

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5245076号
(P5245076)

(45) 発行日 平成25年7月24日(2013.7.24)

(24) 登録日 平成25年4月19日(2013.4.19)

(51) Int. Cl. F I
B O 1 D 21/01 (2006.01) B O 1 D 21/01 1 O 4
C O 2 F 1/54 (2006.01) C O 2 F 1/54 Z A B K
C O 2 F 1/38 (2006.01) C O 2 F 1/38
B 2 4 B 57/02 (2006.01) B 2 4 B 57/02

請求項の数 3 (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2008-255752 (P2008-255752)
 (22) 出願日 平成20年9月30日(2008.9.30)
 (65) 公開番号 特開2010-82568 (P2010-82568A)
 (43) 公開日 平成22年4月15日(2010.4.15)
 審査請求日 平成23年8月30日(2011.8.30)

(73) 特許権者 000207399
 大同化学工業株式会社
 大阪府大阪市北区梅田1丁目2番2-14
 〇〇号
 (72) 発明者 塩谷 均
 奈良県大和郡山市額田部北町1021番地
 大同化学工業株式会社技術研究所内
 (72) 発明者 西羅 正規
 奈良県大和郡山市額田部北町1021番地
 大同化学工業株式会社技術研究所内
 (72) 発明者 武内 邦浩
 奈良県大和郡山市額田部北町1021番地
 大同化学工業株式会社技術研究所内

最終頁に続く

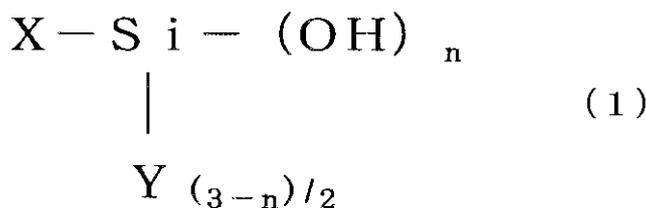
(54) 【発明の名称】 廃液の処理方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

脆性材料の切削廃液に遠心分離処理を行った後、
 その回収液に一般式(1)で表される化合物またはその縮合物であるシランカップリング
 剤を添加して濾過をすることを特徴とする廃液の処理方法。

【化1】



10

(式中、Xは炭素数1~8のアミノ基含有の炭化水素基、Yは酸素原子で二重結合を含む、nは1または3の数を示す。)

【請求項2】

前記シランカップリング剤が回収液全量に対して0.1~2.0重量%であることを特徴とする請求項1に記載の廃液の処理方法。

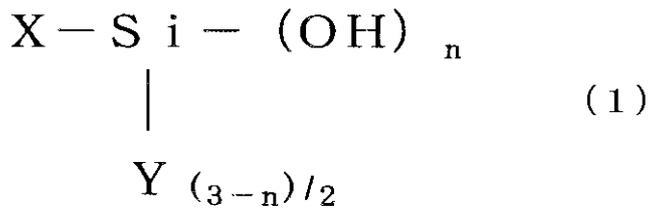
【請求項3】

脆性材料の切削廃液に遠心分離処理を行った後、

20

その回収液に一般式(1)で表される化合物またはその縮合物であるシランカップリング剤を添加後、さらに遠心分離処理することを特徴とする廃液の処理方法。

【化2】



(式中、Xは炭素数1～8のアミノ基含有の炭化水素基、Yは酸素原子で二重結合を含む、nは1または3の数を示す。)

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明はシリコンなどの脆性材料を切削した後の廃液処理方法に関する。

【背景技術】

【0002】

シリコンなどの脆性材料の切削には、ワイヤソーにスラリーを用いて切削が行われる。スラリーは砥粒を切削液に分散させたものであり、切削加工の際は、このスラリーがワイヤ

ソーに供給されながら脆性材料を切断していく。

【0003】

従来、シリコンの切削後のスラリー廃液は、遠心分離等により砥粒は大体回収できるものの回収廃液については、細かい切り粉を除去することができず、廃棄処理されていた。それでは費用がかかり環境にも負荷がかかるため廃液の再利用の検討がなされている。例えば、砥粒を遠心分離処理で除いた回収廃液を蒸留することにより切削液の主成分を回収する方法がある。一方、特許文献1にはスラリー廃液を二段階の遠心分離処理をした後、排出液に凝集剤を添加した後遠心分離をするスラリー廃液の再利用システムの記載がある。

