

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
3. Juni 2011 (03.06.2011)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2011/064170 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:
B28D 5/00 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2010/067945

(22) Internationales Anmeldedatum:
22. November 2010 (22.11.2010)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2009 054 348.1
24. November 2009 (24.11.2009) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **MESSER GROUP GMBH** [DE/DE]; Otto-Volger-Str. 3c, 65843 Sulzbach (DE).

(72) Erfinder; und

(71) Anmelder : **COENEN, Wolfgang** [DE/DE]; Arp Schnitger Str. 5, 28879 Grasberg (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **BERGER, Thomas** [DE/DE]; Priembergweg 48, 45257 Essen (DE). **GOCKEL, Frank** [DE/FR]; 10, rue d'Eglise, F-77410 Charny (FR).

(74) Anwalt: **MÜNZEL, Joachim**; c/o Messer Group GmbH, Otto-Volger-Str. 3c, 65843 Sulzbach (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, 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, KM, 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, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, 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) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (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, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR TREATING ABRASIVE SLURRIES CONTAINING Si/SiC

(54) Bezeichnung : VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUM BEHANDELN VON Si/SiC-HALTIGEN SCHLEIFSCHLÄMMEN

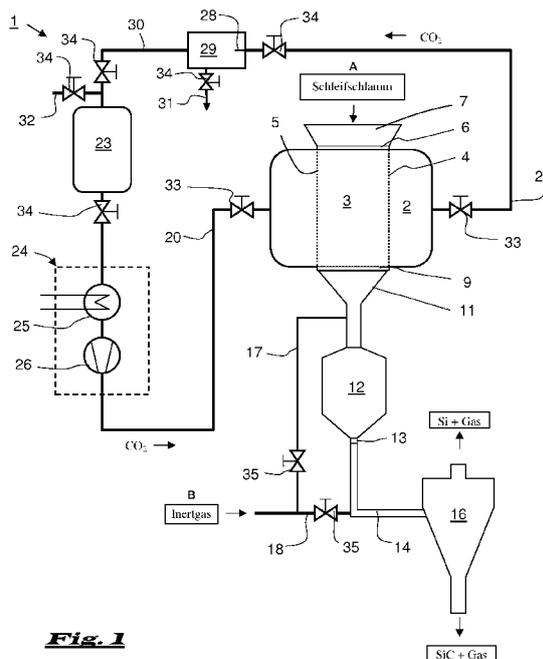


Fig. 1

A abrasive slurry
B inert gas

(57) Abstract: The invention relates to reclaiming silicon and/or silicon carbide from siliceous abrasive slurries, wherein the abrasive slurries are first subjected to a method for high-pressure extraction by means of liquid or supercritical carbon dioxide, wherein components comprising oil and polyethylene are dissolved in carbon dioxide. The resulting intermediate product containing Si/SiC and in powder form is subjected under vacuum or inert gas atmosphere to a separating process (16) for separating into a fraction comprising silicon carbide and a fraction comprising silicon. Said separating process (16) preferably consists of separating in a fine screen, a sieve, or a cyclone (16). In particular high-purity silicon can be reclaimed by means of the method according to the invention.

(57) Zusammenfassung: Um die Wiederverwertung von Silizium und/oder Siliziumkarbid aus siliziumhaltigen Schleifschlämmen zu ermöglichen, werden erfindungsgemäß die Schleifschlämme zunächst einem Verfahren zur Hochdruckextraktion mittels flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid unterworfen, wobei öl- und polyethylenhaltige Bestandteile im Kohlendioxid gelöst werden. Das resultierende Si/SiC-haltige, pulverförmige Zwischenprodukt wird unter Vakuum oder Inertgasatmosphäre einem Trennverfahren (16) zum Trennen in eine siliziumkarbidhaltige Fraktion und eine Siliziumfraktion unterworfen. Bei diesen Trennverfahren (16) handelt es sich bevorzugt um eine Trennung in einem Sieb, einem Sieb oder einem Zyklon (16). Durch das erfindungsgemäße Verfahren wird insbesondere Silizium mit einer hohen Reinheit zurück gewonnen.

WO 2011/064170 A1



Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)

— vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eingehen (Regel 48 Absatz 2 Buchstabe h)

Verfahren und Vorrichtung zum Behandeln von Si/SiC-haltigen Schleifschlämmen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren sowie eine Vorrichtung zum Behandeln von Si/SiC-haltigen Schleifschlämmen.

Derartige Schleifschlämme fallen insbesondere bei der Herstellung von Silizium-Wafern an. In dem derzeitigen gängigsten Verfahren der Waferherstellung wird zunächst Reinsilizium aus Quarz gewonnen und anschließend in Siliziumblöcken oder Siliziumstäben, so genannten „Ingots“, gegossen oder gezogen. Diese Ingots werden mittels eines mechanischen Sägeprozesses zu Siliziumscheiben, so genannte Wafer, zersägt. Dieser mechanische Sägeprozess erfolgt nach dem heutigen Stand der Technik ganz überwiegend mittels eines Stahlsägedrahtes, der mit hoher Geschwindigkeit von einer Rolle auf eine zweite Rolle abgespult wird. Der Ingot ist dabei auf eine Glasplatte geklebt, mit der er durch die Säge geschoben wird. Neben dem Sägedraht wird eine Sägesuspension bestehend aus Siliziumkarbid (SiC) als Sägehilfsmittel und Polyethylenglykol (PEG) oder Öl als Kühl- und Trägermittel für das Siliziumkarbid eingesetzt. Die Sägesuspension wird auf den sich abrollenden Stahlsägedraht gegeben, wobei das Siliziumkarbid als relativ hartes Element die eigentliche Sägeleistung erbringt und der Sägedraht lediglich das Siliziumkarbid transportiert. Die verwendete Sägesuspension muss nach mehrmaliger Anwendung ausgewechselt und entweder entsorgt oder aufbereitet werden, da der zunehmende Siliziumabrieb die Sägeeigenschaften verschlechtert. Auf diese Weise bilden sich Schleifschlämme, die neben Silizium einen hohen Anteil von Siliziumkarbid sowie flüssiges Trägermittel beinhalten. Durch den Sägeprozess gehen über 40 % des Silizium-Ausgangsmaterials und das gesamte eingesetzte Siliziumkarbid verloren. Aus diesem Grunde gab es bereits in der Vergangenheit Überlegungen, die im Schleifschlamm enthaltenen Wertstoffe zu rezyklieren.

