



中华人民共和国国家标准

GB/T 39299—2020

液晶面板制造稀释废液回收再利用方法

Methods for disposing reused thinner waste in the production of TFT-LCD

2020-11-19 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1 — 2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国废弃化学品处置标准化技术委员会(SAC/TC 294)归口。

本标准起草单位：杭州格林达电子材料股份有限公司、深圳市深投环保科技有限公司、浙江申联环保集团有限公司、石狮市蓝新环保科技有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、重庆盛清水处理科技有限公司、嘉善绿野环保材料厂。

本标准主要起草人：尹云舰、温炎燊、王治军、陈嘉宾、弓创周、王明冬、俞明华、陈玉英、刘培植、安晓英、丁灵、邢攸美、李盈盈、王志巍。



液晶面板制造稀释废液回收再利用方法

1 范围

本标准规定了液晶面板制造稀释废液的组成、回收再利用方法及环境保护要求。
本标准适用于薄膜晶体管液晶显示器(TFT-LCD)面板生产线稀释废液的回收再利用。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB 8978 污水综合排放标准
- GB 16297 大气污染物综合排放标准

3 组成

液晶面板制造稀释废液主要含有有机溶剂以及光阻、颗粒、金属元素、水分等杂质,有机溶剂一般含有丙二醇甲醚、丙二醇甲醚乙酸酯、乙酸丁酯等。

4 回收再利用方法

4.1 方法提要

利用液晶面板制造稀释废液中各有机物沸点的差异性,采用减压蒸馏、真空精馏工艺对稀释废液进行处理,再经除杂纯化工艺后,按照液晶面板制造不同生产线工艺要求进行复配,得到符合液晶面板制造条件的稀释液。

4.2 工艺流程

4.2.1 工艺流程图

液晶面板制造稀释废液回收再利用工艺流程见图 1。



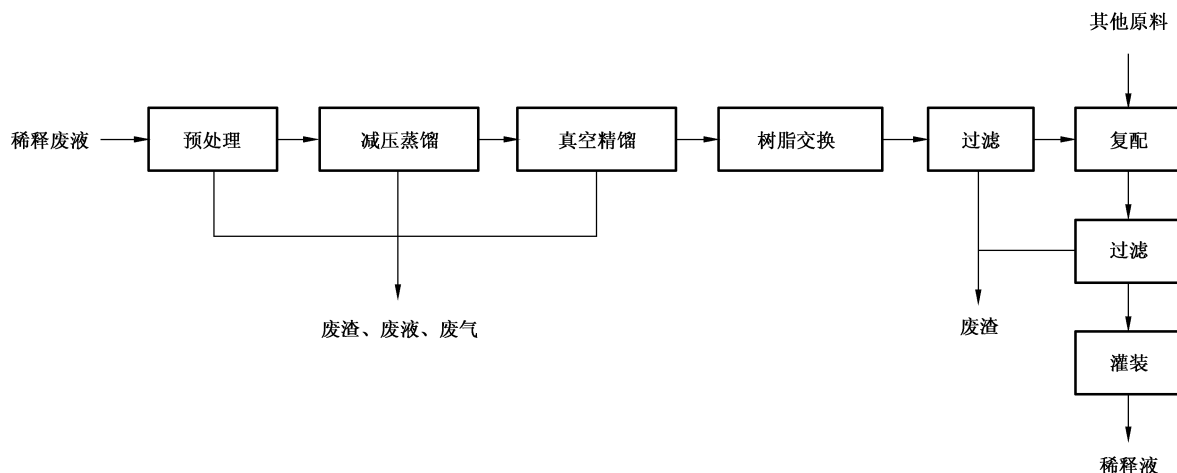


图 1 稀释废液回收再利用工艺流程

4.2.2 预处理

根据液晶面板制造稀释废液的实际特性进行脱水和初级过滤预处理。先经过脱水装置除水(可选用脱水剂或无机渗透汽化膜分离技术),再经过滤除去废液中机械杂质,得到预处理后溶液。

