

(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
2014年1月30日(30.01.2014)



(10) 国際公開番号
WO 2014/017531 A1

- (51) 国際特許分類:
B24B 57/00 (2006.01) *C02F 11/14* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2013/070025 (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).
- (22) 国際出願日: 2013年7月24日(24.07.2013)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語 (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, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, 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, 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.
- (30) 優先権データ:
特願 2012-164821 2012年7月25日(25.07.2012) JP (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, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシ
- (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: 永井 佑樹 (NAGAI, Yuuki); 〒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). 乾 智恵 (INUI, Chie); 〒1007015 東京都

[続葉有]

(54) Title: POLISHING-MATERIAL RECLAMATION METHOD

(54) 発明の名称: 研磨材再生方法

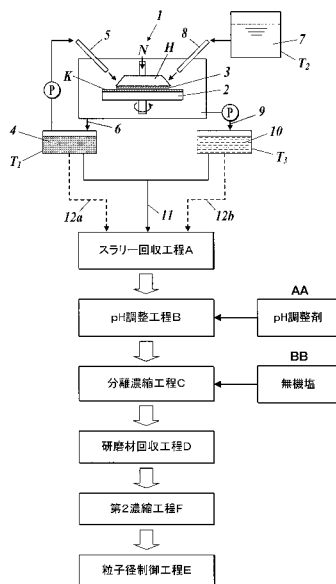


FIG. 1:
A Slurry recovery step
B pH adjustment step
C Separation and concentration step
D Polishing-material recovery step
E Particle-size control step
F Second concentration step
AA pH adjuster
BB Inorganic salt

(57) Abstract: The purpose of the present invention is to obtain a highly pure reclaimed polishing material from a polishing-material slurry including already used polishing material. A polishing material, namely at least one selected from cerium oxide, diamond, boron nitride, silicon carbide, alumina, alumina zirconia, and zirconium oxide, is reclaimed from a polishing-material slurry including already used polishing material by undergoing: a slurry recovery step (A) for recovering the polishing-material slurry including polishing material having already been used to polish an object (3) to be polished, said object to be polished having silicon as a main component thereof; a pH adjustment step (B) in which the pH of the recovered polishing-material slurry is adjusted so as to be in the range of 7-10; a separation and concentration step (C) in which an alkali earth metal-containing metal salt is added as an inorganic salt to the polishing-material slurry having had the pH thereof adjusted, to cause the polishing material to agglomerate, and the polishing material is separated from the mother liquor and concentrated; and a polishing-material recovery step (D) in which the polishing material, having had been separated and concentrated, is subjected to solid-liquid separation, and recovered.

(57) 要約: 使用済みの研磨材を含む研磨材スラリーからより高純度の再生研磨材を得る。研磨材が、酸化セリウム、ダイヤモンド、窒化ホウ素、炭化ケイ素、アルミナ、アルミナジルコニア及び酸化ジルコニウムから選ばれる少なくとも一種であり、ケイ素が主成分である被研磨物3を研磨した使用済みの研磨材を含む研磨材スラリーを回収するスラリー回収工程Aと、回収された研磨材スラリーのpHが7~10となるようにpHを調整するpH調整工程Bと、pH調整がされた研磨材スラリーに対し、無機塩としてアルカリ土類金属元素を含む金属塩を添加して研磨材を凝集させ、研磨材を母液より分離して濃縮する分離濃縮工程Cと、分離され、濃縮された研磨材を固液分離して回収する研磨材回収工程Dと、を経て使用済みの研磨材を含む研磨材スラリーから、研磨材を再生する。



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))

明 細 書

発明の名称： 研磨材再生方法

技術分野

[0001] 本発明は、研磨材再生方法に関する。

背景技術

[0002] ガラス光学素子やガラス基板、半導体デバイスを製造工程で精密研磨する研磨材としては、従来、酸化セリウムを主成分とし、これに酸化ランタン、酸化ネオジム、酸化プラセオジムなどが加わった希土類元素酸化物が使用されている。この他の研磨材としては、ダイヤモンド、酸化鉄、酸化アルミニウム（アルミナともいう）、酸化ジルコニウム（ジルコニアともいう）、コロイダルシリカ等があげられる。

[0003] 一般に、研磨材の主構成元素の中には、日本国内では産出しない鉱物から得られるものもあり、一部では輸入に頼っている資源であり、かつ材料価格としても高価なものが多い。そのため、使用済みの研磨材を含有する研磨材廃液については、資源の再利用化への技術的対応が必要となっている。

[0004] 一般的に各種工業分野において発生する懸濁微粒子を含む廃水の処理方法としては、中和剤や無機凝集剤、高分子凝集剤等を用いて懸濁微粒子を凝集分離した後、処理水は放流し、凝集分離した汚泥は焼却等の手段により廃棄処理されているのが現状である。

[0005] また、使用済みの研磨材を含む廃液には、研磨工程で多量に発生する被研磨成分、例えば、光学ガラス屑等が混入している。通常、この廃液に含まれる研磨材成分と被研磨成分とを効率的に分離することが困難であるため、研磨材廃液は、多くの場合、使用後に廃棄されているのが現状であり、廃棄コストの面で問題を抱えている。

[0006] したがって、近年、研磨材の主構成元素を効率よく回収及び再利用して、希少価値の高い元素の省資源化を図ることが重要な課題となっている。

[0007] 研磨材成分の回収方法には、コロイダルシリカ系の研磨材を回収する方法

として、研磨材廃液に対し、マグネシウムイオンの存在下で、アルカリ添加してpH値を10以上に調整することにより凝集処理を行うことで研磨材を回収する方法が開示されている（例えば、特許文献1参照。）。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1：特開2000-254659号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] しかし、特許文献1の方法では、酸化セリウムを主成分とする研磨材を用いて、ケイ素を主成分とするガラス等を研磨対象とする場合、使用済みの研磨材が含まれる研磨材スラリーのpHが10以上の条件で塩化マグネシウム等の添加剤を加えると、研磨材成分がガラス成分とともに凝集してしまい、得られる再生研磨材の純度の低下につながる。

