

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2011-136854

(P2011-136854A)

(43) 公開日 平成23年7月14日(2011.7.14)

| (51) Int.Cl. |             |                  | F I  |      |   | テーマコード (参考) |  |  |
|--------------|-------------|------------------|------|------|---|-------------|--|--|
| <b>CO1B</b>  | <b>7/01</b> | <b>(2006.01)</b> | CO1B | 7/01 | J | 4D034       |  |  |
| <b>CO1B</b>  | <b>7/19</b> | <b>(2006.01)</b> | CO1B | 7/19 | D | 4D076       |  |  |
| <b>CO2F</b>  | <b>1/04</b> | <b>(2006.01)</b> | CO2F | 1/04 | C |             |  |  |
| BO1D         | 3/00        | (2006.01)        | BO1D | 3/00 | A |             |  |  |
| BO1D         | 3/34        | (2006.01)        | BO1D | 3/34 |   |             |  |  |

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2009-296759 (P2009-296759)  
 (22) 出願日 平成21年12月28日 (2009.12.28)

(71) 出願人 597073852  
 株式会社 電硝エンジニアリング  
 埼玉県北埼玉郡騎西町鴻荃3202-1  
 (71) 出願人 597124349  
 山本 秀樹  
 大阪府泉大津市曾根町3丁目1番32号  
 (74) 代理人 100109911  
 弁理士 清水 義仁  
 (74) 代理人 100071168  
 弁理士 清水 久義  
 (72) 発明者 山本 秀樹  
 泉大津市曾根町3丁目1番32号  
 (72) 発明者 住母家 岩夫  
 埼玉県北埼玉郡騎西町鴻荃3202-1  
 株式会社電硝エンジニアリング内  
 最終頁に続く

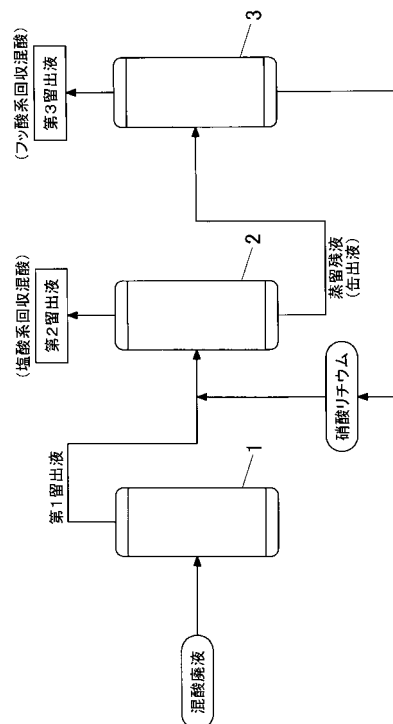
(54) 【発明の名称】 塩酸-フッ酸系混酸廃液から塩酸とフッ酸をそれぞれ回収する方法

(57) 【要約】

【課題】簡単な蒸留操作で且つ低コストで、塩酸及びフッ酸を含む混酸廃液から塩酸系混酸とフッ酸系混酸をそれぞれ回収する方法を提供する。

【解決手段】この発明に係る塩酸-フッ酸系混酸廃液から塩酸とフッ酸をそれぞれ回収する方法は、塩酸及びフッ酸を含む混酸廃液を蒸留することによって、塩酸及びフッ酸を含む混酸液を留出させて第1留出液を得る第1蒸留工程と、前記第1留出液に硝酸リチウムを溶解せしめて蒸留を行うことによって、塩酸組成比の増大した混酸液を留出させて第2留出液を得る第2蒸留工程と、前記第2蒸留工程で得られた蒸留残液を蒸留することによって、フッ酸組成比の増大した混酸液を留出させて第3留出液を得る第3蒸留工程とを含むことを特徴とする。

【選択図】 図1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

塩酸及びフッ酸を含む混酸廃液を蒸留することによって、塩酸及びフッ酸を含む混酸液を留出させて第 1 留出液を得る第 1 蒸留工程と、

前記第 1 留出液に硝酸リチウムを溶解せしめて蒸留を行うことによって、塩酸組成比の増大した混酸液を留出させて第 2 留出液を得る第 2 蒸留工程と、

前記第 2 蒸留工程で得られた蒸留残液を蒸留することによって、フッ酸組成比の増大した混酸液を留出させて第 3 留出液を得る第 3 蒸留工程と、を含むことを特徴とする塩酸 - フッ酸系混酸廃液から塩酸とフッ酸をそれぞれ回収する方法。

