



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102559361 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 11

(21) 申请号 201110388299. 9

(22) 申请日 2011. 11. 29

(30) 优先权数据

2010-267334 2010. 11. 30 JP

(71) 申请人 SANWA 生物技术株式会社

地址 日本埼玉县

申请人 日本 AD 技术株式会社

(72) 发明人 长泽义则 加贺谷亮俊

(74) 专利代理机构 北京龙双利达知识产权代理

有限公司 11329

代理人 王礼华 于宝庆

(51) Int. Cl.

C10M 175/00(2006. 01)

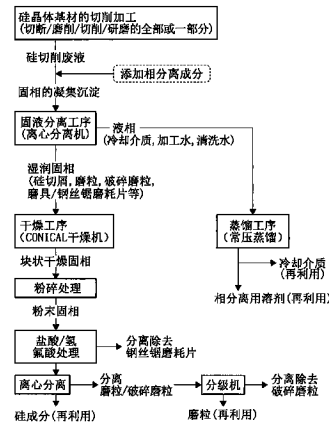
权利要求书 1 页 说明书 9 页 附图 2 页

(54) 发明名称

硅切削废液的处理方法

(57) 摘要

本发明涉及硅切削废液的处理方法。在含有固体成分的微粒分散的悬浮液即硅切削废液中，添加极性非质子型溶剂、极性质子型溶剂、非离子型凝集剂、乙二胺多价酸及其盐等的相分离成分，使废液中的固相凝集沉淀，在废液处理的最初阶段确保良好的固液分离，使得废液中的有用成分的分回收容易。提供使得在以半导体元件制造等晶体硅为基材的加工工序中排出的硅切削废液良好地固液分离、以低负担且低成本分离回收硅切削屑等的含有的有用成分供再生及再利用的处理方法。



1. 一种硅切削废液的处理方法,其特征在于:

在半导体元件制造等因晶体硅切削加工产生的硅切屑等分散悬浮的硅切削废液中,添加相分离成分,进行固液分离。

2. 如权利要求 1 所述的硅切削废液的处理方法,其特征在于:

上述相分离成分是丙酮、丁酮、甲基异丁基酮、乙腈、1,4- 二氧杂环己烷、1,3- 二氧杂环戊烷、四氢呋喃、N,N- 二甲基甲酰胺、N,N- 二甲基乙酰胺、1,3- 二甲基 -2- 咪唑烷酮等的极性非质子型溶剂。

3. 如权利要求 1 所述的硅切削废液处理方法,其特征在于:

上述相分离成分为水、碳原子数 1 ~ 4 的醇等极性质子型溶剂。

4. 如权利要求 1 所述的硅切削废液处理方法,其特征在于:

上述相分离成分为非离子型凝集剂。

5. 如权利要求 1 所述的硅切削废液处理方法,其特征在于:

上述相分离成分为有机螯合剂(氨基酸类、多元羧酸类、磷酸类等)、盐酸或硫酸等的无机酸。

6. 如权利要求 1 所述的硅切削废液处理方法,其特征在于:

使用压滤机、带式压滤机、离心分离机、加压或减压式过滤器,从由上述相分离成分使得固液分离的上述硅切削废液,分离回收固相。

7. 如权利要求 6 所述的硅切削废液处理方法,其特征在于:

对分离回收上述固相后的上述硅切削废液进行减压或常压蒸馏,分离切削油的原料和相分离用溶剂进行回收。

硅切削废液的处理方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种硅切削废液的处理方法,更详细地说,涉及用简单廉价手段使得在半导体元件制造等的晶体硅(crystalline silicon)的切削加工中排出的硅切削废液良好地固液分离、使得硅切削废液中含有的硅以及其他有用成分的实际回收、再生、再利用成为可能或容易的硅切削废液的处理方法。

背景技术

[0002] 在半导体元件或太阳能电池等的制造工序中,对作为基材的单晶硅或多晶硅施以切断、磨削、切削、研磨加工(以下,根据需要总称为“切削加工”),因这些切削加工产生的多量的硅切屑大多白白地废弃。

[0003] 例如,在半导体元件制造中,将作为原材料的单晶硅锭切断为薄板状的硅片(切片),对该硅片磨边以及两面磨削,且研磨加工成镜面后,对硅片表面用分割线划分成多个矩形区域,在上述多个矩形区域形成相同电路,通过对硅片背面进行磨削加工(背面磨削),磨薄直至规定厚度,通过切削加工(切成小片, dicing)分割切断为半导体元件的个片(芯片, chip),因上述一系列的切削加工产生硅切屑的微细切削粉末,包含在各加工工序中供给加工部的加工水(磨削水或切削水等)或清洗水中,作为废液(下面,在本说明书中,将上述一系列的切削加工工序全部或部分加工工序产生排出的废液都称为“硅切削废液”)从制造工序排出。

