(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号
特開2012-139652
(P2012-139652A)
(43)公開日　平成24年7月26日(2012.7.26)

(51)Int.Cl.		F I			テーマコード（参考）
C02F 11/12	(2006.01)	C02F	11/12	ZABC	4D059
C01B 33/02	(2006.01)	C01B	33/02	Z	4G072
C02F 11/00	(2006.01)	C02F	11/00	C	

審査請求 未請求　請求項の数 3　OL　（全 12 頁）

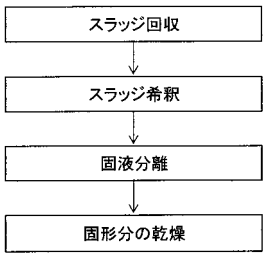
(21)出願番号　特願2011-201 (P2011-201)
(22)出願日　平成23年1月4日 (2011.1.4)

(71)出願人　302006854
株式会社ＳＵＭＣＯ
東京都港区芝浦一丁目２番１号
(74)代理人　100094215
弁理士　安倍　逸郎
(72)発明者　泉　龍典
東京都港区芝浦一丁目２番１号　株式会社ＳＵＭＣＯ内
(72)発明者　森田　悦郎
東京都港区芝浦一丁目２番１号　株式会社ＳＵＭＣＯ内
(72)発明者　福田　泰夫
東京都港区芝浦一丁目２番１号　株式会社ＳＵＭＣＯ内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】ワイヤソースラッジからのグリコール除去方法

(57)【要約】
【課題】シリコンスラッジ中の固形分に含まれるグリコールの低濃度化が容易かつ安価に図れ、製鋼用の成分調整用添加剤原料として再利用が可能なワイヤソースラッジからのグリコール除去方法を提供する。
【解決手段】シリコンスラッジを、固形分のグリコール濃度が３重量%以下となる量の純水に分散させて希釈するので、固形分に含まれるグリコールの低濃度化が容易かつ安価に図れる。その後、シリコンスラッジを固液分離し、グリコールが除去された固形分を回収する。これにより、固形分が製鋼用の成分調整用添加剤原料として再利用ができる。
【選択図】図１



【特許請求の範囲】
【請求項１】
シリコンインゴットのスライスを行うワイヤソーから排出されたグリコールを含むシリコンスラッジを、該シリコンスラッジ中の固形分のグリコール濃度が３重量％以下となる量の純水に分散させて希釈することで溶媒とし、
その後、該溶媒を減圧状態で固液分離することで、前記シリコンスラッジの固形分を回収するワイヤソースラッジからのグリコール除去方法。
【請求項２】
前記ワイヤソーから排出された前記シリコンスラッジのグリコール濃度を３５～４０重量％とし、
前記シリコンスラッジの純水による希釈倍率を１５～２５倍とした請求項１に記載のワイヤソースラッジからのグリコール除去方法。
【請求項３】
前記純水への前記シリコンスラッジの分散は、
クロスフローろ過器の内部空間に収納された平板形状のろ過材の表面と平行に前記シリコンスラッジを含む純水が供給される際に発生する撹拌作用によって行われる請求項１または請求項２に記載のワイヤソースラッジからのグリコール除去方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
この発明は、ワイヤソースラッジからのグリコール除去方法、詳しくはワイヤソーを用いたシリコンインゴットのスライス時に発生するシリコンスラッジ中からグリコールを除去するワイヤソースラッジからのグリコール除去方法に関する。
【背景技術】
【０００２】
ワイヤソーを用いてシリコンインゴットをスライスする際には、複数本のグルーブローラ間で走行中のワイヤ列に、例えば遊離砥粒およびグリコールを含む水溶性スラリーを供給しながら、シリコンインゴットを押し当てる。これにより、シリコンインゴットから多数のシリコンウェーハが切り出される。
スライス中には、ワイヤソーから使用済みスラリーが排出される。使用済みスラリーは、スラリー回収タンクにいったん貯留後、スラリーポンプによりワイヤ列の上に循環供給される。
スライス後の使用済みスラリーはスラリー回収タンクから回収され、遊離砥粒を遠心分離し、得られたシリコン（Ｓｉ）粉、グリコール、遠心分離不能な遊離砥粒を含むシリコンスラッジに対して洗浄、乾燥などの後処理が順次施される。こうして回収されたシリコン粉、遠心分離不能な遊離砥粒の微粒子を含む固形分は、例えば製鋼用の成分調整用添加剤原料として再利用できる。
【０００３】
しかしながら、水溶性スラリーを使用してシリコンインゴットをスライスした場合、シリコンスラッジ中には、有機化合物のグリコールが多量に含まれていた。そのため、これをそのまま炉内に投入すれば、一般的に０．３～２．０重量％とされる炭素鋼の炭素含有量が過剰となり、不良品が発生するおそれがあった。
そこで、これを解消する従来技術として、例えば特許文献１に開示されたグリコール除去方法が知られている。特許文献１の方法は、シリコンスラッジを炉内に投入し、あらかじめその液分を蒸発させてから固形分を１０５０℃～１４５０℃の温度で焼成し、このときの焼成熱でグリコールを熱分解するものである。
【先行技術文献】
【特許文献】
【０００４】
【特許文献１】特開２００２－１６７２８０号公報

