

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 644 917**

51 Int. Cl.:

**C01B 32/956** (2007.01)

**C09K 3/14** (2006.01)

**B09B 3/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.09.2014 PCT/EP2014/069105**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.03.2015 WO15036371**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.09.2014 E 14780781 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.08.2017 EP 3043972**

54 Título: **Procedimiento para el reciclaje de productos de desecho de carburo de silicio pulverulentos**

30 Prioridad:

**14.09.2013 DE 102013218450**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**01.12.2017**

73 Titular/es:

**FRAUNHOFER-GES. ZUR FÖRDERUNG DER  
ANGEWANDTEN FORSCHUNG E.V. (100.0%)  
Hansastr. 27c  
80686 München, DE**

72 Inventor/es:

**ADLER, JÖRG;  
HEYMER, HEIKE;  
THIEME, PETER;  
MAYER-UHMA, TOBIAS y  
SCHICHT, THOMAS**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 644 917 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para el reciclaje de productos de desecho de carburo de silicio pulverulentos

5 La invención se refiere al campo de la cerámica técnica y se refiere a un procedimiento para el reciclaje de productos de desecho de carburo de silicio pulverulentos, como se producen, a modo de ejemplo, en barros de amolado o en el desecho de carburo de silicio debido a la producción.

10 Carburo de silicio (SiC) es un mineral industrial sintético que, debido a sus propiedades destacadas (dureza, propiedades a alta temperatura, estabilidad química), se emplea en muchas ramas industriales. Es de especial importancia su empleo en forma de granulaciones de polvo ultrafino especiales, altamente puras y de fraccionado limitado (0,5 a aproximadamente 250  $\mu\text{m}$ ) en la microelectrónica/fotovoltaica (aserrado de plaquitas), para la producción de cerámica protectora balística para la técnica militar, la técnica automovilística/medioambiental (filtros de partículas de Diesel), así como a modo de sustancia abrasiva para elaboración de superficie de alto valor en la construcción de máquinas total. Las granulaciones de SiC se producen a partir de SiC crudo mediante molturación, purificación y fraccionamiento. En este caso se producen cantidades elevadas y constantes de SiC de valor reducido, difícilmente aprovechable. Un aumento de demanda en las granulaciones requiere siempre un aumento de producción de SiC crudo. En este sentido, un aumento de la capacidad bruta no es lucrativa para los productores, lo que conduce a concisión estructural y a inelasticidad en precios.

15 La generación de SiC crudo través del proceso de síntesis electrónica aplciado desde hace aproximadamente 120 años, el denominado proceso de Acheson (DE 76629 A, DE 85197 A), está vinculada al precio de corriente y aceite (materia prima coque de petróleo), así como a los costes medioambientales (debido a emisiones elevadas de polvo, CO/CO<sub>2</sub> y SO<sub>2</sub>). Debido a muchos ensayos, los procedimientos de producción alternativos no han tenido éxito, en la mayor parte de los casos por motivos económicos, y no se encuentran disponibles tampoco en tiempo previsible.

20 Aunque SiC se considera una materia prima a granel disponible mundialmente, en las granulaciones de alta calidad importantes desde el punto de vista estratégico (HQ), desde hace algunos años se pueden registrar dificultades y aumentos de precio. En 2008 se estimó un déficit de 40-60000 t de material crudo HQ-SiC en Europa (Silicon Carbide & More #24, 2008, S. 3). No obstante, un problema aún mayor de las granulaciones especiales consiste en que se requieren grandes cantidades de diferentes bandas de tamaños de grano aisladas en las aplicaciones de alta tecnología. Debido al contexto indicado anteriormente de inelasticidad de precios, ambas circunstancias conducen a aumentos de precio y a dificultades de abastecimiento para estas granulaciones especiales de HQ.

25 Los polvos de SiC en aplicaciones abrasivas están sujetos a un desgaste respecto al rendimiento de corte y al tamaño de grano. Una gran parte de SiC se pierde mediante procesos disipativos. En muchos casos, en los que se pueden registrar productos de desecho que contienen SiC, la separación de materias es extremadamente complicada desde el punto de vista técnico, y la elaboración no merece la pena económicamente.

