (相対値)	Ra (nm)		
実施例36	48	2.02					57	22.5	0.63	8.1	362	0.23			
実施例6	51	2.15				56	19.8	0.58	8.9	353	0.19				
実施例37	54	2.26	<25	60	<0.1	<0.03	56	18.7	0.55	9.2	347	0.19			
実施例38	55	2.34					55	17.5	0.53	9.4	341	0.18			
実施例39	57	2.42					55	16.8	0.53	9.7	335	0.17			
実施例40	59	2.80					55	16.1	0.51	9.9	328	0.17			

沈降体積界面の見易さ

- 1: 界面の確認が非常に困難
- 2: 界面の確認が困難
- 3: 界面の確認が少し困難
- 4: わずかに濁りがあるが界面の確認が容易
- 5: 濁りがなく界面の確認が特に容易

【表 1 3】

	研磨材用原料										沈降測定界面の見易さ	研磨材		研磨評価	
	沈降 体積 (mL)	FV (mL/g)	ヘキサ ン 抽出物質 /TREO (質量ppm)	CeO ₂ TREO (質量%)	F TREO (質量%)	Cl TREO (質量%)	強熱 減量 (質量%)	D ₅₀ (μm)	D ₅₀ (μm)	BET法 比表面積 (m ² /g)		研磨 速度 (相対値)	Ra (nm)		
比較例4	21	0.82					58	95.3	1.29	3.9	355	2.98			
比較例1	25	0.91				54	62.5	0.82	5.8	337	2.59				
実施例41	30	1.05				54	44.7	0.74	6.7	315	0.99				
実施例42	40	1.13	<25	60	<0.1	<0.03	54	30.5	0.66	7.5	294	0.61			
実施例43	48	1.25				53	25.3	0.61	8.3	281	0.49				
実施例44	50	1.31				53	23.9	0.59	8.5	277	0.47				

沈降体積界面の見易さ

- 1: 界面の確認が非常に困難
- 2: 界面の確認が困難
- 3: 界面の確認が少し困難
- 4: わずかに濁りがあるが界面の確認が容易
- 5: 濁りがなく界面の確認が特に容易

10

20

30

40

【0089】

以上の各種製造工程により製造された研磨材用原料の物性値(表2~表7)、及び、それらにより製造された研磨材の研磨特性(表8~表13)を基に対比を行うと、以下のよう
に考察される。

【0090】

50

評価 1 : 沈降水積による評価

表 8 ~ 表 1 1 は、製造条件を変化させつつ製造した沈降水積の異なる研磨材用原料を用いて製造した研磨材の特性の比較結果を示すものである。研磨材用原料の沈降水積は、その製造条件（希土類化合物水溶液の濃度、添加時間、沈澱物の洗浄回数）により変化するが（この点は後述する）、いずれの場合においても、沈降水積が 30 mL 未満の研磨材用原料から製造される研磨材は、研磨速度は高いものの、表面粗さが大きく研磨精度に劣る（傷の発生が確認された）。従って、研磨材用原料の沈降水積については、30 mL 以上であることが必要であることがわかる。一方、沈降水積が 90 mL を超える研磨材用原料から製造される研磨材は、研磨速度が低くなる。そこで、研磨速度と研磨精度とのバランスを考慮すると、沈降水積は、30 ~ 90 mL が好ましく、30 ~ 70 mL がより好ましく、40 ~ 60 mL であるものが更に好ましいといえる。

10

【0091】

尚、研磨材用原料の沈降水積を測定する際の温度の影響について補完的に検討した結果を表 1 4 に示す。この検討は、実施例 6 で製造した研磨材用原料の沈降水積を測定する場合において、測定時の温度を変化させたときの測定値を調査したものである。

【0092】

【表 1 4】

温度 (°C)	沈降水積の測定値 (mL)
5	61
10	53
15	52
20	51
25	51
30	51
40	50
50	48
60	38

20

30

【0093】

表 1 4 からわかるように、10 ~ 50 の測定温度の範囲においては、沈降水積の測定値に大きな差はない。従って、沈降水積の測定はこの温度範囲で行なうことがより好ましいといえる。尚、本実施形態で示す沈降水積の値は、いずれも 25 で測定したものを示している。

