



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101823712 B

(45) 授权公告日 2011.08.17

(21) 申请号 201010138035.3

WO 2009/126922 A2, 2009.10.15, 全文.

(22) 申请日 2010.04.02

CN 101130237 A, 2008.02.27, 全文.

(73) 专利权人 河南新大新材料股份有限公司
地址 475000 河南省开封市禹王台区精细化
工园区

CN 101474511 A, 2009.07.08, 全文.

审查员 白璐

(72) 发明人 罗小军 宋贺臣 姜维海

(74) 专利代理机构 郑州大通专利商标代理有限
公司 41111

代理人 樊羿

(51) Int. Cl.

C01B 31/36 (2006.01)

C10M 175/06 (2006.01)

(56) 对比文件

US 2009/0293369 A1, 2009.12.03, 全文.

CN 101032806 A, 2007.09.12, 全文.

权利要求书 2 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

硅片切割废砂浆的回收处理方法

(57) 摘要

本发明涉及一种硅片切割废砂浆的回收处理方法。包括如下步骤：①分离硅片切割废砂浆中的固液成分；②进一步回收固体中残留的切割液成分；③水流浮选分离硅粉、碳化硅；④回收硅粉；⑤回收碳化硅；⑥将回收的切割液进行粗滤、精滤、脱色、真空蒸馏脱水，添加相应量的组分进行二级过滤后。本发明回收产物种类多，包括碳化硅微粉、切割液、硅粉，回收率高，回收效益高，可节省砂浆成本至少 40%；同时有效地解决了单一回收可能造成二次污染问题；回收处理后的碳化硅微粉重新恢复切割功能，变废为宝，实现了真正意义上的资源再利用，可促进循环经济的发展；本发明方法对接污水处理工艺后，将废水处理后再利用，基本实现废液的零排放，有利于环境保护。

1. 一种硅片切割废砂浆的回收处理方法,包括如下步骤:

(1) 固液分离:调节硅片切割废砂浆温度至 $20^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$,降低其粘度后,再采用离心设备对废砂浆进行固、液分离;

(2) 固体中残留切割液回收:将上步分离所得固体添水造浆后采用刮刀离心机分离,过滤液体,并进行多级浓缩,使液体中水分含量降低至 10% 以下;

(3) 碳化硅和硅粉分离:将上步分离出的固体物料加水造浆,使其质量浓度为 20 ~ 40%,并按固体质量的 0.01% ~ 0.1% 向浆料中添加浮选油,便于碳化硅和硅粉分离,将上述浆料打入水力分级装置,持续鼓入空气气流充分搅拌 1 ~ 3 小时后,再以 $100\text{L/h} \sim 300\text{L/h}$ 的流速进行水流浮选,使硅粉分离出来;

(4) 硅粉回收:对上步分离出的硅粉依次进行酸洗、浓缩、烘干,得成品;

(5) 碳化硅回收:对步骤(3)中分离出的碳化硅依次进行酸洗、碱洗、溢流水力分级、浓缩、烘干、筛松后得到成品;

(6) 切割液回收:合并步骤(1)和(2)中离心分离所得到的切割液,进行粗滤、精滤、脱色、真空蒸馏脱水,根据回收液的组分含量变化,添加相应量的组分,采用滤芯精度为 $0.05\mu \sim 0.5\mu$ 的精密滤芯过滤器进行二级过滤后即成。

2. 根据权利要求 1 所述硅片切割废砂浆的回收处理方法,其特征在于,所述步骤(1)中的离心设备为卧式螺旋离心机或沉降离心机,离心转速控制为 $500\text{r/min} \sim 1500\text{r/min}$ 。

3. 根据权利要求 1 所述硅片切割废砂浆的回收处理方法,其特征在于,所述步骤(2)中,分离所得固体的造浆质量浓度为 20% ~ 80%,采用刮刀离心机分离,所得液体过滤,采用一级减压蒸馏设备浓缩,将液体中水分含量降低至 20%,过滤后采用二级减压蒸馏设备将液体中水分含量降低至 10% 以下。