30 Por el contrario, desde el aserrado industrial de plaquitas de lingotes de silicio se producen cantidades muy grandes de barros de amolado de SiC impurificados. La denominada suspensión de aserrado de SiC es una suspensión viscosa de SiC y polietilenglicol (PEG). El carburo de silicio como componente pulverulento sólido es responsable de la dureza y el rendimiento de aserrado – polietilenticol (PEG) como componente líquido es soporte y agente refrigerante. Mediante el proceso de aserrado se modifica la distribución de tamaños de grano y se impurifica la suspensión. Para poder emplear de nuevo la suspensión, ésta se debe purificar y elaborar. A tal efecto, en los últimos años se ha producido una logística de registro y una técnica de elaboración, que recupera hasta un 80 % de SiC y lo devuelve al circuito útil. Los lodos residuales remanentes están constituidos por polvo de SiC de abrasión, es decir, de grano demasiado fino, abrasión de plaquita (Si), abrasión de hilo metálico de sierra (impurezas metálicas, por ejemplo Fe, Cr, V), y en parte agentes auxiliares de filtración, como kieselgur, que está constituido químicamente por SiO<sub>2</sub> en su mayor parte, o perlita.

35 Si bien existen procedimientos de separación y purificación de tales mezclas (WO 2009/126922 A2 y US 2010/189622 A1), la utilización de SiC del lodo residual para aplicaciones altamente cualitativas fracasa en el tamaño de grano demasiado reducido y en el rendimiento de corte, de modo que actualmente se practica solo eliminación o deposición. Los polvos de SiC/Si purificados a partir de lodos residuales de aserrado se ofrecen, a modo de ejemplo, para la producción de cerámica de SiC de poco valor, enlazada por reacción o a nitruro (WO 02/40407 A1); sin embargo, la demanda de tales productos es reducida. Por lo tanto, la gran parte de lodos residuales se emplea o se deposita actualmente como árido en metalurgia.

40 El crecimiento de SiC mediante la denominada recristalización es conocido en principio como procedimiento (J. Kriegesmann, Keramische Zeitschrift 42 (1990) 7, páginas 481-484) y se desarrolla como proceso de sublimación/recondensación, presumiblemente a través de la reacción de equilibrio  $\text{SiC} + \text{SiO}(\text{g}) \leftrightarrow 2 \text{Si}(\text{g}) + \text{CO}$ , en el estado final de la producción de SiC crudo, también en el interior del cilindro de Acheson. Este proceso se utiliza también en la producción de la denominada cerámica de RsiC, en la que los productos formados a partir de mezclas

5 pulverulentas de HQ se someten a un tratamiento térmico a temperaturas de aproximadamente 2400°C (entre otros el documento US 650234 B). En este caso, el grano fino sublima y el grano grueso, de crecimiento conjunto simultáneamente, se enlaza para dar una estructura sólida, porosa. Según el documento DE 1186447 A es conocido un proceso de dos etapas para la síntesis de carburo de silicio, en el que se briquetea una mezcla cruda que ha reaccionado previamente en un segundo paso de proceso, y después se somete la misma a un tratamiento térmico a alta temperatura, purificándose y aumentándose las partículas de SiC.

10 No obstante, tanto en el proceso de Acheson, como también en la producción de cerámica de RSiC, se produce un fuerte enlace y crecimiento de partículas de SiC al menos por encima de milímetros, en parte incluso dimensiones de metros, de modo que no se puede obtener un polvo empleable con partículas aisladas de tamaño sub-milimétrico directamente a partir del proceso, sino que el material se clasifica, se rompe, y se debe molturar y clasificar de manera costosa (K.-H. Mehrwald, cfi/Ber. DKG 69 (1992) No 3, S72-81).