## 【請求項 2】

前記第 3 蒸留工程で得られた蒸留残物から硝酸リチウムを回収し、この回収した硝酸リチウムを前記第 2 蒸留工程に供給することによって硝酸リチウムを循環使用する金属塩回収工程を備えることを特徴とする請求項 1 に記載の塩酸 - フッ酸系混酸廃液から塩酸とフッ酸をそれぞれ回収する方法。

## 【請求項 3】

前記第 1 留出液に硝酸リチウムを溶解せしめてなる液における硝酸リチウムの含有割合が 5 ~ 30 質量%である請求項 1 または 2 に記載の塩酸 - フッ酸系混酸廃液から塩酸とフッ酸をそれぞれ回収する方法。

## 【請求項 4】

前記第 2 蒸留工程における蒸留温度を 30 ~ 120 の範囲に設定する請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の塩酸 - フッ酸系混酸廃液から塩酸とフッ酸をそれぞれ回収する方法。

## 【請求項 5】

請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の回収方法により得られた第 2 留出液を含有してなる塩酸系回収酸。

## 【請求項 6】

請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の回収方法により得られた第 3 留出液を含有してなるフッ酸系回収酸。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

この発明は、塩酸及びフッ酸を含む混酸廃液から塩酸系混酸とフッ酸系混酸をそれぞれ回収する方法に関する。

## 【0002】

この明細書及び特許請求の範囲において、「塩酸組成比の増大した」の語は、第 1 蒸留工程で得られた第 1 留出液における塩酸組成比よりも、第 2 蒸留工程で得られた第 2 留出液における塩酸組成比の方が大きい関係が成立していることを意味する。

## 【0003】

また、この明細書及び特許請求の範囲において、「塩酸組成比」の語は、第 1 留出液または第 2 留出液における塩酸のモル数とフッ酸のモル数の合計モル数に対する塩酸のモル数の割合を意味するものである。即ち、 $\frac{\text{塩酸のモル濃度}}{(\text{塩酸のモル濃度} + \text{フッ酸のモル濃度})}$  で算出される値である。

## 【0004】

また、この明細書及び特許請求の範囲において、「フッ酸組成比の増大した」の語は、第 1 蒸留工程で得られた第 1 留出液におけるフッ酸組成比よりも、第 3 蒸留工程で得られた第 3 留出液におけるフッ酸組成比の方が大きい関係が成立していることを意味する。

## 【0005】

また、この明細書及び特許請求の範囲において、「フッ酸組成比」の語は、第 1 留出液または第 3 留出液における塩酸のモル数とフッ酸のモル数の合計モル数に対するフッ酸のモル数の割合を意味するものである。即ち、 $\frac{\text{フッ酸のモル濃度}}{(\text{塩酸のモル濃度} + \text{フッ酸のモル濃度})}$  で算出される値である。

10

20

30

40

50

酸のモル濃度)で算出される値である。

【背景技術】

【0006】

近年飛躍的に成長した液晶製造産業や半導体製造産業においては、その製造過程において多様な廃水が出る。例えば、液晶製造工程や半導体製造工程から塩酸及びフッ酸を含む混酸廃液が出るが、このような塩酸 - フッ酸系混酸廃液から各酸を個別に分離回収して再利用することは現状では技術的に困難であることから、このような混酸廃液に対しては中和処理を施して排水するのが一般的であった(特許文献1参照)。

【先行技術文献】

【特許文献】

10

【0007】

【特許文献1】特開2002-126722号公報(段落0002)

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

しかし、前記中和処理によって排水中に微量のフッ素が含まれることになるので、少なからず環境汚染の原因となることは避けられず、環境保全の観点からするとこの中和処理は決して望ましい手段とは言えない。また、資源保護の要請から、近年リサイクル利用の重要性が叫ばれているが、従来の中和処理による排出方法は廃酸を全くリサイクル利用することなく捨ててしまう方法であるので、このような社会的要請にも全く応えることができないものであった。