In der WO 2006/137098 A1 wird vorgeschlagen, das in Schleifschlämmen enthaltene Siliziumkarbid in Hydrozyklonen unter Einsatz von Wasser und Chemikalien herauszulösen. Bei diesem Prozess wird jedoch das Silizium oxidiert und andern Industrieprozessen zugeführt.

Aus der EP 1351891 B1 ist ein Verfahren zur Rückgewinnung von Siliziumkarbid aus mit Polyethylenglykol (PEG) oder Öl verschmutzten Si/SiC - Schleifschlämmen bekannt. Bei diesem Verfahren wird zunächst durch Erhitzen im Vakuum oder einer Inertgasatmosphäre PEG bzw. Öl aus dem Schleifschlamm abgetrennt. Aus dem verbliebenen Si/SiC - Gemisch werden keramische Formkörper gebildet, die in einer Stickstoffatmosphäre bei einer Temperatur gesintert werden, bei der das Silizium mit Stickstoff zu Siliziumnitrid reagiert, das die verbliebenen SiC-Teilchen miteinander verbindet. Auch dieses Verfahren hat in erster Linie die Rückgewinnung von Siliziumkarbid zum Gegenstand.

In der WO 2008/13327 A1 wird eine Apparatur zur Wiedergewinnung von Schleifschlämmen bei der Produktion von Siliziumwafern beschrieben. Die Apparatur umfasst eine Heizeinrichtung, in der der Schleifschlamm auf eine Temperatur zwischen 60°C und dem Siedepunkt des eingesetzten Schleiföls erhitzt wird, und eine Zentrifuge, in der anschließend die Trennung einer öl- und siliziumreichen Flüssigphase von einer siliziumkarbidreichen Phase erfolgt. Eine weitere Zentrifugation ermöglicht die weitere Auftrennung der Flüssigphase.

Die WO 2009/126922 A2 beschreibt ein Verfahren zur Wiederaufbereitung von Silizium, Siliziumkarbid und PEG aus Schleifschlämmen. Bei diesem Gegenstand wird im Schleifschlamm enthaltene Flüssigkeit, beispielsweise Öl, PEG oder Wasser mittels physikalischer Trennverfahren, beispielsweise einer Filterpresse, einem Hydrozyklon oder einer Zentrifuge zumindest weitgehend unter Erhalt eines feuchten, Si/SiC - haltigen Pulvers abgetrennt. Zur Rezyklierung des Siliziums wird das Pulver einem mit Siliziumtetraiodid (SiI_4) befüllten Reaktor zugeführt, in dem sich bei einer Temperatur von etwa 1250°C Siliziumdiiodid (SiI_2) bildet, aus dem anschließend in einem weiteren Reaktor bei einer Temperatur von 700°C bis 1000°C reines Silizium gewonnen wird. Dieses Verfahren ist mit einem hohen apparatetechnischen Aufwand und aufgrund der hohen benötigten Temperaturen mit einem beträchtlichen Energieaufwand verknüpft.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist daher, die ein alternatives Verfahren zur Rezyklierung von Silizium und/oder Siliziumkarbid aus Schleifschlämmen, insbesondere von bei der Silizium-Waferproduktion anfallenden Schleifschlämmen

sowie eine entsprechende Vorrichtung bereitzustellen, das mit einem geringeren Energieverbrauch und einem geringeren apparativen Aufwand als bei Verfahren nach dem Stand der Technik auskommt.

Gelöst wird diese Aufgabe mit einem Verfahren gemäß Patentanspruch 1 sowie mit einer Vorrichtung gemäß Patentanspruch 6. Vorteilhafte Ausgestaltungen sind in den Unteransprüchen angegeben.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zum Behandeln von siliziumhaltigen Schleifschlämmen werden zunächst die Schleifschlämme in einer Extraktionskammer mit Kohlendioxid in flüssigem oder überkritischen Zustand in Kontakt gebracht, wobei durch das flüssige oder überkritische Kohlendioxid Öl oder Polyethylenglykol (PEG) enthaltende Bestandteile des Schleifschlammes herausgelöst (extrahiert) werden. Infolge des bevorzugt unter hohem Druck (Hochdruckextraktion) ablaufenden Extraktionsvorgangs wird der weitaus größte Teil der öl- bzw. PEG –haltigen Bestandteile im Kohlendioxid gelöst. Sodann wird das mit den ölhaltigen oder polyethylenglykolhaltigen Bestandteilen beladene überkritische oder flüssige Kohlendioxid vom Schleifschlamm getrennt, wobei ein Silizium und Siliziumkarbid enthaltene Pulver (im Folgenden: Si/SiC - haltiges Pulver) zurückbleibt, welches anschließend unter Vakuum oder unter einer Inertgasatmosphäre einem Trennverfahren zum Trennen in eine siliziumkarbidhaltige Fraktion und eine Siliziumfraktion zugeführt wird.

