(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2020年7月16日(16.07.2020)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2020/145121 A1

(51) 国際特許分類:
B24B 57/00 (2006.01) *B24B 37/00* (2012.01)
C09G 1/02 (2006.01) *H01L 21/304* (2006.01)
C09K 3/14 (2006.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2019/050487

(22) 国際出願日： 2019年12月24日(24.12.2019)

(25) 国際出願の言語： 日本語

(26) 国際公開の言語： 日本語

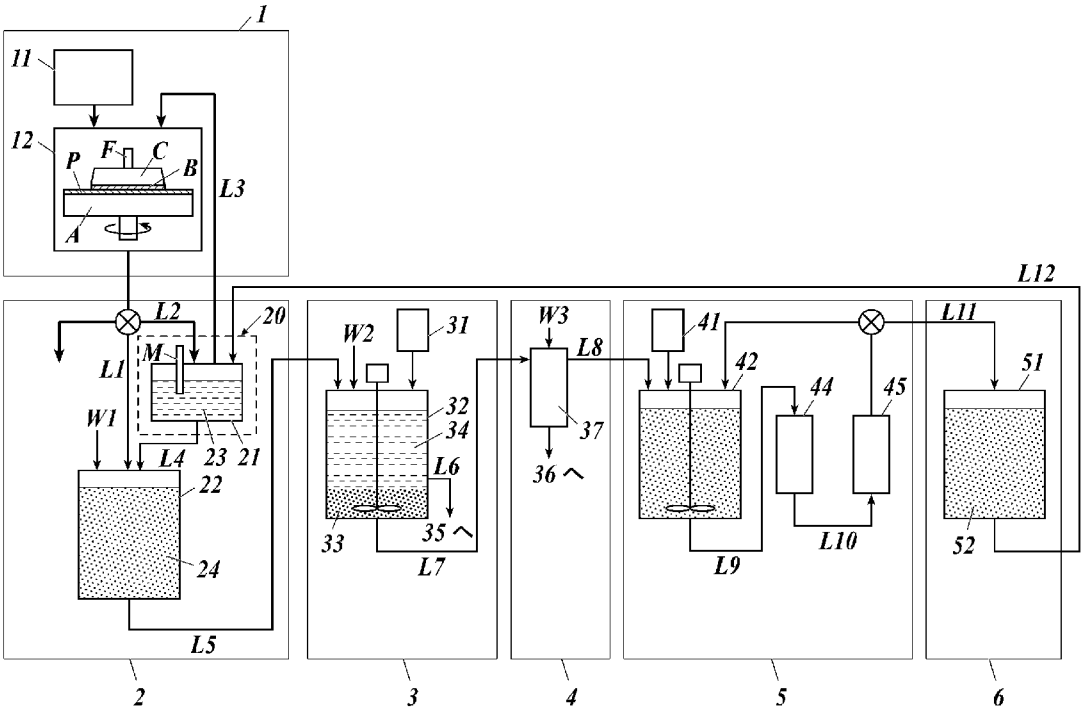
(30) 優先権データ：
特願 2019-002337 2019年1月10日(10.01.2019) JP

(71) 出願人: コニカミノルタ株式会社 (**KONICA MINOLTA, INC.**) [JP/JP]; 〒1007015 東京都千代田区丸の内二丁目７番２号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 溝口 啓介 (**MIZOGUCHI, Keisuke**); 〒1007015 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 Tokyo (JP). 薛 じん (**XUE, Jing**); 〒1007015 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 Tokyo (JP). 月形 扶美子 (**TSUKIGATA, Fumiko**); 〒1007015 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 Tokyo (JP). 前澤 明弘 (**MAEZAWA, Akihiro**); 〒1007015 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 Tokyo (JP).

(54) **Title:** METHOD FOR REGENERATING POLISHING AGENT, AND POLISHING AGENT RECYCLING TREATMENT SYSTEM

(54) 発明の名称： 研磨剤の再生方法及び研磨剤リサイクル処理システム



(57) **Abstract:** The present invention addresses the problem of providing: a method for regenerating a polishing agent, which can be employed for the polishing of a chemically strengthened glass, and whereby it becomes possible to remove a K_2O-containing glass component from a processed polishing agent slurry with high efficiency, and to achieve the efficient separation of an object to be polished and a stabilized polishing rate, and to prevent the deterioration in quality of a polished object due to scratches or the like on the polished object; and a

WO 2020/145121 A1

［続葉有］

(74) 代理人: 特許業務法人光陽国際特許事務所(KOYO INTERNATIONAL PATENT FIRM); 〒1000006 東京都千代田区有楽町一丁目１番３号 東京宝塚ビル１７階 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：

— 国際調査報告（条約第21条(3)）

polishing agent recycling treatment system. The method for regenerating a polishing agent according to the present invention is one in which a constituent component of an object to be polished is removed from a slurry of a polishing agent and then the polishing agent is recovered and regenerated, the method being characterized by comprising at least a polishing processing step, a polishing agent slurry feeding step, a polishing agent slurry recycling step and a precipitation/separation/concentration step in this order, wherein a polishing agent slurry having a K_2O concentration of 0.05 to 1.0% by mass in the polishing agent slurry feeding step is diluted 5- to 50-folds by the addition of water in the polishing agent slurry recycling step or the precipitation/separation/concentration step.

(57) 要約：本発明の課題は、化学強化ガラスの研磨に用い、加工済みの研磨剤スラリーからK_2Oを含むガラス成分を効率的に除去し、被研磨物の効率的な分離と、研磨速度安定性と研磨物の傷等による品質低下を防止する研磨剤の再生方法及び研磨剤リサイクル処理システムを提供することである。 本発明の研磨剤の再生方法は、研磨剤スラリーから、被研磨物の構成成分を除去し、研磨剤を回収・再生する研磨剤の再生方法であって、少なくとも、研磨加工工程、研磨剤スラリー供給工程、研磨剤スラリー回収工程、沈降分離濃縮工程をこの順で有し、前記研磨剤スラリー供給工程におけるK_2O濃度が０．０５～１．０質量％の範囲内にある研磨剤スラリーを、前記研磨剤スラリー回収工程又は前記沈降分離濃縮工程で、水を添加して５～５０倍に希釈することを特徴とする。

明　細　書

発明の名称 ：

研磨剤の再生方法及び研磨剤リサイクル処理システム

技術分野

[0001] 本発明は、研磨剤の再生方法及び研磨剤リサイクル処理システムに関し、より詳しくは、化学強化ガラスの研磨に用い、加工済みの研磨剤スラリーからK_2Oを含むガラス成分を効率的に除去し、被研磨物の効率的な分離と、研磨速度の安定性と研磨物の傷等による品質低下を防止する研磨剤の再生方法及び研磨剤リサイクル処理システムに関する。

背景技術

[0002] 現在、光学ガラスや水晶発振子を製造する際、仕上げ工程で精密研磨する研磨剤（研磨材ともいう。）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。

[0003] これらの研磨剤は、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及び液晶画面のガラス板など、電子部品関係の光学研磨剤として多量に使用されている重要な資源であり、そのため、再利用を強く望まれている資源の一つである。また、光学研磨用の研磨剤は、希土類元素の微粒子を含んでいる場合が多く、資源の再利用化、又は無公害化への技術的対応が重要な問題となっている。

[0004] また、これらの研磨剤は、通常、研磨工程で多量に使用する際、その廃液中には被研磨物の構成成分、例えば、光学ガラス屑等も共存しているが、通常では研磨剤と被研磨物とを効率的に分離することが困難であるため、上記のように、研磨剤廃液は、多くの場合、使用後に廃棄されているのが現状であり、環境負荷の面、資源の有効活用の面や廃棄コストの面からも問題を抱えている。

[0005] 一方、近年においては、スマートフォンの急速な普及に伴い、スマートフ

ォン用のディスプレイガラスの生産量も大幅に増えている。また、スマートフォンは、近年、大画面化の傾向が強く、使用されるディスプレイガラス（カバーガラス）の面積も大きくなっている。

[0006] しかしながら、大画面化によってスマートフォン自体が大型化してしまうと、本来の携帯性や操作性といった部分が失われてしまうという問題がある。一方、スマートフォン用のディスプレイガラスは落下時の衝撃によって割れやすいため、多くの場合、化学強化ガラスが使用されている。

[0007] そこで、近年では、スマートフォン自体のコンパクト性を維持しながら、大画面化を実現するために、画面のフチまで表示画面として使用できるよう端面が曲面加工された、３Ｄガラスと呼ばれるガラスが開発されている。この３Ｄガラスは従来に比べ、面積分研磨量が増えるため、研磨に使用した研磨剤の再生の要望は益々高くなっている。

[0008] しかしながら、研磨量の増加と共に循環使用している研磨剤スラリー中のガラス成分量も増加する傾向にあり、研磨剤再生回数を重ねると、回収研磨剤スラリーの品質も低下してくる。

[0009] 上記問題に対し、酸化セリウムを含有する研磨剤の使用済み研磨剤スラリーから、研磨した研磨剤成分を、マグネシウム塩等を用いて分離する研磨剤成分の再生方法が開示されている（例えば、特許文献１参照。）。

[0010] しかしながら、最近の研磨方法においては、研磨量の増加と共に循環使用している研磨剤スラリー中の研磨により生じたガラス研磨屑（以下、単に研磨屑ともいう。）の量も増加する傾向があり、スマートフォン用のディスプレイガラスに対する研磨方法では、研磨剤再生回数を重ねると、特許文献１で開示されている研磨剤成分の再生方法で調製した回収研磨剤スラリーでは、ガラス等の研磨屑と研磨剤とを効率よく分離できないケースが発生してきている。

[0011] この問題に対応すべく、その原因について検討を重ねた結果、分離がうまくできていないケースでは、スマートフォン用のディスプレイガラスの研磨に使用した回収研磨剤スラリー中に、カリウム成分が多く存在していること

が判明した。これは、スマートフォン用ディスプレイガラスは落下時の衝撃によってガラスが破損するケースが多く、この対応として化学強化ガラスが使用されている。しかしながら、３Ｄガラスとして端部が曲面加工されているため、落下時の衝撃応力が端部に集中しやすく、それに伴い破損する頻度も高くなるため、適用するガラスとして、従来のガラスに比べ化学強化成分（K_2O）を多く含んだ化学強化ガラスが求められており、この化学強化成分（K_2O）が、研磨剤スラリーの分離・再生工程に影響を与え、生産安定性を低下していると考えられる。

[0012] 特許文献１に開示されているようなガラスの研磨に使用した回収研磨剤スラリーの再生方法では、マグネシウム塩を添加した後、スラリー溶液のｐＨを調整することで、研磨剤と、研磨時に発生する研磨屑の分離を行っていたが、上記のようなK_2O成分が多い化学強化ガラスの研磨に用いた研磨剤スラリーの再生では、再生回数を重ねていくと、ｐＨを調整しても沈降分離が難しくなり、ある一定回数以上再生を行うと、沈降分離剤を添加した際にスラリーがフロック状になってしまう問題があった。

