



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110563003 A

(43)申请公布日 2019.12.13

(21)申请号 201910480202.3

B01D 36/00(2006.01)

(22)申请日 2019.06.04

C02F 9/10(2006.01)

(30)优先权数据

2018-108415 2018.06.06 JP

(71)申请人 笹仓机械工程有限公司

地址 日本大阪府

申请人 日东电工株式会社

(72)发明人 平野悟 藤原义浩 汤浅升夫

滨村秀树 川上直纪 木谷义明

(74)专利代理机构 北京尚诚知识产权代理有限公司

公司 11322

代理人 龙淳 吕秀平

(51)Int.Cl.

C01D 3/12(2006.01)

C01D 3/14(2006.01)

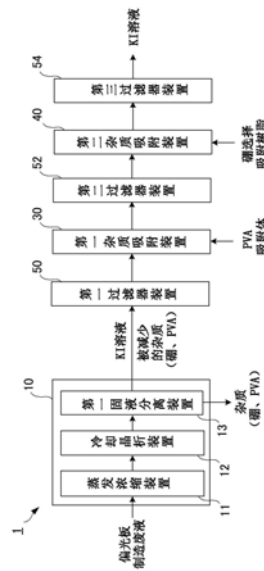
权利要求书1页 说明书6页 附图3页

(54)发明名称

偏光板制造废液的处理方法和处理装置

(57)摘要

本发明提供能够从偏光板制造废液中高效地回收高品质的碘化钾溶液的偏光板制造废液的处理装置。其为从偏光板制造废液中回收碘化钾的偏光板制造废液的处理装置(1),其包括:第一处理装置(10),对将偏光板制造废液浓缩后进行晶析而生成析出物进行固液分离,生成减少了包含硼和聚乙烯醇的杂质的碘化钾溶液;第一杂质吸附装置(30),将所得到的碘化钾溶液中残留的聚乙烯醇吸附于聚乙烯醇吸附体;和第二杂质吸附装置(40),将经过第一杂质吸附装置(30)后的碘化钾溶液中残留的硼吸附于硼选择吸附树脂。



1. 一种偏光板制造废液的处理方法,其特征在于:
其为从偏光板制造废液中回收碘化钾的偏光板制造废液的处理方法,该方法包括:
第一处理工序,其对将偏光板制造废液浓缩后进行晶析而生成的析出物进行固液分离,生成减少了包含硼和聚乙烯醇的杂质的碘化钾溶液;
第一杂质吸附工序,其使所得到的碘化钾溶液中残留的聚乙烯醇吸附于聚乙烯醇吸附体;和
第二杂质吸附工序,其使经过所述第一杂质吸附工序后的碘化钾溶液中残留的硼吸附于硼选择吸附树脂。
2. 如权利要求1所述的偏光板制造废液的处理方法,其特征在于:
在所述第一处理工序与所述第一杂质吸附工序之间包括进一步减少所述第一处理工序中得到的碘化钾溶液的所述杂质的第二处理工序。
3. 如权利要求2所述的偏光板制造废液的处理方法,其特征在于:
所述第二处理工序包括:
将所述第一处理工序中得到的碘化钾溶液进一步浓缩而使碘化钾结晶析出的工序;
将析出的碘化钾结晶进行固液分离的工序;
将固液分离后的碘化钾结晶进行清洗,回收除去杂质后的碘化钾结晶的工序;和
将回收的碘化钾结晶溶解在溶剂中生成碘化钾溶液的工序。
4. 如权利要求3所述的偏光板制造废液的处理方法,其特征在于,还包括:
对通过由于碘化钾结晶的溶解所发生的吸热反应使饱和溶解度降低而析出的杂质进行过滤的工序。
5. 如权利要求2所述的偏光板制造废液的处理方法,其特征在于:
所述第二处理工序包括除去硼酸钙的沉淀物的工序,所述硼酸钙的沉淀物是通过使碘化钾溶液所含的硼与钙离子反应而生成的。
6. 如权利要求5所述的偏光板制造废液的处理方法,其特征在于:
所述第二处理工序还包括除去碳酸钙的沉淀物的工序,所述碳酸钙的沉淀物是通过使碘化钾溶液中残留的钙离子与碳酸根离子反应而生成的。
7. 如权利要求1~6中任一项所述的偏光板制造废液的处理方法,其特征在于:
进行所述第一杂质吸附工序的碘化钾溶液中,硼的浓度为100~1000mg/L,聚乙烯醇的浓度以TOC换算计为100~500mg/L。
8. 一种偏光板制造废液的处理装置,其特征在于:
其为从偏光板制造废液中回收碘化钾的偏光板制造废液的处理装置,该装置包括:
第一处理装置,其对将偏光板制造废液浓缩后进行晶析而生成的析出物进行固液分离,生成减少了包含硼和聚乙烯醇的杂质的碘化钾溶液;
第一杂质吸附装置,其使所得到的碘化钾溶液中残留的聚乙烯醇吸附于聚乙烯醇吸附体;和
第二杂质吸附装置,其使经过所述第一杂质吸附装置后的碘化钾溶液中残留的硼吸附于硼选择吸附树脂。
9. 如权利要求8所述的偏光板制造废液的处理装置,其特征在于,包括:
进一步减少所述第一处理装置中得到的碘化钾溶液的所述杂质的第二处理装置。