40

【0094】

評価 2 : 静置法見掛け比容による評価

また、表 8 ~ 表 1 1 では、静置法見掛け比容の値も示している（表中 F V で表記）。研磨材用原料の静置法見掛け比容は、沈降水積と同様、その製造条件により変化するが、静置法見掛け比容の値は、1.0 ~ 3.0 mL / g であるもの（実施例 3 ~ 1 3）が、研磨速度と研磨精度とのバランスに特に優れている。そして、より好ましくは、1.3 ~ 2.7 mL / g であるものであり、更に好ましいのは、1.5 ~ 2.5 mL / g であるといえる。

50

【 0 0 9 5 】

評価 3 : ヘキサン抽出物質の濃度による評価

表 9 は、研磨材用原料のヘキサン抽出物質の濃度と研磨材の研磨特性との関係を示すものである。この表から、ヘキサン抽出物質は、研磨材の研磨特性を大きく損なうものではないといえるが、ヘキサン抽出物質の増加により、研磨材用原料の沈降体積測定の際に界面の見易さに影響を与えている。従って、ヘキサン抽出物質の濃度については、できるだけ少ないことが好ましい。

【 0 0 9 6 】

評価 4 : 塩素濃度による評価

表 1 0 は、研磨材用原料の塩素濃度と研磨材の研磨特性との関係を示すものである。この表から、原料中の塩素は、研磨材としたときに研磨速度、研磨精度の双方に対し影響を及ぼすことがわかる。そして、より好適な研磨材を製造するためには、研磨材用原料の塩素濃度は、0.5 質量%以下とするが好ましく、0.3 質量%以下がより好ましく、0.1 質量%以下が更に好ましい。

【 0 0 9 7 】

評価 5 : 原料製造条件の評価 I (希土類化合物水溶液の添加時間・添加順序)

表 2 は、研磨材用原料の製造工程の条件中、炭酸系沈澱剤水溶液へ希土類化合物水溶液を添加する際の添加時間と、研磨材用原料の沈降体積との関係を示す。この結果からわかるように、希土類化合物水溶液の添加時間が長くなるに従い、沈降体積が減少する傾向があるが、比較的広い範囲としても、沈降体積が好適範囲内となることがわかる。但し、原料の沈降体積を上記した好適範囲内のものとするためには、添加時間は、5 ~ 1 2 0 0 分が好ましく、1 0 ~ 6 0 0 分がより好ましく、2 0 ~ 3 0 0 分が更に好ましい。

【 0 0 9 8 】

また、表 6 に示すように、逆添加法により沈澱生成する際の、炭酸系沈澱剤溶液の攪拌速度の影響について、炭酸系沈澱剤溶液の攪拌速度を広範囲で設定しても沈降体積に大きな変動はないことがわかる。

【 0 0 9 9 】

一方、表 2 の比較例 1、2 は、正添加法にて沈澱生成したものであるが、この比較例の研磨材用原料は沈降体積が 3 0 未満となっている。この結果に関し、正添加法で希土類化合物水溶液の攪拌速度を変化させて沈澱を生成したときの結果を示すのが表 7 である。この結果から、正添加法を適用する場合には、攪拌速度を適当な範囲(1 0 0 m / 分以上)にすることで、沈降体積が 3 0 m L 以上の研磨材用原料が製造できることがわかる。

【 0 1 0 0 】

評価 6 : 原料製造条件の評価 I I (水溶液混合時の加熱の有無)

表 3 は、炭酸系沈澱剤水溶液と希土類化合物水溶液とを混合する際の加熱の有無、温度による研磨材用原料の物性を示す。この表から、水溶液混合時の加熱は、研磨材用原料の沈降体積を制御する上で必須ではないことがわかる。また、加温する場合でも液温を 6 0 超とすると、沈降体積が低くなる傾向がある。従って、混合時の液温は 6 0 以下とするのが好ましく、4 0 以下が特に好ましいといえる。