【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００５】
しかしながら、特許文献１に開示されたシリコンスラッジの焼成時にグリコールを焼失させる方法では、グリコールの熱分解に伴い二酸化炭素と水とが生成する。このうち、炭素酸化物である二酸化炭素を完全にガス化して除去することは、１４００℃を超える焼成熱を加えても困難であった。その結果、シリコンスラッジの固形分には、炭酸が表面に付着するなどして炭素の含有量が増加し、これが固形分を炭素鋼の珪素濃度の調整材料として再利用したとき、製鋼後の炭素鋼の炭素含有量が規定量を超過する要因の１つとなっていた。
【０００６】
そこで、発明者は鋭意研究の結果、ワイヤソーから排出されたグリコールを含むシリコンスラッジを多量の純水に分散させて希釈し、得られた溶媒を固液分離すれば、容易かつ安価に、シリコンスラッジ中の固形分のグリコール濃度が低下するとともに、固形分からのグリコールの分離も図れることを知見し、この発明を完成させた。
【０００７】
この発明は、シリコンスラッジの固形分に含まれるグリコールの低濃度化を容易かつ安価に図ることができ、これにより、その固形分が添加された出鋼後の炭素鋼において、グリコールによる炭素含有量の増加を抑制することができるワイヤソースラッジからのグリコール除去方法を提供することを目的としている。
【課題を解決するための手段】
【０００８】
請求項１に記載の発明は、シリコンインゴットのスライスを行うワイヤソーから排出されたグリコールを含むシリコンスラッジを、該シリコンスラッジ中の固形分のグリコール濃度が３重量％以下となる量の純水に分散させて希釈することで溶媒とし、その後、該溶媒を減圧状態で固液分離することで、前記シリコンスラッジの固形分を回収するワイヤソースラッジからのグリコール除去方法である。
【０００９】
請求項２に記載の発明は、前記ワイヤソーから排出された前記シリコンスラッジのグリコール濃度を３５～４０重量％とし、前記シリコンスラッジの純水による希釈倍率を１５～２５倍とした請求項１に記載のワイヤソースラッジからのグリコール除去方法である。
【００１０】
請求項３に記載の発明は、前記純水への前記シリコンスラッジの分散は、クロスフローろ過器の内部空間に収納された平板形状のろ過材の表面と平行に前記シリコンスラッジを含む純水が供給される際に発生する撹拌作用によって行われる請求項１または請求項２に記載のワイヤソースラッジからのグリコール除去方法である。
【発明の効果】
【００１１】
請求項１に記載の発明によれば、ワイヤソーから排出されたグリコールを含むシリコンスラッジを、その固形分のグリコール濃度が３重量％以下となる量の純水に分散して希釈することで溶媒とする。これにより、シリコンスラッジ中の固形分に含まれるグリコールの低濃度化を容易かつ安価に図ることができる。その後、溶媒中からシリコンスラッジを減圧状態で固液分離し、グリコールが除去された固形分（シリコン粉、遊離砥粒の微粒子など）を回収する。
回収後の固形分に含まれるグリコールは、その濃度が３重量％以下の微量である。そのため、固形分を、例えば製鋼用の成分調整用添加剤原料として、再利用しても、グリコールに起因した炭素鋼の炭素含有量の増加はほとんど生じない。
【００１２】
請求項２に記載の発明によれば、ワイヤソーから排出されたシリコンスラッジのグリコール濃度を３５～４０重量％とし、シリコンスラッジの純水による希釈倍率を１５～２５

倍とした場合、純水に分散されたシリコンスラッジのグリコール濃度を１．４～２．７重量％とすることができる。

【００１３】

請求項３に記載の発明によれば、純水へのシリコンスラッジの分散時には、シリコンスラッジが含まれた純水をクロスフローろ過器に循環供給する。このとき、クロスフローろ過器の内部空間では、ろ過材の表面と平行に流れるシリコンスラッジが含まれた純水が、ろ過材に形成された多数の微細孔を篩目としてろ過（固液分離）される。その際、シリコンスラッジが含まれた純水は、各微細孔の表面側（流入側）の周壁面に衝突した際に発生するせん断力により撹拌される。このクロスフローろ過器へのシリコンスラッジが含まれた純水の循環供給を所定時間継続することで、純水へのシリコンスラッジの分散が行われる。

これにより、グリコール濃度が高いシリコンスラッジを含む純水であっても、例えば撹拌羽根を回転させる撹拌方式のものなどに比べて短時間でシリコンスラッジを純水中に分散させることができる。

