

Область применения изобретения

Изобретение касается метода для подготовки к повторному использованию порошкообразных, кристаллических и аморфных, агрессивных, горючих и/или ядовитых отходов и их комбинаций, который находит применение при промышленном производстве полупроводниковых приборов, в частности при эпитаксиальном наращивании из газовой фазы и/или полировке и/или распиливании полупроводниковых материалов типа A_{III}B_V

Характеристика известных технических решений

Известны механические методы подготовки к повторному использованию отходов, возникающих при проведении эпитаксиальных процессов для наращивания монокристаллических полупроводниковых материалов типа A_{III}B_V (Martinez, Kutzschbauch, Leas, Entgiftung und Deponie von toxischen Produkten und Abprodukten, Akademie-Verlag, Berlin 1979; Büttner, Giftkunde, Leipzig 1971, Gmelin, Chemie Syst. Nr. 16 Phosphor /

Недостатками их являются высокое загрязнение окружающей среды и износ частей установки под механическим воздействием.

Далее известно химическое удаление отходов путем ориентированного растворения (Gmelin, Chemie Syst. Nr. 16, Phosphor /.

Недостатками этого метода являются возникающая высокая взрывоопасность, износ частей установки и отравление окружающей среды. Таким образом хранение кислых растворов невозможно.

245745

Цель изобретения

Цель изобретения заключается в переработке ядовитых отходов, образовавшихся при промышленном изготовлении электронно-полупроводниковых элементов, в особенности таких, которые образуются при эпитаксиальном наращивании из газовой фазы, при полировании и/или распиливании полупроводниковых материалов типа $A_{III} - B_V$, в способные к складированию продукты или обогащенное вторичное сырье, не загрязняя окружающую среду газобразными, твердыми или жидкими ядами.

Изложение сущности изобретения

В основу изобретения положена задача при помощи химической обработки перевести отходы, возникающие при промышленном изготовлении электронно-полупроводниковых элементов, в стабильную форму и путем обогащения довести до готовности вторичного сырья.

Согласно изобретению задача решается тем, что твердые отходы, возникающие в процессах полировки и распиливания, растворяют в смеси из азотной и соляной кислоты, а раствор соединяют с промывочной водой из разных частей установки, чтобы полностью окислить ингредиенты. Добавлением щелочей и коагуляторов в насыщенную основную зону осаждают и отделяют соединения фосфора и мышьяка.

В щелочный раствор, согласно изобретению, добавляют кислоту, и таким образом восстанавливают слабо кислые значения pH, причем оседают соединения галлия, которые затем отделяются.

Процессы промывки и окисления согласно изобретению проводят в атмосфере защитного газа и возникающие при названных процессах ядовитые газы поглощаются за счет обратной промывки и пропуска через раствор гипохлорита натрия.

Отходы, возникающие в системе отходящих газов в установках для эпитаксиального наращивания из газовой фазы, а также смеси компонентов GaAs, GaP, GaAs_{1-x}P_x, GaCl₃, GaN, As₂O₃, P₂O₅, As, P соединяются с водой в атмосфере азота. Выделяющиеся газы, содержащие мышьяк и фосфор, вместе с азотистым газом-носителем проводят через известную систему очистки отходящих газов, содержащую промывку водой по противоточному принципу, и газоочистку с раствором гипохлорида натрия. Обработанный таким образом и направляемый в воздушно-техническую установку отходящий газ не содержит больше недопустимых концентраций ядовитых веществ. Орошаемые производственной водой из собственной циркуляционной системы части установки очищаются механически, затем промываются чистой водой и сушатся на воздухе. Возникающий при промывке ядовитый водный раствор с большой долей осадка соединяется с раствором, в котором растворены образовавшиеся после процессов распиливания и полирования остатки, окисляется окислителем, таким как, например, H₂O₂, так что мышьяк и фосфор в их соединениях переводятся в высшие степени валентности. Этот выходной раствор имеет значение pH приблизительно 1 - 3. При добавлении раствора аммиака и при помощи соответствующего осадителя, например микстуры магния, в основной области происходит почти полное выпадение всех содержащих мышьяк и фосфор составных частей. Примененная в качестве осадителя микстура магnezия состоит из водянистого раствора хлорида магния, хлорида аммония и аммиака.