[0004] 包含在由这些切削加工产生的硅切削废液中排出的被废弃的硅切屑达到多量,例如在专利文献1中记载,将硅锭体积设为100%场合,将硅锭切割形成作为基材的晶片时被废弃的体积为20%,镜面加工时被废弃的体积为20%,磨削使得晶片厚度减薄时被废弃的体积为55%,将晶片分割成各个元件时被废弃的体积为1%,直到得到元件,硅锭的96%被废弃。

[0005] 这样白白地废弃大量硅不仅成为半导体元件制品制造成本高的主要原因,而且无论从贵重资源有效利用角度看,还是从废液造成的环境负荷角度看都是一个大问题,将从硅切削废液回收的硅再精炼熔融后再凝固,成为硅锭场合,从纯度上来说,虽然提供作为半导体元件制造的再利用不现实,但在太阳能电池的基板材料或构成液晶显示的TFT的半导体基板的制造中,具有再利用余地,此外,在钢铁制造中的电炉的保温剂或冶炼工序中使用的脱氧剂,汽车用DPF或磨粒使用的碳化硅原料,作为环境半导体备受瞩目的硅化铁的原料等,再利用用途多方面可以期待。

[0006] 因此,除了原来就要求的包含在硅切削废液中的硅切削屑,还包含磨粒或冷却介质等其他有用成分,强力要求必须回收、再生、再利用,为此,提出了各种方案,但是,在作为再生及再利用前提的上述有用成分的分选回收中,伴随复杂的处理工序,设备,以及设施的很大负担,不能确保满足商业成本的充分的回收效率,以硅切削屑为主,包含在硅切削废液中的有用成分大多继续被废弃,实质上还没有现实可行的回收、再生、再利用的方法。

[0007] 这样,关于在包含于硅切削废液中的有用成分回收中增加处理工序、设备、以及设施

的大的负担、阻止现实地回收、再生、再利用的主要原因,本发明人考虑如下。

[0008] 即,硅切削屑或磨粒等有用的固体成分,磨具或钢丝锯磨耗片,以及破碎磨粒等杂质的固体成分成为微细粒子包含在硅切削废液中,这些固体成分粒子分散成胶状,成为使得硅切削废液稳定的悬浊液,因此,通过固体成分自然沉淀,使用过滤器,或由分离膜过滤、离心分离等通常手段实现良好的固液分离、分离回收固相极为困难,又,在硅切削废液中,因硅切削屑微粒氧化反应活泼地产生氢气,所以,蒸馏分离还伴随非常大的危险。

[0009] 这点已经在以往技术中指出,例如,参照专利文献 4,将硅切削废液集中在沉淀槽自然沉淀,施以 pH 值调整,只能实现以废弃为目的的水平固液分离,即使用离心分离装置实行固液分离场合,虽然液相通过过滤可以供给再利用,但固相的处理极为困难,且处理速度慢处理效率差,再有,即使采用分离膜过滤,为了捕捉固体成分,不得不使得区分性能微细,因此,过滤速度慢,赶不上处理量。

[0010] 如上所述,对于硅切削废液,具有能实际实施水平、有效且良好的固液分离极为困难,不充分的固液分离本身造成了很大的负担,且从通过不充分的固液分离回收的固相个别地分离回收硅或磨粒等所希望的有用的固体成分的处理工序,从固相没有充分分离回收的液相分离回收冷却介质等有用成分的处理工序,都要求复杂、烦杂的处理、设备、以及设施的很大负担,导致需要阻止实际实施的成本的结果。

[0011] 作为其一例可以列举例如专利文献 5 的“硅的回收方法”,图 2 将其处理工序表示为流程图,为了从硅切削废液回收硅,需要非常多的处理工序,且各工序处理复杂、烦杂,并要求庞大设备以及设施负担,另一方面,按照专利文献 2,即使使用有机溶剂清洗固形份,还是难以除去分散剂等杂质,残留在固形份中,导致妨害提高回收的硅的纯度,即使将固形份投入气流中,也不一定能充分除去氧化硅和磨粒,难以得到高纯度的硅,再有,该专利文献 2 的“从废弃污泥提取硅的制造方法”提出用离心分离将分离磁体的废弃污泥分离成以硅分散液和磨粒为主体的固形杂质沉降层,但在离心分离中不能得到充分的固液分离,因此,其后处理工序要求很大负担,很难说是实际能实施的简单高效的方法。

[0012] 反之言之,如果在硅切削废液处理的最初阶段能够简单且廉价地实现良好的固液分离,不仅能大大降低固液分离工序其本身的处理负担,而且,此后,从分离回收的固相和液相中分别分离有用成分供再生再利用的处理工序也简单易行,成为廉价,且分离回收包含在硅切削废液中的全部有用成分也比以往容易,因此,是一种回收包含在硅切削废液中且大多被废弃的硅等的有用成分使其再生、再利用的实际方法,但在以往技术中没有提出或暗示关于这种处理的有意义的方案。