偏光板制造废液的处理方法和处理装置

技术领域

[0001] 本发明涉及偏光板制造废液的处理方法和处理装置,更详细而言,涉及从偏光板的制造工序所产生的废液中回收碘化钾的偏光板制造废液的处理方法和处理装置。

背景技术

[0002] 在液晶显示器等所使用的偏光板的制造工序中产生的废液中,含有碘、硼、钾等无机物成分、聚乙烯醇(PVA)等有机物成分,以往研究了这种废液的处理方法。

[0003] 例如,专利文献1公开了包括如下工序的偏光板制造废液处理方法:将偏光板制造废液蒸发浓缩,生成包含硼酸和聚乙烯醇的析出物的浓缩工序;将蒸发浓缩后的偏光板制造废液进行冷却晶析的冷却晶析工序;回收将析出物进行固液分离后的滤液的固液分离工序。

[0004] 现有技术文献

[0005] 专利文献

[0006] 专利文献1:日本特开2017-209607号公报

发明内容

[0007] 发明要解决的技术问题

[0008] 通过上述偏光板制造废液的处理方法,虽然能够除去偏光板制造废液所含的大部分硼、PVA等杂质,但在回收的碘化钾溶液中略微残留杂质,因此在提高碘化钾溶液的品质上还有进一步改良的余地。

[0009] 于是,本发明的目的在于提供一种能够从偏光板制造废液中高效地回收高品质的碘化钾溶液的偏光板制造废液的处理方法和处理装置。

[0010] 用于解决技术问题的技术方案

[0011] 本发明的上述目的通过如下偏光板制造废液的处理方法来实现,其为从偏光板制造废液中回收碘化钾的偏光板制造废液的处理方法,该方法包括:第一处理工序,其对将偏光板制造废液浓缩后进行晶析而生成的析出物进行固液分离,生成减少了包含硼和聚乙烯醇的杂质的碘化钾溶液;第一杂质吸附工序,其使所得到的碘化钾溶液中残留的聚乙烯醇吸附于聚乙烯醇吸附体;第二杂质吸附工序,其使经过上述第一杂质吸附工序后的碘化钾溶液中残留的硼吸附于硼选择吸附树脂。

[0012] 该偏光板制造废液的处理方法优选在上述第一处理工序与上述第一杂质吸附工序之间包括第二处理工序,该第二处理工序进一步减少上述第一处理工序中得到的碘化钾溶液的上述杂质。

[0013] 上述第二处理工序可以包括:将上述第一处理工序中得到的碘化钾溶液进一步浓缩而使碘化钾结晶析出的工序;将析出的碘化钾结晶进行固液分离的工序;将固液分离后的碘化钾结晶进行清洗,回收除去杂质后的碘化钾结晶的工序;将回收的碘化钾结晶溶解在溶剂中生成碘化钾溶液的工序。这种情况下,优选还包括对通过由于碘化钾结晶的溶解

