

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6105053号
(P6105053)

(45) 発行日 平成29年3月29日(2017.3.29)

(24) 登録日 平成29年3月10日(2017.3.10)

(51) Int.Cl.

F I

C 2 2 B 59/00 (2006.01)

C 2 2 B 59/00

C 2 2 B 3/04 (2006.01)

C 2 2 B 3/04

請求項の数 9 (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願2015-509264 (P2015-509264)
 (86) (22) 出願日 平成25年5月3日(2013.5.3)
 (65) 公表番号 特表2015-519474 (P2015-519474A)
 (43) 公表日 平成27年7月9日(2015.7.9)
 (86) 国際出願番号 PCT/BR2013/000148
 (87) 国際公開番号 W02013/163711
 (87) 国際公開日 平成25年11月7日(2013.11.7)
 審査請求日 平成27年12月7日(2015.12.7)
 (31) 優先権主張番号 61/643,018
 (32) 優先日 平成24年5月4日(2012.5.4)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 510277338
 ヴァーレ、ソシエダージ、アノニマ
 VALE S. A.
 ブラジル国リオデジャネイロ、リオデジャ
 ネイロ、バーハ、ダ、チジュカ、プロコ、
 8、アベニーダ、ダス、アメリカス、70
 O、ロジャ、318、
 (73) 特許権者 514280709
 ティアゴ、バレンティム、ベルニ
 TIAGO VALENTIM BERN
 I
 ブラジル国ミナスジェライス、ペロ、オリ
 ゾンテ、バイロ、フンシオナリオス、ルア
 、トメー、デ、ソウザ、1244、アプト
 、502

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 希土類抽出のシステムおよび方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも1つの鉄およびアルミニウムを含む群から選択される第1の金属、および少なくとも1つの希土類元素（ランタン、セリウム、プラセオジウム、ネオジウム、プロメチウム、サマリウム、ユウロピウム、ガドリニウム、テルビウム、ジスプロシウム、ホルミウム、エルビウム、ツリウム、イッテルビウム、ルテチウム、イットリウム、およびスカンジウム）からなる群から選択される第2の金属を含む鉱石から希土類元素を回収する方法であって、以下の工程：

(i) 鉱石を乾燥する工程、
 (i i) 鉱石に硫酸を接触させて第1の群の金属の硫酸塩を得る工程、
 (i i i) 第1の群の硫酸塩をリン酸塩または他の安定種に変換し、第2の群を硫酸塩に変換するために混合物を高温に供する工程、
 (i v) 水を冷却した混合物に加え、選択的に希土類元素を溶解させる工程、および
 (v) 希土類溶液を精製過程に供する工程、
 を含んでなる方法。

【請求項 2】

前記鉱石が、モナズ石、バストネス石、またはその他の希土類含有鉱物を含有する、請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

前記鉱石の品位を上げ、かつ前記鉱石のサイズを小さくする工程を工程 (i)の前にさ

10

20

らに含んでなる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

サイズが 0 . 5 m m 以下である、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 5】

接触工程の途中または後に、前記鉱石を濃（90～98%）硫酸と適切に混合する工程をさらに含んでなる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

加えられる酸が、前記鉱石中に存在する全てのアルカリ金属およびアルカリ土類金属および希土類元素の量を基準として、0～20%過剰に加算されて計算される、請求項 5 に記載の方法。

10

【請求項 7】

前記混合物を高温に供する工程の温度が 650～720 である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

前記混合物を高温に供する工程の滞留時間が 1～8 時間である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

選択的に希土類元素を溶解させる工程が、溶解；温度 25 まで冷却することを含み、希土類溶液の鉱泥の固形分濃度が 1～50 重量%である、請求項 1 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

20

【技術分野】

【0001】

本発明は、高濃度の鉄および／またはアルミニウムを含有する低品位希土類鉱石の抽出冶金方法に関する。

【背景技術】

【0002】

背景技術

希土類元素は、周期表の一連の 17 元素、すなわちランタノイド 15 元素、イットリウムおよびスカンジウム、として定義される。軽希土類は、初めのランタノイド 5 元素（ランタン、セリウム、プラセオジウム、ネオジウム、およびプロメチウム、最後のものは天然では不安定である）ならびにイットリウムおよびスカンジウムとして定義される。中希土類すなわち SEG は、サマリウム、ユウロピウム、およびガドリニウムであり、残りの 7 元素（テルビウム、ジスプロシウム、ホルミウム、エルビウム、ツリウム、イッテルビウム、およびルテチウム）が重希土類である。希土類元素は、適度に地殻にある。幾つかの軽希土類は、ニッケル、コバルト、または鉛よりさらに豊富である。