4. 根据权利要求 1 所述硅片切割废砂浆的回收处理方法,其特征在于,所述步骤(3)中,所述浮选油为 2# 浮选油、松油、QX-3 浮选油中的至少一种。

5. 根据权利要求 1 所述硅片切割废砂浆的回收处理方法,其特征在于,在所述步骤(4)、(5)中,酸洗用质量百分浓度为 5% ~ 20% 的硫酸溶液、盐酸溶液、醋酸溶液中的任意一种;在所述步骤(5)中,碱洗用质量百分比浓度为 2% ~ 20% 的氢氧化钠溶液或氢氧化钾溶液。

6. 根据权利要求 1 所述硅片切割废砂浆的回收处理方法,其特征在于,所述步骤(5)中,溢流水力分级时的料浆质量百分浓度为 15% ~ 30%,1500# 碳化硅微粉水流速度为 $200\text{L/h} \sim 600\text{L/h}$,1200# 碳化硅微粉水流速度为 $400\text{L/h} \sim 700\text{L/h}$ 。

7. 根据权利要求 1 所述硅片切割废砂浆的回收处理方法,其特征在于,所述步骤(6)中,粗滤采用板框式压滤机,并按待过滤液体质量的 1% ~ 10% 添加粒度为 50 目 ~ 500 目的助滤剂,所述助滤剂为麦饭石、硅藻土、珍珠岩、活性白土中的至少一种。

8. 根据权利要求 1 所述硅片切割废砂浆的回收处理方法,其特征在于,在所述步骤(6)中,精滤采用过滤罐进行过滤,并按待滤液体质量的 1% ~ 10% 添加粒度为 50 目 ~ 500 目的助滤剂,反复循环过滤 20 ~ 40 分钟,然后经过精度为 $0.1\mu \sim 5\mu$ 的袋式过滤器,所述助滤剂为麦饭石、硅藻土、珍珠岩、活性白土中的至少一种。

9. 根据权利要求 1 所述硅片切割废砂浆的回收处理方法,其特征在于,在所述步骤(6)中,所述脱色是在脱色罐中进行,并按液体质量的 1% ~ 10% 添加麦饭石、硅藻土、珍珠岩、活

性白土、活性炭中的至少一种物质；另外按液体质量的0.1%~10%添加脱色剂，脱色温度为30℃~100℃，脱色搅拌时间为0.5~2小时，然后进行多级过滤，直至按铂-钴法测定滤液色度 ≤ 50 ，所述脱色剂为聚合氯化铝、二氧化氯中的至少一种。

10. 根据权利要求1所述硅片切割废砂浆的回收处理方法，其特征在于，在所述步骤(6)中，真空蒸馏脱水按待蒸馏液质量的0.01%~0.5%添加抗氧化剂后在降膜蒸馏塔中进行，脱水温度为50℃~130℃，真空度为负压0.05~0.095大气压，直至回收液含水量 $\leq 0.4\%$ 后，使其冷却至室温，所述抗氧化剂为特丁基对苯二酚、二丁基羟基甲苯、抗氧化剂-561中至少一种。

硅片切割废砂浆的回收处理方法

技术领域

[0001] 本发明涉及硅片切割领域,具体涉及一种硅片切割废砂浆的回收处理方法。

背景技术

[0002] 在煤炭、石油等不可再生燃料价格持续上涨,全球极端天气频现的背景下,光伏产业得到了各国政府的大力支持。特别是国内出现了一大批在国际上有影响力的光伏企业,如无锡尚德、保定英利、浙江煜辉、江西赛维等等。目前,在太阳能光伏产业发展过程存在这样的问题:一方面是晶硅片生产企业对切削液、晶硅片切割刃料需求的增加;另一方面则是这些厂家对使用后的废砂浆无法进行及时有效的处理。然而,随着切片利润的不断降低,所有的切片厂家无不将压缩成本的着眼点首先放在了废砂浆回收利用上,用回收液和回收砂参新液和新砂用来切割的话,基本上可以使砂浆成本节省至少 40%。

