

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5640260号
(P5640260)

(45) 発行日 平成26年12月17日(2014.12.17)

(24) 登録日 平成26年11月7日(2014.11.7)

(51) Int.Cl.

F 1

B 2 4 B 55/12 (2006.01)

B 2 4 B 55/12

請求項の数 3 (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願2010-144448 (P2010-144448)	(73) 特許権者	000004064
(22) 出願日	平成22年6月25日 (2010. 6. 25)		日本碍子株式会社
(65) 公開番号	特開2012-6115 (P2012-6115A)		愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
(43) 公開日	平成24年1月12日 (2012. 1. 12)	(73) 特許権者	593157781
審査請求日	平成25年1月16日 (2013. 1. 16)		エヌジーケー・フィルテック株式会社
			神奈川県茅ヶ崎市萩園2791番地
		(74) 代理人	100078101
			弁理士 綿貫 達雄
		(74) 代理人	100085523
			弁理士 山本 文夫
		(74) 代理人	100154461
			弁理士 関根 由布
		(74) 代理人	100161403
			弁理士 喜多 静夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 クーラント回収方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

インゴットのスライス工程から排出された増粘剤を含有するクーラントを、セラミック膜によりろ過して切り粉を膜分離し、回収された清澄なクーラントを回収するクーラント回収方法であって、

膜孔径が1～10 μmのモノリス型セラミック膜を用いることにより、増粘剤を含有するクーラントのろ過速度を確保するとともに、ろ過運転の継続中に定期的に1～5秒の空気逆洗を繰り返すことにより、ろ過速度の低下を抑制しつつクロスフローろ過することを特徴とするクーラント回収方法。

【請求項 2】

インゴットのスライス工程が固定砥粒方式であることを特徴とする請求項1に記載のクーラント回収方法。

【請求項 3】

回収された清澄なクーラントに新クーラントを添加調合し、インゴットのスライス工程に返送する工程が付加されたことを特徴とする請求項1に記載のクーラント回収方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、インゴットのスライス工程から排出されたクーラントの回収方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

半導体や太陽電池などの製造工程中には、シリコン、SiC、サファイヤ等のインゴットをワイヤソーによりスライスする工程がある。このスライス工程ではクーラントと呼ばれる冷却液をワイヤに吹き付けながら切断を行っている。ワイヤにより切断を補助する目的でSiC等の砥粒が用いられており、砥粒をクーラント中に分散させてワイヤによる切断を行う遊離砥粒方式と、砥粒が固定されたワイヤを用いる固定砥粒方式とが採用されている。この固定砥粒方式は遊離砥粒方式に比べて切れ味が良く、作業時間を短縮できるうえ、切断されたウエハーの厚みのバラツキを小さくできる利点がある。

【0003】

このようなインゴットのスライス工程からは、多量のクーラントが排出されるが、そのまま廃棄することは経済的な観点からも、環境保全の観点からも好ましくない。そこで排出されたクーラントを回収して再利用することが望まれる。

【0004】

このクーラント中には砥粒のほかにインゴットの切り粉が多量に混入している。このためこれらの混在物を分離除去してクーラント成分のみを回収する必要がある。そこで特許文献1には、回収されたクーラントを遠心分離器にかけたうえ、さらに不織布からなるフィルタで処理する方法が提案されている。また特許文献2にも、遠心分離機を用いる方法が開示されている。

【0005】

しかし、これらの従来方法では砥粒や切り粉の分離効率が悪く、特にシリコン切り粉は $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ の範囲の粒度を持つために十分に除去することができず、得られた回収液の清澄度が低いという問題があった。

【0006】

そこで本発明者は、膜孔径が $0.1 \mu\text{m}$ 程度のセラミック膜を用いてクーラント中のシリコン切り粉を分離除去することを試みた。このようなセラミック膜を用いれば、 $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ のシリコン切り粉をほぼ完全に除去することができるはずである。しかし、クーラント中には分子量が1万～100万の増粘剤を含有するものがあり、そのようなクーラントをろ過しようとすると増粘剤が膜を透過することができないためにろ過速度を上げることができず、実用性に乏しいことが判明した。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【特許文献1】特開平9-168971号公報

【特許文献2】特開平11-33913号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

従って本発明の目的は上記した従来の問題点を解決し、インゴットのスライス工程から排出されたクーラントに増粘剤が含まれている場合にも、混入しているシリコン粉を十分に除去することができ、しかも実用的なろ過速度を維持することができるクーラントの回収方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0009】

