



(10) **DE 10 2013 218 450 B3** 2014.06.05

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2013 218 450.6**

(22) Anmeldetag: **14.09.2013**

(43) Offenlegungstag: –

(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **05.06.2014**

(51) Int Cl.: **C01B 31/36 (2006.01)**

Innerhalb von neun Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(73) Patentinhaber:

**Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der
angewandten Forschung e.V., 80686, München,
DE**

(74) Vertreter:

**Patentanwälte Rauschenbach, 01187, Dresden,
DE**

(72) Erfinder:

**Adler, Jörg, 01662, Meißen, DE; Heymer, Heike,
01217, Dresden, DE**

(56) Ermittelter Stand der Technik:

DE	27 51 769	A1
DE	29 04 996	A1
DE	10 2011 115 081	A1
US	2010 / 0 284 885	A1
US	2011 / 0 300 047	A1
WO	2010/ 078 274	A2
WO	2011/ 064 170	A1

(54) Bezeichnung: **Verfahren zum Recycling von pulverförmigen Siliciumcarbid-Abfallprodukten**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Technischen Keramik und betrifft ein Verfahren zum Recycling von pulverförmigen Siliciumcarbid-Abfallprodukten, wie es beispielsweise in Schleifschlämmen oder im herstellungsbedingten Abfall an Siliciumcarbid anfällt.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zum Recycling von pulverförmigen Siliciumcarbid-Abfallprodukten anzugeben, mit dem die pulverförmigen SiC-Abfallprodukte mit einem einfachen und wirtschaftlichen Verfahren wiedereinsatzbar für bekannte Produkte und Prozesse gemacht werden.

Die Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren zum Recycling von pulverförmigen Siliciumcarbid-Abfallprodukten, bei dem pulverförmige SiC-Abfallprodukte, die mindestens 50 Ma.-% SiC und eine mittlere Korngrößen d_{50} , gemessen über Laserbeugung, zwischen 0,5 bis 500 μm aufweisen, einer Temperaturbehandlung unter Vakuum oder sauerstofffreier Atmosphäre bei Temperaturen von mindestens 2000 °C unterzogen werden.

Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Technischen Keramik und betrifft ein Verfahren zum Recycling von pulverförmigen Siliciumcarbid-Abfallprodukten, wie es beispielweise in Schleifschlämmen oder im herstellungsbedingten Abfall an Siliciumcarbid anfällt.

[0002] Siliciumcarbid (SiC) ist ein synthetisches Industriemineral, das wegen seiner herausragenden Eigenschaften (Härte, Hochtemperatureigenschaften, chemische Beständigkeit) in vielen Industriebranchen eingesetzt wird. Von besonderer Bedeutung ist sein Einsatz in Form spezieller, hochreiner und eng fraktionierter Feinstpulverkörnungen (0,5 bis ca. 250 µm) in der Mikroelektronik/Photovoltaik (Wafersägen), zur Herstellung von ballistischer Schutzkeramik für die Militärtechnik, der Automobil-/Umwelttechnik (Dieselpartikelfilter), sowie als Abrasivstoff für hochwertige Oberflächenbearbeitung im gesamten Maschinenbau.

[0003] SiC-Pulverkörnungen werden aus speziellem Roh-SiC durch Mahlung, Reinigung und Fraktionierung hergestellt. Dabei fallen hohe und konstante Mengen an geringwertigem, schlecht verwertbarem SiC an. Eine Bedarfssteigerung bei den Körnungen erfordert so immer eine Roh-SiC-Produktionssteigerung. Insofern ist eine Erhöhung der Roh-Kapazität nicht lukrativ für die Produzenten, was zu struktureller Knappheit und Preisinelastizität führt.

[0004] Die Roh-SiC-Erzeugung über den seit ca. 120 Jahren angewendeten Elektrosyntheseprozess, den sogenannten Acheson-Prozess (DE 76629 A, DE 85197 A), ist an den Strom- und Ölpreis (Rohstoff Petrolkoks), sowie die Umweltkosten (wegen hoher Staub-, CO/CO₂- und SO₂-Emissionen) gebunden. Alternative Herstellungsverfahren sind trotz vieler Versuche zumeist aus wirtschaftlichen Gründen nicht erfolgreich gewesen und stehen auch in absehbarer Zeit nicht zur Verfügung

[0005] Obwohl SiC als ein weltweit verfügbarer Massenrohstoff gilt, sind bei den strategisch wichtigen hochqualitativen Körnungen (HQ) schon seit Jahren Engpässe und Preissteigerungen zu verzeichnen. 2008 wurde ein Defizit von 40–60.000 t an HQ-SiC-Rohmaterial in Europa geschätzt (Silicon Carbide & More #24, 2008, S. 3). Ein noch größeres Problem der Spezialkörnungen ist aber, dass in den High-Tech-Anwendungen große Mengen einzelner Korngrößenbänder benötigt werden. Beides führt aufgrund der o.a. Zusammenhänge der Preisinelastizität zu Preisaufschlägen und Versorgungsengpässen für diese HQ-Spezialkörnungen.