所发生的吸热反应使溶剂中的饱和溶解度降低而析出的杂质进行过滤的工序。

[0014] 或者,上述第二处理工序可以包括除去硼酸钙的沉淀物的工序,该硼酸钙的沉淀物是通过使碘化钾溶液所含的硼与钙离子反应而生成的。这种情况下,上述第二处理工序优选还包括除去碳酸钙的沉淀物的工序,该碳酸钙的沉淀物是通过使碘化钾溶液中残留的钙离子与碳酸根离子反应而生成的。

[0015] 进行上述第一杂质吸附工序的碘化钾溶液中,优选硼的浓度为100~1000mg/L,优选聚乙烯醇的浓度以TOC换算计为100~500mg/L。

[0016] 另外,本发明的上述目的通过如下的偏光板制造废液的处理装置来实现,其为从偏光板制造废液中回收碘化钾的偏光板制造废液的处理装置,该处理装置包括:第一处理装置,其对将偏光板制造废液浓缩后进行晶析而生成的析出物进行固液分离,生成减少了包含硼和聚乙烯醇的杂质的碘化钾溶液;第一杂质吸附装置,其使所得到的碘化钾溶液中残留的聚乙烯醇吸附于聚乙烯醇吸附体;和第二杂质吸附装置,其使经过上述第一杂质吸附装置后的碘化钾溶液中残留的硼吸附于硼选择吸附树脂。该偏光板制造废液的处理装置优选具有第二处理装置,该第二处理装置进一步减少上述第一处理装置中得到的碘化钾溶液的上述杂质。

[0017] 发明的效果

[0018] 根据本发明,能够提供能够从偏光板制造废液中高效地回收高品质的碘化钾溶液的偏光板制造废液的处理方法和处理装置。

附图说明

[0019] 图1是本发明的一个实施方式涉及的偏光板制造废液的处理装置的框图。

[0020] 图2是本发明的其它实施方式涉及的偏光板制造废液的处理装置的框图。

[0021] 图3是本发明的另一其他实施方式涉及的偏光板制造废液的处理装置的框图。

[0022] 符号说明

[0023] 1:偏光板制造废液的处理装置;10:第一处理装置;11:蒸发浓缩装置;12:冷却晶析装置;13:第一固液分离装置;20:第二处理装置;21:蒸发晶析装置;22:第二固液分离装置;23:溶解罐;30:第一杂质吸附装置;40:第二杂质吸附装置;50:第一过滤器装置;52:第二过滤器装置;54:第三过滤器装置;120:第二处理装置;121:第一反应装置;122:第二反应装置。

具体实施方式

[0024] 以下,参照附图对本发明的一个实施方式进行说明。图1是本发明的一个实施方式涉及的偏光板制造废液的处理装置的框图。如图1所示,偏光板制造废液的处理装置1包括第一处理装置10、第一杂质吸附装置30和第二杂质吸附装置40,还包括第一过滤器装置50、第二过滤器装置52和第三过滤器装置54。该偏光板制造废液的处理装置1对在液晶显示器等所使用的偏光板的制造工序中生成的偏光板制造废液进行处理。在偏光板的制造工序中,一般而言,将包含聚乙烯醇(PVA)的膜浸渍在碘化钾(KI)溶液后,在硼酸(H_3BO_3)水溶液中延伸,经过水洗和干燥,制造偏光板。因此,偏光板制造废液中包含PVA,还主要以离子的状态包含KI、硼酸等。

[0025] 第一处理装置10包括蒸发浓缩装置11、冷却晶析装置12和第一固液分离装置13,通过除去偏光板制造废液所含的大部分的硼、PVA等,生成减少了包含硼和PVA的杂质的KI溶液。

[0026] 蒸发浓缩装置11对偏光板制造废液进行蒸发浓缩。由此,偏光板制造废液所含的大部分的硼酸和PVA由于成为过饱和条件而成为污泥(sludge),包含它们的析出物在偏光板制造废液中生成。析出物中可以包含除硼酸和PVA以外的杂质。关于蒸发浓缩装置11的构成,只要能够将偏光板制造废液浓缩就没有特别限定,例如可以列举热泵式、喷射驱动式、蒸汽式、闪蒸式等公知的蒸发浓缩装置,可以将这些使用一种或两种以上而构成。例如,可以将热泵型的浓缩装置配置在前段,将对在该装置生成的偏光板制造废液的浓缩液进一步进行蒸发浓缩的闪蒸式浓缩装置配置在后段,构成蒸发浓缩装置11。

