

(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2021-123788

(P2021-123788A)

(43) 公開日 令和3年8月30日(2021.8.30)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 2 2 B 59/00 (2006.01)	C 2 2 B 59/00 Z A B	4 D 0 0 4
C 2 2 B 3/04 (2006.01)	C 2 2 B 3/04	4 K 0 0 1
C 2 2 B 7/00 (2006.01)	C 2 2 B 7/00 A	4 K 0 5 8
C 2 5 C 1/06 (2006.01)	C 2 5 C 1/06	
B 0 9 B 3/00 (2006.01)	B 0 9 B 3/00 3 0 4 J	

審査請求 有 請求項の数 6 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2020-48099 (P2020-48099)	(71) 出願人	516265780 北京科技大学 中国 1 0 0 0 8 3, 北京市海淀区学院路 3 0 号
(22) 出願日	令和2年3月18日 (2020.3.18)	(74) 代理人	100091683 弁理士 ▲吉▼川 俊雄
(31) 優先権主張番号	202010079981.9	(74) 代理人	100179316 弁理士 市川 寛奈
(32) 優先日	令和2年2月4日 (2020.2.4)	(72) 発明者	胡文韜 中国 1 0 0 0 8 3, 北京市海淀区学院路 3 0 号
(33) 優先権主張国・地域又は機関	中国 (CN)	(72) 発明者	汪東芳 中国 1 0 0 0 8 3, 北京市海淀区学院路 3 0 号

最終頁に続く

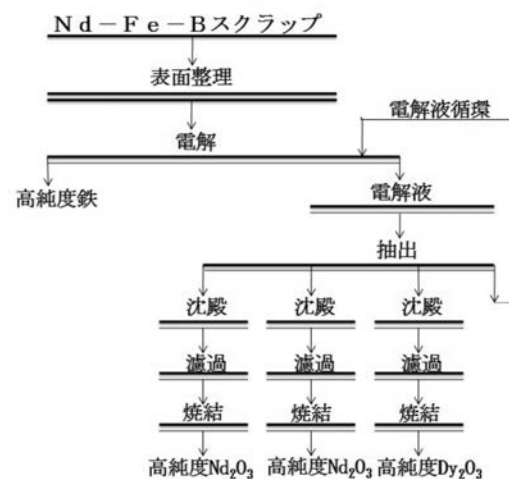
(54) 【発明の名称】 Nd - Fe - B スクラップ溶液の電解再生方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】本発明は再生資源の分野に属し、具体的にはNd - Fe - B スクラップ溶液の電解再生方法を提供する。

【解決手段】本発明は、まずNd - Fe - B 解体屑表面の防腐層を除去し、Nd - Fe - B 磁性によりスクラップを一体に取り寄せて電解システムの陽極として使用する。電解の過程で陽極が溶解し、希土類、鉄イオンが溶液に入る。そして、鉄イオンは陰極で析出し、高純度鉄となる。希土類元素は、イオン状態で電解液中に濃化する。電解が終了後、溶媒抽出により電解液中の希土類元素を回収し、希土類酸化物を製造するか、またはさらに希土類金属を製造する。本発明は、電解の過程において高純度の電解鉄製品を直接に回収し、電解液中に残留するNd、La、Dyなどの希土類イオンを抽出して分離することができ、そのプロセスは、温度に対する需要が高くなく、常温で行うことができ、鉄と希土類の高付加価値の利用を実現できる。

【選択図】図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

Nd - Fe - B スクラップ溶液の電解再生方法であって、
Nd - Fe - B スクラップスクラップを陽極とし、希硫酸、希硝酸又は希土類、鉄の硫酸塩、硝酸塩を電解液とし、
Nd - Fe - B スクラップ碎屑を磁性により一体に寄せ集めて陽極として用い、高純度鉄又は不活性導電材を陰極とし、
室温で溶液を電解し、Nd - Fe - B スクラップ中の希土類、鉄イオンを溶液に進入させ、鉄イオンは陰極で析出し、高純度鉄として回収され、希土類元素がイオン状態で電解液中に濃化し、
電解の終了後、電解液中の希土類元素を抽出して回収し、沈殿、濾過、焼結を経て高純度希土類酸化物を製造することを特徴とする Nd - Fe - B スクラップ溶液の電解再生方法。