Durch die Führung sämtlicher sich an die Extraktion anschließender Verfahrensschritte im Vakuum bzw. unter Inertgasatmosphäre wird insbesondere eine Oxidation des Siliziums und des Siliziumkarbids sicher vermieden, was die anschließende Wiederaufarbeitung dieser Komponenten wesentlich erleichtert.

Als Trennverfahren zum Trennen der Feststofffraktionen des extrahierten Schleifschlammes kann im Rahmen der Erfindung jedes hierzu geeignete Trennverfahren oder eine Kombination mehrerer Trennverfahren in aufeinanderfolgenden Schritten angewandt werden. In einer besonders vorteilhaften Ausführungsform wird das Si/SiC - haltige Pulver mittels eines Inertgases fluidisiert und zum Trennen einer siliziumkarbidhaltigen Fraktion von einer Siliziumfraktion

einem Zyklon zugeführt. Wesentlich dabei ist, dass die Fluidisierung nicht mit Luft, sondern mit einem zumindest weitgehend sauerstofffreien Gas erfolgt, um eine Oxidation des Siliziums und/oder des Siliziumkarbids zu vermeiden. Dabei kann es sich beispielsweise um Kohlendioxid, Stickstoff oder ein Edelgas handeln.

Alternativ oder ergänzend zum vorgenannten Trennverfahren in einem Zyklon kann das Si/SiC - haltige Pulver in einem Sieb in eine siliziumkarbidhaltige Fraktion und eine Siliziumfraktion, wobei der Sieb mit einem zumindest weitgehend sauerstofffreien Inertgasstrom betrieben wird. Auch hier ist zur Erzielung eines qualitativ hochwertigen Ergebnisses wesentlich, dass der sowohl der Trennprozess als auch die Zuführung des zu trennenden Si/SiC-haltigen Pulvers in einer zumindest weitgehend sauerstofffreien Atmosphäre erfolgt.

Eine gleichfalls vorteilhafte Ausgestaltung der Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, dass das Si/SiC - haltige Pulver einem inerten Fluid zugeführt und anschließend die Trennung in eine siliziumkarbidhaltigen Fraktion und eine Siliziumfraktion mittels Flotation und/oder Sedimentation der Fraktionen erfolgt. Der Trennvorgang erfolgt hier also aufgrund der unterschiedlichen Dichte der beiden Fraktionen mit Hilfe eines geeigneten Fluids. Bei dem Fluid kann es sich um eine Flüssigkeit oder um ein Gas handeln, wobei besonders bevorzugt das Fluid so gewählt ist, dass seine Dichte den jeweiligen Erfordernissen nach Art einer Schwertrübe einstellbar ist.

Eine vorteilhafte Weiterbildung der Erfindung sieht vor, dass das mit den polyethylenglykolhaltigen oder ölhaltigen Bestandteilen beladene flüssige oder überkritische Kohlendioxid verdampft oder entspannt wird und dadurch von den Bestandteilen befreit wird. Bei der Entspannung bzw. dem Verdampfen des Kohlendioxids fallen die Öl- bzw. PEG-haltigen Bestandteile aus und können einer erneuten Verwertung oder der Entsorgung zugeführt werden. Das Kohlendioxid kann anschließend wieder verflüssigt oder in den überkritischen Zustand verbracht und erneut zur Extraktion von Schleifschlamm eingesetzt werden.

Die Aufgabe der Erfindung wird auch durch eine Vorrichtung zum Behandeln von siliziumhaltigen Schleifschlämmen gemäß Anspruch 6 gelöst. Eine erfindungsgemäße Vorrichtung umfasst dabei einen Druckbehälter, der mit einer

Zuleitung sowie mit einer Ableitung für Kohlendioxid im flüssigen oder überkritischen Zustand ausgerüstet ist, eine im Druckbehälter aufgenommene Extraktionskammer, deren Wände zumindest abschnittsweise so ausgebildet sind, dass sie für flüssiges, überkritisches oder gasförmiges Kohlendioxid durchlässig, für Feststoffpartikel dagegen zumindest weitgehend undurchlässig ist, und eine Abführeinrichtung für bei der Extraktion in der Extraktionskammer erzeugtes Si/SiC- haltiges Pulver, die mit der Extraktionskammer sowie mit einer Trenneinrichtung zum Trennen einer siliziumkarbidreichen Fraktion von einer siliziumreichen Fraktion im wesentlichen gasdicht verbindbar ist.

Aufgrund der halbdurchlässigen Ausgestaltung der Wände der Extraktionskammer kann bei der Extraktion des Schleifschlammes mit dem flüssigen oder überkritischen Kohlendioxid das mit den öl- oder PEG-haltigen Bestandteilen beladene Kohlendioxid zuverlässig von der zurückbleibenden pulverförmigen Feststofffraktion getrennt werden. Die Extraktionskammer ist weiterhin mit einer Zuführung für Schleifschlämme versehen. Diese bevorzugt als Druckschleuse ausgestaltete Zuführung ermöglicht es einerseits, eine begrenzte Menge an Schleifschlamm vor Beginn der Extraktion in den Extraktor einzufüllen und vorzulegen, andererseits aber auch, frischen Schleifschlamm auch während des Extraktionsvorgangs in den Extraktor kontinuierlich einzudosieren. Die Extraktionskammer ist über eine Abführeinrichtung für Si/SiC – haltiges Pulver mit einer ihrerseits gasdicht abschließbaren Trenneinrichtung zumindest weitgehend gasdicht verbindbar, in der eine Auftrennung der Feststofffraktion in eine siliziumkarbidreiche Fraktion und eine siliziumreiche Fraktion erfolgt. Als „mit der Trenneinrichtung verbindbar“ soll hier sowohl eine geschlossene Leitung verstanden werden, die sowohl mit der Extraktionskammer als auch mit der Trenneinrichtung verbunden ist, also auch ein im wesentlichen gasdicht verschließbarer Behälter, der nacheinander an die Extraktionskammer und an die Trenneinrichtung angeschlossen werden kann, um die Zuführung der Feststofffraktion unter zumindest weitgehendem Ausschluss von Luftsauerstoff an die Trenneinrichtung zu gewährleisten.

