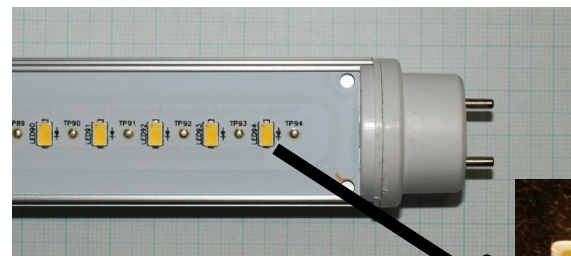


廃LED素子からのガリウム化合物の 乾式リサイクル技術の開発

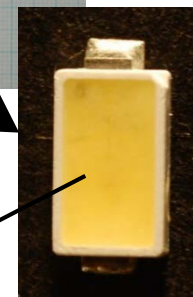
課題番号: 3K153012

研究実施期間: 平成27年度～29年度

累積予算額: 83,302千円



廃LED照明



GaN

廃LED素子

明石孝也

研究開発目的と研究体制

廃LED素子からガリウム化合物を乾式でリサイクルするための技術の開発するために、本申請課題は以下の2つに分けて研究を進める。(1)にてプロセス全体を検討し、(2)にて特に問題となる項目のうち、ガリウム含有気相種を酸化ガリウムとして回収する手法の最適化および不純物を含む原料からの酸化ガリウムの選択的回収方法について詳細に検討する。※

※平成28年9月1日事業変更申請
(酸化ガリウムとしての回収に重点を置いた。)

(1)「廃LED素子からのガリウム化合物の乾式分離・回収法の開発」

研究代表者： 明石 孝也（法政大学・教授）

(2)「ガリウム含有気相種からの酸化ガリウム選択的回収方法の検討」

研究分担者： 清野 肇（芝浦工業大学・教授）

本研究により得られた主な成果

- 本課題により、廃LED照明の資源リサイクルスキームが構築され、事業化された。

累積予算額の144倍

- ・ LED照明**120億円の売上増**を目指す。(I社)* → **節電にも貢献**
- ・ 廃棄物流の上流側を整備した。

※日経産業新聞 2016/3/24

- 廃LED素子から酸化ガリウムを回収する新装置※を設計し、卓上装置にて実証した。(応用研究) ※特願2015-253386

- ・ **ガリウムの選択的分離・回収に成功。収率：52%~93%。**
- ・ 電力：**35 kWh**、窒素ガス：**69 L**使用。 → **投入エネルギー削減が必要。**

- 還元剤にPETやPC※を利用することにより、熱処理温度を約100°C低減できる。(基礎研究)

※ **廃プラスチック**の有効活用を想定。

- Sn, Znの酸化物を混入させた窒化ガリウムから、酸化ガリウムを選択的に分離・回収できる。(基礎研究)
- ・ 上記の**卓上装置でも実証。**

国民との科学・技術対話の実施

 一般公開講演会 2016/3/12

パンフレット配布：高校115校、他
公共掲示板への掲示：約40カ所
来場者：16名

🍷 オープンキャンパス講演会

2016/8/6、聴講者:23名

 イノベーションジャパン展示

2016/8/25-26、総入場者数:20,576名

🍷 オープンキャンパス研究室公開

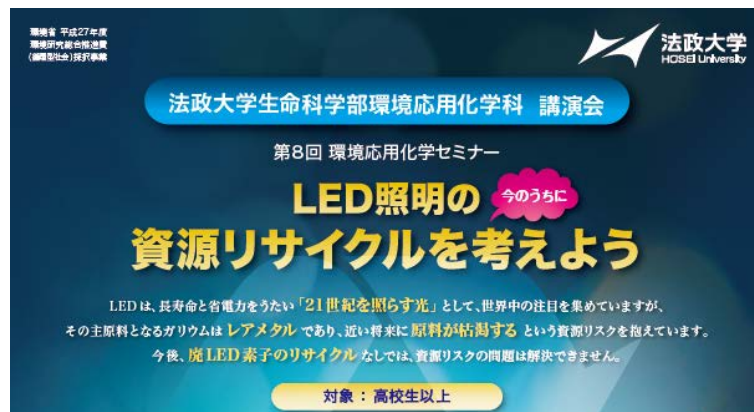
2017/8/26、見学者：60名

🍷 かつ有明中学サイエンスフェスタ

2017/11/11、申込者:44名

● ポスター掲示

オープンキャンパス2016、2017
総来場者数:12,216名



キャンパス一部を活用して 成果発信(2016/8/6～)