10

【請求項 2】

電解槽中の陽極が Nd - Fe - B スクラップであり、スクラップ碎屑が磁気により大きな体積の陽極として寄せ集められることを特徴とする、請求項 1 に記載の Nd - Fe - B スクラップ溶液の電解再生方法。

【請求項 3】

Nd - Fe - B スクラップの電解回収プロセスが、室温下の希酸又は塩溶液中で行われ、前記希酸は、硫酸、硝酸の希溶液であり、 $\text{pH } 0.9 \sim 4.1$ であり、塩溶液は、二価又は三価の鉄、希土類元素の硫酸塩、硝酸塩であり、濃度は $0.28 \text{ mol/L} \sim 3.9 \text{ mol/L}$ であることを特徴とする請求項 1 に記載の Nd - Fe - B スクラップの溶液電解再生方法。

20

【請求項 4】

Nd - Fe - B スクラップの電解プロセスにおいて、電流密度は $19 \text{ mA/cm}^2 \sim 520 \text{ mA/cm}^2$ の範囲で電流を調節することにより陰極鉄の生成形状を制御し、塊状、スポンジ状又はペレット状の高純度電解鉄をそれぞれに回収することを特徴とする請求項 1 に記載の Nd - Fe - B スクラップ溶液の電解再生方法。

【請求項 5】

電解後、希土類元素は電解液中に残り、抽出、沈殿、濾過、焼結の処理を経て、 99.9% を超える高純度希土類酸化物に転化することを特徴とする、請求項 1 に記載の Nd - Fe - B スクラップ溶液の電解再生方法。

30

【請求項 6】

抽出後の電解液に化学薬品を添加することなく電解工程に再利用することができることを特徴とする Nd - Fe - B スクラップ溶液の電解再生方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は再生資源の分野に属し、具体的には Nd - Fe - B スクラップ溶液の電解再生方法に関する。

40

【背景技術】

【0002】

希土類は貴重かつ重要な戦略資源であり、工業、軍事、生活のあらゆる分野で重要な役割を果たしている。各国で高性能な磁性材料への需要の増加に伴い、Nd - Fe - B 系永久磁石として代表される希土類永久磁石の製造に使用される希土類が増加している。Nd - Fe - B 系永久磁石スクラップ中の希土類の含有量は約 30% であり、原石の希土類含有量と比べて大きく上回っており、再生価値が高い。効果的なリサイクルができれば、産業チェーン全体に積極的な役割を果たす。希土類元素のリサイクルを実現するためには、Nd - Fe - B スクラップの再生技術の開発が急務である。本発明は、常温で溶液電解法により、Nd - Fe - B 系永久磁石中の希土類元素を成分調整することなく直接に抽出

50

分離することができるとともに、高純度の電解純鉄を副生することができ、希土類永久磁石材料の総合的な高付加価値回収を実現することができる。

【0003】

中国特許第105931781号明細書には、焼結Nd - Fe - B回収スクラップの再生利用方法が開示されており、希土類永久磁石材料の技術分野に属する。洗浄されたNd - Fe - Bスクラップを機械的に破碎、篩分して得られた大粒の磁粉（網目の大きさは60～300メッシュ）の大気環境で配向成形して密度が6.0 g / cm³のブランクとし、真空熱処理して高性能のNd - Fe - B永久磁石を得る。この発明において原料磁性粉はNd - Fe - B回収スクラップを破碎して得られた約100ミクロンオーダーの磁粉であり、磁粉の貯蔵、磁性体の配向成形過程及び成形後のブランクの貯蔵は大気環境中で行うことができる。

10

【0004】

このことから、Nd - Fe - Bスクラップを直接再生利用することでは、磁石に混入した不純物元素を除去することができない。

【0005】

中国特許公開出願第108359798号明細書には、Nd - Fe - Bスクラップを迅速かつ効率的に回収利用する方法が開示されている。この方法は、Nd - Fe - B磁石のスクラップを回収する工程と、塊状スクラップと粉状スクラップとに分け、粉状スクラップの中のスラッジを前処理し、粉状スクラップを塊にして炉に入れ、粉状スクラップと塊状スクラップの添加割合に応じて脱酸素剤を添加する工程と、塊状スクラップ中の希土類金属と脱酸素剤を用いて、スクラップ中の希土類を除く他の合金元素の酸化物を溶錬還元脱酸する工程を行い、溶解還元は、中周波誘導炉またはアーク炉で行うことができる。溶錬が終了の後に、鉄合金製品とスラグを得る工程と、スラグを粉碎した後、熔融塩電解を行い、混合希土類金属または希土類鉄合金を得る工程と、鉄合金と希土類合金の化学成分を測定し、インゴットの合金成分組成と不純物含有量を得て、検査に合格した後、Nd - Fe - Bメーカーに供給して原料として使用し、又は他の用途の中間合金として使用する。