20

【0009】

しかして、塩酸及びフッ酸を含む混酸廃液から塩酸系混酸とフッ酸系混酸をそれぞれ回収できる技術を開発すれば、塩酸及びフッ酸を含む混酸廃液の再生利用技術を提供することができて、環境保全に貢献できると共に資源保護の要請にも十分に応えることができる。

【0010】

この発明は、かかる技術的背景に鑑みてなされたものであって、簡単な蒸留操作で且つ低コストで、塩酸及びフッ酸を含む混酸廃液から塩酸系混酸とフッ酸系混酸をそれぞれ回収する方法を提供することを目的とする。

30

【課題を解決するための手段】

【0011】

前記目的を達成するために、本発明は以下の手段を提供する。

【0012】

[1] 塩酸及びフッ酸を含む混酸廃液を蒸留することによって、塩酸及びフッ酸を含む混酸液を留出させて第1留出液を得る第1蒸留工程と、

前記第1留出液に硝酸リチウムを溶解せしめて蒸留を行うことによって、塩酸組成比の増大した混酸液を留出させて第2留出液を得る第2蒸留工程と、

前記第2蒸留工程で得られた蒸留残液を蒸留することによって、フッ酸組成比の増大した混酸液を留出させて第3留出液を得る第3蒸留工程と、を含むことを特徴とする塩酸 - フッ酸系混酸廃液から塩酸とフッ酸をそれぞれ回収する方法。

40

【0013】

[2] 前記第3蒸留工程で得られた蒸留残物から硝酸リチウムを回収し、この回収した硝酸リチウムを前記第2蒸留工程に供給することによって硝酸リチウムを循環使用する金属塩回収工程を備えることを特徴とする前項1に記載の塩酸 - フッ酸系混酸廃液から塩酸とフッ酸をそれぞれ回収する方法。

【0014】

[3] 前記第1留出液に硝酸リチウムを溶解せしめてなる液における硝酸リチウムの含有割合が5~30質量%である前項1または2に記載の塩酸 - フッ酸系混酸廃液から塩酸とフッ酸をそれぞれ回収する方法。

50

## 【0015】

[4] 前記第2蒸留工程における蒸留温度を30～120の範囲に設定する前項1～3のいずれか1項に記載の塩酸-フッ酸系混酸廃液から塩酸とフッ酸をそれぞれ回収する方法。

## 【0016】

[5] 前項1～4のいずれか1項に記載の回収方法により得られた第2留出液を含有してなる塩酸系回収酸。

## 【0017】

[6] 前項1～4のいずれか1項に記載の回収方法により得られた第3留出液を含有してなるフッ酸系回収酸。

## 【発明の効果】

## 【0018】

[1]の発明では、第2蒸留工程では、第1蒸留工程で得られた第1留出液(塩酸及びフッ酸を含有した留出液)に硝酸リチウムを溶解せしめて蒸留を行うので、塩酸組成比の増大した混酸液からなる第2留出液(塩酸系混酸)を回収できる。また、第3蒸留工程では、第2蒸留工程で得られた蒸留残液を蒸留するので、フッ酸組成比の増大した混酸液からなる第3留出液(フッ酸系混酸)を回収できる。また、第2留出液(塩酸系回収混酸)及び第3留出液(フッ酸系回収混酸)は、いずれも、第1蒸留工程での蒸留操作により留出した第1留出液から得られたものである(即ち第1蒸留工程で金属等の不純物は蒸留残液として残る)から、金属等の不純物の含有もなく、高純度の混酸である。

## 【0019】

[2]の発明では、第3蒸留工程で得られた蒸留残物から硝酸リチウムを回収し、この回収した硝酸リチウムを前記第2蒸留工程に供給して硝酸リチウムを循環使用する金属塩回収工程を備えているから、資源の有効利用を図ることができる。

## 【0020】

[3]の発明では、第1留出液に硝酸リチウムを溶解せしめてなる液における硝酸リチウムの含有割合が5～30質量%であるから、混酸廃液から塩酸組成比をより増大させた第2留出液(塩酸系回収混酸)を回収できる利点がある。