課題採択時のヒアリング評価者等コメント(1)

廃棄物流の上流の分別・解体のコストについてのリサーチを極めて欲しい。



- ・廃棄物の中から**廃LED照明のみ**を分別・回収するスキームを構築
- ・廃LED照明から廃LED素子の分別は、**現状では手作業**



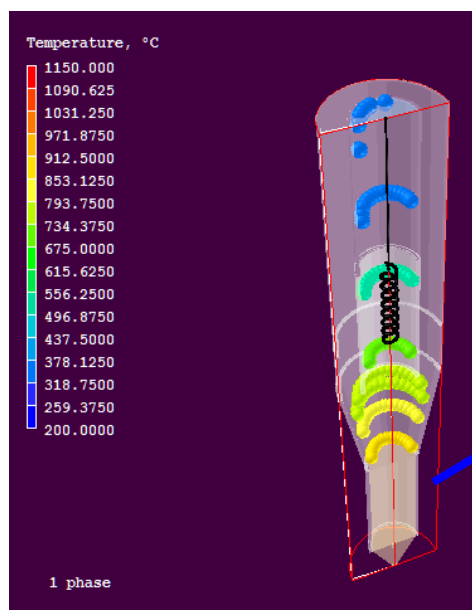
課題採択時のヒアリング評価者等コメント(2)

- ・応用面での検討は不十分であり、...
- ・熱バランスの工学設計についてのリサーチを極めて欲しい。

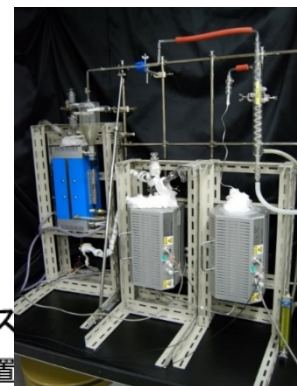
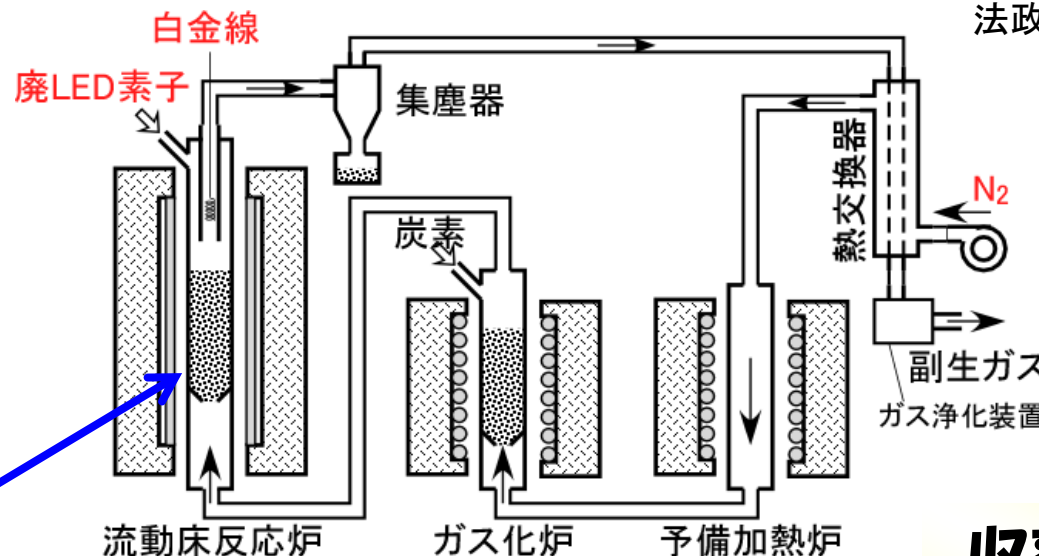
- ・廃LED素子から酸化ガリウムを回収する新装置を設計し、卓上装置にて実証した。

