



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102557031 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 11

(21) 申请号 201110444298. 1

(22) 申请日 2011. 12. 27

(71) 申请人 双流新源圣光科技有限公司

地址 610207 四川省成都市双流县西航港经济开发区空港一路二段 1069 号

(72) 发明人 孟庆华 鄢洪建

(74) 专利代理机构 成都天嘉专利事务所(普通合伙) 51211

代理人 方强

(51) Int. Cl.

C01B 31/36(2006. 01)

C08J 11/06(2006. 01)

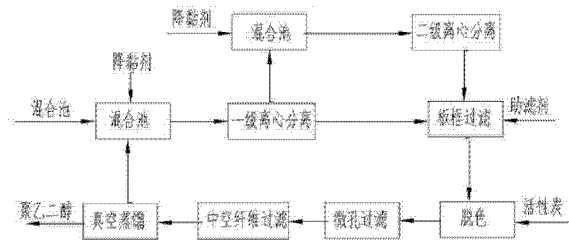
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种硅片切割废砂浆中的碳化硅回收利用的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种硅片切割废砂浆中的碳化硅回收利用的方法,硅片切割废砂浆先添加降黏剂,进行固液分离得到一级悬浮液和一级固体颗粒,一级固体颗粒再添加降黏剂进行二级固液分离,进一步除去固体颗粒中的切割液成分,得到二级固体颗粒,二级固体颗粒加水然后依次进行超声清洗、旋流分离,旋流分离得到硅粉悬浮液和碳化硅悬浮液,碳化硅悬浮液依次进行离心分离、碱反应清洗、离心分离、离心水洗、干燥和干法分级,最后得到可循环使用的碳化硅产品。旋流分离得到硅粉悬浮液经过板框过滤得到硅粉固体颗粒和水,水返回二级固体颗粒使用。二级固液分离得到的悬浮液返回到一级固液分离作为降黏剂使用。



1. 一种硅片切割废砂浆中的碳化硅回收利用的方法,其特征在于:

步骤 1,将主要成分是碳化硅、聚乙二醇和硅粉的废砂浆和降黏剂按照质量分数比 3:10~4:10 进行搅拌,制得悬浮液,然后进行固液分离得到一级悬浮液和一级固体颗粒;所述一级悬浮液的主要成分为聚乙二醇、硅粉、降粘剂,一级固体颗粒的主要成分为碳化硅、硅粉和聚乙二醇;

步骤 2,将步骤 1 得到的一级固体颗粒加入降黏剂,降黏剂和一级固体颗粒按照质量分数比 2:1~3:1 进行搅拌,制得悬浮液,然后进行固液分离得到二级悬浮液和二级固体颗粒,二级悬浮液返回步骤 1 利用;所述二级悬浮液的主要成分为降粘剂、聚乙二醇,二级固体颗粒的主要成分为碳化硅、硅粉;

步骤 3,经过步骤 1 和步骤 2 的固液分离后,废砂浆中 60% 的直径小于或等于 3 微米的硅粉、铁微粉被分离到悬浮液中;此时,将步骤 2 得到的二级固体颗粒加水搅拌制得悬浮液,然后进入超声波清洗机清洗,彻底将裹附在碳化硅表面的硅粉分离;

步骤 4,步骤 3 中经过超声波清洗后的悬浮液被进行旋流分离,得到硅粉悬浮液和碳化硅悬浮液,85% 的硅粉进入悬浮液,碳化硅悬浮液中还有 15% 的硅粉;

步骤 5,将步骤 4 得到硅粉悬浮液通过板框压滤、压缩空气吹洗,得到含水量为 3~5% 的硅粉滤饼,作为产品出售;

步骤 6,将步骤 4 得到的碳化硅悬浮液通过磁槽除铁;

步骤 7,将步骤 6 除铁后的悬浮液进行离心分离、离心水洗、离心分离,进一步除去包括有碳化硅、硅粉的固体颗粒中的硅粉,然后得到硅粉含量为千分之三的固体颗粒;

步骤 8,在步骤 7 得到的固体颗粒加入氢氧化钠进行碱洗,氢氧化钠与固体颗粒的质量分数为 1:10;

步骤 9,经步骤 8 碱洗后的悬浮液在滤网式离心分离机中进行固液分离,先分离碱性液体,再加水进行离心水洗,直到 PH 值为 6.5 时停止加水继续分离,得到固体颗粒;所述悬浮液主要成分为碳化硅、偏硅酸钠,所述固体颗粒的主要成分为碳化硅;