[0003] 当前,虽然有些厂家已经开始着手进行回收处理工作的尝试,但由于对化工产品切削液的处理缺乏深入的研究,且不掌握碳化硅微粉的深加工工艺,所以多数厂家所采用的废砂浆回收处理工艺不是很成熟完善,因而处理的效果也不是很理想,回收液和回收砂重新投入使用后,经常会由于回收物料的质量问题而引起脏片、线痕片以及砂浆切割能力差等情况,而且只是回收其中的部分成分,尚不能进行各种成分的综合回收。

[0004] 目前,还没有完全能够将砂和切割液进行综合回收利用的成熟技术为公众所知,如中国专利文献 CN101032806A 中仅公开了一种切削悬浮液的回收;CN101474511A 中公开了一种晶硅圆线切割废砂浆中聚乙二醇和碳化硅的回收方法;CN101580458A 中公开切削废砂浆中丙二醇的回收方法;CN100528488C 中公开了一种从切割废砂浆中回收硅粉和碳化硅粉的方法。而当前该行业中的废砂浆利用只占到新砂浆的 20% 左右,因此,循环经济的发展及日益严峻的环境压力使得该行业对废砂浆的综合回收利用技术的需求极为迫切。

发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题是提供一种综合回收各成分且回收率高的硅片切割废砂浆的回收处理方法。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明采用的技术方案是:

[0007] 一种硅片切割废砂浆的回收处理方法,包括如下步骤:

[0008] (1) 固液分离: 调节硅片切割废砂浆温度至 20℃~100℃,降低其粘度后,再采用离心设备对废砂浆进行固、液分离;上述切割废砂浆组分一般包括:线切割专用碳化硅微粉 1200# 和 1500#、切割液,所述切割液组分包括聚乙二醇 200 或 400、或者二乙二醇、渗透剂、金属离子螯合剂、表面活性剂等。

[0009] (2) 固体中残留切割液回收: 将上步分离所得固体加水造浆后采用刮刀离心机分离,过滤液体,并进行多级浓缩,使液体中水分含量降低至 10% 以下;

[0010] (3) 碳化硅和硅粉分离: 将上步分离出的固体物料加水造浆,使其质量浓度为 20~40%,并按固体质量的 0.01%~0.1% 向浆料中添加浮选油,便于碳化硅和硅粉分离,

将上述浆料打入通用的水力分级装置中,持续鼓入空气气流充分搅拌 1 ~ 3 小时后,再以 100L/h ~ 300 L/h 的流速进行水流浮选,使硅粉分离出来;

[0011] (4) 硅粉回收: 对上步分离出的硅粉依次进行酸洗、浓缩、烘干,得成品;分离出的硅粉纯度可达 80% ~ 95%;

[0012] (5) 碳化硅回收: 对步骤(3)中分离出的碳化硅依次进行酸洗、碱洗、溢流水力分级、浓缩、烘干、筛松后得到成品;所得碳化硅微粉的纯度达到 99% 以上,游离碳含量 $\leq 0.15\%$, Fe_2O_3 含量 $\leq 0.20\%$;

[0013] (6) 切割液回收: 合并步骤(1)、(2)中离心分离所得到的切割液,进行粗滤、精滤、脱色、真空蒸馏脱水,根据回收液与原切割液相比其组分含量变化情况,补充调整相应量的组分,采用滤芯精度为 0.05u ~ 0.5u 的精密滤芯过滤器进行二级过滤后即成新的切割液,可重新投入使用。

[0014] 上述步骤(1)中的离心设备为卧式螺旋离心机或沉降离心机,离心转速控制为 500r/min ~ 1500r/min。

[0015] 上述步骤(2)中,分离所得固体的造浆质量浓度为 20% ~ 80%,采用刮刀离心机分离,所得液体过滤,采用一级减压蒸馏设备浓缩,将液体中水分含量降低至 20%,过滤后采用二级减压蒸馏设备将液体中水分含量降低至 10% 以下。