その理由は、pHが10を超える範囲では被研磨物であるガラス成分の凝集性が高まり、添加剤の添加により研磨材成分よりも容易に凝集するためであると考えられる。

[0010] 本発明の課題は、使用済みの研磨材を含む研磨材スラリーからより高純度の再生研磨材を得ることができる研磨材再生方法を提供することである。

課題を解決するための手段

[0011] 上記課題を解決するため、請求項1に記載の発明は、

ケイ素が主成分である被研磨物を研磨した使用済みの研磨材を含む研磨材スラリーから、研磨材を再生する研磨材再生方法であって、当該研磨材が、下記研磨材群から選ばれる少なくとも一種であり、かつ下記工程A～Dを経て研磨材を再生することを特徴とする。

工程A：使用済みの研磨材を含む研磨材スラリーを回収するスラリー回収工程A

工程B：当該回収された研磨材スラリーの25℃換算におけるpHが7～

10となるようにpHを調整するpH調整工程B

工程C：当該pH調整された研磨材スラリーに対し、無機塩としてアルカリ土類金属元素を含む金属塩を添加して研磨材を凝集させ、当該研磨材を母液より分離して濃縮する分離濃縮工程C

工程D：当該分離され、濃縮された研磨材を固液分離して回収する研磨材回収工程D

研磨材群：酸化セリウム、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

[0012] 請求項2に記載の発明は、請求項1に記載の研磨材再生方法であって、前記pH調整工程Bは、当該回収した研磨材スラリーの25℃換算におけるpHが7.8～9.5となるようにpHを調整することを特徴とする。

[0013] 請求項3に記載の発明は、請求項1または2に記載の研磨材再生方法であって、前記分離濃縮工程Cで用いるアルカリ土類金属元素を含む金属塩が、マグネシウム塩であることを特徴とする。

[0014] 請求項4に記載の発明は、請求項1から3のいずれか一項に記載の研磨材再生方法であって、前記研磨材回収工程Dにおける研磨材の回収方法が、自然沈降によるデカンテーション分離法であることを特徴とする。

[0015] 請求項5に記載の発明は、請求項1から4のいずれか一項に記載の研磨材再生方法であって、工程E：前記研磨材回収工程Dの後に、前記回収された研磨材の粒子径を調整する粒子径制御工程Eを備えることを特徴とする。

発明の効果

[0016] 本発明の上記方法により、使用済みの研磨材を含む研磨材スラリーからより高純度の再生研磨材を得ることができる。

図面の簡単な説明

[0017] [図1]本発明の研磨材再生方法の基本的な工程フローの一例を示す模式図。

発明を実施するための形態

[0018] 以下、本発明の構成要素及び本発明を実施するための形態・態様について詳細な説明をする。なお、本発明において示す「～」は、その前後に記載される数値を下限値及び上限値として含む意味で使用する。

[0019] 以下、既存の研磨材、本発明に係る研磨材再生方法及び構成技術の詳細について、説明する。

[0020] 〔研磨材〕

一般に、光学ガラスや半導体基板等の研磨材としては、ベンガラ ($\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$)、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、本発明の研磨材再生方法では、半導体基板の表面やガラスの研磨加工において、高精度に平坦性を維持しつつ、十分な加工速度を得るために、物理的な作用と化学的な作用の両方で研磨を行う、化学機械研磨 (CMP) への適用が可能な酸化セリウム、ダイヤモンド、窒化ホウ素、炭化ケイ素、アルミナ、アルミナジルコニア及び酸化ジルコニウムから選ばれる少なくとも1種の研磨材の回収に適用することを特徴とする。

[0021] また、研磨材として使用される酸化セリウム（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、粉碎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。以下、使用される研磨材として酸化セリウムを用いて説明するが、一例であって、これに限定するものではない。

[0022] 本発明に使用される研磨材は、その成分及び形状に関しては、特に限定はなく、一般的に研磨材として市販されているものを使用することができ、研磨材含有量が50質量%以上である場合に、効果が大きく好ましい。

[0023] 次に、本発明の研磨材再生方法全体の工程フローについて、図を用いて説

明する。

図 1 は、本発明の研磨材再生方法の基本的な工程フローの一例を示す模式図である。

本発明は、図 1 で示すスラリー回収工程 A の前に行われる研磨工程で使用された使用済み研磨材を、再生研磨材として再生する研磨材再生方法である。研磨材の再生方法を説明する前に、研磨材による研磨工程について説明する。

[0024] 〔研磨工程〕

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

図 1 に示した研磨工程の全体の流れとしては、研磨機 1 は、不織布、合成樹脂発泡体、合成皮革などから構成される研磨布 K を貼付した研磨定盤 2 を有しており、この研磨定盤 2 は回転可能となっている。研磨作業時には、ケイ素を主成分とする被研磨物（例えば、光学ガラス、情報記録媒体用ガラス基板、シリコンウェハー等） 3 を、保持具 H を用いて、所定の押圧力 N で上記研磨定盤 2 に押し付けながら、研磨定盤 2 を回転させる。同時に、スラリーノズル 5 から、ポンプ P を介して予め調製した研磨材液 4（研磨材スラリー）を供給する。使用後の研磨材液 4（使用済みの研磨材を含む研磨材スラリー）は、流路 6 を通じてスラリー槽 T₁ に貯留され、研磨機 1 とスラリー槽 T₁ との間を繰り返し循環する。

[0025] また、研磨機 1 を洗浄するための洗浄水 7 は、洗浄水貯蔵槽 T₂ に貯留されており、洗浄水噴射ノズル 8 より、研磨部に吹き付けて洗浄を行い、研磨材を含む洗浄液 10（使用済みの研磨材を含む研磨材スラリー）として、ポンプを介し、流路 9 を通じて、洗浄液貯蔵槽 T₃ に貯留される。この洗浄液貯蔵槽 T₃ は、洗浄（リンス）で使用された後の洗浄水を貯留するための槽である。この洗浄液貯蔵槽 T₃ 内は、沈殿、凝集を防止するため、常時攪拌羽根によって攪拌される。

