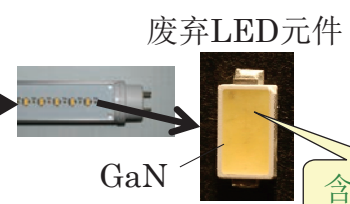


来自废弃LED元件的有用金属干式回收装置开发

法政大学 生命科学部 环境应用化学科 明石 孝也
184-8554 东京都小金井市梶野町3-7-2, E-mail: akashi@hosei.ac.jp

LED直管灯 (大量废弃物)



回收再利用

需求激增 (LED照明灯回收再利用)

- 2015年秋季曾有大量废弃LED直管灯的计划。(大量更换大型超市、便利店的照明灯)
- LED直管灯 (大量废弃物) 爱丽思欧雅玛株式会社
- 计划破碎后填埋处理
- 废弃数量: 70000支 / 2个月 (2015年秋)
- 存在回收再利用的“需求”
- 生产数量为7000支/星期

如何分离并回收镓?

使用石英试管进行分离与回收试验

碳热还原-氧化法

分离 回收

GaN-Al₂O₃混合物 (质量比1:1)

1100°C

模拟城市矿产 + C(s)

碳热还原 (Ga价数: +3 → +1)

$$2\text{GaN(s)} + \frac{1}{2}\text{O}_2\text{(g)} \xrightarrow{\text{极微量}} \text{Ga}_2\text{O(g)} + \text{N}_2\text{(g)}$$

氧化

$$\text{Ga}_2\text{O(g)} + \text{O}_2\text{(g)} \rightarrow \text{Ga}_2\text{O}_3\text{(s)}$$

回收

明石, 中根, 安藤, 佐佐木, 川岛, J. Soc. Inor. Mater. Japan 22, 295-300 (2015).

核心技术 (碳热还原-氧化法)

外国申请: PCT/JP2013/73500 (中日美)

碳热还原

$$\text{Ga}_2\text{O}_3\text{(s)} + 2\text{C} \rightarrow \text{Ga}_2\text{O(g)} + 2\text{CO(g)}$$

分离

氧化

$$\text{Ga}_2\text{O(g)} + \text{O}_2\text{(g)} \rightarrow \text{Ga}_2\text{O}_3\text{(s)}$$

回收

三温区电炉

1150°C

1000°C

1000°C

开发出从天然矿石中分离并回收氧化镓的技术。

回收到石英试管中的白色物质

分离 回收 石英试管

残留的金属Ga

回收Ga₂O₃

从GaN-Al₂O₃中分离回收Ga₂O₃

无法测量收率 (不足0.0001g)

鉴定为β-Ga₂O₃

明石, 中根, 安藤, 佐佐木, 川岛, J. Soc. Inor. Mater. Japan 22, 295-300 (2015).

构建LED照明灯回收利用方案 (业内首)

超市、便利店

新型LED照明灯

爱丽思欧雅玛

废弃LED照明灯

HARITA金属

手动分解生产线

自动拣选生产线

再生铝

废弃LED元件、废弃硅胶基板等

少量残渣

法政大学

管浓缩 (处于研发阶段)

Ga的回收利用 处于研究阶段

巨大反响

法政大学 发布新闻: 2016/2/22

学术会议主题演讲: 2016/8/14

爱丽思欧雅玛 新闻公告: 2016/3/24

报纸文章等发表11篇

日经产业新闻: 2016/3/4

日经产业新闻: 2016/3/24, 其他

新流程的设计准则

Ga类蒸汽压的氧分压依赖性 (1400K)

金属Ga-C平衡状态

Ga类蒸汽压的最大值

(蒸汽压降低)

需设计一个装置用于大量输送氧分压为10⁻¹¹ Pa的气体

$P_{\text{CO}}/P_{\text{CO}_2} = 10^2$

明石, 中根, 安藤, 佐佐木, 川岛, J. Soc. Inor. Mater. Japan 22, 295-300 (2015).

用于回收再利用的废弃LED元件

- 未安装的LED元件
Ga浓度最高
预估范围内
- 经手工分类的用过的LED元件
Ga浓度高 (混入焊锡等)
成本高 (人工费)
预估范围内
- 经自动拣选生产线分类的用过的LED元件
Ga浓度低 (拣选不充分)
成本低
今后的课题

从废弃LED元件中回收Ga成分的装置

金属化合物浓缩装置 (法政大学, 专利公开2017-119914)

回收氧化镓 (晶体生长)

分离氧化镓 (喷流床)