Als bevorzugte Trenneinrichtung zum Trennen einer siliziumkarbidhaltigen Fraktion von einer Siliziumfraktion kommt insbesondere ein Sieb, ein Sieb oder ein Zyklon oder eine Kombination mehrerer dieser Trenneinrichtungen in Betracht.

Um die Wiederverwertung des eingesetzten Kohlendioxids und/oder der öl- bzw. PEG - haltigen Bestandteile zu ermöglichen, sieht eine weiter vorteilhafte Weiterbildung der Erfindung vor, dass die vom Druckbehälter ausgehende Ableitung für das flüssige oder überkritische Kohlendioxid an einer Entspannungsdüse in einem Separator ausmündet, welcher Separator über eine Gasleitung mit einer Verflüssigungsvorrichtung zum Verflüssigen des gasförmigen Kohlendioxids strömungsverbunden ist, in dem das im Separator entspannte, gasförmige Kohlendioxid wieder in den flüssigen oder überkritischen Zustand bringbar ist, und welche Verflüssigungsvorrichtung zu mit der Zuleitung für Kohlendioxid des Druckbehälter in Strömungsverbindung steht. Bei dieser Ausführungsform der Erfindung wird das Kohlendioxid also im Kreislauf geführt und muss während der Behandlung nur in geringen Mengen durch frisches Kohlendioxid ergänzt werden.

Eine andere zweckmäßige Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung sieht vor, dass der Druckbehälter und/oder die Extraktionskammer um eine im Wesentlichen horizontale Achse drehbar gelagert ist. In diesem Falle ist es möglich, den Druckbehälter bzw. die Extraktionskammer während der Extraktion zu drehen. Derartige Systeme sind etwa aus der Lebensmitteltechnik bekannt, z. B. bei der Beladung von Maltodextrin - Pulver mit Gasen. Durch die Rotationsbewegung könnten kleinere Agglomerate im Schleifschlamm schnell aufgebrochen werden, so dass ein feines Pulver gewonnen werden kann.

Anhand der Zeichnung soll ein Ausführungsbeispiel der Erfindung näher erläutert werden. Die einzige Zeichnung (Fig. 1) zeigt schematisch den Aufbau einer erfindungsgemäßen Vorrichtung.

Die Vorrichtung 1 umfasst einen für die Hochdruckextraktion von Schleifschlämmen geeigneten Druckbehälter 2. Im Druckbehälter 2 ist die eigentliche Extraktionskammer 3 aufgenommen, die für die Aufnahme des zu behandelnden Schleifschlammes bestimmt ist. Die Extraktionskammer 3 ist vom übrigen Innenraum des Druckbehälters 2 mit Wänden 4, 5 abgeteilt, welche zumindest abschnittsweise für Kohlendioxid im flüssigen oder überkritischen Zustand durchlässig, für Silizium bzw. Siliziumkarbid enthaltende Bestandteile des Schleifschlammes jedoch

undurchlässig sind. Realisiert wird dies durch einen entsprechend filter- oder siebartigen Aufbau der Wände 4, 5 bzw. von deren Wandabschnitten. Beispielsweise sind die Wände 4, 5 aus porösen Sintermetallscheiben aufgebaut. Zum Zuführen des Schleifschlammes ist die Extraktionskammer 3 mit einer druckfesten Schleuse 6 und einem Aufnahmetrichter 7 versehen; eine weitere Schleuse 9 ist an einer Entladeöffnung 10 der Extraktionskammer 3 angeordnet. Anstelle zweier getrennter Schleusen 6, 9 ist es prinzipiell auch möglich, die Schleifschlämme über eine einzige Schleuse sowohl zu- als auch abzuführen. In diesem Falle ist beispielsweise der Druckbehälter in hier nicht gezeigter Weise um eine horizontale Achse drehbar gelagert, sodass beim Einfüllen die (einzige) Schleuse nach oben – im geodätischen Sinne – gerichtet ist, beim Entleeren dagegen nach unten. An die Schleuse 9 schließt sich ein Auffangtrichter 11 an, der zumindest dann, wenn die Schleuse 9 geöffnet wird um die Extraktionskammer 3 zu entleeren, zumindest weitgehend gasdicht mit der Schleuse 9 und damit mit der Extraktionskammer 3 verbindbar ist. Der Auffangtrichter 11 mündet in einen Zwischenspeicher 12, in dem das in der Extraktionskammer 3 behandelte Gut zur weiteren Verarbeitung zwischengelagert wird. Der Zwischenspeicher 12, der im Wesentlichen gasdicht aufgebaut und ebenso im Wesentlichen gasdicht mit dem Auffangtrichter 11 verbunden ist, ist über eine Schleuse 13 mit einer Transportleitung 14 verbunden, über die der Weitertransport des im Zwischenspeicher 12 gelagerten Guts erfolgt. Die Transportleitung 14 mündet in eine Trenneinrichtung 16 ein, bei der es sich beispielsweise um einen Siebtrichter oder um einen Fliehkraftabscheider (Zyklon) handeln kann. In den Auffangtrichter 11 und die Transportleitung 14 münden Gaszuleitungen 17, 18 ein, die in hier nicht gezeigter Weise mit einer Quelle für ein Inertgas, beispielsweise ein Edelgas, Stickstoff oder Kohlendioxid, verbunden sind.

