



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2015-0068091

(43) 공개일자 2015년06월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C01B 33/037 (2006.01) B01J 19/10 (2006.01)

B02C 23/02 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2013-0153884

(22) 출원일자 2013년12월11일

심사청구일자 2013년12월11일

(71) 출원인

인천대학교 산학협력단

인천광역시 연수구 아카데미로 119, 11호 12 (송도동)

(72) 발명자

김강우

서울 관악구 난곡로 30, 104동 502호 (신림동, 관악산휴먼시아1단지아파트)

손정수

충북 영동군 황간면 서송원길 153-19,

(74) 대리인

차준용

전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 폐실리콘 슬러지의 정제방법

(57) 요약

본 발명은 폐실리콘 슬러지의 정제방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 폐실리콘 슬러지를 초음파 분쇄하는 단계 및 상기 초음파 분쇄된 폐실리콘 부유물은 자력에 의해 철 불순물을 제거하는 단계를 포함하되, 상기 초음파 분쇄단계와 철 불순물 제거단계가 반복순환되는 것을 특징으로 하는 폐실리콘 슬러지의 정제방법에 관한 것이다. 본 발명에 따른 폐실리콘 슬러지의 정제방법은 기존 자력선별법과 비교하여 폐실리콘 덩어리를 보다 잘 분쇄하고, 폐실리콘 침전물을 재순환시켜 처리함으로써 폐실리콘 중 철 불순물 함량을 현저히 저감시킬 수 있으며, 이렇게 재생된 폐실리콘은 고순도 실리콘 원료 산업분야에 효율적으로 적용할 수 있다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2012-0019

부처명 환경부

연구관리전문기관 한국환경산업기술원

연구사업명 차세대에코이노베이션기술개발사업

연구과제명 폐실리콘 전처리 및 물성 분석, 실리콘 잉곳 후처리 및 특성 분석

기 여 율 1/1

주관기관 (주)이앤이

연구기간 2011.05.01 ~ 2013.03.31

명세서

청구범위

청구항 1

페실리콘 슬러지를 초음파 분쇄하는 단계; 및

상기 초음파 분쇄된 페실리콘 부유물은 자력에 의해 철 불순물을 제거하는 단계;

를 포함하되, 상기 초음파 분쇄단계와 철 불순물 제거단계가 반복순환되는 것을 특징으로 하는 페실리콘 슬러지의 정제방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 초음파 분쇄 이전에 페실리콘 슬러지의 사전세척단계를 추가로 더 실시하는 것을 특징으로 하는 페실리콘 슬러지의 정제방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 초음파 분쇄는 20 내지 40kHz의 초음파를 투사하여 수행되는 것을 특징으로 하는 페실리콘 슬러지의 정제방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 초음파 분쇄는 페실리콘 부유물 중 포함된 페실리콘 분말의 최대 크기가 40 μ m 이내가 되도록 수행되는 것을 특징으로 하는 페실리콘 슬러지의 정제방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 철 불순물의 제거는 자력선별기를 이용하여 자력세기 1,000 내지 20,000Gauss 범위에서 수행되는 것을 특징으로 하는 페실리콘 슬러지의 정제방법.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 자력선별기는 10분에 1회의 주기로 180° 로 회전시켜 가라앉은 페실리콘 침전물을 재순환시키는 것을 특징으로 하는 페실리콘 슬러지의 정제방법.

발명의 설명

기술분야

[0001]

본 발명은 페실리콘 슬러지의 정제방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 페실리콘 슬러지를 초음파 분쇄하는 단계 및 상기 초음파 분쇄된 페실리콘 부유물은 자력에 의해 철 불순물을 제거하는 단계를 포함하되, 상기 초음파 분쇄단계와 철 불순물 제거단계가 반복순환되는 것을 특징으로 하는 페실리콘 슬러지의 정제방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002]

규소 잉곳을 절삭할 때 사용하는 절삭 톱이나 절삭 와이어는 재질이 스테인레스 스틸로서 철이 주성분이다. 따

라서 규소 잉곳을 절삭하는 과정에서 철 성분이 폐실리콘 톱밥 속에 불순물로 포함되는데 철은 자석에 달라붙는 특성의 물질이므로 자력선별법으로 제거할 수 있다. 하지만 소량의 철 성분이 폐실리콘 분말에 붙어있거나 폐실리콘 덩어리 속에 들어 있을 경우 일반적인 자력선별법으로는 제거해내기 어렵다.

[0003] 폐실리콘 속에 포함되어 있는 철 불순물을 제거하여 폐실리콘을 재생하는 방식에는 크게 두 가지가 있다. 그 중 하나는 물리적인 방식으로 자석을 이용하는 자력선별법이고, 다른 하나는 화학적인 방식으로 산세처리법이다.

