

シリコンウエハー研削廃棄物からの SiC の分離・再生について†

芝田 隼次††・村山 憲弘・長江 賢吾

関西大学工学部 化学工学科, 564-8680 大阪府吹田市山手町 3-3-35

キーワード: 浮選, 微粒子, SiC, SiO₂, 半導体製造

シリコン単結晶からのシリコンウエハーのスライシング工程では, SiC 粒子をラッピングオイルに混合した潤滑油を用いてワイヤソーによってシリコンが切断されている. シリコン単結晶をスライシングした後, SiC と削られた Si の混合物を含む研削廃液が発生する. SiC および Si の粒子径は, それぞれ約 10 μm および約 1 μm であり, これらの重量比は 9:1 程度である. 研削廃液中の粒子は, 油をフィルタープレスで除去した後に焼成処理すると, SiC と SiO₂ を含む混合物になる. 廃棄物の減容化や環境上の観点から, 有価物である SiC を SiO₂ から分離・再生することが望ましい.

上述の目的に対しては, 浮選法が適用できる. 陽イオン性界面活性剤であるドデシルトリメチルアンモニウムクロライドおよびトリメチルオクチルアンモニウムクロライドを界面活性剤として用いた. SiC および SiO₂ 粒子上への界面活性剤の吸着量が測定された. ドデシルトリメチルアンモニウムクロライド存在下で pH, ガス流速, 浮選時間を変化させて, SiC と SiO₂ の浮選挙動を調べた. あわせて, 粗選工程, 精選工程および清掃選工程を含む一連の浮選プロセスを適用して SiC の純度と収率について検討を行った. 一連の浮選プロセスで得られる SiC の純度および収率は, それぞれ 99.7% および 96.7% であった.

緒 言

単結晶シリコンインゴットのスライシング工程では, SiC 粒子をラッピングオイルに混合した潤滑油を用いてワイヤソーにより切断する方法がとられている. SiC 粒子を含むスラリーを使用しているので, 研削後には SiC (粒子径: 約 10 μm) と削られた Si (粒子径: 約 1 μm) をそれぞれ重量比 9:1 程度の割合で含む研削廃液が発生し, その処理が問題となっている.

研削廃液中の粒子は, 油をフィルタープレスで除去した後に焼成処理すると, SiC と SiO₂ を含む混合物になる. 廃棄物の減容化や環境上の観点から, 有価物である SiC を分離・再生する技術を開発することが必要である. 比重分離法は, 物質の比重差を利用して比重液に導入した物質を浮上物と沈降物に分離する方法であるが, SiC と SiO₂ のように比重差の小さい物質の分離は困難である. サイクロンを用いても粒子径が小さく, 粒子径に大きい差がないので, 両者の分離が難しい. 一方, 浮選法は比重や粒子径の差が小さくても粒子の表面性質の差をドライビングフォースとして分離することができる方法である (Fuerstenau, 1970; Fuerstenau, 1975; Fuerstenau and Shibata, 1999; Shibata and Fuerstenau, 2003). Kusaka *et al.* は, ドデシルトリメチルアンモニウムクロライドを用いて, 1 μm 以下の平均粒子径をもつ Si, SiO₂, SiC 粒子の浮選試験を行っており, 3 種の粒子の浮選特性が類似していることを示している. また, SiC の浮選特性に及ぼす銅イオンの影響を調べている (Yoshikawa *et al.*, 2002; Kusaka *et al.*, 2003).

本研究では, シリコン単結晶のスライシング工程で発生する SiC と SiO₂ 粒子から SiC を分離・再生するために, 浮選法による SiC と SiO₂ の相互分離について検討した. 界面活性剤には陽イオン性界面活性剤を用いた. SiC と SiO₂ 粒子に対する界面活性剤の吸着量ならびに SiC と SiO₂ 粒子の浮選特性に与える pH, ガス流量および浮選時間の影響について検討した. 粗選, 精選, 清掃選工程を組み合わせた場合の SiC の純度と回収率についても検討を加えた.

