

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5296539号  
(P5296539)

(45) 発行日 平成25年9月25日 (2013.9.25)

(24) 登録日 平成25年6月21日 (2013.6.21)

(51) Int.Cl. F I  
**C09K 3/14 (2006.01)** C09K 3/14 550D  
**B24B 37/00 (2012.01)** B24B 37/00 H

請求項の数 7 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2008-521740 (P2008-521740)	(73) 特許権者	508016952
(86) (22) 出願日	平成18年7月19日 (2006.7.19)		トライバッター インダストリー アーゲ
(65) 公表番号	特表2009-501812 (P2009-501812A)		ー
(43) 公表日	平成21年1月22日 (2009.1.22)		オーストリア国 エー-9330 トライ
(86) 国際出願番号	PCT/AT2006/000306		バッターアルトーフエン, アオアー フォ
(87) 国際公開番号	W02007/009145		ン ヴェルスバッターシュトラーセ 1
(87) 国際公開日	平成19年1月25日 (2007.1.25)	(74) 代理人	230104019
審査請求日	平成21年5月18日 (2009.5.18)		弁護士 大野 聖二
(31) 優先権主張番号	A1223/2005	(74) 代理人	100106840
(32) 優先日	平成17年7月20日 (2005.7.20)		弁理士 森田 耕司
(33) 優先権主張国	オーストリア (AT)	(74) 代理人	100105991
			弁理士 田中 玲子
		(74) 代理人	100114465
			弁理士 北野 健

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セリアを主材料としたガラス研磨組成物およびその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

セリアを主材料とした研磨組成物の製造方法であって、

(a) セリウム酸化物として全希土類酸化物 (TREO) に基づいて50%から100%の範囲に計算されるセリウム含有量である無機セリウム塩または水酸化セリウムを水性溶媒中に懸濁し、Zr(OH)<sub>4</sub> および/もしくは Y、La、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、および Lu の希土類金属の群から選択される少なくとも一つの希土類酸化物、または Y、La、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、および Lu 酸化物前駆物質の群から選択される少なくとも一つの希土類酸化物前駆物質を、懸濁液に添加すること、

(b) 前記水性懸濁液を、HF、H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>、および H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> の群から選択される酸または酸の塩と懸濁し、それにより前記水性溶媒中に懸濁した固体を得ること、

(c) 前記固体を前記水性溶媒から分離すること、および

(d) 分離した固体を750 から 1,200 の間の温度で焼成し、焼成した固体を0.5 μmから5.0 μmの範囲の粒子径に破碎すること

を含む該製造方法。

【請求項 2】

前記セリウム含有量が TREO に基づいて100%未満であり、その残りが Y、La、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、および Lu の群から選択される少なくとも一つの希土類金属であることを特徴とする、請求項 1 に記載の方

法。

【請求項3】

Y、La、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、およびLu酸化物前駆物質の群から選択される少なくとも一つの希土類酸化物前駆物質を、懸濁液に添加することを特徴とする、請求項1または2に記載の方法。

【請求項4】

希土類酸化物前駆物質として、希土類の水酸化物、塩化物、または硝酸塩を使用することを特徴とする、請求項3に記載の方法。

【請求項5】

希土類酸化物が  $La_2O_3$  であることを特徴とする、請求項1に記載の方法。

10

【請求項6】

請求項1ないし5に記載されたうちの1の方法により得られる、セリアを主材料とした研磨組成物。

【請求項7】

フッ化物を0.5ないし14重量%、 $P_2O_5$ として0.5ないし5重量%の範囲に計算されるリン、および $SO_3$ として0.3ないし5%の範囲に計算される硫黄を含むことを特徴とする、請求項6に記載のセリアを主材料とした研磨組成物。

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

【0001】

本発明は、セリアを主材料としたガラス研磨組成物およびその製造方法に関する。かかる組成物は、ガラスまたはそのような材料を研磨するために使用される。

20

【0002】

ガラス工業において現在使用されている研磨組成物の中で、通常セリウムに基づくものが最もよく機能する。かかる組成物の製造または調製の様々な方法が知られている。例えば、前もって酸化されたセリウムが入っている希土類の硝酸塩溶液から、アンモニアを用いて水酸化セリウムを沈殿させることにより、セリウムを主材料とした研磨組成物を調製することが提案されている〔Chemical Abstracts, 80, 51688, (1974)〕。

【0003】

研磨組成物の改良された調製方法は、米国特許4942697号に記載されている。それにより研磨組成物は、セリウムの沈殿およびセリウムと他の希土類との共沈殿により調製される。さらに、その方法は、沈殿の工程において、それぞれF、 $PO_4$ 、 $B_2O_3$ やそれらの組合せ等のような元素および化合物の添加を必要とする。共沈殿させた中間体の乾燥および焼成後、セリウム系酸化物が形成され、それは破砕および分類後、高い原料除去率を示す研磨組成物を生じる。米国特許4942697号の実施例1によれば、1%のFを含んでいるセリウム酸化物(99%)の組成物が得られる。約70/30の割合でセリウムおよびランタンを主材料としたその他の組成物の調製は、実施例10以下に開示されている。その組成物もFおよび $PO_4$ を含んでいる。

30

【0004】

かかる典型的な材料は、何年も前から商業規模で利用することが可能であり、商号CEROX 1650で知られている。

40

【0005】

共沈殿方法の欠点は、規定された希土類組成物を得るために、その方法中、pHが厳密に管理されなければならないことである。例えば、米国特許4942697号の実施例で開示されている共沈殿の工程中の“pHウィンドウ”は、+/-0.1のみである。