[0026] また、研磨により生じ、スラリー槽 T_1 に貯留された後に循環して使用される研磨材液 4 と、洗浄液貯蔵槽 T_3 に貯留される洗浄液 10 は、研磨材粒子と共に、研磨された被研磨物 3 より削り取られた被研磨物 3 由来のガラス成分等を含有した状態になっている。

[0027] 研磨工程における具体的な方法を説明する。

(1) 研磨材スラリーの調製

研磨材の粉体を水等の溶媒に対して 1 ~ 40 質量%の濃度範囲となるように添加、分散させて研磨材スラリーを調製する。この研磨材スラリーは、研磨機 1 に対して、図 1 で示したように循環供給して使用される。研磨材として使用される粒子は、平均粒子径が数十 nm から数 μ m の大きさの粒子が使用される。

[0028] また、循環供給して使用される研磨材スラリーには、分散剤等を添加することにより、研磨材粒子の凝集を防止するとともに、攪拌機等を用いて常時攪拌して分散状態を維持することが好ましい。一般には、研磨機 1 の横に研磨材スラリー用のタンクを設置し、攪拌機等を使用して常時分散状態を維持し、供給用ポンプを使用して研磨機 1 に循環供給する方法を採用することが好ましい。

[0029] (2) 研磨

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

[0030] (3) 洗浄

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

[0031] この洗浄操作で、一定量の研磨材が系外 9 に排出されるため、系内の研磨材量が減少する。この減少分を補うために、スラリー槽 T_1 に対して新たな研

磨材スラリーを追加する。追加の方法は1加工毎に追加を行っても良いし、一定加工毎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材を添加することが望ましい。

[0032] 〔使用済みの研磨材スラリー〕

本発明でいう使用済み研磨材スラリーとは、洗浄液貯蔵槽 T_3 に貯蔵される研磨材スラリー及び研磨機1、スラリー槽 T_1 及び洗浄液貯蔵槽 T_3 から構成される研磨工程の系外に排出される研磨材スラリーであって、主として以下の二種類がある。

[0033] 一つ目は、洗浄操作で排出された洗浄液を含む洗浄液貯蔵槽 T_3 に貯蔵されている研磨材スラリー（リンススラリー）であり、二つ目は一定加工回数使用された後に廃棄される、スラリー槽 T_1 に貯留されている使用済みの研磨材スラリー（ライフエンドスラリー）である。

[0034] 洗浄水を含むリンススラリーの特徴として、以下の2点が挙げられる。

[0035] 1) 洗浄時に排出されるため、洗浄水が大量に混入し、研磨工程の系内の研磨材スラリーと比較して研磨材濃度が著しく低い。

[0036] 2) 研磨布K等に付着している切削されたガラス成分も、洗浄時にこのリンススラリー中に混入する。

[0037] 一方、ライフエンドスラリーの特徴としては、新品の研磨材スラリーと比較してガラス成分の濃度が高くなっていることが挙げられる。

[0038] 〔研磨材再生方法〕

ケイ素が主成分である被研磨物3を研磨した使用済みの研磨材を含む研磨材スラリーから高純度の研磨材を再生し、再生研磨材として再利用する本発明の研磨材再生方法は、図1に示すように、スラリー回収工程A、pH調整工程B、分離濃縮工程C、研磨材回収工程D、第2濃縮工程F及び粒子径制御工程Eの6つの工程を備える。なお、第2濃縮工程F及び粒子径制御工程Eは、再生研磨材として再利用する研磨材の種類、必要とされる濃度、純度等に応じて、どちらか一方又は両方の工程を適宜省略することができる。

[0039] （1：スラリー回収工程A）

スラリー回収工程 A は、ケイ素が主成分である被研磨物 3 を研磨した使用済みの研磨材を含む研磨材スラリーを回収する工程である。なお、回収された研磨材スラリーには、おおむね 0.1 ～ 40 質量% の範囲で研磨材が含まれる。

[0040] 回収された研磨材スラリーは、回収後、直ちに pH 調整工程 B に進めても良いし、一定量を回収するまで貯蔵しても良い。いずれの場合でも回収された研磨材スラリーを、常時攪拌することで、粒子の凝集を防止し、安定した分散状態を維持することが好ましい。

[0041] 本発明においては、スラリー回収工程 A で回収された 2 種類の研磨材スラリーを混合して母液として調製した後、pH 調整工程 B で処理する方法であっても、あるいはスラリー回収工程 A で回収したリンススラリーとライフエンドスラリーを、それぞれ独立した母液として、pH 調整工程 B で、それぞれ処理してもよい。

[0042] (2 : pH 調整工程 B)

pH 調整工程 B は、スラリー回収工程 A にて回収された研磨材スラリーの 25℃ 換算における pH が 7 ～ 10 になるように、当該研磨材スラリーに対し酸又はアルカリを添加し pH を調整する工程である。pH 調整工程 B における pH を調整する範囲は、7.8 ～ 9.5 になるように調整することがより好ましい。pH の範囲を 7 ～ 10 に調整する理由は、当該 pH の範囲外においては、添加剤の添加により被研磨物 3 由来のガラス成分が、研磨材成分とともに凝集し粗大粒子を作り、自然沈降による分離濃縮が困難になるためである。これは、当該 pH の範囲外では被研磨物 3 であるガラス成分の凝集性が高まり、添加剤の添加により研磨材成分よりも容易に凝集するからであると考えられる。

pH 調整工程 B で pH 調整剤として添加される酸又はアルカリは、特に限定されるものではなく、例えば、酸であれば、硫酸、塩酸、フッ化水素酸、硝酸等であってもよく、アルカリであれば、水酸化ナトリウム、水酸化カルシウム、水酸化バリウム等であってもよい。