上記の課題を解決するためになされた本発明は、インゴットのスライス工程から排出された増粘剤を含有するクーラントを、セラミック膜によりろ過して切り粉を膜分離し、回収された清澄なクーラントを回収するクーラント回収方法であって、膜孔径が $1 \sim 10 \mu\text{m}$ のモノリス型セラミック膜を用いることにより、増粘剤を含有するクーラントのろ過速度を確保するとともに、ろ過運転の継続中に定期的に1～5秒の空気逆洗を繰り返すことにより、ろ過速度の低下を抑制しつつクロスフローろ過することを特徴とするものである

。

【0010】

なお、好ましい実施形態においては、スライス工程が固定砥粒方式であり、クーラントがポリエチレングリコールを主成分とし、分子量が1万～100万の増粘剤を含有するものである。

【0011】

また、回収された清澄なクーラントに新クーラントを添加調合し、インゴットのスライス工程に返送する工程を付加することができる。

【発明の効果】

【0012】

本発明のクーラントの回収方法によれば、インゴットのスライス工程から排出された増粘剤を含有するクーラントを、膜孔径が1～10 μ mのセラミック膜によりクロスフロー過して切り粉を膜分離する。このような膜孔径の大きいセラミック膜を用いたので、クーラント中に含まれている分子量が1万～100万の増粘剤も膜孔を透過することができる。また前記したように切り粉は0.1～10 μ mの粒度分布を有するが、セラミック膜の膜内部での捕捉が膜の一次側の表面に堆積する切り粉による捕捉効果から、膜孔径が1～10 μ mのセラミック膜でも切り粉を十分に分離除去することができる。

【0013】

また本発明のクーラントの回収方法によれば、ろ過運転の継続中に定期的に1～5秒の空気逆洗を繰り返すことにより、クーラントのろ過速度の低下を抑制する。このためろ液をセラミック膜の逆洗に使用する必要がないので、クーラントの回収効率を高めることができる。

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図1】本発明の実施形態を示すブロック図である。

【図2】本発明の他の実施形態を示すグラフである。

【図3】本発明の実施例を示すグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0015】

以下に本発明の実施形態を示す。以下の説明ではインゴットはシリコンインゴットであるが、SiC、サファイヤ等のインゴットのスライス工程から排出されるクーラントについても、同様に適用することができる。

【0016】

図1は本発明の実施形態を示すブロック図であり、1はシリコンインゴットのスライス工程、2はこのスライス工程1から排出されたクーラントの回収槽である。スライス工程1ではクーラントと呼ばれる冷却液をワイヤに吹き付けながら切断を行っている。前述したとおり、切断方式には固定砥粒方式と遊離砥粒方式とが知られているが、本発明はいずれの方式にも対応することができる。シリコンインゴットをスライスするワイヤソー用クーラントはポリエチレングリコールを主成分とし、分子量が1万～100万の増粘剤を含有し、15～20センチポアズの粘性を有するものが多い。切削が進行するとクーラント中にシリコン切り粉が徐々に蓄積されて性能が劣化して行くので、使用済みのクーラントは回収槽2にパッチ的に排出される。前述したように、シリコン切り粉は、0.1～10 μ mの粒度分布を有する。

【0017】

排出された使用済みのクーラントは回収槽2からろ過用ポンプ3によりセラミック膜4に送られ、クロスフローろ過が行われる。セラミック膜4は膜孔径が1～10 μ mのもので、セラミック製のモノリス膜が用いられている。使用するセラミック膜4の膜孔径を1～10 μ mとしたのは、これよりも膜孔径が小さいと増粘剤の分子が膜孔を透過しにくくなり、ろ過速度が遅くなって実用的ではなく、逆に10 μ mを超えると0.1～10 μ mの粒度分布を有するシリコン切り粉の一部が分離除去できず、清澄なクーラントを得られ

10

20

30

40

50

なくなるためである。膜孔径が $1 \sim 10 \mu\text{m}$ の範囲にあれば、シリコン切り粉をほぼ 100% 分離除去することができる。なおセラミック膜4の膜孔径のより好ましい範囲は、 $1 \sim 3 \mu\text{m}$ である。

【0018】

このようにしてシリコン切り粉等が除去されたセラミック膜4の透過液は、ろ過クーラント槽5に送られる。またセラミック膜4の一次側を通過した濃縮液は配管6により回収槽2に返送される。この濃縮液は使用済みのクーラントと混合されて再びポンプ3によりセラミック膜4に送られ、クロスフローろ過が行われるので、回収槽2の内部のクーラントは次第に濃縮されて行く。これとともにろ過速度も次第に低下して行くが、本発明では、定期的に空気のための逆洗を繰り返すことにより、クーラントのろ過速度の低下を抑制する。