30

【0003】

1 次または 2 次形成の希土類含有鉱物が多くある。通常、希土類は探索されるか、別事業の副産物である。希土類を主要産物とする商業事業は一般に、モナズ石またはバストネス石鉱床からであり、これら 2 つが産業の主要鉱物である。

【0004】

40

これらの鉱物からの希土類元素抽出は、当該産業に広く知られており、最先端の加工と考えられている。それらの鉱物は当業者に公知の鉱物精鉱段階に付された後、純粋な希土類精鉱は、酸または腐食性攻撃にかけられる。これらの方法は、希土類鉱物が鉄またはアルミニウムといった他の不純物から分離度合いが良好なモナズ石精鉱またはバストネス石精鉱に対して良く機能する。しかし、これらの方法は鉱物濃度が不十分である鉱床に適用できない。

【0005】

苛性分解（Caustic cracking）は、モナズ石精鉱を攻撃する利用可能な方法の 1 つであり、苛性ソーダを使用して希土類リン酸塩を攻撃して、貴重な副産物である希土類水酸化物および可溶性 TSP（リン酸三ナトリウム）を生成する。通常この操

50

作は、攪拌タンクを使用して120～150 で起こす。固液分離後、希土類水酸化物はHClで浸出され、さらなる加工、通常は溶媒抽出に送られる。TSPは結晶化法によって溶液から除去される。この方法では、高ケイ素、アルミニウムおよび/または鉄精鉱を扱うことができない。アルミニウムおよびケイ素は、苛性ソーダ消費試剤や、溶液粘度を増加することによって浸出できる。また、鉄およびこれらの元素はコロイドを作ることができる。これらの影響によって、操作は非常に難しくなる。というのは、固液分離は困難になり、苛性ソーダ消費が著しく増加するからである。

【0006】

モナズ石に関する他の最先端の方法は、熱濃硫酸で攻撃し（硫酸化（*sulfation*）とよばれる）、豊富な量の濃（96～98%）硫酸（化学量論量の数倍）を希土類精鉱と混ぜて、混合物を200～250 前後に加熱して反応速度（*kinetics*）を増加させる。希土類元素硫酸塩が形成され、後に水を加えることによって溶解される。希土類硫酸塩は、ナトリウム硫酸複塩またはシュウ酸塩として溶液から除去される。これらは苛性ソーダで攻撃され、HClで浸出される水酸化物を形成する。通常、HCl溶液は適切な元素分離のための溶媒抽出にかけられる。鉄、アルミニウム、またはアルカリおよびアルカリ土類元素といった高濃度の不純物は、酸消費を増加させ、溶液精製をより困難かつ高コストにすることになる。

【0007】

バストネス石抽出の方法は、モナズ石硫酸化に非常に類似している。精鉱は、バヤン・オボの方法のように熱硫酸で攻撃されるか、マウンテン・パスの方法のようにか焼の後に塩酸浸出できる。硫酸化法を用いる不純物の多いモナズ石精鉱に見られる同じ問題がここでも見られるだろう。

【0008】

それらの理由から、最先端方法は、鉱物濃度が低い鉱床に適用できない。高濃度の酸（または腐食剤）を消費する元素は、広く利用可能な方法の1つの使用を非常に難しくする。低品位で不純物の多い希土類鉱石を伴うこの問題に取り組む開発が幾つかある。

【0009】

1つのそのような刊行物であるRenouおよびTognetによるFR2826667は、高濃度の鉄を含有する細かい希土類鉱石（粒子サイズが100μm以下）と硫酸との1対2の比の混合物を、780 超820 未満の温度で1～3時間加熱することが、水が加えられた段階で溶液にいかなる鉄も含有させずに溶解される希土類硫酸塩を得るのに十分であることを教示する特許出願である。この発明には、酸消費（鉱石に対して最大2倍の酸）が多いことや非常に高い温度が必要であることなど幾つかの欠点がある。関与するメカニズムは、鉱石中のすべての種を硫酸塩（不純物を含む）に変換させ、これらを高温で不溶性酸化物に分解させてSO_xを放出させることを包含する。この発明は、加えた不純物の量を減らす処理をするが、依然として多量の硫酸の添加や形成された硫酸塩の幾つかを分解させるために高温を必要とする。また希土類元素硫酸塩は、ある程度分解し、全体的な抽出速度を減少させる。それは純粋な希土類溶液を生成しうるが、高い酸消費を解消するものではない。

【0010】

Huangらによる別の文献（国際公開第2009/021389号）は、酸の割合が鉱石質量の1～2倍の酸と鉱石との混合物を231～600 で加熱することが、溶液に不純物の少ない高度な希土類抽出物を得るのに十分であることを教示する。この発明は、以前のもの比べて加える温度がかなり低い、同様の結果を得る。この発明は温度を上げて鉄などの幾つかの元素の硫酸塩を脱水するが、希土類などの他の硫酸塩は温度を上げて脱水されない。これらの脱水された化合物は容易に溶解せず、溶解段階の間の制御条件によって、発明者は溶液に存在させる不純物の量を減らすことができる。従前の発明として、この発明は、必要な硫酸の量を減らしておらず、既に形成された硫酸鉄を溶解させない方法を見出したに過ぎない。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