[0043] 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）を使用して測定された値を用いる。

[0044] （3：分離濃縮工程C）

分離濃縮工程Cは、pH調整された研磨材スラリーに対し、無機塩としてアルカリ土類金属元素を含む金属塩を添加して研磨材を凝集させ、当該研磨材を母液より分離して濃縮する工程である。具体的には、分離濃縮工程Cは、pH調整工程BにてpH調整を行った研磨材スラリー（母液）に対して、無機塩として、例えば、塩化マグネシウムを添加し、研磨材のみを凝集させ、非研磨成分（ガラス成分）を凝集させない状態で、該研磨材を母液より分離させ、濃縮させる。これにより、分離濃縮工程Cは、研磨材成分のみを凝集沈殿させ、ガラス成分の大半を上澄みに存在させることができるため、研磨材成分とガラス成分との分離と、研磨材スラリーの濃縮を同時に行うことができる。

[0045] 〈アルカリ土類金属塩〉

本発明に係る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。

[0046] また、本発明に係るアルカリ土類金属塩としては、水への溶解度が高い、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。

[0047] また、本発明に適用可能なアルカリ土類金属塩としては、添加による溶液のpH変化が小さいマグネシウム塩が好ましい。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、沈降した研磨材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。

[0048] (4 : 研磨材回収工程 D)

研磨材回収工程 D は、分離濃縮工程 C にて分離され、濃縮された研磨材を固液分離して回収する工程である。

[0049] 無機塩の添加により凝集した研磨材の濃縮物と上澄み液とを分離する方法としては、一般的な濃縮物の固液分離法を採用することができる。すなわち、自然沈降を行って上澄み部分だけを分離する方法、あるいは遠心分離機等の機械的な方法を用いて強制的に分離する方法等を適用することができるが、本発明においては、下部に沈降する濃縮物に被研磨物 3 由来のガラス成分等の不純物を極力混入させることなく、高純度の再生研磨材を得る観点からは、濃縮方法としては、自然沈降を適用することが好ましい。

[0050] 無機塩の添加により、回収研磨材粒子は凝集し、この状態で上澄み液と分離されていることから、濃縮物は、回収工程 A にて回収された研磨材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。この濃縮物には、回収された研磨材スラリー以上の濃度で使用済みの研磨材が含有されている。

[0051] (5 : 第 2 濃縮工程 F)

第 2 濃縮工程 F は、研磨材回収工程 D で回収した研磨材スラリーから使用済み研磨材を含む濃縮物を分離する。第 2 濃縮工程 F で用いられる分離方法には、不純物の混入を防止するため自然沈降法による分離を適用している。この濃縮物には、上澄み液の一部が分離・除去されていない状態で混入しているため、更に、第 2 濃縮工程 F として、濾過処理により濃縮物に混入している上澄み液を除去して、回収された使用済み研磨材の純度をより一層高くする処理を施す。この濾過処理は、分離濃縮工程 C より前に実施することも可能ではあるが、回収スラリー中に存在するガラス成分による目詰まりを防ぐため、分離濃縮工程 C 及び研磨材回収工程 D において一定量のガラス成分等を除去した後に、第 2 濃縮工程 F を適用することが、生産効率の観点から好ましい。また、第 2 濃縮工程 F は、より純度の高い再生研磨材を得るために、適用することが望ましい工程であるが、再生する研磨材の種類、必要と

される濃度等に応じて適宜省略することができる。

[0052] 第2濃縮工程Fで用いる濾過フィルターとしては、特に制限はなく、例えば、中空糸フィルター、金属フィルター、糸巻フィルター、セラミックフィルター、ロール型ポリプロピレン製フィルター等を上げることができるが、本発明では、その中でも、セラミックフィルターを用いることが好ましい。

[0053] 本発明に適用可能なセラミックフィルターとしては、例えば、フランスTAM I社製のセラミックフィルター、ノリタケ社製セラミックフィルター、日本ガイシ社製セラミックフィルター（例えば、セラレックDPF、セフィルト等）等を用いることができる。

[0054] （6：粒子径制御工程E）

本発明の研磨材再生方法においては、上記各工程を経て回収した使用済みの研磨材を再利用するため、最終工程として、2次粒子状態で凝集している研磨材粒子を解膠して1次粒子状態の粒子径分布にする粒子径制御工程Eを備えてもよい。

[0055] 粒子径制御工程Eは、第2濃縮工程Fで得られた凝集した研磨材成分を再分散させて、処理前の研磨材スラリーと同等の粒度分布になるように研磨材の粒子径を調整する工程である。

[0056] 凝集した研磨材粒子を再分散させる方法としては、a) 水を添加し、処理液中の無機イオン濃度を低下させる方法、b) 金属分離剤（分散剤ともいう）を添加することで研磨材に付着す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、凝集した研磨材粒子を解砕する方法がある。

[0057] 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、a)、b)、c)の内いずれか二つを組み合わせる方法が好ましく、a)、b)、c)を全て組み合わせて行う方法がより好ましい。

[0058] 水を添加する場合、その添加量は、濃縮した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。

[0059] 金属分離剤（分散剤）としては、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であることが好ましい。具体的な金属分離剤（分散剤）としては、ポリティー A 5 5 0（ライオン（株）製）等が挙げられる。金属分離剤（分散剤）の添加量としては、濃縮したスラリーに対して 0. 0 1～5 体積％である。

[0060] また、分散機としては、超音波分散機、サンドミルやビーズミルなどの媒体攪拌ミルが適用可能であり、特には、超音波分散機を用いることが好ましい。

[0061] また、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 RUS600TCVP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。

[0062] 機械的攪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 RUS600TCVP等を挙げることができるが、これに限ったものでない。