【0006】

“4<sup>th</sup> International Conference on f-elements” (マドリッド、2000年9月17-21日)にて発表された論文“Development of Polishing Powders Production

50

at JSC”、CHMP、Russia (Kosynkin et al. 著)において、55367から54439オングストローム(0.55367から0.54439 nmに対応)の範囲における結晶格子に対応する、F含有量が3 - 13重量%の範囲にあるF含有セリウム化合物の結晶格子パラメーターが記載されている。著者は、化合物中のF含有量が6 - 8重量%である時、研磨能力の損失は最小限である、と主張する。

【0007】

米国特許6585787号は、CeO<sub>2</sub>を主材料とし、0.5 - 10重量%のフッ素を含む0.544 nmから0.56 nmの範囲にわたる格子定数を有する結晶からなる研磨剤を記載する。

【0008】

かかる化合物の調製は、セリウム酸化物を出発原料として使用することが開示される。セリウム酸化物を原料として、ボールミル粉碎を受け、その後フッ化アンモニウム溶液で処理されたスラリーが調製される。乾燥および焼成後、追加の破碎工程が利用され、最終製品の所要の粒子径が作り出される。

【0009】

かかる工程の欠点は、F - 処理工程の前に分けて調製されなければならないセリウム系酸化物の追加の処理工程である。さらに、フッ化アンモニウム、すなわち有害な化学物質の多量の使用は、製品中のFの最終濃度を達成するために避けることが出来ない。かかる処理工程において、Fは廃水のろ液に見られ、さらなる精製の工程が必要である。

【特許文献1】米国特許4942697号

【特許文献2】米国特許6585787号

【非特許文献1】Chemical Abstracts, 80, 51688, (1974)

【非特許文献2】Development of Polishing Powders Production at JSC”、CHMP、Russia (Kosynkin et al. 著)

【発明の開示】

【課題を解決するための手段】

【0010】

セリアを主材料とした研磨粉末剤は世界中で使用されているという事実にもかかわらず、未だ製造ルートおよび粉末剤の研磨能力、特に原料除去率に関して改善する必要がある。

【0011】

本発明は、原料除去率を改善したセリウム系酸化物の製造方法に関する問題を解決すること、特に、例えばF、PO<sub>4</sub>、またはそれらの組み合わせのような添加剤の同時添加と組み合わせた共沈殿工程を回避することを目的とする。その工程は、複合設備および過程の複雑な監視、例えば化学物質のスループットを正確に監視してpHを要求された厳密な枠内に維持することを要求する。

【0012】

したがって、本発明の主要な目的は、改善された高い原料除去率を有する研磨組成物の調整方法を提供することである。本発明に係るセリアを主材料とした研磨組成物は、次の方法により製造することが出来る。その方法は、

(a) セリウム酸化物として全希土類酸化物(TREO)に基づいて50%から100%の範囲に計算されるセリウム含有量である無機セリウム塩または水酸化セリウムを水性溶媒中に懸濁し、それにより水性懸濁液を得ること、

(b) 前記水性懸濁液を、HF、H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>、およびH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>の群から選択される酸または酸の塩と懸濁し、それにより前記水性溶媒中に懸濁した固体を得ること、

(c) 前記固体を前記水性溶媒から分離すること、および

(d) 分離した固体を750 から1,200 の間の温度で焼成し、焼成した固体を0.5 μmから5.0 μmの範囲の粒子径に破碎すること

10

20

30

40

50

を含む。

【0013】

セリウム含有量は、TREO (=全希土類酸化物)に基づいて好ましくは100%未満であり、その残りがY、La、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、およびLuの希土類金属の群から選択される少なくとも一つの希土類金属である。

【0014】

本発明に係る方法の有益な実施態様は、Zr(OH)<sub>4</sub>および/またはY、La、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、およびLuの希土類金属の群から選択される少なくとも一つの希土類酸化物が懸濁液に添加されることを特徴とする。

10

【0015】

少なくとも一つの希土類酸化物の代わりに前記希土類酸化物の前駆物質を懸濁液に添加することができ、希土類の水酸化物、塩化物、または硝酸塩が好ましい。

【0016】

本発明のさらに有益な実施態様において、希土類酸化物はLa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>である。

【0017】

本発明は、本発明に係る方法により得られるセリアを主材料とした研磨組成物も示す。この組成物は、XRDスペクトルにおいて従来技術の組成物とは顕著に異なり、異なる相の組成物であることが示されているので、新しい。参照材料に対するピークにおける主な違いは、ここに言及された実施態様下、およびグラフ中に見ることができる。

20

【0018】

本発明に係るセリアを主材料とした研磨組成物は、好ましくはフッ化物を0.5ないし14重量%、P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>として0.5ないし5重量%の範囲に計算されるリン、およびSO<sub>3</sub>として0.3ないし5重量%の範囲に計算される硫黄を含む。

【0019】

その方法に従って調製された研磨組成物は、化学的に(強熱減量、希土類酸化物、F、P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、SO<sub>3</sub>)、物理的に(粒子径、XRD)、および研磨効果の観点から特徴付けられた。

【0020】

研磨効果の試験条件：

測定器：研磨機 LOH、PM150

ガラス：無色の光学クラウンガラス

ガラス直径：6.5 cm

研磨機の回転：1500 rpm

圧力：763 g/cm<sup>2</sup>

研磨パッド：PU LP 66

懸濁液の濃度：50 g/リットル

懸濁液の温度：25 - 30

本発明に係る以下の好ましい実施態様において、より詳細に記載される。

30

40

【0021】

1. 原料の調製

1.1. 水酸化セリウム(CeO<sub>2</sub>含有量が高い、>95% CeO<sub>2</sub>/TREO)の調製

水酸化セリウムの調製は、よく知られた方法である。かかる原料の合成は、例えばChem. Abstracts 80, 51688(1974)に記載されている。以下の手順に従って調製することもできる：