20

【0006】

中国特許公開出願第109385528号明細書には、廃棄永久磁石の中の希土類の回収方法が開示されている。具体的には以下のステップを含み：（1）廃棄Nd - Fe - B系永久磁石を減磁処理し、得られた無磁性Nd - Fe - B材料とバイオカーボンを反応器に入れ、併せて高温炉に入れ、アルゴンガスを通し、加熱して炭素 / 水素化反応を行い、最後にサンプルを炉とともに室温まで冷却し、Nd - Fe - B - 炭素 / 水素合金を得る。（2）ステップ（1）で得られた合金を粒径45 μm以下に粉碎し、脱イオン水に投入して十分に加水分解し、加水分解物を分離して希土類水酸化物を得る。（3）希土類酸化物の回収： ステップ（2）で得られた希土類水酸化物をマッフル炉で酸化焙焼した後、炉と共に冷却して希土類酸化物を得る。

30

【0007】

中国特許公開出願第104087755号明細書には、Nd - Fe - Bスクラップ中の希土類元素の回収方法が開示されている。この発明は以下のステップを含み：（1）フッ化アルミニウム粉末と氷晶石粉末を質量比1：1～1：10で均一に混合し、氷晶石 - フッ化アルミニウム混合物を得る。（2）Nd - Fe - Bスクラップを粒度4～6 mmの粒に破碎して氷晶石 - フッ化アルミニウム混合物中に埋め込まれる。（3）Nd - Fe - Bスクラップを埋め込んだ氷晶石 - フッ化アルミニウム混合物を電気炉に置き、温度900～1200 で3～12 h 反応させる。（4）反応生成物を固液分離して固体残渣と熔融塩を得て、固体残渣がスクラップであり、熔融塩が希土類フッ化物 - 氷晶石 - フッ化アルミニウムの混合物である。本発明のフッ化アルミニウムは、Nd - Fe - Bスクラップ中の未酸化の希土類元素を選択的に抽出することができ、氷晶石は酸化された希土類を比較的良好に溶解することができるので、希土類の回収率が大幅に向上する。

40

【0008】

50

このことから、既存のNd - Fe - Bファイア法再生技術では、希土類元素同士の分離ができず、高品位の希土類製品を生産すること、鉄を高い値で利用することもできず、Nd - Fe - Bの降級利用しか実現できなかった。

【0009】

中国特許公開出願第109554549号明細書には、Nd - Fe - Bスクラップ中の高温高圧浸出により希土類を回収する方法が開示されている。Nd - Fe - Bスクラップの酸化焙焼、塩酸の高温高圧での浸出、浸出液中の Fe^{2+} の酸化と不純物の除去を行い、希土類塩化物の浸出液を得る。また、前記希土類塩化物浸出液は、後工程及び製品原料として、抽出分離により希土類を得ることができ、沈殿により希土類炭酸塩を製造することができ、或いは、沈殿焙焼により希土類酸化物を製造することができる。

10

【0010】

中国特許公開出願第107794373号明細書には、Nd - Fe - B廃磁材の総合処理方法が開示されている、Nd - Fe - Bの酸可溶性を利用して、厳格な粒度要求(5mm)を必要とせず、硫酸溶液の中でNd - Fe - B廃磁性材料を完全に溶解することができ、溶解後の物質の様々の相違性を利用して希土類と鉄及び非鉄金属を分離し、油相は油水分離して回収再利用し、希土類は硫酸希土類複塩沈殿物及び部分濃縮物を原料として希土類分離に使用する。非鉄金属は硫化物状態であり、さらに濃縮精製が可能である。硫酸第一鉄は溶液状態であり、アンモニア法によりベンガラ顔料を製造することができる。

【0011】

中国特許公開出願第106319249号明細書には、Nd - Fe - Bスクラップから希土類を回収する方法が開示されている。この方法の主な特徴は、過酸化水素水の酸化性と弱酸性を利用し、一定の割合の混酸を用いてNd - Fe - Bスクラップを溶解し、Nd - Fe - B水素破碎装置を用いてNd - Fe - Bスクラップを破碎し、酸浸漬後にN503を用いてまず浸出液中の鉄元素を抽出し、更にP507で単一の希土類金属イオンを抽出し、シュウ酸と炭酸カリウムでそれぞれ対応する希土類金属イオンを沈殿させ、さらに希土類金属を精製する。