步骤 10,将步骤 9 得到的固体颗粒依次进行烘干、分级,最后得到可循环利用的碳化硅。

2. 根据权利要求 1 所述的一种硅片切割废砂浆中的碳化硅回收利用的方法,其特征在于:步骤 1 和步骤 2 中所述的降黏剂为乙醇、甲醇、水、丙酮中的任一种或多种混合物。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的一种硅片切割废砂浆中的碳化硅回收利用的方法,其特征在于:在所述的步骤 3 中,将步骤 2 得到的二级固体颗粒加水搅拌制得悬浮液后,在超声波清洗机清洗 30~50 分钟。

4. 根据权利要求 3 所述的一种硅片切割废砂浆中的碳化硅回收利用的方法,其特征在于:在所述的步骤 8 中,所述碱洗是指将步骤 7 得到的固体颗粒加入氢氧化钠在碱反应池反应清洗 4~6 小时。

5. 根据权利要求 1 或 4 所述的一种硅片切割废砂浆中的碳化硅回收利用的方法,其特征在于:所述碱洗池的 PH 值为 10~13。

## 一种硅片切割废砂浆中的碳化硅回收利用的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及碳化硅废物回收利用工艺,具体涉及一种硅片切割废砂浆中的碳化硅回收利用的方法。

### 背景技术

[0002] 硅片加工厂是信息产业和太阳能光伏产业中的关键环节,无论是单晶硅还是多晶硅锭都必须加工成硅片才能用于制作电子器件和太阳能电池。随着太阳能光伏产业的飞速发展,硅片加工产业相应得到高速发展,据统计,2010年我国太阳能电池实际产量达到19GW,每天产生的废砂浆量高达2700多吨,目前国内具有危险废品经营许可证的企业不到4家,每天的处理能力不到700吨。硅片加工厂企业产生的废砂浆得不到及时处理,给企业和环境保护造成极大地压力。

[0003] 根据国家2011产业政策调整指导目录,硅片加工废砂浆回收利用属于国家鼓励扶持的回收经济项目,国家环保部已将硅片加工废砂浆列为危险废物,近来各级环保部门加大了对危险废物的监督管理的力度,对危险废物的储承、运输和处置都提出了严格的要求,危险废物的处置必须由具有危险废品经营许可证的企业进行处置。

[0004] 废砂浆是硅片加工过程中产生的危险废物,其主要成分为碳化硅和聚乙二醇,均属于不可再生资源,碳化硅是高能耗产业,据统计,每生产1吨碳化硅原料,需消耗8000—10000度电;聚乙二醇是石油化工产品,而地球石油储量越来越少,废砂浆回收利用,不仅可大幅度减少硅片加工企业对碳化硅的消耗量,而且可大幅度降低硅片加工的生产成本,废砂浆回收过程中基本不产生二次污染,因此,它既是节能产业,也是环保产业。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的是解决现有废砂浆回收过程中水耗高和二次污染的问题,提供了一种硅片切割废砂浆中的碳化硅回收利用的方法,该方法可以使得废物中的聚乙二醇的回收率达75%,碳化硅的回收率达75%,并且回收成本低,二次污染小。

[0006] 本发明采用的技术方案是:

一种硅片切割废砂浆中的碳化硅回收利用的方法,其特征在于步骤如下:

步骤1,将主要成分是碳化硅、聚乙二醇和硅粉的废砂浆和降黏剂按照质量分数比3:10~4:10进行搅拌,制得悬浮液,然后进行固液分离得到一级悬浮液和一级固体颗粒;所述一级悬浮液的主要成分为聚乙二醇、硅粉、降粘剂,一级固体颗粒的主要成分为碳化硅、硅粉和聚乙二醇;

步骤2,将步骤1得到的一级固体颗粒加入降黏剂,降黏剂和一级固体颗粒按照质量分数比2:1~3:1进行搅拌,制得悬浮液,然后进行固液分离得到二级悬浮液和二级固体颗粒,二级悬浮液返回步骤1利用;所述二级悬浮液的主要成分为降粘剂、聚乙二醇,二级固体颗粒的主要成分为碳化硅、硅粉;