【0022】

200 kgの炭酸セリウム(商業的に利用できるバルク材、51.1% TREO)は、146リットルの濃硝酸と1400リットルの水を原料とした混合物中に溶解される。

50

得られたセリウム硝酸塩溶液中に、234リットルのアンモニア溶液（250リットルの15%アンモニアと250リットルの水を原料として調製）、および200リットルの $H_2O_2$ 溶液（200リットルの30% $H_2O_2$ と250リットルの水を原料として調製）を、pH値4.2-7の間で2時間にわたって入れる。調製が完了した後、混合物は次の2時間、蒸気により70-80℃まで加熱され、混合物は約50℃まで冷まされる。固体の残渣をろ過し、水で洗浄した後、以下の特徴を有する195kgの水酸化セリウム（ウェットケーキ）を生じた。

## 【0023】

LOI : 53%

TREO : 52%

 $CeO_2$  / TREO : > 99.9%

CeIV / 全Ce (= CeIII + CeIV) : 92.5%

収率 : &gt; 99%

## 【0024】

1.2. 水酸化セリウム（ $CeO_2$ 含有量が低い）の調製

223.5g TREO/リットルを含んでいる混合された希土類の塩化物溶液（約45% TREO、 $CeO_2$  / TREO = 50%を有する固体の混合希土類の塩化物、および水を原料として調製した溶液）769リットルに、7.6リットルの $H_2O_2$ （30%）を加える。混合物に、30.8リットルの $H_2O_2$ （30%）および350リットルのNaOH溶液（濃度 = 200.8g/リットル）を1.5時間以内に加える。反応混合物をさらに1時間混合した後、混合物は70から75℃間の温度まで30分間加熱され、そこに130リットルの炭酸ナトリウム溶液（濃度 = 100g/リットル）が添加される。沈殿物はろ過により単離され、水で、その後0.01n炭酸ナトリウム溶液で、そして再び水で洗浄され、以下の特徴を有する248kgの水酸化セリウム（ウェットケーキ）を生じる。

## 【0025】

TREO : 47%

 $CeO_2$  / TREO : 71.9% $La_2O_3$  / TREO : 4.4% $Pr_6O_{11}$  / TREO : 4.8% $Nd_2O_3$  / TREO : 14.8% $Sm_2O_3$  / TREO : 0.2%

収率 : 67.8%

## 【0026】

2. 本発明に係る研磨組成物の調製

## 【実施例1】

## 【0027】

18kgの水酸化セリウム（TREO濃度 = 52%、 $CeO_2$  / TREO = 99.9%）は、15リットルの水に懸濁され、続いて1リットルの36%（w/w）HClと、2kgの $La_2O_3$ （TREO = 99%、 $La_2O_3$  / TREO = 99.9%）と、1リットルのHF（40% w/w）と、最後に2kgの $La_2O_3$ が逐次添加される。

## 【0028】

懸濁液は $La_2O_3$ およびHFの添加により約85℃まで温まる。化合物を添加した後、混合物は1時間混合される。懸濁液は、8から8.5のpHを達成するまで炭酸水素アンモニウム溶液（100g ABC/リットル）で処理され、Laの溶解も回避する。混合物はさらに1時間混合され、固体はろ過により分離される。さらなる洗浄工程なしで、固体はマッフル炉に移され、1,060℃（炉温）で8時間焼成される。

## 【0029】

焼成された産物は、ジェットミル中で破砕され、以下の特徴を有する研磨組成物を生成する。

10

20

30

40

50

LOI : 0.43%

CeO<sub>2</sub> : 68.4%

La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 29.0%

F : 2.0%

XRD - スペクトル、参照 B と顕著に異なる :

ピークは ( 2シータ度 ) : 27.0、44.8、46.5、58.5

詳細は以下のグラフ参照

粒子径 ( d50 ) : 0.98 μm

0.01%未満が32 μmのふるいを通過しない

研磨効果 : 2.96 mg / cm<sup>2</sup> / min

10

【実施例 2】

【0030】

10.6 kg のセリウム水和物 ( TREO 濃度 = 55%、CeO<sub>2</sub> / TREO = 98% ) は、30 リットルの水に懸濁され、続いて 4.8 kg の Zr ( OH )<sub>4</sub> ( ZrO<sub>2</sub> 濃度 = 32% ) および 1.98 リットルの HF ( 40% w / w ) が添加される。化合物の添加後、混合物は 40 から 50 の間の温度で 3 時間混合し、固体はろ過により分離される。ろ過した固体は 1 リットルの水で洗浄され、その結果生じたウェットケーキは 150 にて 24 時間乾燥される。乾燥した材料はマッフル炉で 950 ( 炉温 ) にて 8 時間焼成される。

【0031】

20

焼成された産物は、ジェットミル中で破碎され、以下の特徴を有する研磨組成物を生成する。

LOI : 0.35%

CeO<sub>2</sub> : 72%

ZrO<sub>2</sub> : 18.4%

F : 1.7%

XRD - スペクトル、参照 A 1 と顕著に異なる :

ピークは ( 2シータ度 ) : 24.0、28.1、29.8、38.4、47.8、59.4、69.8、79.4

詳細は以下のグラフ参照

粒子径 ( d50 ) : 1.76 μm

0.03%未満が32 μmのふるいを通過しない

研磨効果 : 2.86 mg / cm<sup>2</sup> / min

30

【実施例 3】

【0032】

7.8 kg のセリウム水和物 ( TREO 濃度 = 55%、CeO<sub>2</sub> / TREO = 98% ) は、30 リットルの水に懸濁され、続いて 0.6 リットルの 40% ( w / w ) HF と、0.4 kg の H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> ( 80% ) と、1.8 kg の La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ( TREO = 99%、La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> / TREO = 99.9% ) が逐次添加される。