[0063] この粒子径制御工程Eで得られる粒度分布としては、経時変動が少なく、1日経過後の粒度変動が少ないものが望ましい。

[0064] 無機塩等を用いて、研磨材粒子を凝集して回収した濃縮物は、そのままの状態では、2次粒子としての塊状であり、再利用するために、凝集した研磨材粒子を分解して、単独粒子状態（1次粒子）にするための再分散処理を施すため、最後に粒子径制御工程Eを組み入れることが好ましい。

[0065] [再生研磨材]

上記粒子径制御工程Eを経て得られる最終的な回収研磨材は、98質量％以上の高純度の研磨材を含有し、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％の範囲であることが好ましい。

実施例

[0066] 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。

[0067] 《再生研磨材の調製》

〔再生研磨材 1 の調製：比較例 1〕

以下の製造工程に従って、研磨材として酸化セリウムを用いた再生研磨材 1 を調製した。なお、特に断りがない限りは、研磨材再生工程は、基本的には、25℃、55%RHの条件下で行った。このとき、溶液等の温度も25℃である。また、pH添加剤として、5%硫酸又は5%水酸化ナトリウムを使用した。

[0068] 1) スラリー回収工程 A

図 1 に記載の研磨工程で、研磨材として酸化セリウム（シーアイ化成社製）を用いてハードディスク用ガラス基板の研磨加工を行った後、洗浄水を含むリンススラリーを210リットル、使用済み研磨材を含むライフエンドスラリーを30リットル回収し、回収スラリー液として240リットルとした。この回収スラリー液は比重1.03であり、8.5kgの酸化セリウムが含まれている。

[0069] 2) pH調整工程 B

スラリー回収工程 A にて回収された使用済みの研磨材を含む研磨材スラリー（回収スラリー液）は、含まれる使用済み研磨材の平均粒子径が0.58μm、pHが9.5、Si濃度が1500mg/Lであった。この回収スラリー液に、pH調整剤として硫酸を500ml加えることにより、pHを5.0に調整した。

[0070] 3) 分離濃縮工程 C

次いで、pH調整を行った回収スラリー液を酸化セリウムが沈降しない程度に攪拌しながら、無機塩として塩化マグネシウムの10質量%水溶液を2.0リットル、10分間かけて添加した。

[0071] 4) 研磨材回収工程D

上記の状態では30分撹拌を継続した後、45分間静置して、自然沈降法により、上澄み液と濃縮物とを沈降・分離した。45分後に、排水ポンプを用いて、上澄み液を排出して、濃縮物を固液分離して回収した。回収した濃縮物は60リットルであった。

[0072] 5) 第2濃縮工程F

第2濃縮工程Fは、図示しない濾過装置を用いる濾過処理により処理を行った。

[0073] 上記4) 研磨材回収工程Dで回収した濃縮物を、2次粒子の状態、ゆっくりと撹拌機で撹拌しながら、ポンプにより濾過装置に送液した。この濾過装置は、濾過フィルターを備え、濾過フィルター内に濃縮物を通過させ、ガラス成分を含む上澄み液を分離した。分離した上澄み液は、配管で系外に排出した。この濾過処理は、濃縮物を、濾過装置内を15分間、1.2 L/minの流量で循環させ、濃縮物の初期液量の1/2となるまで濃縮濾過を行った。

[0074] なお、上記第2濃縮工程で使用した濾過フィルターは、日本ガイシ社製のセラミックフィルター「セフィルト」（細孔径：0.5 μ m）を用いた。

[0075] 6) 粒子径制御工程E

分離した濃縮物に水12リットルを添加した。さらに、金属分離剤（高分子分散剤）としてポリティーA550（ライオン（株）製）を300g添加し、30分撹拌した後、超音波分散機（BRANSON社製）を用いて、濃縮物を分散して解きほぐした。

[0076] 分散終了後、10ミクロンのメンブランフィルターで濾過を行って、再生酸化セリウムを含有する再生研磨材1を得た。

[0077] [再生研磨材2の調製：比較例2]

上記再生研磨材1の調製において、pH調整工程Bにおける硫酸の添加量を410mlに変更し、添加後のpH値を6.0に調整した以外は同様にして再生研磨材2を得た。

[0078] 〔再生研磨材 3 の調製：実施例 1〕

上記再生研磨材 1 の調製において、pH 調整工程 B における硫酸の添加量を 380 ml に変更し、添加後の pH 値を 7.0 に調整した以外は同様にして再生研磨材 3 を得た。

[0079] 〔再生研磨材 4 の調製：実施例 2〕

上記再生研磨材 1 の調製において、pH 調整工程 B における硫酸の添加量を 360 ml に変更し、添加後の pH 値を 7.8 に調整した以外は同様にして再生研磨材 4 を得た。

[0080] 〔再生研磨材 5 の調製：実施例 3〕

上記再生研磨材 1 の調製において、pH 調整工程 B における硫酸の添加量を 350 ml に変更し、添加後の pH 値を 8.0 に調整した以外は同様にして再生研磨材 5 を得た。

[0081] 〔再生研磨材 6 の調製：実施例 4〕

上記再生研磨材 1 の調製において、pH 調整工程 B における硫酸の添加量を 250 ml に変更し、添加後の pH 値を 9.0 に調整した以外は同様にして再生研磨材 6 を得た。

[0082] 〔再生研磨材 7 の調製：実施例 5〕

上記再生研磨材 1 の調製において、pH 調整工程 B における pH 調整剤を加えず、そのままの pH とした以外は同様にして再生研磨材 7 を得た。

[0083] 〔再生研磨材 8 の調製：実施例 6〕

上記再生研磨材 1 の調製において、pH 調整工程 B における pH 調整剤を水酸化ナトリウムに変更し、水酸化ナトリウムの添加量を 260 ml とし、添加後の pH 値を 10.0 に調整した以外は同様にして再生研磨材 8 を得た。

[0084] 〔再生研磨材 9 の調製：比較例 3〕

上記再生研磨材 1 の調製において、pH 調整工程 B における pH 調整剤を水酸化ナトリウムに変更し、水酸化ナトリウムの添加量を 720 ml とし、添加後の pH 値を 11.0 に調整した以外は同様にして再生研磨材 9 を得た。