Außerhalb der Extraktionskammer 3 ist der Druckbehälter 2 mit einer Zuleitung 20 und einer Ausleitung 21 für Kohlendioxid im flüssigen oder überkritischen Zustand verbunden. Die Zuleitung 20 ist mit einem Kohlendioxidtank 23 verbunden, in dem das Kohlendioxid im Ausführungsbeispiel im gasförmigen oder flüssigen Zustand gelagert wird. Um das im Kohlendioxidtank 23 gelagerte Kohlendioxid auf den gewünschten, flüssigen oder überkritischen Zustand zu bringen, ist stromab zum Kohlendioxidtank 23 eine Kompressionseinheit 24 vorgesehen. Die Kompressionseinheit 24 umfasst einen Kompressor 25 oder mehrere Kompressoren sowie einen

oder mehrerer Wärmetauscher 26, in denen dem Kohlendioxid die vom Kompressor 25 zugeführte Kompressionswärme zumindest weitgehend entzogen wird. Bei dem Wärmetauscher 26 bzw. den Wärmetauschern handelt es sich beispielsweise um konventionelle Kältemaschinen oder um kryogene Kühleinrichtungen, bei denen der Wärmetausch mittels eines kondensierten Gases, beispielsweise verflüssigtem Stickstoff, erfolgt. Die mit dem Druckbehälter 2 strömungsverbundene Ausleitung 21 mündet stromab zum Druckbehälter 2 mit einer Entspannungsdüse 28 in einen Separator 29 ein. Durch die Entspannung an der Entspannungsdüse 28 geht das Kohlendioxid vom flüssigen bzw. überkritischen Zustand in den gasförmigen Zustand über und gibt dabei die in der Extraktionskammer 3 eingelösten Substanzen frei. Das gasförmige Kohlendioxid wird anschließend über eine Gaszuleitung 30 dem Kohlendioxidtank 23 zugeführt, während die separierten Substanzen über eine Ableitung 31 abgeführt werden. Über eine Zuleitung 32 kann dem Kohlendioxidtank 23 zusätzliches Kohlendioxid zugeführt werden. Ventile 33, 34, 35 dienen zum Öffnen und Schließen der Leitungen 17, 18, 20, 21, 30, 31, 32.

Beim Betrieb der Vorrichtung 1 wird der zu behandelnde Schleifschlamm bei geschlossener Schleuse 9 über den Aufgabetrichter 7 und die geöffnete Schleuse 6 in die Extraktionskammer eingefüllt. Anschließend wird die Schleuse 6 geschlossen und im Innern des Druckbehälters 2 der in der Zuleitung 20 herrschende Druck von über 60 bar - bevorzugt ein Druck oberhalb des kritischen Punktes von Kohlendioxid (74 bar) - hergestellt. Durch Einleitung von Kohlendioxid im flüssigen oder überkritischen Zustand in den Druckbehälter 2 über die Zuleitung 20 erfolgt anschließend die Extraktion des eingefüllten Schleifschlammes. Das flüssige oder überkritische Kohlendioxid durchdringt die Wand 5 und kommt mit dem Schleifschlamm in Kontakt. Aufgrund seiner guten Lösungseigenschaften löst sich im Schleifschlamm enthaltenes Öl bzw. PEG im Kohlendioxid fast vollständig auf. Zurück bleibt ein Pulvergemisch aus einer siliziumreichen und einer siliziumkarbidreichen Fraktion (im Folgenden: Si/SiC-haltiges Pulver). Die Ausbildung der Schleusen 6, 9 als Druckschleusen ermöglichen sowohl eine chargenweise Behandlung des Schleifschlammes, bei der jeweils eine vorgegebene Menge an Schleifschlamm eingefüllt, extrahiert und anschließend abgeführt wird, als auch eine kontinuierliche Zu- und Abführung von Schleifschlamm während des laufenden Extraktionsvorgangs.

Das beladene Kohlendioxid wird im flüssigen bzw. überkritischen Zustand über die Ableitung 21 zum Separator 29 geleitet und dort an der Entspannungsdüse 28 auf einen Druck von beispielsweise 50 – 60 bar entspannt. Dabei geht das Kohlendioxid in den gasförmigen Zustand über, wobei die aufgenommenen Bestandteile, also etwa Öl oder PEG im Separator 29 zurückbleiben. Diese Bestandteile werden über die Ableitung 31 entnommen und können einer Wiederverwertung oder einer Entsorgung zugeführt werden. Das bei der Entspannung entstandene gasförmige Kohlendioxid wird dem Kohlendioxidtank 23 zugeführt, und steht somit wieder zur Verfügung, um in der Kompressionseinheit 24 erneut verflüssigt bzw. in den überkritischen Zustand versetzt und über Zuleitung 20 dem Druckbehälter 2 zugeführt zu werden. Durch diese Kreislaufführung des Kohlendioxids werden die Kosten für das Extraktionsmittel minimiert.

Nach einer Behandlungsdauer von typischerweise einigen Minuten werden die Ventile 33 geschlossen und der Druck im Druckbehälter 2 reduziert. Anschließend wird die Schleuse 9 geöffnet und das Si/SiC-haltige Pulver strömt in den Zwischenspeicher 12 ein. Um zu verhindern, dass das Si/SiC-haltige Pulver mit Luftsauerstoff in Kontakt kommt, wird der Auffangtrichter 11 - und damit der Zwischenspeicher 12 - zuvor über Leitung 17 mit Inertgas geflutet. Idealerweise weist dabei die sich bildende Inertgasatmosphäre im Innern des Auffangtrichters 11 bzw. des Zwischenspeichers 12 einen geringen Überdruck gegenüber Umgebungsdruck auf, um das Eindringen von Luftsauerstoff über etwaige Leckagen zu verhindern. Im Zwischenspeicher 12 wird so viel Si/SiC-haltiges Pulver aufgenommen, dass ein einwandfreier Betrieb der bevorzugt im kontinuierlichen Betrieb arbeitenden Trenneinrichtung 16 gewährleistet ist.

