

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年5月21日現在

機関番号：11301

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2010～2011

課題番号：22656206

研究課題名（和文） 液晶パネルからのITO薄膜の高純度分離・回収

研究課題名（英文） Recovery of high purity ITO films from Liquid Crystal Panels

研究代表者

加納 純也（JUNYA KANO）

東北大学・多元物質科学研究所・准教授

研究者番号：40271978

研究成果の概要（和文）：

本研究では、液晶パネルからITO薄膜を高純度で回収できる簡便な方法の開発を試みた。まず液晶パネルの熱的挙動を解析したところ、約500℃で配向膜やカラーフィルターが燃焼することが判明した。そこで、ITOを高純度で回収できるように液晶パネルから配向膜やカラーフィルターを取り除くことが可能な600℃で1分間加熱後、水中に入れ急速に冷却することによりITOをガラス基板からの分離・回収できることがわかった。

研究成果の概要（英文）：

A new and convenient recovery method of ITO has been developed. The polymer film contents has burned at around 500℃ according to the thermal analysis. The method is to heat at 600℃ in one minute to remove polymer film contents and to do quench in water immediately. Then, ITO powder on the surface of glass plate was separated into water.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	2,100,000	0	2,100,000
2011年度	1,000,000	300,000	1,300,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,100,000	300,000	3,400,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：総合工学・リサイクル工学

キーワード：ITO、液晶パネル、インジウム、リサイクル

1. 研究開始当初の背景

平成21年4月から液晶テレビとプラズマテレビが家電リサイクル法の対象となり、それらの本格的なリサイクルが始まった。それらを構成する素材のうちプラスチ

ックなどはすでにリサイクル法が確立されているが、液晶パネルを構成している透明導電膜（ITO（インジウムスズ酸化物））とガラスのリサイクルは、いまだ確立されていない。とりわけインジウムは、レアメ

タルの一つであり、産出国が偏在しているため、価格は依然として高水準にあることなどから、リサイクル法の確立が切望されている。液晶パネルからのインジウムの回収には、二つのステップが必要である。ステップ1は、液晶パネルから透明導電膜の分離・回収であり、ステップ2は回収した透明導電膜 (ITO) からのインジウムの回収である。申請者らは、すでにステップ2に関して、メカノケミカル法を利用してITOを還元し、金属インジウムをペレットとして回収する方法を世界で初めて考案した。このときの純度は95%以上、回収率は、95%以上である。この方法に関しては出願した(特願2008-076384 金属の回収方法：加納純也，小林栄子，齋藤文良)。したがって、ステップ2はすでに確立できているので、ステップ1の液晶パネルから透明伝導膜であるITOを高純度で回収できれば、液晶パネルからのインジウムの回収プロセスを構築することができる。

2. 研究の目的

液晶パネルは偏光フィルター、ガラス、カラーフィルター、透明導電膜 (ITO)、配向膜などから構成されている。ここから透明導電膜 (ITO) を高純度で回収する方法を構築する。これまでにウォータジェット、サンドブラスト、ポリッシュ、薬液を使う方法が提案されている¹⁻³⁾。しかしながら、ウォータジェットは水があたる範囲が狭く時間がかかる。サンドブラストは、サンドとして使用する粉が混入し回収物の純度を下げる。ポリッシュは、研磨するときガラスまでも研磨する恐れがあるので、これも純度が下がる。薬液は、純度を保つことができるが、回収率が低いことと薬液の処理に問題がある。これまでに提案され

ている方法は、いずれも深刻な問題を抱えており、これにかわる全く新しいインジウムの分離・回収方法を考案する。透明導電膜とガラス基板には、熱膨張率に差が存在し、その差を利用すれば、簡便にかつ簡単にITOを回収することが可能であると考えられる。そこで本研究では、液晶パネルの熱的挙動を把握後、熱膨張率を測定し、その差を利用して、液晶パネルからITOを高純度で回収する方法の構築を試みた。

3. 研究の方法

(1) 熱的挙動

実際の液晶モニターを分解し、液晶パネルを取り出し、ハンドリングしやすいように5cm角に切り、それをサンプルとして使用した。まずその液晶パネルの熱的挙動を把握するために、液晶パネルのITOが含まれる面をサンドペーパーで削ってITOを回収した。この試料を用いてTG-DTAにより、熱分析を行った。

(2) 熱膨張率の測定

5cm角に切ったサンプルをさらにTMAの試料ホルダーに入るように約10mm×3mmに切断し、熱膨張率を測定した。一方、ITOの熱膨張率は、試薬のITO粉末を圧縮成形し、10mmφ×5mmのペレットを作製し、それを使用して熱膨張率を測定した。

(3) 液晶パネルの加熱

600度に加熱した電気炉に、液晶パネルを入れ、1分保持した。その後、空冷する場合と、水に入れ急冷する場合の2種類を行った。

4. 研究成果

(1) 熱的挙動の把握

図1に液晶パネルのITO付着面をサンドペーパーで削り、回収した粉末の熱分析

の結果を示す。約 200°Cから質量減少が始まり、400°C付近で急激に質量が減少する。約 600°C以上では、質量に変化は認められない。一方、発熱は約 500°Cで顕著に見られる。質量減少と急激な発熱から約 500°Cで、カラーフィルターや配向膜などの高分子が燃焼しているものと考えられる。