集尘器

回收氧化镓

气化炉

还原气体

预热器

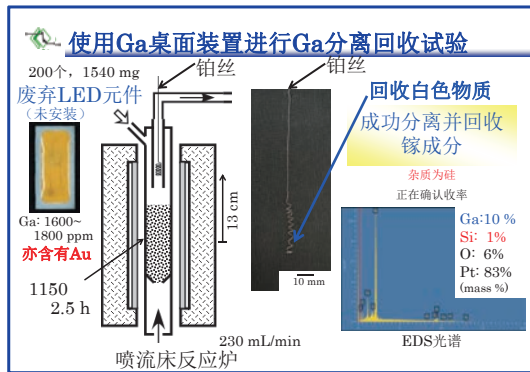
热交换

鼓风机

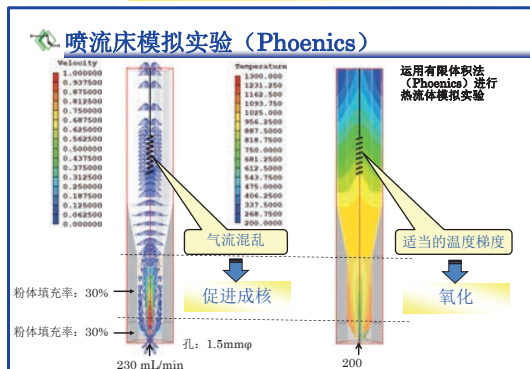
气体副产品

气体净化装置

制作桌面装置



当前收率: 52%~92% (不同于上述条件)



研究成果总结

- 构建了废弃LED照明灯的资源回收再利用方案, 实现了商业化。
- 设计了使用喷流床从废弃LED元件中回收氧化镓的新装置, 并制造出桌面装置。
专利申请2015-253386
- 运用喷流床, 采用热还原-氧化法, 从废弃LED元件中分离并回收了白色粉末(主要成分 Ga_2O_3)。
· 成功实现了镓的选择性分离与回收。收率: 52%~92%。(传统方法: <0.05%)
· 消耗电量: 35 kWh、氮气: 69 L。→ 必须削减输入能。
- 通过热流体模拟实验, 可确认在回收区附近产生了突然变化的温度梯度与混乱的气流。
GaN难溶于酸。→ 干式炼制的优势

传统技术及其问题点

- 首次成功从废弃LED元件中分离并回收镓成分的技术。(传统技术中没有。)
- 虽然湿式精炼可与之相提并论, 但废弃LED元件中的GaN难溶于酸。
- 如果使用湿式精炼, 废弃LED元件中所含的树脂可能会影响回收。
- 运用本项技术, 炼制流程更简单, 回收成本更低。并且, 还可有效利用树脂作为还原剂。

新技术的特点·与传统技术作比较

- 采用热还原-氧化法, 运用喷流床, 从废弃LED元件中分离并回收了白色粉末(主要成分 Ga_2O_3)。(最大收率: 92%)
由于GaN难溶于酸, 因此本技术具有优势。
- 有效运用树脂作为还原剂, 而树脂可能会影响湿式炼制。
- 运用本技术, 能够从电子废料中回收包含Ga在内的有用金属, 有助于实现循环型社会。

预期用途

本技术亦可用于以下用途。

- 从Cu-In-Ga-Se化合物半导体(CIGS)太阳能电池中回收In与Ga
- 从In-Ga-Zn-O非晶半导体(IGZO)液晶显示器中回收In与Ga
- 从氧化铟锡(ITO)透明导电薄膜中回收In

与本项技术相关的知识产权

【基本专利】

- 发明名称: 金属化合物的浓缩方法
- 公开号: WO2014/34925
(US2015/225812 A1、CN104603307 A)
- 注册号: 专利6192645
- 申请人: 学校法人法政大学
- 发明人: 明石孝也

【装置专利】

- 发明名称: 金属化合物浓缩装置
- 公开号: 专利公开2017-119914
- 申请人: 学校法人法政大学
- 发明人: 明石孝也

咨询方式

法政大学 研发中心
产学合作协调员 中江 博之
TEL 042-387-6501
FAX 042-387-6335
e-mail liaison@ml.hosei.ac.jp

法政大学 生命科学部 环境应用化学学科
教授 明石 孝也
TEL 042-387-6242
e-mail akashi@hosei.ac.jp

合作研究员: 芝浦工大工学部·教授·清野 肇、芝浦工大工学部·研究员·久保木友香
法政大学生命科学部·研究员·酒井裕香

研究合作(技术转移支持等): 法政大学 研发中心

研究用设备: 法政大学 微纳米技术研究中心、精密分析室

· 本课题的基础研究受到了科学技术振兴机构(JST)2011年度A-STEP FS阶段探索型与JST2013年度知识产权活用促进快速通道的资助。

· 本项研究的应用研究是在收到环境省2015-2017年度环境研究综合推进费补助金3K153012后实施的。