[0004] 화학적인 산세처리법에 비해 자석을 이용하는 자력선별법은 첫째 공정이 단순하고, 둘째 기존의 폐실리콘 회수 처리 공정을 크게 변화시키지 않고서도 적용할 수 있으며, 셋째 화학약품이나 많은 양의 에너지를 사용하지 않아 매우 경제적인 장점이 있다.

[0005] 기존의 일반적인 자력선별법은 폐수 등 액상의 유체를 이송하는 배관 중간에 강력한 자석봉이나 자석판이 들어 있는 자력선별기를 설치하여 자석에 달라붙는 철 불순물만을 선택적으로 제거해내는 방식이다. 하지만 이 방식은 소량의 철 불순물이 폐실리콘 분말 덩어리 속에 섞여 있거나 폐실리콘 분말에 달라붙어 있는 경우에는 자력선별이 잘 수행되지 않는 문제점이 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0006] (특허문헌 0001) 국내등록특허 제10-1053215호
(특허문헌 0002) 국내공개특허 제10-2011-0046615호
(특허문헌 0003) 국내등록특허 제10-0898053호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 상기와 같은 종래기술의 문제점을 해결하고자, 본 발명은 기존 자력선별법과 비교하여 폐실리콘 분말 덩어리를 보다 잘 분쇄하고, 폐실리콘 침전물을 재순환시켜 처리함으로써 폐실리콘 중 철 불순물 함량을 현저히 저감시킬 수 있는 폐실리콘 슬러지의 정제방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0008] 또한 본 발명은 소량의 철 불순물이 포함되어 있는 경우에도 폐실리콘 슬러지로부터 철 불순물을 효과적으로 제거할 수 있는 폐실리콘 슬러지의 정제방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0009] 또한 본 발명은 자력선별법에 의해 철 불순물 함량을 최대한 저감시킴으로써 태양전지용 실리콘 잉곳으로의 사용이 가능하고, 고순도 실리콘 원료 산업 분야에 활용 가능한 폐실리콘 슬러지의 정제방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0010] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 폐실리콘 슬러지를 초음파 분쇄하는 단계; 및 상기 초음파 분쇄된 폐실리콘 부유물은 자력에 의해 철 불순물을 제거하는 단계;를 포함하되, 상기 초음파 분쇄단계와 철 불순물 제거단계가 반복순환되는 것을 특징으로 하는 폐실리콘 슬러지의 정제방법을 제공한다.

[0011] 상기 초음파 분쇄 단계 이전에 폐실리콘 슬러지의 사전세척단계를 추가로 더 실시할 수 있다.

[0012] 상기 초음파 분쇄는 20 내지 40kHz의 초음파를 투사하여 수행될 수 있다.

[0013] 상기 초음파 분쇄는 폐실리콘 부유물 중 포함된 폐실리콘 분말의 최대 크기가 40 μ m 이내가 되도록 수행되는 것이 좋다.

[0014] 상기 철 불순물의 제거는 자력선별기를 이용하여 자력세기 1,000 내지 20,000Gauss 범위에서 수행되는 것이 좋으며, 특히 상기 자력선별기는 일정한 주기로 180°로 회전시켜 가라앉은 폐실리콘 침전물을 재순환시키는 것이 더욱 좋다.

발명의 효과

- [0015] 본 발명에 따른 폐실리콘 슬러지의 정제방법은 기존 자력선별법과 비교하여 폐실리콘 덩어리를 보다 잘 분쇄하고, 폐실리콘 침전물을 재순환시켜 처리함으로써 폐실리콘 중 철 불순물 함량을 현저히 저감시킬 수 있다. 또한, 본 발명에 따른 폐실리콘 슬러지의 정제방법은 자력선별법에 의해 폐실리콘 슬러지 중 철 불순물 함량을 최대한 저감시킴으로써 태양전지용 실리콘 잉곳으로의 사용이 가능하고, 고순도 실리콘 원료 산업 분야에 활용이 가능하다.