1. 試薬および実験方法

SiC は昭和電工 (株) より提供された緑色の粒子でメジアン径が 22.2 μm であった. SiO₂ は多木化学 (株) より提供された白色の粒子で, メジアン径は 9.3 μm である. いずれの粒子も研究用に入手したもので, 粒子径は実際の研削廃液から生じる粒子の粒子径よりも大きな値である. 浮選試験に及ぼす粒子径の影響を考える必要があるが, この程度の粒子径の違いであれば浮選効率ほとんど変わらないと思われる. 粒子径の測定はレーザー回折/散乱式粒度分布測定装置 (LA 910, (株) 堀場製作所) にて行い, ゼータ電位はゼータサイザーナノ Z (Malvern Instruments Ltd.) を用いて測定した. SiC と SiO₂ の比表面積はオートソープ 1MP-LP2 (Quantachrome Instrument Co., Ltd.) を用いて測定した. SiC と SiO₂ の接触角は加圧プレスにて錠剤成型を行った後に接触角測定装置にて測定した. Table 1 に SiC と SiO₂ のメジアン径, 比表面積および接触角の値が示されている.

陽イオン性界面活性剤としてトリメチルオクチルアンモニウムクロライド (東京化成工業 (株), 以下 TMOAC と略記) およびドデシルトリメチルアンモニウムクロライド (東京化成工業 (株)),

† 2005 年 6 月 13 日受理

†† shibata@kansai-u.ac.jp

Table 1 Physical properties of SiC and SiO₂

	SiC	SiO ₂
Median diameter [μm]	22.2	9.3
Surface area [m^2/g]	0.4	121
Contact angle [$^\circ$]	37	84

Table 2 Cationic surfactants used in this study

	Trimethyloctylammonium chloride (TMOAC)	Dodecyltrimethylammonium chloride (DTMAC)
Molecular weight	208	264
Structural formula	$\left(\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7 - \underset{\text{CH}_3}{\overset{\text{CH}_3}{\text{N}}} - \text{CH}_3 \right)^+ \cdot \text{Cl}^-$	$\left(\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11} - \underset{\text{CH}_3}{\overset{\text{CH}_3}{\text{N}}} - \text{CH}_3 \right)^+ \cdot \text{Cl}^-$

以下 DTMAC と略記) を使用した。Table 2 に陽イオン性界面活性剤の分子量と化学構造が示されている。

SiC と SiO₂ に対する界面活性剤の吸着試験は以下のように行った。界面活性剤水溶液に各粒子を添加し、所定の固体濃度の懸濁液を調製した。懸濁液を所定の pH に調整し、スターラーで 15 min 撹拌した。懸濁液を遠心分離後、上澄み液中の界面活性剤濃度をオレンジ II 法 (Kaimenkasseizai Bunsekikenyukai, 1987) を用いて測定し、吸着操作前後の物質収支から界面活性剤の吸着量を求めた。

SiC と SiO₂ の浮選実験はつぎのようにして行った。浮選試験機はポリ塩化ビニル製で、カラム部は 100 mm ϕ 、高さ 160 mm である。各粒子と界面活性剤水溶液を含む懸濁液を作成して、所定の pH に調整した後にスターラーで 15 min 撹拌した。その後、懸濁液を浮選試験機に導入して撹拌翼を用いて 300 rpm の速さで撹拌させながら、下部よりガラスフィルターを通して所定流量の窒素ガスを流して浮選試験を行った。気泡剤としてバイン油を 20 ppm の濃度となるように添加した。回収したフロス中の粒子をろ過し、水洗・真空乾燥後、重量法により SiC と SiO₂ の回収率を求めた。

2. 実験結果および考察

2.1 SiC と SiO₂ に対する陽イオン性界面活性剤の吸着特性

SiC と SiO₂ 粒子のゼータ電位を測定した結果が Figure 1 に示されている。両粒子ともに等電点は極めて酸性側に位置しており、等電点での pH は SiC と SiO₂ 粒子について、それぞれ pH 2.3 および pH 3.5 である。このような粒子のもつ電位の特性から、界面活性剤には TMOAC および DTMAC を用いた。SiC に対する陽イオン性界面活性剤の吸着量と pH の関係は Figure 2 に示されている。等電点以上の pH では、界面活性剤の吸着量は pH が大きくなるにつれて増加し、pH 6.0 以上で吸着量は一定値に達する。水溶液中に存在する界面活性剤はその解離によって正電荷を帯びるイオン性物質であり、ゼータ電位の測定結果から低 pH 域で SiC 粒子は正に帯電し、高 pH 域で粒子は負に帯電する。等電点以上の pH 域では、SiC の表面電荷と解離した陽イオン性界面活性剤種との間に強い静電的引力が働き、吸着量が増加したと考えられる。図中の破線は、後に Figure 3 に示す吸着量と DTMAC 濃度の関係をラングミュアプロットして得られる DTMAC の単分子層飽和吸着量の値 ($1.1 \times 10^{-5} \text{ mol/m}^2$) である。TMOAC の単分子層飽和吸