## 【0021】

[4]の発明では、第2蒸留工程における蒸留温度を30～120の範囲に設定するので、低コストで効率良く第2留出液(塩酸系回収混酸)を回収できる。

## 【0022】

[5]の発明では、金属等の不純物の含有のない高純度の塩酸系回収混酸が提供される。この塩酸系回収混酸は、混酸廃液を原料にして再生したものであるから資源の有効利用を図り得る。

## 【0023】

[6]の発明では、金属等の不純物の含有のない高純度のフッ酸系回収混酸が提供される。このフッ酸系回収混酸は、混酸廃液を原料にして再生したものであるから資源の有効利用を図り得る。

## 【図面の簡単な説明】

## 【0024】

【図1】この発明の回収方法の一例を示す概略説明図である。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0025】

この発明に係る、塩酸-フッ酸系混酸廃液から塩酸とフッ酸をそれぞれ回収する方法は、塩酸及びフッ酸を含む混酸廃液を蒸留することによって、塩酸及びフッ酸を含む混酸液を留出させて第1留出液を得る第1蒸留工程と、前記第1留出液に硝酸リチウムを溶解せしめて蒸留を行うことによって、塩酸組成比の増大した混酸液を留出させて第2留出液を得る第2蒸留工程と、前記第2蒸留工程で得られた蒸留残液を蒸留することによって、フッ酸組成比の増大した混酸液を留出させて第3留出液を得る第3蒸留工程とを包含するこ

10

20

30

40

50

とを特徴とする。

【0026】

上記回収方法によれば、第2蒸留工程では、第1蒸留工程で得られた第1留出液（塩酸及びフッ酸を含有した留出液）に硝酸リチウムを溶解せしめて蒸留を行うので、塩酸組成比の増大した混酸液からなる第2留出液（塩酸系混酸）を回収できる。また、第3蒸留工程では、第2蒸留工程で得られた蒸留残液を蒸留するので、フッ酸組成比の増大した混酸液からなる第3留出液（フッ酸系混酸）を回収できる。また、第2留出液（塩酸系回収混酸）及び第3留出液（フッ酸系回収混酸）は、いずれも、第1蒸留工程での蒸留操作により留出した第1留出液から得られたものである（即ち第1蒸留工程で金属等の不純物は蒸留残液として残って分離される）から、金属等の不純物の含有もなく、高純度の混酸である。また、塩酸系回収混酸及びフッ酸系回収混酸は、混酸廃液を原料にして再生したものであるから、資源の有効利用を図ることができる。

10

【0027】

この発明の回収方法では、前記第3蒸留工程で得られた蒸留残物（缶出物）（液状、固形状等）から硝酸リチウムを回収し、この回収した硝酸リチウムを前記第2蒸留工程に供給することによって硝酸リチウムを循環使用する金属塩回収工程を備えた構成とするのが好ましい。このような金属塩回収工程を設けることにより、資源の有効利用を図ることができる。

【0028】

この発明の回収方法を適用する対象の混酸廃液は、塩酸及びフッ酸（フッ化水素酸）を含む混酸廃液である。前記混酸廃液は、塩酸とフッ酸を除く他の酸をさらに含有したものであっても良い。

20

【0029】

前記第1蒸留工程における蒸留温度（蒸留の際の混酸廃液の温度）は30～120の範囲に設定するのが好ましい。30以上とすることで蒸留効率（生産性）を向上できると共に120以下とすることで蒸留に要する熱エネルギーコストを抑制することができる。

【0030】

前記第1蒸留工程における蒸留は、留出率ができるだけ大きい値になるまで行うのが良く、具体的には留出率が75質量%以上になるまで行うのが好ましい。この場合には、第2留出液（塩酸系回収混酸）及び/又は第3留出液（フッ酸系回収混酸）の回収量をより増大させることができる。中でも、前記第1蒸留工程における蒸留は、留出率が90質量%以上になるまで行うのが特に好ましい。

30

【0031】

留出率（質量%）＝ $100 \times \text{第1留出液の質量} / \text{混酸廃液の質量}$   
なお、前記留出率は、上記算出式で算出される値である。

