



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2009-0017138
(43) 공개일자 2009년02월18일

(51) Int. Cl.

C01B 33/037 (2006.01) *C01B 33/00* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2007-0081658

(22) 출원일자 2007년08월14일

심사청구일자 2007년08월14일

(71) 출원인

다이섹(주)

경북 구미시 산동면 봉산리 구미국가 4단지
4B3-5L

인천대학교 산학협력단

인천 남구 도화동 177번지 인천대학교내

(72) 발명자

김강우

서울 관악구 신림7동 1735-1 관악산휴먼시아아파트 104동 502호

김영관

경기 용인시 수지구 성북동 성남마을벽산첼시빌 509동 405호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

박해봉

전체 청구항 수 : 총 2 항

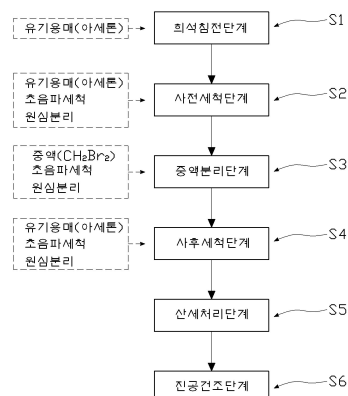
(54) 규소탑압 슬러지를 이용한 고순도 규소 분리방법

(57) 요약

본 발명은 규소 잉곳을 웨이퍼로 절단하는 공정에서 발생하는 규소탑압 슬러지로부터 규소만을 분리·회수하여 반도체산업 부품 및 태양전지용 규소 원료인 99.5% 이상의 고순도 규소를 제공하기 위한 규소탑압 슬러지를 이용한 고순도 규소 분리방법에 관하여, 고형분만을 분리해내는 회석침전단계(S1)와, 그 고형분을 세척하는 사전세척단계(S2)와, 그 고형분의 규소와 탄화규소를 분리하여 규소를 획득하는 중액분리단계(S3)와, 그 규소를 세척하는 사후세척단계(S4)와, 그 세척된 규소에 잔류하는 철분 등을 제거하는 산세처리단계(S5)와, 유기용매 및 중액을 제거하는 진공건조단계(S6)로 구성됨을 특징으로 그 대략적인 구성을 가진다.

이러한 구성으로 절삭유와 탄화규소 및 규소, 철분 등이 혼재된 규소탑압 슬러지로부터 절삭유를 제거하고, 탄화규소와 규소 및 철분 등으로 혼합된 고형분을 고비용의 화학적 반응을 사용하지 않고 규소만을 분리·획득하여 반도체 산업부품 및 태양전지용 규소 원료로 사용할 수 있는 순도 99.5% 이상의 규소를 저비용으로 재활용할 수 있는 효과가 있다.

대 표 도 - 도1



(72) 발명자

김선진

인천 남동구 구월1동 1163-2 충인빌라 A동 지층1호

신원식

인천 계양구 효성1동 현대1차아파트 105동 907호

특허청구의 범위

청구항 1

규소톱밥 슬러지를 이용한 고순도 규소 분리방법에 있어서,

규소톱밥 슬러지에 유기용매를 첨가하여 회석·침전시키고, 그 고형분의 상부에 형성된 액을 제거하는 회석침전 단계(S1)와;

상기 회석침전단계(S1)를 거친 고형분에 유기용매를 첨가하고, 초음파세척기와 초음파분쇄기를 통해 세척하고, 원심분리기를 통해 고형분과 유기용매를 원심분리하는 사전세척단계(S2)와;

상기 사전세척단계(S2)를 거친 고형분에 중액을 첨가하고, 초음파분쇄기를 통해 초음파분쇄를 하고, 원심분리기를 통해 고형분의 규소와 탄화규소 및 중액을 분리하여 규소를 획득하는 중액분리단계(S3)와;

상기 중액분리단계(S3)를 거친 고형분의 규소에 유기용매를 첨가하고, 초음파세척기를 통해 초음파세척하고, 원심분리기를 통해 원심분리하는 사후세척단계(S4)와;