【0033】

40

化合物の添加後、混合物は約 50 にて 3 時間混合される。固体はろ過により分離され、沈殿物は 1 リットルの水で洗浄される。その固体は 150 にて 24 時間乾燥され、次にマッフル炉で 8 時間焼成される。

【0034】

焼成された産物は、ジェットミル中で破碎され、以下の特徴を有する研磨組成物を生成する。

LOI : 0.49%

CeO<sub>2</sub> : 65.2%

La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 26.5%

F : 2.6%

50

$P_2O_5$  : 2.6%

XRD - スペクトル、参照 A および A 1 と顕著に異なる :

ピークは (2シータ度) : 28.1、32.8、52.8、55.4、68.6、78、79.1

詳細は以下のグラフ参照

粒子径 (d50) : 2.04  $\mu m$

0.01%未満が32  $\mu m$ のふるいを通過しない

研磨効果 : 3.04  $mg/cm^2/min$

【実施例 4】

【0035】

16.8 kg のセリウム水和物 (TREO 濃度 = 47.4%、 $CeO_2/TREO = 94.1\%$ 、 $La_2O_3/TREO = 3.8\%$ 、 $Nd_2O_3/TREO = 1.5\%$ ) は、30 リットルの水に懸濁され、続いて 0.75 リットルの HF (40% w/w) と、0.75 kg の  $H_2SO_4$  (33.8% w/w) が逐次添加される。化合物の添加後、混合物は 3 時間攪拌される。懸濁液は、7 から 8 の pH を達成するまで固体の炭酸水素アンモニウムで処理される。固体はろ過により分離され、沈殿物は 1 リットルの水で洗浄される。その固体は 150 °C にて 24 時間乾燥され、次にマッフル炉で 8 時間焼成される。

【0036】

焼成された産物は、ジェットミル中で破碎され、以下の特徴を有する研磨組成物を生成する。

LOI : 0.50%

$CeO_2$  : 90.0%

$La_2O_3$  : 4.8%

他の  $RE_2O_3$  : 2.1%

F : 0.8%

$SO_3$  : 1.2%

XRD - スペクトル、参照 B と顕著に異なる :

ピークは (2シータ度) : 28.7、33.2、47.4、56.3、59.2、59.4、69.3、69.5、76.8、76.9

詳細は以下のグラフ参照

粒子径 (d50) : 2.04  $\mu m$

0.01%未満が32  $\mu m$ のふるいを通過しない

研磨効果 : 2.44  $mg/cm^2/min$

【実施例 5】

【0037】

12.6 kg のセリウム水和物 (TREO 濃度 = 47.4%、 $CeO_2/TREO = 94.1\%$ 、 $La_2O_3/TREO = 3.8\%$ 、 $Nd_2O_3/TREO = 1.5\%$ ) は、30 リットルの水に懸濁され、続いて 2 kg の  $La_2O_3$  ( $TREO = 99\%$ 、 $La_2O_3/TREO = 99.9\%$ ) と、1.3 kg の HCl (20% (w/w)) と、0.8 リットルの HF (40% w/w) が逐次添加される。化合物の添加後、混合物は 40 - 50 °C にて 3 時間混合される。懸濁液は、7 から 8 の pH を達成するまで固体の炭酸水素アンモニウムで処理される。固体はろ過により分離され、沈殿物は 1 リットルの水で洗浄される。その固体は 150 °C にて 24 時間乾燥され、次にマッフル炉で 950 °C にて 8 時間焼成される。

【0038】

焼成された産物は、ジェットミル中で破碎され、以下の特徴を有する研磨組成物を生成する。

LOI : 0.47%

$CeO_2$  : 70.3%

$La_2O_3$  : 25.6%

F : 1.9%

XRD - スペクトル、参照 B と顕著に異なる :

ピークは ( 2 シータ度 ) : 27.0、28.7、39.3、44.8、55.8

詳細は以下のグラフ参照

粒子径 ( d<sub>50</sub> ) : 1.24 μm

0.01%未満が32 μmのふるいを通過しない

研磨効果 : 2.69 mg / cm<sup>2</sup> / min

【実施例 6】

【0039】

14 kg の水酸化セリウム ( TREO 濃度 = 52.7%、CeO<sub>2</sub> / TREO = 93.9%、La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> / TREO = 3.9% ) は、30 リットルの水に懸濁され、続いて 0.75 リットルの 40% ( w / w ) HF と、0.4 kg の H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> ( 80% ) が逐次添加される。化合物の添加後、混合物は 40 - 50 にて 3 時間混合される。固体はろ過により分離され、沈殿物は 1 リットルの水で洗浄される。その固体は 150 にて 24 時間乾燥され、次にマッフル炉で 850 にて 8 時間焼成される。

10

【0040】

焼成された産物は、ジェットミル中で破碎され、以下の特徴を有する研磨組成物を生成する。

LOI : 0.34%

CeO<sub>2</sub> : 86.9%

La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 5.2%

F : 0.8%

P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> : 2.7%

XRD - スペクトル、参照 A および A 1 と顕著に異なる :