[0016] 上述步骤(3)中,所述浮选油为 2# 浮选油、松油、QX-3 浮选油中的至少一种。

[0017] 在上述步骤(4)、(5)中,酸洗用质量百分浓度为 5% ~ 20% 的硫酸溶液、盐酸溶液、醋酸溶液中的任意一种;在所述步骤(5)中,碱洗用质量百分比浓度为 2% ~ 20% 的氢氧化钠溶液或氢氧化钾溶液。

[0018] 上述步骤(5)中,溢流水力分级时的料浆质量百分浓度为 15% ~ 30%,1500# 碳化硅微粉水流速度为 200L/h ~ 600 L/h,1200# 碳化硅微粉水流速度为 400L/h ~ 700 L/h。溢流水力分级采用通用的水力分级装置进行,浓缩烘干后得到碳化硅微粉 1200# 和 1500#。

[0019] 水力分级是根据颗粒在水中沉降速度的不同,将宽级别的颗粒群分成若干个窄级别粒度的过程。其原理是根据不同颗粒在水中的沉降速度因粒径及密度不同而有差异,从而进行粒度分级的。

[0020] 常见的水力分级装置多有记载,如 CN2329443Y、CN2299664Y、“水力溢流分级在超细 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 粉体中的应用研究”(陈玮等,《中国粉体技术》,2006 年第 2 期)等,可根据不同工艺条件进行选择。

[0021] 上述步骤(6)中,粗滤采用板框式压滤机,并按待过滤液体质量的 1% ~ 10% 添加粒度为 50 目 ~ 500 目的助滤剂,所述助滤剂为麦饭石、硅藻土、珍珠岩、活性白土中的至少一种。

[0022] 在上述步骤(6)中,精滤采用过滤罐(正压为 0.4 公斤)进行过滤,并按待滤液体质量的 1% ~ 10% 添加粒度为 50 目 ~ 500 目的助滤剂,反复循环 20 ~ 40 分钟,然后经过精度为 0.1u ~ 5u 的袋式过滤器,所述助滤剂为麦饭石、硅藻土、珍珠岩、活性白土中的至少一种。

[0023] 在所述步骤(6)中,所述脱色是在脱色罐中进行,并按液体质量的 1% ~ 10% 添加麦饭石、硅藻土、珍珠岩、活性白土、活性炭中的至少一种物质;另外按液体质量的 0.1% ~ 10% 添加脱色剂,脱色温度为 30°C ~ 100°C,脱色搅拌时间为 0.5 ~ 2 小时,然后进行多级过滤,

直至滤液色度 ≤ 50 (铂-钴法),所述脱色剂为聚合氯化铝、二氧化氯中的至少一种。

[0024] 在所述步骤(6)中,真空蒸馏脱水是按待蒸馏液质量的 0.01%~0.5% 添加抗氧化剂后在降膜蒸馏塔中进行,脱水温度为 50℃~130℃,真空度为负压 0.05~0.095 大气压,直至回收液含水量 $\leq 0.4\%$ 后,使其冷却至室温,所述抗氧化剂为特丁基对苯二酚、二丁基羟甲基苯、抗氧化剂-561 中至少一种。

[0025] 本发明具有积极有益的效果:

[0026] 1. 本发明回收产物种类多,包括碳化硅微粉、切割液、硅粉,回收效益高,可节省砂浆成本至少 40%;同时有效地解决了单一回收可能造成二次污染问题;回收处理后的碳化硅微粉重新恢复切割功能,变废为宝,实现了真正意义上的资源再利用,可促进循环经济的发展;

[0027] 2. 本发明回收的微粉经过二次加工,其性能基本与新微粉相当;

[0028] 3. 针对切割液的回收,不但最大限度地去除了回收切割液中的杂质,而且针对流失的成分,进行相应的补充,使其性能特性保持不变;

[0029] 4. 本发明切割液回收率高,通过回收固体中残留的切割液,进一步提高了切割液的回收率;