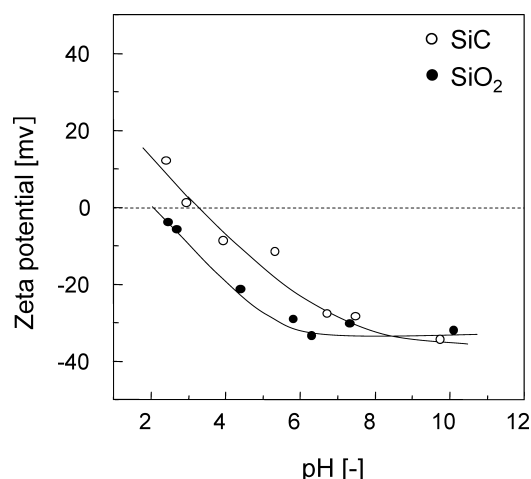


Fig. 1 Zeta potential of SiC and SiO₂ as a function of pH

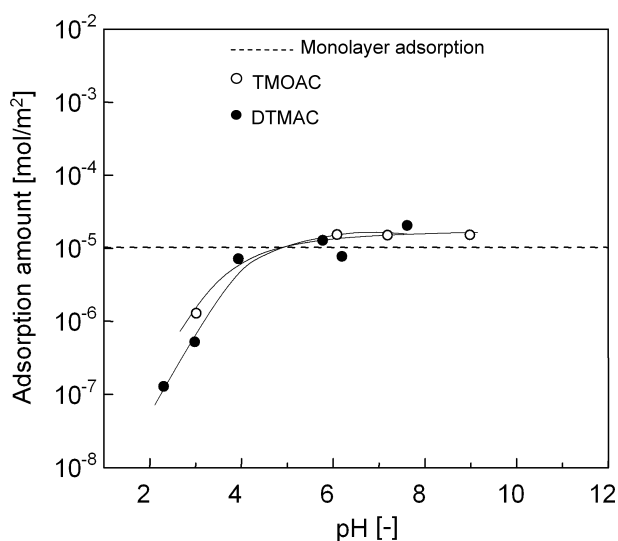


Fig. 2 Adsorption amount of cationic surfactants on SiC as a function of pH
Solid content: 0.3 wt%, Concentration: $9 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$

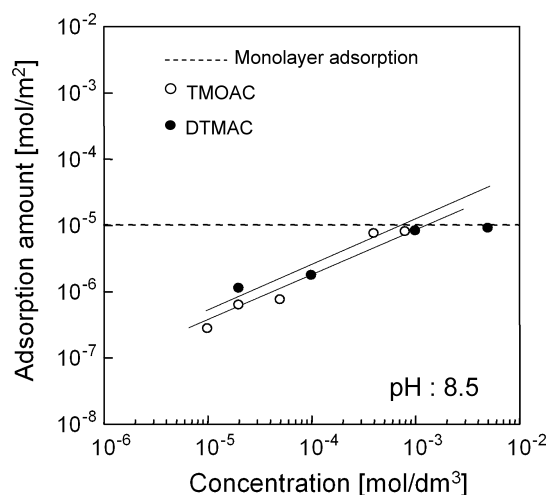


Fig. 3 Adsorption isotherm of cationic surfactants on SiC
Solid content: 0.3 wt%

着量は、DTMAC のそれとほとんど同じであった。pH 6.0 以上でいずれの界面活性剤の吸着量も単分子層飽和吸着量を越えることがわかる。pH 8.5 の時の SiC に対する界面活性剤の吸着等温線を