15 También es sabido que, en el caso de cultivo cristalino de cristales de SiC a temperaturas elevadas crecen grandes cristales sobre substratos, por ejemplo grafito o cerámica de SiC a través de procesos en fase gaseosa. En este caso tampoco se producen partículas de cristal sueltas, sino los grandes cristales de SiC deseados, que se deben desprender del substrato con medios mecánicos o químicos.

En las soluciones conocidas del estado de la técnica es desfavorable que especialmente los productos de desecho de SiC, debido a su pequeño tamaño de partícula, no sean reutilizables para productos y procesos conocidos.

20 Es tarea de la presente invención indicar un procedimiento para el reciclaje de productos de desecho de carburo de silicio pulverulentos, con el que los productos de desecho de SiC pulverulentos se hagan reutilizables para productos y procesos conocidos con un procedimiento sencillo y económico.

La tarea se soluciona mediante la invención indicada en las reivindicaciones. Son objeto de las reivindicaciones subordinadas acondicionamientos ventajosos.

25 En el caso del procedimiento para el reciclaje de productos de desecho de carburo de silicio pulverulentos según la invención se someten productos de desecho de SiC pulverulentos, que presentan al menos un 50 % en masa de SiC y un tamaño de grano medio  $d_{50}$ , medido a través de difracción de láser, entre 0,5 y 500  $\mu\text{m}$ , a un tratamiento térmico bajo vacío o atmósfera exenta de oxígeno a temperaturas de al menos 2000°C.

Ventajosamente, como productos de desecho de carburo de silicio pulverulentos se emplean el denominado SiC de lodo residual de procesos de elaboración de Si, lodos de amolado, polvos de amolado de procesos de elaboración de superficies, o fracciones de grano fino del proceso de producción de SiC crudo.

30 De modo igualmente ventajoso, el tratamiento térmico se lleva a cabo a temperaturas entre 2000 °C y 2600 °C.

Además, el tratamiento térmico se lleva a cabo ventajosamente bajo atmósfera de argón o nitrógeno.

Y también de modo ventajoso, los productos de desecho de SiC pulverulentos se exponen a la temperatura de al menos 2000°C entre 10 y 300 min.

35 También es ventajoso emplear productos de desecho de SiC pulverulentos como apilamiento o polvo compactado, que presentan una densidad porcentual, referida a la densidad pura del polvo o de la mezcla pulverulenta, de un máximo de un 50 %, preferentemente entre un 20 y un 50 %, de modo aún más ventajoso entre un 25 y un 40 %.

Es igualmente ventajoso añadir productos auxiliares y aditivos conocidos para la recristalización de SiC, que se pueden añadir ventajosamente como hierro, compuestos de hierro y/o aleaciones de hierro en fracciones de un 0,25-5,00 % en masa, referido a la cantidad total de SiC y Si y C.

40 Además es ventajoso añadir a los productos de desecho de SiC pulverulentos 0,3 a 0,5 veces la fracción ponderal de carbono, referida al contenido en Si libre y/o al contenido en Si de SiO<sub>2</sub>, añadiéndose aún ventajosamente el carbono en forma de hollín o polvo de coque.

45 También es según la invención el empleo de un carburo de silicio producido según el procedimiento para el reciclaje de productos de desecho de carburo de silicio pulverulentos, recristalizado pulverulento, para procesos de elaboración, para procesos de elaboración de superficies, para cerámicas protectoras balísticas y/o materiales filtrantes.

El empleo del carburo de silicio producido según la invención, recristalizado pulverulento, se efectúa ventajosamente para el aserrado de plaquitas y/o el amolado y/o pulido de superficies.

Además, el empleo de carburo de silicio producido según la invención, recristalizado pulverulento, se efectúa con valores de circularidad de 0,905 a 0,925 y/o valores para la reducción  $d_{50}$  en ensayo de dureza de un 41 a un 52 %.

5 Con la solución según la invención es posible por primera vez hacer reutilizables los productos de desecho de SiC pulverulentos para productos y procesos conocidos con un procedimiento sencillo y económico.