[0013] 【专利文献 1】日本特开 2010-46763 号公报

[0014] 【专利文献 2】日本特开 2007-332001 号公报

[0015] 【专利文献 3】日本特开 2006-315099 号公报

[0016] 【专利文献 4】日本特开 2005-334992 号公报

[0017] 【专利文献 5】日本特开 2001-278612 号公报

发明内容

[0018] 本发明的课题在于,提供一种硅切削废液的处理方法,其以简单廉价的手段使得含有硅切削屑等的固体成分的微细粒子分散成胶状悬浮的硅切削废液良好地固液分离,从

分离的固相及液相双方低负担且低成本地回收所希望的有用成分,供给再生及再利用,本发明的硅切削废液的处理方法使得上述处理可能或容易。

[0019] 本发明人持续研究试验结果得知,在含有半导体元件等制造工序中产生的硅切屑以及其他个体成分的微粒而排出的硅切削废液中,上述微粒分散成胶状悬浮,难以容易地固液分离的原因如下。

[0020] 即,在例如半导体元件制造中,在从硅锭切出硅片的切片加工中,一边向切断用的钢丝锯和硅锭的压接部循环供给由磨粒和冷却介质(切削油)构成的料浆,一边切断,在硅切削废液中也含有废料浆(磨粒和冷却介质),该冷却介质的主要成分为多醇类溶剂,其部分醚类,上述成分的混合物,表面活性剂,pH调整剂,硅切削废液中含有的固体成分微粒的表面吸附多醇类溶剂或表面活性剂,形成胶束,成为胶体胶束,该胶体胶束之间互相电荷相斥,保持为稳定的分散状态,妨害固相自然沉淀或通过过滤等固液分离。

[0021] 这样,可以通过中和包含在硅切削废液中的固体成分微粒的表面电荷等的方法,破坏胶体胶束,使其失去稳定的分散,通过基于静电相互作用的分子间力,固体成分微粒之间接触,发生集块化的二次凝集,使固相凝集沉淀,因此,可以通过在硅切削废液的分散体系中添加有机溶剂,破坏胶体胶束,发生固体成分微粒的二次凝集,使固相凝集沉淀。

[0022] 本发明人根据上述见解,进一步经过研究和试验结果发现,在硅切削废液中添加以下成分等场合,能容易确保本发明人要求的良好的固液分离(以下,在本说明书中,将其称为“相分离成分”)。

[0023] (1) 由在分子内存在电双极距的极性分子构成,在通常条件下质子不离解的极性非质子型溶剂。

[0024] (2) 同样由极性分子构成,具有质子供给性的极性质子型溶剂。

[0025] (3) 作为非离子型的非离子型凝集剂

[0026] (4) 有机螯合剂(氨基酸类、多元羧酸类、磷酸类等)、盐酸或硫酸等的无机酸。

[0027] 本发明涉及上述本发明人的研究及试验成果,为了实现本发明的目的,提出本发明技术方案如下:

[0028] (1) 一种硅切削废液的处理方法,其特征在于:

[0029] 在半导体元件制造等因晶体硅切削加工产生的硅切屑等分散悬浮的硅切削废液中,添加相分离成分,进行固液分离。

[0030] (2) 在上述技术方案(1)所述的硅切削废液的处理方法中,其特征在于:

[0031] 上述相分离成分是丙酮、丁酮、甲基异丁基酮、乙腈、1,4-二氧杂环己烷、1,3-二氧杂环戊烷、四氢呋喃、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺、1,3-二甲基-2-咪唑烷酮等的极性非质子型溶剂。

[0032] (3) 在上述技术方案(1)所述的硅切削废液的处理方法中,其特征在于:

[0033] 上述相分离成分为水、碳原子数1~4的醇等极性质子型溶剂。

[0034] (4) 在上述技术方案(1)所述的硅切削废液的处理方法中,其特征在于:

[0035] 上述相分离成分为非离子型凝集剂。

[0036] (5) 在上述技术方案(1)所述的硅切削废液的处理方法中,其特征在于:

[0037] 上述相分离成分为有机螯合剂(氨基酸类、多元羧酸类、磷酸类等)、盐酸或硫酸等的无机酸。

[0038] (6) 在上述技术方案(1)所述的硅切削废液的处理方法中,其特征在于:

[0039] 使用压滤机、带式压滤机、离心分离机、加压或减压式过滤器,从由上述相分离成分使得固液分离的上述硅切削废液,分离回收固相。

[0040] (7) 在上述技术方案(6)所述的硅切削废液的处理方法中,其特征在于:

[0041] 对分离回收上述固相后的上述硅切削废液进行减压或常压蒸馏,分离切削油的原料和相分离用溶剂进行回收。

[0042] 下面说明本发明的效果。

[0043] 按照本发明,提供一种硅切削废液的处理方法,对于含有硅切屑等固体成分微粒分散成胶状悬浮、固液分离困难的硅切削废液,仅仅以添加相分离成分这种极简单廉价的手段,能容易地使固相凝集沉降,因此,在处理工序的最初阶段能确保良好的固液分离,以低负担且低成本从分离的固相和液相双方回收所希望的有用成分,供再生及再利用,本发明的硅切削废液的处理方法使得上述处理可能或容易。

附图说明

[0044] 图1是根据本发明涉及的硅切削废液处理方法、表示分离回收废液中有用成分的处理工序一例的流程图(实施例1)。

[0045] 图2是根据以往技术、表示分离回收废液中有用成分的处理工序的流程图(专利文献5)。

具体实施方式

[0046] 下面,参照附图说明用于实施本发明的形态。在以下实施形态中,虽然对构成要素,种类,组合等作了各种限定,但是,这些仅仅是例举,本发明并不局限于此。

[0047] [实施例1]

[0048] 以下,参照图1,说明本发明涉及的一实施例。

[0049] 在本实施例中作为处理对象的硅切削废液是指,由包含因半导体元件制造中单晶硅切削加工(从硅锭切出硅片的切片到形成电路的分割切断半导体元件个片的切成小片的切断、磨削、切削、研磨的一系列加工)产生的硅切屑等排出的加工水(磨削水,切削水等)、或清洗水构成的废液,含有如下表1所示成分(从表可知,充分分离回收所含有的固体成分的本发明涉及的处理后的液相全部能供给再利用),作为添加到该硅切削废液的相分离成分,选择作为极性非质子型溶剂之一的丁酮。

[0050] 表1

硅切削废液（含有成分）	
固体成分（注1）	液体成分（注2）
有用成分	回收成分
硅切屑 16.3%	二甘醇 30.8%
磨粒 3.6%	丙二醇甲醚 30.8%
杂质	不需要成分
铁 0.1%	水 18.5%

[0051] [0052] 注1:使用株式会社 Rigaku 制波长分散型荧光 X 射线分析装置 ZSX-Primus II 型测定。磨粒 (SiC) 为计算值。

[0053] 注2:使用株式会社岛津制作所制 Gas Chromatography GC-2010 型测定

[0054] 在本实施例中,将从半导体元件制造工序排出的上述硅切削废液收纳在树脂容器(容量 200L),搬运到处理现场,在处理现场打开树脂容器盖,充分释放氢气后,将固体成分粒子分散成胶状悬浮的暗褐色废液的所希望量(2000g)移到 SUS304 制的处理容器(容量 5L),备作相分离成分添加。

[0055] 然后,对于准备在处理容器内的硅切削废液 2000g,从加液罐迅速添加作为相分离成分选择的液状的丁酮 2000g,使用叶片式电机搅拌机快速搅拌后静置,5 分钟后可以观察到硅切削废液中的固体成分凝集,20 分钟后,固相凝缩沉淀,良好地分离为清澄的液相。

[0056] 如上所述,将固体成分凝缩沉淀在处理容器底部、固相和液相分离的硅切削废液导入离心分离机,15 分钟期间,使用东兴机械株式会社制底部排出型离心分离机 TD-12(聚丙烯制滤布 PS2111,通气量 $0.75\text{ml}/\text{cm}^2/\text{秒}$),以 500G 施以离心分离,回收粘土状的分离块相(滤饼层)600g,且对分离回收固相后的液相进行分析的结果,包含硅的残存固形物总重为 0.1g。

[0057] 为了比较,将同一条件的硅切削废液 2000g,不添加任何相分离成分,在这种状态下,导入与上述相同的离心分离机,15 分钟期间,以 500G 施以离心分离,分离回收包含多量液相、过剩湿润的污泥状态的固相约 50g,另外进行的固液分离回收后的液相分析结果,包含硅的残存固形物总重约为 375g。

[0058] 如上所述,将在硅切削废液中添加作为相分离成分的丁酮使固相凝集沉淀的本实施例和没有添加相分离成分的比较例的实施结果整理在下表 2 所示,参照表 2 对比可知,仅仅在硅切削废液中添加相分离成分,在废液处理的最初阶段就能良好地确保充分的固液分离。

[0059] 表 2

[0060]

	废液容量	分离手段	分离时间	回收固相	液相残存固形物
本实施例	2000g	离心分离机	15分钟	粘土状块相 600g	0.1g
比较例	2000g	离心分离机	15分钟	污泥状固相 50g	375g