先行技術文献

特許文献

[0013] 特許文献1：特許第５３７０５９８号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0014] 本発明は、上記問題・状況に鑑みてなされたものであり、その解決課題は、化学強化ガラスの研磨に用い、加工済みの研磨剤スラリーからK_2Oを含むガラス成分を効率的に除去し、研磨速度安定性と研磨屑等により発生する傷等による品質低下を防止する研磨剤の再生方法及び研磨剤リサイクル処理システムを提供することである。

課題を解決するための手段

[0015] 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、研磨に用いた研磨剤スラリーから、研磨屑の構成成分を除去し、前記研磨剤を回収・再生する研磨剤の再生方法であって、研磨加工工程、研磨剤スラリー供給工程、研磨剤スラリー回収工程、及び沈降分離濃縮工程をこの順で有し、前記研磨剤スラリー回収工程又は前記沈降分離濃縮工程で、水による希釈を行った後の前記研磨剤スラリー中のK_2O濃度を、０．００２～０．２質量％の範囲内とすることにより、ガラス成分の効率的な分離と、研磨速度の維持と研磨物の傷等による品質低下を防止する研磨剤の再生方法を見出した。

[0016] すなわち、本発明に係る上記課題は、以下の手段により解決される。

[0017] １．研磨剤スラリーから、被研磨物の構成成分を除去し、研磨剤を回収・再生する研磨剤の再生方法であって、

少なくとも、研磨加工工程、研磨剤スラリー供給工程、研磨剤スラリー回収工程、及び沈降分離濃縮工程をこの順で有し、

前記研磨剤スラリー回収工程又は前記沈降分離濃縮工程で、水による希釈を行った後の前記研磨剤スラリー中のK_2O濃度を、０．００２～０．２質量％の範囲内とすることを特徴とする研磨剤の再生方法。

[0018] ２．前記研磨剤スラリー回収工程又は前記沈降分離濃縮工程で水による希釈を行った後の研磨剤スラリー中のK_2O濃度を、０．０１～０．０５質量％の範囲内とすることを特徴とする第１項に記載の研磨剤の再生方法。

[0019] ３．前記研磨剤スラリー供給工程において、K_2O濃度が０．１～１．０質量％の範囲内にある研磨剤スラリーを用いることを特徴とする第１項又は第２項に記載の研磨剤の再生方法。

[0020] ４．前記沈降分離濃縮工程の後の研磨剤スラリーの比重を、前記研磨剤スラリー供給工程における水添加前の研磨剤スラリーの比重に合わせる比重調整工程を有することを特徴とする第１項から第３項までのいずれか一項に記載の研磨剤の再生方法。

[0021] ５．前記比重調整工程後に、研磨剤の粒子径を調整する工程を有することを特徴とする第４項に記載の研磨剤の再生方法。

[0022] ６．前記研磨加工工程と沈降分離濃縮工程との間に、研磨剤スラリー中のK_2O濃度を自動的に測定するK_2O濃度測定部と、得られた前記K_2O濃度情報に応じて、希釈する水の添加量を自動的に添加する水添加部を有することを特徴とする第１項から第５項までのいずれか一項に記載の研磨剤の再生方法。

[0023] ７．前記研磨物が、化学強化ガラスであることを特徴とする第１項から第６項までのいずれか一項に記載の研磨剤の再生方法。

[0024] ８．研磨剤スラリーから、被研磨物の構成成分を除去し、前記研磨剤を回収・再生する研磨剤のリサイクル処理システムであって、

研磨加工工程部と

前記研磨加工工程部に研磨剤スラリーを供給するスラリー供給タンクを有する研磨剤スラリー供給工程部と、

加工済み研磨剤スラリーと洗浄水との混合液を貯蔵する回収混合液タンクを有する研磨剤スラリー回収工程部と、

前記混合液を透過液と研磨剤の濃縮液とに分離する分離タンクを有する沈降分離濃縮工程部とを有し、かつ、

前記研磨剤スラリー回収工程又は前記沈降分離濃縮工程で、水による希釈を行った後の前記研磨剤スラリー中のK_2O濃度を、０．００２～０．２質量％の範囲内とする水添加工程部を有することを特徴とする研磨剤リサイクル処理システム。

[0025] ９．前記水添加工程部で、水による希釈を行った後の研磨剤スラリー中のK_2O濃度を、０．０１～０．０５質量％の範囲内とすることを特徴とする第８項に記載の研磨剤リサイクル処理システム。

[0026] １０．前記研磨剤スラリー供給工程部において、K_2O濃度が０．１～１．０質量％の範囲内にある研磨剤スラリーを用いることを特徴とする第８項又は第９項に記載の研磨剤リサイクル処理システム。

[0027] １１．前記沈降分離濃縮工程の後に、研磨剤スラリーの比重を、前記研磨剤スラリー供給工程における水添加前の研磨剤スラリーの比重に合わせる比

重調整工程部を有することを特徴とする第８項から第１０項までのいずれか一項に記載の研磨剤リサイクル処理システム。

[0028] １２．前記比重調整工程部で得られた研磨剤の粒子径を調整する工程部を有することを特徴とする第１１項に記載の研磨剤リサイクル処理システム。

[0029] １３．前記研磨加工工程部と沈降分離濃縮工程部との間に、研磨剤スラリー中のK_2O濃度を自動的に測定するK_2O濃度測定部と、得られた前記K_2O濃度情報に応じて、希釈する水の添加量を自動的に添加する水添加部を有することを特徴とする第８項から第１２項までのいずれか一項に記載の研磨剤リサイクル処理システム。

発明の効果

[0030] 本発明の上記手段により、化学強化ガラスの研磨に用い、加工済みの研磨剤スラリーから化学強化ガラスに起因するガラス成分を効率的に除去し、研磨速度の維持と研磨屑等により発生する傷等による品質低下を防止する研磨剤の再生方法及び研磨剤リサイクル処理システムを提供することができる。

[0031] 本発明の効果の発現機構又は作用機構については、明確にはなっていないが、以下のように推察している。

[0032] ガラス研磨方法においては、スラリー供給工程でのSiO_2濃度を測定し、その測定結果を基に研磨剤再生処理を行うか否かを選択していたが、近年、化学強化ガラス（スマートフォン用のディスプレイガラス等）の研磨方法においては、SiO_2濃度を基準とする従来の研磨剤スラリーの再生方式だけではうまく研磨剤と研磨屑の分離を行うことができず、鋭意検討を進めた結果、化学強化ガラスに起因するK_2O濃度を規定してライフエンドを規定することが必要であると推測した。

[0033] 従来、ガラス研磨剤スラリーの再生方法においては、スラリー溶液のｐＨを調整することで、研磨剤とガラス成分である研磨屑との分離を行っていた。しかしながら、研磨で生じるK_2O成分が多い研磨屑を含むガラス研磨剤スラリーの再生では、再生回数を重ねていくと、ｐＨを調整しても、両者の沈降分離が難しくなり、ある一定回数以上再生を行うと、沈降分離剤を添加し

た際にスラリーがフロック状になってしまう問題もあった。

[0034] 本発明者は、上記問題に対し鋭意検討を進めた結果、研磨剤と化学強化ガラス成分である研磨屑との分離を安定して行うために、回収研磨剤スラリー中の化学強化ガラスに起因するK_2Oの含有量を低減させる必要があると考え、具体的には、回収研磨剤スラリー中のK_2O濃度を０．００２～０．２質量％の範囲内に希釈することにより、再生回数を重ねても安定した両者の分離が可能であることを見いだした。

[0035] さらに、研磨剤の再生方法においては、K_2O濃度の測定を行い、自動で測定した濃度に応じて希釈するようにシステムを構築することで、研磨剤スラリー再生の自動化が可能となった。

図面の簡単な説明

[0036] [図1]本発明の研磨剤の再生方法の工程フローの一例を示す概略図

発明を実施するための形態

[0037] 本発明の研磨剤の再生方法は、研磨加工工程、研磨剤スラリー供給工程、研磨剤スラリー回収工程、及び沈降分離濃縮工程を有し、前記研磨剤スラリー回収工程又は前記沈降分離濃縮工程で、水による希釈を行った後の前記研磨剤スラリー中のK_2O濃度を、０．００２～０．２質量％の範囲内とすることを特徴とする。この特徴は、下記各実施態様に共通する又は対応する技術的特徴である。

[0038] 本発明の実施形態としては、本発明の目的とする効果をより発現できる観点から、前記研磨剤スラリー回収工程又は前記沈降分離濃縮工程で水による希釈を行い、研磨剤スラリー中のK_2O濃度を、０．０１～０．０５質量％の範囲内とすることが、より効率的に研磨剤と化学強化ガラス成分である研磨屑との分離を行うことができる点で好ましい。

[0039] また、前記研磨剤スラリー供給工程において、K_2O濃度が０．１～１．０質量％の範囲内にある研磨剤スラリーを用いることが、より効率的に研磨剤と化学強化ガラス成分である研磨屑との分離を行うことができる点で好ましい。

[0040] また、前記沈降分離濃縮工程の後に、研磨剤スラリーの比重を、前記研磨剤スラリー供給工程における水添加前の研磨剤スラリーの比重に調整する比重調整工程を有することが、研磨剤の再生をより効率よく行うことができる点で好ましい。

[0041] また、比重調整工程後に、粒子径を調整する工程（以下、粒子径調製工程ともいう。）を有することが、粒径分布の狭い研磨剤粒子を含む研磨剤スラリーを得ることができる点で好ましい。

[0042] また、研磨加工工程と沈降分離濃縮工程との間に、研磨剤スラリー中のK_2O濃度を自動的に測定するK_2O濃度測定部と、得られた前記K_2O濃度情報に応じて、希釈する水の添加量を自動的に添加する水添加部を有することが、研磨剤スラリー再生の自動化が可能な研磨剤の再生方法を実現することができる点で好ましい。

[0043] また、研磨剤のリサイクル処理システムでは、研磨機を用いて研磨加工する研磨加工工程部と、前記研磨加工工程部に研磨剤スラリーを供給するスラリー供給タンクを有する研磨剤スラリー供給部と、加工済み研磨剤スラリーと洗浄水との混合液を貯蔵する回収混合液タンクを有する研磨剤スラリー回収工程部と、前記混合液を透過液と研磨剤の濃縮液とに分離する分離タンクを有する沈降分離濃縮工程部とを有し、前記研磨剤スラリー回収工程又は前記沈降分離濃縮工程で、水による希釈を行った後の前記研磨剤スラリー中のK_2O濃度を、０．００２～０．２質量％の範囲内とする水添加工程部を有することを特徴とする。

[0044] 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、本願において、「～」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。

[0045] 本発明において、研磨剤スラリーとは、研磨加工工程に応じた下記各種研磨剤スラリーを含めて総称的に表現されたスラリーをいう。

[0046] 《研磨剤の再生方法》

本発明の研磨剤の再生方法は、研磨物の研磨に用いた研磨剤スラリーから

、被研磨物の構成成分を除去し、前記研磨剤を回収・再生する研磨剤の再生方法であって、少なくとも、研磨加工工程、研磨剤スラリー供給工程、研磨剤スラリー回収工程、沈降分離濃縮工程をこの順で有し、前記研磨剤スラリー回収工程又は前記沈降分離濃縮工程で、水による希釈を行った後の前記研磨剤スラリー中のK_2O濃度を、０．００２～０．２質量％の範囲内とすることを特徴とする。