ピークは ( 2 シータ度 ) : 27.3、59.2、59.5

詳細は以下のグラフ参照

粒子径 ( d<sub>50</sub> ) : 1.57 μm

0.02%未満が32 μmのふるいを通過しない

研磨効果 : 2.49 mg / cm<sup>2</sup> / min

【実施例 7】

【0041】

15 kg の水酸化セリウム ( TREO 濃度 = 50%、CeO<sub>2</sub> / TREO = 73.0%、La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> / TREO = 6.5%、Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Pr<sub>6</sub>O<sub>11</sub> + Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub> / TREO = 20.5 ) は、30 リットルの水に懸濁され、続いて 0.75 リットルの 40% ( w / w ) HF と、0.5 リットルの H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> ( 80% ) が逐次添加される。化合物の添加後、混合物は 40 - 50 にて 3 時間混合される。固体はろ過により分離され、洗浄せずに 150 にて 24 時間乾燥され、次にマッフル炉で 950 にて 8 時間焼成される。

30

【0042】

焼成された産物は、ジェットミル中で破碎され、以下の特徴を有する研磨組成物を生成する。

LOI : 0.32%

CeO<sub>2</sub> : 69.7%

La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 6.6%

Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Pr<sub>6</sub>O<sub>11</sub> + Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 18.5%

F : 1.7%

P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> : 3.2%

XRD - スペクトル、参照 A および A 1 と顕著に異なる :

ピークは ( 2 シータ度 ) : 24.4、28.0、35.2、45.3、51.2、53.2、59.2、79.1

詳細は以下のグラフ参照

40

50

粒子径 (d<sub>50</sub>) : 1.21 μm  
 0.01%未満が32 μmのふるいを通過しない  
 研磨効果 : 2.22 mg / cm<sup>2</sup> / min

【実施例 8】

【0043】

11 kgの水酸化セリウム (TREO濃度 = 54%、CeO<sub>2</sub> / TREO = 98%)は、30リットルの水に懸濁され、続いて1リットルのHF (40% (w/w))が逐次添加される。HFの添加後、混合物は40 - 50 にて3時間混合される。固体はろ過により分離され、1リットルの水で洗浄される。その固体は150 にて24時間乾燥され、次にマッフル炉で950 にて8時間焼成される。

10

【0044】

焼成された産物は、ジェットミル中で破碎され、以下の特徴を有する研磨組成物を生成する。

LOI : 0.72%  
 CeO<sub>2</sub> : 91.0%  
 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 1.7%  
 F : 2.9%

XRD - スペクトル、参照 B と顕著に異なる :

ピークは (2シータ度) : 27.3、28.7、33.2、45.3、47.4、56.3、59.2、69.5

20

詳細は以下のグラフ参照

粒子径 (d<sub>50</sub>) : 1.72 μm  
 0.01%未満が32 μmのふるいを通過しない  
 研磨効果 : 1.70 mg / cm<sup>2</sup> / min

【0045】

3. 共沈殿技術による参照材料 (A) の調製

参照材料は、米国特許 4942697号の実施例 3 に従って、Ndの代わりにランタンを使用して調製した。したがって、3リットルピーカーに、1リットルの水をいれて50まで温めた。1リットルの1m Ce硝酸塩溶液、1m ランタン硝酸塩溶液、1m HF溶液、0.08m H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>溶液、6m H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>溶液、および0.4リットルの5m アンモニア溶液を、7.0 (+/- 0.1)の間にpHを制御し、50に温度を制御して、ピーカーに入れた。結果として生じた懸濁液は80まで1時間加熱され；沈殿物はろ過により分離され、300で乾燥されて850にて1時間マッフル炉で焼成された。

30

【0046】

焼成された産物は、ジェットミル中で破碎され、以下の特徴を有する研磨組成物を生成する。

LOI : 1.6%  
 TREO : 93.6%  
 CeO<sub>2</sub> : 69.6%  
 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 29.1%  
 F : 4.75%  
 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> : 2.2%

40

XRD - スペクトル : 以下のグラフを参照

粒子径 (d<sub>50</sub>) : 0.7 μm  
 0.05%未満が32 μmのふるいを通過しない  
 研磨効果 : 2.14 mg / cm<sup>2</sup> / min

【0047】

4. 商業的に利用できる材料 - 特徴

参照 B - "Cerox 1670"

50

LOI : 0.31%

TREO : 97.4%

CeO<sub>2</sub> : 74.0%

La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 23.4%

F : 0.94%

XRD - スペクトル : 以下のグラフを参照

粒子径 (d<sub>50</sub>) : 2.0 μm

0.05%未満が32 μmのふるいを通過しない

【0048】

参照A1 - "Cerox 1650"