この書類で示される本発明は、最先端の方法およびこれら他の2つの発明と異なる。本書類は、希土類鉱物を攻撃するのに十分な少量の硫酸を加えることによって形成される硫酸アルミニウムおよび硫酸鉄を用いて希土類鉱物を間接的に攻撃する方法を提示する。この方法は、鉄およびアルミニウムの安定種を生成させ、希土類を可溶性種として残す。したがって、該方法は硫酸ではなく鉄および硫酸アルミニウムで希土類鉱物を攻撃する間接的な浸出方法である。図1は、鉄が低温でリン酸塩に変換されないか、または希土類硫酸塩がより高い温度で不純物とともに分解し始めるかのいずれかであるので、議論された発明のいずれも同様の結果を得ることができないことを示すものである。

10

【課題を解決するための手段】

【0012】

発明の要約

低品位鉱石、例えばこれに限定されないがモナズ石鉱床、から希土類元素を回収する方法が、本開示によって提供される。材料は希土類元素（イットリウムおよびスカンジウムにくわえて、ランタン、セリウム、プラセオジウム、ネオジウム、サマリウム、ユウロピウム、ガドリニウム、テルビウム、ジスプロシウム、ホルミウム、エルビウム、ツリウム、イッテルビウム、およびルテチウム）の少なくとも1つならびに鉄またはアルミニウムの少なくとも1つを含まなければならない。該方法は、(i) 鉱石の粒子サイズを所望の目標まで小さくする工程、(ii) 上記元素をその時点でまだ保持している精鉱を得る工程、(iii) 得られた精鉱または品位が上がった鉱石を必要に応じて乾燥する工程、(iv) 硫酸を準化学量論量で加えて鉄および/またはアルミニウムの硫酸塩を得る工程、(v) 混合物を高温操作に付し、そこで硫酸鉄および/または硫酸アルミニウムが希土類鉱物と反応して、可溶性希土類硫酸塩を形成する工程、(vi) そのような化合物を選択的に可溶化させるために、この希土類硫酸塩と不純物の混合物を水に加える工程、および(vii) 希土類分離に利用可能な公知の方法、それに限定されるものではないが溶媒抽出法など、にいずれかを使用する工程、を含む。

20

【図面の簡単な説明】

【0013】

図面の簡単な説明

30

【図1】図1は、温度および時間の関数として、温度および時間の鉄抽出に対する効果を図示するグラフであり、すなわち鉄の硫酸塩からリン酸塩への変換を示す。

【図2】図2は、温度および時間の関数として、温度および時間のアルミニウム抽出に対する効果を図示するグラフであり、すなわちアルミニウムの硫酸塩からリン酸塩への変換を示す。

【図3】図3は、硫酸第二鉄およびリン酸ランタンを用いた硫酸ランタンおよびリン酸第二鉄の形成のギブズ自由エネルギーを図示するグラフである。

【図4】図4は、硫酸アルミニウムおよびリン酸ランタンを用いた硫酸ランタンおよびリン酸アルミニウムの形成のギブズ自由エネルギーを図示するグラフである。

【図5】図5は、本開示の1つの実施形態にかかる低品位鉱石から希土類元素を抽出する方法のフローチャートである。

40

【図6】図6は、リン酸塩と鉄抽出の相関関係を図示するグラフである。

【図7】図7は、リン酸塩とアルミニウム抽出の相関関係を図示するグラフである。

【図8】図8は、X線回折の図であり、低品位鉱石を提案する発明に付した後のリン酸第二鉄およびリン酸アルミニウムの形成を示す。

【図9】図9は、サイクロサイザー(cyclosizer)グラフである。

【発明を実施するための形態】

【0014】

発明の好ましい形態

本開示は、低品位鉱石、特に厳密な鉱物濃度の影響を受けにくく、少なくとも1つのア

50

ルミニウムおよび鉄を含有するもの、例えばモナズ石鉱床からの鉱石、から希土類元素を回収する方法に関するものである。

【 0 0 1 5 】

本開示においては、希土類を硫酸塩としてもち、鉄およびアルミニウムを含まない溶液を作るために、低品位希土類鉱石は準化学量論的に加えられた硫酸で処理され、高温に付される。