[0047] 〔研磨剤の再生方法の基本的な工程〕

本発明の研磨剤の再生方法に適用する工程としては、研磨加工工程、研磨剤スラリー供給工程、研磨剤スラリー回収工程、沈降分離濃縮工程をこの順で有することを特徴とするが、更には、沈降分離濃縮工程の後に、研磨剤スラリーの比重を、前記研磨剤スラリー供給工程における水添加前の研磨剤スラリーの比重に調整する比重調整工程、比重調製工程で得られた研磨剤の粒子径を調整する研磨剤粒子径調整工程や、研磨加工工程と沈降分離濃縮工程との間に、研磨剤スラリー中のK_2O濃度を自動的に測定するK_2O濃度測定部と、得られた前記K_2O濃度情報に応じて、希釈する水の添加量を自動的に添加する水添加部を有することが好ましい態様である。

[0048] 図１は、本発明の研磨剤の再生方法に適用可能な研磨剤の再生工程のフローの一例を示す概略図である。

[0049] 図１に示す再生方法には、順に、研磨加工工程１、研磨剤スラリー供給工程２０を含む研磨剤スラリー回収工程２、沈降分離濃縮工程３、比重調整工程４、研磨剤粒子径調整工程５、再生研磨剤スラリー調製工程６を示してあり、各工程は、それぞれ配管Ｌ１～Ｌ１２により接続されている。

[0050] 〔K_2O成分の処理方法〕

本発明の研磨剤の再生方法及び本発明の研磨剤リサイクル処理システムについて、図１に従い詳細な構成を説明する。

[0051] 本発明の特徴は、図１に示すように、研磨剤スラリー供給工程２０で、スラリー供給タンク２１に貯留している研磨剤スラリー２３中のK_2O濃度を、イオンメーターＭで測定した後、測定したK_2O濃度情報に従って、回収混合

タンク２２や分離濃縮タンク３２に、研磨剤スラリーに対し希釈水Ｗ１～Ｗ２を添加し、次いで、K_2Oを含む希釈水を系外に排出することにより、回収研磨剤スラリー中のK_2O量を低減する方法である。本発明では、研磨剤スラリー回収工程２又は沈降分離濃縮工程３で水による希釈を行った工程の後の研磨剤スラリー中のK_2O濃度を、０．００２～０．２質量％の範囲内とすることを特徴とする。K_2O濃度の測定は、前記と同様の方法で行うことができる。

[0052] 本発明においては、研磨剤スラリー中のK_2O濃度を、０．００２～０．２質量％の範囲内となるように希釈を行うが、回収した研磨剤スラリーに対する希釈用の水の添加量（希釈倍率）は、上記で規定するK_2O濃度を得ることができれば特に制限はないが、研磨性能や研磨剤の再生工程を構成する調整容器等のサイズを考慮すると、希釈倍率としては５～１００倍の範囲内であり、特に好ましくは５～５０倍の範囲内である。

[0053] はじめに、研磨剤スラリー供給工程２０に配置されているスラリー供給タンク２１に、研磨加工工程１で生じた研磨に用いた研磨剤スラリーを、配管Ｌ２を介して回収する。更に、新たな再生研磨剤スラリーが、配管Ｌ１２を通じて再生研磨剤スラリー貯蔵タンク５１から追加される。

[0054] このような構成のスラリー供給タンク２１中の研磨剤スラリー２３について、イオンメーターＭで、特に、化学強化ガラスの研磨過程で生じるK_2O濃度を測定する。

[0055] 本発明に適用が可能なK_2O濃度の測定方法としては、例えば、カリウムイオン電極「８２０２－１０Ｃ」と卓上型イオンメーター「Ｆ７４」（以上、いずれも堀場製作所社製）を組み合わせて測定を行うことにより、K_2O濃度に換算して求めることができる。その他の方法としては、コンパクトカリウムイオンメータ 「ＬＡＱＵＡｔｗｉｎ Ｋ－１１４」（堀場製作所社製）やオンライン・イオンクロマト装置（日機装社製）を使用して測定することにより求めることもできる。

[0056] 上記イオンメーターＭで測定したスラリー供給タンク２１に貯蔵している

研磨剤スラリー２３中のK_2O濃度が０．０５～１．０質量％の範囲内であると判定した場合、研磨剤スラリー回収工程２の研磨剤スラリー２３を貯留している回収混合タンク２２へ、所望の希釈水Ｗ１を研磨剤スラリー２３に添加して、研磨剤スラリー２３中のK_2O濃度を０．００２～０．２質量％の範囲内とする。

[0057] 本発明では、研磨剤スラリー２３への希釈水Ｗ２の添加は、沈降分離濃縮工程３に具備する分離濃縮タンク３２へ所定量の希釈水Ｗ２を添加する方法であってもよい。

[0058] 上記方法で調製した希釈済みの研磨剤スラリー２３に、添加剤タンク３１より、無機塩、例えば、アルカリ土類金属塩を添加して、研磨剤成分のみを凝集・沈殿させて沈殿物３３とし、被研磨物（ガラス成分）に由来する研磨屑である化学強化ガラス片は凝集させない状態の上澄み液３４として分離させ、上澄み液３４の所定量を、配管Ｌ６を通じて系外に排出３５することにより、K_2O成分と不要な塩類を取り除くことができる。

[0059] 〔研磨剤の再生方法に適用する各工程の詳細〕

次いで、本発明の研磨剤の再生方法及び研磨剤のリサイクル処理システムに係る各工程（工程部ともいう）について、その詳細を説明する。

[0060] （１）研磨加工工程

研磨加工工程１には、研磨装置１２を具備し、被研磨物、例えば、化学強化ガラスを、研磨剤により研磨を行う。

[0061] 図１の研磨加工工程１で示すように、研磨機１２の構成は、研磨布Ｐとしてスエード製の研磨布を貼付した研磨定盤Ａを有しており、この研磨定盤Ａは回転可能となっている。研磨時には、被研磨物保持部Ｃで保持されている被研磨物Ｂ（以下、化学強化ガラス基板、又は単にガラス基板ともいう。）を、押圧力Ｆの力で、研磨定盤Ａに押し付けながら、研磨定盤Ａを、一定の速度で回転させる。次いで、配管Ｌ３を介して、スラリー供給タンク２１に貯留されている２５℃の研磨剤スラリー２３を研磨布Ｐに供給する。研磨済みの研磨剤スラリー１１は、配管Ｌ２を通じて、再び、スラリー供給タンク

２１に送られ、この操作を繰り返して行う。また、研磨機１２を洗浄するための洗浄水は、洗浄水タンク１１に貯留されており、洗浄水噴射ノズルより、研磨部に吹き付けて洗浄を行う。

[0062] （被研磨物：化学強化ガラス）

本発明の研磨剤の再生方法は、被研磨物Ｂとして化学強化ガラスを用いた研磨方法に適用することが、優れた効果を発現する。

[0063] 本発明でいう化学強化ガラスとは、イオン交換法等の化学処理によりガラスの表面を強化したガラスをいう。イオン交換法とは、例えば、ソーダライムシリケートガラス等のＮａ成分やＬｉ成分を含有するフロートガラス板を、硝酸カリウム等の溶融塩中に浸漬させ、ガラス板の表面に存在する原子径の小さなＮａイオン及び／又はＬｉイオンと、溶融塩中に存在する原子径の大きなＫイオンとを置換してガラス板の表面層に圧縮応力層を形成して強度が高められたガラス板である。市販品の化学強化ガラスとしては、例えば、コーニングジャパン社製や日本板硝子社製の化学強化ガラス等を挙げることができる。

[0064] 化学強化ガラスの厚さとしては、その用途により異なるが、おおむね０．４～１０．０ｍｍの範囲内である。

[0065] （研磨剤）

一般に、光学ガラスや半導体基板等の研磨剤の構成としては、ベンガラ（αFe_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が、本発明の研磨剤の再生方法としては、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、酸化ジルコニウム及び酸化セリウムから選ばれる少なくとも１種の回収に適用することが好ましい。

[0066] 本発明に係る研磨剤の構成成分として、ダイヤモンド系としては、例えば

、合成ダイヤモンド（例えば、日本ミクロコーティング社製等）、天然ダイヤモンドが挙げられ、窒化ホウ素系としては、例えば、立方晶窒化ホウ素ＢＮ（例えば、昭和電工社製等）が挙げられる。窒化ホウ素系は、ダイヤモンドに次ぐ硬度を有する。また、炭化ケイ素系としては、炭化ケイ素、緑色炭化ケイ素、黒色炭化ケイ素（例えば、Ｍｉｐｏｘ社製等）等を挙げることができる。また、アルミナ系としては、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、アルミナジルコニア系（例えば、サンゴバン社製）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１稀元素化学工業社製の研磨剤用のＢＲシリーズ酸化ジルコニウム、中国ＨＺ社製酸化ジルコニウムを挙げることができる。

[0067] また、酸化セリウム（例えば、シーアイ化成社製、テクノライズ社製、和光純薬社製等）は、純粋な酸化セリウムよりは、バストネサイトと呼ばれる、希土類元素を多く含んだ鉱石を焼成した後、粉砕したものが多く利用されている。酸化セリウムが主成分ではあるが、その他成分として、ランタンやネオジウム、プラセオジウム等の希土類元素を含有し、酸化物以外にフッ化物等が含まれることもある。

[0068] 本発明に使用される研磨剤は、上記研磨剤を構成成分として、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。より好ましくは９５～１００質量％の範囲内であり、さらに好ましくは１００質量％であることである。

[0069] 図１に示すガラス基板の研磨加工方法について、さらに詳細に説明する。

[0070] 研磨加工工程１では、研磨機１２を有する研磨加工部と洗浄水タンク１１を有する研磨部の洗浄部で、一つの研磨加工工程１を構成している。

[0071] （１－１：研磨）

研磨パッドＰ（研磨布）と被研磨物Ｂ（例えば、化学強化ガラス基板）を接触させ、接触面に対して研磨剤スラリーを供給しながら、加圧条件下で研磨パッドＰとガラス基板を相対運動させる。

[0072] 研磨パッドＰは、連続研磨を行ったあとでは、パッドドレッシング又はパ

ッドブラッシングを行うことができる。パッドドレッシングとは、パッドを物理的に削りつつ、表面を荒らすことで、パッド状態を一定に保つ処理のことである。それに対して、パッドブラッシングとは、パッドを削ることなく、パッドの凹凸に含まれる研磨屑などを除去するために行う処理のことである。