도면의 간단한 설명

- [0016] 도 1은 본 발명에 따른 순환공정 자력선별법을 이용한 폐실리콘 슬러지의 정제과정을 간략히 나타낸 도이다.
도 2는 본 발명의 실시예에서 사용되는 자력선별기의 단면도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0017] 이하 본 발명을 상세히 설명한다.
- [0018] 본 발명은 새로운 순환공정 자력선별법을 사용하여 폐실리콘 슬러지로부터 철 불순물을 효과적으로 제거할 수 있는 기술로서, 본 발명은 폐실리콘 슬러지를 초음파 분쇄하는 단계 및 상기 초음파 분쇄된 폐실리콘 부유물은 자력에 의해 철 불순물을 제거하는 단계를 포함하되, 상기 초음파 분쇄단계와 철 불순물 제거단계가 반복순환되는 것을 특징으로 한다.
- [0019] 먼저, 폐실리콘 슬러지를 초음파 분쇄한다.
- [0020] 이때 폐실리콘 슬러지에는 유기물 성분이 섞여 있을 수도 있는데, 이 경우 초음파 분쇄 이전에 사전세척단계를 추가로 더 실시하여 폐실리콘 슬러지에 포함되어 있는 유기물 성분을 제거할 수도 있다.
- [0021] 상기 사전세척단계는 통상의 방법에 따라 수행될 수 있음은 물론이며, 본 발명에서는 폐실리콘 슬러지를 아세톤을 이용하여 세척하고, 오븐에서 건조함으로써 폐실리콘 분말이 묻쳐진 덩어리 상태의 폐실리콘 분말을 얻을 수 있다.
- [0022] 상기 폐실리콘 슬러지 또는 유기물 성분이 제거된 폐실리콘 분말에는 충분한 양의 증류수를 혼합하여 이후 초음파 분쇄를 실시한다.
- [0023] 상기 초음파 분쇄는 초음파 처리에 의해 분쇄하는 통상의 방법이라면 제한없이 적용될 수 있으며, 특히 초음파 세척기(sonicator bath)와 초음파 분쇄기(ultrasonic processor)를 동시에 사용하여 초음파 분쇄를 수행할 수 있다.
- [0024] 또한 상기 초음파 분쇄는 20 내지 40kHz의 초음파를 투사하여 수행될 수 있다. 상기 초음파가 20kHz 미만이거나 40kHz를 초과할 경우에는 제한된 시간 이내에 폐실리콘 분말을 원하는 크기인 40 μ m 이내로 분쇄해내기 어렵다.
- [0025] 상기 초음파 분쇄를 통해 얻어진 폐실리콘 분말은 최대 크기가 40 μ m 이내인 것이 좋다. 폐실리콘 분말의 크기가 40 μ m를 초과할 경우에는 분말 입자가 너무 크고 무거워서 자력선별기에 달라붙지 않을 수 있다.
- [0026] 상기 초음파 분쇄 후 얻어진 폐실리콘 분말이 부유하는 액체, 즉 폐실리콘 부유물은 이후 액체이송펌프를 통하여 자력선별기로 이송되며, 이어서 자력에 의한 철 불순물의 제거를 실시한다.
- [0027] 상기 철 불순물의 제거는 자력선별기를 이용하여 수행될 수 있다.
- [0028] 상기 자력선별기는 1개 이상의 봉자석이 장착되어 일정정도의 자력세기를 유지하는 것이 좋으며, 특히 1,000 내지 20,000Gauss의 자력세기, 바람직하게는 10,000Gauss의 자력세기를 유지하는 것이 보다 바람직하다. 상기 자력세기가 1,000Gauss 미만일 경우에는 대부분의 폐실리콘 분말 입자가 달라붙지 않을 수 있고, 20,000Gauss를 초과할 경우에는 대부분의 폐실리콘 분말 입자가 달라붙어 선별이 불가능해질 수 있다.
- [0029] 또한, 본 발명에서는 상기 자력선별기를 일정 주기로 회전시킴으로써 자력선별기 바닥에 침전되어 순환되지 못하는 폐실리콘까지도 순환시켜 보다 많은 양의 철 불순물을 제거할 수 있다.
- [0030] 상기 자력선별기는 최대 10분에 1회 정도의 주기로 180°로 회전시키는 것이 바람직하다. 상기 자력선별기를 회전시키는 주기가 10분을 초과할 경우에는 가라앉은 침전물에 대한 자력선별이 충분히 수행되지 않을 수 있다.

[0031] 상기와 같은 초음파 분쇄와 자력선별에 의한 철 불순물 제거는 반복하여 연속적으로 수행될 수 있도록, 액체이송펌프를 통해 폐실리콘 부유물을 계속해서 순환시켜준다.

[0032] 전술한 바와 같은 본 발명은 초음파분쇄와 자력선별이 반복적으로 수행됨으로써 일반적인 자력선별법보다 효과적으로 자력선별이 이루어질 수 있으며, 또한 자력선별기를 주기적으로 회전시킴으로써 자력선별기 바닥에 침전되어 순환되지 못하는 일부 폐실리콘을 재순환시켜 보다 많은 양의 철 불순물을 제거할 수 있다. 뿐만 아니라, 전술한 바와 같은 본 발명에 따라 얻어진 폐실리콘 분말은 추후 용융 및 응고과정을 거쳐 태양전지용 실리콘 잉곳으로의 사용이 가능하고, 고순도 실리콘 원료 산업 분야에 활용 가능하다.