【 0 0 1 6 】

下記でさらに詳しく述べるように、低品位鉱石は最初に、当業者に公知のサイズ縮小段階に付される。この段階の目的は、希土類鉱物を遊離させること、および鉱石をさらなる加工に好適な大きさにすることである。また鉱石は、鉄およびアルミニウムが精鉱中みられる限り、分粒などの精鉱段階に付され、鉱石品位を上げることができる。品位が上がった鉱石は、少量の硫酸に加えられ、硫酸鉄および/または硫酸アルミニウムを形成する。どの品位を上げる技術を使用するかに応じて、硫酸を加える前に鉱石を乾燥する必要があることがある。この段階は、濃硫酸の希釈を回避し、操作を改良するために必要であろう。混合物は、希土類源によって異なりうる鉄およびアルミニウムの不溶性安定化合物とともに、希土類硫酸塩が形成される高温操作にかけられる。か焼物は水に加えられ、選択的に希土類を可溶化し、残渣に鉄およびアルミニウムが残る。次に、不純物のない溶液は、当業者に公知の希土類の任意の下流の工程にかけることができる。図 5 は、提案される工程を図示するものである。

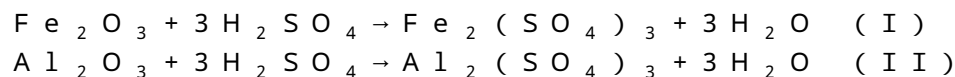
【 0 0 1 7 】

鉱石が鉱山から採掘された後、サイズ縮小操作に付されなくてはならない。限定されないが分粒などの精鉱技術に連結して、当業者に公知のいずれの操作もこの段階で使用できる。最終選鉱サイズは、溶解段階での適切な攪拌を確実にするために 0 . 5 mm 未満でなければならない。

【 0 0 1 8 】

鉱石を適切に選鉱した後、その鉱石に濃硫酸 (9 0 ~ 9 8 %) を準化学量論的に加える。充分な酸を加えて希土類元素、母材、およびアルカリ金属を硫酸塩に変換させる。酸を幾らか加えて部分的に鉄およびアルミニウムを硫酸塩に変換できるが、わずか 2 0 % 、好ましくは 5 % 未満である。この段階は硫酸化として知られる。この操作は、当業者に公知の任意の装置、例えばこれに限定されないが混和機など、で行なうことができる。加熱することで悪い影響はもたらされないが、この段階において加熱は必要ではない。この段階において、硫酸は材料に存在する、アルミニウムおよび鉄である主要な元素を攻撃し、以下の反応によって記載されるようにアルミニウムおよび鉄を硫酸塩に変換することになる。

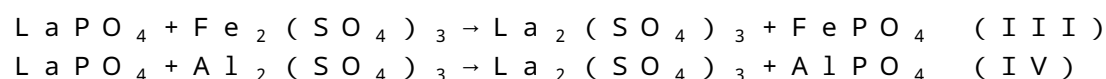
【 0 0 1 9 】



【 0 0 2 0 】

希土類鉱石、アルミニウムおよび硫酸第二鉄の混合物は、温度を上げる操作にかけられ、その混合物は適切な固体 - 固体の接触のための操作に保たれる。当業者なら、この段階のために最適な装置、例えばこれに限定されないが回転炉など、を選びうる。混合物は、620 ~ 750 、好ましくは 650 ~ 720 の温度に 1 ~ 8 時間、好ましくは 2 ~ 4 時間、保持されなければならない。そのような条件にて、鉄および硫酸アルミニウムは、安定化合物に変換され、希土類硫酸塩が形成される。以下の反応は、リン酸ランタンの提案されるメカニズムを示すが、他の希土類化合物にも適用できる可能性がある。

【 0 0 2 1 】



【 0 0 2 2 】

式 III および式 IV それぞれに関する次表、ならび図 3 および図 4 に示されるように

、これらの反応は熱力学的に好ましい。H S C 6 . 0 を熱力学計算に使用した。

【 0 0 2 3 】

【表 1】

表1－反応IIIに関する熱力学の計算

T ℃	ΔH kcal	ΔS cal/K	ΔG kcal	K	Log(K)
0	-33.001	-4.410	-31.796	2.771E+025	25.443
200	-44.555	-35.390	-27.810	7.025E+012	12.847
400	-60.697	-63.671	-17.837	6.168E+005	5.792
600	-79.435	-87.987	-2.609	4.500E+000	0.653
800	-99.833	-108.996	17.137	3.234E-004	-3.490
1000	-121.550	-127.538	40.825	9.802E-008	-7.009

10

【 0 0 2 4 】

【表 2】

表2－反応IVに関する熱力学計算

T ℃	ΔH kcal	ΔS cal/K	ΔG kcal	K	Log(K)
0	-38.342	5.819	-39.932	8.959E+031	31.952
200	-40.329	1.016	-40.810	7.107E+018	18.852
400	-44.435	-6.206	-40.257	1.179E+013	13.071
600	-47.667	-10.503	-38.497	4.331E+009	9.637
800	-52.121	-15.061	-35.959	2.107E+007	7.324
1000	-58.831	-20.776	-32.379	3.620E+005	5.559