[0027] 冷却晶析装置12通过将偏光板制造废液所含的硼酸晶析,从偏光板制造废液中进一步生成析出物。关于冷却晶析装置12的构成,例如可以列举套管式、真空式等公知的构成,优选将偏光板制造废液冷却至45℃以下(例如40~45℃),更优选冷却至常温(作为具体例,30℃以下)。关于偏光板制造废液的晶析方法,为了得到硼酸等杂质的良好的减少效果,优选如本实施方式这样的利用冷却晶析装置12的冷却晶析,但也可以是使结晶析出的其它操作。

[0028] 第一固液分离装置13将偏光板制造废液中的析出物固液分离。关于第一固液分离装置13的构成,例如可以列举加压过滤(压滤机)、真空过滤、离心过滤等的各种过滤装置、以及如倾析器型这样的离心分离装置等公知的构成。

[0029] 第一杂质吸附装置30具有聚乙烯醇吸附体(PVA吸附体),使从第一处理装置10供给的KI溶液通过PVA吸附体,由此,吸附除去微量残留在KI溶液中的PVA。PVA吸附体只要是能够在表面吸附PVA的固体状的吸附体,就没有特别限定,可以优选例示粒状、纤维状等的活性炭过滤器,也可以使用氧化钛等。

[0030] 第二杂质吸附装置40具有填充有硼选择吸附树脂的吸附塔,使通过第一杂质吸附装置30后的KI溶液通过吸附塔,由此,吸附除去作为硼酸微量残留在KI溶液中的硼。硼选择吸附树脂只要是能够选择性吸附硼的吸附树脂,就没有特别限定,可以使用公知的阴离子交换树脂(例如,氢氧化铯/乙烯乙烯基醇共聚物、微孔型苯乙烯系·甲基葡糖胺官能团等)。

[0031] 第一过滤器装置50、第二过滤器装置52和第三过滤器装置54均具有陶瓷膜过滤器、筒式过滤器等过滤器,分别配置在第一处理装置10与第一杂质吸附装置30之间、第一杂质吸附装置30与第二杂质吸附装置40之间、以及第二杂质吸附装置40的后段。第一过滤器装置50通过过滤从第一处理装置10供给的KI溶液来除去杂质。第二过滤器装置52对通过第一杂质吸附装置30后的KI溶液进行过滤,由此,除去有可能混入KI溶液中的SS成分(例如,活性炭的碎片等)。第三过滤器装置54对通过第二杂质吸附装置40后的KI溶液进行过滤,由此,除去有可能混入KI溶液中的SS成分(例如,硼选择吸附树脂的碎片等)。

[0032] 接下来,说明使用上述偏光板制造废液的处理装置1的偏光板制造废液的处理方法。

[0033] 首先,将偏光板制造废液供给第一处理装置10。偏光板制造废液的pH处于3.5~8.0的范围,由于含有硼酸溶液,通常为酸性,但也可以是中性附近的偏光板制造废液。或

者,可以通过将氢氧化钠、氢氧化钾等pH调节剂添加至偏光板制造废液,将偏光板制造废液的pH调整为碱性(例如为8.5~11,优选为8.5~9.5)。

[0034] 在第一处理装置10中,利用蒸发浓缩装置11将偏光板制造废液浓缩后,通过冷却晶析装置12冷却,从而进行冷却晶析。在由蒸发浓缩装置11浓缩的偏光板制造废液的pH被调整为碱性的情况下,优选将浓缩废液的pH维持在碱性并进行冷却晶析。然后,利用第一固液分离装置13除去析出物。如此,利用第一处理装置10进行第一处理工序,生成减少了包含硼和PVA的杂质的KI溶液。

[0035] 通过第一处理工序分离的析出物是以硼酸为主体的结晶,包含PVA。关于硼酸主体结晶,例如可以通过利用蒸发浓缩装置11中生成的冷凝水等进行清洗后回收,从而在例如半导体或LED等的制造工序中进行再利用。析出物中除硼酸和PVA以外还包含若干的KI结晶,因此,也可以将清洗后的清洗废液导入后述的其它实施方式的蒸发晶析装置21(参照图2)。第一处理工序中的晶析也可以反复进行至析出KI结晶为止,能够通过固液分离除去包含杂质的析出物。