10 Esto se consigue mediante un procedimiento para el reciclaje de productos de desecho de SiC pulverulentos, en el que se emplean como sustancias de partida productos de desecho de Si pulverulentos, que presentan al menos un 50 % en masa de SiC y un tamaño de grano medio  $d_{50}$ , medido a través de difracción de láser, entre 0,5 y 500  $\mu\text{m}$ . Tales productos de desecho de Si pulverulentos presentan un grano tan fino que no son empleables para la producción de productos de SiC, a modo de ejemplo, en aplicaciones de alta tecnología.

Éstas pueden ser, a modo de ejemplo, los denominados procesos de SiC de lodo residual de procesos de elaboración de Si, lodos de amolado, polvos de amolado de procesos de elaboración de superficies, o fracciones de grano fino del proceso de producción de SiC crudo, o también mezclas de estos productos de desecho.

15 SiC de lodo residual de procesos de elaboración de Si, por ejemplo en el aserrado de plaquetas de Si industrial, se caracteriza también como el denominado producto de acoplamiento.

Como producto de degradación de SiC también se pueden emplear residuos pulverulentos con contenido elevado en SiC de la elaboración de filtros de partículas Diesel usados o residuos producidos en la obtención de tales filtros de partículas Diesel.

20 La presente invención puede ser útil igualmente para utilizar también lodos de silicio finos, que se producen, por ejemplo, en procesos de elaboración de Si sin el empleo de polvo de Si. Éste es el caso si en lugar de SiC como medio de amolado se emplea polvo de diamante o un alambre cubierto con diamante. A tal efecto, a este polvo de desecho que contiene silicio se añade polvo de SiC fino, hasta que la mezcla contiene > 50 % de SiC según la invención. La fracción de diamante contenida en la mezcla sirve igualmente para fuente de carbono, y se considera cuantitativamente en la adición con dosificación del polvo que contiene carbono, como hollín o polvo de coque.

25 Tales productos de desecho de SiC pulverulentos se pueden emplear como polvo en apilamiento suelto. Los polvos con un compactado reducido, como se presentan debido a la técnica de producción y/o debido al almacenaje del polvo, se pueden emplear igualmente como sustancias de partida según la invención. En este caso es esencial que el apilamiento o los polvos compactados presenten una densidad porcentual, referida a la densidad pura de polvo o de la mezcla pulverulenta, hasta un máximo de un 50 %, preferentemente entre un 20 y un 50 %, de modo aún más ventajoso entre un 25 y un 40 %. La producción de un apilamiento se efectúa típicamente mediante introducción del polvo suelto en un depósito, o mediante vertido sobre una base. En este caso se puede efectuar una distribución con agentes auxiliares mecánicos simples. Se puede conseguir un compactado sencillo, por ejemplo, mediante aplicación de oscilaciones, por ejemplo mediante una mesa vibradora, o mediante sacudida. En ningún caso se debían aplicar fuerzas de prensado adicionales.

35 La determinación de la densidad de apilamiento se efectúa mediante pesada y determinación volumétrica del apilamiento. La determinación de la densidad pura del polvo se efectúa, por ejemplo, mediante picnometría de gases, en el caso de composición conocida se puede calcular también a partir de la densidad pura conocida de los componentes. En el caso de carburo de silicio, la densidad pura asciende a  $3,21 \text{ g/cm}^3$ .

40 Según la invención, estos productos de desecho de SiC pulverulentos se someten entonces a un tratamiento térmico bajo vacío o atmósfera exenta de oxígeno a temperaturas entre  $2000^\circ\text{C}$  y  $2600^\circ\text{C}$ , requiriendo las partículas de partida más gruesas una temperatura más elevada que las partículas muy finas. Por el contrario, por debajo de  $2000^\circ\text{C}$  apenas se produce un aumento de partícula demasiado intenso. Por el contrario, por encima de  $2600^\circ\text{C}$ , la descomposición de SiC aumenta con tal intensidad que el proceso se hace poco rentable.