[0006] SiC-Pulver in abrasiven Anwendungen unterliegen einem Verschleiß hinsichtlich der Schneidleis-

tung und Korngröße. Ein Großteil des SiC geht durch dissipative Vorgänge verloren. In vielen Fällen, bei denen SiC-haltige Abprodukte erfassbar sind, ist die stoffliche Trennung technisch extrem schwierig und die Aufbereitung wirtschaftlich nicht lohnend.

[0007] Seit dem industriellen Sägen von Wafern aus Silicium-Ingots fallen dagegen sehr große Mengen von verunreinigten SiC-Schleifschlämmen an. Die sogenannte SiC-Sägeslurry ist eine dickflüssige Suspension aus SiC und Polyethylenglykol (PEG). Siliciumcarbid als pulverartiger fester Bestandteil ist verantwortlich für die Härte und Sägeleistung-Polyethylenglykol (PEG) als flüssiger Bestandteil ist Träger und Kühlmittel. Durch den Sägevorgang verändert sich die Korngrößenverteilung und die Suspension wird verunreinigt. Um die Slurry wieder einsetzen zu können, muss diese gereinigt und aufbereitet werden. Dafür ist in den letzten Jahren eine Erfassungslogistik und Aufbereitungstechnik entstanden, die bis zu 80% des SiC zurückgewinnt und in den Nutzungskreislauf zurückführt. Die verbleibenden Restschlämme bestehen aus verschlissenen, d.h. zu feinkörnigem SiC-Pulver, Waferabrieb (Si), Sägedrahtabrieb (metallischen Verunreinigungen) und z.T. Filterhilfsmitteln.

[0008] Trenn- und Reinigungsverfahren für solche Mischungen existieren zwar, aber die Verwertung des Restschlamm-SiCs für hochqualitative Anwendungen scheitert an der zu geringen Korngröße und Schneidleistung, so dass gegenwärtig nur Downcycling oder Deponierung praktiziert wird. Gereinigte SiC/Si Pulver aus Säge-Restschlämmen werden beispielsweise für die Herstellung von minderwertiger reaktions- oder nitridgebundener SiC-Keramik angeboten (WO 02/40407 A1); allerdings ist der Bedarf an solchen Produkten gering. Daher wird der Großteil der Restschlämme gegenwärtig in der Metallurgie als Zuschlagstoff eingesetzt oder deponiert.

[0009] Das Wachstum von SiC durch sogenanntes Rekristallisieren ist als Verfahren prinzipiell bekannt (J. Kriegesmann, Keramische Zeitschrift 42 (1990) 7, S. 481–484) und verläuft als Sublimation/Rekondensationsprozess, vermutlich über die Gleichgewichtsreaktion $\text{SiC} + \text{SiO}(\text{g}) \leftrightarrow 2\text{Si}(\text{g}) + \text{CO}$, im Endstadium der Roh-SiC-Herstellung auch im Inneren der Acheson-Walze. Dieser Vorgang wird auch bei der Herstellung von sogenannten RSiC-Keramik genutzt, bei der geformte Erzeugnisse aus HQ-Pulvermischungen einer Wärmebehandlung bei Temperaturen von ca. 2400°C unter Schutzgas unterzogen werden (u.a. US 650234 B). Dabei sublimiert Feinkorn und bindet das gleichzeitig miteinander verwachsene Grobkorn zu einem festen, porösen Gerüst. Nach DE 1186447 A ist ein zweistufiger Prozess zur Synthese von Siliciumcarbid bekannt, bei dem im zweiten Prozessschritt eine vorreagierte Rohmischung brikettiert wird und danach einer Hochtempe-

ratur-Wärmebehandlung unterzogen wird, wobei die SiC-Partikel gereinigt und vergrößert werden.

