

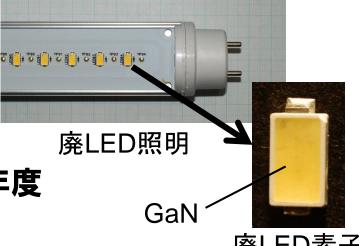
平成29年度環境研究総合推進費 終了課題成果報告会 平成30年3年9日 砂防会館 別館3階

# 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: <u>明石 孝也</u>(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: <u>清野肇</u>(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<sup>※</sup>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ヵ所来場者: 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

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



LED照明のリサイクル事業スキームを構築 業界初、アイリスオーヤマ機とハリタ金属機と共同で

法数大学 生命科学部 環境区用化学科は、アイリスオーヤマ (株)とハリタ金属(株)と協力して、LED照明をリサイクルする仕組み を業界で初めて構築しました。この仕組みに基づいて、2016年4月 からJ.ED照明のリサイクルが事業化されました。

このLED照明リサイクルの事業化を機に、西館遠隔視聴覚室と 西館1階線下に直管型LED照明を設置しました。



© Copyright Masel Universit

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



### LED照明リサイクル事業スキーム構築(業界初)



日経新聞(東北面) 2016/3/26

日経産業新聞 2016/3/24

日経MJ 2016/4/4

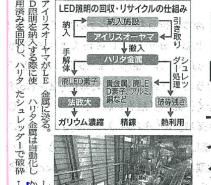
iltv

## LED照明リサイクル確立(業界初)

に道

### 日経新聞(北陸経済) 2016/4/16

#### ハリタ金属 アイリス 法政大



### 富山新聞2016/4/16



#### 北日本新聞2016/4/16



高純度の金属取り出す貴金属などを選別」

年度内に実用化へ

のため、労・農・農 本属などを を分解・農 国内の企 国内の企 本の企 を分解・農 国内の企 国内の企 がという。

資源リサイクルも ビジネス展開へ

レアメタルニュース 2016/6/24

新幹線Tシャツで、大和のイメ

の高橋良定専務執

IO兼情報戦略本

コマツ 高橋専務、本土で気がりる鑑成を拡大して 山両県を営業エリア・一人材育成の営業拠点を拡大して 山両県を営業エリア・一人材育成

材のガリウムを分離

総合リサイクル業のハリ

Gaのリサイクルは 研究段階

日経エコロジー2016/7/8

### 課題採択時のヒアリング評価者等コメント(2)

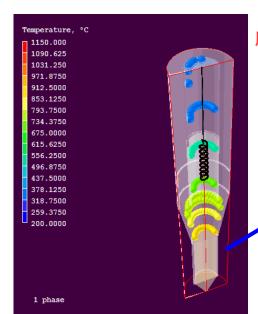
- ・応用面での検討は不十分であり、・・・
- •熱バランスの工学設計についてのリサーチを極めて欲しい。

・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

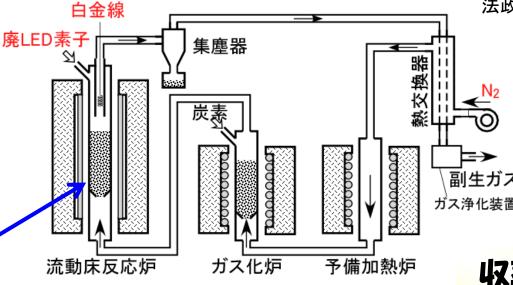
装置にて実証した。

Ga<sub>2</sub>O(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(Phoenics)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

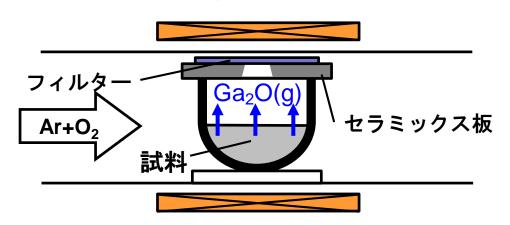
収率と使用 電力を評価 (当初目標達成)

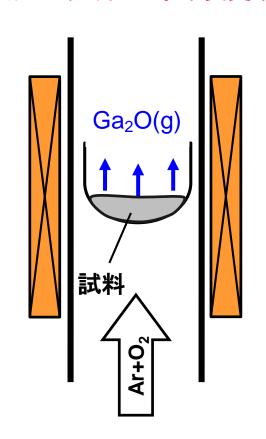
## (2)ガリウム含有気相種からの酸化ガリウム選択的回収方法の 検討 芝浦工業大学