[0073] また、１バッチの加工で複数の研磨機を用いて研磨を行っても良い。このような場合、前バッチに対する次バッチの１バッチあたりの加工時間の変化幅は１０％以内であることが好ましい。この範囲内であると、複数の研磨期間における被研磨物の加工時間のばらつきを抑えることができる。ここで１バッチとは、１回の研磨処理単位のことをいい、例えば６枚のガラス基板を１バッチで研磨処理することができる。

[0074] （１－２：洗浄）

研磨された直後のガラス基板Ｂ及び研磨機１２には大量の研磨剤が付着している。そのため、研磨した後に研磨剤スラリーの代わりに洗浄水タンク１１から水等を供給し、ガラス基板及び研磨機に付着した研磨剤の洗浄が行われる。

[0075] （２）研磨剤スラリー供給工程

研磨剤スラリー供給工程２０を構成するスラリー供給タンク２１では、研磨機１２から排出される加工済みの研磨剤スラリーを、配管Ｌ２を介して回収する。また、スラリー供給タンク２１中の研磨剤スラリー２３は、配管Ｌ３を介して、研磨機１２に供給される。

[0076] この研磨機１２への研磨剤スラリー２３の補給にともない、研磨剤スラリー供給工程２０では、スラリー供給タンク２１に対して新たな再生研磨剤スラリーを再生研磨剤スラリー貯蔵タンク５１から配管Ｌ１２を介して追加する。追加の方法は１バッチ毎に追加を行っても良いし、数バッチに追加を行っても良いが、溶媒に対して十分に分散された状態の研磨剤を供給することが望ましい。

[0077] また、研磨剤スラリー供給工程２０においては、スラリー供給タンク２１

内に貯留している研磨剤スラリー２３中のK_2O濃度を測定するためのイオンメーターＭが設けられている。

[0078] （３）研磨剤スラリー回収工程

図１の２で示す研磨剤スラリー回収工程では、上記説明した研磨剤スラリー供給工程２０を含む構成で示してある。研磨剤スラリー回収工程２は、スラリー供給タンク２１に貯留している研磨剤スラリーを再生するために、配管Ｌ４を経由して回収混合液タンク２２に送液する他に、研磨機１２及び洗浄水タンク１１からなる系から排出される加工済みの研磨剤スラリー及び洗浄水を、配管Ｌ１を経由して、回収混合液タンク２２に回収する。

[0079] 本発明では、スラリー供給タンク２１中の研磨剤の構成成分の濃度が、研磨加工工程開始時の初期濃度以下になるよう制御しながら、スラリー供給タンク２１に再生研磨剤スラリーを再生研磨剤スラリー貯蔵タンク５１から供給する。

[0080] 本発明でいう加工済みの研磨剤スラリー（以下、研磨剤スラリーＡともいう。）とは、研磨機１２、洗浄水タンク１１から構成される研磨加工工程１より配管Ｌ１を経由して系外に排出される研磨剤スラリーをいう。

[0081] 研磨加工工程１より回収した加工済みの研磨剤スラリーＡと、スラリー供給タンク２１より、配管Ｌ４を経由して供給される研磨剤スラリー（以下、研磨剤スラリーＢともいう。）により構成される研磨剤スラリーは、回収混合液タンク２２に回収された後、一定量を回収するまで貯蔵した後、本発明に係る研磨剤スラリー供給工程２０で測定したK_2O濃度情報に従い、所定量の希釈水Ｗ１を添加し、例えば、初期研磨剤スラリー質量の５～５０倍に希釈して、K_2O濃度を０．００２～０．２質量％の範囲内とした希釈済み研磨剤スラリー２４を調製する。この際、回収された研磨剤スラリーは、常時撹拌し、研磨剤粒子の凝集や沈降を防止し、安定した分散状態を維持することが好ましい。

[0082] なお、本発明において、この希釈水添加によりK_2O濃度を０．００２～０．２質量％の範囲内とする希釈済み研磨剤スラリー２４の調製は、図１の３

で示すような次工程である沈降分離濃縮工程３で行ってもよい。

[0083] （研磨剤スラリー濃度の調整）

研磨剤スラリーの濃度調整は、スラリー供給タンク２１に投入される、水、再生研磨剤スラリー、及び研磨加工工程から排出される加工済み研磨剤スラリーＡの量を、配管Ｌ１を通して、その流量を制御することにより行うことができる。研磨機１２への供給はスラリー供給タンク２１から研磨機１２の配管Ｌ３に設けられたポンプ（不図示）で行う。制御部では、流量計とポンプを有しており、工程間に研磨剤スラリーを供給するための循環ライン及びその他の添加物等を供給する配管により、その流量を制御する。

[0084] （４）沈降分離濃縮工程

本発明では、回収混合液タンク２２で調製した希釈水Ｗ１により希釈し、K_2O濃度が０．００２～０．２質量％の範囲内に調整した希釈済み研磨剤スラリー２４は、次工程である沈降分離濃縮工程３で処理する。

[0085] なお、本発明においては、希釈水を添加して希釈済み研磨剤スラリーを調製する操作を、この沈降分離濃縮工程３で、沈降分離操作を行う前に行ってもよい。

[0086] 沈降分離濃縮工程３では、研磨剤スラリー回収工程２で回収された希釈済み研磨剤スラリー２４を分離濃縮タンク３２に配管Ｌ５を通して輸送した後、当該希釈済み研磨剤スラリー２４に対し、添加剤タンク３１より研磨剤の凝集剤、例えば、アルカリ土類金属塩を添加して、研磨剤粒子のみを沈降分離し、沈降物以外の上澄み液中に研磨操作により生じたK_2Oを含むガラス成分や塩類を系外に排除して、研磨剤とK_2Oを含むガラス成分を分離する。

[0087] 本発明における沈降分離濃縮工程３において、沈降分離する方法としては公知の方法を用いることができ、例えば、研磨剤スラリー回収工程２で回収し、所定の希釈水を添加して調製した希釈済み研磨剤スラリー２４に対して、特に、無機塩としてアルカリ土類金属塩を添加し、研磨剤のみを凝集させ、被研磨成分であるガラス成分を凝集させない状態で、該研磨剤を母液より沈降分離させて、濃縮物３３とする。これにより、研磨剤成分のみを凝集沈

殿させた後、K_2Oを含むガラス成分をほとんど上澄み液３４に存在させることで、研磨剤成分とガラス成分との分離を行うことができる工程である。

[0088] 沈降分離する方法は公知の方法を用いることができる。膜分離方法や、沈降方法を採用することができる。

[0089] 沈降分離のためには、上記のように無機塩としてアルカリ土類金属塩を添加し、研磨剤のみを凝集させ、被研磨成分であるガラス成分を凝集させない状態で、該研磨剤を母液より分離することが好ましい。

[0090] 固液分離操作は、強制的な分離手段は適用せずに、自然沈降による固液分離を行っても良い。このようにして母液を、被研磨物等を含む上澄み液３４と、下部に沈殿した回収研磨剤を含む濃縮物３３とに分離する。

[0091] （アルカリ土類金属塩）

本発明において、研磨剤の凝集に用いる無機塩としては、アルカリ土類金属塩であることが好ましい態様である。

[0092] 本発明に適用可能なアルカリ土類金属塩としては、例えば、カルシウム塩、ストロンチウム塩、バリウム塩を挙げることができるが、更には、本発明においては、広義として周期律表の第２族に属する元素も、アルカリ土類金属であると定義する。したがって、ベリリウム塩、マグネシウム塩も本発明でいうアルカリ土類金属塩に属する。

[0093] また、本発明に適用可能なアルカリ土類金属塩としては、ハロゲン化物、硫酸塩、炭酸塩、酢酸塩等の形態であることが好ましい。

[0094] 本発明において、無機塩としては、アルカリ土類金属塩であることが好ましく、更に好ましくはマグネシウム塩である。

[0095] また、本発明に適用可能なマグネシウム塩としては、電解質として機能するものであれば限定はないが、水への溶解性が高い点から、塩化マグネシウム、臭化マグネシウム、ヨウ化マグネシウム、硫酸マグネシウム、酢酸マグネシウムなどが好ましく、溶液のｐＨ変化が小さく、沈降した研磨剤及び廃液の処理が容易である点から、塩化マグネシウム及び硫酸マグネシウムが特に好ましい。

[0096] （無機塩の添加方法）

次いで、本発明に係る無機塩の研磨剤スラリー（母液）に対する添加方法を説明する。

[0097] ａ）無機塩の濃度

添加する無機塩は、粉体を希釈済み研磨剤スラリー２４に直接供給しても良いし、水等の溶媒に溶解させてから希釈済み研磨剤スラリー２４に添加してもよいが、希釈済み研磨剤スラリー２４に添加した後に均一な状態になるように、溶媒に溶解させた状態で添加することが好ましい。

[0098] 好ましい無機塩の濃度は、０．５～５０質量％の濃度範囲の水溶液とすることである。系のｐＨ変動を抑え、ガラス成分との分離を効率化するためには、１０～４０質量％の濃度範囲内であることがより好ましい。

[0099] ｂ）無機塩の添加温度

無機塩を添加する際の温度は、回収した研磨剤スラリーが凍結する温度以上であって、９０℃までの範囲であれば適宜選択することができるが、ガラス成分との分離を効率的に行う観点からは、１０～４０℃の範囲内であることが好ましく、１５～３５℃の範囲内であることがより好ましい。

[0100] ｃ）無機塩の添加速度

無機塩の希釈済み研磨剤スラリー２４に対する添加速度としては、回収した研磨剤スラリー中での無機塩濃度として、局部的に高濃度領域が発生することなく、均一になるように添加することが好ましい。１分間当たりの添加量が全添加量の２０質量％以下であることが好ましく、１０質量％以下であることがより好ましい。

[0101] ｄ）無機塩添加時のｐＨ値

本発明の研磨剤回収・再生方法においては、沈降分離濃縮工程３で無機塩を添加する際に、あらかじめ希釈済み研磨剤スラリー２４のｐＨ値を調整しないことが好ましい態様である。一般に、回収した研磨剤スラリーのｐＨ値は、ガラス成分を含有しているためややアルカリ性を示し、８～１０未満の範囲であり、あらかじめ回収した研磨剤スラリーのｐＨ値を調整する必要は

ない。したがって、本発明においては、希釈済み研磨剤スラリー（２４）の２５℃換算のｐＨ値が１０．０未満の条件で分離濃縮を行うことが好ましい。

[0102] 本発明において、ｐＨ値は、２５℃で、ラコムテスター卓上型ｐＨメーター（アズワン（株）製　ｐＨ１５００）を使用して測定した値を用いる。

[0103] 本発明においては、無機塩を添加し、その後該濃縮物を分離するまで無機塩添加時のｐＨ値以下に維持することが好ましい。ここでいう無機塩添加時のｐＨ値とは、無機塩の添加が終了した直後のｐＨ値のことをいう。

[0104] 沈殿した凝集物を分離するまで、無機塩添加時のｐＨ値以下を維持する。好ましくは２５℃換算ｐＨ値として１０未満を維持する。ｐＨ値として１０未満とすることで、廃液に含まれるガラス成分の凝集を防ぐことができるため、回収の際の酸化セリウムの純度を高くすることができ好ましい。