步骤3,经过步骤1和步骤2的固液分离后,废砂浆中60%的直径小于或等于3微米

的硅粉、铁微粉被分离到悬浮液中；此时，将步骤 2 得到的二级固体颗粒加水搅拌制得悬浮液，然后进入超声波清洗机清洗，彻底将裹附在碳化硅表面的硅粉分离；

步骤 4，步骤 3 中经过超声波清洗后的悬浮液被进行旋流分离，得到硅粉悬浮液和碳化硅悬浮液，85% 的硅粉进入悬浮液，碳化硅悬浮液中还有 15% 的硅粉；

步骤 5，将步骤 4 得到硅粉悬浮液通过板框压滤、压缩空气吹洗，得到含水量为 3 ~ 5% 的硅粉滤饼，作为产品出售；

步骤 6，将步骤 4 得到的碳化硅悬浮液通过磁槽除铁；

步骤 7，将步骤 6 除铁后的悬浮液进行离心分离、离心水洗、离心分离，进一步除去包括有碳化硅、硅粉的固体颗粒中的硅粉，然后得到硅粉含量为千分之三的固体颗粒；

步骤 8，在步骤 7 得到的固体颗粒加入氢氧化钠进行碱洗，氢氧化钠与固体颗粒的质量分数为 1 : 10；

步骤 9，经步骤 8 碱洗后的悬浮液在滤网式离心分离机中进行固液分离，先分离碱性液体，再加水进行离心水洗，直到 PH 值为 6.5 时停止加水继续分离，得到固体颗粒；所述悬浮液主要成分为碳化硅、偏硅酸钠，所述固体颗粒的主要成分为碳化硅；

步骤 10，将步骤 9 得到的固体颗粒依次进行烘干、分级，最后得到可循环利用的碳化硅。

[0007] 其中，步骤 1 和步骤 2 中所述的降黏剂为乙醇、甲醇、水、丙酮中的任一种或多种混合物。

[0008] 在所述的步骤 3 中，将步骤 2 得到的二级固体颗粒加水搅拌制得悬浮液后，在超声波清洗机清洗 30 ~ 50 分钟。

[0009] 在所述的步骤 8 中，所述碱洗是指将步骤 7 得到的固体颗粒加入氢氧化钠在碱反应池反应清洗 4 ~ 6 小时。

[0010] 所述碱洗池的 PH 值为 10 ~ 13。

[0011] 本发明的有益效果如下：

本发明可以使得废物中的聚乙二醇的回收率达 80% 以上，碳化硅的回收率达 80% 以上，并且回收成本低，二次污染小。

## 附图说明

[0012] 图 1 为本发明的废砂浆中聚乙二醇的回收工艺流程图。

## 具体实施方式

[0013] 一种硅片切割废砂浆中的碳化硅回收利用的方法，其步骤为：

步骤 1，将废砂浆和降黏剂按照质量分数比 3 : 10 ~ 4 : 10 进行搅拌，制得悬浮液，然后进行固液分离得到一级悬浮液和一级固体颗粒；

步骤 2，将步骤 1 得到的一级固体颗粒加入降黏剂，降黏剂和固体颗粒按照质量分数比 2 : 1 ~ 3 : 1 进行搅拌，制得悬浮液，然后进行固液分离得到二级悬浮液和二级固体颗粒，二级悬浮液返回步骤 1 作降黏剂，如图 1 所示；

步骤 3，经过步骤 1 和步骤 2 的固液分离后，废砂浆中 60% 的直径小于或等于 3 微米的硅粉、铁微粉被分离到悬浮液中；此时，将步骤 2 得到的二级固体颗粒加水搅拌制得悬浮

液,然后进入超声波清洗机清洗 30 分钟,彻底将裹附在碳化硅表面的硅粉分离;

步骤 4,步骤 3 中经过超声波清洗后的悬浮液被进行旋流分离,得到硅粉悬浮液和碳化硅悬浮液,85% 的硅粉进入悬浮液,碳化硅悬浮液还有 15% 的硅粉;

步骤 5,将步骤 4 得到硅粉悬浮液通过板框压滤、压缩空气吹洗,得到含水量为 3 ~ 5% 的硅粉滤饼,售给冶炼企业作为硅添加剂;

步骤 6,将步骤 4 得到的碳化硅悬浮液通过磁槽除铁;

步骤 7,将步骤 6 除铁后的悬浮液进行离心分离、离心水洗、离心分离,进一步除去固体颗粒中的硅粉,然后得到固体颗粒中的硅粉含量约为千分之三;