【図面の簡単な説明】

【００１４】

【図１】この発明の実施例１に係るワイヤソースラッジからのグリコール除去方法のフローシートである。

【図２】この発明の実施例１に係るワイヤソースラッジからのグリコール除去方法が適用されるワイヤソースラッジが回収されるワイヤソーの使用状態の斜視図である。

【図３ａ】この発明の実施例１に係るワイヤソースラッジからのグリコール除去方法のスラッジ希釈工程におけるスラッジ撹拌前の密閉容器を示す一部断面図を含む正面図である。

【図３ｂ】この発明の実施例１に係るワイヤソースラッジからのグリコール除去方法のスラッジ希釈工程におけるスラッジ撹拌中の密閉容器を示す一部断面図を含む正面図である。

【図４】この発明の実施例１に係るワイヤソースラッジからのグリコール除去方法の固液分離開始前の状態を示す固液分離装置の縦断面図である。

【図５】この発明の実施例１に係るワイヤソースラッジからのグリコール除去方法の固液分離後の状態を示す固液分離装置の縦断面図である。

【図６】シリコンスラッジに含まれるグリコール濃度とシリコンスラッジの希釈倍率との関係を示すグラフである。

【図７】この発明の実施例２に係るワイヤソースラッジからのグリコール除去方法のスラッジ希釈工程におけるクロスフロー式ろ過装置を示す全体構成を示す正面図である。

【図８】この発明の実施例２に係るワイヤソースラッジからのグリコール除去方法のスラッジ希釈工程におけるクロスフロー式ろ過装置のクロスフローろ過状態を説明する要部拡大図である。

【発明を実施するための形態】

【００１５】

この発明のワイヤソースラッジからのグリコール除去方法は、シリコンインゴットのスライスを行うワイヤソーから排出されたグリコールを含むシリコンスラッジを、その固形分のグリコール濃度が３重量％以下となる量の純水に分散させて希釈することで溶媒とし、その後、この溶媒を固液分離することで、シリコンスラッジの固形分を回収するものである。

【００１６】

この発明によれば、ワイヤソーから排出されたグリコールを含むシリコンスラッジを、その固形分のグリコール濃度が３重量％以下となる量の純水に添加して撹拌し、シリコンスラッジを純水中に分散させて溶媒とする。これにより、シリコンスラッジの固形分のグリコール濃度が上記濃度まで希釈される。その結果、シリコンスラッジ中の固形分に含まれるグリコールの低濃度化を容易かつ安価に図ることができる。その後、溶媒からシリコ

ンスラッジを固液分離し、グリコールが除去された固形分（シリコン粉、遊離砥粒の微粒子など）を回収する。
また、回収された固形分は、そのグリコール濃度が３重量％以下と微量であるため、この固形分を、製鋼用の成分調整用添加剤原料として、再利用しても、グリコールに起因した炭素鋼の炭素含有量の増加はほとんど生じない。
【００１７】
ワイヤソーは、例えば、ワイヤ列の上部にインゴット下面が当接するものでも、ワイヤ列の下部にインゴットの上面が押し当てられるものでもよい。グルーブローラの使用本数は、例えば２本、３本または４本である。
ワイヤの素材としては、例えばピアノ線などの鋼線を採用することができる。ワイヤの直径は１００～１５０μｍである。
シリコンインゴットとしては、例えば単結晶シリコン、多結晶シリコンなどを採用することができる。
【００１８】
水溶性スラリーとしては、水分とグリコールとを含む液分に、遊離砥粒などの固形分を混ぜ合わせたものを採用することができる。
グリコールは、水溶性スラリーの液分の主剤を構成し、分散剤が添加された水溶性スラリーを適切な粘度に調整するものである。
【００１９】
遊離砥粒としては、ＳｉＣ砥粒を採用することができる。遊離砥粒の平均粒径は１０～２０μｍである。
「ワイヤソースラッジ」とは、ワイヤソーによりシリコンインゴットを切断した際に発生した使用済みスラリーに含まれるシリコンスラッジを意味する。使用済みスラリー中には、スラリー成分の他に、遊離砥粒、シリコンインゴットのスライス時に発生したシリコン粉、ワイヤの切削屑などが含まれる。
【００２０】
シリコンスラッジとは、使用済みスラリー中から遊離砥粒を遠心分離した際に残るシリコン粉と、遊離砥粒の微粒子と、不純物と、水分とグリコールが泥状に混ざり合ったものである。
シリコンスラッジの固形分はシリコン粉と砥粒であるＳｉＣと不純物とである。固形分（シリコン粉を含む）の平均粒径は１～１０μｍである。
不純物とは、例えばＣｕ、Ｆｅ、Ｎｉ、Ｃ、Ｃｒ、Ｚｎなどである。
【００２１】
純水希釈後のシリコンスラッジに含まれる固形分のグリコール濃度が３重量％を超えれば、グリコールによる炭素成分が多くなり、成分調整用添加剤としての炭素濃度が多くなるため再利用できない。グリコール濃度は、より低減された方が好ましい。しかしながら、純水希釈量が多くなると純水コストが高くなるという不具合が生じる。
特に、この発明では、シリコンスラッジ中の固形分のグリコール濃度を３５～４０重量％とした場合、シリコンスラッジの純水による希釈倍率を１０～２５倍とした方が望ましい。
シリコンスラッジの純水による希釈倍率が１５倍（固形分のグリコール濃度１重量％）未満では、シリコンスラッジ固形分に含まれるグリコールの濃度がターゲットである３重量％に近いため、攪拌条件や純水供給条件を細かく設定し、管理しなければならず、僅かな条件設定のばらつきによってターゲットを満足しない。また、２５倍（固形分のグリコール濃度０．４１量％）を超えれば、純水使用量が多くなり、純水コストが高くなる。シリコンスラッジの純水による好ましい希釈倍率は１５～２５倍である。この範囲であれば、攪拌条件や純水供給条件のばらつきを許容できる。もちろん、シリコンスラッジの純水への希釈倍率は、純水希釈後のシリコンスラッジ中の固形分のグリコール濃度が３重量％以下となれば任意である。
【００２２】

