

## B-37 酸抽出-固相吸着法による廃液晶パネルから インジウムの抽出と回収

○山岡 文洋<sup>1</sup>・水谷 聡<sup>2\*</sup>・貫上 佳則<sup>2</sup>

<sup>1</sup>京都大学大学院工学研究科都市環境工学専攻 (〒615-8540京都市西京区京都大学桂Cクラスター)

<sup>2</sup>大阪市立大学工学部環境都市工学科 (〒558-8585大阪市住吉区杉本3-3-138)

\* E-mail: miz@urban.eng.osaka-cu.ac.jp

### 1. はじめに

近年の電子機器産業、自動車・IT 産業等の最先端技術産業の発展には目覚ましいものがある。発展の背景には先端技術を支える高機能材料の開発と応用技術の高度化の進展がある。とりわけ、電氣的、磁氣的、核的特性等の特異な機能を有するレアメタル(希少金属)は、各種新素材の主役的存在として深い関心がよせられており、実際に活躍している金属も多い。その中でもインジウムは高機能材料として広く活躍している元素の一つである。酸化物である酸化インジウムスズ(ITO)は透明であり、電気伝導性があることから、液晶テレビ、パソコン・携帯電話の画面や太陽電池などの透明電極として使われている。その高機能性から同等機能を持つ代替物質はまだ存在しておらず、今では透明電極に不可欠な元素となっている。また、インジウムの埋蔵量は偏在的であり日本では産出されないにもかかわらず、日本におけるインジウムの需要量は年々増加しており、海外においてもTVや携帯電話などの需要が増大していることから、世界的にもインジウム需要は増加していくと考えられる。しかし近年、資源ナショナリズムの動きにより、インジウムの最大輸出国である中国は輸出に対して規制を設けており、安定供給に懸念が出ている<sup>1,4)</sup>。

そのため、インジウムの製品やその工程からのリサイクルが注目されてきている。液晶パネルにおいては、製造工程で発生するスクラップの回収は進んでおり、そこからの再生・精製では十分な成果を挙げているが、廃製品からの回収はコストや回収率の問題で行われていないのが現状である。水谷ら<sup>4)</sup>はインジウム含有物の主な製品である液晶パネルからのインジウム回収研究を行っている。実験は、粉碎した液晶パネルを王水に液固比32で溶かし、2時間平行振とうをする酸処理による抽出と固相吸着法を用いた回収の2段階に分けて行っている。酸

処理による抽出率はおよそ35%であり、回収実験では回収率は20%となり、全体として回収率は7%に留まっている。本研究では酸処理による抽出と固相吸着法を用いた回収の手法改善(酸の強度、pH調整等)を試み、インジウムの回収率を向上させることを目的とし、リサイクルの可能性について検討した。

### 2. 実験方法

#### (1) 概要

液晶パネルに含まれるインジウムを回収するために、まずパネルの分解を行い、インジウムが最も多く含まれている部材を選定して、粉末状に粉碎した。それを溶媒を用いて抽出してから、他のインジウム以外の金属元素と分離した。抽出には酸を用い、分離(回収)する方法としては固相吸着法を用いた。また、液晶パネルの基本的組成を得るために、複数の液晶パネルを調べ、液晶パネルの含有量について考察した。

#### (2) 実験試料

対象試料の液晶パネルは廃材を用いた。具体的にはデスクトップ型のモニターを4枚(M14)とノートパソコン型のもの4枚(PC14)を用いた。含有金属量は蛍光X線分析装置(OURSTEX 120 II)で分析し、また高速振動試料粉碎機(TI-100型 HEIKO)を10分間用いて、試料を粉碎した。

#### (3) 実験方法

##### a) 含有量試験

粉碎した試料を0.25g測り取り、王水8mLを加えてマイクロ波分解装置(マイルストーンゼネラル製 MLS-1200 MEGA)による分解を行った。得られた溶液を

ADVANTEC製 定量濾紙No.5Cを用いて濾過し、蒸留水を加えて100mLに調整し、濾液中の対象元素濃度をICP発光分析装置（SIIナノテクノロジー VISTA-MPX）を用いて測定した。マイクロ波分解装置の加熱設定は250W10分、400W5分、650W5分とし、ICP発光分析装置により主要金属元素（In、Pb、Zn、Cu、Al、Mg、Cd）を測定した。試料検体数は6とした。考察においては、この含有量試験の結果を100%として、抽出率・回収率を算出した。