상기 사후세척단계(S4)를 거친 고형분의 규소에 산으로 침식시키는 산세처리단계(S5)와;

상기 산세처리단계(S5)를 거친 고형분 규소를 건조시키는 진공건조단계(S6)로 구성됨을 특징으로 하는 규소톱밥 슬러지를 이용한 고순도 규소 분리방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 중액은 할로젠유기물로서 다이브로민화메테인(CH_2Br_2), 브로모폼(CHBr_3), 테트라브로모에테인($\text{Br}_2\text{CHCHBr}_2$), 사브로민화탄소(CBr_4) 중 어느 한가지 이상으로 구성되어 탄화규소와 규소를 비중차분리법으로 분리함을 특징으로 하는 규소톱밥 슬러지를 이용한 고순도 규소 분리방법.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

- <1> 본 발명은 규소 잉곳을 웨이퍼로 절단하는 공정에서 발생하는 규소톱밥 슬러지로부터 규소만 분리·회수하여 반도체산업 부품 및 태양전지용 규소 원료인 99.5% 이상 고순도의 규소를 제공하기 위한 규소톱밥 슬러지를 이용한 고순도 규소 분리방법에 관한 것이다.

배경 기술

- <2> 반도체 및 태양전지용 웨이퍼를 얻기 위해 고가의 규소 원료로 제조된 99.9999% 이상 고순도의 규소잉곳은 절삭 공정을 거치게 되는데, 이때 규소잉곳의 35중량%가 규소톱밥 슬러지로 소실된다.
- <3> 이러한 규소톱밥 슬러지는 절삭유가 약 50중량%, 3.23의 밀도를 가진 탄화규소가 약 35중량%, 2.33의 밀도를 가진 규소가 약 10중량%, 철분 등이 약 5중량%로 구성되어 있다.
- <4> 종래에는 상기와 같은 구성의 규소 슬러지를 원심분리 및 필터를 사용하여 상대적으로 입자가 큰 탄화규소만을 회수하여 통상의 절삭유에 첨가시켜 연마재로 재생하거나, 탄화규소와 규소가 혼합된 고형분을 회수한 다음 폐건전지의 전극봉을 구성하는 탄소분과 혼합시켜 고순도의 탄화규소로 재생하여 실시하고 있는 실정이다.
- <5> 이에 본 발명인은 규소톱밥 슬러지로부터 고가의 99.5% 이상의 고순도 규소만을 분리·획득하여 반도체산업 부품 및 태양전지용 규소 원료 등으로 재활용하기 위한 취지로 착안하였다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

<6> 배정기술에서와 같이, 규소탑밥 슬러지에 포함된 고가의 규소를 그 사용가치가 극히 작은 연마제와 탄화규소만으로 재활용함으로써 고가의 규소 원재료를 낭비하고 있는 실정이다.

<7> 이에, 본 발명은 규소탑밥 슬러지로부터 절삭유와 철분 등을 분리·제거하고, 분리·제거가 용이하지 않은 종래의 규소와 탄화규소로 혼합된 고형분을 고비용을 필요로 하는 화학적 반응을 이용하지 않고 규소와 탄화규소를 분리하여 반도체산업 부품 및 태양전지용 규소원료로 사용할 수 있는 99.5% 이상의 고순도 규소를 제공함에 있다.