また、この発明では、純水へのシリコンスラッジの分散として、クロスフローろ過器の内部空間に収納された平板形状のろ過材の表面と平行にシリコンスラッジを含む純水が供給される際に発生する撹拌作用によって行われる方法（以下、クロスフロー式撹拌方法）を採用した方が望ましい。

すなわち、純水へのシリコンスラッジの分散時には、シリコンスラッジが含まれた純水をクロスフローろ過器に供給する。このとき、クロスフローろ過器の内部空間では、ろ過材の表面と平行に流れるシリコンスラッジを含んだ純水が、ろ過材に存在する多数の微細孔を篩目としてろ過（固液分離）される。その際、シリコンスラッジを含む純水は、各微細孔の表面側（流入側）の周壁面に衝突した際に発生するせん断力により撹拌される。これにより、純水へのシリコンスラッジの分散が行われる。その結果、例えばグリコール濃度が高いシリコンスラッジを含んだ純水であっても、従来の撹拌羽根による撹拌などに比べて、純水中にシリコンスラッジを短時間で分散させることができる。

【００２３】

シリコンスラッジの純水へのその他の分散（撹拌）方法としては、例えばバブリング法、純水などが投入された密閉容器を振るシェイク法などを採用することができる。

シリコンスラッジの純水による希釈倍率が５倍を超えない場合は、撹拌羽根による撹拌方法、シェイク法、バブリング法などによるシリコンスラッジの純水への分散を採用した方がよい。また、シリコンスラッジの純水による希釈倍率が１０倍以上の場合には、クロスフロー式撹拌方法を採用した方が、シリコンスラッジを含む純水を、多数の微細孔が形成されたろ過材の表面と平行にポンプ圧送することで生じるシリコンスラッジのせん断による撹拌が容易に行われるために好ましい。

【００２４】

シリコンスラッジの固液分離方法としては、全量ろ過を採用することができる。その際、濾過効率を高めるため、減圧状態でのろ過とする。減圧の程度としては、例えば０．０１～０．０２ＭＰａである。

全量ろ過方法で用いられるろ過材としては、例えばろ紙、メンブレンフィルター、セラミックス膜、スポンジなどを採用することができる。

ろ過材の微細孔の孔径は０．２～３０μｍである。０．２μｍ未満ではろ過時間が長くなってしまう。また、３０μｍを超えれば、スラッジがろ過材を通過してしまう。微細孔の好ましい孔径は、０．２～１μｍである。

【００２５】

以下、この発明の実施例を具体的に説明する。ここでは、多結晶シリコン系太陽電池用のシリコンインゴットのワイヤソーによるスライス時に発生したワイヤソースラッジからのグリコール除去方法を例とする。

【実施例】

【００２６】

まず、図１～図６を参照して、この発明の実施例１に係るワイヤソースラッジからのグリコール除去方法を説明する。

図１のフローシートに示すように、この発明の実施例１に係るワイヤソースラッジからのグリコール除去方法は、ワイヤソーから排出されたシリコンスラッジを回収するスラッジ回収工程と、回収されたシリコンスラッジを純水に分散させて希釈することで溶媒を得るスラッジ希釈工程と、溶媒中のシリコンスラッジを固液分離してシリコンスラッジの固形分を回収する固液分離工程と、固液分離されたシリコンスラッジ中の固形分を乾燥する固形分乾燥工程とを備えている。

【００２７】

まず、図２を参照して、スラッジ回収工程を説明する。

ワイヤソー１００によるシリコンインゴットＩのスライスは、３本のグルーブローラ１１２Ａ～１１２Ｃ間で走行中のワイヤ列１１３に、遊離砥粒（ＳｉＣ粉）を含む水溶性スラリーＳを供給しながら、シリコンインゴットＩを押し当てる。その際、ワイヤ１１１とシリコンインゴットＩのワイヤ溝の奥部との間で挟まれた遊離砥粒の研削作用により、シ