20

【 0 0 2 5 】

熱力学反応は低温において好ましいことを示すが、実験は、特に 6 2 0 未満の温度で分解しない鉄については反応速度が大きな役割を果たすことを示している。図 1 および図 2 は、反応速度が温度に影響することを図示するものである。

【 0 0 2 6 】

炉は希土類硫酸塩を生成させ、該塩は容易に水に溶け、リン酸塩と同程度に不溶な化合物である低品位希土類鉱石に通常見られる主な不純物である鉄およびアルミニウムを安定化させる。図 6 および図 7 は、リン酸塩と鉄 / アルミニウム抽出との相関関係を示し、図 8 は、炉生成物の X 線回折およびリン酸鉄の形成を示す。

30

【 0 0 2 7 】

炉生成物は、当業者に公知の任意の方法で冷却される。希土類硫酸塩は温度の上昇とともに溶解度が減少するので、冷却は必要である。したがって、か焼物の冷却は、溶解中の温度上昇を少なくし、その作用のために希土類を失うリスクを少なくすることになる。溶解温度は、5 0 未満、好ましくは 2 5 、に保たなければならない。十分な水を加えて、規定温度にて希土類元素をすべて可溶化しなければならず、それは鉱泥の温度と鉱石中の希土類の品位の両方に依存する。1 ~ 5 0 % の固形分、好ましくは 5 ~ 2 0 % 、の鉱泥は、完全な希土類溶解を達成するのに十分である。

40

【 0 0 2 8 】

固液分離後、不純物のない希土類溶液は、当業者に公知の任意の操作、例えばこれに限定されないが水酸化物としての希土類沈殿など、に付すことができ、その後に図 5 に示されるように H C l 浸出および溶媒抽出が続く。

【 0 0 2 9 】

本開示の 1 つの利点は、従来の鉱物精鉱に適さない低品位希土類鉱石を活用できることである。過剰な量の酸が必要であり、最終 P L S が多過ぎる不純物を含み、またそれらを除去することに非常にコストがかかるので、これらの鉱石を、苛性分解または硫酸化な

50

どの従来の希土類抽出技術に付することができない。本発明は、選択的に希土類鉱物を間接的に攻撃でき、簡単に処理して最終希土類生成物を得ることができる不純物のない溶液を生成する方法をもたらす。

【 0 0 3 0 】

本開示の特定の実施形態および態様を例示する目的のために、以下の例は包含される。したがって、それらの例は決して本開示を限定することを意図するものではない。

【 0 0 3 1 】

南東ブラジルの鉱石試料で試験を行なった。最初の粒子径分布を図 9 に図示し、その後の粒子径分布を下記の表 3 に示す。

【 0 0 3 2 】

10

【表 3】

表3

粒子径分布			
画分 (mm)	ETR	Rec ETR	累計質量
<2	2.75%	100.0%	100%
<1	3.12%	77.9%	69%
<0.85	3.23%	75.1%	64%
<0.5	3.36%	72.3%	60%
<0.3	3.57%	67.9%	53%
<0.21	3.71%	64.5%	48%
<0.15	3.84%	60.7%	44%
<0.106	3.99%	55.7%	39%
<0.075	4.06%	52.3%	36%
<0.053	4.15%	48.9%	33%
<0.045	4.23%	45.4%	30%

20

【 0 0 3 3 】

観察可能なように、表 3 は、試料の品位を上げることができないことを示唆する。表 4 および表 5 は、完全粒子径分布に関する。

30

【 0 0 3 4 】

【表 4】

表4

粒子径分布												
画分 (mm)	Al ₂ O ₃	Ba	CaO	Ce	Dy	Er	Eu	Fe ₂ O ₃	Ho	K ₂ O	La	LOI
<2	4.6%	1.8%	2.7%	1.1%	0.01%	0.00%	0.01%	47%	0.002%	0.07%	0.69%	5.8%
<1	5.3%	2.0%	2.8%	1.3%	0.01%	0.00%	0.01%	45%	0.002%	0.07%	0.79%	6.5%
<0.85	5.4%	2.1%	2.8%	1.3%	0.01%	0.00%	0.01%	44%	0.002%	0.08%	0.82%	6.7%
<0.5	5.5%	2.1%	2.8%	1.4%	0.01%	0.00%	0.01%	43%	0.002%	0.08%	0.85%	6.9%
<0.3	5.8%	2.1%	2.8%	1.4%	0.01%	0.00%	0.01%	42%	0.002%	0.08%	0.90%	7.4%
<0.21	6.0%	2.1%	2.8%	1.5%	0.01%	0.00%	0.01%	42%	0.002%	0.08%	0.93%	7.7%
<0.15	6.1%	2.0%	2.7%	1.6%	0.01%	0.01%	0.01%	43%	0.002%	0.08%	0.96%	8.0%
<0.106	6.3%	2.0%	2.6%	1.6%	0.01%	0.01%	0.01%	43%	0.002%	0.08%	0.99%	8.4%
<0.075	6.5%	2.0%	2.5%	1.6%	0.01%	0.01%	0.01%	44%	0.002%	0.08%	1.00%	8.7%
<0.053	6.7%	2.0%	2.4%	1.7%	0.02%	0.01%	0.01%	45%	0.002%	0.08%	1.01%	9.0%
<0.045	6.8%	1.9%	2.4%	1.7%	0.02%	0.01%	0.01%	46%	0.002%	0.08%	1.02%	9.3%

