



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107162000 A

(43)申请公布日 2017.09.15

(21)申请号 201710539110.9

(22)申请日 2017.07.04

(71)申请人 烟台华锐微粉有限公司

地址 265301 山东省烟台市栖霞市桃村工
业园苏州路西

(72)发明人 刘焕新

(74)专利代理机构 烟台智宇知识产权事务所
(特殊普通合伙) 37230

代理人 李增发

(51) Int. Cl.

C01B 32/956(2017.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种碳化硅刃料的再生方法

(57)摘要

本发明公开一种碳化硅刃料的再生方法,首先将碳化硅废砂浆通过固液分离得到废碳化硅粉体,还依次包括:去杂质、提纯、整型、再造粒刃步骤,与现有技术相比,本发明将废弃的碳化硅回收加工再利用,利用率可达90%以上,最大限度的利用碳化硅,增加碳化硅的使用价值。

1. 一种碳化硅刃料的再生方法, 首先将碳化硅废砂浆通过固液分离得到废碳化硅粉体, 其特征在于, 还依次包括:

A) 去杂质: 分别经80目、200目、500目水筛分级去除所述废碳化硅粉体中的纤维、砂砾、木屑等杂质;

B) 提纯:

(1) 将去杂质后的所述废碳化硅粉体置于容器中, 加入没过其上表面的水, 在搅拌条件下加入占水液重量0.2% -0.3%的分散剂, 占水液重量0.2% -0.3%的螯合剂, 利用分散剂使吸附在废碳化硅粉体颗粒表面的吸附物分开并悬浮在水中, 利用螯合剂将金属离子包合到螯合剂内部, 变成稳定的分子量更大的化合物分散在水中;

(2) 在搅拌条件下加入占水液重量0.2% -0.3%的捕收剂, 占水液重量0.2% -0.3%的起泡剂后向水中充气, 所述捕收剂使废碳化硅粉体颗粒的亲水性变为疏水性; 所述起泡剂降低水溶液的表面张力, 使充入水中的空气易于弥散成气泡和稳定气泡; 起泡剂和捕收剂联合在一起吸附于废碳化硅粉体颗粒表面, 使废碳化硅粉体颗粒浮出;

(3) 用湿式磁选机去除废碳化硅粉体在切割、研磨、抛光过程中混入的大部分铁粉;

(4) 将废碳化硅粉体置于混合酸溶液中搅拌酸洗, 完全去除废碳化硅粉体中剩余的铁粉及其氧化物;

(5) 再将废碳化硅粉体用纯水漂洗三遍以上, 通过离心、压滤或斜管沉降等方式进行浓缩, 浓缩后的废碳化硅粉体在盘式干燥机中通过蒸汽加热的方式, 进行充分的干燥, 最终得到纯化的废碳化硅粉体;

C) 整型: 利用整型机将有裂纹颗粒破碎;

D) 再造粒刃: 利用塔式球磨机将近似鹅卵石的碳化硅颗粒磨成棱角锋利的碳化硅颗粒; 形成再生碳化硅刃料。

2. 根据权利要求1所述的一种碳化硅刃料的再生方法, 其特征在于: 所述分散剂为焦磷酸钠、磷酸三钠、磷酸四钠、六偏磷酸钠、偏硅酸钠或二硅酸钠; 所述螯合剂为乙二胺、2,2'-联吡啶、1,10-二氮菲、草酸根或乙二胺四乙酸。

3. 根据权利要求1所述的一种碳化硅刃料的再生方法, 其特征在于: 所述捕收剂为航空煤油; 所述起泡剂为二号油。

4. 根据权利要求1所述的一种碳化硅刃料的再生方法, 其特征在于: 所述混合酸为浓度为小于9%的盐酸和硫酸按照体积比为1:3混合。

5. 根据权利要求1所述的一种碳化硅刃料的再生方法, 其特征在于: 在所述步骤C)之前和加入分级的过程, 将所述废碳化硅粉体按照粒径大小分成不同的等级, 然后再分别进行整形和再造粒刃。