[0036] 在第一杂质吸附装置30中,进行第一杂质吸附工序,该第一杂质吸附工序利用PVA吸附体吸附除去微量残留在第一处理工序中得到的KI溶液中的PVA。然后,在第二杂质吸附装置40中,进行第二杂质吸附工序,该第二杂质吸附工序利用硼选择吸附树脂吸附除去微量残留在经过第一杂质吸附工序后的KI溶液中的硼。如此,微量包含于KI溶液的PVA和硼,分别通过第一杂质吸附工序和第二杂质吸附工序除去,因此,能够从偏光板制造废液回收高品质的碘化钾溶液。

[0037] 根据由本发明人进行的KI溶液的高浓度试验已明确,当KI溶液的浓度为饱和浓度或接近饱和浓度的浓度(例如约55%)时,由于KI溶液所含的PVA阻碍利用硼选择吸附树脂吸附硼,因而无法充分吸附硼。于是,在本实施方式中,在通过第一杂质吸附工序除去KI溶液中的PVA之后,通过第二杂质吸附工序除去KI溶液中的硼,由此,即使是如上所述的高浓度的KI溶液,也能够可靠地除去硼。

[0038] 通过第一杂质吸附装置30和第二杂质吸附装置40的KI溶液,由于利用第一处理装置10充分减少了硼和PVA,因此,能够大幅度减少硼选择吸附树脂以及PVA吸附体的再生负荷,能够高效地回收高品质的碘化钾溶液。

[0039] 以上,对本发明的一个实施方式进行了详细阐述,在因为原偏光板制造废液所含的杂质量较多等理由,通过第一处理装置10无法充分减少包含硼和PVA的杂质的情况下,也可以在第一处理装置10的后段设置第二处理装置,在第一处理工序与第一杂质吸附工序之间进行进一步减少碘化钾溶液的杂质的第二处理工序。第二处理装置的构成没有特别限定,可以优选例示图2和图3所示的构成。在图2和图3中,对于与图1同样的构成部分标上相同符号。

[0040] 图2是本发明的其它实施方式涉及的偏光板制造废液的处理装置的框图。图2所示的偏光板制造废液的处理装置1'是在图1所示的偏光板制造废液的处理装置1中,在第一处理装置10与第一过滤器50之间配置了第二处理装置20的装置,对于除第二处理装置20以外的构成,与图1所示的偏光板制造废液的处理装置1同样。

[0041] 第二处理装置20包括蒸发晶析装置21、第二固液分离装置22和溶解罐23。蒸发晶析装置21和第二固液分离装置22的构成没有特别限定,例如,可以设为与第一处理装置10

的蒸发浓缩装置11和第一固液分离装置13分别同样的构成。本实施方式中,作为蒸发晶析装置21使用闪蒸式的蒸发装置。

[0042] 蒸发晶析装置21通过将利用第一处理装置10浓缩后的KI溶液蒸发而使KI过饱和,从而生成包含KI结晶的析出物。可以伴随蒸发晶析的进行,向KI溶液添加KOH等来进行pH调整。第二固液分离装置22对蒸发晶析装置21中生成的析出物进行固液分离后进行回收。

[0043] 通过第一处理工序减少KI溶液所含的硼酸和PVA的浓度,因此,利用蒸发晶析装置21生成的析出物是以KI为主体的结晶。但是,如果为了提高KI的收率而提高浓缩倍率,则容易在回收时成为问题的PVA混入量也增加。对此,通过在第二固液分离装置22内对KI结晶进行清洗,除去附着在KI结晶的杂质。

[0044] 关于用于清洗KI结晶的清洗液,虽然也可以利用例如在蒸发浓缩装置11中生成的冷凝水,但是,因KI的溶解度高,由溶解引起的损失变大。因此,为了减少由溶解引起的损失,优选利用已回收的KI的一部分等,生成KI的饱和溶液,利用该KI饱和溶液清洗KI结晶。KI饱和溶液的浓度不必是饱和浓度,为接近于饱和浓度的高浓度即可。通过利用高浓度的KI溶液进行清洗,能够高效地除去PVA,能够利用过滤器等对PVA的混入少的KI结晶进行固液分离后进行回收。清洗液可以贮藏在罐等进行循环利用。