[0105] 無機塩添加時のｐＨ値の下限は、ｐＨ調整剤による純度低下や操作性などから、６．５以上であることが好ましい。

[0106] ｅ）無機塩添加後の撹拌

無機塩を添加した後、少なくとも１０分以上撹拌を継続することが好ましく、より好ましくは３０分以上である。無機塩を添加すると同時に研磨剤粒子の凝集が開始されるが、撹拌状態を維持することで凝集状態が系全体で均一となり濃縮物の粒度分布が狭くなり、その後の分離が容易となる。

[0107] 沈降分離濃縮工程３で、ガラス成分を含む上澄み液と回収した研磨剤粒子を含む濃縮物に分離した後、該濃縮物を回収する。

[0108] 〔濃縮工程〕

本発明の研磨剤の再生方法においては、上記沈降分離濃縮工程３で、希釈済み研磨剤スラリー２４を、上澄み液３４と濃縮物３３とに分離した後、K_2O含有のガラス成分を含む上澄み液の所定量を系外に排出する濃縮処理を行う。

[0109] この時の濃縮条件は、研磨剤スラリー回収工程又は前記沈降分離濃縮工程での水の添加量に応じて、研磨剤スラリーの比重を、水添加前の比重と同じ

となる条件で、上澄み液３４の排液による濃縮操作を行う。

[0110] 具体的な方法は、図１の沈降分離濃縮工程３で示すように、希釈済み研磨剤スラリー２４を、上澄み液３４と濃縮物３３とに分離した後、デカンテーション法、例えば、釜を傾斜させて、上澄み液を排液する方法、又は、排液ハイプを分離した釜内の上澄み液３４と濃縮物３３の界面近くまで挿入し、上澄み液のみを、配管Ｌ６を介して釜外に排出３５して、濃縮する方法等を挙げることができる。

[0111] 本発明においては、下部に沈降する濃縮物３３に不純物（例えば、研磨したガラス粗粒子等）を極力混入させることなく、高純度の再生研磨剤を得る観点からからは、一次濃縮方法としては、自然沈降を適用することが好ましい。

[0112] 無機塩の添加により、回収研磨剤粒子は凝集し、この状態で上澄み液３４と分離されていることから、濃縮物３３は、回収スラリーと比較して比重が増加し、濃縮されていることとなる。この濃縮物３３には、回収されたスラリー以上の濃度で回収研磨剤が含有されている。

[0113] この時、上澄み液３４を排液する操作としては、下記の方法を挙げることができる。

[0114] １）排液後の濃縮物３３と上澄み液３４により構成される研磨剤スラリーの比重が、水添加前の研磨剤スラリー２３と同じになるまで、上澄み液３４を排液する方法、

２）上澄み液３４をぎりぎりまで排液し、不純物（ガラス成分等）を排液した後、水添加前の研磨剤スラリー２３と同じ比重となるように加水する方法。

[0115] （４）比重調整工程

比重調整工程４は、上記２）項に記載した方法であり、濃縮物３３を回収した後、図１の４で示すように、例えば、メンブランフィルター等で構成されている限外濾過装置３７を用いて、再生研磨スラリー中に含まれる不要の塩類を系外に排出すると同時に、希釈水Ｗ３の添加量や、限外濾過装置３７

からの排水量３６を制御しながら、沈降分離工程３の後の研磨剤スラリーの比重を、前記研磨剤スラリー供給工程２０における水添加前の研磨剤スラリー２１の比重に合わせる操作を行う。

[0116] なお、研磨剤スラリーの比重は、市販の比重計、例えば、アドバンテック社製の振動式密度比重計、京都電子工業社製のポータブル密度比重計等を用い、２５℃で測定して求めることができる。

[0117] （５）研磨剤再生工程

（５－１）研磨剤粒子径調整工程

研磨剤粒子径調整工程５は、凝集した研磨剤に、添加剤タンク４１により、分散剤等の各種添加剤を添加した後、研磨剤を再分散させて、所望の粒度分布にする工程で、未使用（研磨前）の研磨剤と近似の粒度分布レベルに調整する工程である。本発明では、沈降・分離・濃縮及び比重調整した研磨剤スラリーに対し、研磨剤粒子の粒子径制御処置を施すことが好ましい。

[0118] 上記方法で沈降・分離及び濃縮した研磨剤スラリーでは、研磨剤粒子が無機塩を介して凝集体（二次粒子）を形成しているため、独立した一次粒子に近い状態まで解きほぐすため、水及び分散剤を添加し、分散装置を用いて、所望の粒子径まで分散する。

[0119] 凝集した研磨剤粒子を再分散させる方法としては、例えば、ａ）水を添加し、処理液中の研磨剤に対する凝集作用を有する無機イオン濃度を低下させる方法、ｂ）分散剤（金属分離剤ともいう）を添加することで、研磨剤に付着している金属イオン濃度を低下させる方法、ｃ）分散機等を使用して、凝集した研磨剤粒子を強制的に解膠する方法が挙げられる。

[0120] これらの方法は、それぞれ単独で使用しても良いし、組み合わせて使用しても良いが、少なくともｂ）を組み合わせる方法が好ましく、ａ）、ｂ）及びｃ）を全て組み合わせて行う方法がより好ましい。

[0121] 水を添加する場合、その添加量は、濃縮した研磨剤スラリーの体積によって適宜選択され、一般的には濃縮したスラリーの５～５０体積％であり、好ましくは１０～４０体積％である。

[0122] （分散剤）

分散剤としては、公知の分散剤を用いることができる。添加量としては、再生研磨剤スラリーに対して０．０１～５．０ｇ／Ｌの範囲内であることができる。

[0123] 本発明においては、カルボキシ基を有するポリカルボン酸系高分子分散剤が好ましく挙げられ、特に、アクリル酸－マレイン酸の共重合体であることが好ましい。

[0124] ガラス基板の研磨加工を継続すると、ポリケイ酸等、被研磨物の溶解に伴い加工中の研磨剤スラリーのｐＨが高くなりアルカリ側にシフトする。アルカリ側にシフトすると、被研磨物表面のヤケ（ガラスの外観が徐々に白く曇る現象）等の欠陥が生じ易くなる。この欠陥防止のため酸を添加しｐＨを調整すると、溶解しているポリケイ酸が固化しやすくなり、被研磨物の良品率を低下させる原因になりうる。

[0125] アクリル酸－マレイン酸の共重合体を分散剤として用いることにより、このような現象を軽減させることができる。分散剤としての機能の他にマレイン酸の加水分解の平衡状態により、加工中の研磨剤スラリーのｐＨ変動に対する緩衝効果が作用し、溶解しているポリケイ酸を固化させることなく安定に溶解した状態を保つことができるためであると考えられる。

[0126] なお、マレイン酸－アクリル酸共重合体は、ｐＨ変動に対する緩衝効果を有し、分散機能を有する添加剤として有用であり、研磨剤粒子径調整工程５において分散剤として用いるだけでなく、添加剤として、別途スラリー供給タンク２１又は再生研磨剤貯蔵タンク５１に添加してもよい。

[0127] スラリー供給タンク２１中のｐＨ値を安定に保つ観点からは、再生研磨剤含有液調製工程６における再生研磨剤貯蔵タンク５１中の再生研磨スラリーが、マレイン酸－アクリル酸共重合体を、０．０４～１．５０ｇ／Ｌの範囲内で含有していることが好ましい。

[0128] また、図１の５で示す４４は、分散機であり、例えば、超音波分散機、サンドミルやビーズミルなどの媒体撹拌型ミルが適用可能であり、特に、超音

波分散機を用いることが好ましい。

[0129] 超音波分散機としては、例えば、（株）エスエムテー、（株）ギンセン、タイテック（株）、ＢＲＡＮＳＯＮ社、Ｋｉｎｅｍａｔｉｃａ社、（株）日本精機製作所等から、様々な機器が市販されており、（株）エスエムテー ＵＤＵ－１、ＵＨ－６００ＭＣ、（株）ギンセン ＧＳＤ６００ＣＶＰ、（株）日本精機製作所 ＲＵＳ－６００ＴＣＶＰ等を使用することができる。超音波の周波数は、特に限定されない。

[0130] 機械的撹拌及び超音波分散を同時並行的に行う循環方式の装置としては、（株）エスエムテー ＵＤＵ－１、ＵＨ－６００ＭＣ、（株）ギンセン ＧＳＤ６００ＲＣＶＰ、ＧＳＤ１２００ＲＣＶＰ、（株）日本精機製作所 ＲＵＳ６００－ＴＣＶＰ等を挙げることができるが、これらに限定されるものではない。

[0131] 例えば、水を添加して、無機塩濃度を低下させた研磨剤分散液を貯留した後、撹拌機で撹拌しながら、添加容器より、分散剤（例えば、高分子分散剤。）を添加した後、ポンプにより、超音波分散機４４で分散処理を施し、凝集した研磨剤粒子を解きほぐす。次いで、その下流側に設けた粒子径測定機４５にて、分散後の研磨剤粒子の粒子径分布をモニターし、研磨剤分散液の粒子径分布が所望の粒子径分布プロファイルにすることができる。

[0132] この工程で得られる粒度分布としては、粒子径分布の経時変動が少なく、１日経過後の平均粒子径変動が少ないものが望ましい。

[0133] （５－２）再生研磨剤スラリー調製工程

再生研磨剤スラリー調製工程６では、所望の添加剤を加え、所定の濃度にして調製した再生研磨剤スラリー５２を、再生研磨剤スラリー貯蔵タンク５１に貯蔵し、配管Ｌ１２を経由して、スラリー供給タンク２１に送液される。

[0134] 本発明においては、再生研磨剤スラリー調製工程６で得られる最終的な再生研磨剤スラリー５２は、９８質量％以上の高純度の研磨剤を含有し、粒度分布の経時変動が小さく、回収した時の濃度より高く、無機塩の含有量とし

ては、０．０００５～０．０８質量％の範囲内であることが好ましい。

[0135] 以上のようにして、高品位でかつ高純度の再生研磨剤を、再生研磨剤スラリーとして簡易な方法で得ることができる。

実施例

[0136] 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。

[0137] 実施例１

《再生研磨剤の調製》

〔再生研磨剤スラリー１の調製：比較例〕

図１で示した研磨剤の再生方法の工程に従って、再生研磨剤スラリー１を調製した。

[0138] １）研磨加工工程及び研磨剤スラリー回収工程

図１で示す研磨加工工程１において、研磨機１２を用い、上記研磨剤粒子を含む再生した研磨剤スラリー２３を研磨対象面に供給しながら、研磨対象面を研磨布Ｐで研磨した。研磨剤スラリー２３は５Ｌ／ｍｉｎの流量で、配管Ｌ２、スラリー供給タンク２１及び配管Ｌ３を循環供給させて、研磨加工を行った。研磨対象物として、６５ｍｍΦの化学強化ガラス基板（コーニング社製）を使用し、研磨布Ｐは、スエード製の布を使用した。研磨面に対する研磨時の圧力は、９．８ｋＰａ（１００ｇ／ｃｍ^2）とし、研磨試験機の回転速度は１００ｍｉｎ$^{-1}$（ｒｐｍ）に設定し、研磨剤スラリー２３を循環させながら、化学強化ガラス基板を随時交換しながら連続研磨を行い、スラリー供給タンク２１内に設置したイオンメーターＭで、研磨剤スラリー２３のK_2O濃度をモニターし、濃度が０．０５質量％となった時点で研磨を完了した。この研磨加工条件を、研磨加工条件１という。次いで、研磨剤スラリー２３の１００Ｌを、配管Ｌ４を経由して、研磨剤スラリー回収工程２内に設置してあるスラリー供給タンク２１に移送した。