一种碳化硅刃料的再生方法

技术领域

[0001] 本发明涉及晶硅片加工技术领域,具体涉及一种碳化硅刃料的刃料再生方法。

背景技术

[0002] 刃料是指粒度通常介于 $5\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ 的较细小的碳化硅、碳化硼或氧化铝等固体微粉颗粒,质地坚硬且具有锋利的棱角,可用于太阳能晶硅片和半导体晶圆片的线切割、研磨、抛光,是目前晶硅片加工的主要耗材之一。

[0003] 目前经过线切割、研磨、抛光使用后的刃料由于部分粉体颗粒的棱角发生一定程度的磨损,粒度发生了一定程度的变化,引入了一定程度的铁屑等杂质,目前对使用后的刃料只能用到耐火材料或进行掩埋,造成极大浪费。

[0004] 开封万盛新材料有限公司的李森、王杰等在2013年第6期《再生资源与循环经济》期刊中发表了“切割刃料碳化硅的再生处理工艺研究”一文,公开了一种采用化学反应除杂处理以及水力沉降粒度分级的方法进行刃料再生的方法,主要包括,将废砂浆固液分离得到的砂饼先进行加酸化学处理,除去碳化硅中的铁及其氧化物,包括其他金属等杂质,然后再向其中进行加碱化学处理,除去碳化硅中的硅及其氧化物杂质。经过以上化学处理,碳化硅中的杂质基本得到去除。再将其在虹吸缸中进行水力沉降,依据不同粒度的碳化硅沉降速度的不同,使得不同粒度的碳化硅通过沉降分层而分级。分级过的碳化硅纯度及粒度均得到有效的处理,再依据切割需要,进行pH 值调节至碳化硅呈中性。然后将碳化硅进行脱水并干燥,脱去碳化硅中的水分,从而得到碳化硅粉体。

[0005] 该文公开的方案实则作为一种回收的方法而非再生的方法,对于粉体颗粒的已经发生一定程度磨损的棱角并没有进行任何处理过程,无法再次用于晶硅片和半导体晶圆片的线切割、研磨、抛光。

发明内容

[0006] 本发明的目的是克服现有技术的不足,公开一种真正的变废为宝,将不可用的碳化硅重新再加工成可达到全新碳化硅微粉90%以上切割能力的碳化硅刃料的再生方法。所采取的技术方案是:

一种碳化硅刃料的再生方法,首先将碳化硅废砂浆通过固液分离得到废碳化硅粉体,其特征在于,还依次包括:

A) 去杂质:分别经80目、200目、500目水筛分级去除所述废碳化硅粉体中的纤维、砂砾、木屑等杂质;

B) 提纯:

(1) 将去杂质后的所述废碳化硅粉体置于容器中,加入没过其上表面的水,在搅拌条件下加入占水液重量0.2% -0.3%的分散剂,占水液重量0.2% -0.3%的螯合剂,利用分散剂使吸附在废碳化硅粉体颗粒表面的吸附物分开并悬浮在水中,利用螯合剂将金属离子包合到螯合剂内部,变成稳定的分子量更大的化合物分散在水中;

(2) 在搅拌条件下加入占水液重量0.2% -0.3%的捕收剂,占水液重量0.2% -0.3%的起泡剂后向水中充气,所述捕收剂使废碳化硅粉体颗粒的亲水性变为疏水性;所述起泡剂降低水溶液的表面张力,使充入水中的空气易于弥散成气泡和稳定气泡;起泡剂和捕收剂联合在一起吸附于废碳化硅粉体颗粒表面,使废碳化硅粉体颗粒浮出;

(3) 用湿式磁选机去除废碳化硅粉体在切割、研磨、抛光过程中混入的大部分铁粉;

(4) 将废碳化硅粉体置于混合酸溶液中搅拌酸洗,完全去除废碳化硅粉体中剩余的铁粉及其氧化物;

(5) 再将废碳化硅粉体用纯水漂洗三遍以上,通过离心、压滤或斜管沉降等方式进行浓缩,浓缩后的废碳化硅粉体在盘式干燥机中通过蒸汽加热的方式,进行充分的干燥,最终得到纯化的废碳化硅粉体;