リコンインゴットＩから多数枚のシリコンウェーハがスライスされる。
使用される水溶性スラリーＳは、一般的に５０重量％の固形分と５０重量％の液分とからなる。このうち、固形分を構成する成分としては前記遊離砥粒の他、微量な炭素、Ｆｅが挙げられる。また、液分を構成する成分としては、ベース液のグリコールおよび純水の他、微量な分散剤、増粘剤、及び界面活性剤などが挙げられる。このうち、グリコールの含有量は、一般的に水溶性スラリー全体で４０～５０重量％である。
【００２８】
スライス中には、ワイヤソー１００からシリコン粉、遊離砥粒および研削液のグリコールなどを含む使用済みスラリーが排出される。使用済みスラリーは、スラリー回収タンクにいったん貯留後、スラリーポンプによりワイヤ列１１３に循環供給される。スライス後の使用済みスラリーは、スラリー回収タンクから回収される。その後、再使用される遊離砥粒を遠心分離することで、残渣としてのシリコンスラッジａが得られる（図３ａ）。シリコンスラッジａの主要成分としては、固形分ｃとしてのシリコン粉、遊離砥粒の微粒子、ワイヤに含まれたＣｕ、Ｚｎ、Ｆｅと、液分ｄとしてのグリコールおよび水とが挙げられる。シリコンスラッジａ中のグリコールの含有量は、シリコンスラッジ全体の３５～３９重量％である。なお、図２中、１１４はスラリーノズル、１１５はインゴットＩの固定台である。
【００２９】
次に、スラッジ希釈工程では、透明で筒形状のシェイク容器３０の容器本体３１に、所定量のシリコンスラッジａと、これを２５倍に希釈するために必要な量の純水ｂとを投入する（図３ａ）。その後、シェイク容器３０の蓋３２を閉じ、容器本体３１の底部にシリコンスラッジａの凝集体が見えなくなるまでシェイク容器３０を約１分間振って、容器内のシリコンスラッジａと純水ｂとを撹拌する（図３ｂ）。これにより、純水ｂ中にシリコンスラッジａが分散され、シリコンスラッジａが２５倍に希釈された溶媒となる。その結果、当初はシリコンスラッジａ中に３５～３９重量％含まれていたグリコールは、後述する濾過容器（網状フィルタ）１４による全量ろ過後の固形分ｃのグリコール濃度がＬＣ－ＭＳ（Ｌｉｑｕｉｄ　Ｃｈｒｏｍａｔｏｇｒａｐｈｙ／Ｍａｓｓ　Ｓｐｅｃｔｒｏｍｅｔｒｙ；液体クロマトグラフ質量分析装置）とＬＣ－電気化学的分析装置とを用いて測定した際に０．４重量％となるまで低下する。固形分中のグリコールの測定時のサンプルとしては、固形分中のグリコールを純水で溶解した後、ろ過抽出した液を用いた。
【００３０】
続いて、固液分離工程では、図４および図５に示すように、シェイク容器３０から取り出されたシリコンスラッジａを含む純水ｂを固液分離装置に投入し、シリコンスラッジａの固形分ｃを回収する。まず、固液分離装置１０を具体的に説明する。
図４および図５に示すように、固液分離装置１０は減圧全量ろ過方式のもので、負圧ポンプＰが設けられた排気管１１が連通され、上端面が開口された減圧槽１２を有している。減圧槽１２の上端部には、この開口を塞ぐように、内フランジ状のストッパを介して、格子状の支持トレイ１３が載置されている。支持トレイ１３には、多数の微細孔（孔径０．２～３０μｍ）１４ａが形成された底板を有するテフロン（登録商標）製の濾過容器（網状フィルタ）１４が取り出し可能に収納されている。
【００３１】
固液分離時には、まず、シリコンスラッジａが分散された純水ｂを濾過容器１４に投入する（図４）。次に、負圧ポンプＰを作動して減圧槽１２内を０．０１５ＭＰａに負圧化する（図５）。これにより、濾過容器１４の底板の微細孔１４ａおよび支持トレイ１３の底板の孔を通し、純水ｂおよびシリコンスラッジａの液分ｄが下方へ吸引されてシリコンスラッジａの固形分ｃが底板の上に残る。
その後、濾過容器１４を支持トレイ１３から取り出し、これを反転させることで、固液分離後のシリコンスラッジａの固形分（含水率２０％、グリコール濃度０．４重量％）ｃを濾過容器１４から排出して回収する。
続く、固形分乾燥工程では、固液分離後のシリコンスラッジａの固形分ｃを数日間、自

然乾燥させる。

【００３２】

このように、ワイヤソー１００から排出されたグリコール３５～３９重量％を含むシリコンスラッジａを、固形分のグリコール濃度が３重量％以下となる希釈２５倍の純水ｂにより希釈したので、シリコンスラッジａに含まれるグリコールの低濃度化を容易かつ安価に図ることができる。