$\text{Ga}_2\text{O}_3(g)$ の蒸気圧を高める設計

特願2015-253386
金属化合物濃縮装置
法政大学



有限体積法 (Phoenix) による
熱流体シミュレーション



- ・ガリウムの選択的分離・回収に成功
収率：28% (中間評価時)
- ・電力：**35 kWh**、窒素ガス：**69 L**使用

**収率と使用
電力を評価
(当初目標達成)**

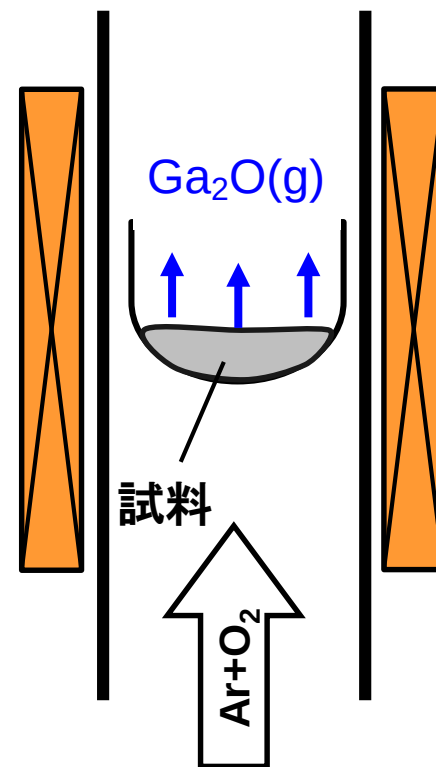
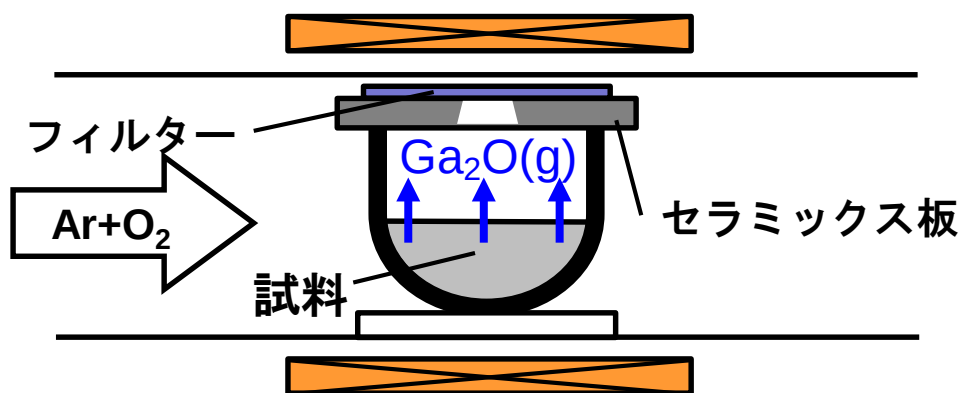
(2)ガリウム含有気相種からの酸化ガリウム選択的回収方法の検討