[0030] 5. 本发明方法对接污水处理工艺后,将废水处理后再利用,基本实现废液的零排放,有利于环境保护。

具体实施方式

[0031] 实施例 1 申请人受委托为河北某硅片切割企业回收废砂浆,合同签订回收液回收率为 40%,回收砂回收率为 35%。回收工艺过程如下:

[0032] ①固液分离 废砂浆经过搅拌后加热至 60℃,采用卧式螺旋离心机(转速为 800r/min)进行固、液分离;②固体中残留切割液回收 分离固体造浆质量浓度为 40%,采用刮刀离心机分离,所得液体过滤,采用一级减压蒸馏设备,将液体中含水量降低至 20%、过滤后采用二级减压蒸馏设备将切割液中含水量降低至 5% 左右,过滤后与步骤①分离的液体采用同样的处理方式处理;③碳化硅和硅粉分离 将上步分离出的固体物料加水造浆,使其质量浓度为 30%,并按固体质量的 0.05% 向浆料中添加市售 QX-3 浮选油,便于碳化硅和硅粉分离,将上述浆料打入水力分级装置,用空压机鼓入气流充分搅拌 1 小时后停止空气鼓入,然后开始采用水流浮选,水流流速为 150L/h, 分离时间为 6 小时,使硅粉分离出来;④硅粉回收 向分离出的硅粉中添加质量百分比浓度为 5% 的硫酸酸洗后烘干,所得硅粉纯度为 90%;⑤碳化硅回收 在酸洗池中添加质量百分比浓度为 8% 的硫酸对碳化硅进行酸洗,搅拌反应时间为 8 小时,然后将其洗至中性;接着在碱洗池中添加质量百分比浓度为 3% 的氢氧化钾对碳化硅进行碱洗,搅拌反应时间为 8 小时,然后将其洗至中性,最后采用水力溢流分级装置进行溢流水力分级,浓缩烘干后得到碳化硅微粉 1200# 和 1500#,所得碳化硅微粉的纯度达到 99% 以上,游离碳含量 $\leq 0.15\%$, Fe_2O_3 含量 $\leq 0.20\%$;⑥切割液回收 对分离液体粗滤采用板框式压滤机,添加目数为 100 目的助滤剂硅藻土,添加量为液体质量的 2%;精滤采用过滤罐进行过滤,助滤剂为 400 目麦饭石,添加量为液体质量的 3%,反复循环半小时后,经过精度为 0.45u 的袋式过滤器,接着在脱色罐中进行脱色,并添加麦饭石和活性白土组成的混合物,质量比为 1:1,添加量为液体质量的 3%;另外添加脱色剂聚合氯

化铝,添加量为切割液质量的 0.1%,体系温度为 80℃,搅拌时间为 1 小时,然后过滤罐组成的平台进行过滤,直至滤液色度 ≤ 50 (铂-钴法);然后在降膜蒸馏塔中对脱色滤液进行真空蒸馏脱水,并添加抗氧化剂特丁基对苯二酚,添加量为切割液质量的 0.05%,体系温度为 100℃,真空度为负压 0.095 大气压,直至含水量 $\leq 0.4\%$,然后采用冷却装置冷却至室温,根据新液和回收液的组分含量变化,添加相应量的组分,罐装前采用滤芯精度为 0.1 μ 的精密滤芯过滤器进行二级过滤,最后罐装后得到成品。

[0033] 使用本发明技术处理后,回收液收率达到 43%,回收砂收率达到 37%,硅粉回收率为 4%。客户使用后反馈以本发明技术处理后的回收液不需要添加新液即可进行切割,切片收率达到 97% 以上,新砂添加部分回收砂对切割效率没有影响,回收质量可靠。

[0034] 实施例 2 申请人受委托为江西某硅片切割企业回收废砂浆,合同签订回收液收率为 40%,回收砂收率为 35%。回收工艺过程如下:

[0035] ①固液分离 废砂浆经过搅拌后加热至 80℃,采用卧式螺旋离心机(转速为 1000r/min)进行固液分离;②固体中残留切割液回收 分离固体造浆质量浓度为 40%,采用刮刀离心机分离,所得液体过滤,采用一级减压蒸馏设备,将液体中含水量降低至 20%、过滤后采用二级减压蒸馏设备将液体中含水量降低至 10%,过滤后与步骤①分离的液体采用同样的处理方式处理;③碳化硅和硅粉分离 将上步分离出的固体物料加水造浆,使其质量浓度为 25%,并按固体质量的 0.08% 向浆料中添加市售 2# 浮选油,便于碳化硅和硅粉分离,将上述浆料打入水力分级装置,用空压机鼓入气流充分搅拌 1 小时后停止空气鼓入,然后开始采用水流浮选,水流流速为 200L/h,分离时间为 8 小时,使硅粉分离出来;④硅粉回收 然后添加质量百分比浓度为 4% 的硫酸酸洗后烘干,所得硅粉纯度为 87%;⑤碳化硅回收 在酸洗池中添加质量百分比浓度为 10% 的硫酸对碳化硅进行酸洗,搅拌反应时间为 8 小时,然后将其洗至中性;接着在碱洗池中添加质量百分比浓度为 4% 的氢氧化钾对碳化硅进行碱洗,搅拌反应时间为 8 小时,然后将其洗至中性,最后采用水力溢流分级装置进行溢流水力分级,浓缩烘干后得到碳化硅微粉 1200# 和 1500#,所得碳化硅微粉的纯度达到 99% 以上,游离碳含量 $\leq 0.15\%$, Fe_2O_3 含量 $\leq 0.20\%$;⑥切割液回收 对分离液体粗滤采用板框式压滤机,添加目数为 100 目的助滤剂硅藻土,添加量为液体质量的 2%;精滤采用过滤罐进行过滤,助滤剂为 400 目麦饭石,添加量为液体质量的 3%,反复循环半小时后,经过袋式过滤器,滤袋精度为 0.45 μ ;接着在脱色罐中进行脱色,并添加麦饭石和活性白土组成的混合物,质量配比为 1:3,添加量为液体质量的 3%;另外添加脱色剂二氧化氯,添加量为切割液质量的 0.2%,体系温度为 90℃,搅拌时间为 1 小时,然后过滤罐组成的平台进行过滤,直至滤液色度 ≤ 50 (铂-钴法);然后在特制蒸馏塔中对脱色滤液进行真空蒸馏脱水,并添加抗氧化剂特丁基对苯二酚,添加量为切割液质量的 0.05%,体系温度为 100℃,真空度为负压 0.095 大气压,直至含水量 $\leq 0.4\%$,然后采用冷却装置冷却至室温。根据新液和回收液的组分含量变化,添加相应量的组分,罐装前采用精密滤芯过滤器进行二级过滤,滤芯精度为 0.1 μ ,最后罐装后得到成品。使用本发明工艺处理后,回收液收率达到 41%,回收砂收率达到 36%,硅粉回收率为 4.2%。客户使用后反馈回收产品完全能够满足其使用要求。

[0036] 实施例 3 一种硅片切割废砂浆的回收处理方法,步骤如下:

[0037] ①固液分离 调节硅片切割废砂浆温度至 30℃,降低其粘度后,以沉降离心机分离(离心转速 600r/min)对废砂浆进行固、液分离;②固体中残留切割液回收 将上步分离