[0045] 回收的KI结晶在溶解罐23中溶解于水等溶剂,由此生成减少了杂质的KI溶液。在作为溶剂使用水的情况下,KI结晶在水中的溶解为吸热反应,例如,在20℃的水中以成为55%溶液的方式溶解KI结晶时,KI溶液的温度成为约-5℃。由于回收的KI结晶中含有硼、PVA等杂质,因此通过以高浓度溶解KI结晶的溶剂的温度降低,杂质(主要是PVA)的饱和和溶解度降低,析出一部分或大部分的杂质。利用第一过滤器装置50过滤该析出物。

[0046] 这样,通过对回收的KI结晶进行清洗,能够减少主要附着在KI结晶表面的杂质,并且,利用通过KI结晶的溶解所发生的吸热反应,能够使掺在KI结晶中的PVA析出并除去,因此,能够生成充分减少了PVA的KI溶液。因此,能够减少第一杂质吸附装置30具有的PVA吸附体的负荷。

[0047] 图3为本发明的另一其他实施方式涉及的偏光板制造废液的处理装置的框图。图3所示的偏光板制造废液的处理装置1”是在图1所示的偏光板制造废液的处理装置1中,在第一处置装置10与第一过滤器50之间配置了第二处理装置120的装置,对于除第二处理装置120以外的构成,与图1所示的偏光板制造废液的处理装置1同样。

[0048] 图3所示的第二处理装置120包括:第一反应装置121,其向在第一处理装置10中减少杂质后的KI溶液供给钙离子并除去所生成的沉淀物;和第二反应装置122,其向经过第一反应装置121后的KI溶液供给碳酸根离子并除去所生成的沉淀物。

[0049] 第一反应装置121通过添加氢氧化钙使微量残留于KI溶液的硼与钙离子反应而生成硼酸钙的沉淀物,利用过滤器等除去该沉淀物,由此,进一步减少KI溶液所含的硼。供给至第一反应装置121的KI溶液通过第一处理工序被浓缩,因此,也可以通过在供给氢氧化钙之前添加蒸留水等,将KI溶液的浓度稀释为适当的浓度(例如15~30%)。

[0050] 第二反应装置122向经过第一反应装置121后的KI溶液供给碳酸根离子。因此,残留于KI溶液的钙离子与碳酸根离子反应生成碳酸钙的沉淀物,利用过滤器等除去该沉淀物,由此,能够从KI溶液除去钙离子。供给碳酸根离子可抑制KI溶液中的杂质增加,因此,优选通过添加碳酸钾或二氧化碳来进行。这样,进行利用第二处理装置120的第二处理工序,

能够进一步减少KI溶液的杂质。

[0051] 在图1至图3的构成中,导入第一杂质吸附装置30的KI溶液的硼和PVA的浓度没有特别限定,但是,过高时,硼选择吸附树脂、PVA吸附体的交换或再生的频率变高,从实用的角度来说难以使用。具体而言,硼浓度优选为100~1000mg/L,聚乙烯醇的浓度以TOC换算计优选为100~500mg/L。KI溶液的硼浓度和PVA浓度通过之后的第一杂质吸附工序和第二杂质吸附工序可以最终减少至数mg/L。

