

研究成果報告書

(国立情報学研究所の民間助成研究成果概要データベース・登録原稿)

研究テーマ (和文) AB		高温高圧水を利用した含油シリコンスラッジからのシリコン回収技術の開発			
研究テーマ (欧文) AZ		Development of silicon recovery technology from oily silicon sludge using hot compressed water			
研究氏 代 表 名 者	カナ CC	姓)オオシマ	名)ヨシト	研究期間 B	2012 ~ 2014年
	漢字 CB	大島	義人	報告年度 YR	2014年
	ローマ字 CZ	Oshima	Yoshito	研究機関名	東京大学大学院
研究代表者 CD 所属機関・職名		東京大学大学院新領域創成科学研究科環境システム学専攻・教授			
概要 EA (600字~800字程度にまとめてください。)					
<p>本研究では、シリコンスラッジからのシリコン回収を目指し、高温高圧水を利用したシリコンスラッジリサイクル技術の開発に向けた基礎的検討を行った。</p> <p>まず、回分式反応器による温度・圧力を変化させた実験から、シリコンの高温高圧水中での溶解および酸化について検討し、高収率・高純度のシリコン回収に向けた条件探索を行った。この結果、臨界温度以下の低温領域(200-380℃)と比較して、臨界温度以上の高温領域(400-500℃)でシリコンの溶解が抑えられ、高収率回収に適することが明らかになった。また、シリコンの酸化については、酸化剤を用いない場合には臨界温度以上の高温領域においても全く進行せず、回収純度に影響を与えないことが明らかになった。一方で、酸化剤を用いる場合には部分的にシリコンの酸化が進行することが明らかになった。</p> <p>以上の基礎的検討を踏まえて、以下の二種類の処理プロセスを考案し、実験を行った。</p> <p>一つ目は、半回分式反応器を用いた処理法であり、超臨界水の有機物溶解性を活用し、酸化剤を用いずにスラッジを洗浄する手法である。500℃、25 MPa の条件で処理することによって、油の除去については、15分以内の短い反応時間で完全な除去が達成されることを明らかにした。本手法によって回収されるシリコンの回収率は95%、純度は99.2%であり、優れた回収法になりうることを示した。</p> <p>続いて、半回分式反応器より大量処理が容易な二つ目の処理法として、流通式超臨界水酸化装置による処理を検討した。酸化剤を用いることで迅速な油分の処理を行い、かつ滞留時間の制御によってシリコンの酸化状態をコントロールすることを試みた。500℃、25 MPa において酸化剤を用いることで、狙い通り短時間(22-71 秒)での油分の分離・分解が達成できたが、表面の酸化や微量の有機物の残存などにより、回収したシリコンの表面の清浄性に関しては、半回分式の処理に劣ることが明らかになった。また、スラッジは流動性が悪く、流通式処理法においては、安定的な運転も処理法としての課題であることが明らかになった。</p>					
キーワード FA	高温高圧水	シリコンスラッジ	リサイクル	半回分式反応器	

(以下は記入しないでください。)

助成財団コード TA					研究課題番号 AA								
研究機関番号 AC					シート番号								

発表文献（この研究を発表した雑誌・図書について記入してください。）									
雑誌	論文標題 <sup>GB</sup>	Recovery of silicon from silicon sludge using supercritical water							
	著者名 <sup>GA</sup>	Akira Yoko, Yoshito Oshima	雑誌名 <sup>GC</sup>	The Journal of Supercritical Fluids					
	ページ <sup>GF</sup>	1~5	発行年 <sup>GE</sup>	2	0	1	3	巻号 <sup>GD</sup>	75
雑誌	論文標題 <sup>GB</sup>								
	著者名 <sup>GA</sup>		雑誌名 <sup>GC</sup>						
	ページ <sup>GF</sup>	~	発行年 <sup>GE</sup>					巻号 <sup>GD</sup>	
雑誌	論文標題 <sup>GB</sup>								
	著者名 <sup>GA</sup>		雑誌名 <sup>GC</sup>						
	ページ <sup>GF</sup>	~	発行年 <sup>GE</sup>					巻号 <sup>GD</sup>	
図書	著者名 <sup>HA</sup>								
	書名 <sup>HC</sup>								
	出版者 <sup>HB</sup>		発行年 <sup>HD</sup>					総ページ <sup>HE</sup>	
図書	著者名 <sup>HA</sup>								
	書名 <sup>HC</sup>								
	出版者 <sup>HB</sup>		発行年 <sup>HD</sup>					総ページ <sup>HE</sup>	

#### 欧文概要<sup>EZ</sup>

New technology for silicon recycle from oily silicon sludge using hot compressed water was investigated.

To clarify the suitable reaction conditions for higher silicon recovery rate and higher silicon purity, the effect of temperature and pressure on silicon dissolution and silicon oxidation in hot compressed water was investigated. In high temperature region above critical temperature (400–500°C), silicon dissolution into hot compressed water was suppressed compared to low temperature region below critical temperature (200–380°C), suggesting that treatment in higher temperature is preferable for higher silicon recovery rate. Without oxidant, degradation of silicon purity due to the oxidation of silicon was not observed during the treatment at any temperatures including high temperature region above critical temperature. On the other hand, silicon was partly oxidized during the treatment with oxidant.

Based on these results, two treatment processes were examined; the semi-batch treatment and the flow-treatment using supercritical water.

In the semi-batch treatment, the oil contained in the silicon sludge was dissolved in supercritical water and removed from the silicon. After the 15 min treatment at 500°C and 25 MPa, the oil was completely removed from the silicon, the silicon recovery rate was 95% and the silicon purity was 99.2%. This result suggests that the treatment with semi-batch reactor is prospective for silicon recovery.

In the flow treatment using supercritical water oxidation, simultaneous achievement of complete degradation of oil with oxidant and reduction of silicon oxidation were aimed by controlling the reaction time. The experimental results suggest that oil was degraded and removed from silicon in a very short reaction time (22–71 s), but high silicon purity could not be achieved because of the oxidation of silicon surface and of the residual oil not sufficiently degraded in the solution. A difficulty in stable operation of the apparatus was also indicated in the flow treatment due to low fluidity of sludge solution.