Выпадающий осадок отделяется декантированием, седиментированием, фильтрованием или центрифугированием. Осаждающий раствор прибавлением кислоты доводят до слабокислого состояния,

причем выпадает осадок галлия в виде гидроксида и его можно отделить от раствора вышеназванными методами.

Так как мышьяк и фосфор после окисления и осаждения имеются в достаточно стабильных соединениях, компримирование ядовитого твердого вещества производится путем испарения воды при нагреве. В сухой форме возможно неопасное хранение ядовитых отходов. Раствор, после процессов осаждения еще содержащий следы мышьяка, фосфора и галлия, используется в циркуляционной системе для следующей очистки частей установки. Таким образом ядовитые вещества не соприкасаются с окружающей средой. Вторичное сырье - галлий, возникающее в виде гидрооксида галлия, может быть предоставлено в распоряжение соответствующей промышленности.

Пример осуществления изобретения

Ниже изобретение более подробно поясняется на примере его осуществления и при помощи рисунка.

Части установки, закупоренные при процессе эпитаксии из газовой среды типа $A_{III}B_V$, смесями порошкообразных, аморфных и кристаллических твердых веществ, содержащих галлий, мышьяк, фосфор, азот, хлор и водород, внутри очистительной камеры 21 прифланцовываются к продувочным клапанам 37 по 40. Интенсивным продуванием азотом для вытеснения воздуха, воздух удаляется из очистительной камеры 21. Затем посредством насоса 22 через открывшийся клапан 10 и последовательно открывающиеся клапаны 16 по 19 постепенно подается вода из циркуляции из резервуара 24 или свежая вода через прифланцованные части установки. Возникающий при этом газ при разряжении минимум в 10 мм вод.ст. освобождается от арсина и фосфина при помощи очистительной системы отработавшего газа, состоящей из установки обратной

промывки 25 с водой и газоочистителя 26, наполненного раствором гипохлорита натрия, и направляется в вентиляционную установку 20. Контроль ядовитых газов в отходящем воздухе производится при помощи трубок Дрегера для арсина и фосфина. После кратковременного пропуска промывочной жидкости клапаны I6 до I9 закрывают, подводы к продувным клапанам 37 до 40 удаляются и отложения в прифланцованных частях установки при помощи инструмента, как, например, сверла, и последующего полоскания водой, которая подводится через гибкий шланг при открытом вентиле I2, вводят вовнутрь очистительной камеры. После интенсивного продувания азотом очистительная камера открывается и прифланцованные, теперь очищенные части установки после промывания свежей водой удаляются из очистительной камеры 2I, просушиваются на воздухе, после чего опять готовы к использованию в последующих процессах эпитаксии.

Содержащую осадок жидкость, полученную после очистки, теперь соединяют со смесью из 3 частей азотной кислоты и I частью соляной кислоты, в которой растворены оставшиеся после процессов распиливания и полирования твердые вещества, после чего прибавляют I до 3 л перекиси водорода.

Окисленная жидкость при помощи насоса 23 после открытия клапанов I5 и 9 подается в первый резервуар для кислоты 27. Теперь добавлением аммиака или средства для осаждения, как смеси магнезия, устанавливают значение pH от 8 - 10. Возникающие при этом газы всасываются через клапан 7 в вентиляционную установку 20. По истечении от 5 до 8 часов проводится грубое разделение.

Постепенно последовательно через открытые клапаны 3, 2, I и 6 осветленный раствор декантируется во второй резервуар с кислотой 28. При добавлении соляной кислоты устанавливают значение

245745

pH 6, при котором происходит второе осаждение, преимущественно $\text{Ga}/\text{OH}/_3$.

По истечении приблизительно двух часов осветленный раствор постепенно декантируется через клапаны 6, 5, 4 и 10 в резервуар 24. Выпавшие в первом и втором резервуарах с кислотой 27 и 28 шламообразные осадки через клапаны 14 и 13 сливаются в водоиспарительный сосуд 29 (из нержавеющей стали или эмалированной листовой стали) и компримируются под вытяжным шкафом на электроплитке 30 путем испарения воды. Образовавшиеся таким образом отходы производства заполняются в пригодный для хранения резервуар и складываются или поступают в производство в качестве вторичного сырья.