。

[0085] 〔再生研磨材 10 の調製：比較例 4〕

上記再生研磨材 1 の調製において、pH 調整工程 B における pH 調整剤を水酸化ナトリウムに変更し、水酸化ナトリウムの添加量を 1500 ml とし、添加後の pH 値を 12.0 に調整した以外は同様にして再生研磨材 10 を得た。

[0086] 《再生研磨材の評価》

実施例 1 から 6 及び比較例 1 から 4 について、以下の方法に従って、純度の評価を行った。

〔添加剤添加後の研磨材粒子の平均粒子径〕

添加剤添加後の研磨材粒子の平均粒子径は、実施例 1 から 6 及び比較例 1 から 4 について、第 2 濃縮工程 F により濾過処理された濃縮物に含まれる研磨材粒子 100 個の SEM 像から平均粒子径を求めた。なお、ここでの研磨材粒子は、2 次粒子の状態であるため、最終的に得られる再生研磨材よりも平均粒子径が大きくなる。

〔ICP 発光分光プラズマによる成分分析〕

研磨材回収工程 D において分離した上澄みに対して、ICP により、ガラス成分（Si 成分）の濃度を測定した。また、上澄み Si 濃度／母液 Si 濃度の比率は、分離する前の母液に含まれる Si 濃度を上澄みに含まれる Si 濃度と同様に求め、比較により求めた。具体的には、下記の手順に従って行った。

[0087] 〈試料液 A の調製〉

（a）再生研磨材の 10 g を純水 90 ml で希釈した後、スターラーで攪拌しながら 1 ml 採取した。

（b）原子吸光用フッ化水素酸を 5 ml 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 50 ml に仕上げた。

以上の手順に従って調製した各検体液を、試料液 A と称する。

[0088] 〈S i の定量〉

(a) 試料液 A をメンブレンフィルター（親水性 P T F E）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（I C P－A E S）で測定した。

(c) S i を標準添加法により定量した。

[0089] 〈研磨材固有元素の定量〉

(a) 試料液 A をよく分散し、5 m l 採取した。

(b) 高純度硫酸を 5 m l 加え、溶解させた。

(c) 超純水で 5 0 m l に仕上げた。

(d) 超純水で適宜希釈し I C P－A E S で測定した。

(e) マトリクスマッチングの検量線法により、各研磨材固有元素を定量した。

[0090] 〈I C P 発光分光プラズマ装置〉

エスアイアイナノテクノロジー社製の I C P－A E S を使用した。

[0091] 以上の評価により得られた結果を表 1 に示す。

[0092]

[表1]

再生研磨材	実施例 / 比較例	pH 調整剤	pH 調整剤添加量 (ml)	pH	平均粒子径 (μm)	上澄み Si 濃度 (mg/L)	上澄み Si 濃度 / 母液 Si 濃度 (%)
1	比較例 1	硫酸	500	5.0	16.5	448	29.9
2	比較例 2	硫酸	410	6.0	13.9	643	42.9
3	実施例 1	硫酸	380	7.0	8.5	1321	88.1
4	実施例 2	硫酸	360	7.8	6.6	1455	97.0
5	実施例 3	硫酸	350	8.0	5.4	1488	99.2
6	実施例 4	硫酸	250	9.0	6.8	1421	94.7
7	実施例 5	なし	0	9.5	7.2	1367	91.1
8	実施例 6	水酸化ナトリウム	260	10.0	9.3	1225	81.7
9	比較例 3	水酸化ナトリウム	720	11.0	17.0	540	36.0
10	比較例 4	水酸化ナトリウム	1500	12.0	25.5	289	19.3

[0093] 表 1 からわかるように、本発明の実施例 1 ～ 6 について、比較例 1 ～ 4 と

比較して、添加剤添加後の平均粒子径が小さく、上澄み S i 濃度及び上澄み S i 濃度／母液 S i 濃度の比率が高いことがわかる。具体的には、実施例 1～6 は、平均粒子径が全て $10\text{ }\mu\text{m}$ 以下であり、上澄み S i 濃度が 1200 mg/L 以上であり、上澄み S i 濃度／母液 S i 濃度の比率が 80% 以上である。一方、比較例 1～4 は、平均粒子径が全て $13\text{ }\mu\text{m}$ 以上であり、上澄み S i 濃度が 700 mg/L 以下であり、上澄み S i 濃度／母液 S i 濃度の比率が 43% 以下であり、実施例と顕著な差があることがわかる。これは、ガラス成分である S i 成分と研磨材成分であるセリウム成分の分離がよいため、2 次粒子状態の研磨材粒子に取り込まれる S i 成分が少なくなり、平均粒子径が小さくなっていると考えられる。従って、pH 調整工程 B において研磨材スラリーの pH の値を 7～10 の範囲に pH 調整することで、pH 調整が 7～10 の範囲に調整しなかった場合よりも、分離濃縮工程 C における添加剤の添加により凝集する際に、S i 成分を取り込む割合が少なく、より高い純度で再生研磨材を得ることができる。

[0094] また、研磨材スラリーの pH の値を 7.8～9.5 の範囲に調整することで、実施例 4～7 は、実施例 3、8 よりも平均粒子径が $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上小さくなり、上澄み S i 濃度が 1350 mg/L 以上であり、上澄み S i 濃度／母液 S i 濃度の比率が 90% 以上となり、更にガラス成分とセリウム成分との分離がよくなっているため、より高い純度で再生研磨材を得ることができる。なお、以上の実施例および比較例の説明では、実験の都合上、pH が 9.5 である回収スラリー液に pH 調整剤を添加することで pH を各種の値に調整した。しかし、実際の研磨材再生工程においては回収スラリー液の pH が様々であるので、回収したスラリー液の pH に応じて pH 調整剤を添加することにより、スラリーの pH の値を 7～10 の範囲に調整するとよい。