步骤 8,在步骤 7 得到的固体颗粒加入氢氧化钠进行碱洗,在碱反应池反应清洗 4-6 小时,氢氧化钠与固体颗粒的质量分数为 1 :10;

步骤 9,经步骤 8 碱洗后的悬浮液在滤网式离心分离机中进行固液分离,先分离碱性液体,再加水进行离心水洗,直到 PH 值为 6.5 时停止加水继续分离,得到固体颗粒;

步骤 10,步骤 9 得到的固体颗粒依次进行烘干、分级,最后得到可循环利用的碳化硅。

[0014] 步骤 1 和步骤 2 中所述的降黏剂可以是乙醇、甲醇、水、丙酮中的任一种或多种混合物。

[0015] 所述碱洗池的 PH 值大于 10。

[0016] 实施例 1

降黏剂采用水,与固体颗粒的体积比为 2 :1,采用一次超声波清洗和一次旋流分离,旋流分离得到的碳化硅悬浮液中的硅粉含量为千分之三,然后磁槽除铁,再碱反应清洗 4 小时,氢氧化钠与固体颗粒的质量分数比为 1 :10,碱反应池的 PH 值为 10,进入离心分离机分离碱性液体,然后在离心分离机中加水离心水洗至 PH 值为 6.5 时停止加水继续分离,得到固体颗粒,再在进行烘干、分级,最后得到可循环利用的碳化硅产品。

[0017] 实施例 2

降黏剂分别采用乙醇和水,乙醇与废砂浆的质量分数比为 1 :1,二级分离前先加乙醇,乙醇与固体颗粒的质量分数比为 2 :1,进入离心分离,然后加水离心清洗,PH 值为 7 时停止加水继续分离,得到悬浮液和固体颗粒,悬浮液返回一级分离作降黏剂,固体颗粒加水制浆,水和固体颗粒的体积比为 2 :1,采用两级超声波清洗和旋流分离,第一次超声波清洗和旋流分离后,得到的碳化硅悬浮液体进行离心分离,得到的固体颗粒再加水制浆,再进入二级超声波清洗、旋流分离,离心分离、干燥和干法分级,最后得到可循环使用的碳化硅颗粒。

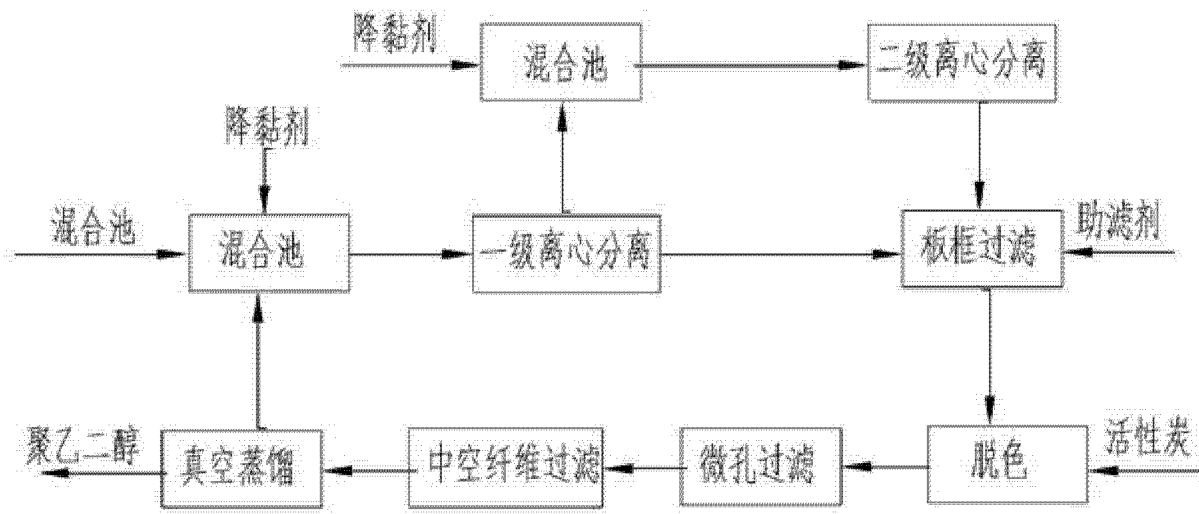


图 1