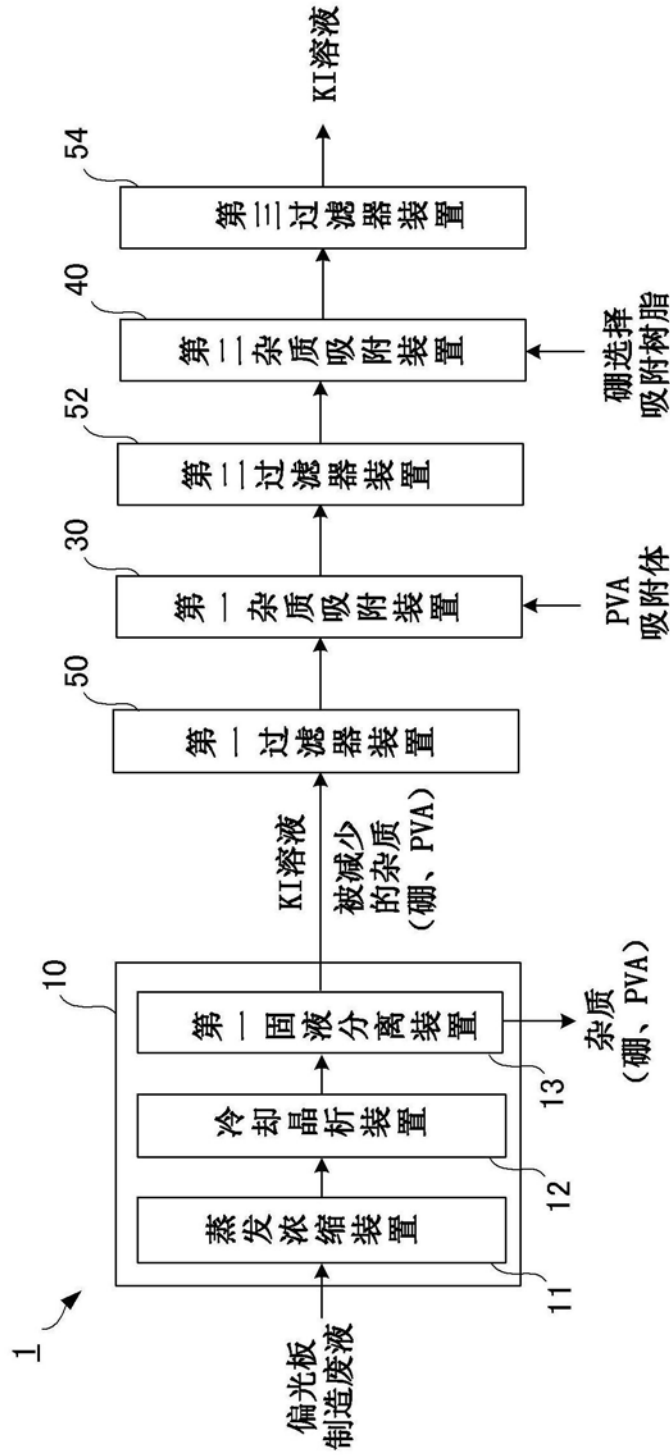


图1

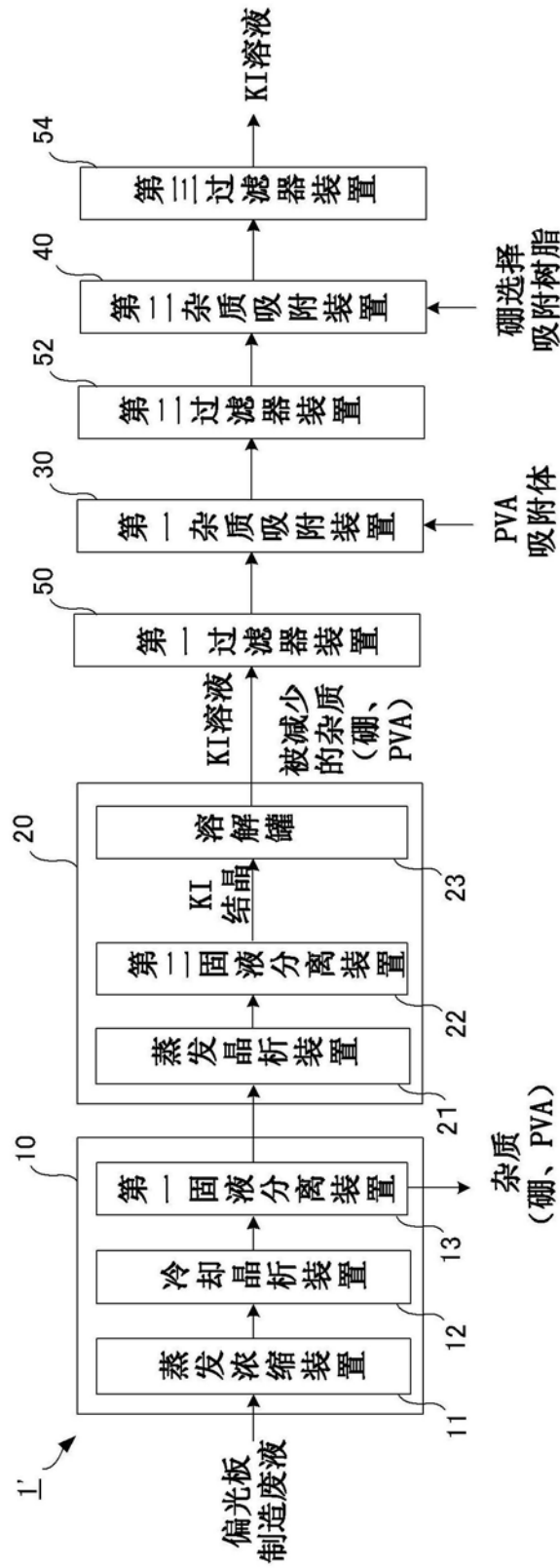