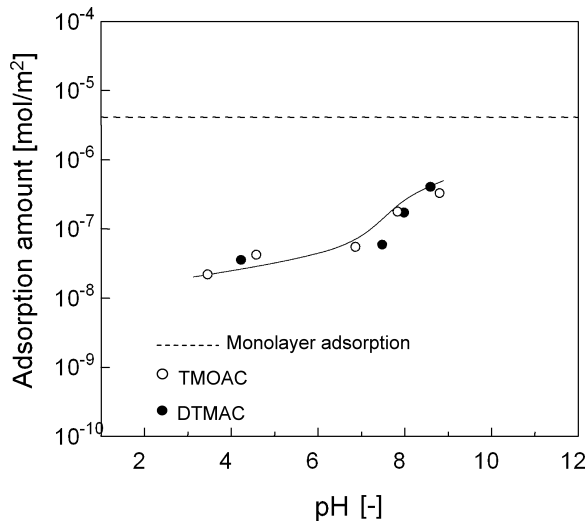


Fig. 4 Adsorption amount of cationic surfactants on SiO₂ as a function of pH
Solid content: 0.3 wt%, TMOAC: 10⁻⁴ mol/dm³, DTMAC: 9 × 10⁻⁴ mol/dm³

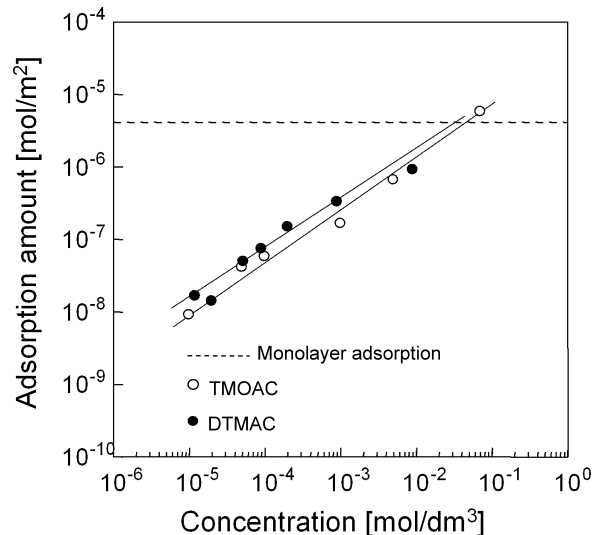


Fig. 5 Adsorption isotherm of cationic surfactants on SiO₂
Solid content: 0.3 wt%, pH: 8.5

Figure 3 に示す。いずれの陽イオン性界面活性剤についてもその濃度が増加するにつれて吸着量は増加する。吸着量等温線については、いずれの陽イオン性界面活性剤を用いた場合でもほぼ同様の直線関係が得られ、陽イオン性界面活性剤の平衡濃度が 9×10^{-4} mol/dm³ の点で単分子層飽和吸着量の値に達する。

SiO₂ に対する陽イオン性界面活性剤の吸着量の pH による変化は Figure 4 に示されている。いずれの陽イオン性界面活性剤を用いた場合にも低 pH 域では SiO₂ に対する界面活性剤の吸着量は低く、pH が高くなるにつれて界面活性剤の吸着量が増加する。すべての pH 域において、SiO₂ に対する 2 種類の陽イオン性界面活性剤の吸着量は単分子層飽和吸着量以下である。図中の破線は DTMAC の単分子層飽和吸着量の値 (3.7×10^{-6} mol/m²) であり、SiC の場合と同様に吸着量のデータのラングミュアプロットから求めたものである。TMOAC の単分子層飽和吸着量は、DTMAC とほとんど変わらない。pH 8.5 での SiO₂ に対する界面活性剤の吸着等温線を Figure 5 に示す。いずれの陽イオン性界面活性剤についてもその濃度が増加するにつれて吸着量は増加する。平衡濃度が 9×10^{-4} mol/dm³ の点での吸着量は 1.7×10^{-7} mol/m² であり、単分子層飽和吸着量ときの被覆率を 1 としてこの値を表面被覆率に換算すると、すなわち 1.7×10^{-7} mol/m² を 3.7×10^{-6} mol/m² で割ることにより被覆率を求めると、0.046 という小さい値となる。TMOAC と DTMAC の SiO₂ に対する吸着等温線はほぼ同様である。TMOAC と DTMAC はいずれも第四級アミンであり、疎水基のみが異なる構造を持ち、分子構造が類似しているために、吸着等温線がほぼ一致したと考えられる。