Das im Zwischenspeicher 12 gelagerte Si/SiC-haltige Pulver wird anschließend über die Transportleitung 14 der Trenneinrichtung 16 zugeführt. Auch die Transportleitung 18 wurde zuvor mittels Inertgas, das über die Gaszuleitung 18 eingespeist wurde, inertisiert und der darin enthaltende Sauerstoff zumindest weitestgehend verdrängt. Das über die Transportleitung 18 mit Überdruck herangeführte Inertgas kann auch zur Förderung des Si/SiC-haltigen Pulvers in der Transportleitung 14 herangezogen werden. In der Trenneinrichtung 16 erfolgt eine Auftrennung des aus Partikeln mit

einer Größe von üblicherweise mit 1 bis 10 µm bestehenden Si/SiC-haltigen Pulvers in eine siliziumreiche bzw. siliziumkarbidarme Fraktion einerseits und eine siliziumkarbidreiche und siliziumarme Fraktion andererseits. Handelt es sich bei der Trenneinrichtung 16 beispielsweise um einen Hochdruckzyklon, wird das Si/SiC-haltige Pulver zuvor mit einem Inertgas fluidisiert und dem Hochdruckzyklon zugeführt. Handelt es bei dem zu Fluidisierung benutzten Inertgas um Kohlendioxid, kann über eine Dichtevariation des Kohlendioxids sogar die Trennschärfe beeinflusst werden.

Als Trenneinrichtung 16 kann auch ein Sieb, insbesondere ein Hochdrucksieb, zum Einsatz kommen, bei dem die Trennung mithilfe eines Inertgasstroms erfolgt. Auch eine Folge mehrerer aufeinander folgender Trennschritte mit dem gleichen oder unterschiedlichen Verfahren kann zum Einsatz kommen, um eine noch höhere Reinheit der voneinander getrennten Fraktionen zu erzielen.

Die in der Trenneinrichtung 16 erzeugte siliziumreiche Fraktion wird in einem anschließenden Schritt (hier nicht gezeigt) – ebenfalls unter Inertgas – einem Schmelzbad zugeführt und aufgeschmolzen. Verunreinigungen, wie restliches Siliziumkarbid oder Metalle, konzentrieren sich als Schlacke auf der Oberfläche auf und können abgeschöpft werden. Es verbleibt in der Schmelze hochreines Silizium, das insbesondere wieder zur Herstellung von Ingots verwendet werden kann. Das SiC kann ebenfalls in an sich bekannter Weise aufgearbeitet und wiederverwertet werden.

Bezugszeichenliste

1. Vorrichtung
2. Druckbehälter
3. Extraktionskammer
4. CO₂-durchlässige Wand
5. CO₂-durchlässige Wand
6. Schleuse
7. Aufnahmetrichter
8. –
9. Schleuse
10. –
11. Auffangtrichter
12. Zwischenspeicher
13. Schleuse
14. Transportleitung
15. –
16. Trenneinrichtung
17. Gaszuleitung
18. Gaszuleitung
19. –
20. Zuleitung für Kohlendioxid
21. Ausleitung für Kohlendioxid
22. –
23. Kohlendioxidtank
24. Kompressionseinheit
25. Kompressor
26. Wärmetauscher
27. –
28. Entspannungsdüse
29. Separator
30. Gaszuleitung
31. Ableitung
32. Zuleitung
33. Ventile
34. Ventile
35. Ventile

Patentansprüche

1. Verfahren zum Behandeln von siliziumhaltigen Schleifschlämmen, bei dem
 - die Schleifschlämme in einer Extraktionskammer (3) mit Kohlendioxid in flüssigem oder überkritischem Zustand in Kontakt gebracht werden,
 - durch das flüssige oder überkritische Kohlendioxid ölhaltige oder polyethylenglykolhaltige Bestandteile des Schleifschlammes zumindest weitgehend herausgelöst werden,
 - das mit den ölhaltigen oder polyethylenglykolhaltigen Bestandteilen beladene überkritische oder flüssige Kohlendioxid vom Schleifschlamm getrennt wird, wobei ein Si/SiC - haltiges Pulver zurückbleibt,
 - das Si/SiC - haltige Pulver anschließend unter Vakuum oder unter einer Inertgasatmosphäre in einer Trenneinrichtung (16) zum Trennen in eine siliziumkarbidreiche Fraktion und eine siliziumreiche Fraktion getrennt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Si/SiC - haltige Pulver mittels eines Inertgases fluidisiert und anschließend in einem als Trenneinrichtung (16) fungierenden Zyklon in eine siliziumkarbidreiche Fraktion und eine siliziumreiche Fraktion getrennt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Si/SiC - haltige Pulver in einem als Trenneinrichtung (16) fungierenden Sichter in eine siliziumkarbidreiche Fraktion und eine siliziumreiche Fraktion getrennt wird, der mit einem Inertgasstrom betrieben wird.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Si/SiC - haltige Pulver einem inerten Fluid zugeführt und die Trennung in eine siliziumkarbidhaltigen Fraktion und eine Siliziumfraktion durch Flotation und/oder Sedimentation der Fraktionen erfolgt.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dass das mit den polyethylenglykolhaltigen oder ölhaltigen Bestandteilen beladene flüssige oder überkritische Kohlendioxid verdampft oder entspannt und dadurch von den

öhlhaltigen oder polyethylenglykolhaltigen Bestandteilen befreit wird und anschließend zumindest teilweise zum Behandeln der Schleifschlämme zurückgeführt wird.