所得固体添水造浆(浓度 20%)后采用刮刀离心机分离,过滤液体,采用一级减压蒸馏设备浓缩,将液体中水分含量降低至 20%,过滤后采用二级减压蒸馏设备将液体中水分含量降低至 10% 以下;③碳化硅和硅粉分离 将上步分离出的固体物料加水造浆(浓度为 25),并按固体质量的 0.02% 向浆料中添加松油,便于碳化硅和硅粉分离,将上述浆料打入通用的水力分级装置中,持续鼓入空气气流充分搅拌 2 小时后,再以 150L/h 的流速进行水流浮选,分离出硅粉;④硅粉回收 对分离出的硅粉依次进行酸洗(酸洗用 8% 的硫酸溶液)、浓缩、烘干,得成品;⑤碳化硅回收 对步骤③中分离出的碳化硅依次进行酸洗(10% 硫酸溶液)、碱洗(5% 的氢氧化钠溶液)、溢流水力分级(溢流水力分级采用通用的水力分级装置进行)、浓缩、烘干、筛松后得到成品;所得碳化硅微粉的纯度达到 99% 以上,游离碳含量 $\leq 0.15\%$, Fe_2O_3 含量 $\leq 0.20\%$;溢流水力分级时的料浆质量百分浓度为 15% ~ 30%,1500# 碳化硅微粉水流速度为 250L/h,1200# 碳化硅微粉水流速度为 450L/h;⑥切割液回收 合并步骤①、②中的切割液,进行粗滤(采用板框式压滤机,并按待过滤液体质量的 3% 添加粒度为 50 目~500 目的硅藻土和珍珠岩任意比的混合物)、精滤(用过滤罐进行过滤,正压为 0.4 公斤,并待滤液体质量的 2% 添加粒度为 100 ~ 200 目的麦饭石助滤,反复循环 20min,然后经过精度为 0.1 ~ 5u 的袋式过滤器)、脱色(在脱色罐中进行,并按液体质量的 5% ~ 10% 添加活性炭,另外按液质量的 0.2% 添加脱色剂聚合氯化铝,脱色温度为 40℃ ~ 60℃,脱色搅拌时间为 0.6 小时,然后进行多级过滤,直至滤液色度 ≤ 50)、真空蒸馏脱水(按待蒸馏液质量的 0.01% ~ 0.5% 添加抗氧化剂抗氧化剂 -561 后在降膜蒸馏塔中进行,脱水温度为 50℃ ~ 130℃,真空度为负压 0.06 大气压,直至回收液含水量 $\leq 0.4\%$ 后,使其冷却至室温),根据回收液组分含量变化,补充调整相应量的组分,采用滤芯精度为 0.05u ~ 0.5u 的精密滤芯过滤器进行二级过滤后即成新的切割液,可重新投入使用。

[0038] 实施例 4 一种硅片切割废砂浆的回收处理方法,步骤如下:

[0039] ①固液分离 调节硅片切割废砂浆温度至 100℃,以沉降离心机对废砂浆进行固、液分离(1500r/min);②固体中残留切割液回收 将上步分离所得固体添水造浆(75%)后采用刮刀离心机分离,其它同实施例 3;③碳化硅和硅粉分离 将上步分离出的固体物料加水造浆(40%),并按固体质量的 0.1% 向浆料中添加浮选油(2# 浮选油、松油、QX-3 浮选油中的任意一种或多种的混合物均可),将上述浆料打入通用的水力分级装置中,持续鼓入空气气流充分搅拌 2 小时后,再以 300 L/h 的流速进行水流浮选,分离出硅粉;④硅粉回收 对分离出的硅粉依次进行酸洗(20% 的盐酸溶液)、浓缩、烘干,得成品;⑤碳化硅回收 对步骤③中分离出的碳化硅依次进行酸洗(用浓度为 20% 的硫酸溶液)、碱洗(浓度为 20% 的氢氧化钠溶液)、溢流水力分级(溢流水力分级时的料浆质量百分浓度为 15% ~ 30%,1500# 碳化硅微粉水流速度为 600 L/h,1200# 碳化硅微粉水流速度为 700 L/h)、浓缩、烘干、筛松后得到成品;⑥切割液回收 合并步骤①、②中的切割液,进行粗滤(采用板框式压滤机,并按待过滤液体质量的 1% ~ 10% 添加粒度为 50 ~ 500 目的助滤剂,助滤剂为麦饭石、硅藻土、珍珠岩、活性白土中的至少一种)、精滤(于过滤罐进行,并按待滤液体质量的 10% 添加粒度为 50 ~ 500 目的助滤剂,反复循环 40min,然后经过精度为 0.1 ~ 5u 的袋式过滤器,助滤剂可为麦饭石、硅藻土、珍珠岩、活性白土中的至少一种)、脱色(在脱色罐中进行,按液体质量的 10% 添加麦饭石、硅藻土、珍珠岩、活性白土、活性炭中的至少一种物质;另外按液质量的 10% 添加脱色剂二氧化氯,脱色温度为 30℃ ~ 100℃,脱色搅拌时间为 2 小时,然后进行多级