10

【0019】

空気逆洗は、逆洗用空気源7から圧縮空気をセラミック膜4の二次側に導入することにより行われる。本発明において空気のための逆洗が有効な理由は、セラミック膜4の膜孔径が $1 \sim 10 \mu\text{m}$ と大きいために、比較的低压の空気が膜面を貫通して一次側から吹き出し、膜面の閉塞物を剥離させることができるためである。このとき、膜内に残留している増粘剤も一次側に吹き出される。空気逆洗の頻度は $5 \sim 30$ 分に1回、1回の空気逆洗に要する時間は $1 \sim 5$ 秒程度である。この空気逆洗は、ろ過運転の継続中に行うものとし、その圧力は一次側の液体圧力よりも $0.2 \sim 0.5 \text{ MPa}$ 程度高压とすればよい。

【0020】

20

このような空気逆洗を繰り返しながらクロスフローろ過を行って行くと、回収槽2内の使用済みのクーラントのSS濃度は $25 \sim 40 \text{ wt}\%$ に達する。この状態に至ると濃縮された使用済みのクーラントは廃棄槽8に取り出され、セラミック膜4は水酸化ナトリウムや硝酸等の薬品により薬液洗浄される。セラミック膜4は高分子膜に比べて耐薬品性に優れるため、水酸化ナトリウムや硝酸等を用いた薬液洗浄を繰り返しても劣化することがない。

【0021】

一方、ろ過クーラント槽5にはシリコン切り粉等が除去されたクーラントが集められる。このクーラントはシリコン切り粉がほぼ 100% 除去された清澄なクーラントであるから、調合槽9において新規クーラントを添加したうえでスライス工程1に返送され、再使用される。

30

【0022】

以上に説明した実施形態では、使用済みのクーラントは回収槽2からセラミック膜4に直接送られてクロスフローろ過が行われたが、既存技術であるデカンタと呼ばれる遠心分離機10を図2のようにセラミック膜4の前段に設置することもできる。この遠心分離機10によるシリコン切り粉の分離回収は不完全ではあるが、クーラントに混入しているシリコン切り粉の一部を遠心分離機10で除去すれば、セラミック膜4の負荷が軽減され、ろ過速度をより高速に維持することが可能となる。なお、遠心分離機10をセラミック膜4と並列に設けることも可能である。

【0023】

40

このように、本発明によればインゴットのスライス工程から排出される増粘剤が含まれているクーラントから、実用的なろ過速度で切り粉を十分に除去し、清澄なクーラントを回収することができる。以下に本発明の実施例を示す。

【実施例】

【0024】

膜孔径が $2 \mu\text{m}$ のモノリス型セラミック膜（出願人会社製：19穴）を用い、シリコンインゴットのスライス工程から排出された4種類の使用済みのクーラントのろ過を行った。ろ過温度は室温（ 25°C ）である。ろ過開始直後から10分ごとに2秒間の空気逆洗を繰り返しながら、24時間にわたりクロスフローろ過を継続した。

【0025】

50

その結果は図3のグラフに示す通りであり、使用済みのクーラントAはろ過開始時にSS濃度が約10wt%であったが、約35wt%にまで濃縮することができた。なおろ過速度はろ過開始時には $45\text{ L/m}^2\text{ h}$ であったが、ろ過終了時には $20\text{ L/m}^2\text{ h}$ であった。使用済みのクーラントBはろ過開始時にSS濃度が約10wt%であったが、約30wt%にまで濃縮することができた。なおろ過速度はろ過開始時には $50\text{ L/m}^2\text{ h}$ であったが、ろ過終了時には $15\text{ L/m}^2\text{ h}$ であった。使用済みのクーラントCはろ過開始時にSS濃度が約8wt%であったが、約25wt%にまで濃縮することができた。なおろ過速度はろ過開始時には $30\text{ L/m}^2\text{ h}$ であったが、ろ過終了時には $10\text{ L/m}^2\text{ h}$ であった。使用済みのクーラントDはろ過開始時にSS濃度が約6wt%であったが、約25wt%にまで濃縮することができた。なおろ過速度はろ過開始時には $20\text{ L/m}^2\text{ h}$ であったが、ろ過終了時には $10\text{ L/m}^2\text{ h}$ であった。このように、使用済みのクーラントの特性には大きなバラツキがあるが、本発明によればいずれもシリコン切り粉を含有する使用済みクーラントを大幅に濃縮し、清澄なクーラントを回収することができた。

