



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102294758 B

(45) 授权公告日 2015. 08. 05

(21) 申请号 201110172424. 2

(22) 申请日 2011. 06. 23

(30) 优先权数据

2010-144448 2010. 06. 25 JP

(73) 专利权人 日本碍子株式会社

地址 日本爱知县名古屋市

专利权人 NGK 飞尔泰克株式会社

(72) 发明人 天池英雄 小坂慎一 濑田胜文

(74) 专利代理机构 北京北翔知识产权代理有限公司 11285

代理人 杨勇 郑建晖

(51) Int. Cl.

B28D 7/00(2006. 01)

B28D 5/04(2006. 01)

(56) 对比文件

JP 2002-519209 A, 2002. 07. 02, 说明书第 6-33 段, 附图 1.

JP 11-33361 A, 1999. 02. 09, 说明书第 5-44 段, 附图 1-7.

JP 2008-750 A, 2008. 01. 10, 说明书第 8-51 段, 附图 1-3.

JP 2000-343525 A, 2000. 12. 12, 说明书第 11-28 段.

W0 2010/071873 A2, 2010. 06. 24, 说明书第 12-24 段.

CN 1176864 A, 1998. 03. 25, 全文.

US 6422067 B1, 2002. 07. 23, 全文.

审查员 贾红叶

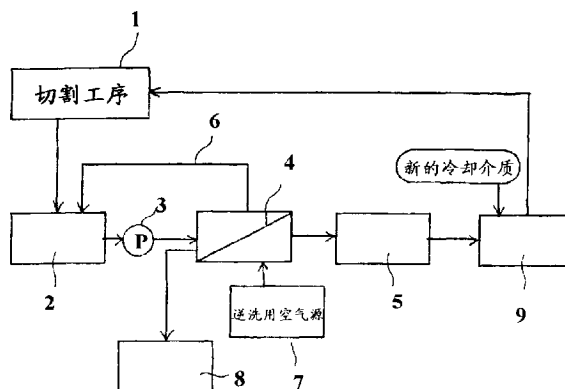
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54) 发明名称

冷却介质回收方法

(57) 摘要

本发明的目的在于提供一种能够从含有由结晶块切割工序中排出的增粘剂的冷却介质中分离除去切屑并回收澄清的冷却介质的方法。解决课题的方法如下:使用陶瓷膜(4)对含有从结晶块切割工序中排出的增粘剂的冷却介质进行过滤处理从而膜分离切屑,并对得到的澄清的冷却介质进行回收。通过使用膜孔径为 $1-10\mu\text{m}$ 的陶瓷膜(4),确保含有增粘剂的冷却介质的过滤速度,并通过定期反复进行空气逆洗,在抑制过滤速度降低的同时进行横流式过滤。



1. 一种冷却介质回收方法,使用陶瓷膜对从结晶块切割工序中排出的、含有增粘剂的冷却介质进行过滤处理从而膜分离具有 0.1-10 μm 的粒度分布的切屑,并对得到的澄清冷却介质进行回收,其特征在于,

通过使用膜孔径比分离对象切屑更大的为大于 1 μm 且不大于 10 μm 的陶瓷膜,确保含有增粘剂的冷却介质的过滤速度,并通过定期反复进行空气逆洗,在抑制过滤速度降低的同时进行横流式过滤。

2. 权利要求 1 所述的冷却介质回收方法,其特征在于,所述切屑是在固定磨料方式的切割工序中产生的。

3. 权利要求 1 所述的冷却介质回收方法,其特征在于,冷却介质以聚乙二醇为主成分,并含有重量平均分子量为 1 万 -100 万的增粘剂。

4. 权利要求 1 所述的冷却介质回收方法,其特征在于,增粘剂的粘度为 15-20 厘泊(cP)。

5. 权利要求 1 所述的冷却介质回收方法,其特征在于,还包括在回收的澄清冷却介质中添加调和新的冷却介质并将其送回结晶块切割工序的工序。

冷却介质回收方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种从结晶块切割工序中排出的冷却介质的回收方法。