[0139] なお、K_2O濃度測定は、カリウムイオン電極「８２０２－１０Ｃ」と卓上

型イオンメーター「Ｆ７４」（以上、いずれも堀場製作所社製）を組み合わせて測定を行うことにより、K_2O濃度に換算して求めた。

[0140] 再生研磨剤スラリー１の調製においては、希釈水Ｗ１による希釈は行わず、濃度が０．０５質量％のK_2Oを含む研磨剤スラリー２３を、そのまま次工程である沈降分離濃縮工程３に配管Ｌ５を経由し移送した。

[0141] ２）沈降分離濃縮工程３

研磨剤スラリーを、沈降分離濃縮工程３に具備されている分離濃縮タンク３２に移送した後、研磨剤スラリーの液温度を２０±１℃の範囲内で制御し、酸化セリウムが沈降しない程度に撹拌しながら、硫酸マグネシウム１０質量％水溶液２．５リットルを、添加剤タンクより１０分間かけて添加した。塩化マグネシウムを添加した直後の２５℃換算のｐＨ値は８．６０で、この条件を維持した。

[0142] 上記の状態で３０分撹拌を継続した後、１．５時間静置し、自然沈降法により、上澄み液３４と濃縮物３３とを沈降・分離した。１．５時間後、排水ポンプを用いて上澄み液３４を排出し、凝集物３３を分離回収した。回収した研磨剤粒子を含む凝集物３３は２０リットルであった。

[0143] ３）比重調整工程４

再生研磨剤スラリー１の調製においては、比重調整工程４による比重の調整は行わなかった。

[0144] ４）研磨剤粒子径調整工程５

分離した濃縮物３３を研磨剤分離液貯蔵タンク４２に移し、水３０リットルを添加した。さらに、分散剤として分散機能を有する添加剤であるマイティ２１ＨＰ（花王（株）製）を、添加剤タンク４１により３００ｇ添加し、３０分撹拌した後、超音波分散機（４４）を用いて、粒子径測定機４５で研磨剤粒子の粒子径分布をモニターしながら濃縮物を分散して解きほぐし、所定の粒子径の研磨剤を含有する再生研磨剤を得た。

[0145] ５）再生研磨剤スラリー調製工程６

再生研磨剤を、再生研磨剤スラリー貯蔵タンク５１に移し、濃度を調整し

て、再生酸化セリウムを含有する再生研磨剤スラリー６０リットルを得た。酸化セリウム濃度は、１０質量％で、粒度（D_{90}＜２．０μｍ）、マグネシウム含有量は０．０１質量％であった。

[0146] 〔再生研磨剤スラリー２の調製〕

上記再生研磨剤スラリー１の調製において、２）研磨加工工程における研磨加工条件１を、下記の研磨加工条件２に変更した以外は同様にして、再生研磨剤スラリー２を調製した。

[0147] （研磨加工工程における研磨加工条件２）

再生研磨剤スラリー１の調製に適用した条件に対し、研磨剤スラリーを循環させながら、化学強化ガラス基板を随時交換しながら連続研磨を行い、スラリー供給タンク２１内に設置したイオンメーターＭで、研磨剤スラリーのK_2O濃度をモニターし、濃度が１．０質量％となった時点で研磨を完了し、研磨剤スラリーを、配管Ｌ４を経由して、研磨剤スラリー回収工程２内に設置してあるスラリー供給タンク２１に移送した。この研磨加工条件を、研磨加工条件２とする。

[0148] 〔再生研磨剤スラリー３の調製〕

上記再生研磨剤スラリー１の調製に用いた研磨剤スラリー回収工程において、下記の方法で希釈水Ｗ１による希釈水の添加を行い、次いで下記に記載の沈降分離濃縮工程による処理を行った以外は同様にして、再生研磨剤スラリー３を調製した。

[0149] （研磨剤スラリー回収工程）

研磨加工工程で、K_2Oが０．０５質量％含む研磨剤スラリーの５０Ｌを、配管Ｌ４を経由して、研磨剤スラリー回収工程２内に設置してあるスラリー供給タンク２１に移送した。

[0150] 次いで、スラリー供給タンク２１に、研磨剤スラリーを５０倍に希釈するため、希釈水Ｗ１を添加して、総量が２５００Ｌで、K_2O濃度が０．００１質量％の希釈済み研磨剤スラリーを調製した。

[0151] （沈降分離濃縮工程）

希釈済み研磨剤スラリーの２５００Ｌを、沈降分離濃縮工程３に具備されている分離濃縮タンク３２に移送した後、希釈済み研磨剤スラリーの液温度を２０±１℃の範囲内で制御し、酸化セリウムが沈降しない程度に撹拌しながら、塩化マグネシウム１０質量％水溶液２．５リットルを、添加剤タンク３１より１０分間かけて添加した。塩化マグネシウムを添加した直後の２５℃換算のｐＨ値は８．６０で、この条件を維持した。

[0152] 上記の状態で３０分撹拌を継続した後、１．５時間静置し、自然沈降法により、上澄み液３４と濃縮物３３とを沈降・分離した。１．５時間後、排水ポンプを用いて上澄み液を２４１０Ｌ排出し、凝集物を分離回収した。回収した研磨剤粒子を含む凝集物は１０Ｌであった。

[0153] 〔再生研磨剤スラリー４の調製〕

上記再生研磨剤スラリー２の調製に用いた研磨剤スラリー回収工程において、下記の方法で希釈水Ｗ１による希釈水の添加を行い、次いで下記に記載の沈降分離濃縮工程による処理を行った以外は同様にして、再生研磨剤スラリー４を調製した。

[0154] （研磨剤スラリー回収工程）

研磨加工工程で調製したK_2Oを１．０質量％含む研磨剤スラリーの１００Ｌを、配管Ｌ４を経由して、研磨剤スラリー回収工程２内に設置してあるスラリー供給タンク２１に移送した。

[0155] 次いで、スラリー供給タンク２１に、研磨剤スラリーを４倍に希釈するため、希釈水Ｗ１を３００Ｌ添加して、総量が４００Ｌの希釈済み研磨剤スラリーを調製した。

[0156] （沈降分離濃縮工程）

希釈済み研磨剤スラリーの４００Ｌを、沈降分離濃縮工程３に具備されている分離濃縮タンク３２に移送した後、希釈済み研磨剤スラリーの液温度を２０±１℃の範囲内で制御し、酸化セリウムが沈降しない程度に撹拌しながら、塩化マグネシウム１０質量％水溶液２．５リットルを、添加剤タンク３１より１０分間かけて添加した。塩化マグネシウムを添加した直後の２５℃

換算のｐＨ値は８．６０で、この条件を維持した。

[0157] 上記の状態で３０分撹拌を継続した後、１．５時間静置し、自然沈降法により、上澄み液３４と濃縮物３３とを沈降・分離した。１．５時間後、排水ポンプを用いて上澄み液を３００Ｌ排出し、凝集物を分離回収した。回収した研磨剤粒子を含む凝集物は１００Ｌであった。

[0158] 〔再生研磨剤スラリー５の調製〕

上記再生研磨剤スラリー３の調製において、研磨加工工程で調製した研磨剤スラリーのK_2Oの濃度を０．１質量％とし、かつ、研磨剤スラリー回収工程における希釈後の研磨剤スラリーのK_2O濃度を０．００２質量％に変更した以外は同様にして、再生研磨剤スラリー５を調製した。

[0159] 〔再生研磨剤スラリー６の調製〕

上記K_2O濃度が１．０質量％の研磨剤スラリーを用いた再生研磨剤スラリー４の調製において、研磨剤スラリー回収工程における希釈倍率を５倍とし、希釈後の研磨剤スラリーのK_2O濃度を０．２０質量％に変更した以外は同様にして、再生研磨剤スラリー６を調製した。

[0160] 〔再生研磨剤スラリー７の調製〕

上記K_2O濃度が０．１質量％の研磨剤スラリーを用いた再生研磨剤スラリー５の調製において、研磨剤スラリー回収工程における希釈倍率を１０倍とし、希釈後の研磨剤スラリーのK_2O濃度を０．０１質量％に変更した以外は同様にして、再生研磨剤スラリー７を調製した。

[0161] 〔再生研磨剤スラリー８の調製〕

上記K_2O濃度が１．０質量％の研磨剤スラリーを用いた再生研磨剤スラリー４の調製において、研磨剤スラリー回収工程における希釈倍率を２０倍とし、希釈後の研磨剤スラリーのK_2O濃度を０．０５質量％に変更した以外は同様にして、再生研磨剤スラリー８を調製した。

[0162] 〔再生研磨剤スラリー９の調製〕

上記K_2O濃度が１．０質量％の研磨剤スラリーを用いた再生研磨剤スラリー４の調製において、研磨剤スラリー回収工程における希釈倍率を１００倍

とし、希釈後の研磨剤スラリーのK_2O濃度を０．０１質量％に変更した以外は同様にして、再生研磨剤スラリー９を調製した。

[0163] 〔再生研磨剤スラリー１０の調製〕

上記再生研磨剤スラリー７の調製において、研磨加工工程で調製した研磨剤スラリーのK_2Oの濃度を０．５質量％とし、かつ、研磨剤スラリー回収工程における希釈後の研磨剤スラリーのK_2O濃度を０．０５質量％に変更した以外は同様にして、再生研磨剤スラリー１０を調製した。

[0164] 〔再生研磨剤スラリー１１及び１２調製〕

上記再生研磨剤スラリー７及び８の調製において、沈降分離濃縮工程３と研磨剤粒子径調整工程５との間に、比重調整工程４を設けた以外は同様にして、再生研磨剤スラリー１１及び１２を調製した。

[0165] （比重調整工程）

沈降分離濃縮工程３で濃縮物３３を回収した後、図１の４で示すように、メンブランフィルターで構成されている限外濾過装置３７を用いて、再生研磨スラリー中に含まれる不要の塩類を系外に排出すると同時に、希釈水Ｗ３の添加量と、限外濾過装置３７からの排水量３６を制御しながら、沈降分離工程処理後の研磨剤スラリーの比重を、研磨剤スラリー供給工程２０における水添加前の研磨剤スラリー２１の比重に合わせる操作を行った。