과제 해결수단

<8> 규소탑밥 슬러지에 아세톤을 첨가하여 회석시키고, 장시간 방치하여 고형분을 침전시키고, 그 고형분의 상부에 형성된 액을 제거하는 회석침전단계와, 상기 회석침전단계를 거친 고형분에 아세톤을 첨가하고, 초음파세척기와 초음파분쇄기를 통해 5분간 세척을 하고, 원심분리기를 통해 30분간 3000rpm으로 고형분과 아세톤을 원심분리하는 사전세척단계와, 상기 사전세척단계를 거친 고형분에 중액을 첨가하고, 초음파분쇄기를 통해 15분간 초음파분쇄를 하고, 원심분리기를 통해 30분간 3000rpm으로 고형분의 규소와 탄화규소 및 중액을 분리하여 규소를 획득하는 중액분리단계와, 상기 중액분리단계를 거친 고형분의 규소에 아세톤을 첨가하고, 초음파세척기를 통해 15분간 초음파세척하고, 원심분리기를 통해 30분간 3000rpm으로 원심분리하는 사후세척단계와, 상기 사후세척단계를 거친 고형분의 규소에 산으로 침식시키는 산세처리단계와, 상기 산세처리단계를 거친 고형분 규소를 건조하는 진공건조단계로 구성됨을 특징으로 하는 규소탑밥 슬러지를 이용한 고순도 규소 분리방법.

효 과

<9> 상기와 같이 구성된 본 발명은, 절삭유와 탄화규소 및 규소 및 철분 등으로 구성된 규소탑밥 슬러지로부터 절삭유를 제거하고, 탄화규소와 규소로 혼합된 겔 형태의 고형분을 비중차 분리법으로 탄화규소와 규소를 분리하여 순도 99.5% 이상의 규소만을 획득함으로써 저비용으로 반도체산업 부품 및 태양전지용 규소 원료로 재활용할 수 있는 효과가 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

<10> 본 발명은 규소 잉곳을 웨이퍼로 절단하는 공정에서 발생하는 규소탑밥 슬러지로부터 규소만 분리·회수하여 반도체산업 부품 및 태양전지용 규소 원료인 99.5% 이상의 고순도 규소를 제공하기 위한 규소탑밥 슬러지를 이용한 고순도 규소 분리방법에 관한 것으로,

<11> 고형분만을 분리해내는 회석침전단계(S1)와 그 고형분을 세척하는 사전세척단계(S2), 그 고형분의 규소와 탄화규소를 분리하여 규소를 획득하는 중액분리단계(S3), 그 규소를 세척하는 사후세척단계(S4), 그 세척된 규소에 잔류하는 철분 등을 제거하는 산세처리단계(S5) 및 유기용매와 수분을 제거하는 진공건조단계(S6)로 구성됨을 특징으로 그 대략적인 구성을 가진다.

<12> 이하 본 발명의 실시 예를 본 발명의 전체공정도를 도시한 도 1을 참조하여 상세히 설명하면 다음과 같다.

<13> 우선, 본 발명의 제 1단계는, 겔(gel) 형태인 규소탑밥 슬러지에 유기용매를 첨가하여 회석시키고, 상기 규소탑밥 슬러지에 포함된 규소와 탄화규소 및 철분 등의 고형분이 침전되도록 한 후 고형분의 상부에 형성된 상층액을 제거하는 회석침전단계(S1)를 완료한다.

<14> 상기 회석침전단계(S1)는 1회 실시하는 것으로 국한되지 않고 2 내지 5회 반복 실시 하도록 하며, 바람직하기로 3회 반복 실시 하도록 구성된다.

<15> 위 사용되는 유기용매로는 아세톤과 메탄올 및 사염화탄소 중 어느 하나를 선택하여 사용하여도 무방하나, 아세톤을 사용하는 것이 바람직하다 할 것이다.

<16> 그 후 행해지는 제 2단계는, 상기 회석침전단계(S1)를 거친 규소와 탄화규소 및 철분 등의 고형분에 유기용매를 첨가하고, 그 고형분을 초음파세척기와 초음파분쇄기를 통해 세척을 하고, 원심분리기를 통해 고형분을 분리하는 사전세척단계(S2)를 완료한다.

<17> 이러한 구성을 통해, 회석침전단계(S1)를 거친 고형분을 구성하는 규소, 탄화규소 및 철분 등의 미세입자 사이에 남아있는 절삭유를 초음파에 의한 진동을 통해 유기용매를 미세입자 사이에 침투시켜 세척하고, 원심분리기를 통해 각각 분리하도록 구성된다.