20

【0012】

中国特許公開出願第102011020号明細書には、Nd - Fe - Bスクラップから希土類元素を回収する方法を開示している。そのステップは：Nd - Fe - Bスクラップを水と混合して研磨し、研磨後のNd - Fe - Bスクラップを酸化することと、酸化生成物を二次研磨することと、酸を加えて浸出すること、固体と液体の分離すること、鉄を抽出と除去すること、希土類を塩素化し、希土類の抽出分離すること、アルミニウムを抽出除去すること、沈殿すること、灼熱することを含む。この発明を応用して、金属中の非希土類元素、例えばC、S、O等の含有量を低減し、希土類の回収率を5～8%を増加させ、かつ回収後の希土類製品の価値を高めた。

30

【0013】

中国特許公開出願第102776375号明細書は、使用済みのNd - Fe - B材料から希土類を回収する方法である。この方法はNd - Fe - Bの使用済みの材料を先に細かく粉碎して、更に塩酸優溶の方法を利用して未溶解のB元素を分離し、得られた液体をアンモニア水でpHを2.0～3.0に調整し、50～70℃の水浴中に硫化アンモニウム溶液を加え、硫化アンモニウムにより金属カチオン性不純物を十分に沈殿させ、2時間以上反応させ、遠心濾過を行い、濾液の中には主に希土類イオンと塩素イオンを含有し、濾液に気泡が発生しない程度に塩酸を滴下して、10min以上に加熱することである。

40

【0014】

中国特許公開出願第109439912号明細書は、Nd - Fe - Bスクラップの酸浸滓を一段階でフラッシュ還元して総合的に回収する方法を開示している。Nd - Fe - Bスクラップの酸浸滓をフラックスと混合した後、還元性ガスと共にノズルから高温の壺型反応塔に噴射し、材料中の鉄酸化物の大部分が金属鉄に還元されることにより、少量の未還元鉄は、沈殿槽の上部に設けられた熱コークス層を通過する際に金属鉄に還元され、原料中の希土類酸化物は還元されず、添加されたフラックスにより希土類スラグ相を形成す

50

る。静置させて成層処理の後、溶銑及び希土類スラグは、それぞれ出銑口及びスラグ排出口から排出され、煙道から排煙される。

【0015】

中国特許公開出願109439913号明細書は、Nd - Fe - Bスクラップの酸浸漬スラグのフラッシュ還元総合回収する方法を開示している。Nd - Fe - Bスクラップの酸浸漬スラグを乾燥した後、還元性ガスと共にノズルから高温縦型反応塔内に噴射し、還元雰囲気制御し、材料中の鉄酸化物が金属鉄又は四酸化三鉄に還元され、原料中の希土類酸化物は還元されない。この還元生成物を磁気選別することにより、鉄リッチ相と希土類リッチ相とがそれぞれ得られる。本発明によれば、Nd - Fe - Bスクラップの酸浸漬スラグ中の希土類と鉄の高効率な濃縮と分離することが実現される。

10

【0016】

このことから、既存のNd - Fe - Bの湿式回収技術は鉄に対する利用効率が高くなく、比較的価値の低い鉄製品を生産することができ、鉄を除去することさえできることがわかる。

【0017】

以上のように、従来技術は高温、高圧、強酸等の手段によりNd - Fe - Bスクラップ中の希土類元素を回収することができるが、希土類製品のグレード、希土類元素間の分離、鉄元素の高付加価値利用等の面ではまだ向上の余地がある。