45 Los tiempos de residencia se sitúan ventajosamente entre 10 minutos y 300 minutos a las citadas temperaturas, dependiendo esto también del volumen de polvo a tratar y de la temperatura. Como atmósfera exenta de oxígeno se emplean atmósferas de gas de protección técnicas, como atmósferas de argón o nitrógeno. El tratamiento térmico es posible tanto bajo ligera sobrepresión, como también bajo presión negativa, hasta vacío. El tratamiento térmico se lleva a cabo ventajosamente bajo atmósfera de argón. El tratamiento térmico es posible tanto en horno por cargas, como también en operación de paso continua.

50 Con el procedimiento según la invención se consigue un crecimiento de partículas de SiC y, sorprendentemente, que las partículas de SiC más gruesas producidas se presenten aisladamente en forma de polvo, de modo que el producto de procedimiento no se debe someter esencialmente a ningún otro tratamiento respecto a molturación y purificación. Esto era sorprendente, ya que, partiendo de los procesos de recristalización de SiC conocidos, se debía

5 contar con una adherencia de los cristales. No obstante, se mantiene la estructura, sensiblemente pulverulenta, de los productos del procedimiento según la invención. En este caso, las partículas de polvo se presentan como cristales y cristalitas primarias aisladas, es decir, sin unión entre sí, o ligeramente adheridas como cristalitas secundarias, es decir como unión de pocos cristales o cristalitas primarias adheridas entre sí. En este caso, el tamaño de cristalitas secundarias asciende como máximo al factor 10 respecto al tamaño máximo de cristalitas aislada presente en la cristalitas secundaria. Se entiende por cristalitas granos aislados, que son homogéneos respecto a su estructura de cristalización, pero no presentan, o presentan solo parcialmente la estructura de cristalización en su forma externa.

10 Con el procedimiento según la invención se puede obtener un aumento de las partículas, medido como valor  $d_{50}$  de una distribución de tamaños de partícula por medio de difracción de láser de al menos el factor 10, hasta el factor 50, referido al valor  $d_{50}$  del polvo no tratado.

El proceso de crecimiento de partículas de SiC se puede controlar en este caso de modo conocido a través de los parámetros de tratamiento térmico, como temperatura, tiempo de residencia, tipo de gas y presión de gas, y determinar fácilmente por el especialista mediante algunos ensayos.

15 Para el fomento del crecimiento de partículas se pueden añadir aditivos conocidos en sí al polvo de partida, como por ejemplo  $\text{SiO}_2$  o sustancias que contienen hierro. El  $\text{SiO}_2$  puede estar presente también mediante una oxidación de SiC. En la mayor parte de los casos, los lodos residuales de procesos de elaboración de Si contienen, además de SiC, también Si como abrasión de plaquita, impurezas metálicas de la abrasión de alambre de aserrado, y también restos de agentes auxiliares de filtración. Estos componentes de polvo pueden actuar positivamente según la  
20 invención, ya que pueden favorecer el crecimiento de partículas. También otros productos de desecho de SiC pueden contener componentes, como silicio, óxido de silicio y carbono, así como impurezas metálicas, como Fe, Cr y Al, en fracciones de < 5 % en masa, que fomentan igualmente el crecimiento de partículas como aditivos.

25 En el caso de los denominados productos de acoplamiento de procesos industriales de aserrado de plaquitas de Si, según desgaste de alambre también puede estar contenida una fracción relativamente elevada de impurezas metálicas, en especial de Fe, de claramente > 5 % en masa. En este caso es ventajoso realizar una disminución del contenido en hierro, o también de otros componentes metálicos, mediante tratamiento previo del producto de acoplamiento con ácidos, como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico o ácido oxálico, a valores de un total de < 5 % en masa.

30 Si el polvo de partida no contiene carbono, es ventajoso añadir partículas de carbono en forma de hollín o polvo de coque. Tal adición puede ascender ventajosamente a 0,3 hasta 0,5 veces la fracción ponderal de carbono, referida al contenido en Si libre y/o al contenido en Si de  $\text{SiO}_2$ .