5 表

粒子径分布															
画分 (mm)	MnO	Nb	Nd	P2O5	Pr	SiO2	Sm	Sr	Th	TiO2	Tm	U	V	Yb	Zr
<2	0.81%	0.37%	0.35%	4.0%	0.11%	17%	0.04%	0.32%	0.06%	12.7%	0.000%	0.004%	0.044%	0.002%	0.20%
<1	0.81%	0.43%	0.40%	4.6%	0.13%	17%	0.04%	0.35%	0.07%	12.3%	0.000%	0.004%	0.042%	0.003%	0.26%
<0.85	0.79%	0.44%	0.41%	4.7%	0.13%	18%	0.04%	0.36%	0.07%	11.9%	0.001%	0.004%	0.041%	0.003%	0.27%
<0.5	0.78%	0.45%	0.42%	4.8%	0.14%	18%	0.05%	0.37%	0.07%	11.5%	0.001%	0.004%	0.040%	0.003%	0.28%
<0.3	0.75%	0.47%	0.45%	5.0%	0.14%	19%	0.05%	0.38%	0.08%	10.7%	0.001%	0.004%	0.037%	0.003%	0.29%
<0.21	0.74%	0.47%	0.47%	5.1%	0.15%	19%	0.05%	0.39%	0.08%	10.2%	0.001%	0.004%	0.036%	0.003%	0.30%
<0.15	0.73%	0.49%	0.48%	5.3%	0.16%	19%	0.05%	0.39%	0.08%	9.7%	0.001%	0.004%	0.035%	0.003%	0.32%
<0.106	0.72%	0.49%	0.50%	5.4%	0.16%	18%	0.06%	0.40%	0.09%	9.0%	0.001%	0.004%	0.034%	0.003%	0.34%
<0.075	0.71%	0.49%	0.51%	5.5%	0.16%	17%	0.06%	0.40%	0.09%	8.6%	0.001%	0.004%	0.033%	0.003%	0.34%
<0.053	0.71%	0.50%	0.52%	5.6%	0.17%	16%	0.06%	0.41%	0.09%	8.1%	0.001%	0.004%	0.033%	0.003%	0.35%
<0.045	0.70%	0.50%	0.53%	5.7%	0.17%	15%	0.06%	0.41%	0.09%	7.7%	0.001%	0.004%	0.033%	0.003%	0.36%

完全粒子径分布の表は、硫酸化法における酸消費不純物（Fe、Al、Mg、Ca）およびアルカリ法における可能性のある腐食剤消費（Al、Si）を開示する。

40

【 0 0 3 7 】

この新しく主張される技術を適用するために、試料を 1 0 0 %、0 . 5 m m 未満になるまでが破碎した。それを次の工程で 1 2 0 にて乾燥した。

【 0 0 3 8 】

より良い理解のために R 変数を以下の定義で与えた：

$$R = [(H 2 S O 4 \text{ 質量}) / (\text{原石質量})] \times 1 0 0 0$$

8 0 0 グラムの乾燥鉱石を金属製反応装置に入れ、その反応に低速で濃硫酸を加えた。濃硫酸は低速かつ一定速度で添加し、汚泥またはクラスターの形成を防止した。

【 0 0 3 9 】

次工程において、硫酸化された塊 (m a s s) を、蓋をしたジルコナイト (z i r c o n i t e) 容器に移し、2 0 0 / 時の加熱曲線に従ってマッフル炉に入れた。 10

