

# H106

## 塩効果を用いた混酸廃液からの酸の蒸留再生プロセスの開発

(関西大・環境都市工) ○ (正) 山本 秀樹\*・(学) 町野 将宏・(学) 大村 健志郎  
(電硝エンジニアリング) 大久保 一郎・住母家 岩夫

### 1. 緒言

電子半導体工業や金属加工工業などの分野において、フッ酸、硝酸および塩酸などの混酸溶液が洗浄液や表面処理液として利用されている。その結果多量の混酸廃液が排出されており、混酸廃液の再生利用技術が求められている。本研究では、気液平衡における塩効果を利用した多成分系混酸廃液の蒸留分離の基礎実験を行ってきた。本研究では、フッ酸-塩酸2成分系混酸廃液の蒸留プロセスについて検討を行った。

### 2. 実験装置および実験方法

#### 2.1 気液平衡における塩効果

本研究における塩酸-水-塩系の気液平衡測定には、オスマー型気液平衡測定装置、フッ酸-水-塩系の気液平衡測定には、Perfluoro alkyl vinyl ether (以下 PFA) を材質とした気液平衡測定装置を試作したものをを用いた。低濃度域で気液平衡データが得られるように調製した混合溶液に、指定濃度となるよう塩を添加して試料溶液とした。試料溶液を加熱スチルへ仕込み、カートリッジヒーターおよびマントルヒーターにより加熱した。平衡後、液相および気相サンプルを採取し、電位差自動滴定装置(京都電子工業(株) AT-510)を用いて塩酸濃度を測定し、イオンクロマトグラフ((株) 日本ダイオネクス ICS-1000 以下 IC)を用いてフッ素イオン濃度の測定を行い、組成を決定した。

#### 2.2 フッ酸-塩酸系実混酸廃液の蒸留再生プロセス

本研究ではフッ酸-塩酸系実混酸廃液の資源再生技術の開発を目的として、塩効果を利用した蒸留再生プロセスについて検討を行った。本研究における蒸留実験は、試作した PFA 製単蒸留装置を用いて単蒸留を行った。フッ酸-塩酸系実混酸廃液 1000g を仕込み液とした。加熱温度は装置の材質を考慮して 200°C に、冷却水温度は 5°C に設定した。留出液は所定量ずつ数回に分けて採取し、留出液および缶出液中のフッ酸および塩酸濃度は IC により定量した。また、廃液、留出液中の金属イオンの定性・定量分析は ICP 発光分析装置((株)島津製作所 ICPS-7510)を用いて行った。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 気液平衡における塩効果

本研究において、LiNO<sub>3</sub> は塩酸-水系の気液平衡では塩析効果を示し、フッ酸-水系の気液平衡では塩入効果を示した。LiNO<sub>3</sub> はフッ酸と塩酸の分離再生において有効な塩の一つであると考えられる。

#### 3.2 フッ酸-塩酸系実混酸廃液の蒸留再生プロセス

本研究では、フッ酸-塩酸系混酸廃液を用いて実験を行った。本研究において検討した蒸留再生プロセスを Fig.1 に示す。本プロセスは3段階であり、1段階目で廃液中に含まれる金属イオンおよび混酸を分離し、2段階目で LiNO<sub>3</sub> による塩効果を利用した蒸留により塩酸に富む留出液を、3段階目で通常の蒸留によりフッ酸に富む留出液を回収するものである。本プロセスにより回収できた留出液の濃度および収率を図中に示す。1段階目の通常の単蒸留は留出率 62.5% となるまで継続した。留出液(D<sub>1</sub>)中の金属イオン濃度は、ほとんど検出されず、特に鉄イオンは完全に除去することが可能であった。2段階目では、LiNO<sub>3</sub> による塩効果を利用した単蒸留を行った。塩濃度は 10wt% とし、留出率は 63.7% とした。2段階目の蒸留曲線を Fig.2 に示す。LiNO<sub>3</sub> を添加したことによってフッ酸の留出を抑制でき、塩酸に富む留出液(D<sub>2</sub>)を回収することが可能であった。3段階目の通常の単蒸留は留出率 68.1% となるまで継続し、フッ酸に富む留出液(D<sub>3</sub>)を回収することが可能であった。

\*E-mail : [yhideki@kansai-u.ac.jp](mailto:yhideki@kansai-u.ac.jp) Tel : 06-6368-0972

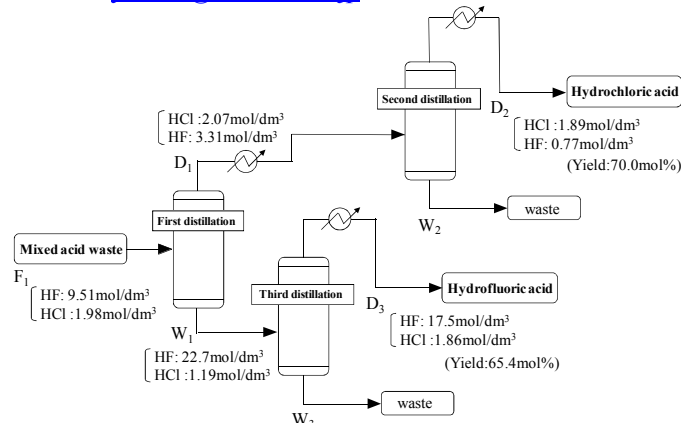


Fig.1 Separation process flow diagram of Hydrofluoric acid-Hydrochloric acid mixed acid waste

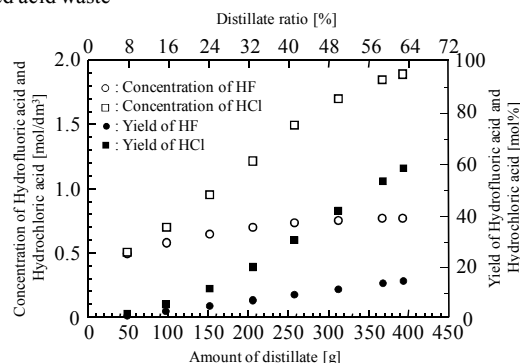


Fig.2 Simple distillation curve of second process (salt effect distillation)