6. Vorrichtung zum Behandeln von siliziumhaltigen Schleifschlämmen, mit einem Druckbehälter (2), der mit einer Zuleitung (20) sowie mit einer Ableitung (21) für Kohlendioxid im flüssigen oder überkritischen Zustand ausgerüstet ist, und mit einer im Druckbehälter (2) aufgenommenen Extraktionskammer (3), deren Wände (4, 5) zumindest abschnittsweise so ausgebildet sind, dass sie für flüssiges, überkritisches oder gasförmiges Kohlendioxid durchlässig, für Feststoffpartikel dagegen zumindest weitgehend undurchlässig ist, und mit einer Abführeinrichtung (11, 12, 14) für bei der Extraktion in der Extraktionskammer erzeugtes Si/SiC- haltiges Pulver, die mit der Extraktionskammer (3) sowie mit einer Trenneinrichtung (16) zum Trennen einer siliziumkarbidreichen Fraktion von einer siliziumreichen Fraktion im wesentlichen gasdicht verbindbar ist.
7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Abführeinrichtung (11, 12, 14) und/oder die Trenneinrichtung (16) mit einer Zuleitung (17, 18) für ein Inertgas in Strömungsverbindung steht.
8. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass als Trenneinrichtung (16) zum Trennen einer Siliziumkarbidhaltigen Fraktion von einer Siliziumfraktion ein Sieb, ein Sieb oder ein Zyklon vorgesehen ist.
9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die vom Druckbehälter (2) ausgehende Ableitung (21) für das flüssige oder überkritische Kohlendioxid an einer Entspannungsdüse (28) in einem Separator (29) ausmündet, welcher Separator (29) über eine Gasleitung (30) mit einer Verflüssigungsvorrichtung (24) zum Verflüssigen des gasförmigen Kohlendioxids strömungsverbunden ist, in dem das im Separator (29) entspannte, gasförmige Kohlendioxid wieder in den flüssigen oder überkritischen Zustand verbringbar ist, und welche Verflüssigungsvorrichtung

(24) mit der Zuleitung (20) für Kohlendioxid des Druckbehälters (2) in Strömungsverbindung steht.

10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die der Druckbehälter (2) und/oder die Extraktionskammer (3) drehbar gelagert ist.