背景技术

[0002] 在半导体或太阳能电池等的制造工序中有利用钢丝锯对硅、SiC、蓝宝石等结晶块进行切割的工序。在该切割工序中,在对钢丝喷涂称为冷却介质的冷却液的同时,进行切断。以辅助于由钢丝进行的切断的目的,采用 SiC 等磨料,采用将磨料分散在冷却介质中且利用钢丝进行切断的游离磨料方式和使用磨料已被固定的钢丝的固定磨料方式。该固定磨料方式与游离磨料方式相比更锋利且能够缩短作业时间,而且具有能够缩小被切断晶片厚度的不均匀的优点。

[0003] 从这样的结晶块切割工序中大量的冷却介质被排出,如果就这样废弃冷却介质,无论是从经济的观点还是从环境保护的观点出发都是不适合的。因此,人们期望对排出的冷却介质进行回收再利用。

[0004] 在该冷却介质中除了磨料之外还混有大量的结晶块切屑。因此,有必要将这些混合物分离除去而只回收冷却介质成分。因此,在专利文献 1 中提出了如下方法,即、将回收的冷却介质放入离心分离器中,在此基础上进一步用由无纺布构成的过滤器进行处理。另外,在专利文献 2 中公开了一种采用离心分离机的方法。

[0005] 但是,在这些现有方法中,由于磨料或切屑的分离效率低、尤其硅切屑具有 0.1-10 μm 范围的粒度,因此无法彻底除去,存在获得的回收液澄清度低的问题。

[0006] 因此,本发明人尝试了使用膜孔径为 0.1 μm 左右的陶瓷膜来除去冷却介质中的硅切屑的方法。如果采用这样的陶瓷膜,则应该几乎能够完全除去 0.1-10 μm 的硅切屑。但是,在冷却介质中含有重量平均分子量为 1 万 -100 万的增粘剂,因此若要过滤这样的冷却介质,则由于增粘剂无法透过该陶瓷膜而无法提高过滤速度,从而认为缺乏实用性。

[0007] 现有技术文献

[0008] 专利文献

[0009] 专利文献 1 特开平 9-168971 号公报

[0010] 专利文献 2 特开平 11-33913 号公报

发明内容

[0011] 发明所要解决的课题

[0012] 因此,本发明的目的在于解决上述现有问题并提供一种,即使在从结晶块切割工序中排出的冷却介质中含有增粘剂,也能够彻底去除混入的硅粉,而且能够维持实用的过滤速度的冷却介质的回收方法。

[0013] 解决课题的方法

[0014] 为解决上述课题而构成的本发明是一种如下的冷却介质回收方法,即:使用陶瓷膜对从结晶块切割工序中排出的、含有增粘剂的冷却介质进行过滤处理从而膜分离切屑,

并对得到的澄清冷却介质进行回收,其特征在于,通过使用膜孔径为 1-10 μm 的陶瓷膜,确保含有增粘剂的冷却介质的过滤速度,并通过定期反复进行空气逆洗,在抑制过滤速度降低的同时进行横流式过滤 (cross-flow filtration)。

[0015] 此外,在优选的实施方案中,所述切屑是在固定磨料方式的切割工序中产生的,冷却介质以聚乙二醇为主成分,并含有重量平均分子量为 1 万 -100 万的增粘剂。另外,增粘剂的粘度为 15-20 厘泊 (cP)。

[0016] 另外,还能够包括在回收的澄清冷却介质中添加调和新的冷却介质并将其送回结晶块切割工序的工序。

[0017] 发明效果

[0018] 根据若采用本发明的冷却介质回收方法,利用膜孔径为 1-10 μm 的陶瓷膜,对含有从结晶块切割工序中排出的增粘剂的冷却介质进行横流式过滤从而膜分离切屑。由于使用了这样的膜孔径大的陶瓷膜,因此即使包含在冷却介质中的重量平均分子量为 1 万 -100 万的增粘剂也能够透过膜孔。另外,虽然所述切屑具有 0.1-10 μm 的粒度分布,但从陶瓷膜的膜内部中的捕捉或基于堆积在膜一次侧表面的切屑的捕捉效果考虑,即使是膜孔径为 1-10 μm 的陶瓷膜也能够充分分离除去切屑。