过滤,直至滤液色度 ≤ 50)、真空蒸馏脱水(按待蒸馏液质量的 0.5% 添加抗氧化剂后在降膜蒸馏塔中进行,脱水温度为 $50^{\circ}\text{C} \sim 130^{\circ}\text{C}$,真空度为负压 0.090 大气压,直至回收液含水量 $\leq 0.4\%$ 后,使其冷却至室温,抗氧化剂为二丁基羟基甲苯),根据回收液与原切割液相比其组分含量变化情况,补充调整相应量的组分,采用滤芯精度为 0.05 ~ 0.5u 的精密滤芯过滤器进行二级过滤后即成。

[0040] 实施例 5 一种硅片切割废砂浆的回收处理方法,步骤如下:

[0041] ①固液分离 调节硅片切割废砂浆温度至 100°C ,以沉降离心机对废砂浆进行固、液分离(离心转速 100r/min);②固体中残留切割液回收 将上步分离所得固体添水造浆(50%)后采用刮刀离心机分离,过滤液体,采用一级减压蒸馏设备浓缩,将液体中水分含量降低至 20%,过滤后采用二级减压蒸馏设备将液体中水分含量降低至 10% 以下;③碳化硅和硅粉分离 将上步分离出的固体物料加水造浆(质量浓度 30%),并按固体质量的 0.06% 向浆料中添加 QX-3 浮选油,将上述浆料打入通用的水力分级装置中,持续鼓入空气气流充分搅拌 1.5 小时后,再以 200 L/h 的流速进行水流浮选,使硅粉分离出来;④硅粉回收 对上步分离出的硅粉依次进行酸洗(酸洗用质量百分浓度为 15% 的醋酸溶液)、浓缩、烘干,得成品;⑤碳化硅回收 对步骤③中分离出的碳化硅依次进行酸洗(酸洗用质量百分浓度为 10% 的盐酸溶液)、碱洗(12% 氢氧化钠溶液)、溢流水力分级、浓缩、烘干、筛松后得到成品;溢流水力分级时的料浆质量百分浓度为 15% ~ 30%,1500# 碳化硅微粉水流速度为 400 L/h,1200# 碳化硅微粉水流速度为 550L/h;⑥切割液回收 合并步骤①、②中的切割液,进行粗滤(采用板框式压滤机,并按待过滤液体质量的 6% 添加粒度为 100 ~ 300 目的助滤剂硅藻土、精滤(采用过滤罐进行过滤,并待滤液体质量的 5.5% 添加粒度为 50 ~ 500 目的助滤剂活性白土,反复循环 40min,然后经过精度为 0.1u ~ 5u 的袋式过滤器)、脱色(在脱色罐中进行,按液体质量的 6% 添加硅藻土、活性炭混合物;另按液质量的 5% 添加脱色剂聚合氯化铝和二氧化氯混合物,脱色温度为 $60 \sim 80^{\circ}\text{C}$,脱色搅拌时间为 1.5 小时,然后进行多级过滤,直至滤液色度 ≤ 50)、真空蒸馏脱水(按待蒸馏液质量的 0.35% 添加抗氧化剂二丁基羟基甲苯后在降膜蒸馏塔中进行,脱水温度为 $70^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$,真空度为负压 0.075 大气压,直至回收液含水量 $\leq 0.4\%$ 后,使其冷却至室温),根据回收液与原切割液相比其组分含量变化情况,补充调整相应量的组分,采用滤芯精度为 0.05 ~ 0.5u 的精密滤芯过滤器进行二级过滤后即成。