【特許文献1】特開2005-7541号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかしながら、廃液を蒸留して切削液の主成分を回収することは可能であるが、コストの面から実用的ではない。また、蒸留液からは、新液にはない異臭が発生することがあった。一方、特許文献1のシステムでは、遠心分離を用いるので、ある程度は砥粒や切り粉は除去できるものの有効クーラント中のシリコン微粉末を完全に除去することが困難であった。本発明は、スラリー廃液(切削廃液)からシリコン等の固形分微粉末を完全に分離し、清浄なクーラント(切削液主成分)に処理して再利用する方法を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

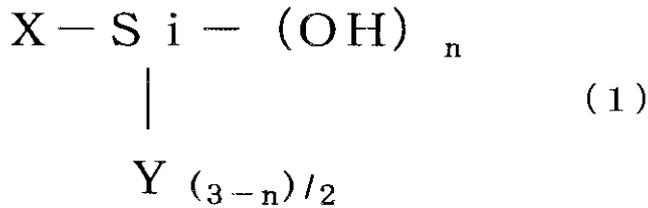
【0005】

本発明らは、上記課題を解決すべく鋭意検討の結果、廃スラリーを遠心分離処理した後、その回収液に特定のケイ素化合物を添加して濾過をすることにより解決できることを知見し、本発明に至った。

【0006】

すなわち、脆性材料の切削廃液に遠心分離処理を行った後、その回収液に一般式(1)で表される化合物またはその縮合物であるシランカップリング剤を添加して濾過をすることを特徴とする廃液の処理方法である。

【化1】



(式中、Xは炭素数1～8のアミノ基含有の炭化水素基、Yは酸素原子で二重結合を含む、nは1または3の数を示す。)

10

【0008】

さらに上記廃液の処理方法において、前記シランカップリング剤が回収液全量に対して0.1～2.0重量%であることを特徴とする廃液の処理方法である。

本発明は、脆性材料の切削廃液に遠心分離処理を行った後、その回収液に前記シランカップリング剤を添加後、さらに遠心分離処理することを特徴とする廃液の処理方法である。

【発明の効果】

【0009】

本発明の廃液の処理方法では、廃液中の微細な砥粒や切り粉の固形分をほとんど完全に除去できたため、切削液の主成分が清浄な状態で回収ができ、再利用が可能となるものである。

20

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

本発明の廃液処理方法は、まず脆性材料であるシリコン等をワイヤソーにて切削（スライシング）後のスラリー廃液を遠心分離処理にて砥粒を大体除去する工程である。シリコンの切削液は水性でも油性でもよい。また、固定砥粒のワイヤソーを用いる切削の場合は、スラリーにしないが切り粉等の固形物を除去する必要があるため遠心分離処理を行う。本発明が想定している切削廃液は、スラリー廃液とスラリーがない廃液の両者を含む。

【0011】

水性切削液の主成分としては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、その他のポリアルキレングリコールやポリアルキレングリコールモノアルキルエーテル（分子量100～2000）等が挙げられる。油性切削液の主成分は精製鉱油である。

30

【0012】

この遠心分離処理では、通常大きな砥粒やシリコン切り粉は除去できるが微粉状のシリコンや砥粒はまだ液中に分散している。この遠心分離処理は、複数回繰り返してもよく、例えば1度目に100～1000Gで大まかな砥粒を除去し、2度目に1000～10000Gでより微細な分散固形物を除去する。

【0013】

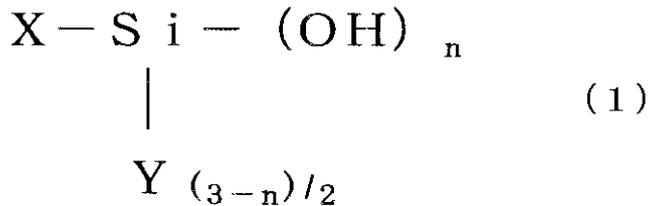
次に遠心分離処理後の回収廃液にケイ素化合物を添加する工程である。

【0014】

ケイ素化合物は、シリコン系消泡剤、シランカップリング剤などが例示される。この中でシランカップリング剤が好ましく、とりわけ窒素原子および水酸基を有するケイ素化合物がより好ましい。具体的には、