また、回収後の固形分ｃに含まれるグリコールは、その濃度が３重量％以下となる微量である。そのため、固形分ｃを、製鋼用の成分調整用添加剤原料として再利用が可能となる。

【００３３】

さらに、ワイヤソーから排出されたシリコンスラッジａのグリコール濃度を３５～３９重量％とし、シリコンスラッジａの純水ｂによる希釈倍率を２５倍としたので、純水に分散されたシリコンスラッジａのグリコール濃度を０．４重量％とすることができる。これにより、製鋼用の成分調整用添加剤原料として再利用ができる。

また、このグリコール３５～３９重量％を含むシリコンスラッジａを、その２００倍の純水ｂにより希釈してもよい。これにより、固形分のグリコール濃度がＬＣ－ＭＳ測定とＬＣ－電気化学的分析装置とを用いて測定した結果、で０．０７重量％となる。

【００３４】

ここで、図６のグラフを参照して、実施例１に基づき、シリコンスラッジの固形分のグリコール濃度と、純水によるシリコンスラッジの希釈倍率との関係を検査した結果を説明する。希釈前のシリコンスラッジ中の固形分のグリコール濃度を４０重量％とした場合、シリコンスラッジの希釈倍率が６倍程度で固形分のグリコール濃度は目標値の３重量％まで低下した。また、希釈倍率が１０倍の場合の固形分のグリコール濃度は２重量％以下となり、希釈倍率が２５倍での固形分のグリコール濃度は０．４１重量％、希釈倍率が２００倍でのグリコール濃度は０．０７重量％であった。

【００３５】

次に、図７および図８を参照して、この発明の実施例２に係るワイヤソースラッジからのグリコール除去方法を説明する。

図７および図８に示すように、実施例２のワイヤソースラッジからのグリコール除去方法の特徴は、実施例１のシェイク容器３０を用いたスラッジ希釈工程を、クロスフロー式ろ過装置２０を使用して行った点である。

【００３６】

図７に示すように、クロスフロー式ろ過装置２０は、クロスフローろ過器を備えたろ過装置と略同一の構成体からなる撹拌（希釈）装置である。具体的には、クロスフロー式ろ過装置２０は、シリコンスラッジａを含む純水ｂである原液ｅが貯液された原液タンク２１と、電磁弁２２付きの純水補給管２３を介して、原液タンク２１に純水ｂのみを補給する加水タンク２４と、原液タンク２１の液面の高さ（貯液量）を検知する液面センサ２４Ａと、原液タンク２１の底部から循環ポンプ２５により圧送された原液ｅ中のシリコンスラッジａの固形分ｃをクロスフローろ過するクロスフローろ過器２６を備えている。

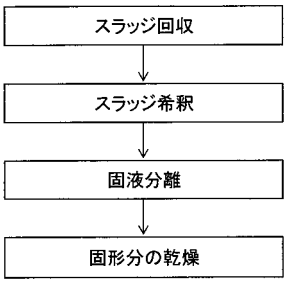
【００３７】

このうち、原液タンク２１、循環ポンプ２５、クロスフローろ過器２６は、順次、原液ｅの循環路２８の所定位置に離間して配設されている。クロスフローろ過器２６の内部空間には、微細孔２９ａが多数形成され、かつ内部空間を原液ｅの導入室２６ａと透過液ｃの導出室２６ｂとに２分割するろ過材２９が配置されている（図７および図８）。導入室２６ａでは、原液ｅがろ過材２９の表面と平行に流される。

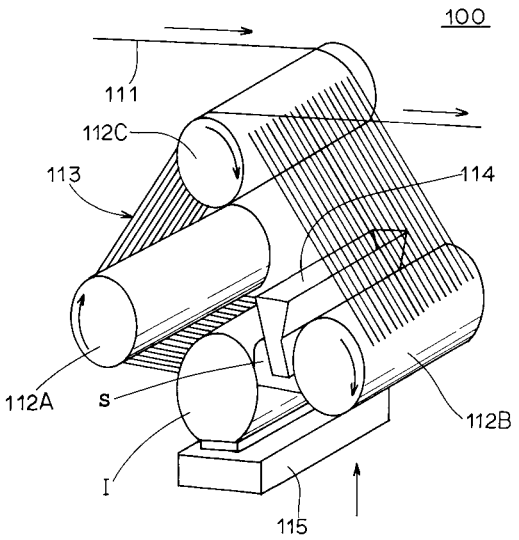
なお、循環路２８には、循環ポンプ２５とクロスフローろ過器２６との間の部分に、流路弁４１と、流量計４２と、圧力計と４３が下流へ向かって順に配設され、かつクロスフローろ過器２６と３方弁４５との間の部分に、圧力計４４が設けられている。さらに、循環路２８のうち、原料タンク２１と循環ポンプ２５との間の部分と、３方弁４５との部分は、バイパス路４６により連通されている。