[0010] Sowohl beim Acheson-Prozess, als auch bei der Herstellung von RSiC-Keramik entsteht jedoch eine starke Bindung und Verwachsung der SiC-Partikel über mindestens Millimeter, z.T. sogar Meterdimensionen, so dass kein verwendungsfähiges Pulver mit vereinzelt Sub-Millimeter-großen Partikeln direkt aus dem Prozess gewonnen werden können, sondern das Material klassiert, gebrochen und aufwändig gemahlen und klassiert werden muss (K.-H. Mehrwald, cfi/Ber. DKG 69 (1992) No 3, S72–81).

[0011] Bekannt ist auch, dass bei der Kristallzucht von SiC-Kristallen bei hohen Temperaturen große Kristalle über Gasphasenprozesse auf Substrate, z.B. Graphit oder SiC-Keramik aufwachsen. Hierbei entstehen ebenfalls keine losen Kristallpartikel, sondern die erwünschten großen SiC-Einkristalle, die vom Substrat mit mechanischen oder chemischen Mitteln abgelöst werden müssen.

[0012] Nachteilig bei den bekannten Lösungen des Standes der Technik ist, dass insbesondere SiC-Abfallprodukte aufgrund ihrer geringen Partikelgröße nicht wiedereinsatzbar sind für bekannte Produkte und Prozesse.

[0013] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zum Recycling von pulverförmigen Siliciumcarbid-Abfallprodukten anzugeben, mit dem die pulverförmigen SiC-Abfallprodukte mit einem einfachen und wirtschaftlichen Verfahren wiedereinsatzbar für bekannte Produkte und Prozesse gemacht werden.

[0014] Die Aufgabe wird durch die in den Ansprüchen angegebene Erfindung gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen sind Gegenstand der Unteransprüche.

[0015] Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zum Recycling von pulverförmigen Siliciumcarbid-Abfallprodukten werden pulverförmige SiC-Abfallprodukte, die mindestens 50 Ma.-% SiC und eine mittlere Korngröße d_{50} , gemessen über Laserbeugung, zwischen 0,5 bis 500 μm aufweisen, einer Temperaturbehandlung unter Vakuum oder sauerstofffreier Atmosphäre bei Temperaturen von mindestens 2000 °C unterzogen.

[0016] Vorteilhafterweise werden als pulverförmige Siliciumcarbid-Abfallprodukte sogenannte Restschlamm-SiC aus Si-Bearbeitungsprozessen, Schleifschlämme, Schleifstäube aus Oberflächenbearbeitungsprozessen, oder feinkörnige Fraktionen aus dem Herstellungsprozess von Roh-SiC eingesetzt.

[0017] Ebenfalls vorteilhafterweise wird die Temperaturbehandlung bei Temperaturen zwischen 2000 °C bis 2600 °C durchgeführt.

[0018] Weiterhin vorteilhafterweise wird die Temperaturbehandlung unter Argon- oder Stickstoffatmosphäre durchgeführt.

[0019] Und auch vorteilhafterweise werden die pulverförmigen SiC-Abfallprodukte bei der Temperatur von mindestens 2000 °C zwischen 10 und 300 min ausgesetzt.

[0020] Vorteilhaft ist es auch, wenn pulverförmige SiC-Abfallprodukte als Schüttung oder verdichtetes Pulver eingesetzt werden, die eine prozentuale Dichte, bezogen auf die Reindichte des Pulvers oder der Pulvermischung, von maximal 50 %, vorzugsweise zwischen 20 und 50 %, noch vorteilhafterweise zwischen 25 und 40 %, aufweisen.

[0021] Ebenfalls vorteilhaft ist es, wenn bekannte Hilfs- und Zusatzstoffe zur SiC-Rekristallisation zugegeben werden.

[0022] Weiterhin vorteilhaft ist es, wenn den pulverförmigen SiC-Abfallprodukten der 0,3 bis 0,5 fache Gewichtsanteil an Kohlenstoff, bezogen auf den freien Si-Gehalt und/oder den Si-Gehalt des SiO_2 , zugegeben wird, wobei noch vorteilhafterweise der Kohlenstoff in Form von Ruß oder Kokspulver zugegeben wird.

[0023] Mit der erfindungsgemäßen Lösung ist es erstmals möglich, pulverförmige SiC-Abfallprodukte mit einem einfachen und wirtschaftlichen Verfahren wiedereinsatzbar für bekannte Produkte und Prozesse zu machen.