35 Con el procedimiento según la invención se deben obtener polvos de SiC que sean empleables para aplicaciones de alta tecnología en calidad HQ, y que sean obtenibles con rendimiento elevado con un procedimiento sencillo y rentable. Los productos de desecho de SiC pulverulentos empleados se pueden reelaborar casi completamente e integrar de nuevo en el circuito de producto.

40 La idea básica se basa esencialmente en conseguir una capacidad de reciclaje efectiva del grano de SiC gastado con un crecimiento de los granos de SiC inducido térmicamente; y precisamente bajo aprovechamiento de la posibilidad básica de hacer crecer cristales de SiC a través de un proceso de sublimación/recondensación a temperaturas elevadas. Mientras que este principio para la producción de cerámica de RSiC se utiliza ya desde hace tiempo, la aplicación para el aumento de polvos y con el objetivo de una puesta a disposición de polvos altamente cualitativos no es conocida hasta la fecha. Para el caso de SiC de lodo residual, el Si y  $\text{SiO}_2$ , presentes abundantemente, se pueden transformar al mismo tiempo en partículas de SiC, de modo que, en el caso ideal, se obtiene un 100 % de producto de SiC.

45 No obstante, para la utilización ulterior, los polvos producidos según la invención se pueden someter también a otros pasos de procedimiento de elaboración típicos, como procedimientos de desmenuzamiento, fraccionamiento y purificación. Éste puede ser el caso, por ejemplo, si a partir de los cristales y cristalitas producidas según la invención se deben romper partículas más finas, para generar una distribución de tamaños de partícula que se sitúa entre el producto de desecho y el producto producido según la invención. Para la reutilización como polvo de aserrado para el aserrado de plaquitas de Si, los polvos de Si producidos según la invención se pueden desmenuzar y clasificar ventajosamente, y adaptar a los típicos tamaños de partícula habituales, por ejemplo de  $d_{50}$  de 11,3 - 12,3  $\mu\text{m}$ . La morfología de partículas importante para el comportamiento de aserrado se caracteriza sobre todo mediante el denominado valor de circularidad, que constituye una medida de la forma de grano. En este caso se fotografía un número de terminado de partículas y se determina la proporción de circunferencia de un círculo con área de partícula respecto a extensión de partícula (por ejemplo son el aparato Sysmex FPIA 3000 de la firma Malvern). Los  
50 valores de circularidad de polvos originales, es decir, primarios, frescos, del proceso de Acheson con un rendimiento de aserrado especialmente bueno, presentan de manera típica un valor de circularidad de 0,905 a 0,915. En el caso  
55

de polvos de SiC producidos según la invención, tras la molturación y clasificación se midió un valor de circularidad de 0,911. Por lo tanto, las partículas presentan esencialmente una morfología aguda, y por lo tanto se pueden emplear de nuevo sin otros tratamientos para el aserrado de plaquitas de silicio con calidad elevada.

5 Otro importante valor cualitativo para la valoración del polvo de SiC para aplicaciones en el aserrado y amolado constituye el denominado ensayo de dureza o ensayo de friabilidad. Este ensayo se lleva a cabo típicamente con el aparato Friability Tester ST1 de la firma Vollstädt Diamant. En este caso se somete una cantidad determinada de un polvo de SiC a una acción de desmenuzamiento definida a través de bolas de acero, y a continuación se caracteriza la reducción del valor  $d_{50}$ . En este caso, una reducción menor significa un grano más resistente. Con el polvo de SiC producido según la invención se alcanzan reducciones del valor  $d_{50}$  de un 48 %, pero de modo especialmente ventajoso sólo un 41-43 %, mientras que el polvo de SiC producido de manera primaria, fresco, de la misma distribución de tamaños de grano de partida del proceso de Acheson presenta una reducción del valor  $d_{50}$  de un 49-52 %. En este caso se muestra que, mediante el procedimiento según la invención, se obtiene incluso una calidad de SiC más resistente frente a desmenuzamiento, que con el proceso de Acheson original.