[0019] 另外,若采用本发明的冷却介质回收方法,通过定期反复进行只使用空气的逆洗来抑制冷却介质过滤速度的降低。因此,没有必要将滤液用于陶瓷膜的逆洗,从而能够提高冷却介质的回收效率。

附图说明

[0020] 图 1 是表示本发明实施方案的方框图。

[0021] 图 2 是表示本发明其他实施方案的方框图。

[0022] 图 3 是表示本发明实施例的图表。

[0023] 附图标记说明

[0024] 1 结晶块切割工序

[0025] 2 冷却介质回收槽

[0026] 3 过滤用泵

[0027] 4 陶瓷膜

[0028] 5 过滤冷却介质槽

[0029] 6 配管

[0030] 7 逆洗用空气源

[0031] 8 废弃槽

[0032] 9 调和槽

[0033] 10 离心分离机

具体实施方式

[0034] 以下说明本发明的实施方案。在以下说明中,结晶块为硅晶锭,但对在 SiC、蓝宝石等结晶块切割工序中排出的冷却介质也同样适用。

[0035] 图 1 是表示本发明实施方案的方框图,1 为硅晶锭切割工序,2 为用于回收从该切

割工序 1 中排出的冷却介质的回收槽。在切割工序 1 中,在对钢丝喷涂称为冷却介质的冷却液的同时,进行切断。如上所述,公知的切断方式有固定磨料方式和游离磨料方式,本发明可适用于任一种方式。用于切割硅晶锭的钢丝锯用冷却介质,以聚乙二醇为主成分,并含有重量平均分子量在 1 万-100 万的增粘剂,且粘性为 15-20 厘泊的增粘剂居多。当进行切削时,由于硅切屑逐渐积攒在冷却介质中而使其性能变差,因此将使用完了的冷却介质分批向回收槽 2 排出。如上所述,硅切屑具有 0.1-10 μm 的粒度分布。

[0036] 被排出的使用完了的冷却介质通过过滤用泵 3 由回收槽 2 被送至陶瓷膜 4,进行横流式过滤。陶瓷膜 4 为膜孔径 1-10 μm 的膜,在本实施方案中采用陶瓷制柱式膜,但是膜形状不限于此,也可以为平膜或管状膜。之所以设定使用的陶瓷膜 4 的膜孔径为 1-10 μm ,原因在于,如果膜孔径比这个膜孔径还小,则增粘剂的分子则难以透过膜孔,导致过滤速度变慢而不实用,反之如果膜孔径超过 10 μm ,就不能分离除去粒度分布为 0.1-10 μm 的一部分硅切屑,从而无法得到澄清的冷却介质。如果膜孔径在 1-10 μm 的范围内,就能够几乎 100%地分离除去硅切屑。此外,更优选陶瓷膜 4 的膜孔径范围在 1-3 μm 。

[0037] 经过这样处理,除去了硅切屑等的陶瓷膜 4 的透过液,被送往过滤冷却介质槽 5 中。另外,通过陶瓷膜 4 一次侧的浓缩液由配管 6 送回回收槽 2 中。该浓缩液与使用完了的冷却介质混合在一起,再次由泵 3 送至陶瓷膜 4,进行横流式过滤,因此回收槽 2 内部的冷却介质逐渐地被浓缩。与此同时,过滤速度也逐渐降低,但在本发明中,通过定期地反复进行只使用空气的逆洗来抑制冷却介质的过滤速度降低。

[0038] 空气逆洗是通过将压缩空气从逆洗用空气源 7 导入陶瓷膜 4 的二次侧来进行的。在本发明中,只使用空气的逆洗之所以有效是因为陶瓷膜 4 的膜孔径有 1-10 μm 之大,因此气压较低的空气贯通膜面而从一次侧吹出,能够剥离膜面上的阻塞物。此时,残留在膜内的增粘剂也被吹出至一次侧。空气逆洗频率为 5-30 分钟/次,一次空气逆洗所需时间为 1-5 秒钟左右。该空气逆洗作为在过滤运转持续中进行的动作,其压力比一次侧液体压力高 0.2-0.5Mpa 左右即可。