4.2.3 减压蒸馏

经预处理后溶液进入蒸馏釜,控制蒸馏的温度、绝对压力、回流比等工艺参数,进行减压蒸馏,除去预处理后残留水分等低沸点杂质。

4.2.4 真空精馏

经蒸馏后的溶液进入精馏单元的蒸馏釜,加料至 40%~50% 液位时,打开蒸汽调节阀进行缓慢升温,进入精馏塔,打开回流,全回流 1 h~2 h 后,开启给料泵,进行连续给料,控制合适的回流比,保持进料与采出平衡,精馏过程严格控制精馏的温度、绝对压力、回流比等工艺参数,进行真空精馏,最终得到有效馏分,除去光阻等高沸点杂质。

4.2.5 树脂交换

精馏后的馏分进入离子树脂塔进行树脂交换除杂,除去金属离子后,再通过过滤装置除去颗粒等杂质。

4.2.6 复配及灌装

根据不同液晶面板制造生产线需求,经树脂交换除杂后,再加入其他原料,在复配反应釜中进行复配调制,再经过滤除杂、灌装,得到液晶面板制造稀释液产品。

4.3 主要设备

储罐、蒸馏釜、精馏塔、树脂塔、过滤设备、复配反应釜、灌装设备等。

4.4 控制条件

液晶面板制造稀释废液回收再利用工艺参数如下:

- 预处理工序:脱水剂加入量不超过稀释废液质量的 10%;
- 蒸馏工序:蒸馏温度 40℃~60℃,绝对压力 0.005 MPa~0.02 MPa,回流比(1~3):1;
- 精馏工序:精馏温度 60℃~120℃,绝对压力 0.005 MPa~0.02 MPa,回流比(2~5):1;
- 树脂交换工序:常温、常压。

4.5 处理结果

液晶面板制造稀释废液经回收再利用得到的稀释液产品应符合液晶面板生产使用要求,具体性能要求见表 1,分析方法参见附录 A。

表 1 性能要求

项目	指标
有效组分 $w/\%$	≥ 99.5
色度/Hazen	≤ 10
水分 $w/\%$	≤ 0.05
锂(Li)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	≤ 5
钠(Na)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	≤ 10
镁(Mg)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	≤ 5
铝(Al)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	≤ 5
钾(K)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	≤ 5
钙(Ca)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	≤ 5
铬(Cr)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	≤ 5
锰(Mn)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	≤ 5
铁(Fe)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	≤ 10
钴(Co)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	≤ 5
镍(Ni)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	≤ 5
铜(Cu)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	≤ 5
锌(Zn)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	≤ 5
钼(Mo)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	≤ 5
银(Ag)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	≤ 5
镉(Cd)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	≤ 5
铅(Pb)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	≤ 5
颗粒($\geq 0.5\ \mu\text{m}$)/(个/mL)	≤ 100

5 环境保护要求

5.1 废水

在液晶面板制造稀释废液回收再利用的过程中产生的废水,经综合处理后,能循环使用的送至生产工艺,不能循环使用的废水,经过处理后排放,排放应符合 GB 8978 的要求。

5.2 废气

在液晶面板制造稀释废液回收再利用的过程中产生的废气,应采用专业的废气处理设施进行处理,排放应符合 GB 16297 的要求。

5.3 废渣

在液晶面板制造稀释废液回收再利用的过程中产生的废渣,按照国家危险废物名录规定属于危险废物,应按危险废物处理。



附 录 A
(资料性附录)
分 析 方 法

A.1 有效组分含量的测定

A.1.1 原理

试样通过微量注射器注入,被载气带入色谱柱,使各组分得到分离。用火焰离子化检测器进行检测。采用外标法计算丙二醇甲醚、丙二醇甲醚乙酸酯、乙酸丁酯的含量,各组分之和即为有效组分的含量。

A.1.2 试剂或材料

- A.1.2.1 氮气:纯度不小于 99.99%。
- A.1.2.2 氢气:纯度不小于 99.99%。
- A.1.2.3 空气:经硅胶或 5A 分子筛干燥和净化。
- A.1.2.4 标准试剂:标准试剂供配制校准混合物用,包括:丙二醇甲醚、丙二醇甲醚乙酸酯、乙酸丁酯,根据回收废液组分确定。试剂纯度不低于 99%(质量分数)。