芝浦工業大学

ガリウム含有気相種を酸化して、酸化ガリウムとして回収する方法(回収部の構造、雰囲気や温度等条件)について、高収率で選択的に回収するための詳細な検討を行う。

※平成28年9月1日事業変更申請

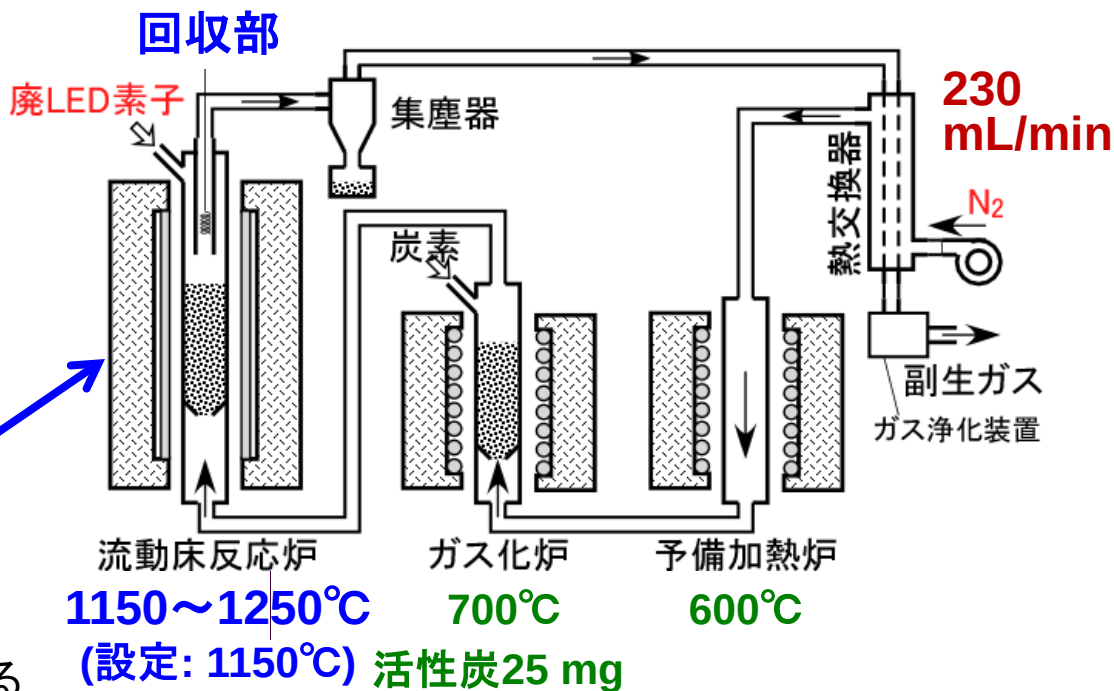
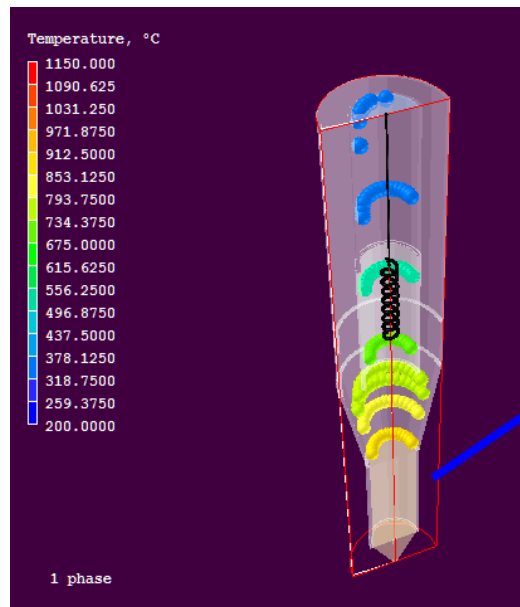
- ・不純物(樹脂や金属など)を混合させた原料を用いる。
- ・回収部の構造や雰囲気、温度などの条件が酸化ガリウムの収率および選択的回収に及ぼす影響を評価する。



噴出流動床による酸化ガリウム分離・回収の実証実験

- ・廃LED素子から酸化ガリウムを回収する新装置を設計し、卓上装置にて実証した。

特願2015-253386, 「金属化合物濃縮装置」, 法政大学



有限体積法 (Phoenix) による
熱流体シミュレーション

原料（廃LED素子200個）中のGa含有量: 2.5 mg

5時間の運転により、電力: 35 kW、窒素ガス: 69 L使用

回収部の構造を検討することにより、収率が52%~93%に向上

不純物共存下での酸化ガリウムの炭素熱還元-酸化

芝浦工業大学

不純物の選択

- ✓ 廃LEDに混入が想定
- ✓ 高温で分解・気化

該当

酸化スズ
酸化亜鉛
酸化ビスマス

無鉛ハンダ
の成分

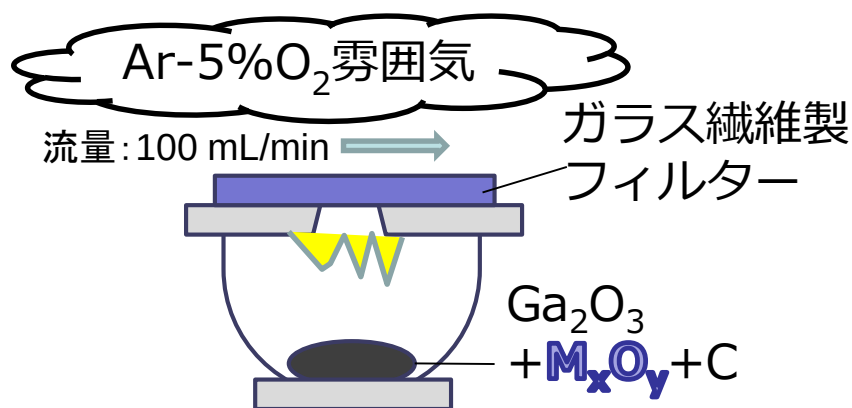


図. 分離・回収実験の容器構造

試料(以下+C)	回収率(%)
Ga_2O_3	20
Ga_2O_3 - SnO_2	15 (SnO_2 と混在)
Ga_2O_3 - ZnO	13 (Ga_2O_3 のみ回収)
Ga_2O_3 - Bi_2O_3	0 (Bi_2O_3 は溶融)