[0166] 比重は、アドバンテック社製の振動式密度比重計を用い、２５℃で測定した。

[0167] 《再生研磨剤スラリーの評価》

〔沈降分離濃縮工程における分離性の評価〕

各再生研磨剤スラリーの調製において、沈降分離濃縮工程３での上澄み液３４と、沈降分離前の母液として、図１の２３で示す研磨剤スラリー（母液）を用い、下記の方法に従って、上澄み液と研磨剤スラリー（母液）中のガラス成分（Ｓｉ成分）量を、ＩＣＰ発光分光プラズマ分析装置を用いて分析した。

[0168] （研磨剤スラリー（母液）のサンプリング）

研磨剤スラリー（母液）としては、再生研磨剤スラリー１、３、４、７、８、１１の評価では、母液として、研磨加工条件１で調製したK_2O濃度が０．０５質量％の研磨剤スラリーを用いた。

[0169] また、再生研磨剤スラリー２、５、６、９、１０、１２の評価では、母液として研磨加工条件２で調製したK_2O濃度が１．０質量％の研磨剤スラリーを用いた。

[0170] （上澄み液の調製）

沈降分離濃縮工程３でサンプリングした上澄み液として、下記の濃度調整を行った。

[0171] （１）再生研磨剤スラリー１及び２の調製では、研磨剤スラリー回収工程での希釈を行っていないため、沈降分離濃縮工程３でサンプリングした上澄み液をそのまま使用した。

[0172] （２）研磨剤スラリー回収工程で希釈水により５倍に希釈した再生研磨剤スラリー３、５、７、９の調製では、沈降分離濃縮工程３でサンプリングした上澄み液を１／５まで濃縮した。

[0173] （３）研磨剤スラリー回収工程で希釈水により５０倍に希釈した再生研磨剤スラリー４、６、８、１０の調製では、沈降分離濃縮工程３でサンプリングした上澄み液を１／５０まで濃縮した。

[0174] （４）研磨剤スラリー回収工程で希釈水により４倍に希釈した再生研磨剤スラリー１１、１２の調製では、沈降分離濃縮工程３でサンプリングした上澄み液を１／４まで濃縮した。

[0175] （ＣＰ発光分光プラズマによる成分分析）

〈試料液Ａの調製〉

（ａ）試料（研磨剤スラリー液（母液）及び上澄み液）を、スターラーなどで撹拌しながら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検体液を、試料液Ａと称する。

[0176] 〈Ｓｉ及びＭｇの定量〉

（ａ）各試料液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、エスアイアイナノテクノロジー社製）で測定した

（ｃ）Ｓｉを標準添加法の検量線法により定量した。

[0177] （評価）

上記方法により求めた上澄み液中のＳｉ濃度と研磨剤スラリー液（母液）中のＳｉ濃度により、下記の基準に従って分離性の評価を行った。

[0178] ◎：上澄み液中のＳｉ濃度が１２００ｍｇ／Ｌ以上であり、上澄み液中のＳｉ濃度／母液中のＳｉ濃度の比率が８５％以上

○：上澄み液中のＳｉ濃度が１２００ｍｇ／Ｌ以上であり、上澄み液中のＳｉ濃度／母液中のＳｉ濃度の比率が８０％以上、８５％未満

×：上澄み液中のＳｉ濃度が１１００ｍｇ／Ｌ以上、１２００ｍｇ／Ｌ未満であり、上澄み液中のＳｉ濃度／母液中のＳｉ濃度の比率が７５％以上、８０％未満

××：上澄み液中のＳｉ濃度が１１００ｍｇ／Ｌ未満であり、上澄み液中のＳｉ濃度／母液中のＳｉ濃度の比率が７５％未満

[0179] 〔研磨速度安定度の評価〕

図１に記載の研磨機を用い、上記調製した各再生研磨材スラリーを研磨対象面に供給しながら、研磨対象面を研磨布で研磨した。研磨材スラリーを５Ｌ／ｍｉｎの流量で循環供給させて研磨加工を行った。研磨対象物として、６５ｍｍΦの化学強化ガラス基板（コーニングジャパン社製）を使用し、研磨布は、スエード製の物を使用した。研磨面に対する研磨時の圧力は、９．８ｋＰａ（１００ｇ／ｃｍ^2）とし、研磨試験機の回転速度は１００ｍｉｎ$^{-1}$（ｒｐｍ）に設定し、３０分間研磨加工を行った。研磨前後の厚さをＮｉｋｏｎ社製のＤｉｇｉｍｉｃｒｏ（ＭＦ５０１）にて測定し、厚さ変位から１

分間当たりの研磨量（μｍ）を算出して研磨速度（μｍ／分）を測定した。

[0180] 次いで、上記と同様の方法で１００バッチ研磨加工を行い、１００バッチ目の研磨速度を測定し、基準である１バッチ目の再生研磨材スラリーの研磨速度に対する１００バッチ目での研磨速度の低下率を下記式に従って求め、下記の基準に従って研磨速度安定度の評価を行った。

[0181] 研磨速度の低下率＝｛（１バッチ目の研磨速度－１００バッチ目の研磨速度）／１バッチ目の研磨速度｝×１００（％）

◎：研磨速度の低下率が、１０％未満である

○：研磨速度の低下率が、１０％以上、２０％未満である

△：研磨速度の低下率が、２０％以上、３０％未満である

×：研磨速度の低下率が、３０％以上である

[0182] 〔研磨品質の評価〕

再生した研磨剤スラリーを用いて、上記研磨速度安定度の評価と同様の方法で連続３００回の研磨加工を行い、１００回目、２００回目及び３００回目の研磨加工品表面の傷の有無を目視で確認し、下記の評価ランクに従って、研磨品質の評価を行った。

[0183] ◎：３００回目の研磨加工品でも傷の発生は認められない

○：２５０回目の研磨加工品では傷の発生は認められないが、３００回目の研磨加工品ではごく弱い研磨傷が発生しているが、良好な品質である

△：１００回目の研磨加工品では傷の発生は認められないが、２５０回目の研磨加工品では弱い研磨傷が発生しているが、実用上問題はない

×：１００回目の研磨加工品でも明らかな傷の発生が認められる

以上により得られた結果を、表１に示す。

[0184]

[表1]

表1

再生研磨剤スラリー番号	研磨剤スラリー K_2O濃度 [質量%]	沈降分離濃縮工程 水による希釈量 [倍]	希釈後の研磨剤スラリー K_2O濃度 [質量%]	比重調整工程 有無	分離性	研磨速度安定度	研磨品質	備考
1	0.05	—	0.05	無	××	×	×	比較例
2	1.0	—	1.0	無	××	×	×	比較例
3	0.05	50	0.001	無	○	×	×	比較例
4	1.0	4	0.25	無	×	×	×	比較例
5	0.1	50	0.002	無	○	○	○	本発明
6	1.0	5	0.20	無	○	○	○	本発明
7	0.1	10	0.01	無	◎	○	◎	本発明
8	1.0	20	0.05	無	◎	○	◎	本発明
9	1.0	100	0.01	無	○	○	○	本発明
10	0.5	10	0.05	無	◎	◎	○	本発明
11	0.1	10	0.01	有	◎	◎	◎	本発明
12	1.0	20	0.05	有	◎	◎	◎	本発明

表１に記載の結果より明らかなように、ガラス基材として化学強化ガラスを用いた研磨剤の再生方法において、研磨処理後の回収した研磨剤スラリー中のＫ$_2$Ｏ濃度を測定し、それに応じて希釈として５～５０倍の範囲内で行った後、沈降分離操作を行う本発明の研磨剤の再生方法は、比較例に対し、ガラス成分の分離性、研磨速度安定性に優れ、かつ、研磨後の研磨品質に優れていることが分かる。

産業上の利用可能性

[0185] 本発明の研磨剤の再生方法は、研磨速度安定性と研磨屑等により発生する傷等による品質低下を防止する研磨剤の再生方法であり、特に、化学強化ガラスの研磨に用い、加工済みの研磨剤スラリーからK_2Oを含むガラス成分を効率的に除去する研磨剤の再生方法に好適に使用することができる。

符号の説明

[0186] １　研磨加工工程
２　研磨剤スラリー回収工程
３　沈降分離濃縮工程
４　比重調整工程
５　研磨剤粒子径調整工程
６　再生研磨剤スラリー調製工程
１１　洗浄水タンク
１２　研磨機
２０　研磨剤スラリー供給工程
２１　スラリー供給タンク
２２　回収混合液タンク
２３　研磨剤スラリー
２４　希釈済み研磨剤スラリー
３１　添加剤タンク
３２　分離・濃縮タンク
３３　濃縮物
３４　上澄み液
３５　排出
３６　排水量
３７　限界濾過装置
４１　添加剤タンク
４２　研磨剤分離液貯蔵タンク

４４　超音波分散機

４５　粒子径測定器

５１　再生研磨剤スラリー貯蔵タンク

Ａ　研磨定盤

Ｂ　被研磨物（化学強化ガラス）

Ｃ　被研磨物保持部

Ｆ　押圧

Ｌ１～Ｌ１２　配管

Ｍ　イオンメーター

Ｐ　研磨布

Ｗ１、Ｗ２、Ｗ３　希釈水

請求の範囲

[請求項1] 研磨剤スラリーから、被研磨物の構成成分を除去し、研磨剤を回収・再生する研磨剤の再生方法であって、

少なくとも、研磨加工工程、研磨剤スラリー供給工程、研磨剤スラリー回収工程、及び沈降分離濃縮工程をこの順で有し、

前記研磨剤スラリー回収工程又は前記沈降分離濃縮工程で、水による希釈を行った後の前記研磨剤スラリー中のK_2O濃度を、０．００２～０．２質量％の範囲内とすることを特徴とする研磨剤の再生方法。

[請求項2] 前記研磨剤スラリー回収工程又は前記沈降分離濃縮工程で水による希釈を行った後の研磨剤スラリー中のK_2O濃度を、０．０１～０．０５質量％の範囲内とすることを特徴とする請求項１に記載の研磨剤の再生方法。

[請求項3] 前記研磨剤スラリー供給工程において、K_2O濃度が０．１～１．０質量％の範囲内にある研磨剤スラリーを用いることを特徴とする請求項１又は請求項２に記載の研磨剤の再生方法。

[請求項4] 前記沈降分離濃縮工程の後の研磨剤スラリーの比重を、前記研磨剤スラリー供給工程における水添加前の研磨剤スラリーの比重に合わせる比重調整工程を有することを特徴とする請求項１から請求項３までのいずれか一項に記載の研磨剤の再生方法。

[請求項5] 前記比重調整工程後に、研磨剤の粒子径を調整する工程を有することを特徴とする請求項４に記載の研磨剤の再生方法。

[請求項6] 前記研磨加工工程と沈降分離濃縮工程との間に、研磨剤スラリー中のK_2O濃度を自動的に測定するK_2O濃度測定部と、得られた前記K_2O濃度情報に応じて、希釈する水の添加量を自動的に添加する水添加部を有することを特徴とする請求項１から請求項５までのいずれか一項に記載の研磨剤の再生方法。