图2

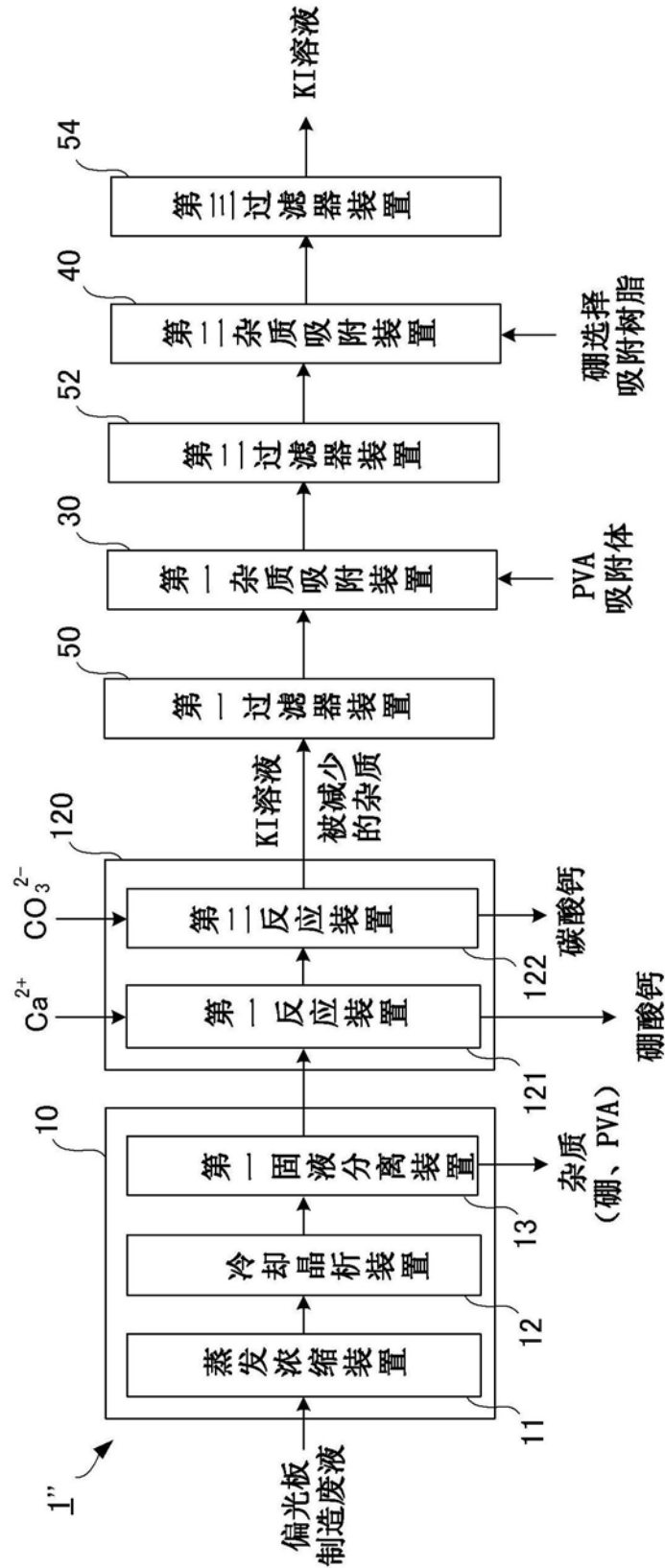


图3