※ 熱処理条件: 1150 °C、1 h

Ga_2O_3 の回収と
選択性向上策は？

Ga_2O_3 - SnO_2 系: 保持時間の制御

Ga_2O_3 - ZnO 系: 保持温度の制御

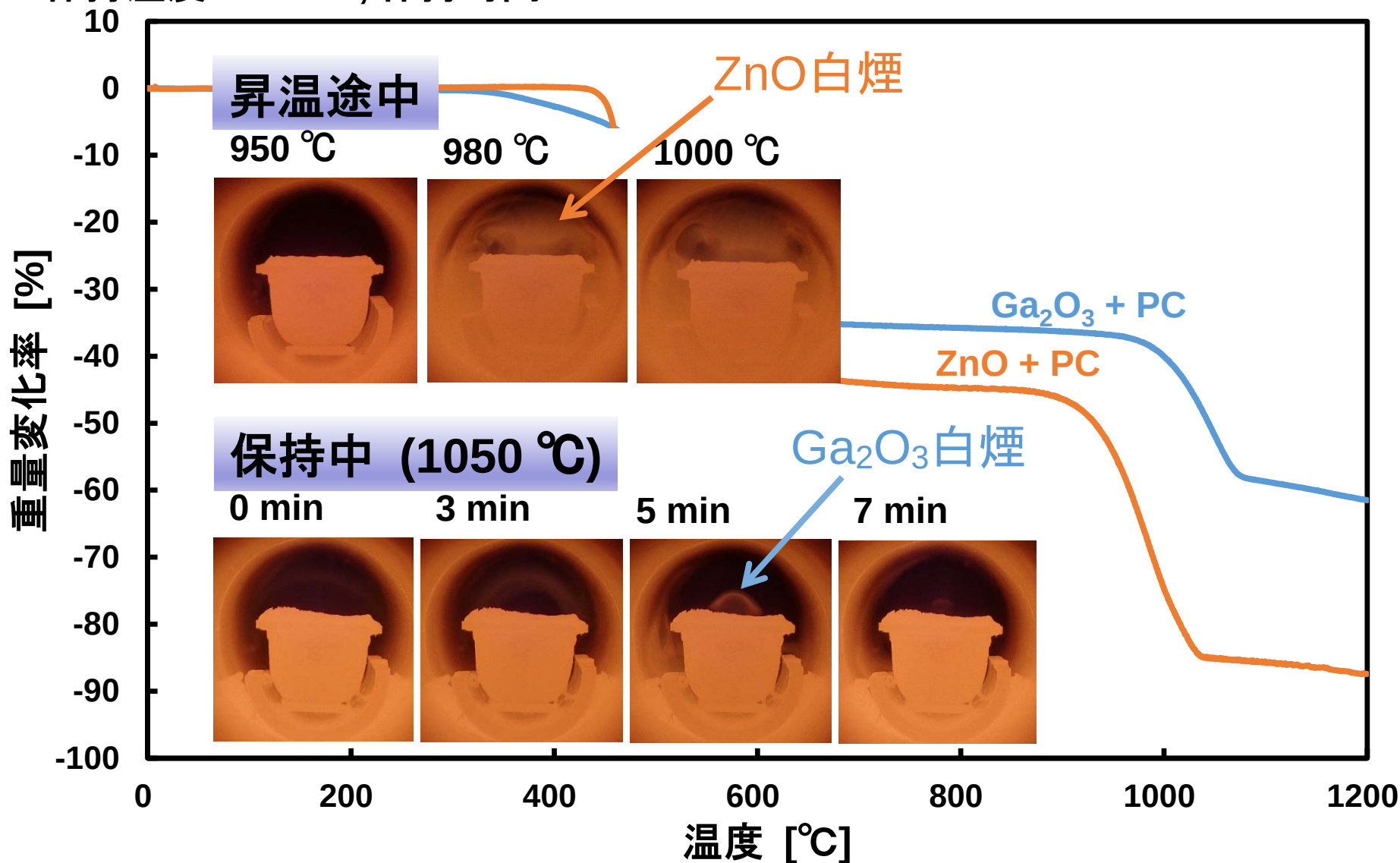
Ga_2O_3 - Bi_2O_3 系: Bi_2O_3 混入量低減

ZrOを混入させた場合の熱還元気化挙動

芝浦工業大学

$O_2/Ar = 5/95$ [kPa], PET : Ga_2O_3 -ZrO混合粉末 = 1.5 : 1 (重量比)