[0061] * 相分离成分 : 丁酮 (2000g)

[0062] * 分离方法 : 底部排出型离心分离机 (东兴机械株式会社制 TD-12)

[0063] * 回收固相 : 从废液分离回收的固相总重量

[0064] * 液相残存固形物 : 固相分离回收后残存在液相中的固形物总重量

[0065] 这样, 根据本实施例涉及的硅切削废液的处理方法, 无论处理方面还是设备和设施方面, 都没有伴随特别的负担, 在废液处理的最初阶段确保良好的固液分离, 其结果, 对于所回收的固相和液相分别分离回收有用成分供再生、再利用的此后的处理工序, 负担也大大减少, 能实现简单且廉价, 下面对此进行说明。

[0066] 首先, 说明固相的处理工序。通过上述离心分离从硅切削废液分离回收的固相为作为有用成分的硅、磨粒, 以及作为杂质的磨具、钢丝锯磨耗片、破碎磨粒等集块的凝聚物, 必须进一步实行除去杂质将有用成分分别分离回收的处理, 但由于湿润处于附着冷却介质的状态, 为了容易事后处理, 施以干燥处理, 使用间接加热密闭的减压空间方式的流动式干燥机 (CONICAL 干燥机) 得到干燥固相, 经本实施例回收固相良好的固液分离, 冷却介质以及相分离成分附着率约为 35 重量%, 故不需要特别考虑或附加处理, 且冷却介质组成为二甘醇、丙二醇甲醚、以及水, 系容易产生共沸的组成, 因此, 容易干燥, 能实现非常简单有效的干燥处理。

[0067] 上述干燥处理得到的块状干燥固相粉碎成粉末后, 可以用公知的方法, 例如, 通过盐酸和氢氟酸处理分离除去钢丝锯磨耗片 (主要成分为铁), 通过 5000G 的高速离心分离机分离磨粒和破碎磨粒, 得到仅由硅成分构成的水浆液, 并可以使用 TURBO 分级机容易地分离磨粒。

[0068] 其次, 本实施例通过离心分离得到的回收液相也充分分离固体成分结果, 不需要为了除去残留固体成分如以往实行的通过网眼 0.1 μm 左右的高价陶瓷过滤器等的精密过滤处理, 也不需要考虑对于因残留硅为起因的氢气的确保安全处理, 因此, 该有用成分的分回收非常简便, 不伴随特别负担, 在本实施例中, 通过常压蒸馏添加丁酮的回收液相, 能容易地回收冷却介质原料和相分离用溶剂。

[0069] 如上所述, 根据本实施例, 对于固体成分的微细粒子分散悬浮的硅切削废液, 添加作为相分离成分的丁酮, 通过这种非常简单廉价的手段容易使得固相凝集沉淀, 在处理工序最初阶段确保良好的固液分离, 因此, 与以往例 (图 2) 相比可知, 不仅最初阶段的固液分离, 而且从分离的固相和液相分离回收所希望的有用成分的处理也低负担且低成本地能简单地实施。

[0070] 在本实施例中, 作为相分离成分使用丁酮, 但本发明并不局限于此, 很多极性非质子型溶剂都可以使用, 即使限于本发明人试验确认, 与丁酮相同, 丙酮、甲基异丁基酮、乙腈、1,4-二氧杂环己烷、1,3-二氧杂环戊烷、四氢呋喃、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙

酰胺、1,3-二甲基-2-咪唑烷酮等也能实现良好的固液分离。

[0071] 又,在本实施例以及以下各实施例中,将半导体元件制造的全切削加工过程(切片、镜面加工、背面磨削、切成小片过程的切断、磨削、切削、研磨的一系列加工)排出的硅切削废液作为处理对象,但是,本发明并不局限于此,只要是在硅切削加工工序排出的含有硅切屑的废液,并不局限于半导体元件制造,同样,仅仅在一部分切削加工工序排出的废液也可以作为处理对象。

[0072] 再有,在本实施例以及以下各实施例中,硅切削废液的固液分离手段,对于由该固液分离回收的固相和液相的有用成分分离回收的处理不过表示一例,无论用于上述分离回收处理的手段还是装置都不局限于此,例如,对于添加相分离成分使固相凝缩沉淀的硅切削废液的分离手段,除了本实施例列举的离心分离机之外,还可以使用压滤机,带式压滤机,加压或减压式过滤器等,能简单容易地确保固相和液相的良好的分离回收,另外,干燥处理也不仅限于流动式干燥机,又,当回收液相分离时,不限于本实施例的常压蒸馏,也可以使用减压蒸馏代替。

[0073] [实施例 2]