[0039] 如果在反复进行这样的空气逆洗的同时进行横流式过滤,则回收槽 2 内的使用完了的冷却介质的 SS 浓度达到 25-40wt%。当达到该状态时,将浓缩的使用完了的冷却介质取出置于废弃槽 8 中,利用氢氧化钠或硝酸等药品对陶瓷膜 4 进行药液清洗。陶瓷膜 4 与高分子膜相比具有优异的耐药性,因此即使使用氢氧化钠或硝酸等反复进行药液清洗也不会老化。

[0040] 另一方面,被除去硅切屑等的冷却介质被集中在冷却介质过滤槽 5 中。该冷却介质是硅切屑几乎被 100%除去的澄清的冷却介质,因此在调和槽 9 中添加新的冷却介质之后,将其送回切割工序 1 中进行再利用。

[0041] 以上说明的实施方案中,将使用完了的冷却介质直接从回收槽 2 送至陶瓷膜 4 进行横流式过滤,但如图 2 所示,也可以在陶瓷膜 4 的前段设置作为现有技术的被称为沉降式离心机的离心分离机 10。虽然通过该离心分离机 10 进行的硅切屑的分离回收不彻底,但如果用离心分离机 10 除去一部分混入冷却介质中的硅切屑,则陶瓷膜 4 的负荷就减轻了,就能维持更高的过滤速度。此外,也可以并列设置离心分离机 10 和陶瓷膜 4。

[0042] 这样,若采用本发明,能够以实用的过滤速度将硅粉从含有由结晶块切割工序中排出的增粘剂的冷却介质中充分除去,从而能够回收澄清的冷却介质。以下对本发明的实

施例就行说明。

[0043] 实施例

[0044] 使用膜孔径为 $2\mu\text{m}$ 的柱式陶瓷膜（作为申请人的公司：19 孔），对从硅晶锭切割工序中排出的 4 种使用完了的冷却介质进行了过滤。过滤温度为室温（ 25°C ）。过滤开始之后在每 10 分钟反复一次 2 秒钟的空气逆洗的同时 24 小时持续进行横流式过滤。

[0045] 其结果如图 3 中图表所示，使用完了的冷却介质 A 在过滤开始时 SS 浓度约为 10wt%，能够被浓缩至约 35wt%。此外，过滤速度在过滤开始时为 $45\text{L}/\text{m}^2\text{h}$ ，过滤结束时为 $20\text{L}/\text{m}^2\text{h}$ 。使用完了的冷却介质 B 在过滤开始时 SS 浓度约为 10wt%，能够被浓缩至约 30wt%。此外，过滤速度在过滤开始时为 $50\text{L}/\text{m}^2\text{h}$ ，过滤结束时为 $15\text{L}/\text{m}^2\text{h}$ 。使用完了的冷却介质 C 在过滤开始时 SS 浓度约为 8wt%，能够被浓缩至约 25wt%。此外，过滤速度在过滤开始时为 $30\text{L}/\text{m}^2\text{h}$ ，过滤结束时为 $10\text{L}/\text{m}^2\text{h}$ 。使用完了的冷却介质 D 在过滤开始时 SS 浓度约为 6wt%，能够被浓缩至约 25wt%。此外，过滤速度在过滤开始时为 $20\text{L}/\text{m}^2\text{h}$ ，过滤结束时为 $10\text{L}/\text{m}^2\text{h}$ 。这样，虽然使用完了的冷却介质的特性具有较大的不均匀性，但若采用本发明，无论哪种情况都能够大幅浓缩含有硅切屑的使用完了的冷却介质，并能够回收澄清的冷却介质。

[0046] 与此相对，当采用截留分子量为 2 万的 UF 膜对 SS 浓度约为 10wt% 的使用完了的冷却介质 E 进行过滤时，过滤结束时的 SS 浓度为 20wt%，过滤速度比 $10\text{L}/\text{m}^2\text{h}$ 低得多，作为滤液质量，由于增粘剂被大幅除去且作为再生的冷却介质的品质发生变化，因此不实用。