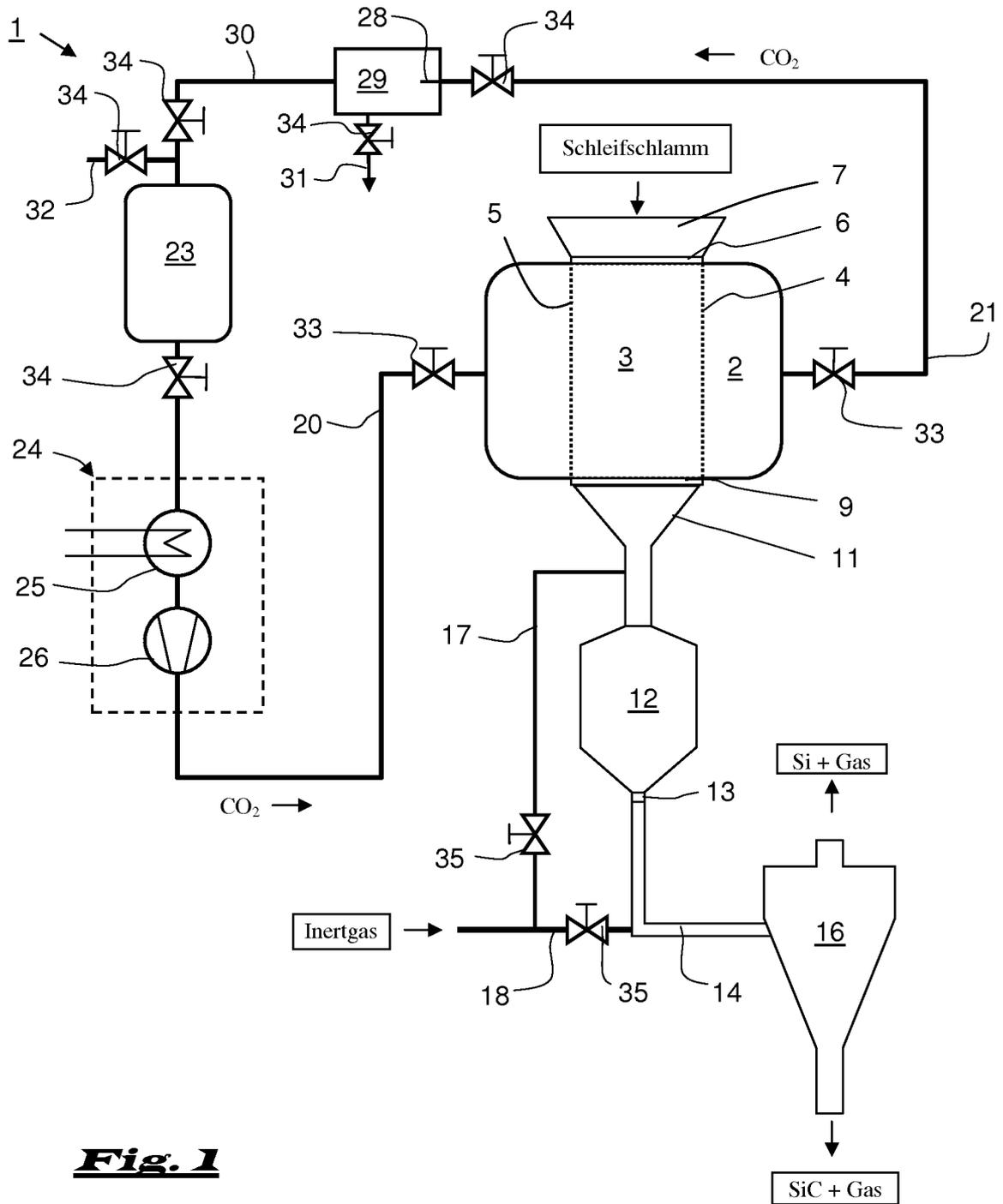


Fig. 1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2010/067945

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. B28D5/00
ADD.
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)
B28D B24B
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2001 278612 A (NIPPEI TOYAMA CORP) 10 October 2001 (2001-10-10) * abstract; figures paragraph [0013] -----	1,6
Y	WO 02/32593 A1 (COMMISSARIAT ENERGIE ATOMIQUE [FR]) 25 April 2002 (2002-04-25) page 21, line 3 - page 23, line 2; figures -----	1,6
A	WO 2006/137098 A1 (SIC HOLDING GESCHAEFTSFUEHRUNG [DE]; FRAGIACOMO GUIDO [IT]) 28 December 2006 (2006-12-28) * abstract; figures ----- -/--	1-10

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

<p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"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)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>"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</p> <p>"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</p> <p>"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.</p> <p>"&" document member of the same patent family</p>
--	--

Date of the actual completion of the international search 18 March 2011	Date of mailing of the international search report 29/03/2011
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Popma, Ronald

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2010/067945

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2009/126922 A2 (IOSIL ENERGY CORP [US]; FALLAVOLLITA JOHN ALLAN [CA]) 15 October 2009 (2009-10-15) cited in the application the whole document	1-10
A	----- WO 2008/013327 A1 (CHANG YOUNG-CHUL [KR]) 31 January 2008 (2008-01-31) cited in the application the whole document	1-10
A	----- EP 1 351 891 A1 (METALLKRAFT AS [NO]) 15 October 2003 (2003-10-15) cited in the application the whole document -----	1-10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/EP2010/067945

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 2001278612	A	10-10-2001	NONE

WO 0232593	A1	25-04-2002	AT 409084 T 15-10-2008
			DK 1347840 T3 09-02-2009
			EP 1347840 A1 01-10-2003
			FR 2815559 A1 26-04-2002

WO 2006137098	A1	28-12-2006	AU 2006260482 A1 28-12-2006
			CA 2613475 A1 28-12-2006
			CN 101218068 A 09-07-2008
			EP 1893385 A1 05-03-2008
			JP 2008546548 T 25-12-2008
			KR 20080021110 A 06-03-2008
			US 2008250723 A1 16-10-2008

WO 2009126922	A2	15-10-2009	CA 2721177 A1 15-10-2009
			EP 2274767 A2 19-01-2011
			US 2011059002 A1 10-03-2011

WO 2008013327	A1	31-01-2008	CN 101401192 A 01-04-2009

EP 1351891	A1	15-10-2003	AT 276204 T 15-10-2004
			AU 1526902 A 27-05-2002
			DE 10056957 C1 05-09-2002
			JP 2002167280 A 11-06-2002
			WO 0240407 A1 23-05-2002
			NO 20010845 A 21-05-2002

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES INV. B28D5/00 ADD.		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
B. RECHERCHIERTE GEBIETE		
Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) B28D B24B		
Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal, WPI Data		
C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Y	JP 2001 278612 A (NIPPEI TOYAMA CORP) 10. Oktober 2001 (2001-10-10) * Zusammenfassung; Abbildungen Absatz [0013] -----	1,6
Y	WO 02/32593 A1 (COMMISSARIAT ENERGIE ATOMIQUE [FR]) 25. April 2002 (2002-04-25) Seite 21, Zeile 3 - Seite 23, Zeile 2; Abbildungen -----	1,6
A	WO 2006/137098 A1 (SIC HOLDING GESCHAEFTSFUEHRUNG [DE]; FRAGIACOMO GUIDO [IT]) 28. Dezember 2006 (2006-12-28) * Zusammenfassung; Abbildungen ----- -/--	1-10
<input checked="" type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen <input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie		
* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist "E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist "T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche		Absenddatum des internationalen Recherchenberichts
18. März 2011		29/03/2011
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter Popma, Ronald

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 2009/126922 A2 (IOSIL ENERGY CORP [US]; FALLAVOLLITA JOHN ALLAN [CA]) 15. Oktober 2009 (2009-10-15) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument	1-10
A	----- WO 2008/013327 A1 (CHANG YOUNG-CHUL [KR]) 31. Januar 2008 (2008-01-31) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument	1-10
A	----- EP 1 351 891 A1 (METALLKRAFT AS [NO]) 15. Oktober 2003 (2003-10-15) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument	1-10

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2010/067945

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
JP 2001278612	A	10-10-2001	KEINE	
WO 0232593	A1	25-04-2002	AT 409084 T DK 1347840 T3 EP 1347840 A1 FR 2815559 A1	15-10-2008 09-02-2009 01-10-2003 26-04-2002
WO 2006137098	A1	28-12-2006	AU 2006260482 A1 CA 2613475 A1 CN 101218068 A EP 1893385 A1 JP 2008546548 T KR 20080021110 A US 2008250723 A1	28-12-2006 28-12-2006 09-07-2008 05-03-2008 25-12-2008 06-03-2008 16-10-2008
WO 2009126922	A2	15-10-2009	CA 2721177 A1 EP 2274767 A2 US 2011059002 A1	15-10-2009 19-01-2011 10-03-2011
WO 2008013327	A1	31-01-2008	CN 101401192 A	01-04-2009
EP 1351891	A1	15-10-2003	AT 276204 T AU 1526902 A DE 10056957 C1 JP 2002167280 A WO 0240407 A1 NO 20010845 A	15-10-2004 27-05-2002 05-09-2002 11-06-2002 23-05-2002 21-05-2002