[0074] 本实施例表示实施本发明涉及的硅切削废液的处理方法的另一例,处理对象为与实施例 1 相同条件的硅切削废液,作为相分离成分,使用极性质子型溶剂即甲醇,相对硅切削废液 2000g,添加 2500g 甲醇,搅拌静置,40 分钟后固相和液相明显分离。

[0075] 下面,在与实施例 1 相同条件下施以离心分离,回收粘土状的分离块相 650g,又,对分离回收固相后的液相进行分析结果,包含硅的残存固形物总重为 0.5g。

[0076] 甲醇是最廉价的溶剂,沸点低,涉及固液分离的费用低,这是其特征,但凝集沉淀物粒度与丁酮场合相比稍稍细,分离需要的液体的量也增加。

[0077] 如上所述,将在硅切削废液中添加甲醇作为相分离成分的本实施例和不添加相分离成分的比较例的实施结果整理在下表 3 所示,在添加甲醇的本实施例中,在废液处理的最初阶段能良好地确保充分的固液分离。

[0078] 表 3

[0079]

	废液容量	分离手段	分离时间	回收固相	液相残存固形物
本实施例	2000g	离心分离机	15分钟	粘土状块相 650g	0.5g
比较例	2000g	离心分离机	15分钟	污泥状固相 50g	375g

[0080] * 相分离成分:甲醇(2500g)

[0081] * 分离手段:底部排出型离心分离机(东兴机械株式会社制 TD-12)

[0082] * 回收固相:从废液分离回收的固相总重量

[0083] * 液相残存固形物:固相分离回收后残存在液相中的固形物总重量

[0084] 又,在本实施例中,对于添加甲醇使得固液分离的固相和液相,分别施以与实施例 1 相同处理,分离回收各有用成分,在废液处理最初阶段确保良好的固液分离,结果,与实施例 1 一样,能大大降低各处理工序的负担和成本。

[0085] 又,在本实施例中,作为相分离成分使用甲醇,但是,也可以使用水、碳原子数 1 ~ 4 的醇类等其他极性质子型溶剂,也能实现良好的固液分离。

[0086] [实施例 3]

[0087] 本实施例也表示实施本发明涉及的硅切削废液的处理方法的又一例,处理对象为与实施例 1 相同条件的硅切削废液,作为相分离成分,使用非离子型凝集剂 DIAFLOC NP800 (DIANITRIX 株式会社制),相对硅切削废液 2000g,添加 DIAFLOC NP800 的 0.1 重量% 水溶液 60g,搅拌静置,120 分钟后,固相和液相明显分离。

[0088] 下面,在与实施例 1 相同条件下施以离心分离,回收粘土状的分离块相 800g,又,对分离回收固相后的液相进行分析结果,包含硅的残存固形物总重为 0.05g。

[0089] 有机高分子类凝集剂即使少量,凝集效果也大,具有固液分离费用便宜的特征,着眼于液相侧回收场合,是非常有效的手段,但有机高分子类凝集剂残留在固相侧,用于再利用的处理烦杂,金属污染物也一起引入,因此,难以得到纯度高的硅和磨粒。

[0090] 在硅切削废液中添加非离子型凝集剂作为相分离成分的本实施例和不添加相分离成分的比较例的实施结果整理如下表 4 所示,在本实施例中,在废液处理的最初阶段能良好地确保充分的固液分离。

[0091] 表 4

[0092]

	废液容量	分离手段	分离时间	回收固相	液相残存固形物
本实施例	2000g	离心分离机	15分钟	粘土状块相 800g	0.05g
比较例	2000g	离心分离机	15分钟	污泥状固相 50g	375g

[0093] * 相分离成分 :非离子型凝集剂 (DIAFLOC NP800 的 0.1 重量%水溶液 60g)

[0094] * 分离手段 :底部排出型离心分离机 (东兴机械株式会社制 TD-12)

[0095] * 回收固相 :从废液分离回收的固相总重量

[0096] * 液相残存固形物 :固相分离回收后残存在液相中的固形物总重量

[0097] 又,在本实施例中,对于添加非离子型凝集剂使得固液分离的固相和液相,分别施以与实施例 1 相同处理,分离回收各有用成分,如上所述,虽然回收的硅及磨粒难以得到高纯度,但与实施例 1 和实施例 2 一样,能大大降低各处理工序的负担和成本。

[0098] [实施例 4]

[0099] 本实施例也表示实施本发明涉及的硅切削废液的处理方法的又一例,处理对象为与实施例 1 相同条件的硅切削废液,作为相分离成分,使用乙二胺四乙酸,相对硅切削废液 2000g,添加乙二胺四乙酸 20g,搅拌静置,180 分钟后,固相和液相明显分离。

[0100] 下面,在与实施例 1 相同条件下施以离心分离,回收粘土状的分离块相 750g,又,对分离回收固相后的液相进行分析结果,包含硅的残存固形物总重为 0.3g。