【先行技術文献】

【特許文献】

20

【0018】

【特許文献1】中国特許105931781号明細書

【特許文献2】中国特許公開出願108359798号明細書

【特許文献3】中国特許公開出願109385528号明細書

【特許文献4】中国特許公開出願104087755号明細書

【特許文献5】中国特許公開出願109554549号明細書

【特許文献6】中国特許公開出願107794373号明細書

【特許文献7】中国特許公開出願106319249号明細書

【特許文献8】中国特許公開出願102011020号明細書

【特許文献9】中国特許公開出願102776375号明細書

30

【特許文献10】中国特許公開出願109439912号明細書

【特許文献11】中国特許公開出願109439913号明細書

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0019】

本発明はNd - Fe - Bスクラップ溶液の電解再生方法を提供する。まず、Nd - Fe - Bスクラップの表面の防腐層を除去した後、その磁性を利用してスクラップの碎屑を寄せ集めて、体積の大きい陽極とする。電解工程では、電場を用いて陽極領域のNd - Fe - Bスクラップ中の希土類及び鉄を電解液中にイオン状態で溶解させる。ただし、第一鉄イオンは陰極において単体鉄として析出し、希土類イオンは電解液中に残留する。得られた希土類リッチ電解液は、溶媒抽出により希土類を分離回収し、さらに希土類元素を分類して回収する。

40

【課題を解決するための手段】

【0020】

Nd - Fe - Bスクラップ溶液の電解再生方法である。Nd - Fe - Bスクラップを陽極とし、希硫酸、希硝酸又は希土類、鉄の硫酸塩、硝酸塩を電解液とし、Nd - Fe - Bスクラップ碎屑を磁性により一体に寄せ集めて陽極として用い、高純度鉄又は不活性導電材を陰極とし、室温で溶液電解し、Nd - Fe - Bスクラップ中の希土類、鉄イオンを溶液に進入させ、鉄イオンは陰極で析出し、高純度鉄として回収され、希土類元素がイオン状態で電解液中に濃化し、電解の終了後、電解液中の希土類元素を抽出して回収し、沈殿

50

、濾過、焼結を経て高純度希土類酸化物を製造することを特徴とする。

【0021】

さらに、電解槽中の陽極はNd - Fe - Bスクラップである。スクラップの粒径が小さい場合、スクラップの碎屑は磁性に依存して大きな体積の陽極に寄せ集められる。

【0022】

さらに、Nd - Fe - Bスクラップの電解回収工程を、室温の希酸または塩溶液中で行い、ここで、希酸は、硫酸、硝酸等の強酸の希溶液であり、 $\text{pH } 0.9 \sim 4.1$ 、塩溶液は、二価又は三価の鉄、希土類元素の硫酸塩、硝酸塩等の強酸塩であり、濃度は $0.28 \text{ mol/L} \sim 3.9 \text{ mol/L}$ である。

【0023】

さらに、Nd - Fe - Bスクラップの電解過程において、電流密度 $19 \text{ mA/cm}^2 \sim 520 \text{ mA/cm}^2$ の範囲で電流を調整して陰極鉄生成形状を制御することにより、塊状、スポンジ状又はペレット状の高純度電解鉄をそれぞれに回収する。

【0024】

さらに、電解後、希土類元素は電解液中に残り、抽出、沈殿、濾過、焼結などの処理を経て、 99.9% を超える高純度希土類酸化物に転化することができる。

【0025】

さらに、抽出された電解液は、化学薬品を添加することなく、電解工程に再利用することができる。

【0026】

本発明は、Nd - Fe - Bスクラップ碎屑のスクラップ、電解による希土類金属及び鉄の高濃度溶液化に利用することができる。鉄イオンは陰極で析出し、高純度鉄として回収され、希土類塩は溶液に残留し、その後抽出により分離回収される。先行技術との違いは、次の点である。

(1) 原料。先行技術は、主に酸化程度が低く、汚染程度が小さいNd - Fe - Bスクラップを処理し、且つ一般的に処理する前に退磁すること必要がある。低純度で、より退磁しにくいNd - Fe - B碎屑の処理はできない。

(2) 処理温度。既存の電気化学的希土類の再生プロセスは一般的に高温下の熔融塩中で実現する必要があり、希土類元素間の分離は一般的に実現できない。本発明は、プロセスにおいて温度の要求が高くない、常温で溶液電解を行う方法を提案する。

(3) 資源化率。現有のNd - Fe - Bスクラップ処理プロセスは低品質の希土類混合物を回収するだけであり、希土類元素間の分離を実現することができず、鉄の利用効率が低く、ひいては全く利用することができない。本発明による常温で行う溶液電解方法は、電解中に高純度の電解鉄製品を直接回収し、電解液中に残存するNd、La、Dyなどの希土類イオンを抽出分離することにより、鉄と希土類の高付加価値利用が可能である。