A continuación se explica más detalladamente la invención en un ejemplo de realización.

#### 15 Ejemplo 1

Se mezclan 10 kg de un polvo de lodo de amolado desecado, que contiene un 85 % de SiC, un 12 % de silicio, un 2,5 % de  $\text{SiO}_2$  y un 0,5 % de Fe en un molino de tambor en seco con 0,5 kg de polvo de coque. La mezcla de polvo presenta un tamaño de grano medio  $d_{50}$ , determinado por medio de difracción de láser, de 2  $\mu\text{m}$ . La densidad pura de la mezcla de polvo, determinada por medio de picnometría de He, asciende a 2,98  $\text{g/cm}^3$ . La mezcla pulverulenta se carga suelta en un crisol de grafito con diámetro interno 250 mm y altura 50 mm, y se extiende con una rasqueta. La cantidad de carga asciende aproximadamente a 1,84 kg por crisol, lo que corresponde a una densidad aparente de 0,75  $\text{g/cm}^3$ , es decir, aproximadamente un 25,2 % de la densidad pura. Los crisoles se calientan en un horno de gas de protección bajo atmósfera de argón con 10 K/min hasta 2500°C, y se mantiene a 2500°C durante 120 minutos.

25 Tras enfriamiento, el contenido del crisol se presenta como polvo y se extrae de los crisoles. Éste está constituido en un 99,5 % por carburo de silicio. El tamaño de partícula medio  $d_{50}$ , determinado por medio de difracción de láser, se sitúa en aproximadamente 90  $\mu\text{m}$ , es decir, aumentado en el factor 45 en comparación con la finura de polvo de partida. La investigación microscópica muestra que el polvo está constituido en su parte predominante por cristales y cristalitas primarias de un tamaño entre 30 y 120  $\mu\text{m}$ , presentándose éstas tanto sueltas, como también adheridas parcialmente entre sí para dar partículas secundarias, que no sobrepasan, no obstante, el tamaño de aproximadamente 200  $\mu\text{m}$ .

**REIVINDICACIONES**

- 5 1.- Procedimiento para el reciclaje de productos de desecho de carburo de silicio pulverulentos, en el que los productos de desecho de SiC pulverulentos, que son el denominado SiC de lodo residual de procesos de elaboración de Si, lodos de amolado, polvos de amolado de procesos de elaboración de superficie, o fracciones de grano fino del proceso de producción de SiC crudo, y que se presentan al menos un 50 % en masa de SiC y un tamaño de grano medio  $d_{50}$ , medido a través de difracción de láser, entre 0,5 y 500  $\mu\text{m}$ , se someten a un tratamiento térmico bajo vacío o atmósfera exenta de oxígeno a temperaturas entre 2000°C y 2600°C.
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el tratamiento térmico se lleva a cabo bajo atmósfera de argón o nitrógeno.
- 10 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que los productos de degradación de SiC pulverulentos se exponen a la temperatura de al menos 2000°C entre 10 y 300 min.
- 15 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que los productos de desecho de SiC se emplean como apilamiento o polvo compactado, que presentan una densidad porcentual, referida a la densidad pura del polvo o de la mezcla pulverulenta, de un máximo de un 50 %, preferentemente entre un 20 y un 50 %, de modo aún más ventajoso entre un 25 y un 40 %.
- 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que se añaden productos auxiliares y aditivos conocidos para la recristalización de SiC.
- 20 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, en el que se añaden como producto auxiliar y aditivo hierro, compuestos de hierro y/o aleaciones de hierro en fracciones de 0,25 - 5,00 % en masa, referido a la cantidad total de SiC y Si y C.
- 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que se añade a los productos de desecho de SiC pulverulentos 0,3 a 0,5 veces la fracción ponderal de carbono, referida al contenido en Si libre y/o al contenido en Si de SiO<sub>2</sub>.
- 8.- Procedimiento según la reivindicación 7, en el que se añade el carbono en forma de hollín o polvo de coque.