【００３８】
次に、図７および図８を参照して、クロスフロー式ろ過装置２０を用いたシリコンスラッジａの純水ｂへの分散方法を説明する。
循環ポンプ２５を作動させることで、原液タンク２１中の原液ｅがクロスフローろ過器２６の導入室２６ａに圧送される。導入室２６ａでは、原液ｅがろ過材２９の表面と平行に流され、その際、原液ｅ中の純水ｂとグリコールを含む液分ｄとが、多数の微細孔２９ａを透過して導出室２６ｂへ流入する（図８）。その後、透過したろ過液である純水ｂと液分ｄが器外へ排出され、所定の後処理が施される。
【００３９】
一方、導入室２６ａにおいて、ろ過材２９の微細孔２９ａを透過しなかった固形分ｃは、原液ｅの流れにしたがって循環路２８に排出され、その後、原料タンク２１へ戻される（図７）。このとき、原液ｅの純水ｂと液分ｄとの一部が微細孔２９ａを透過して除去されるため、循環路２８に排出される原液ｅは固形分ｃが濃縮される。
【００４０】
このように、クロスフロー式撹拌装置２０を用いた純水ｂへのシリコンスラッジａの分散時には、ろ過材２９の表面付近で、このろ過材２９と平行に流れる原液ｅが、多数の微細孔２９ａを篩目としてろ過される。その際、原液ｅは各微細孔２９ａの導入室２６ａ側の周壁面に衝突した際に発生するせん断力により撹拌される。その後も、上述した原液ｅのクロスフローろ過器２６への循環供給を所定時間継続することで、純水ｂにシリコンスラッジａが分散されて溶媒となる。その結果、例えばグリコール濃度が高いシリコンスラッジａを含んだ原液ｅであっても、従来の撹拌羽根による撹拌などに比べて、純水ｂ中にシリコンスラッジａを短時間で分散させることができる。
【００４１】
例えば、まずシリコンスラッジａの重量に対して５倍希釈分の純水（１５リットル）ｂを用いてクロスフロー式撹拌装置２０を用いてろ過しながら、引き続き純水（７５リットルを加水（２８倍希釈）した場合、固形分ｃのグリコール濃度はＬＣ－ＭＳ測定とＬＣ－電気化学的分析装置とを用いて測定した結果、０．２重量％となった。ただし、５倍希釈時には目標とする３重量％を超えるＬＣ－ＭＳ測定とＬＣ－電気化学的分析装置とを用いた測定で１３．４重量％となり、上述した炭素鋼の珪素濃度の調整用として再利用可能な濃度レベルには達することができなかった。
実施例２では、このようなクロスフロー式ろ過装置２０を使用してシリコンスラッジａを純水ｂ中に分散するので、分散した溶媒を排出することでグリコールを除去できる。
【産業上の利用可能性】
【００４２】
この発明は、例えば、シリコンスラッジ中のグリコール除去を行い、ワイヤーソーで排出されるシリコンスラッジを再利用する方法として有用である。
【符号の説明】
【００４３】
１００　ワイヤソー、
２６　クロスフローろ過器、
２９　ろ過材
Ｉ　シリコンインゴット、
ａ　シリコンスラッジ、
ｂ　純水、
ｃ　固形分。