#### b) 溶媒による抽出

水谷らの報告<sup>9)</sup>より、抽出には酸による抽出力では不十分であるという可能性があるため、本研究では酸による抽出（酸抽出）とさらに抽出力の強いマイクロ波による加熱を加えた抽出（加熱酸抽出）の方法を検討した。液固比は32として、抽出に用いた酸は1N塩酸、3N塩酸、6N塩酸、濃塩酸、王水とした。方法としては、試料0.25gと溶媒8mLを混合し、酸抽出の場合は2時間平行振とうさせ、また、加熱酸抽出の場合はマイクロ波分解装置を用いて、抽出を行った。その後、得られた溶液を濾過し、濾液中の対象元素濃度を測定した。マイクロ波分解装置の加熱設定は含有量試験と同様とした。試料検体数は3とした。

#### c) 固相吸着剤による回収

抽出を行った試料を用いて、固相吸着剤を用いたイン

ジウム回収を行った。固相吸着剤のインジウム吸着条件を特定するために、通液する溶液の pH を調節した実験を行った。対象をM-1とし、1N塩酸による抽出を行った試料を用いた。カラムはTE-05（Meta SEP Analig GL Science社）を使用し、試料のpH調整溶液は1N炭酸水素ナトリウムと1N水酸化ナトリウムを用いた。pHにおいてはpH<1（試料溶液そのまま）、pH=5-6、pH>7の三段階で検討した。方法としては、抽出を行った試料をpH調整して、前処理を行ったカラムに通液しインジウムを吸着させ、蒸留水を3mL通した。その後、濃硝酸3mLで吸着したインジウムを溶脱し、採取した溶液を測定した。固相吸着剤の前処理として、カラム内を洗浄（蒸留水6mL、1N硝酸8mL）し、0.1N磷酸ナトリウム2mLによるコンディショニングを行った。試料検体数は3とした。

### 3. 実験結果と考察

#### (1)含有量比較

表1に各液晶パネルの含有量結果を示し、図1には液晶パネルの製造年とそのインジウム含有量を比較したものを示す。表1より、Cu・CdはM-1に多く含まれているが、他のものにはほとんど含まれていないというように、液晶パネルによって、組成が大きく異なった。またインジウム含有量は平均すると398 mg/kgであるが、液晶パネルによって差があった。年代によって分けると、

表1 各液晶パネルの含有量 (単位: mg/kg)

	In	Pb	Zn	Cu	Al	Mg	Cd
M-1	510	170	110	7500	30	38200	7500
M-2	380	430	40	30	32600	2430	N.D
M-3	420	970	50	20	44000	2900	N.D
M-4	360	1390	60	15	37600	690	N.D
PC-1	370	1670	60	20	50200	2820	N.D
PC-2	240	680	1770	95	39000	170	N.D
PC-3	570	350	60	40	360	3570	N.D
PC-4	330	550	30	10	45000	5340	N.D

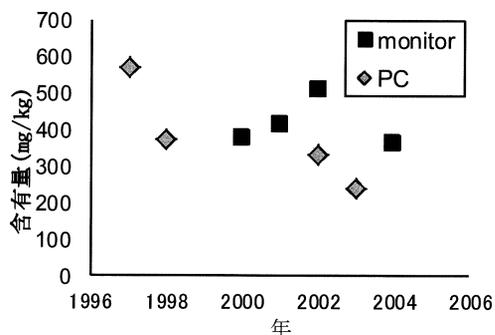


図1 インジウム含有量と製造年代の比較

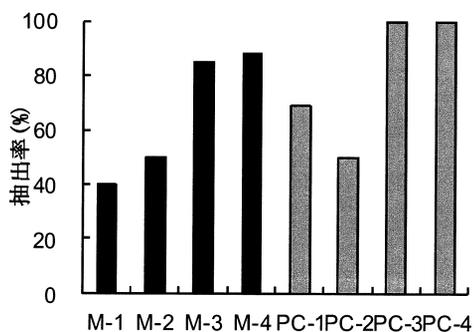


図2 1N塩酸による酸抽出

やや低下傾向ではあるもののほぼ横ばいであった。また、デスクトップ型とノートパソコン型の含有量のちがいははっきりとした関係は分からず、型による違いは大きくないと考えられる。