【図面の簡単な説明】

【0027】

【図1】Nd - Fe - Bスクラップ溶液の電解再生方法のプロセスフローである。

【発明を実施するための形態】

【0028】

以下の実施例は、本発明の実施方法を説明するためのものであるが、本発明の使用方法及び適用範囲を限定するものではない。

【実施例1】

【0029】

冷蔵庫ドアの磁気ストライプの碎屑、主な成分(複数回の試験の範囲値)は、T Fe $61.62\% \sim 63.12\%$ 、Nd $21.31\% \sim 22.97\%$ 、Pr $3.03\% \sim 3.86\%$ 、La $1.39\% \sim 1.72\%$ 、B $9.16\% \sim 10.03\%$ であり、 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ を $0.98 \text{ mol/L} \sim 1.03 \text{ mol/L}$ の濃度で調製した溶液を電解液として、電解温度が室温($12 \sim 27$)であり、電解槽の陽極は冷蔵庫ドアの磁気ストライプの碎屑であり、陰極は高純度の鉄板である。電解 $\text{pH } 2.5 \sim 3.62$ で

10

20

30

40

50

あり、電流密度は $20 \text{ mA} / \text{cm}^2 \sim 200 \text{ mA} / \text{cm}^2$ である（初期から終了までの過程値）。

【0030】

使用過程：

（１）電極

Nd - Fe - B スクラップ 500 g を称量し、スクラップ磁性によりスクラップを寄せ集めて陽極バスケットに入れる。高純度鉄板の表面をきれいにし、陽極バスケット、陰極板を電解液中に入れる。

（２）電解液

$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ で 3 L 濃度 $1 \text{ mol} / \text{L}$ の電解液を調製し、電解槽に入れて、希硫酸で pH を 2.5 に調整する。

（３）電気分解

回路をオンにし、電流密度を制御する。定電流電源を接続し、電流を 1 A に調整する。

（４）製品の回収

陰極のスポンジ状の高純鉄を回収し、洗浄する。実測した Fe の含有量は 99.87% ~ 99.91% であり、電解液を調質した後、抽出により希土類を回収し、沈殿、濾過、焼結を経た。得られた製品の純度は Nd_2O_3 99.99%、 La_2O_3 99.91%、 Dy_2O_3 99.92% であった。

【実施例 2】

【0031】

モーターにおいて磁性ブロックを分解する。その主な成分は（複数回の試験の範囲値）： TFe 61.73% ~ 63.09%、Nd 21.47% ~ 22.85%、Pr 3.14% ~ 3.89%、La 1.34% ~ 1.68%、B 9.22% ~ 10.01% であり、 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ を $0.99 \text{ mol} / \text{L} \sim 1.05 \text{ mol} / \text{L}$ の濃度で調製した溶液を電解液として、電解温度が室温（12 ~ 27）で、電解槽の陽極はモーターにおいて分解された磁性ブロックであり、陰極は高純度チタン板である。電解 pH 2.5 ~ 3.62 であり、電流密度は $20 \text{ mA} / \text{cm}^2 \sim 500 \text{ mA} / \text{cm}^2$ である（初期から終了までの過程値）。

【0032】

使用過程：

（１）電極

Nd - Fe - B スクラップ 512 g を称量し、スクラップ磁性により 2 つの磁性ブロックを寄せ集めて電源陽極を接続する。高純度チタン板の表面をきれいにし、陽極の磁性ブロック、陰極板を電解液中に入れる。

（２）電解液

$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ で 3 L の濃度は $1 \text{ mol} / \text{L}$ の電解液を調製し、電解槽に入れて、希硫酸で pH を 2.5 に調整する。

（３）電気分解

回路をオンにし、電流密度を制御する。定電流電源を接続し、電流を 5 A に調整する。

（４）製品の回収

ブロック状の高純鉄を陰極チタン板から取り外し、差減算法による Fe の含有量が 99.92% ~ 99.93% であり、電解液は調質後に抽出方式で希土類元素を回収し、沈殿、濾過、焼結を経た。得られた製品の純度は Nd_2O_3 99.99%、 La_2O_3 99.95%、 Dy_2O_3 99.91% であった。

【実施例 3】

【0033】

廃棄された Nd - Fe - B 永久磁石碎屑、主な成分は TFe 62.87% ~ 62.95%、Nd 22.39% ~ 22.57%、Pr 3.26% ~ 2.31%、La 1.42% ~ 1.59%、B 9.45 ~ 9.46% であり、 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ を $1.51 \text{ mol} / \text{L} \sim 1.53 \text{ mol} / \text{L}$ の濃度で調製した FeSO_4 溶液を電解液として、電解温