[0101] 效果大致与有机高分子类凝集剂场合相同,但由于相分离成分的分子量小,所以,在固相侧精制时可以通过热分解法完全除去,这是其特征。

[0102] 添加乙二胺四乙酸作为相分离成分的本实施例和不添加相分离成分的比较例的

实施结果,在下表 5 对比,本实施例在废液处理的最初阶段能良好地确保充分的固液分离。

[0103] 表 5

[0104]

	废液容量	分离手段	分离时间	回收固相	液相残存固形物
本实施例	2000g	离心分离机	15分钟	粘土状块相 750g	0.3g
比较例	2000g	离心分离机	15分钟	污泥状固相 50g	375g

[0105] * 相分离成分 :乙二胺四乙酸 (20g)

[0106] * 分离方法 :底部排出型离心分离机 (东兴机械株式会社制 TD-12)

[0107] * 回收固相 :从废液分离回收的固相总重量

[0108] * 液相残存固形物 :固相分离回收后残存在液相中的固形物总重量

[0109] 又,在本实施例中,对于添加乙二胺四乙酸使得固液分离的固相和液相,分别施以与实施例 1 相同处理,分离回收各有用成分,虽然回收的硅及磨粒难以得到高纯度,但与实施例 1 至实施例 3 一样,能大大降低各处理工序的负担和成本。

[0110] 又,在本实施例中,作为相分离成分使用乙二胺四乙酸,此外,也可以使用有机螯合剂(氨基酸类、多元羧酸类、磷酸类等)、盐酸或硫酸等无机酸,确认良好的固液分离。