A.1.3 仪器设备

- A.1.3.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器(FID),灵敏度和稳定性参见 GB/T 9722—2006 中有关规定。
- A.1.3.2 色谱数据处理机或工作站。
- A.1.3.3 微量注射器:1 μ L 或自动进样装置。

A.1.4 色谱柱及典型操作条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 A.1,色谱柱操作条件根据产品特性设置合适的色谱操作条件,进行定性和定量分析。其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件也可使用。

表 A.1 色谱柱和色谱操作条件

色谱柱	对苯二甲酸改性的聚乙二醇交联柱-FFAP 毛细管柱
柱长 \times 柱内径 \times 液膜厚度	60 m \times 0.32 mm \times 0.25 μ m
柱箱温度/ $^{\circ}$ C	初始温度 100 $^{\circ}$ C,保持 2 min,升温速率 20 $^{\circ}$ C/min,到 220 $^{\circ}$ C 保持 10 min
气化室温度/ $^{\circ}$ C	280
检测器温度/ $^{\circ}$ C	300
载气(氮气)流量/(mL/min)	1.6
分流比	39 : 1
进样量/ μ L	0.5

A.1.5 试验步骤

A.1.5.1 调整仪器

根据仪器说明书,调节仪器至表 A.1 所示的操作条件,待仪器稳定后即可进行测定。

A.1.5.2 标样配制

根据回收废液的有效组分,用称重法配制含有丙二醇甲醚或丙二醇甲醚乙酸酯或乙酸丁酯的校准混合物,称准至 0.001 g,配制的丙二醇甲醚、丙二醇甲醚乙酸酯、乙酸丁酯含量应与待测试样相近。

标样中丙二醇甲醚或丙二醇甲醚乙酸酯或乙酸丁酯的含量以质量分数 w_i 计,按式(A.1)计算:

$$w_i = \frac{m_i}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m_i ——标样中丙二醇甲醚或丙二醇甲醚乙酸酯或乙酸丁酯质量的数值,单位为克(g);

m ——标样质量的数值,单位为克(g)。

A.1.5.3 试验

A.1.5.3.1 校正

每次试样分析前后,都要用标样(见 A.1.5.2)进行外标校正。

用微量注射器,在规定的色谱条件下,注入一定量所配制的标样,重复测定三次,以获得相应的峰面积,作为定量计算的标准。

A.1.5.3.2 试样测定

用微量注射器准确抽取与外标校正(见 A.1.5.3.1)体积相同的试样注入色谱柱,并将测定的各色谱峰面积与相应的外标峰面积进行比较。

A.1.5.4 试验数据处理

试样中丙二醇甲醚或丙二醇甲醚乙酸酯或乙酸丁酯含量的含量以质量分数 w'_i 计,按式(A.2)计算:

$$w'_i = \frac{A_i}{A_g} \times w_i \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

A_i ——试样中丙二醇甲醚或丙二醇甲醚乙酸酯或乙酸丁酯的峰面积的数值;

A_g ——标样中丙二醇甲醚或丙二醇甲醚乙酸酯或乙酸丁酯的峰面积的数值;

w_i ——标样中丙二醇甲醚或丙二醇甲醚乙酸酯或乙酸丁酯的质量分数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03%。

A.2 色度的测定

参见 GB/T 3143 进行测定。

A.3 水分含量的测定

参见 GB/T 6283—2008 中第 8 章进行测定。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.005%。

A.4 金属离子含量的测定

参见 SJ/T 11637 进行测定。

A.5 颗粒的测定

参见 SJ/T 11638 进行测定。



参 考 文 献

- [1] GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)
 - [2] GB/T 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)
 - [3] GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则
 - [4] SJ/T 11637 电子化学品 电感耦合等离子体质谱法通则
 - [5] SJ/T 11638 电子化学品中颗粒的测试方法
-