[0095] 以上のように、本実施形態の研磨材再生方法によれば、研磨材が、酸化セリウム、ダイヤモンド、窒化ホウ素、炭化ケイ素、アルミナ、アルミナジルコニア及び酸化ジルコニウムから選ばれる少なくとも一種であり、ケイ素が主成分である被研磨物 3 を研磨した使用済みの研磨材を含む研磨材スラリー

を回収するスラリー回収工程Aと、回収された研磨材スラリーのpHが7～10となるように、pHを調整するpH調整工程Bと、pH調整がされた研磨材スラリーに対し、無機塩としてアルカリ土類金属元素を含む金属塩を添加して研磨材を凝集させ、研磨材を母液より分離して濃縮する分離濃縮工程Cと、分離され、濃縮した研磨材を固液分離して回収する研磨材回収工程Dと、を経て使用済みの研磨材スラリーから、研磨材を再生する。これにより、被研磨物3由来の成分を凝集させにくいpHの範囲において研磨材粒子を凝集させるため、凝集により得られる2次粒子状態の研磨材粒子に取り込まれる被研磨物3由来のガラス成分の量を抑制することができ、使用済みの研磨材を含む研磨材スラリーからより高純度の再生研磨材を得ることができる。

[0096] また、pH調整工程Bは、当該回収した研磨材スラリーの25℃換算におけるpHが7.8～9.5となるようにpHを調整するので、ガラス成分を凝集させにくい範囲で研磨材を凝集させることができ、使用済みの研磨材を含む研磨材スラリーからより高純度の再生研磨材を得ることができる。

[0097] また、分離濃縮工程Cで用いるアルカリ土類金属元素を含む金属塩が、マグネシウム塩であるので、添加による溶液のpH変化が小さく、沈降した研磨材及び廃液の処理を容易に行うことができる。

[0098] また、研磨材回収工程Dにおける研磨材の回収方法が、自然沈降によるデカンテーション分離法であるので、沈降する濃縮物に被研磨物3由来のガラス成分等の不純物を極力混入させることなく、高純度の再生研磨材を得ることができる。

[0099] また、研磨材回収工程Dの後に、回収された研磨材の粒子径を調整する粒子径制御工程Eを備えるので、分離濃縮工程Cにおいて無機塩等を用いて、研磨材粒子を凝集させて回収された濃縮物は、2次粒子としての塊状であり、凝集した研磨材粒子に分散処理を施すことで1次粒子状態の粒子径分布にすることができる。

[0100] なお、第2濃縮工程Fにおいて、濃縮物の濃縮が過度に進行し、粘度等が

安定送液できない程度に高くなった場合には、適宜、水等を補充して最適粘度にすることが好ましい。

また、一定の期間連続運転を行うと、第2濃縮工程Fで用いられる濾過フィルターの表面には、研磨材粒子等が付着する。この付着した研磨材粒子等は、濾過フィルターの目詰まり等の濾過分離精度を損なう要因となるので、定期的に洗浄用に濾過フィルターの洗浄により排除することが好ましい。

産業上の利用可能性

[0101] 本発明は、ガラス製品や半導体デバイス、水晶発振子等の製造工程において使用される研磨材を再生する分野において利用可能性がある。

符号の説明

- [0102]
- 1 研磨機
 - 2 研磨定盤
 - 3 被研磨物
 - 4 研磨材液
 - 5 スラリーノズル
 - 7 洗浄水
 - 8 洗浄水噴射ノズル
 - 10 研磨材を含む洗浄液
 - K 研磨布
 - T₁ スラリー槽
 - T₂ 洗浄水貯蔵槽
 - T₃ 洗浄液貯蔵槽

請求の範囲

[請求項1] ケイ素が主成分である被研磨物を研磨した使用済みの研磨材を含む研磨材スラリーから、研磨材を再生する研磨材再生方法であって、当該研磨材が、下記研磨材群から選ばれる少なくとも一種であり、かつ下記工程A～Dを経て研磨材を再生することを特徴とする研磨材再生方法。

工程A：使用済みの研磨材を含む研磨材スラリーを回収するスラリー回収工程A

工程B：当該回収された研磨材スラリーの25℃換算におけるpHが7～10となるようにpHを調整するpH調整工程B

工程C：当該pH調整された研磨材スラリーに対し、無機塩としてアルカリ土類金属元素を含む金属塩を添加して研磨材を凝集させ、当該研磨材を母液より分離して濃縮する分離濃縮工程C

工程D：当該分離され、濃縮された研磨材を固液分離して回収する研磨材回収工程D

研磨材群：酸化セリウム、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

[請求項2] 前記pH調整工程Bは、当該回収した研磨材スラリーの25℃換算におけるpHが7.8～9.5となるようにpHを調整することを特徴とする請求項1に記載の研磨材再生方法。