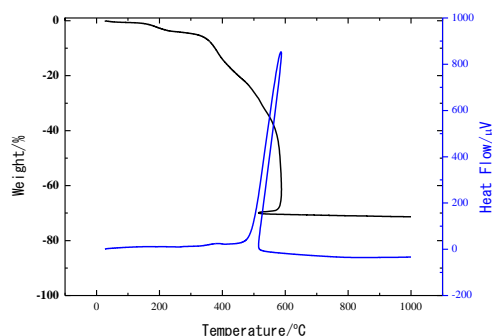


図1 液晶パネルのTG-DTAカーブ

(2) TMA (Thermal Mechanical Analysis) による熱膨張率の測定

図2に加熱温度と熱膨張率の関係を示す。なお、サンプルとしてITO成形体、液晶パネル、液晶パネルを600°Cで加熱したものを使用した。加熱温度が上がるにしたがい、いずれのサンプルも膨張することがわかった。いずれの温度においても液晶パネルの膨張が大きく、ITOの膨張が小さいことがわかる。今回の測定では、液晶パネルの熱膨張率は、 $3.45 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ で、600°Cに加熱したものは、 $4.50 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 、ITOは $8.66 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であり、液晶パネルとITOを比較すると2倍以上の差があることが判明した。

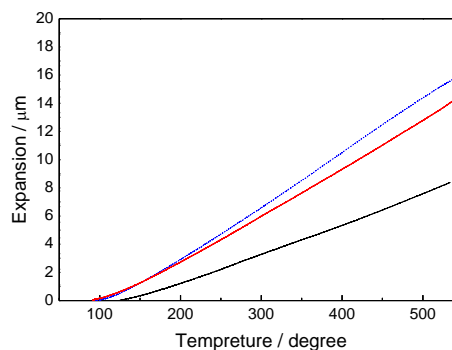


図2 温度と熱膨張の関係

(黒 : ITO, 赤 : 600°C加熱後の液晶パネル, 青 : 液晶パネル)

(3)加熱による液晶パネルからのITOの分離・回収

600°Cに加熱した電気炉に液晶パネルを入れ、1分保持した。その後、電気炉外に出し、自然冷却した。しかしながら、ガラス基板からITOが分離することはなかった。そこで、加熱後、水中に入れ、急冷したところ、ガラス表面から剥がれ落ちる現象が確認された。剥がれ落ちた物質のXRDパターンを図4に示す。粉末X線回折の結果、その物質はITOであることが判明し、それ以外の物質は検知できなかった。

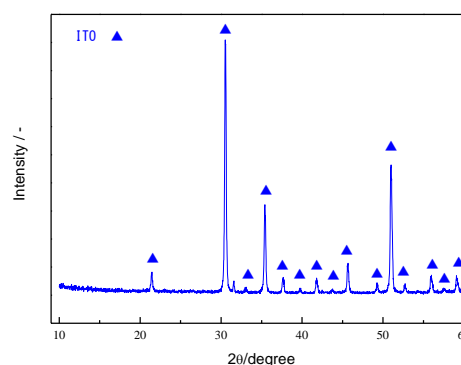


図3 加熱・急冷後剥がれ落ちた物質のXRDパターン

加熱・冷却後剥離した物質の熱分析を図

4に示す. 若干の質量減少と発熱ピークが観察されるが, 大きな変化は認められない. したがって, 加熱中において, カラーフィルターや配光膜は燃焼したものと考えられる. ガラス表面のITOは熱膨張率の差が一つの要因となり, 急冷することにより剥がれ落ちたものが考えられる.

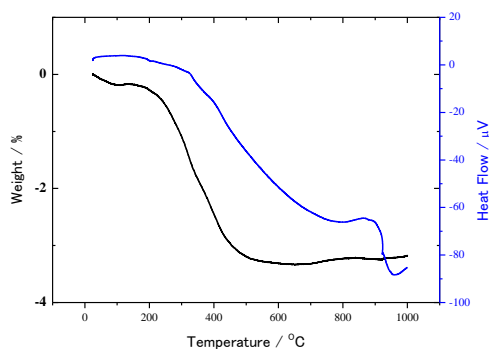


図4 加熱・急冷後剥離した物質のTG-DTAカーブ

(5) まとめ

液晶パネルからITOを回収するために, 高純度で簡便に回収する方法の開発を試みた. 液晶パネルを600°Cに加熱した電気炉に入れ, 1分間保持し, その後, 水の中に入れ, ITOをガラス基板から剥離させる方法を開発した.

参考文献

- 1) 特開 2005-255387
- 2) 特開 2001-334838
- 3) 特開 2008-191252

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[学会発表] (計4件)

1. 加納純也、メカノケミカル法を利用する液晶パネルからのインジウムの回収 (招待講演)、粉体工学会北海道談話会、2011年11月25日、北海道立工業試験場
2. 加納純也、レア金属の回収に貢献する

粉碎プロセス (招待講演)、化学工学会第76年回、2011年3月24日、東京

3. 加納純也、メカノケミカル法によるITO直接還元 (招待講演)、日本粉体工業技術協会第53回粉体技術専門講座、2011年1月14日、東京
4. 加納純也、張 其武、齋藤文良、液晶パネルからのITOの分離、資源・素材2010 (福岡)、2010年9月13日、福岡

6. 研究組織

(1) 研究代表者

加納 純也 (KANO JUNYA)

東北大学・多元物質科学研究所・准教授

研究者番号：40271978