[0024] Erreicht wird dies durch ein Verfahren zum Recycling von pulverförmigen SiC-Abfallprodukten, bei dem als Ausgangsstoffe pulverförmige SiC-Abfallprodukte eingesetzt werden, die mindestens 50 Ma.-% SiC und eine mittlere Korngröße d_{50} , gemessen über Laserbeugung, zwischen 0,5 bis 500 μm aufweisen. Derartige pulverförmige SiC-Abfallprodukte sind so feinkörnig, dass sie für die Herstellung von SiC-Produkten beispielsweise in High-Tech-Anwendungen nicht einsetzbar sind.

[0025] Dies können beispielsweise sogenannte Restschlamm-SiC aus Si-Bearbeitungsprozessen, Schleifschlämme, Schleifstäube aus Oberflächenbearbeitungsprozessen, oder feinkörnige Fraktionen aus dem Herstellungsprozess von Roh-SiC sein. Derartige pulverförmige SiC-Abfallprodukte können als Pulver in lockerer Schüttung eingesetzt werden. Pulver mit einer geringen Verdichtung, wie sie produktionstechnisch und/oder durch die Lagerung der Pulver vorliegt, können erfindungsgemäß ebenfalls als

Ausgangsstoffe eingesetzt werden. Wesentlich ist dabei, dass die Schüttung oder die verdichteten Pulver eine prozentuale Dichte, bezogen auf die Reindichte des Pulvers oder der Pulvermischung bis maximal 50 %, vorzugsweise zwischen 20 und 50 %, noch vorteilhafterweise zwischen 25 und 40%, aufweist. Die Herstellung einer Schüttung erfolgt typischerweise durch Einfüllen des losen Pulvers in einen Behälter oder durch Aufschütten auf eine Unterlage. Dabei kann ein Verteilen mit einfachen mechanischen Hilfsmitteln vorgenommen werden. Eine leichte Verdichtung kann z.B. durch Anwendung von Schwingungen, z.B. durch einen Rütteltisch oder durch Klopfen erreicht werden. Keinesfalls sollten zusätzliche Presskräfte aufgebracht werden. Die Bestimmung der Dichte der Schüttung erfolgt durch Auswägung und Volumenbestimmung der Schüttung. Die Bestimmung der Reindichte des Pulvers erfolgt z.B. durch Gaspyknometrie, kann bei bekannter Zusammensetzung auch aus der bekannten Reindichte der Komponenten berechnet werden. Bei Siliciumcarbid beträgt die Reindichte $3,21 \text{ g/cm}^3$.

[0026] Diese pulverförmigen SiC-Abfallprodukte werden dann erfindungsgemäß einer Temperaturbehandlung unter Vakuum oder sauerstofffreier Atmosphäre bei Temperaturen von mindestens $2000 \text{ }^\circ\text{C}$ unterzogen. Die Temperaturen liegen dabei vorteilhafterweise zwischen 2000°C und 2600°C , wobei gröbere Ausgangspartikel tendenziell eine höhere Temperatur benötigen, als sehr feine Partikel. Unterhalb 2000°C kommt es dagegen kaum noch zu einer starken Partikelvergrößerung. Oberhalb von 2600°C nimmt dagegen die Zersetzung des SiC so stark zu, dass der Prozess unwirtschaftlich wird. Die Verweilzeiten liegen bei den genannten Temperaturen vorteilhafterweise zwischen 10 Minuten und 300 Minuten, wobei dies auch vom zu behandelnden Pulvolumen und von der Temperatur abhängt.

[0027] Als sauerstofffreie Atmosphäre werden technische Schutzgasatmosphären, wie Argon- oder Stickstoff-Atmosphäre eingesetzt. Die Temperaturbehandlung ist sowohl unter leichtem Überdruck möglich, als auch unter Unterdruck, bis hin zu Vakuum. Vorteilhafterweise wird die Temperaturbehandlung unter Argon-Atmosphäre durchgeführt. Die thermische Behandlung ist sowohl in Batch-Öfen, als auch in kontinuierlichem Durchlaufbetrieb möglich.