【 0 1 0 1 】

評価 7 : 原料製造条件の評価 I I I (希土類化合物水溶液の濃度)

表 3 では、研磨材用原料の製造工程の条件中、炭酸系沈澱剤へ希土類化合物水溶液を添加する際の希土類化合物の濃度(T R E O 濃度)と、研磨材用原料の沈降体積との関係を示す。この結果からわかるように、希土類化合物水溶液の濃度の上昇に従い、沈降体積も上昇する傾向があるが、広い濃度範囲で好適な沈降体積の研磨材用原料が得られることがわかる。但し、より好ましい沈降体積の研磨材用原料を得るためには、希土類化合物水溶液の濃度は、T R E O 基準で 1 0 ~ 2 5 0 g / L が好ましく、2 0 ~ 2 0 0 g / L がより好ましいといえる。

【 0 1 0 2 】

評価 8 : 原料製造条件の評価 I V (希土類化合物水溶液の吸着処理)

10

20

30

40

50

また、表 3 は、希土類化合物水溶液の製造工程において、溶媒抽出後の残液について、静置処理及び吸着処理の有無による研磨材用原料の物性相違も示すものである。この結果からわかるように、静置処理及び吸着処理は、研磨材用原料中のヘキサソ抽出物質の濃度を低減する効果がある。そして、上述のように、ヘキサソ抽出物質は、研磨材としたときの特性に大きな影響は与えないものの、研磨材用原料の沈降体積測定の際に界面の見易さに影響を与える。従って、静置処理及び吸着処理の少なくともいずれかを行うことが好ましいといえる。

【 0 1 0 3 】

評価 9 : 原料製造条件の評価 V (沈澱物の洗浄の効果)

表 4 は、炭酸系沈澱剤水溶液と希土類化合物水溶液とを混合して生成する沈澱物の洗浄の有無、回数と研磨材用原料の物性を示すものである。この表からわかるように、洗浄を行うことで研磨材用原料の塩素濃度が低減され、洗浄回数が多いほどその濃度は減少する。原料中の塩素濃度と研磨材の研磨特性は上述した通りである。研磨材用原料の製造工程においては、沈澱物の洗浄を十分行うことが好ましいといえる。

【 0 1 0 4 】

評価 10 : 原料製造条件の評価 V I (炭酸系沈澱剤の種類)

また、表 4 は、希土類化合物水溶液と混合する炭酸系沈澱剤水溶液の沈澱剤の種類による相違を示すものである。この表から、炭酸水素アンモニウム、炭酸ナトリウムいずれの炭酸系沈澱剤を使用しても、研磨材用原料の沈降体積は、好ましい範囲内にある。つまり、沈澱剤の種類により大きな差はない。

【 0 1 0 5 】

評価 11 : 原料製造条件の評価 V I (出発原料の種類)

本実施形態では、出発原料として塩化希土 (実施例 1 ~ 30)、中国産炭酸セリウム (実施例 31 ~ 35) の 2 種の出発原料を用いて希土類化合物溶液を製造し、研磨材用原料を製造し、研磨材としている。そして、比較のために、中国産炭酸セリウムをそのまま原料として (比較例 3) 研磨材を製造している。これらの出発原料の相違について検討するに、比較例 3 のような精製済の炭酸セリウムであっても、各実施例と比較すると、沈降体積、研磨材としたときの研磨特性が劣っていることがわかる。従って、このような純度の良好な炭酸セリウムであっても、本実施例のように、一度希土類化合物水溶液とすることが有効であることがわかる。一方、実施例 1 ~ 30 と実施例 31 ~ 35 とを対比するとわかるように、実施例のように希土類化合物水溶液を経由させて原料を製造する場合には、出発原料の相違によって特性の差異はないものといえる。

【 0 1 0 6 】

ところで、本実施形態において、比較例 1、2 は、その製造条件 (希土類化合物水溶液の添加順序) において、実施例とは異なる。そして、その結果製造された研磨材用原料は、沈降体積が好適範囲を超えたものとなっている。そこで、このような研磨材用原料については、これを再度、希土類化合物水溶液とすることで、好適な研磨材用原料を製造することができる (即ち、規格外の研磨材用原料であっても、それを出発原料として、再処理して好適な研磨材用原料とすることができる)。その一例として、下記実施例を示す。