2.2 陽イオン性界面活性剤を用いた SiC と SiO₂ の浮選分離

陽イオン性界面活性剤を用いて SiC と SiO₂ 単味の浮選試験を行った。一例として DTMAC を用いた場合の浮選結果を Figure 6 に示している。TMOAC を用いて SiC 単味の浮選試験を行ったときの回収率は pH 2.3 で 27% であり、pH 9.0 で 38% である。Figure 6 より、DTMAC を用いた場合の SiC の浮選回収率は pH 3.1 のとき 30% であり、pH が高くなるにつれて増加し、pH 6 のとき 78% となる。pH 6 以上の領域では、SiC の浮選回収率はほぼ一定値になる。この pH は、SiC に対する界面活性剤の吸着量が一定になるときの pH と一致する。DTMAC は、TMOAC と比べて疎水

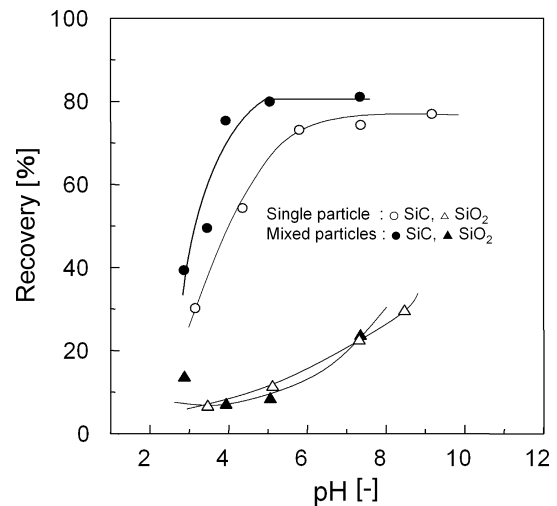


Fig. 6 Flotation recovery of mixed particles with dodecyltrimethylammonium chloride as a function of pH
Solid content: 0.3 wt% (SiC:SiO₂=9:1), Concentration: 9×10^{-4} mol/dm³, Flotation time: 1.5 min

基の炭素鎖長が長いために、SiC 表面に対してより強い疎水性を与える結果として浮選回収率の差が生じると考えられる。

TMOAC を用いた場合の SiO₂ 単味の浮選回収率はいずれの pH 域でも 5% 以下である。Figure 6 より、DTMAC を用いた場合の SiO₂ の回収率は pH 3.5 で 6% であり、pH が高くなるにつれて増加し pH 8.5 で 30% となる。DTMAC を用いた場合には、pH 6.0 で SiC と SiO₂ の浮選回収率の差が最も大きくなり、pH 6.0 での SiC と SiO₂ の回収率はそれぞれ 78% および 15% である。SiC と SiO₂ を浮選分離するには、DTMAC を用いることが望ましいと考えられる。

SiO₂ に対する界面活性剤の吸着量は SiC に対する吸着量よりも高いにもかかわらず、SiO₂ の浮選回収率が低いのは界面活性剤の被覆率が関係している。すでに述べたように、単分子層飽和吸着量ときの被覆率を 1 とすると、SiO₂ に対する被覆率は 0.046 と低い値である。SiO₂ の比表面積は SiC に比べて大きいので、界面活性剤の吸着量が高くて被覆率が小さいという現象が生じる。これに対して SiC に対する界面活性剤の被覆率は 1 ないし 1 をいくらか上回る値である。一方、SiC と SiO₂ 粒子自身の表面性質で

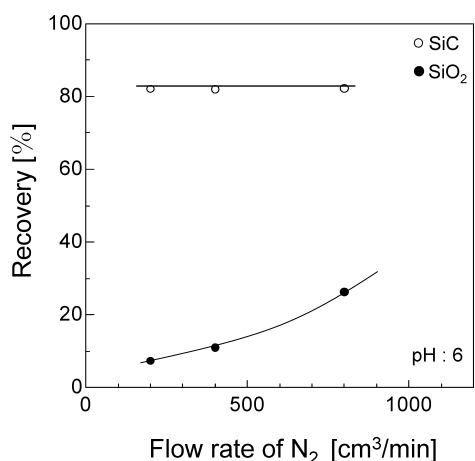


Fig. 7 Relationship between flotation recovery and flow rate of N₂ in case of dodecyltrimethylammonium chloride
Solid content: 0.3 wt% (SiC:SiO₂=9:1), Concentration: 9×10^{-4} mol/dm³, Flotation time: 1.5 min