【0032】

前記第2蒸留工程において、前記第1留出液に硝酸リチウムを溶解せしめてなる液における硝酸リチウムの含有割合は5～30質量%であるのが好ましい。5質量%以上とすることで塩酸組成比を十分に増大させた第2留出液（塩酸系混酸）を回収できると共に30質量%以下とすることで液中における硝酸リチウムの多量の析出を十分に防止できる。中でも、前記第1留出液に硝酸リチウムを溶解せしめてなる液における硝酸リチウムの含有割合は7～20質量%であるのが特に好ましい。

40

【0033】

前記第2蒸留工程における蒸留温度は30～120の範囲に設定するのが好ましい。30以上とすることで蒸留効率（生産性）を向上できると共に120以下とすることで蒸留に要する熱エネルギーコストを抑制することができる。

【0034】

前記第3蒸留工程における蒸留温度は30～120の範囲に設定するのが好ましい。30以上とすることで蒸留効率（生産性）を向上できると共に120以下とすること

50

で蒸留に要する熱エネルギーコストを抑制することができる。

【0035】

上記のようにして得られた第2留出液（塩酸系回収混酸）及び第3留出液（フッ酸系回収混酸）は、そのまま使用することもできるし、各種用途に対応して適宜各酸の濃度を調整して使用することもできる。例えば第2留出液（塩酸系回収混酸）において塩酸の濃度を高める必要がある場合には、第2留出液に新たに塩酸（市販品や再生品等）を所要濃度になるまで添加混合すれば良い。

【0036】

また、この発明の回収方法において、第1蒸留工程では、混酸廃液に対して特に金属塩等の塩を添加する必要はないが、この発明の効果を阻害しない範囲であれば、金属塩等の塩を添加して蒸留することも可能である。同様に、第3蒸留工程では、第2蒸留工程からの蒸留残液に対して特に金属塩等の塩を添加する必要はないが、この発明の効果を阻害しない範囲であれば、金属塩等の塩を添加して蒸留することも可能である。

10

【0037】

この発明に係る回収方法において用いられる回収装置の概略を図1に示す。(1)が第1蒸留塔、(2)が第2蒸留塔、(3)が第3蒸留塔である。前記第1蒸留塔(1)に、塩酸及びフッ酸を含む混酸廃液を投入して真空蒸留を行う。この第1蒸留操作により第1蒸留塔(1)の頂部から第1留出液（塩酸及びフッ酸を含む混酸液）が留出する。この第1蒸留塔(1)から留出した第1留出液と、硝酸リチウムとを第2蒸留塔(2)に投入してこの第2蒸留塔(2)で真空蒸留を行う。この第2蒸留操作により第2蒸留塔(2)の頂部から第2留出液（塩酸組成比の増大した混酸液）が留出する。こうして塩酸系回収混酸を得る。

20

【0038】

前記第2蒸留塔(2)の底部から出た蒸留残液（缶出液）を第3蒸留塔(3)に投入してこの第3蒸留塔(3)で真空蒸留を行う。この第3蒸留操作により第3蒸留塔(3)の頂部から第3留出液（フッ酸組成比の増大した混酸液）が留出する。こうしてフッ酸系回収混酸を得る。

【0039】

前記第3蒸留塔(3)の底部から出た蒸留残物（缶出物）から硝酸リチウムを回収し、この回収した硝酸リチウムを前記第2蒸留塔(2)に供給して次の第2バッチにおいて使用すれば、硝酸リチウムを循環使用することができて、資源の有効利用を図ることができる（図1参照）。

30

【0040】

なお、前記第1蒸留塔(1)の底部から出た蒸留残液（缶出液）は、前記第2蒸留塔(2)の底部から出た蒸留残液（缶出液）と共に前記第3蒸留塔(3)に投入するようにしても良い。

【0041】

なお、この発明の回収方法は、図1に示される構成の回収装置で行われるものに特に限定されるものではない。

【実施例】

40

【0042】

次に、この発明の具体的実施例について説明するが、本発明はこれら実施例のものに特に限定されるものではない。

【0043】

<実施例1>

図1に示す構成の回収装置を用いて以下のとおり第1蒸留工程、第2蒸留工程、第3蒸留工程及び金属塩回収工程を実施した。

(第1蒸留工程)