40

【化2】



(式中、Xは炭素数1～8のアミノ基含有の炭化水素基、Yは酸素原子で二重結合を含む、nは1または3の数を示す。)で表される化合物またはその縮合物である。

その添加量は、ケイ素化合物が回収液全量に対して0.1～2.0重量%、好ましくは0.5～1.5重量%である。

【0015】

ケイ素化合物を添加する際の回収廃液の温度は室温～70℃で行われ、好ましくは50～70℃である。そしてケイ素化合物を添加後、1～60分程度攪拌し、濾過工程に移る。

【0016】

濾過は自然濾過、減圧濾過、加圧濾過のいずれでもよいが濾過速度を上げるためには減圧または加圧濾過が好ましい。

【0017】

濾過装置は、減圧濾過はヌッチェ(プフナーロート)が、加圧濾過はフィルタープレス、スクリーブレス、ベルトプレスを用いることができる。ヌッチェ上には濾紙または濾布を敷いて用いられ、濾過助剤をその上に敷き詰められるか又はケイ素化合物に添加して用いてもよい。濾過助剤はケイソウ土や白土等である。

【0018】

回収した濾液は、切削液の主成分として再利用に供される。

【0019】

本発明の他の形態は、上記の濾過工程に代えて遠心分離処理をする工程が入る。ここでの遠心分離は1000～3000G以上の遠心力が必要になり、好ましくは10000G程度である。

【実施例】

【0020】

以下に本発明を実施例によりさらに具体的に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

【0021】

単結晶シリコンインゴットをワイヤソーを用いて切削加工した後、スラリー廃液が得られた。切削加工の際には水を含有するジエチレングリコールが主成分の切削液が用いられた。このスラリー廃液に遠心分離処理(3000G)を行い、砥粒および加工くず層と回収廃液層に分離した。以下この回収廃液を用いて処理した。回収廃液の状態は、灰色の濁色であった。なお、実施例中で用いた添加剤は以下のとおりである。また、収率は以下のように求めた。

【0022】

〔添加剤〕

シランカップリング剤：3-アミノプロピルトリヒドロキシシラン縮合物の50%水溶液(チッソ製サイラエースSF-330)

シリコン系消泡剤：ポリオルガノシロキサン(ダウコーニングアジア製FSアンチフォーム#544)

凝集剤1(比較例)：水溶性高分子凝集剤(日油製マリアリムAKM-0531)

凝集剤2(比較例)：油溶性高分子凝集剤(日油製マリアリムAAB-0851)

〔収率〕

10

20

30

40

50

油分回収率 = 濾液量 ÷ 採取廃液量 ÷ 油分率 *

* 廃液中に含まれる油分の量

【 0 0 2 3 】

〔実施例 1〕

回収廃液 100 g をビーカーに採り、50 に加温し、それぞれの添加剤を回収廃液全量に対して 1% 加え 30 分攪拌後、直径 10.5 cm の大きさのヌッチェに No. 2 の濾紙を置き、その上にケイソウ土 30 g を敷き詰めた上に溶液を流し、減圧濾過を行った。真空ポンプで 2 ~ 3 mmHg 程度まで減圧した。

【 0 0 2 4 】

【表 1】

添加剤	濾液の状態	濾液の清浄性	収率
シランカップリング剤 1%	淡黄色透明	◎	52%
シリコン系消泡剤 1%	淡黄色やや透明	○	69%
凝集剤 1 (比較例) 1%	灰色濁色	×	—
凝集剤 2 (比較例) 1%	灰色濁色	×	—
なし (比較例)	灰色濁色	×	—

10

清浄性の評価： 透明感がある、透明感には欠けるが濁りは無い、×回収廃液と変わらない

清浄性の評価は以下の実施例 2 ~ 4 でも同様である。

比較例の収率は、清浄性が × なので出していない。

20

上記のシランカップリング剤添加の濾液の成分は、GPC (ゲル浸透クロマトグラフィー) にて分析を行った結果、ジエチレングリコールが検出された。また、カールフィッシャー法により水分量を測定した結果、水を約 7% 含有していた。また、臭気はほとんどなかった。