[0047] 此外，采用如下方法对该实施例的 SS 浓度进行了测定。

[0048] (1) 首先，测定干燥器内干燥保存的 $0.1\mu\text{m}$ 膜滤器的重量 $W1(\text{mg})$ 。

[0049] (2) 用 $0.1\mu\text{m}$ 膜滤器对 $V(\text{mL})$ 的样品进行过滤。

[0050] (3) 用纯水对堆积在 $0.1\mu\text{m}$ 膜滤器上的悬浊物进行充分清洗以防止其从溶剂成分中析出。

[0051] (4) 对 $0.1\mu\text{m}$ 膜滤器及悬浊物进行充分干燥之后，测定重量 $C(\text{mg})$ 。

[0052] (5) 根据式 $\text{SS 浓度} = (W2 - W1) / (V / 1000)$ 来计算 SS 浓度 (mg/L)。

[0053] 如上文说明的那样，若采用本发明，能够从含有由结晶块切割工序中排出的增粘剂的冷却介质中分离除去切屑并回收澄清的冷却介质，因此不论是从经济方面还是环境保护方面都能够获得优异成果。

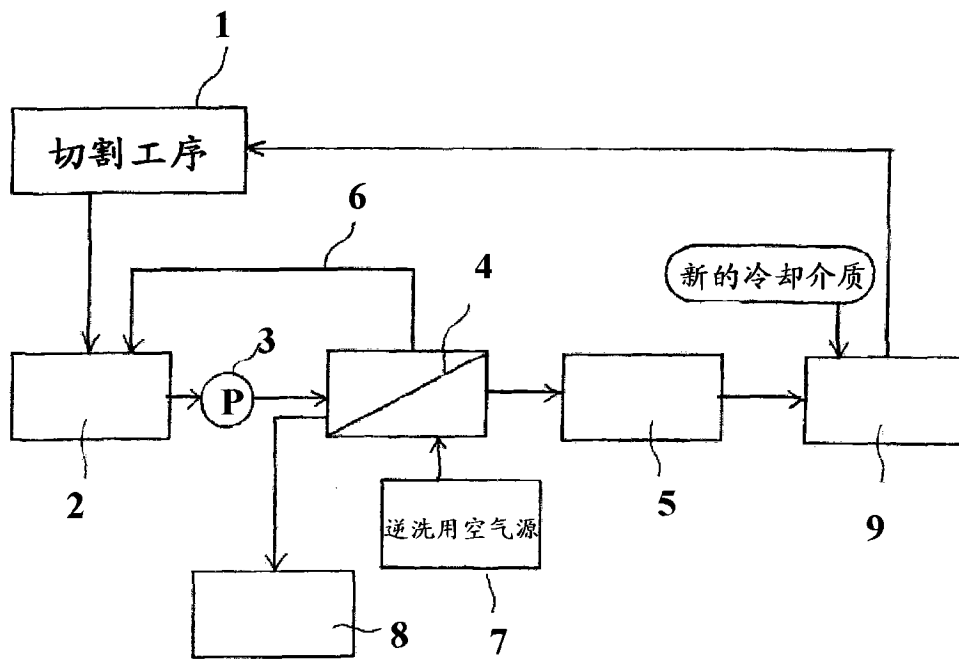


图 1

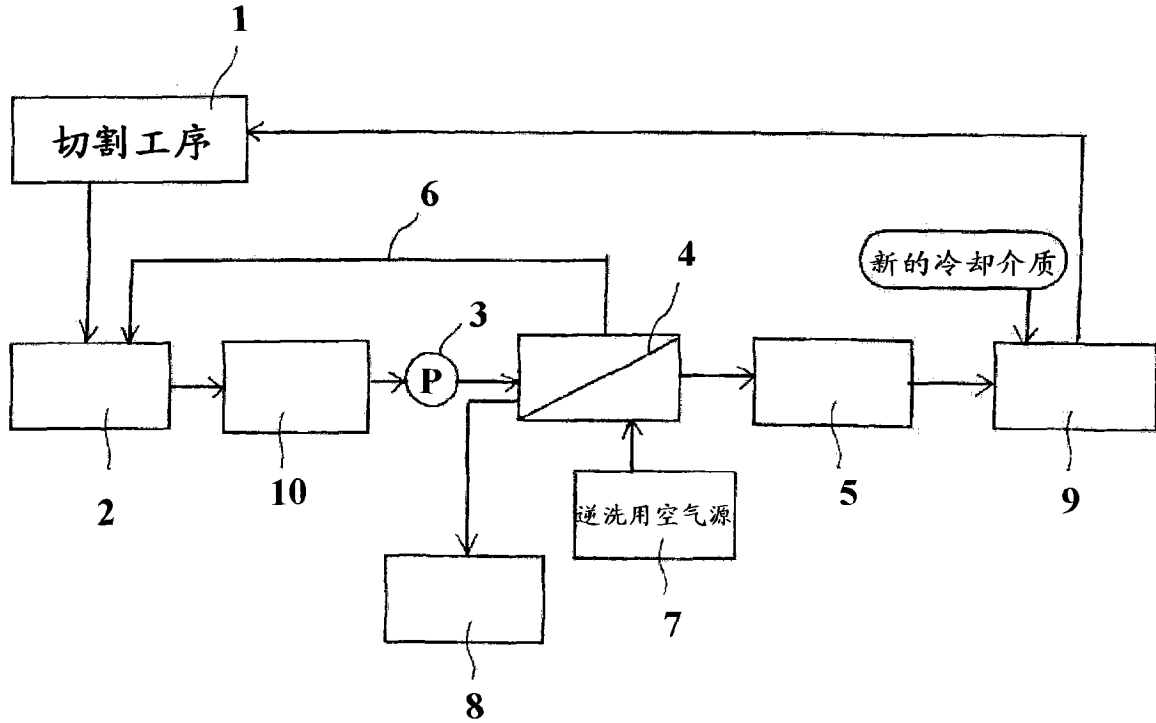


图 2

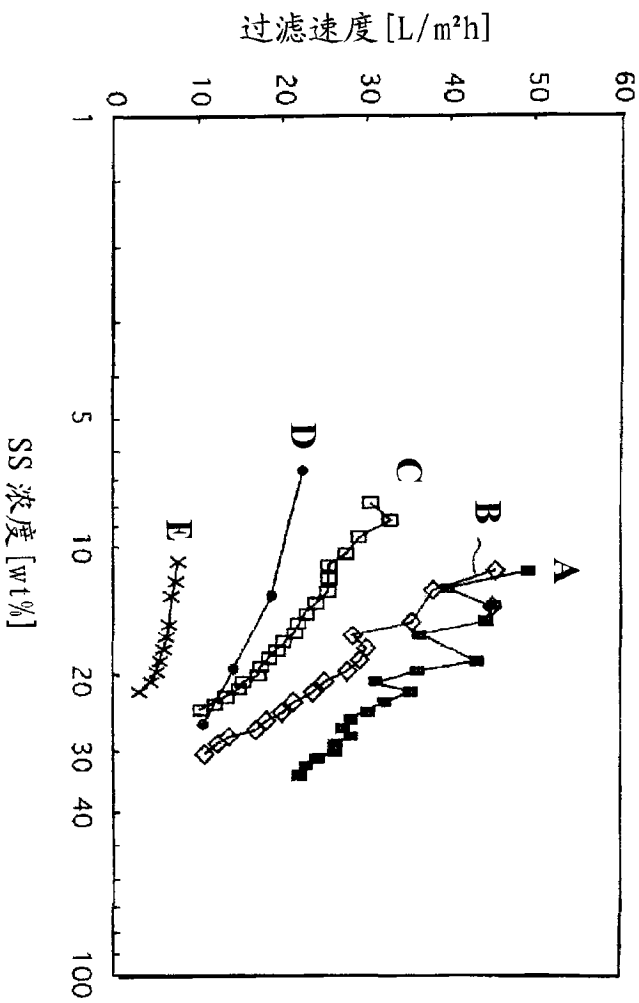


图 3