[0111] 在上述实施形态中所示的各成分及构成都不过是实施本发明时进行的具体化一例,并不因上述实施形态限定解释本发明的技术范围。

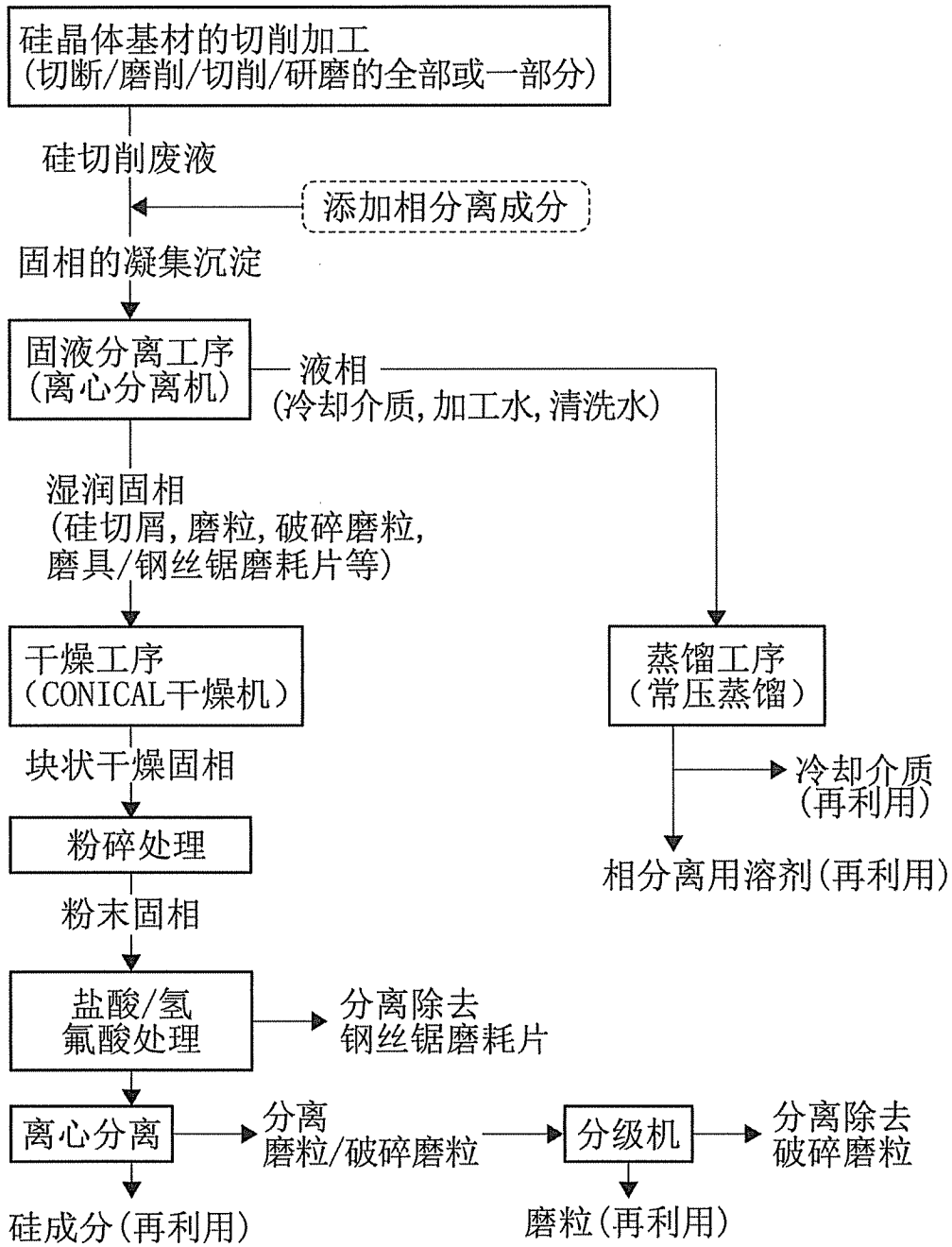


图 1

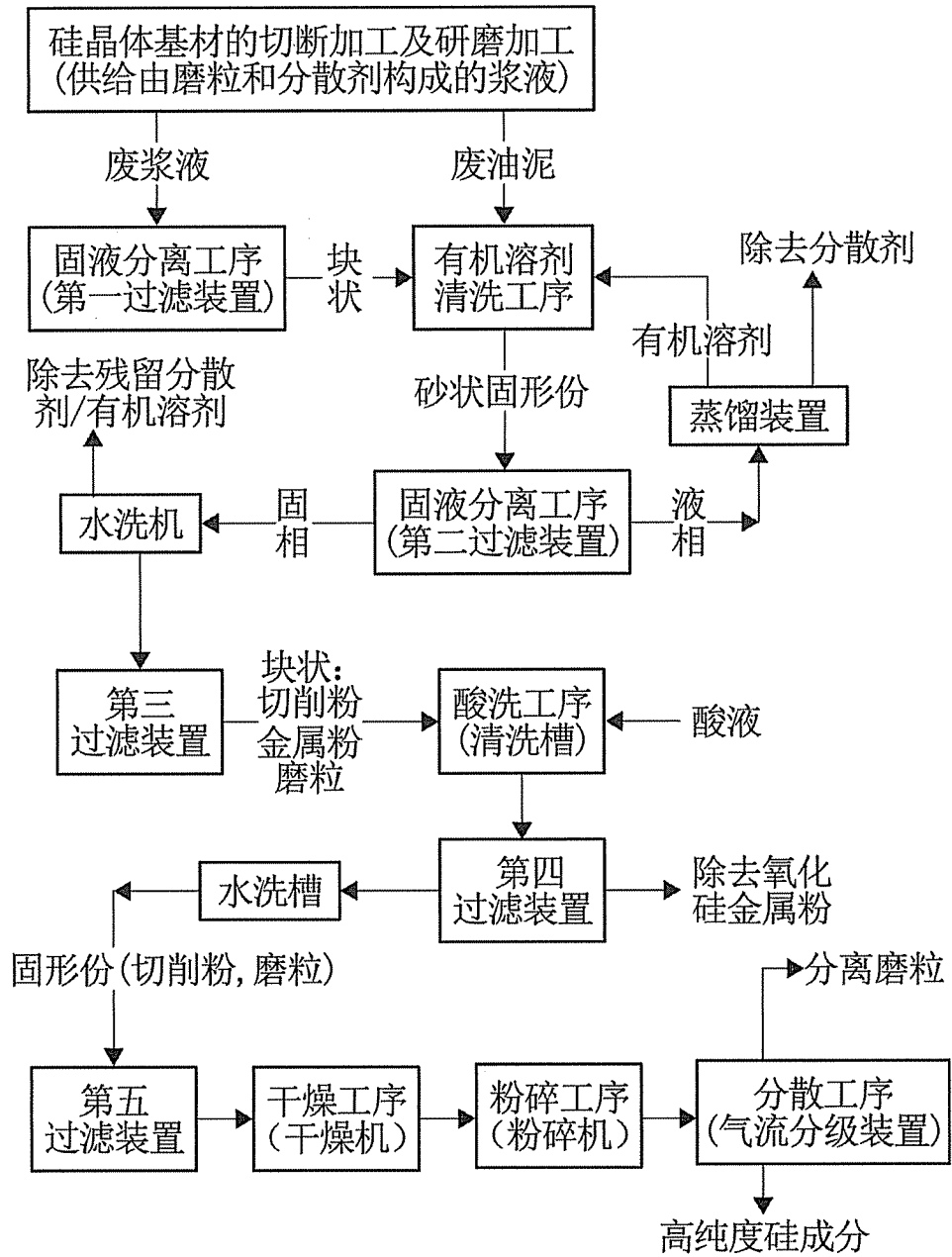


图 2