10

LOI : 0.64%

TREO : 93.6%

CeO<sub>2</sub> : 69.9%

La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 26.8%

F : 2.5%

P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> : 2.7%

粒子径 (d<sub>50</sub>) : 1.5 μm

0.05%未満が32 μmのふるいを通過しない

【図面の簡単な説明】

【0049】

20

【図1】実施例1のXRDスペクトルを示す。

【図2】実施例5のXRDスペクトルを示す。

【図3】実施例8のXRDスペクトルを示す。

【図4】実施例4のXRDスペクトルを示す。

【図5】参照B (= Cerox 1670、商業的)のXRDスペクトルを示す。

【図6】実施例2のXRDスペクトルを示す。

【図7】実施例3のXRDスペクトルを示す。

【図8】実施例6のXRDスペクトルを示す。

【図9】実施例7のXRDスペクトルを示す。

【図10】参照AのXRDスペクトルを示す。

30

【図11】参照A1 (= Cerox 1650、商業的)のXRDスペクトルを示す。

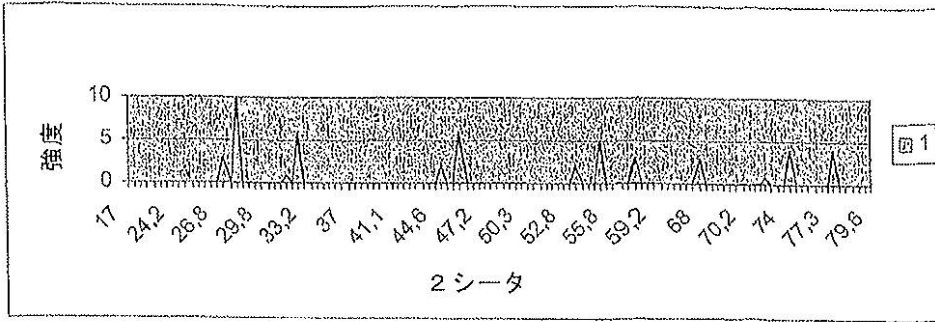
【図12】実施例1および参照B (Cerox 1670)のXRDスペクトルを示す。

【図13】実施例4および参照B (Cerox 1670)のXRDスペクトルを示す。

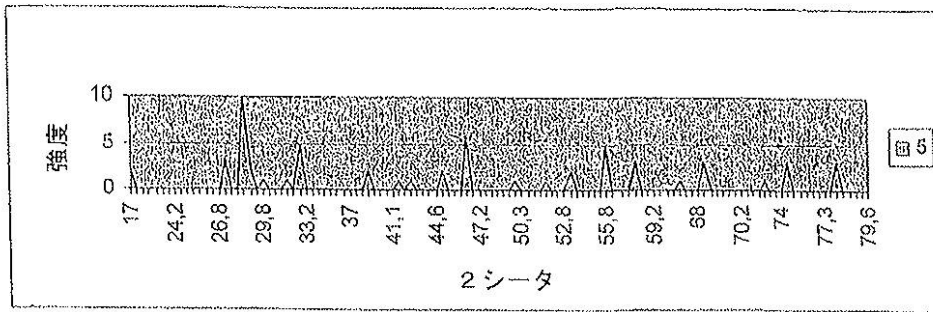
【図14】実施例5および参照B (Cerox 1670)のXRDスペクトルを示す。