Формула изобретения

1. Подготовка посредством химической обработки к повторному использованию возникающих при производстве полупроводниковых приборов отходов, в частности при эпитаксиальном наращивании из газовой фазы и/или полировании и/или распиливании полупроводниковых материалов типа $A_{III}B_V$, или превращение их в стабильные смеси твердых веществ, способных к длительному хранению, отличающаяся тем, что осаждающиеся твердые отходы растворяют в смеси азотной и соляной кислот, раствор соединяют с промывочной водой из частей установки, добавляют средства для окисления, затем в концентрированной основной зоне при добавлении аммиака или средства для осаждения осаждают и отделяют соединения мышьяка и фосфора, жидкая часть раствора добавлением соляной кислоты доводится до значения pH 6 и при этом в виде гидроксида осаждается галлий, ядовитые газы же, образовавшиеся в предыдущих рабочих процессах, очищают обратной промывкой водой и пропусканием через раствор гипохлорита натрия, а также тем, что рабочие операции промывки частей установки и окисления протекают в атмосфере защитного газа.
2. Метод подготовки к повторному использованию отходов согласно пункту 1, отличающийся тем, что в качестве защитного газа применяется азот.
3. Метод подготовки отходов по пункту 1, отличающийся тем, что как средство окисления применяется 30%ный раствор H_2O_2 .
4. Метод подготовки отходов по пункту 1, отличающийся тем, что как средство для осаждения применяется микстура магнезия, состоящая из водянистого раствора аммиака, хлорида магнезия и хлорида аммония.

245745

5.Метод подготовки отходов по пункту I, отличающийся тем, что как промывочная вода для частей установки используется отходящая после осаждения гидроокиси галлия вода.

Аннотация

Изобретение касается подготовки образовавшихся после изготовления электронно-полупроводниковых элементов ядовитых отходов, в особенности образовавшихся при эпитаксиальном наращивании из газовой фазы и/или полировании и/или распиливании полупроводниковых материалов типа $A_{III}B_V$ к вторичному использованию посредством химической обработки, для получения стабильных смесей из твердых веществ, пригодных к длительному хранению, или обогащенного вторичного сырья. Согласно изобретению отходы растворяются в смеси из кислот или окисляются в воде и осаждаются в концентрированной основной зоне в виде соединений фосфора и мышьяка. Обратной циркуляцией жидкой части смеси в слабо кислую среду осаждаются соединения галлия.

Образовавшиеся в процессе газы очищаются водой и раствором гипохлорита, причем для растворения или принятия отходов употребляются растворы, содержащие ядовитые вещества. Рабочие операции принятия отходов в воде и окисление проводятся в атмосфере защитного газа.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob chemického zpracování odpadů vznikajících při výrobě polovodičových součástí, zejména při epitaxním narůstání z plynné fáze a/nebo leštění a/nebo řezání polovodičových materiálů typu $A_{III}B_V$ a jejich konverze na stabilní směsi pevných látek, přizpůsobených k dlouhodobému skladování, vyznačený tím, že se pevné odpady rozpouští ve směsi kyseliny solné a dusičné, získaný roztok se mísí s proplachovací vodou z jednotlivých částí zařízení, potom se k němu přidávají oxidační látky, potom se v základní koncentrační zóně za přidání amoniaku nebo jiného srážecího činidla vylučují a oddělí sloučeniny arzenu a fosforu, zbylý tekutý podíl se přidáním kyseliny solné upraví na hodnotu pH 6, přičemž se ve formě hydroxidu vysráží galium a jedovaté plyny vytvářející se během předcházejících pracovních stupňů se zpětně vymývají vodou a roztokem chlornanu sodného, přičemž vymývání probíhá v ochranné plynné atmosféře.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se jako ochranného plynu používá dusíku.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se jako oxidační látky používá 30% roztoku H_2O_2 .

4. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se jako srážecího prostředku používá směs skládající se z vodného roztoku amoniaku, chloridu hořečnatého a chloridu amonného.

5. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se jako promývací vody z části zařízení využívá odpadní vody po usazování hydroxidu galia.

Uznáno vynálezem na základě výsledků expertizy, provedené Úřadem pro vynálezectví a patentnictví, Berlín, DD.

1 výkres