[0028] Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren wird ein Wachstum der SiC-Partikel erreicht und überraschenderweise, dass die entstandenen größeren SiC-Partikel überwiegend vereinzelt in Pulverform vorliegen, so dass das Verfahrensprodukt im Wesentlichen keiner weiteren Behandlung hinsichtlich Mahlung und Reinigung unterzogen werden muss. Dies war überraschend, da ausgehend von den bekannten Prozessen der Rekristallisation von SiC mit einem Verwachsen der Kristalle gerechnet werden

musste. Tatsächlich bleibt jedoch die im Wesentlichen pulverförmige Struktur der Produkte des erfindungsgemäßen Verfahrens erhalten. Dabei liegen die Pulverpartikel entweder als vereinzelt Primärkristalle und -kristallite, d.h. ohne Verbindung miteinander vor, oder leicht verwachsen als Sekundärkristallite, d.h. als Verbindung von einzelnen, wenigen miteinander verwachsenen Primärkristallen oder -kristalliten vor. Die Größe der Sekundärkristallite beträgt dabei höchstens den Faktor 10 im Bezug auf die größte im Sekundärkristallit vorhandene Einzelkristallitgröße. Unter Kristalliten werden Einzelkörner verstanden, die bezüglich ihrer Kristallstruktur homogen sind, in ihrer äußeren Form die Kristallstruktur nicht oder nur teilweise aufweisen.

[0029] Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren kann eine Vergrößerung der Partikel, als d_{50} -Wert einer Partikelgrößenverteilung gemessen mittels Laserbeugung von mindesten Faktor 10, bis zu Faktor 50, bezogen auf den d_{50} Wert des unbehandelten Pulvers, erreicht werden.

[0030] Der Prozess des SiC-Partikelwachstum kann dabei in bekannter Art und Weise über die Parameter der thermischen Behandlung, wie Temperatur, Verweilzeit, Gasart und Gasdruck, gesteuert und durch den Fachmann durch wenige Versuche leicht ermittelt werden.

[0031] Zur Förderung des Partikelwachstums können dem Ausgangspulver an sich bekannte Additive zugesetzt werden, wie z.B. SiO_2 oder eisenhaltige Stoffe und Verbindungen. Das SiO_2 kann auch durch eine Oxidation des SiC vorhanden sein. Die Restschlämme aus Si-Bearbeitungsprozessen enthalten in den meisten Fällen neben dem SiC auch Si als Waferabrieb, metallische Verunreinigungen des Sägedrahtabriebs und auch Reste von Filterhilfsmitteln. Diese Pulverbestandteile können erfindungsgemäß positiv wirken, da sie das Partikelwachstum fördern können. Auch andere SiC-Abfallprodukte können Bestandteile, wie Silicium, Siliciumoxid, und Kohlenstoff, sowie metallische Verunreinigungen, wie Fe, Cr und Al in Anteilen von $< 5 \text{ Ma.-%}$ enthalten, die ebenfalls als Additive das Partikelwachstum fördern.

[0032] Enthalten die Ausgangspulver keinen Kohlenstoff, so ist es vorteilhaft, Kohlenstoffpartikel in Form von Ruß oder Kokspulver zuzugeben. Eine solche Zugabe kann vorteilhafterweise 0,3- bis 0,5-fachen Gewichtsanteil an Kohlenstoff, bezogen auf den freien Si-Gehalt und/oder den Si-Gehalt des SiO_2 betragen.

[0033] Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren sollen SiC-Pulver hergestellt werden, die für High-Tech-Anwendungen in HQ-Qualität einsetzbar sind, und die mit hoher Ausbeute mit einem einfachen und wirtschaftlichen Verfahren herstellbar sind. Die ein-

gesetzten pulverförmigen SiC-Abfallprodukte können nahezu vollständig wiederaufgearbeitet und in den Produktkreislauf wieder eingefügt werden. Die grundlegende Idee beruht im Wesentlichen darauf, mit einem thermisch induzierten Wachstum der SiC-Körner eine echte Recyclingfähigkeit des verschlissenen SiC-Korns zu erreichen; und zwar unter Ausnutzung der grundlegenden Möglichkeit, SiC-Kristalle über einen Sublimations/Rekondensationsprozess bei hohen Temperaturen wachsen zu lassen. Während dieses Prinzip zur Herstellung von RSiC-Keramik bereits seit langem genutzt wird, ist die Anwendung zur Vergrößerung von Pulvern und mit dem Ziel einer Bereitstellung von hochqualitativen Pulvern bisher nicht bekannt.

[0034] Für den Fall des Restschlamm-SiC kann das reichlich vorhandene Si und SiO₂ mit einem Kohlenstoff-Zusatz gleichzeitig zu SiC-Partikeln umgewandelt werden, so dass im Idealfall ein 100% SiC-Produkt erreicht wird.