- <18> 상기 사용되는 유기용매는 마찬가지로 아세톤과 메탄올 및 사염화탄소 중 어느 하나를 선택 사용하여도 무방하나, 아세톤을 사용하는 것이 바람직하며, 사전세척단계(S2)를 2 내지 10회 반복 실시 하도록 하되, 바람직하기로는 5회 반복 실시 하도록 한다.
- <19> 그런 다음 제 3단계는, 상기 사전세척단계(S2)를 거친 고형분에 2.34 내지 3.22의 밀도를 가진 중액을 첨가하여 초음파분쇄기를 통해 초음파분쇄를 하고, 원심분리기를 통해 고형분의 규소와 탄화규소 및 중액을 분리하여 규소만을 획득하는 중액분리단계(S3)를 완료한다.
- <20> 이러한 비중차분리법을 사용함으로써 중액이 초음파진동에 의해 사전세척단계(S2)를 거친 고형분의 규소와 탄화규소 입자 사이로 침투하고, 원심분리기의 작동으로 규소와 탄화규소 및 중액이 각각 분리되는 구성을 갖는다.
- <21> 상기 사용되는 중액은 할로젠유기물로서 다이브로민화메테인(CH_2Br_2)과 브로모폼(CHBr_3), 테트라브로모에테인($\text{Br}_2\text{CHCHBr}_2$) 및 사브로민화탄소(CBr_4) 중 어느 한가지 이상을 선택적으로 사용되되, 바람직하기로는 다이브로민화메테인(CH_2Br_2)을 사용하는 것이 바람직하다.
- <22> 상기 중액은 반드시 순수한 화합물일 필요는 없고, 다이브로민화메테인(CH_2Br_2)과 브로모폼(CHBr_3)을 혼합하여 사용할 수도 있고, 경우에 따라서는 상온에서 고체인 사브로민화탄소(CBr_4)를 사염화탄소에 녹인 것으로 대체 실시 하여도 무방하다.
- <23> 그 후 행해지는 제 4단계는, 상기 중액분리단계(S3)를 거친 고형분의 규소에 유기용매를 첨가하고, 초음파세척기를 통해 초음파세척한 후, 원심분리기를 통해 원심분리하는 사후세척단계(S4)를 완료한다.
- <24> 위 유기용매는 아세톤과 메탄올 및 사염화탄소 중 어느 하나를 선택하여 실시하여도 무방하고, 실시 회수는 2 내지 10회 반복 실시 하는 바, 바람직하게는 5회 반복 실시 하도록 구성된다.
- <25> 그런 다음 제 5단계는, 철분 및 기타불순물을 제거하기 위해 실시되는 공정으로, 상기 사후세척단계(S4)를 거친 고형분의 규소에 플루오르화산(HF)과 염산(HCl)의 혼합용액에 침식시키고, 그 후 수세처리하는 산세처리단계(S5)를 완료한다.
- <26> 위 플루오르화산(HF)과 염산(HCl)의 혼합용액을 사용하는 것은 바람직한 실시 예로, 염산, 질산 등 통상의 산을 선택적으로 실시하여도 무방하고, 산세처리회수는 1 내지 3회 반복 실시 하되, 바람직하기로는 1회 실시 하도록 구성된다.
- <27> 그 후 마지막 단계인 제 6단계는, 상기 산세처리단계(S5)를 거친 고형분 규소를 진공건조조에 투입하여 잔존하는 증류수 또는 유기용매가 완전히 제거되도록 하는 진공건조단계(S6)를 완료한다.
- <28> 이러한 구성을 통해 상기 각 과정에서 사용된 유기용매 및 수세액이 증발되어 순도 99.5% 이상의 규소만이 남게 된다.
- <29> 상기와 같이 구성된 본 발명의 규소탑밥 슬러지를 이용한 고순도 규소 분리방법으로 절삭유와 규소, 탄화규소 및 철분 등으로 구성된 규소탑밥 슬러지로부터 절삭유와 철분 등이 제거되고 규소와 탄화규소로 혼합된 고형분을 비중차 분리법으로 탄화규소를 분리함으로써 순도 99.5% 이상의 규소를 획득할 수 있다.
- <30> **실시 예**
- <31> 규소탑밥 슬러지로부터 회석 침전 과정을 거쳐 Si/SiC 고형분을 먼저 분리해낸 다음, 130g의 규소탑밥 슬러지에 아세톤 400ml를 가하고 유리막대로 잘 저어준 다음 수 시간 방치하여 고형분이 가라앉으면 윗부분의 맑은 액을 따라내어 버린다.
- <32> 그 후, 아세톤 400ml를 한 번 더 가하고 위의 과정을 반복하며, 분리해낸 Si/SiC 고형분에 대해 사전세척과정을 5회 실시하되, 1회 사전세척에 아세톤 500ml를 사용하고 초음파세척은 5분간 실시하며, 원심분리는 3000rpm에서 30분간 실시하되, 상기 초음파세척은 초음파세척기와 초음파분쇄기를 함께 사용한다.
- <33> 그런 다음, 사전세척공정을 거친 Si/SiC 고형분에 대해 중액분리를 4회 실시하는바, 첫 번째 중액분리 시에는 다이브로민화메테인(CH_2Br_2) 150ml를 사용하고, 분리된 Si에 대해서 추가로 중액분리하는 2 내지 4회째에는 다이브로민화메테인(CH_2Br_2) 10ml를 사용하며, 중액분리 과정에서 초음파 분쇄는 15분간 실시하고, 원심분리는 3000rpm에서 30분간 실시한다.