[請求項7] 前記研磨物が、化学強化ガラスであることを特徴とする請求項１か

ら請求項６までのいずれか一項に記載の研磨剤の再生方法。

[請求項8] 研磨剤スラリーから、被研磨物の構成成分を除去し、前記研磨剤を回収・再生する研磨剤リサイクル処理システムであって、

研磨加工工程部と

前記研磨加工工程部に研磨剤スラリーを供給するスラリー供給タンクを有する研磨剤スラリー供給工程部と、

加工済み研磨剤スラリーと洗浄水との混合液を貯蔵する回収混合液タンクを有する研磨剤スラリー回収工程部と、

前記混合液を透過液と研磨剤の濃縮液とに分離する分離タンクを有する沈降分離濃縮工程部とを有し、かつ、

前記研磨剤スラリー回収工程又は前記沈降分離濃縮工程で、水による希釈を行った後の前記研磨剤スラリー中のK_2O濃度を、０．００２～０．２質量％の範囲内とする水添加工程部を有することを特徴とする研磨剤リサイクル処理システム。

[請求項9] 前記水添加工程部で、水による希釈を行った後の研磨剤スラリー中のK_2O濃度を、０．０１～０．０５質量％の範囲内とすることを特徴とする請求項８に記載の研磨剤リサイクル処理システム。

[請求項10] 前記研磨剤スラリー供給工程部において、K_2O濃度が０．１～１．０質量％の範囲内にある研磨剤スラリーを用いることを特徴とする請求項８又は請求項９に記載の研磨剤リサイクル処理システム。

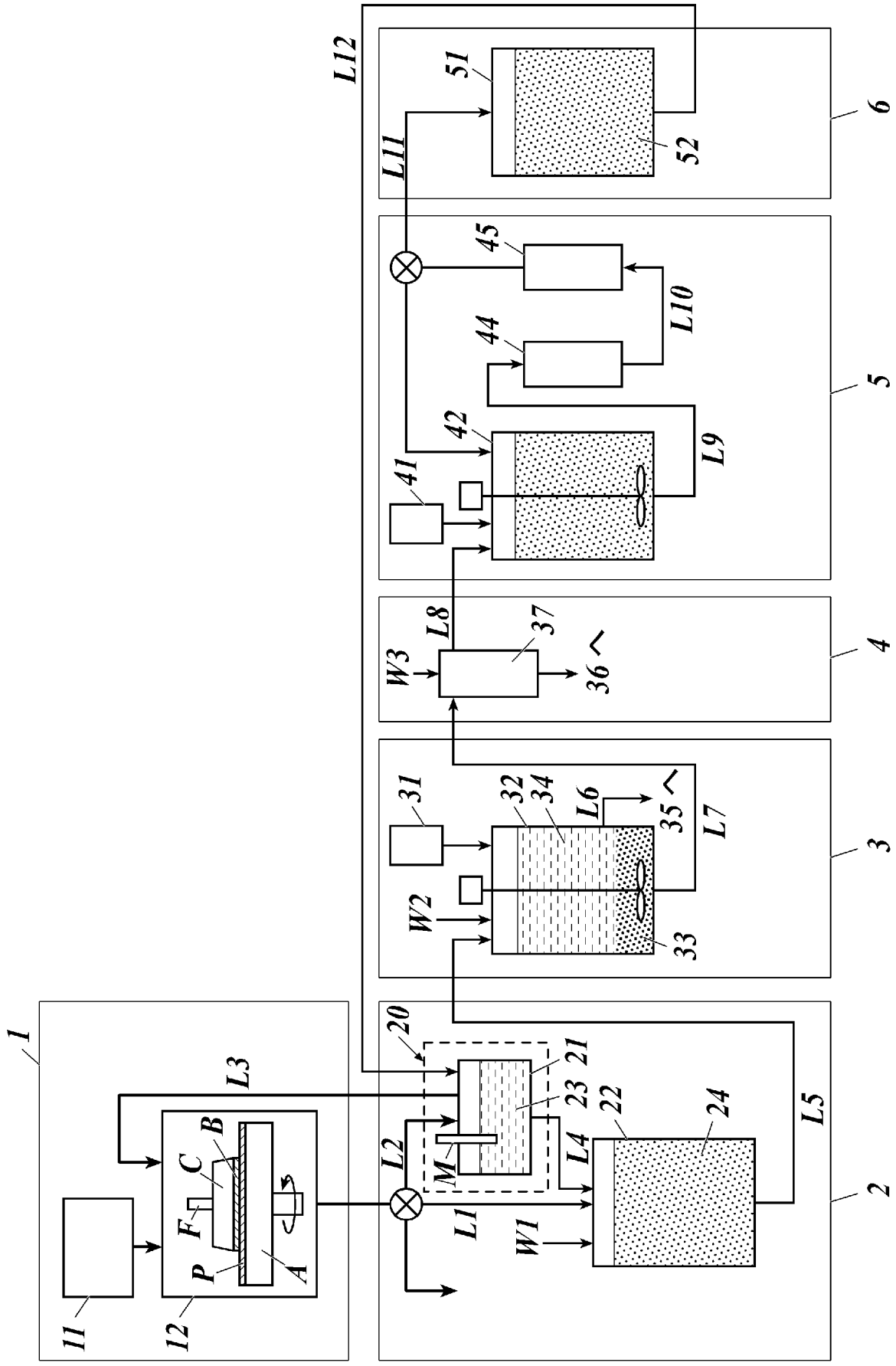
[請求項11] 前記沈降分離濃縮工程の後に、研磨剤スラリーの比重を、前記研磨剤スラリー供給工程における水添加前の研磨剤スラリーの比重に合わせる比重調整工程部を有することを特徴とする請求項８から請求項１０までのいずれか一項に記載の研磨剤リサイクル処理システム。

[請求項12] 前記比重調整工程部で得られた研磨剤の粒子径を調整する工程部を有することを特徴とする請求項１１に記載の研磨剤リサイクル処理システム。

[請求項13] 前記研磨加工工程部と沈降分離濃縮工程部との間に、研磨剤スラリ

一中のK_2O濃度を自動的に測定するK_2O濃度測定部と、得られた前記K_2O濃度情報に応じて、希釈する水の添加量を自動的に添加する水添加部を有することを特徴とする請求項８から請求項１２までのいずれか一項に記載の研磨剤リサイクル処理システム。

[図1]


1
2
3
4
5
6
11
12
A
B
C
F
P
L1
L2
L3
L4
L5
L6
L7
L8
L9
L10
L11
L12
M
W1
W2
W3
20
21
22
23
24
31
32
33
34
35
36
37
41
42
44
45
51
52

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2019/050487

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int. Cl. B24B57/00(2006.01)i, C09G1/02(2006.01)i, C09K3/14(2006.01)i, B24B37/00(2012.01)i, H01L21/304(2006.01)i
FI: B24B57/00, B24B37/00 H, H01L21/304 622E, C09K3/14 550Z, C09K3/14 550C, C09C1/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int. Cl. B24B57/00-57/04, B24B37/00-37/34, H01L21/304, G09G1/02, C09K3/14

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2020
Registered utility model specifications of Japan 1996-2020
Published registered utility model applications of Japan 1994-2020

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2014/017531 A1 (KONICA MINOLTA, INC.) 30 January 2014, entire text, all drawings	1-13
A	JP 2015-33735 A (KONICA MINOLTA, INC.) 19 February 2015, entire text, all drawings	1-13
A	WO 2014/178280 A1 (KONICA MINOLTA, INC.) 06 November 2014, entire text, all drawings	1-13
A	JP 2011-40144 A (OHARA INC.) 24 February 2011, entire text, all drawings	1-13
A	JP 2005-515950 A (PPG INDUSTRIES OHIO, INC.) 02 June 2005, entire text, all drawings	1-13

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.
☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
07.02.2020	25.02.2020
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2019/050487

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2003-193038 A (NIPPON AEROSIL CO., LTD.) 09 July 2003, entire text, all drawings	1-13

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2019/050487

Patent Documents referred to in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
WO 2014/017531 A1	30.01.2014	US 2015/0247062 A1 entire text, all drawings KR 10-2015-0030710 A CN 104703759 A	
JP 2015-33735 A	19.02.2015	(Family: none)	
WO 2014/178280 A1	06.11.2014	US 2016/0101504 A1 entire text, all drawings	
JP 2011-40144 A	24.02.2011	US 2011/0011833 A1 entire text, all drawings CN 101958126 A	
JP 2005-515950 A	02.06.2005	US 2003/0094593 A1 entire text, all drawings WO 2002/102920 A1 CN 1539000 A KR 10-2006-0031872 A	
JP 2003-193038 A	09.07.2003	(Family: none)	

国際調査報告

国際出願番号
PCT/JP2019/050487

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

B24B 57/00(2006.01)i; C09G 1/02(2006.01)i; C09K 3/14(2006.01)i; B24B 37/00(2012.01)i; H01L 21/304(2006.01)i
FI: B24B57/00; B24B37/00 H; H01L21/304 622E; C09K3/14 550Z; C09K3/14 550C; C09G1/02

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

B24B57/00-57/04; B24B37/00-37/34; H01L21/304; C09G1/02; C09K3/14

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０２０年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０２０年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０２０年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー*	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
A	WO 2014/017531 A1 (コニカミノルタ株式会社) 30.01.2014 (2014-01-30) 全文，全図	1-13
A	JP 2015-33735 A (コニカミノルタ株式会社) 19.02.2015 (2015-02-19) 全文，全図	1-13
A	WO 2014/178280 A1 (コニカミノルタ株式会社) 06.11.2014 (2014-11-06) 全文，全図	1-13
A	JP 2011-40144 A (株式会社オハラ) 24.02.2011 (2011-02-24) 全文，全図	1-13
A	JP 2005-515950 A (ピーピージー　インダストリー ズ　オハイオ，　インコーポレイテッド) 02.06.2005 (2005-06-02) 全文，全図	1-13
A	JP 2003-193038 A (日本アエロジル株式会社) 09.07.2003 (2003-07-09) 全文，全図	1-13

☐ Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☑ パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊ 引用文献のカテゴリー
“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
“E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
“L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
“P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
“X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
“Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
“&” 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
07.02.2020	25.02.2020

名称及びあて先
日本国特許庁(ISA/JP)
〒100-8915
日本国
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

権限のある職員（特許庁審査官）
須中　栄治 3C 3714

電話番号 03-3581-1101 内線 3324

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号
PCT/JP2019/050487

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
WO 2014/017531 A1	30.01.2014	US 2015/0247062 A1 全文，全図 KR 10-2015-0030710 A CN 104703759 A	
JP 2015-33735 A	19.02.2015	（ファミリーなし）	
WO 2014/178280 A1	06.11.2014	US 2016/0101504 A1 全文，全図	
JP 2011-40144 A	24.02.2011	US 2011/0011833 A1 全文，全図 CN 101958126 A	
JP 2005-515950 A	02.06.2005	US 2003/0094593 A1 全文，全図 WO 2002/102920 A1 CN 1539000 A KR 10-2006-0031872 A	
JP 2003-193038 A	09.07.2003	（ファミリーなし）	