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

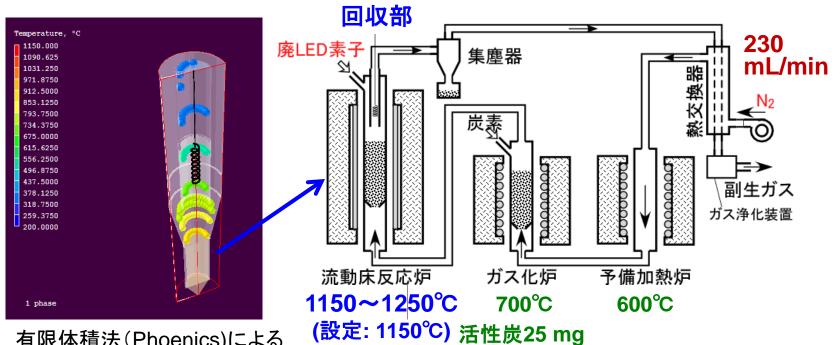
- ・不純物(樹脂や金属など)を混合させた 原料を用いる。
- •回収部の構造や雰囲気、温度などの条件が酸化ガリウムの収率および選択的回収に及ぼす影響を評価する。





### 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(Phoenics)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

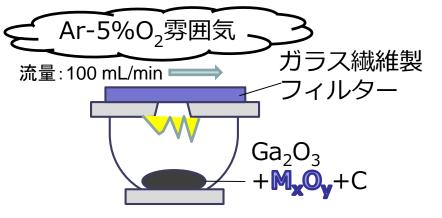
不純物の選択

- ✓ 廃LEDに混入が想定
- ✓ 高温で分解・気化



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 <sub>2</sub> | 15 (SnO <sub>2</sub> と混在)                |
| $Ga_2O_3$ - ZnO             | 13 (Ga <sub>2</sub> O <sub>3</sub> のみ回収) |
| $Ga_2O_3$ - $Bi_2O_3$       | 0 (Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub> は溶融)   |

※ 熱処理条件:1150°C、1 h

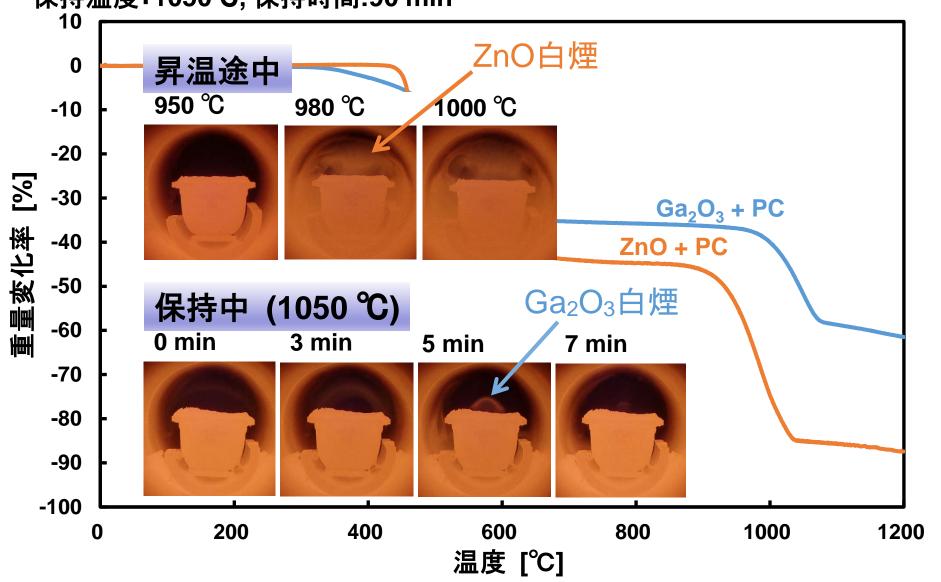
Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の回収収と 選択性向上策は? Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - SnO<sub>2</sub>系: 保持時間の制御

Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - ZnO系: 保持温度の制御

Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系: Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>混入量低減

O<sub>2</sub>/Ar = 5/95 [kPa], PET : Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO混合粉末 = 1.5 : 1 (重量比)

保持温度:1050℃, 保持時間:90 min



熱還元気化における還元剤

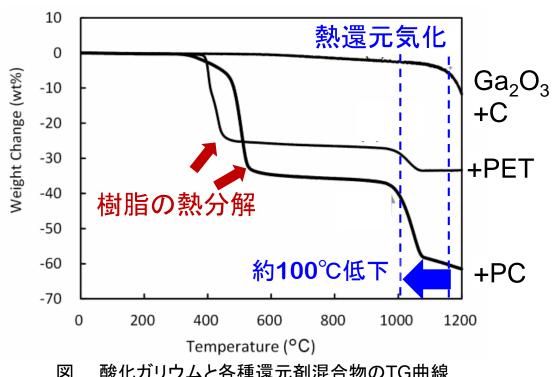
 $Ga_2O_3$  (s) + **2C**  $\to$   $Ga_2O(g)$  + 2CO 樹脂材料の混入の可能性大



樹脂によるGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>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℃低下させた。

樹脂活用による熱処理 温度低減の可能性



酸化ガリウムと各種還元剤混合物のTG曲線





No.5(PC)

### 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。