塩酸濃度が $2.0 \text{ mol/dm}^3$ 、フッ酸濃度が $9.5 \text{ mol/dm}^3$ である混酸廃水（金属イオン、塩酸及びフッ酸を含む混酸廃水）1000質量部を第1蒸留塔(1)に投入

50

して蒸留温度 50 で真空蒸留を留出率が 90 質量%になるまで行った。この蒸留操作により第 1 蒸留塔 ( 1 ) の頂部から塩酸濃度が  $2.2 \text{ mol} / \text{dm}^3$ 、フッ酸濃度が  $7.0 \text{ mol} / \text{dm}^3$ である留出混酸液 ( 第 1 留出液 ) を 900 質量部得た。

( 第 2 蒸留工程 )

前記第 1 蒸留工程で得られた第 1 留出液 900 質量部に硝酸リチウム (  $\text{LiNO}_3$  ) を 90 質量部溶解せしめて第 2 蒸留塔 ( 2 ) に投入して蒸留温度 50 で真空蒸留を行った。この蒸留操作により第 2 蒸留塔 ( 2 ) の頂部から塩酸濃度が  $2.0 \text{ mol} / \text{dm}^3$ 、フッ酸濃度が  $1.0 \text{ mol} / \text{dm}^3$ である留出混酸液 ( 第 2 留出液 ) を 630 質量部回収した。即ち、塩酸系回収混酸を 630 質量部得た。

( 第 3 蒸留工程 )

前記第 2 蒸留工程で得られた 360 質量部の蒸留残液 ( 缶出液 ) ( 硝酸リチウム含有 ) の全量を第 3 蒸留塔 ( 3 ) に投入して蒸留温度 50 で真空蒸留を行った。この蒸留操作により第 3 蒸留塔 ( 3 ) の頂部から塩酸濃度が  $2.1 \text{ mol} / \text{dm}^3$ 、フッ酸濃度が  $2.1 \text{ mol} / \text{dm}^3$ である留出混酸液 ( 第 3 留出液 ) を 243 質量部回収した。即ち、フッ酸系回収混酸を 243 質量部得た。

( 金属塩回収工程 )

前記第 3 蒸留工程で得られた蒸留残物 ( 缶出物 ) は、不純物の少ない硝酸リチウムからなるものであるから、これを回収し、この回収した硝酸リチウムを次のバッチの第 2 蒸留工程に供給することによって硝酸リチウムを循環使用して前記同様に第 1、第 2 及び第 3 蒸留工程 ( 即ち第 2 バッチ ) を実施したところ、前記と同様の組成の塩酸系回収混酸及びフッ酸系回収混酸を得ることができた。

【 0044 】

< 比較例 1 >

第 2 蒸留工程において ( 第 1 留出液に ) 硝酸リチウムを添加しないものとした以外は、実施例 1 と同様にして第 1、第 2 及び第 3 蒸留工程を実施した。

【 0045 】

なお、上記実施例と比較例において、塩酸濃度及びフッ酸濃度は、イオンクロマトグラフ ( 日本ダイオネクス社製「 ICP - 1000 」 ) を用いて測定した。

【 0046 】

実施例 1、2 で用いた混酸廃水について金属イオンの定性・定量分析を ICP 発光分析装置 ( 島津製作所製「 ICP S - 7510 」 ) を用いて行ったところ、Fe イオンが  $0.0022 \text{ mol} / \text{dm}^3$ 、Si イオンが  $1.45 \text{ mol} / \text{dm}^3$ 、Al イオンが  $0.14 \text{ mol} / \text{dm}^3$  検出された。

【 0047 】

一方、実施例 1 で得られた塩酸系回収混酸とフッ酸系回収混酸について金属イオンの定性・定量分析を ICP 発光分析装置 ( 島津製作所製「 ICP S - 7510 」 ) を用いて行ったところ、いずれの回収混酸も金属イオンは検出されなかった。