【 0 1 0 7 】

実施例 45、46

比較例 1、2 で製造された研磨材用原料を塩酸にて溶解し、これをろ過したる液を純水で希釈し、塩酸にて pH 0.9 に調整し希土類化合物水溶液とした。このときの T R E O 濃度は、50 g / L であった。

【 0 1 0 8 】

次に、攪拌している炭酸系沈澱剤水溶液 (炭酸水素アンモニウム水溶液) に、この希土類化合物水溶液を添加時間 60 分で添加した。生成した沈澱をろ別し、100 L / 回の純水にて 5 回洗浄して研磨材用原料とした。尚、炭酸系沈澱剤水溶液の濃度等、その他の条件は上記と同様とした。

【 0 1 0 9 】

10

20

30

40

50

そして、以上の工程で製造された研磨材用原料を、上記と同様の工程にてセリウム系研磨材を製造し、研磨特性を評価した。表 15 は、その結果を示す。

【 0 1 1 0 】

【表 1 5】

	研磨材用原料										研磨材		研磨評価	
	沈降 体積 (mL)	FV (mL/g)	ヘキサ ン抽出物質 /TREO (質量ppm)	CeO ₂ /TREO (質量%)	F /TREO (質量%)	Cl /TREO (質量%)	強熱 減量 (質量%)	D ₅₀ (μm)	沈降測定界面 の見易さ	D ₅₀ (μm)	BET法 比表面積 (m ² /g)	研摩 速度 (相対値)	Ra (nm)	
実施例45	54	2.18					55	0.57	5	9.1	348	0.18		
比較例1	25	0.94	<25	60	<0.1	<0.03	54	0.82		5.8	337	2.59		
実施例46	51	2.13					54	0.56		8.6	342	0.21		
比較例2	26	0.85					54	0.85		5.6	347	3.92		

沈降体積界面の見易さ

- 1: 界面の確認が非常に困難
- 2: 界面の確認が困難
- 3: 界面の確認が少し困難
- 4: わずかに濁りがあるが界面の確認が容易
- 5: 濁りがなく界面の確認が特に容易

【0 1 1 1】

この結果を見るとわかるように、適正範囲を超えた研磨材用原料であっても希土類化合

10

20

30

40

50

物水溶液にし、適正な処理を行うことで好ましい特性の研磨材用原料とすることができ、研磨材としたときの研磨特性も改善することができることが確認できる。

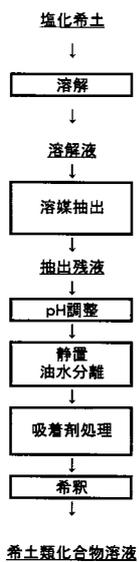
【図面の簡単な説明】

【0112】

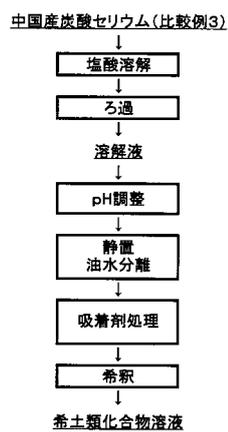
【図1】本実施形態における希土類化合物含有水溶液の製造工程1及び2を概略説明する図。

【図1】

(a)



(b)



フロントページの続き

- (72)発明者 牛山 和哉
東京都品川区大崎1丁目1番1号 三井金属鉱業株式会社機能材料事業本部レアメタル事業部内
- (72)発明者 中島 祐樹
東京都品川区大崎1丁目1番1号 三井金属鉱業株式会社機能材料事業本部レアメタル事業部内
- (72)発明者 大貫 佳
東京都品川区大崎1丁目1番1号 三井金属鉱業株式会社機能材料事業本部レアメタル事業部内
- Fターム(参考) 3C058 AA07 CB01 CB03 DA02
4G076 AA18 AB04 AB09 BA13 BC04 CA27 CA40 DA30