<34> 그 후, 분리된 Si에 대해서는 사후 세척을 5회 실시하되, 1회 사후 세척에 아세톤 80ml를 사용하고 초음파 세척은 15분간, 원심분리는 3000rpm에서 30분간 실시한다.

<35> 상기 사후 세척을 완료한 Si분말을 모아 진공건조시킴으로써 고순도의 Si분말을 얻을 수 있으며, 최종적으로 얻어진 시료에 대하여 탄소/황 분석기로 탄소분석, ICP-AES와 ICP-MS로 원소 분석, 그리고 입도 분석기로 입도 분석을 한 결과가 아래의 표와 그래프에 잘 나타난 바, MG급 보다 순도가 더 높은 고순도의 규소 분말을 획득할 수 있음을 알 수 있다.

<36> < 규소분말의 탄소 분석 및 원소 분석결과 >

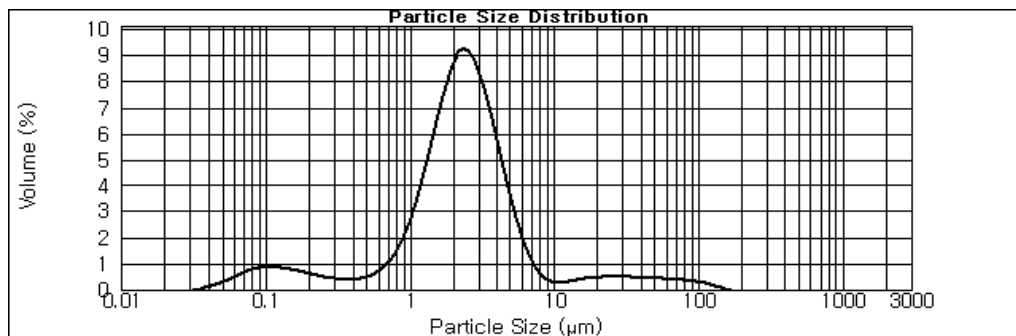
표 1

원소	C	Fe	Al	B	P
함유량(ppm)	4100	285	234	ND	ND

<38> *ND :No Detection

<39> < 규소분말의 입도 분석결과>

표 2



<40>

도면의 간단한 설명

<41> 도 1은 본 발명의 전체공정도를 도시한 공정도.

도면

도면1