C) 整型:利用整型机将有裂纹颗粒破碎;

D) 再造粒刃:利用塔式球磨机将近似鹅卵石的碳化硅颗粒磨成棱角锋利的碳化硅颗粒;形成再生碳化硅刃料。

[0007] 进一步地,所述分散剂为焦磷酸钠、磷酸三钠、磷酸四钠、六偏磷酸钠、偏硅酸钠或二硅酸钠;所述螯合剂为乙二胺、2,2'-联吡啶、1,10-二氮菲、草酸根或乙二胺四乙酸。分散剂为无机电解质分散剂,可在颗粒表面的吸附,不仅能显著地提高颗粒表面电位的绝对值,从而产生强大的双电层静电排斥作用,而且无机电解质也可以增强水对颗粒表面的润湿程度。无机电解质在颗粒表面的吸附还增强表面的润湿性,增大溶剂化膜的强度和厚度,从而进一步增强颗粒的互相排斥作用。

[0008] 进一步地,所述捕收剂为航空煤油;所述起泡剂为二号油。

[0009] 进一步地,所述混合酸为浓度为小于9%的盐酸和硫酸按照体积比为1:3混合。

[0010] 进一步地,在所述步骤C)之前和加入分级的过程,将所述废碳化硅粉体按照粒径大小分成不同的等级,然后再分别进行整形和再造粒刃。

[0011] 与现有技术相比,本发明将废弃的碳化硅回收加工再利用,利用率可达90%以上,最大限度的利用碳化硅,增加碳化硅的使用价值。

具体实施方式

[0012] 一种碳化硅刃料的再生方法,首先将碳化硅废砂浆通过固液分离得到废碳化硅粉体,然后依次进行:

A) 去杂质:分别经80目、200目、500目水筛分级去除所述废碳化硅粉体中的纤维、砂砾、木屑等杂质;

B) 提纯:

(1) 将去杂质后的所述废碳化硅粉体置于容器中,加入没过其上表面的水,在搅拌条件下加入占水液重量0.25%的磷酸三钠,占水液重量0.28的1,10-二氮菲,利用磷酸三钠使吸附在废碳化硅粉体颗粒表面的吸附物分开并悬浮在水中,利用1,10-二氮菲将金属离子包合到螯合剂内部,变成稳定的分子量更大的化合物分散在水中;

(2) 在搅拌条件下加入占水液重量0.22%的航空煤油、占水液重量0.26%的二号油后向水中充气,所述捕收剂使废碳化硅粉体颗粒的亲水性变为疏水性;所述起泡剂降低水溶液的表面张力,使充入水中的空气易于弥散成气泡和稳定气泡;起泡剂和捕收剂联合在一起

吸附于废碳化硅粉体颗粒表面,使废碳化硅粉体颗粒浮出;

(3)用湿式磁选机去除废碳化硅粉体在切割、研磨、抛光过程中混入的大部分铁粉;

(4)将废碳化硅粉体置于混合酸溶液中搅拌酸洗,完全去除废碳化硅粉体中剩余的铁粉及其氧化物;所述混合酸浓度为小于9%的盐酸和硫酸按照体积比为1:3混合。

[0013] (5)再将废碳化硅粉体用纯水漂洗三遍以上,通过压滤进行浓缩,浓缩后的废碳化硅粉体在盘式干燥机中通过蒸汽加热的方式,进行充分的干燥,最终得到纯化的废碳化硅粉体;

(6)将所述废碳化硅粉体按照粒径大小分成不同的等级;

C)整型:利用整型机将不同等级的废碳化硅粉体中有裂纹颗粒破碎;

D)再造粒刃:此时具有棱角的颗粒和近似鹅卵石的碳化硅颗粒混杂在一起,由于具有棱角的颗粒很少,因此在再造粒刃时不需分开,全部参与再造,利用塔式球磨机将近似鹅卵石的碳化硅颗粒磨成棱角锋利的碳化硅颗粒;形成再生碳化硅刃料。