【 0 0 4 0 】

温度、時間、および R 変数などの重要なパラメーターを評価した。その結果は下に詳述する通りである。

実施例 0 1：

温度を変化させ、一定の滞留時間および R を保持：

【 0 0 4 1 】

【 表 6 】

表6

希土類抽出 (%)		
Fe	Al	TR
39.6	55.3	80.4
38.5	57.8	82.1
0.3	7.9	82.4

20

【 0 0 4 2 】

抽出に関して 7 2 0 で目立った改善はないが、鉄およびアルミニウム不溶性において著しい改善がある。

実施例 0 2：

時間を変化させ、一定の温度および R を保持：

【 0 0 4 3 】

【 表 7 】

表7

希土類抽出 (%)		
Fe	Al	TR
35.8	59.8	83.1
38.7	58.1	83.8
12.2	21.9	81.3
26.7	53.6	87.7

40

【 0 0 4 4 】

表は、希土類抽出と時間との間には関連があるが、鉄およびアルミニウム固定と時間との間には相関が無いことを示している。

実施例 0 3：

R を変化させ、一定の滞留時間および温度を保持：

【 0 0 4 5 】

【表 8】

表8

希土類抽出(%)		
Fe	Al	TR
39.6	55.3	80.4
49.3	55.8	85.3
38.5	57.8	82.1
35.8	59.8	83.1
12.2	21.9	81.3
0.4	5.5	72.6
0.3	7.9	82.4
7.7	25.3	88.5

10

【 0 0 4 6 】

予想されたように、Rと希土類抽出との間に強い相関がある。

実施例 0 4 :

パラメーターのすべてを変化させる：

【 0 0 4 7 】

【表 9】

20

表9

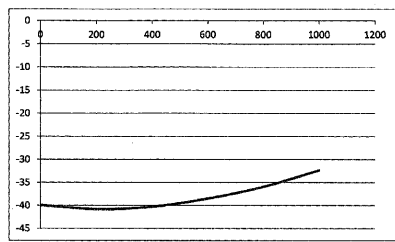
希土類抽出(%)		
Fe	Al	TR
39.6	55.3	80.4
49.3	55.8	85.3
41.5	56.5	79.9
41.1	48.9	85
38.5	57.8	82.1
35.8	59.8	83.1
38.7	58.1	83.8
12.2	21.9	81.3
26.7	53.6	87.7
0.4	5.5	72.6
0.3	7.9	82.4
7.7	25.3	88.5
1	3.6	58.4
0.5	2.6	64.5
0.7	9.8	81.4

30

40

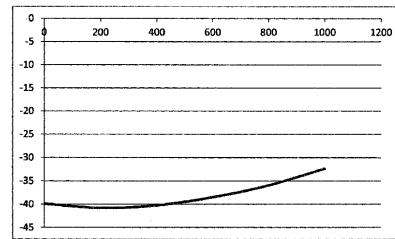
【図 3】

FIG. 3.