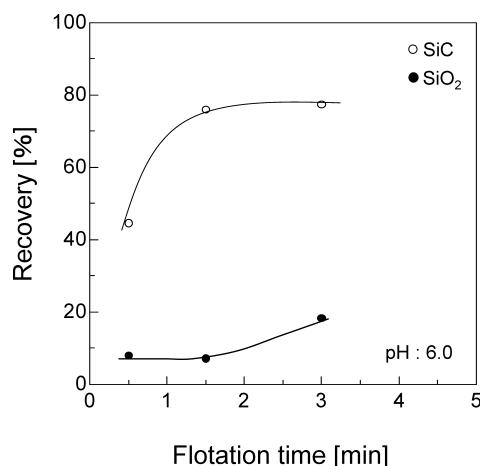


Fig. 8 Relationship between flotation recovery and flotation time in case of dodecyltrimethylammonium chloride
Solid content: 0.3 wt% (SiC:SiO₂=9:1), Concentration: 9×10^{-4} mol/dm³, Flow rate of N₂: 200 cm³/min

ある接触角を測定すると、Table 1 に示されているように、SiC の表面は元来 SiO₂ の表面よりも疎水性が強いことがわかる。SiC と SiO₂ の浮選回収率の相違はこのような吸着特性および固体粒子の表面性質に関係していると考えられる。

DTMAC を用いて SiC と SiO₂ の混合物の浮選試験を行った。SiC と SiO₂ の混合物の浮選回収率と pH の関係は Figure 6 に示されている。pH 3.0 での SiC の回収率は 40% である。pH が高くなるにつれて SiC の回収率は増加し、pH 6.0 で 80% の SiC が回収される。pH 6.0 以上では、SiC の回収率は一定である。一方、pH 3.0 での SiO₂ の回収率は 6% である。pH が高くなるにつれて SiO₂ の回収率は増加し、pH 7.3 で 22% の SiO₂ が回収される。SiC と SiO₂ の回収率の差が最も大きくなる時の pH は 6.0 である。pH 6.0 における SiC と SiO₂ の回収率はそれぞれ 80% および 10% であり、回収率の差は 70% である。SiC と SiO₂ の混合物中から SiC を分離するには、DTMAC を用いて pH 6.0 で浮選することが重要であると考えられる。

窒素ガス流量と粒子の浮選回収率の関係を探る、その結果を Figure 7 に表した。pH は SiC と SiO₂ の分離性がよいと考えられる pH 6.0 に設定した。窒素ガス流量の変化に関わらず、SiC の回収率は 80% で一定であり、SiO₂ の回収率は窒素ガス流量 200 cm³/min で約 8% となり、窒素ガス流量が増加するにつれて SiO₂ の回収率は高くなる。窒素ガス流量を 200 cm³/min に設定すると、SiC と SiO₂ の回収率の差が最大となる。Figure 8 は浮選時間と粒子の回収率の関係を示している。浮選時間が 0.5 min で SiC の回収率は 43% であり、浮選時間が長くなるにつれて SiC の回収率は高くなる。浮選時間が 1.5 min 以上の場合、SiC の回収率は一定となり 78% の SiC を回収できる。一方、SiO₂ の回収率は浮選時間が 0.5 min の場合に 8% であり、浮選時間が長くなるにつれて SiO₂ の回収率は高くなり、浮選時間が 3.0 min のとき SiO₂ の回収率は 19% となる。浮選時間が 1.5 min のときに SiC と SiO₂ の回収率の差が最も大きくなる。以上の結果より、SiC と SiO₂ の混合物の浮選分離を行う際には、窒素ガス流量を 200 cm³/min、浮選時間を 1.5 min にすることが好ましいと考えられる。

SiC と SiO₂ の分離性がよいと考えられる DTMAC を用いて、SiC と SiO₂ の混合比を変化させた場合の SiC と SiO₂ の浮選回収率について検討した。SiC と SiO₂ の混合比を 10:1 から 4:1 および 1:1 に変化させた場合の浮選回収率はいずれの混合比の場合にも、