【図15】実施例8および参照B (Cerox 1670)のXRDスペクトルを示す。

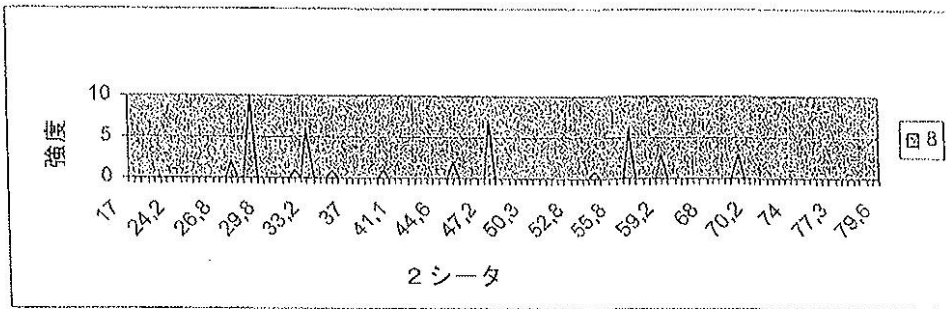
【図1】



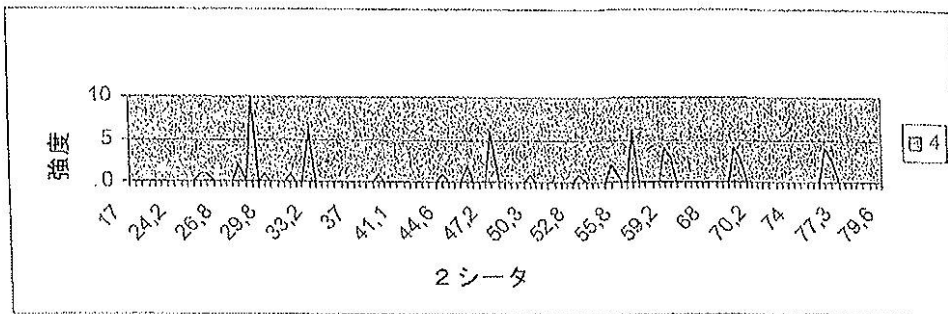
【図2】



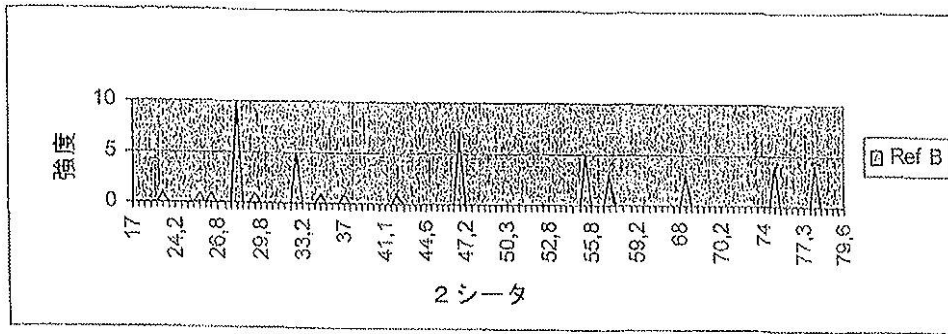
【図3】



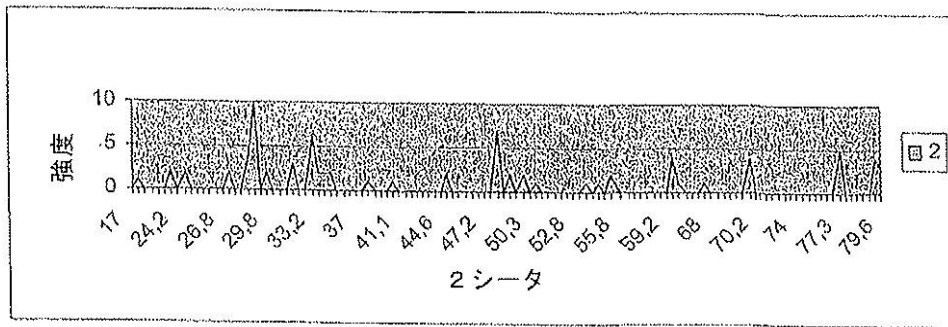
【図4】



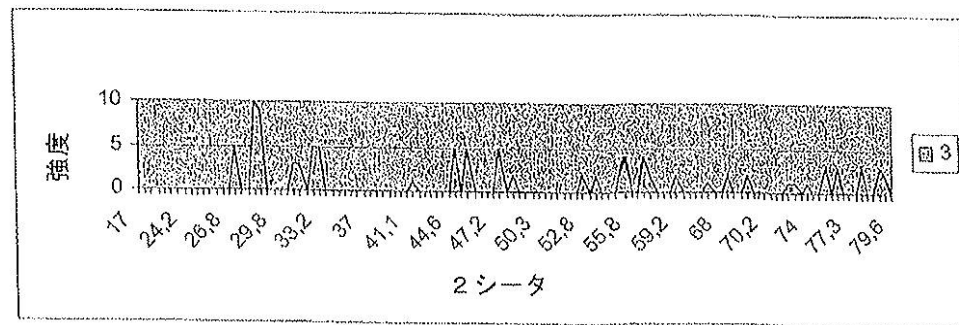
【 図 5 】



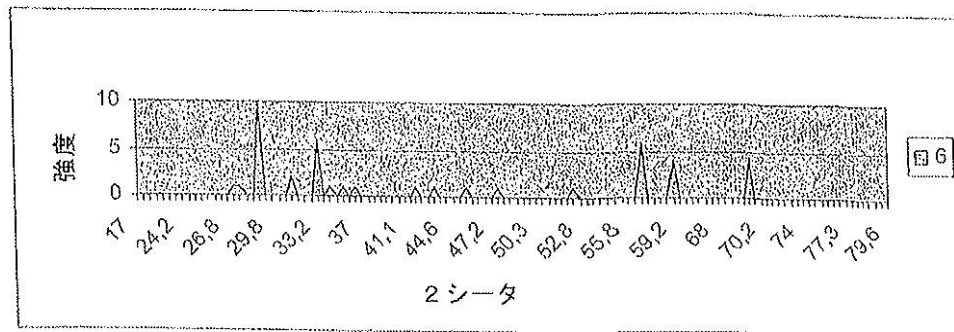
【 図 6 】



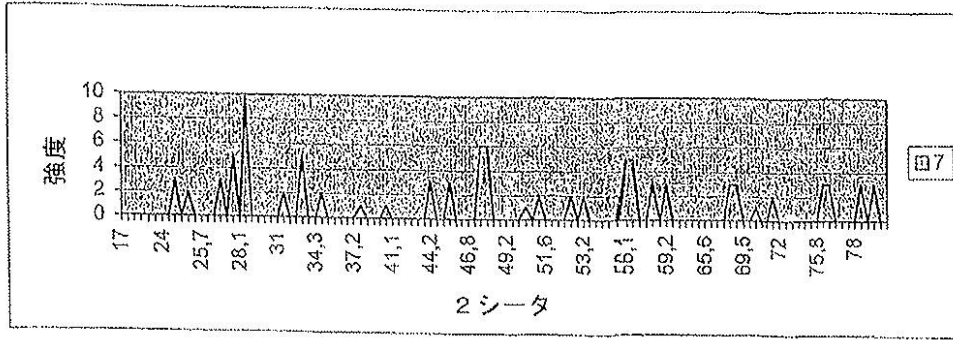
【 図 7 】



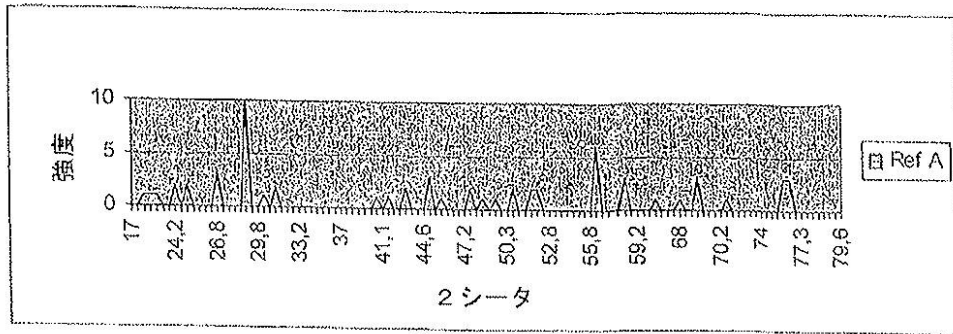
【 図 8 】



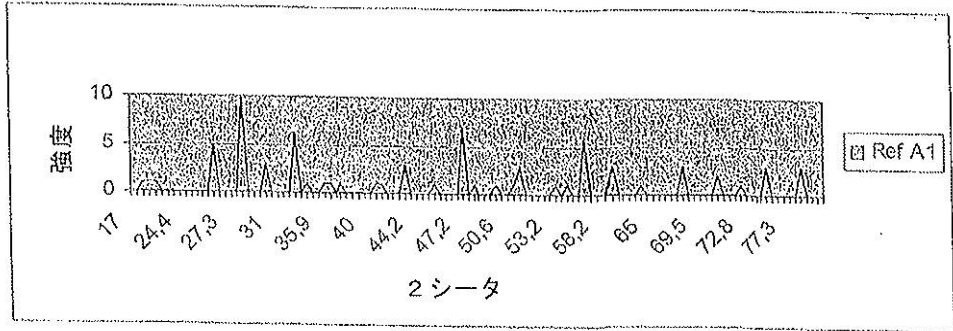
【 図 9 】



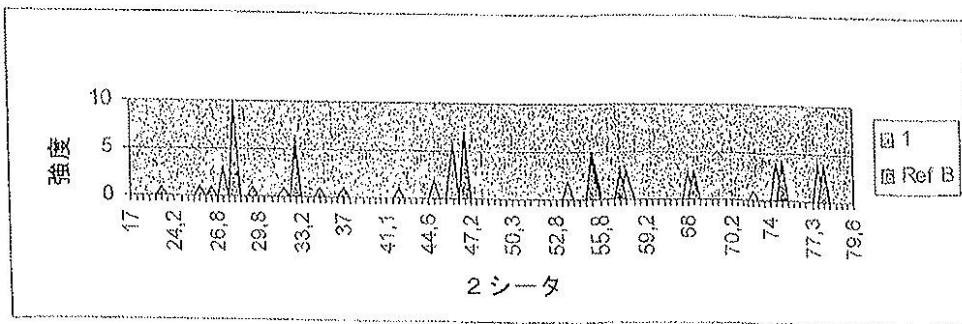
【 図 10 】



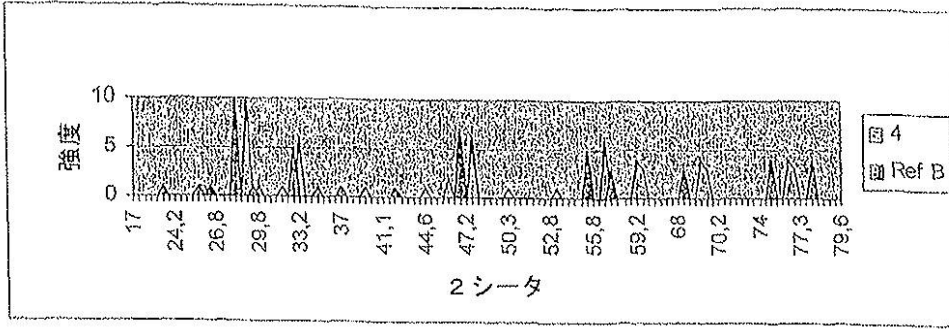