[0035] Für die weitere Verwendung können die erfindungsgemäß hergestellten Pulver aber auch weiteren typischen Verfahrensschritten der Aufbereitung unterzogen werden, wie speziellen Zerkleinerungs-, Fraktionierungs- und Reinigungsverfahren. Das wird z.B. der Fall sein, wenn aus dem erfindungsgemäß hergestellten Primärkristallen und -kristalliten feinere Partikel gebrochen werden sollen, um eine Partikelgrößenverteilung zu erzeugen, die zwischen dem des Abfallproduktes und dem erfindungsgemäß hergestellten Produkt liegt.

[0036] Nachfolgend wird die Erfindung an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert.

Beispiel 1

[0037] 10 kg eines getrockneten Schleifschlammpulvers, enthaltend 85 % SiC, 12 % Silicium, 2,5 % SiO₂ und 0,5 % Fe werden in einer Trommelmühle trocken mit 0,5 kg Kokspulver gemischt. Die Pulvermischung weist eine mittels Laserbeugung bestimmte mittlere Korngröße d₅₀ von 2 µm auf. Die Reindichte der Pulvermischung, bestimmt mittels He-Pyknometrie, beträgt 2,98 g/cm³. Die Pulvermischung wird lose in Grafittiegel mit Innendurchmesser 250 mm und Höhe 50 mm gefüllt und mit einem Raket glatt abgezogen. Die Füllmenge beträgt ca. 1,84 kg je Tiegel, was einer Schüttdichte von 0,75 g/cm³ entspricht, d.h. ca. 25,2 % der Reindichte. Die Tiegel werden in einem Schutzgasofen unter Argonatmosphäre mit 10 K/min bis auf 2500°C aufgeheizt und bei 2500°C über 120 min gehalten. Nach Abkühlung liegt der Tiegelinhalt als Pulver vor und wird aus den Tiegeln entnommen. Es besteht zu 99,5% aus Siliciumcarbid. Die mittels Laserbeugung bestimmte mittlere Partikelgröße d₅₀ liegt bei ca. 90 µm, d.h. um den Faktor 45 im Vergleich zu Ausgangspulverfeinheit vergrößert. Die

mikroskopische Untersuchung zeigt, dass das Pulver zum überwiegenden Teil aus Primärkristallen und -kristalliten einer Größe zwischen 30 und 120 µm besteht, wobei diese sowohl lose vorliegen, als auch teilweise miteinander zu sekundären Partikeln verwachsen sind, die aber die Größe von ca. 200 µm nicht überschreiten.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Recycling von pulverförmigen Siliciumcarbid-Abfallprodukten, bei dem pulverförmige SiC-Abfallprodukte, die mindestens 50 Ma.-% SiC und eine mittlere Korngrößen d₅₀, gemessen über Laserbeugung, zwischen 0,5 bis 500 µm aufweisen, einer Temperaturbehandlung unter Vakuum oder sauerstofffreier Atmosphäre bei Temperaturen von mindestens 2000 °C unterzogen werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem als pulverförmige Siliciumcarbid-Abfallprodukte sogenannte Restschlamm-SiC aus Si-Bearbeitungsprozessen, Schleifschlämme, Schleifstäube aus Oberflächenbearbeitungsprozessen, oder feinkörnige Fraktionen aus dem Herstellungsprozess von Roh-SiC eingesetzt werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Temperaturbehandlung bei Temperaturen zwischen 2000 °C bis 2600 °C durchgeführt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Temperaturbehandlung unter Argon- oder Stickstoffatmosphäre durchgeführt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die pulverförmigen SiC-Abfallprodukte bei der Temperatur von mindestens 2000 °C zwischen 10 und 300 min ausgesetzt werden.

6. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem pulverförmige SiC-Abfallprodukte als Schüttung oder verdichtetes Pulver eingesetzt werden, die eine prozentuale Dichte, bezogen auf die Reindichte des Pulvers oder der Pulvermischung, von maximal 50 %, vorzugsweise zwischen 20 und 50 %, noch vorteilhafterweise zwischen 25 und 40 %, aufweisen.

7. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem bekannte Hilfs- und Zusatzstoffe zur SiC-Rekristallisation zugegeben werden.

8. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem den pulverförmigen SiC-Abfallprodukten der 0,3 bis 0,5 fache Gewichtsanteil an Kohlenstoff, bezogen auf den freien Si-Gehalt und/oder den Si-Gehalt des SiO₂, zugegeben wird.

9. Verfahren nach Anspruch 8, bei dem der Kohlenstoff in Form von Ruß oder Kokspulver zugegeben wird.

Es folgen keine Zeichnungen