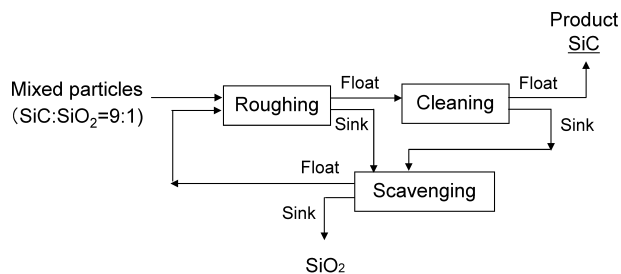


Fig. 9 Separation process of SiC and SiO₂

pH が高くなるにつれて SiC の回収率は高くなり、pH 6.0 で SiC の回収率は 80% の一定値となる。一方、SiO₂ の回収率は pH が高くなるにつれて増加するが、すべての pH 域において 30% 以下である。SiC と SiO₂ の混合比を変化させても、DTMAC を用いて pH を 6.0 に調整することにより SiC と SiO₂ の浮選分離が可能である。SiC と SiO₂ の浮選回収率に与える DTMAC 濃度の影響について検討した。DTMAC 濃度を変化させたときの SiC と SiO₂ の浮選回収率を調べたところ、DTMAC 濃度が 4×10^{-4} mol/dm³ および 1.6×10^{-3} mol/dm³ では、 9×10^{-4} mol/dm³ の場合と同様に、pH 6.0 以上で 80% の SiC が回収された。すべての pH 域で SiO₂ の回収率は 30% 以下であった。DTMAC 濃度が 9×10^{-5} mol/dm³ の場合、界面活性剤の濃度が低いため、SiO₂ 粒子に対する DTMAC の被覆率は低いと考えられる。DTMAC の被覆率の減少に伴い、粒子表面に対する気泡の付着力が弱くなるために、SiO₂ の回収率が低くなったと考えられる。SiC と SiO₂ の混合物の固体濃度を変化させたときの粒子の浮選回収率について検討したところ、固体濃度が 10 wt% 以下であれば、いずれの固体濃度においても SiC の回収率は 80% であることが明らかになった。一方、SiO₂ の回収率は 10% 以下であり、SiC と SiO₂ の浮選回収率の差が 70% となる。

2.3 浮選法による SiC の分離回収プロセスの検討

陽イオン性界面活性剤を用いて浮選試験を行った結果、DTMAC が SiC と SiO₂ の分離に適していることが明らかになった。本研究では、DTMAC を用いて、SiC と SiO₂ の混合物から SiC を分離・回収するプロセスについて検討した。浮選分離法による SiC の分離・回収プロセスを Figure 9 に示す。SiC と SiO₂ の混合物を粗選工程で浮選した後に、浮上物と沈降物とに分離する。粗選工程における浮上物を精選工程に導入し、精選工程における浮

Table 3 Flotation recovery of SiC and SiO₂ in roughing, cleaning and scavenging steps

Step		SiC [g]	SiO ₂ [g]	Purity of SiC [%]	Yield of SiC [%]
Roughing	Feed	90	10	90.0	
	Float	77.5	1.0	98.7	86.1
	Sink	12.5	9.0	58.1	
Cleaning	Feed	77.5	1.0	98.7	
	Float	67.2	0.2	99.7	86.7
	Sink	10.3	0.8	92.8	
Scavenging	Feed	22.8	9.8	69.9	
	Float	19.8	0.9	95.7	86.8
	Sink	3.0	8.9	25.2	

Solid content: 10 wt%, DTMAC concentration: 4.0×10^{-3} mol/dm³
Flow rate of N₂: 200 cm³/min, Flotation time: 1.5 min, pH: 6.0

上物を高純度の SiC として回収する。粗選工程および精選工程における沈降物を清掃選工程に導入する。清掃選工程における浮上物は、原料粒子とともに粗選工程に循環させ、沈降物は SiO₂ として回収する。いずれの工程においても、SiC と SiO₂ の分離性が最も良いと考えられる pH 6.0 で浮選を行った。固体濃度が 10 wt% の場合での各浮選工程での浮選試験の結果を Table 3 に示す。粗選工程での SiC の純度および回収率は、それぞれ 98.7% および 86.1% である。精選工程での浮上物中の SiC の純度は 99.7%、回収率は 86.7% となり、高純度の SiC を高い回収率で回収することができる。清掃選工程での沈降物中の SiO₂ の純度は 74.8% で、回収率は 90.8% である。粗選、精選および清掃選工程を組み合わせることにより、SiC を純度 99.7%、回収率 96.7% で回収することができる。