[0033] 이하에서는 실시예를 들어 본 발명에 관하여 더욱 상세하게 설명할 것이나, 이들 실시예는 단지 설명의 목적을 위한 것으로 본 발명의 보호 범위를 제한하고자 하는 것은 아니다.

[0034] 또한 본 발명에 따른 순환공정 자력선별법을 이용한 폐실리콘 슬러지의 정제과정은 도 1에 나타내었으며, 자력선별기의 단면도는 도 2에 나타내었다. 이하 실시예들에서 특별히 명시하지는 않으나, 상기 도 1 및 도 2에 도시한 순환공정 자력선별법을 이용한 정제과정과 자력선별기를 이용하여 폐실리콘 슬러지를 정제하였으며, 이러한 정제과정과 자력선별기가 본 발명의 권리범위를 한정하는 것이 아님은 자명할 것이다.

[0035] 실시예 1

[0036] 3L 비이커에 폐실리콘 분말 30g을 넣고 3차 증류수 2,000mL를 첨가하였다. 그 다음, 상기 폐실리콘 분말과 증류수가 담긴 비이커를 초음파 세척기(sonicator bath)에 담그고 초음파 분쇄기(ultrasonic porcessor)를 설치하여 2시간 동안 초음파 분쇄를 실시하였다.

[0037] 상기 초음파 분쇄를 마친 후 폐실리콘 분말이 부유하고 있는 액체(폐실리콘 부유물)은 튜브 연동식 액체이송펌프를 이용하여 2L/min의 속도로 자력선별기로 이송시킴으로써 초음파 분쇄단계와 자력에 의한 철 불순물 제거단계로 이루어진 순환공정이 시작되도록 하였다. 상기 순환공정은 폐실리콘 부유물을 2L/min의 속도로 이송하면서 2시간 동안 진행되도록 하였다.

[0038] 또한 상기 자력선별기 내의 자력세기는 10,000Gauss를 유지하도록 하였으며, 10분마다 한 번씩 자력선별기를 180° 로 회전시켜 주어 폐실리콘 부유물 중 함유된 철 불순물을 제거하였다.

[0039] 실시예 2

[0040] 상기 실시예 1에서 자력선별기를 회전시키지 않은 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 실시하였다.

[0041] 상기 실시예 1 및 2에서 철 불순물이 제거된 폐실리콘 부유물을 감압여과하여 폐실리콘 분말을 회수하였다. 이렇게 회수된 폐실리콘 분말과, 자력선별기 내부에 침전된 폐실리콘을 이용하여 ICP-AES 분석을 시행하고, 그 결과를 하기 표 1에 나타내었다. 이때, 대조군으로는 초음파분쇄 및 자력에 의한 철 불순물 제거 전의 원 폐실리콘을 이용하였다.

표 1

[0042]

구분		철(ppm)			철 감소율(%)	실리콘 회수율(%)	
		1차	2차	평균			
원 폐실리콘		40.2	40.0	40.1	-	-	
실시예 1	회수 폐실리 콘 분말	18.4	19.3	18.9	52.9	8	82
	침전 폐실리 콘	29.8	29.8	29.8	25.5	74	
실시예 2	회수 폐실리 콘 분말	22.0	22.6	22.3	44.3	19	84
	침전 폐실리 콘	34.6	35.2	34.9	12.8	65	

[0043] 상기 표 1에 나타낸 바와 같이, 본 발명에 따르면 초음파분쇄 및 자력에 의한 철 불순물 제거 전의 원 폐실리콘으로부터 철 불순물을 효율적으로 제거할 수 있으며, 특히 자력선별기를 주기적으로 회전시키면서 초음파분쇄 및 자력에 의한 철 불순물 제거의 순환공정을 실시한 실시예 1의 경우 실시예 2와 비교하여 폐실리콘 분말 속 철 불순물의 함량을 10~15% 정도 더 낮출 수 있음을 확인할 수 있었다.

[0044]

비록 본 발명이 상기에 언급된 바람직한 실시예로서 설명되었으나, 발명의 요지와 범위로부터 벗어남이 없이 다양한 수정이나 변형을 하는 것이 가능하다. 또한 첨부된 청구 범위는 본 발명의 요지에 속하는 이러한 수정이나 변형을 포함한다.

도면

도면1



도면2