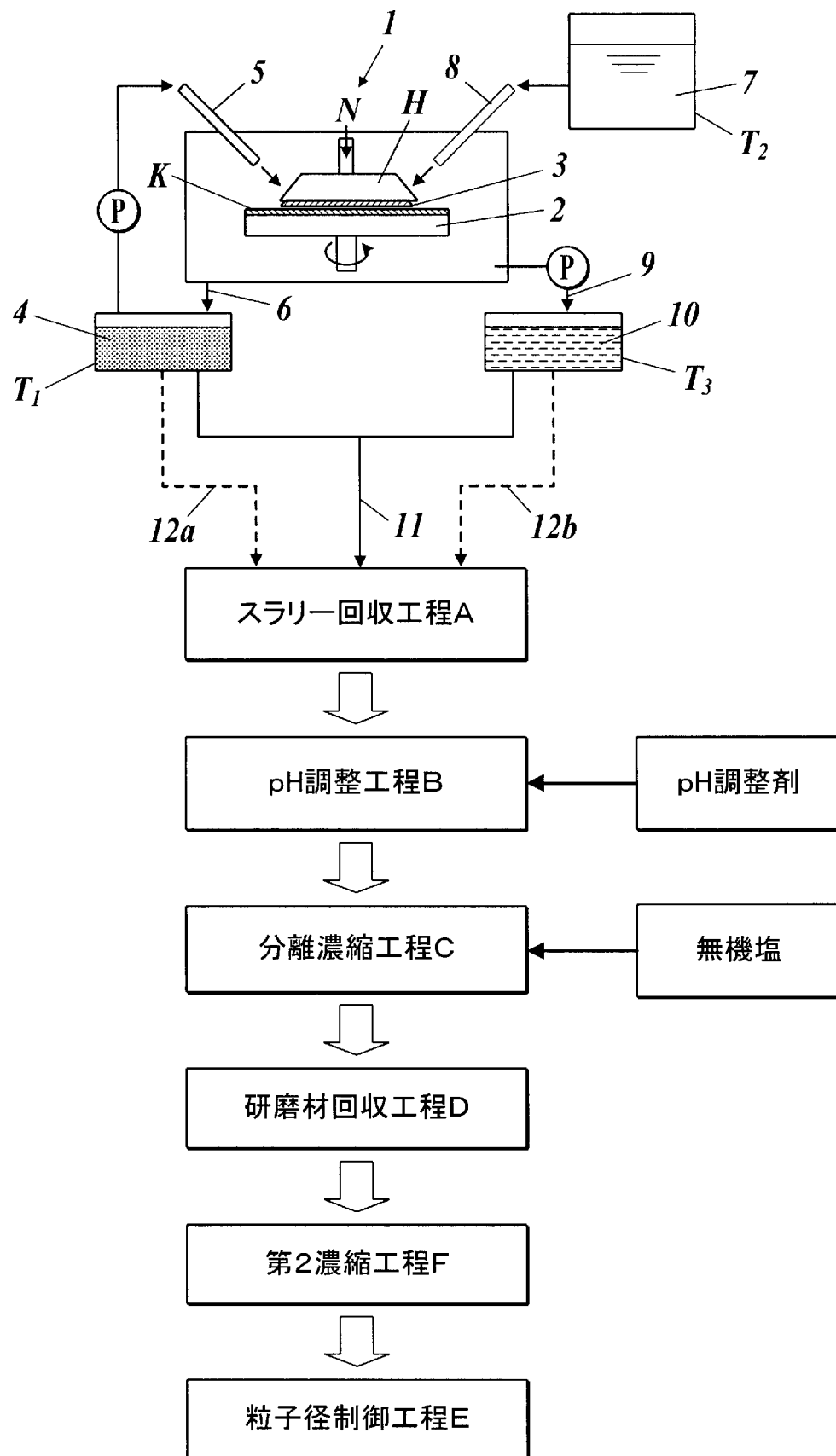
[請求項3] 前記分離濃縮工程Cで用いるアルカリ土類金属元素を含む金属塩が、マグネシウム塩であることを特徴とする請求項1または2に記載の研磨材再生方法。

[請求項4] 前記研磨材回収工程Dにおける研磨材の回収方法が、自然沈降によるデカンテーション分離法であることを特徴とする請求項1から3のいずれか一項に記載の研磨材再生方法。

[請求項5] 工程E：前記研磨材回収工程Dの後に、前記回収された研磨材の粒子径を調整する粒子径制御工程Eを備えることを特徴とする請求項1

から4のいずれか一項に記載の研磨材再生方法。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/070025

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B24B57/00(2006.01) i, C02F11/14(2006.01) i

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)

B24B57/00, C02F11/14

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2013
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2013	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2013

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.
X Y	JP 2011-041876 A (Noritake Co., Ltd.), 03 March 2011 (03.03.2011), paragraphs [0018] to [0035]; fig. 2 to 3 (Family: none)	1-4 5
A	JP 2007-185647 A (Tokuyama Corp.), 26 July 2007 (26.07.2007), paragraphs [0003], [0010] to [0011], [0020] & US 2009/0242491 A1 & WO 2007/023872 A1 & CA 2620058 A1 & KR 10-2008-0036951 A & CN 101198552 A	1-5
A	JP 2004-261708 A (Kurita Water Industries Ltd.), 24 September 2004 (24.09.2004), paragraphs [0002], [0004] to [0005] (Family: none)	1-5

☒ 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
15 August, 2013 (15.08.13)

Date of mailing of the international search report
27 August, 2013 (27.08.13)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/070025

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2000-254659 A (Kurita Water Industries Ltd.), 19 September 2000 (19.09.2000), paragraph [0019]; fig. 1 (Family: none)	5

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））
Int.Cl. B24B57/00(2006.01)i, C02F11/14(2006.01)i

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（I P C））

Int.Cl. B24B57/00, C02F11/14

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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 3 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 3 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 3 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
X Y	JP 2011-041876 A（株式会社ノリタケカンパニーリミテド） 2011.03.03, 【0018】 - 【0035】, 図 2-3（ファミリーなし）	1-4 5
A	JP 2007-185647 A（株式会社トクヤマ）2007.07.26, 【0003】, 【0010】 - 【0011】, 【0020】 & US 2009/0242491 A1 & WO 2007/023872 A1 & CA 2620058 A1 & KR 10-2008-0036951 A & CN 101198552 A	1-5
A	JP 2004-261708 A（栗田工業株式会社） 2004.09.24, 【0002】, 【0004】 - 【0005】（ファミリーなし）	1-5

☒ 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矛盾するものではなく、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

1 5 . 0 8 . 2 0 1 3

国際調査報告の発送日

2 7 . 0 8 . 2 0 1 3

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号

特許庁審査官（権限のある職員）

石井 孝明

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 3 2 4

3 C

5 0 7 2

C (続き) . 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
Y	JP 2000-254659 A (栗田工業株式会社) 2000.09.19, 【0019】, 図1 (ファミリーなし)	5