【 図 11 】



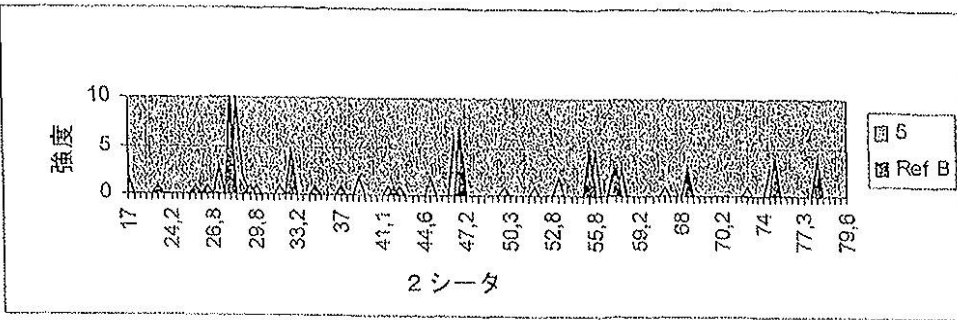
【 図 12 】



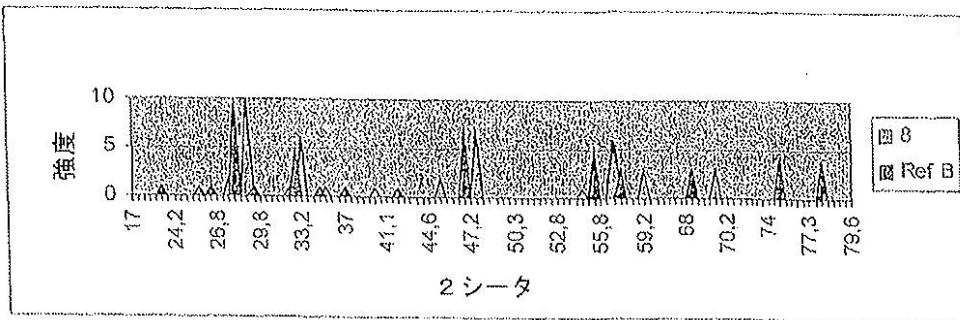
【図13】



【図14】



【図15】



## フロントページの続き

(74)代理人 100156915

弁理士 伊藤 奈月

(72)発明者 シェルマンズ, カール

オーストリア国 エー - 9 3 1 4 ランスドルフ, バッハベルクシュトラーゼ 1 5

(72)発明者 シェーンフェルダール, ヨハン

オーストリア国 エー - 9 3 3 0 アルトーフエン, リングシュトラーゼ 1 0

審査官 福井 美穂

(56)参考文献 特開2002 - 317173 (JP, A)

特開2002 - 309236 (JP, A)

特開2002 - 129147 (JP, A)

特開昭56 - 131686 (JP, A)

特開平11 - 269455 (JP, A)

特開2004 - 323574 (JP, A)

国際公開第2005 / 00992 (WO, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 0 9 K 3

B 2 4 B 3 7