【 0 0 2 5 】

〔実施例 2〕

実施例 1 においてシランカップリング剤の添加量を変化させて観察した。

【 0 0 2 6 】

【表 2】

	0.25%	0.50%	0.75%	1.00%	1.25%	1.5%
収率 (%)	30.2	46.3	49.5	47.6	41.7	39.1
ケイソウ土上の汚れ	あり	多少あり	なし	なし	なし	なし
粘度 (40°C) mm ² /s	9.5	9.2	9.1	9.3	8.8	8.9
濾液の pH	5.9	5.7	5.6	5.5	6.1	6.4
濾液の清浄性	◎	◎	◎	◎	◎	◎

30

40

【 0 0 2 7 】

〔実施例 3〕

50

実施例 1 において回収廃液の攪拌温度を変化させてシランカップリング剤 1.0% を添加して観察した。

但し、実施例 1 および 2 とは別の回収廃液を用いたため同じ条件でも若干数値が異なっている。

【 0 0 2 8 】

【表 3】

	室温	40℃	50℃	60℃	70℃
収率 (%)	36.3	44.1	43.1	43.2	42.8
ケイソウ土上の汚れ	あり	あり	なし	なし	なし
粘度 (40℃) mm ² /s	9.0	9.1	9.2	9.4	9.5
濾液の pH	6.0	6.2	6.1	6.2	6.0
濾液の清浄性	◎	◎	◎	◎	◎

10

【 0 0 2 9 】

〔実施例 4〕

実施例 1 のシランカップリング剤において濾紙に代えて濾布を用いて濾過を行った。

【 0 0 3 0 】

【表 4】

添加剤	濾液の状態	濾液の清浄性
シランカップリング剤 1%	透明	◎

20

【 0 0 3 1 】

〔実施例 5〕

回収廃液にシランカップリング剤を添加し下記の条件で遠心分離処理を行い観察した。

(条件 1) 高速冷却遠心分離機 (回転半径 9.63 cm、遠心力 3000 G、5000 G、10000 G) を用いた。温度 (25 室温)、遠心時間 : 10 分間、試料量 : 50 ml、シランカップリング剤の添加量 : 0%、1%、2%

(条件 2) 条件 1 の各試料を 5 日間静置した。

【 0 0 3 2 】

(条件 1) 遠心分離後の液の清浄性を観察した。

【表 5】

		遠心力		
		3000G	5000G	10000G
カップリング剤添加量	0%	×	—	×
	1%	×	×	△
	2%	×	△	○

30

40

清浄性の評価 : 透明感がある、透明感には欠けるが濁りは無い、透明感には欠け若干の濁りがみられる、×回収廃液と変わらない

50

【 0 0 3 3 】

(条件2) 条件1で行った遠心分離後の液を5日間静置して清浄性を観察した。

【表6】

		遠心力		
		3000G	5000G	10000G
カップリング 剤添加量	0%	×	—	×
	1%	△	△	△
	2%	△	△	○

フロントページの続き

(72)発明者 水谷 里子

奈良県大和郡山市額田部北町1021番地 大同化学工業株式会社技術研究所内

審査官 伊藤 紀史

(56)参考文献 特開2005-007541(JP,A)
特開2005-021805(JP,A)
特開2007-185647(JP,A)
特表2003-500192(JP,A)
特開2006-035039(JP,A)
特開2007-083226(JP,A)
特表平10-505383(JP,A)
特開昭48-008670(JP,A)
特開昭56-045491(JP,A)
特開昭54-144344(JP,A)
特開昭63-049291(JP,A)
特開平05-317864(JP,A)
特開平06-087607(JP,A)
特開平09-029263(JP,A)
特開平10-043770(JP,A)
特開平11-347569(JP,A)
特開2000-126510(JP,A)
特開2000-126768(JP,A)
特開2001-170656(JP,A)
特開2004-041900(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B01D 21/01
B24B 57/02
C02F 1/38
C02F 1/54