10

20

30

40

50

度は室温（ $15 \sim 28$ ）とする。電解槽の陽極は廃棄Nd - Fe - B磁性ブロックであり、陰極は高純度チタン板である。電解pH $2.5 \sim 3.62$ で、電流密度 $20 \text{ mA} / \text{cm}^2 \sim 200 \text{ mA} / \text{cm}^2$ である（初期から終了までの過程値）。

【0034】

使用過程：

（１）原料（陽極材料）の準備

Nd - Fe - B磁性ブロックを $3 \text{ g} \sim 5 \text{ g}$ 切り取り、研磨機で研磨して磁性ブロックの表面の汚染物を除去して新たな表面を露出し、その重さを秤量して記録する。

（２）陰極材料の準備

小さな純鉄の板を規則的に切り取り、表面の不純物をきれいに拭き、その重さを量って記録する。

10

（３）電極の準備

陰極と陽極の両電極の白金板をきれいに拭いて、汚染物が抵抗を発生して、電流効率に影響を与えることを防止する。そして、陰極、陽極の両極の材料を電極に密着させる。

（４）電解液の準備

$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 薬剤 69.5 g を量り取り、 500 mL の脱イオン水に入れて溶解するまで攪拌し、 $0.5 \text{ mol} / \text{L}$ の硫酸第一鉄溶液を調製する。

（５）電解液のpH値の調整

少量の濃硫酸を 100 倍に希釈し、滴下ピペットにより希釈後の硫酸を電解液に滴下するとともに、一滴滴下する度にpH計を用いてpHが 2.51 になるまでpHを測定する。

20

（６）電解装置の組み立て

原料を準備する前に、電解槽を脱イオン水で洗浄した。電解液を電解槽に注ぎ、両電極を電解槽の両側にそれぞれ組み込み、ネジプラグを締める。

（７）電解液温度の調整

ウォーターバスの温度を試験の所定の温度に設定し、ウォーターバス内の水温が所定の温度に達した後、電解槽をウォーターバスに入れ、電解液の温度を周囲の水温と一致させ、電源に接続する。

（８）回路のスイッチオン

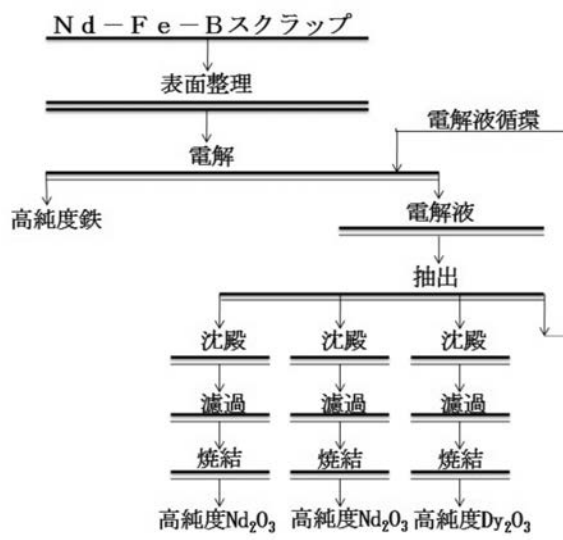
定電流電源に接続し、電流を 0.31 A に調整し、通電の初期時間を読み取って記録する。

30

（９）電解液の回収

電解装置を取り外し、陰極高純度鉄粉末、余剰の陽極材料を脱イオン水で洗い流す。高純度鉄Feの含有量は $99.86\% \sim 99.90\%$ である。電解液を回収して濾過し、濾過後のものは陽極スラッジであり、その重量を称量して記録する。電解液を調質した後、抽出方式により希土類を回収し、沈殿、濾過、焼結を経て得られた製品の純度は Nd_2O_3 99.99% 、 La_2O_3 99.91% 、 Dy_2O_3 99.95% であった。

【 図 1 】



フロントページの続き

(72)発明者 劉欣偉

中国 1 0 0 0 8 3 , 北京市海淀区学院路 3 0 号

F ターム(参考) 4D004 AA16 AA21 BA05 CA13 CA30 CA34 CC03 CC11 CC12 DA03
DA10 DA20
4K001 AA10 AA39 BA22 CA04 DB15
4K058 AA23 BA18 BB03 CA04 CA13 CA17 CA22 EB13 EC07 FA02
FC04 FC27