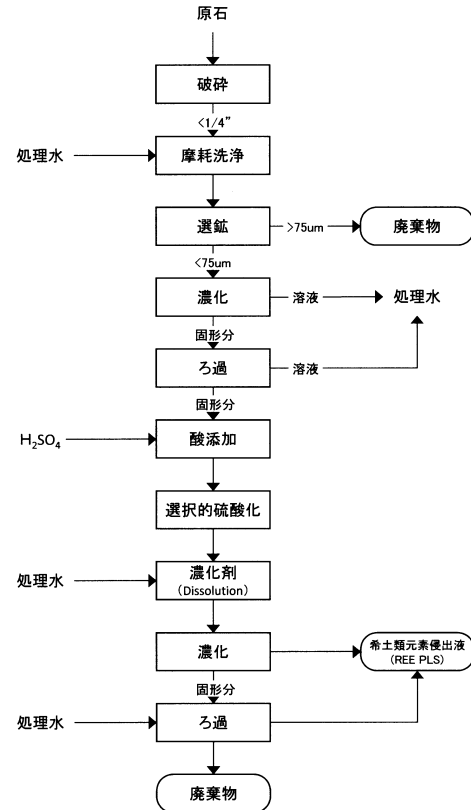


【図 4】

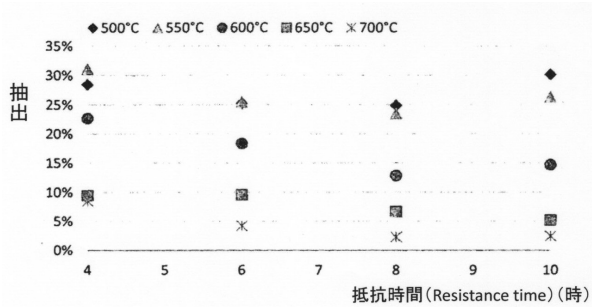
FIG. 4



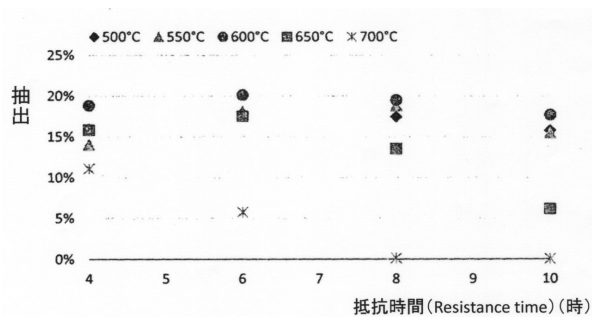
【図 5】



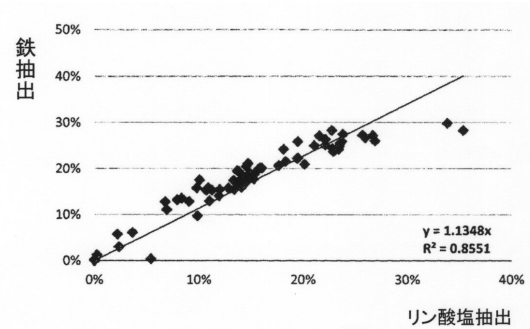
【図 1】



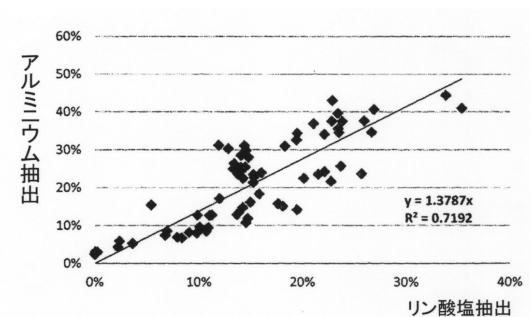
【図 2】



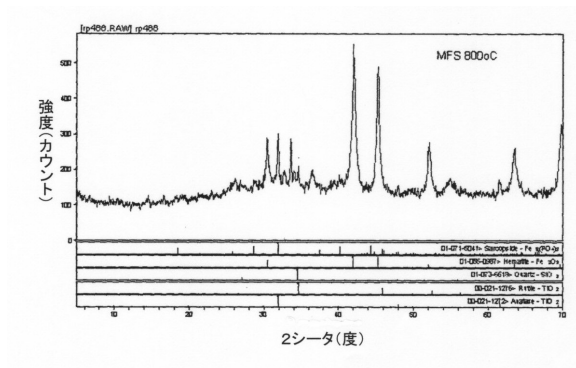
【図 6】



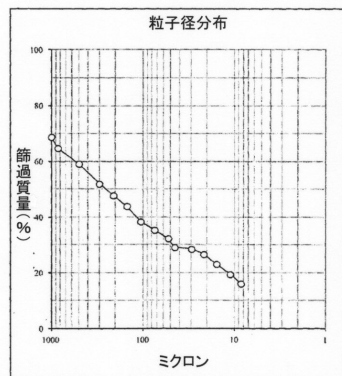
【図 7】



【図 8】



【図 9】



フロントページの続き

(73)特許権者 514280710

アントニオ、クラレティ、ペレイラ

ANTONIO CLARETI PEREIRA

ブラジル国ミナスジェライス、ベロ、オリゾンテ、ルア、イタラレー、621

(73)特許権者 514280721

フラビア、ドットラ、メンデス

FLAVIA DUTRA MENDES

ブラジル国ミナスジェライス、ベロ、オリゾンテ、グチエレス、ルア、オスカル、トロンボウスキ、1007、アプト、101

(73)特許権者 514280732

ジョアン、アルベルト、レッサ、チュード

JOAO ALBERTO LESSA TUDE

オーストラリア連邦西オーストラリア州、ウエスト、パース、キングス、パーク、ロード、66

(74)代理人 100091487

弁理士 中村 行孝

(74)代理人 100117787

弁理士 勝沼 宏仁

(74)代理人 100120617

弁理士 浅野 真理

(74)代理人 100126099

弁理士 反町 洋

(74)代理人 100176094

弁理士 箱田 満

(72)発明者 ティアゴ、バレンティム、ベルニ

ブラジル国ミナスジェライス、ベロ、オリゾンテ、バイロ、フンシオナリオス、ルア、トマー、デ、ソウザ、1244、アプト、502

(72)発明者 アントニオ、クラレティ、ペレイラ

ブラジル国ミナスジェライス、ベロ、オリゾンテ、ルア、イタラレー、621

(72)発明者 フラビア、ドットラ、メンデス

ブラジル国ミナスジェライス、ベロ、オリゾンテ、グチエレス、ルア、オスカル、トロンボウスキ、1007、アプト、101

(72)発明者 ジョアン、アルベルト、レッサ、チュード

オーストラリア連邦西オーストラリア州、ウエスト、パース、キングス、パーク、ロード、66

審査官 國方 康伸

(56)参考文献 特開平10-212532(JP,A)

国際公開第2009/021389(WO,A1)

韓国公開特許第10-2003-0055506(KR,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C22B 1/00-61/00