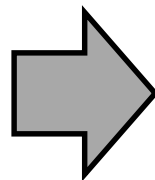
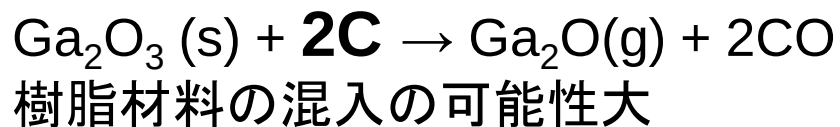
保持温度: 1050°C, 保持時間: 90 min



樹脂による酸化ガリウムの熱還元気化反応

芝浦工業大学

熱還元気化における還元剤



樹脂による Ga_2O_3 還元反応の調査

代表的な樹脂10種程度を検討

PET, PCは熱還元気化温度を約100°C低下させた。

**樹脂活用による熱処理
温度低減の可能性**

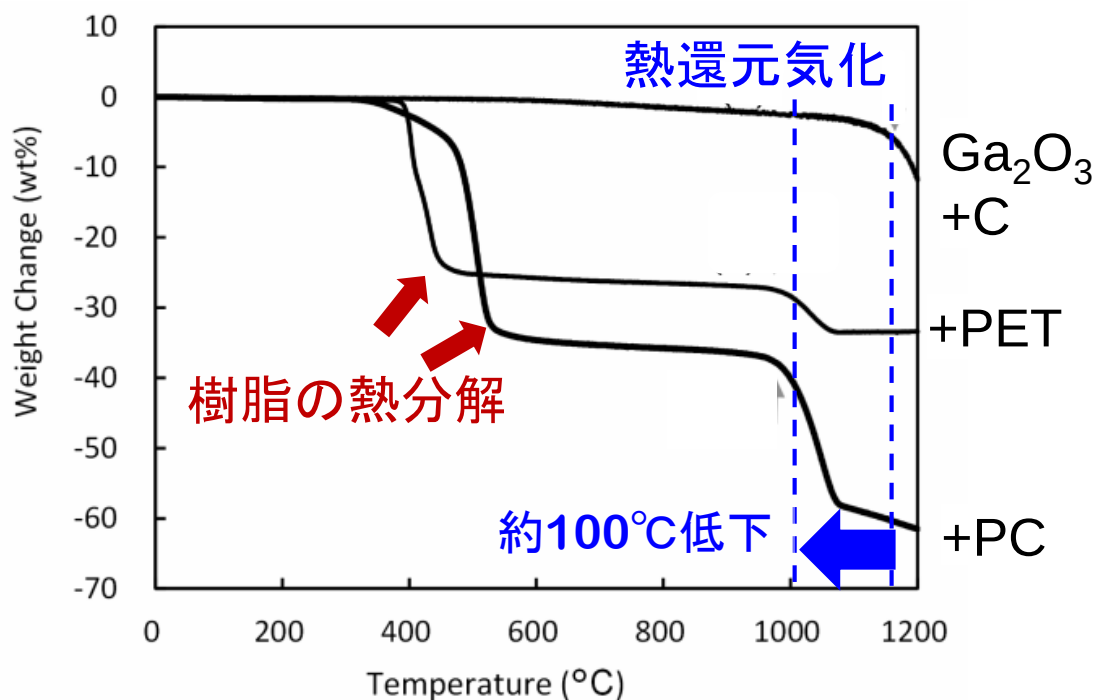


表 樹脂と酸化ガリウムの収率

還元剤	温度[°C]	収率[%]
PC	1040	22



22%

No.5(PC)

図. 酸化ガリウムと各種還元剤混合物のTG曲線

まとめ(本研究により得られた主な成果)

- 本課題により、廃LED照明の資源リサイクルスキームが構築され、事業化された。
 - ・ LED照明**120億円の売上増**を目指す。(I社)*→ **節電にも貢献**
 - ・ 廃棄物流の上流側を整備した。 ※日経産業新聞 2016/3/24
- 廃LED素子から酸化ガリウムを回収する新装置※を設計し、卓上装置にて実証した。(応用研究) ※特願2015-253386
 - ・ **ガリウムの選択的分離・回収に成功。収率：52%~93%。**
 - ・ 電力：**35 kWh**、窒素ガス：**69 L**使用。
- 還元剤にPETやPC※を利用することにより、熱処理温度を約100°C低減できる。(基礎研究)
 - ※ **廃プラスチック**の有効活用を想定。
- Sn, Znの酸化物を混入させた窒化ガリウムから、酸化ガリウムを選択的に分離・回収できる。(基礎研究)
 - ・ 上記の**卓上装置でも実証。**