結 言

界面活性剤の添加によって SiC 表面の疎水性を強くし、SiC と SiO₂ の混合物から SiC を浮選分離できることを明らかにした。界

面活性剤として DTMAC を用いた場合、SiC と SiO₂ のよい分離性が得られる。DTMAC は水溶性の陽イオン性界面活性剤の中でも疎水基が長いために、SiC 表面に吸着して粒子に疎水性を付与することができる。DTMAC を用いて SiC と SiO₂ の混合物の浮選試験を行った結果、SiC と SiO₂ の回収率は pH 6.0 でそれぞれ 80% および 10% となり、pH 6.0 で両者の浮選回収率の差は最大になる。SiC の浮選回収プロセスについて検討した結果、粗選、精選、清掃選工程を組み合わせることにより純度 99.7% の SiC を 96.7% の回収率で回収することができる。清掃選工程からは SiO₂ が沈降物として回収率 90.8%、純度 74.8% で回収される。

[謝 辞] この研究は、平成 16 年度科学研究費補助金・基盤研究 (C) (1) (16636027)、平成 17 年度科学研究費補助金・基盤研究 (A) (17206091) の助成金によって行われたことを付記し、感謝申し上げます。

Literature Cited

- Fuerstenau, D. W.; "Interfacial Processes in Mineral/Water Systems," *Pure and Applied Chemistry*, **24**, 135-164 (1970)
- Fuerstenau, M. C.; "Role of Metal Ion Hydrolysis in Oxide and Silicate Flotation Systems," AICHE Symposium Series, Vol. 150, pp. 16-23, AICHE, New York, U.S.A. (1975)
- Fuerstenau, D. W. and J. Shibata; "On Using Electrokinetics to Interpret the Flotation and Interfacial Behavior of Manganese Dioxide," *Int. J. Miner. Process.*, **57**, 205-217 (1999)
- Kaimenkasseizai Bunsekikenkyukai ed.; Analysis Method of Surfactant (Shinpan Kaimenkasseizai Bunsekiho), Miyuki Syobou, pp.317-318, Tokyo, Japan (1987)
- Kusaka, E., S. Yano, Y. Fukunaka and R. Ishii; "Fundamental Study on Separation of Silicon Compound Particles with Flotation" (in Japanese), Proc. MMIJ Annual Meeting 2003, II, pp. 83-84, Tokyo, Japan (2003)
- Shibata, J. and D. W. Fuerstenau; "Flocculation and Flotation Characteristics of Fine Hematite with Sodium Oleate," *Int. J. Miner. Process.*, **72**, 25-32 (2003)
- Yoshikawa, M., E. Kusaka, Y. Fukunaka and R. Ishii; "Fundamental Study on Column Flotation of Submicron SiC Particles" (in Japanese), Proc. MMIJ Annual Meeting 2002, II, pp. 76-77, Tokyo, Japan (2002)

Flotation Separation of SiC from Wastes in the Silicon Wafer Slicing Process

Junji SHIBATA, Norihiro MURAYAMA and Kengo NAGAE

Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, Kansai University, 3-3-35, Yamate, Suita-shi, Osaka 564-8680, Japan

Keywords: Flotation, Fine Particle, SiC, SiO₂, Semiconductor Production

In the silicon wafer slicing process from a single silicon crystal, the crystal is sliced by using a wire saw with the lubricating oil containing SiC powders. After the slicing, a mixture of SiC and the ground Si is discharged from the process. The particle sizes of SiC and Si are 10 μm and 1 μm respectively, and the weight ratio of the two is about 9 : 1. The SiC and Si particles are separated from the lubricating oil with a filter press, and the particles are burned to yield SiC and SiO₂. From the viewpoint of waste minimization and resources preservation, the valuable SiC particles should be separated from SiO₂ particles and recovered.

The flotation method can be applied for this purpose. The cationic surfactants used are dodecyltrimethylammonium chloride and trimethyloctylammonium chloride. The adsorption amount of the surfactants was measured for SiC and SiO₂ particles. The flotation behavior of SiC and SiO₂ was investigated by changing pH, gas flow rate and flotation time in the presence of dodecyltrimethylammonium chloride. The purity and yield of SiC was also studied in the flotation process comprising of roughing, cleaning and scavenging steps. The values of purity and yield of SiC were 99.7% and 96.7% respectively in the total flotation process.