【 0048 】

10

20

30

## 【表 1】

| 第2蒸留<br>工程で用<br>いた金属<br>塩の種類 | 第1留出液                           |     |           |      | 第2留出液<br>(塩酸系回収混酸) |     |                                 |     | 第3留出液<br>(フッ酸系回収混酸) |     |            |      |
|------------------------------|---------------------------------|-----|-----------|------|--------------------|-----|---------------------------------|-----|---------------------|-----|------------|------|
|                              | 各酸の濃度<br>(mol/dm <sup>3</sup> ) |     | 塩酸<br>組成比 |      | フッ酸<br>組成比         |     | 各酸の濃度<br>(mol/dm <sup>3</sup> ) |     | 塩酸<br>組成比           |     | フッ酸<br>組成比 |      |
|                              | 塩酸                              | フッ酸 |           |      | 塩酸                 | フッ酸 | 塩酸                              | フッ酸 | 塩酸                  | フッ酸 | 塩酸         | フッ酸  |
| 実施例1                         | 2.2                             | 7.0 | 0.24      | 0.76 | 2.0                | 1.0 | 0.67                            | 2.1 | 21.0                | 2.0 | 10.0       | 0.91 |
| 比較例1                         | 2.2                             | 7.0 | 0.24      | 0.76 | 0.9                | 1.0 | 0.47                            | 2.0 | 10.0                | 2.0 | 10.0       | 0.83 |

10

20

30

40

## 【0049】

表1から明らかなように、この発明の回収方法を適用した実施例1では、塩酸及びフッ酸を含む混酸廃液から、塩酸系混酸（塩酸組成比の増大した回収混酸）とフッ酸系混酸（フッ酸組成比の増大した回収混酸）をそれぞれ回収することができた。これら回収された

50

塩酸系混酸とフッ酸系混酸は、いずれも、金属イオンを含有しないものであった。

【0050】

これに対し、第2蒸留工程において特定の金属塩を添加することなく蒸留操作を行った比較例1では、第1留出液、第2留出液および第3留出液において塩酸組成比、フッ酸組成比は殆ど変化がなかった。

【産業上の利用可能性】

【0051】

この発明の回収方法は、例えば液晶製造工程や半導体製造工程等から排出される、塩酸及びフッ酸を含む混酸廃液に対して適用され、その結果、塩酸組成比が増大した混酸液（塩酸系回収酸）及びフッ酸組成比が増大した混酸液（フッ酸系回収酸）をそれぞれ分離回収できる。

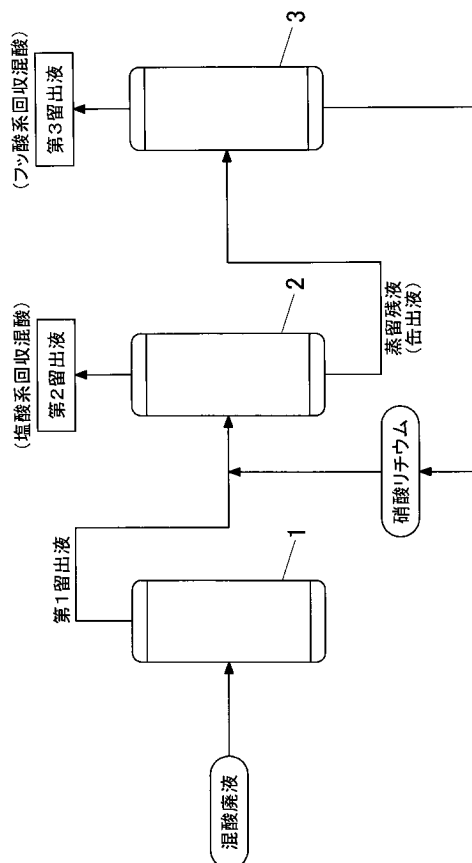
10

【符号の説明】

【0052】

- 1...第1蒸留塔
- 2...第2蒸留塔
- 3...第3蒸留塔

【図1】



---

フロントページの続き

Fターム(参考) 4D034 AA27 CA12

4D076 AA06 AA16 AA22 AA24 BB13 BB23 EA02Z EA03Z EA08Z EA12Z  
EA20Z FA33 GA10 HA06 JA03 JA04