### (2) 溶媒による抽出

図2に8つの液晶パネルを対象とした1N塩酸での酸抽出結果を示す。インジウム抽出率においてもばらつきが見られ、一番低い抽出率はM-1の40%であるが、最も高いものではPC-3、PC-4で100%となった。1N塩酸による酸抽出でも液晶パネルによっては十分に抽出できた。また、ノートパソコン型の方が比較的抽出しやすいという結果となった。

つづいて一番抽出率の低い液晶パネルM-1について、酸の強さを変えてインジウム抽出率を把握した。図3にその結果を示す。抽出率は酸の強さを上げるに連れて上昇しており、6N塩酸よりも強酸であれば80%以上となった。加熱酸抽出においてはマイクロ波加熱による影響が大きく表れ、1N塩酸でも抽出率は高く、90%を超えた。マイクロ波加熱を加えれば、抽出率は大きく上がることが確認された。

### (3) 固相吸着剤による回収

固相吸着剤に通液する試料のpHの違いによるインジウ

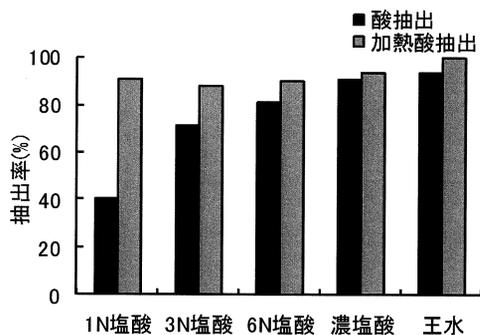


図3 液晶パネル (M-1) の酸抽出

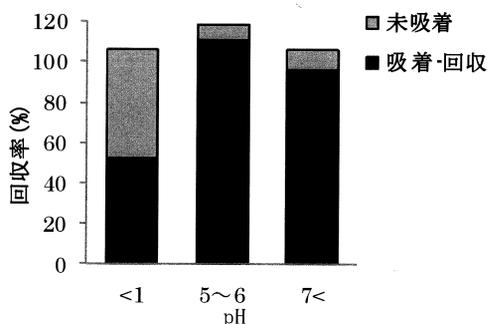


図4 抽出液のpHと回収率

ム回収率を図4に示す。回収率が100%の値を前後しているのは測定の誤差によるものと考えられる。吸着・回収と示したのが吸着し回収できたインジウムであり、吸着されずに透過したものを未吸着と示した。pH5-6において最も回収率が高く、pH調整しないまま通液を行うpH<1では約半分しかインジウムの回収ができなかった。この結果より、試料をpH5-6に調整して固相吸着法を用いるのが適切と判断された。

## 4. 結論

本研究では液晶パネルのちがいにによるインジウムの含有量を調べた。また、液晶パネルからのインジウム抽出・回収を行い、回収率を向上させることを検討し、以下の結果が得られた。

- ・液晶パネルは製品が変わると、組成が異なった。インジウム含有量は330-570mg/kgの間で分布しており、ばらつきがあった。
- ・液晶パネルは1N塩酸による酸抽出でインジウムが100%抽出できるものもあった。また、抽出率40%のものでも、酸の強さを上げるにつれて抽出率は上昇した。また、マイクロ波加熱を加えれば1N塩酸でも90%前後まで向上させることができた。
- ・固相抽出法には溶液のpH調整が必要であり、pH5~6で最もインジウムが吸着し、回収量が増加した。

謝辞：本研究は平成22年度循環型社会形成推進科学研究費補助金「溶融飛灰及び焼却飛灰の資源化と有用金属回収を可能とする化学的ゼロエミッション技術の開発(課題番号K22042)」の一部として行われました。記して感謝の意を表します。

### 参考文献

- 1) 吉田隆：貴金属・レアメタルのリサイクル技術集成、株式会社エヌ・ティー・エス、2007
- 2) 上田康治：レアメタルの回収及び適正処理に関する環境省の取組について、廃棄物資源循環学会研究討論会シンポジウム、2009
- 3) 山下泰志、水谷聡、貫上佳則：焼却灰の洗浄処理と金属類の挙動、環境工学研究論文集、Vol.45、pp251-257、2008
- 4) 水谷聡、中田智美、貫上佳則、長谷川浩：酸抽出・固相吸着法による使用済み液晶パネルからのインジウムの回収、第21回廃棄物資源循環学会研究発表会予稿集、2010
- 5) 長谷川浩、水谷聡：溶融飛灰及び焼却飛灰の資源化と有用金属回収を可能とする化学的ゼロエミッション技術の開発、循環型社会形成推進科学研究費補助金研究成果報告書、2010