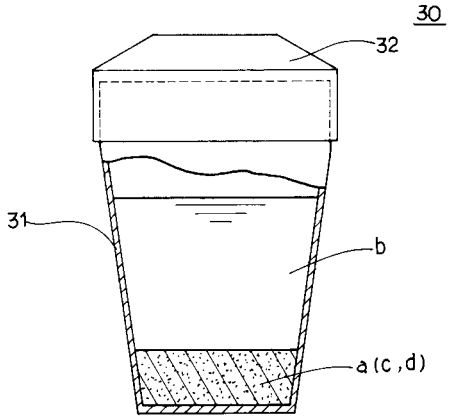
【図１】



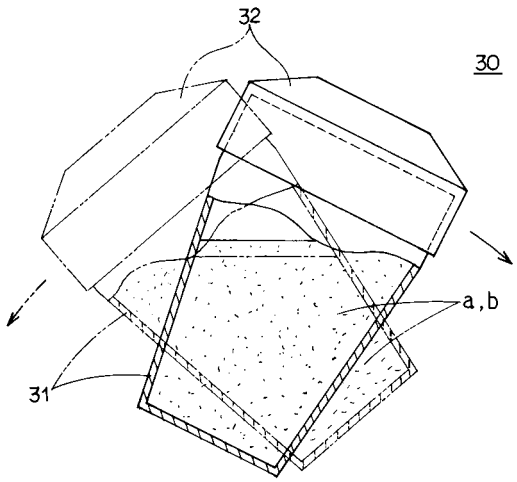
【図２】



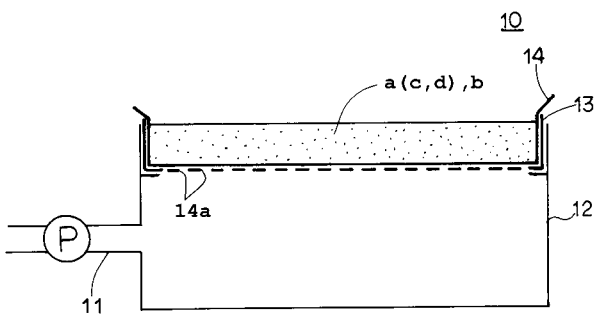
【図３ａ】



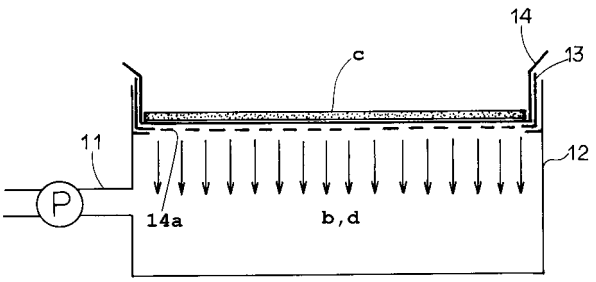
【図３ｂ】



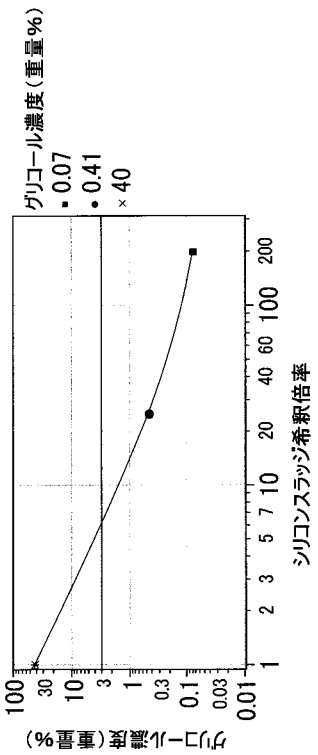
【図４】



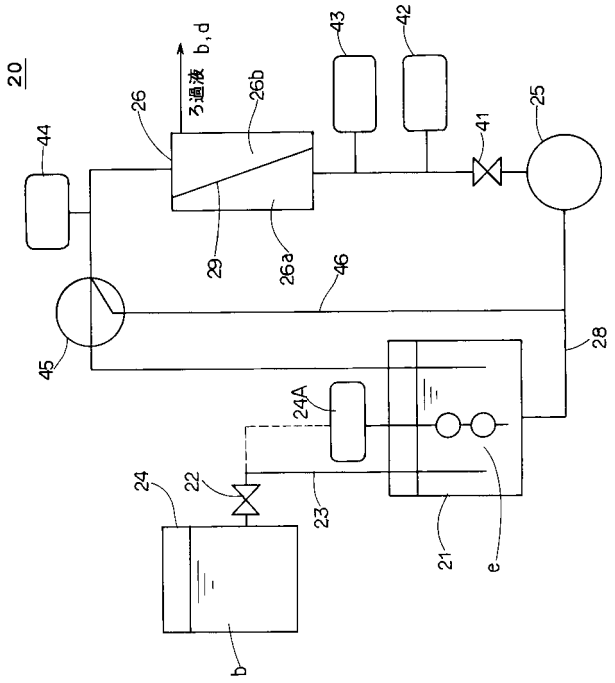
【図５】



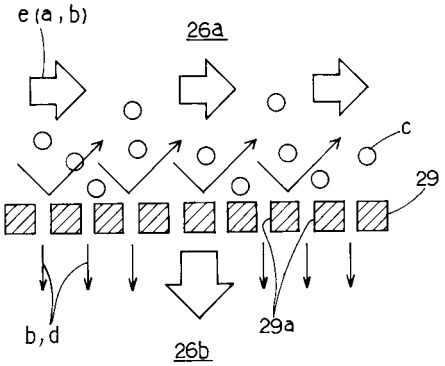
【図６】


グリコール濃度（重量%）
▪ 0.07
● 0.41
× 40
シリコンスラッジ希釈倍率
グリコール濃度（重量%）
100
30
10
3
1
0.3
0.1
0.03
0.01
1
2
3
5
7
10
20
40
60
100
200

【図７】


20
ろ過液 b,d
26
26b
43
42
41
25
44
29
26a
46
45
28
24A
24
22
23
21
e
b

【図８】


e (a, b)
26a
c
29
b,d
29a
26b

フロントページの続き

(72)発明者　遠藤　光弘
東京都港区芝浦一丁目２番１号　株式会社ＳＵＭＣＯ内
(72)発明者　沖田　憲治
東京都港区芝浦一丁目２番１号　株式会社ＳＵＭＣＯ内
(72)発明者　溝内　重和
東京都港区芝浦一丁目２番１号　株式会社ＳＵＭＣＯ内

Ｆターム(参考) 4D059 AA30 BE14 BE15 BF15 BJ00 BJ14 CC10 DA70 EB01
4G072 AA01 BB05 GG01 GG03 HH38 JJ47 MM03 MM22 RR12 UU30