10

【0026】

これに対して分画分子量が2万のUF膜を用いてSS濃度が約10wt%の使用済みのクーラントEをろ過した場合には、ろ過終了時のSS濃度は20wt%であったが、ろ過速度が $10\text{ L/m}^2\text{ h}$ よりかなり低く、ろ液品質としても、増粘剤が大幅に除去されてしまい、再生クーラントとしての品質が変化してしまっているため実用的ではなかった。

【0027】

なお、この実施例におけるSS濃度の測定は、次の方法で行った。

20

(1) まず、デシケータ内で乾燥保管された $0.1\text{ }\mu\text{m}$ メンブレンフィルタの重量 $W1\text{ (mg)}$ を測定する。

(2) $0.1\text{ }\mu\text{m}$ メンブレンフィルタにて $V\text{ (mL)}$ のサンプルをろ過する。

(3) 溶媒成分からの析出を防止するために、 $0.1\text{ }\mu\text{m}$ メンブレンフィルタ上に堆積した懸濁物質を純水にて十分洗浄する。

(4) $0.1\text{ }\mu\text{m}$ メンブレンフィルタ及び懸濁物質を十分に乾燥させた後、重量 $C\text{ (mg)}$ を測定する。

(5) SS濃度 (mg/L) を、 $\text{SS濃度} = (W2 - W1) / (V / 1000)$ の式により算出する。

【0028】

30

以上に説明したように、本発明によれば、インゴットのスライス工程から排出された増粘剤を含有するクーラントから切り粉を分離除去し、清澄なクーラントを回収することができるので、経済面でも環境保全面でも優れた成果を得ることができる。

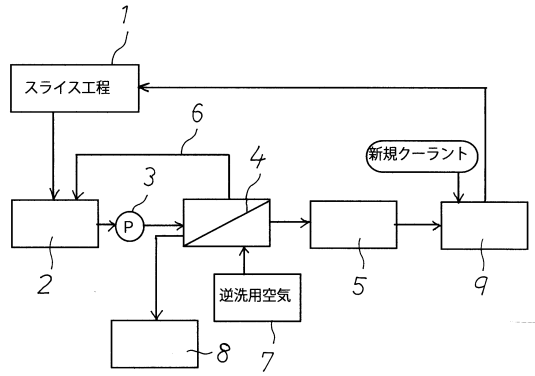
【符号の説明】

【0029】

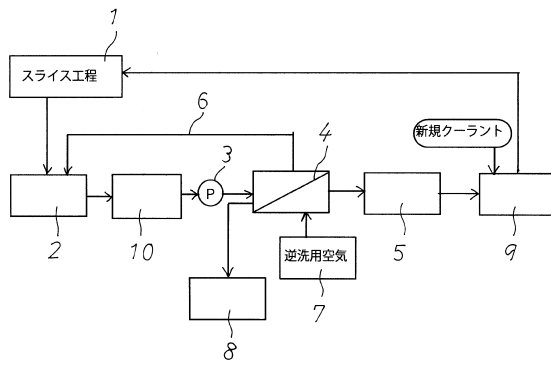
- 1 インゴットのスライス工程
- 2 クーラントの回収槽
- 3 ろ過用ポンプ
- 4 セラミック膜
- 5 ろ過クーラント槽
- 6 配管
- 7 逆洗用空気源
- 8 廃棄槽
- 9 調合槽
- 10 遠心分離機

40

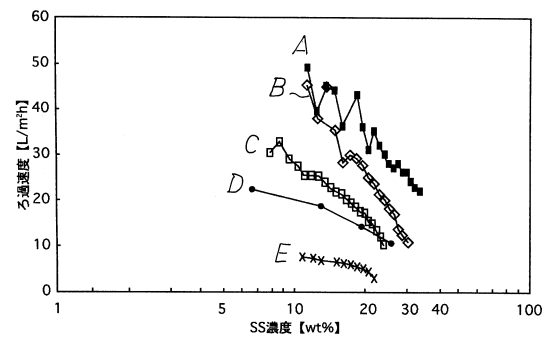
【図 1】



【図 2】



【図 3】



フロントページの続き

(72)発明者 天池 英雄

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内

(72)発明者 小坂 慎一

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内

(72)発明者 窪田 勝文

神奈川県茅ヶ崎市萩園2791番地 エヌジーケイ・フィルテック株式会社内

審査官 齊藤 彬

(56)参考文献 特開2010-030033(JP,A)

特開平11-033361(JP,A)

国際公開第2010/071873(WO,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B24B 55/12

27/06

57/02