



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104878204 B

(45)授权公告日 2017.06.16

(21)申请号 201510059269.1

(51)Int.Cl.

(22)申请日 2015.02.04

G22B 7/00(2006.01)

G22B 59/00(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104878204 A

审查员 黄秀娇

(43)申请公布日 2015.09.02

(30)优先权数据

10-2014-0024237 2014.02.28 KR

(73)专利权人 韩国地质资源研究院

地址 韩国大田市

(72)发明人 郑景友 尹虎成 金哲主 金圣敦

(74)专利代理机构 北京柏杉松知识产权代理事

务所(普通合伙) 11413

代理人 王春伟 刘继富

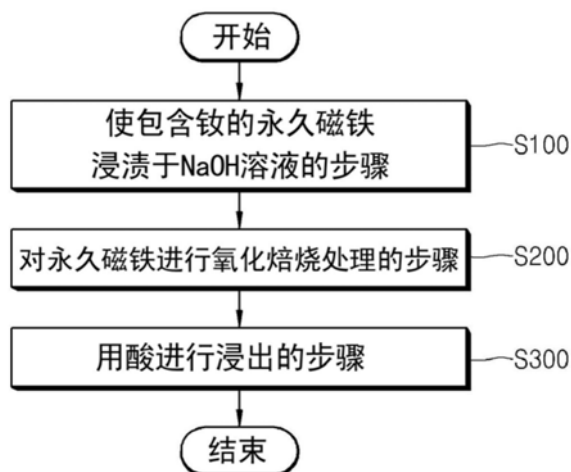
权利要求书1页 说明书8页 附图9页

(54)发明名称

从包含钷的永久磁铁中选择性地浸出钷的方法

(57)摘要

本发明涉及一种从包含钷的永久磁铁中选择性地浸出钷的方法,更具体地说,所述从包含钷的永久磁铁中选择性地浸出钷的方法包含:使包含钷的永久磁铁浸渍于NaOH溶液的步骤;对经所述浸渍的永久磁铁进行氧化焙烧处理的步骤;以及用酸使经所述氧化焙烧处理的永久磁铁浸出的步骤。



1. 一种从包含钕的永久磁铁中选择性地浸出钕的方法,包含:  
使包含钕的NdFeB系永久磁铁浸渍于NaOH溶液的步骤,所述浸渍在50~110℃执行1~6小时;  
对经所述浸渍的永久磁铁进行氧化焙烧处理的步骤,所述氧化焙烧在200-350℃执行1~5小时;以及  
用酸使经所述氧化焙烧处理的永久磁铁浸出的步骤;  
其中所述NaOH溶液的浓度是10~60%;  
其中所述浸渍在NaOH以ml计的体积与永久磁铁的以g计的重量的比值为1~10的条件下进行;  
其中所述酸是硫酸或盐酸;  
其中酸浸出在常温执行10~25分钟。
2. 根据权利要求1所述的从包含钕的永久磁铁中选择性地浸出钕的方法,其特征在于,所述NdFeB系永久磁铁是在永久磁铁制造步骤中产生的碎屑或使用后废弃的废永久磁铁。
3. 根据权利要求2所述的从包含钕的永久磁铁中选择性地浸出钕的方法,其特征在于,为了使所述使用后废弃的废永久磁铁具有粉末形态而执行破碎工序。
4. 根据权利要求1所述的从包含钕的永久磁铁中选择性地浸出钕的方法,其特征在于,经所述氧化焙烧后,钕以Nd(OH)<sub>3</sub>或Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>存在。
5. 根据权利要求1所述的从包含钕的永久磁铁中选择性地浸出钕的方法,其特征在于,以相对于钕使氢离子摩尔数为3.00以上、不足3.15的方式包含所述酸。

## 从包含钕的永久磁铁中选择性地浸出钕的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种从包含钕的永久磁铁中选择性地只浸出钕的方法。

### 背景技术

[0002] NdFeB系永久磁铁在汽车的摇转电机 (cranking motor)、计算机、A/V零件 (audio-visual components)、磁力分离机、宇航系统、其它设备等要求高磁力磁铁的部件中广泛使用。

[0003] 这种NdFeB系永久磁铁的需求激增,在过去10年间世界NdFeB系永久磁铁市场的年均增长率按照磁铁种类为30~70%,席卷着永久磁铁市场。因此,推测由于NdFeB系永久磁铁需求增加废碎屑的产生量也会激增。

[0004] 一般来说,在将NdFeB系永久磁铁破碎以及粉碎而获得的废碎屑粉末中含有大约20~30%的钕(Nd),从这种NdFeB系永久磁铁中回收Nd已达到是Nd金属的3大原料供应源之一的程度。

[0005] 因此,近年来正在活跃地进行旨在对使用后丢弃的废永久磁铁进行回收利用的研究。一般来说,在从废碎屑粉末中分离回收钕时会利用酸浸出法,在不对废碎屑粉末进行氧化焙烧就进行浸出的情况下,能在低的硫酸浓度下有效地提取钕,但是,在该情况下铁的浸出率也相对高,因此,存在以后的分离工序变得复杂的问题。

[0006] 因此,急需能够降低铁的浸出率并且选择性地提高钕的浸出率的方案。

[0007] 作为相关的现有技术文献有韩国注册专利10-1047838号(2011.07.08公告),在所述文献中只公开了从氯化物熔融盐中回收残留的钕族元素的方法,并未公开从NdFeB系永久磁铁中浸出钕的技术。

### 发明内容

[0008] 发明要解决的课题

[0009] 因此,本发明的目的在于,提供一种从包含钕的永久磁铁中只浸出钕的方法。

[0010] 本发明要解决的课题不限于上述的课题,根据以下的记载,本领域技术人员能够清楚地理解本发明的尚未言及的其它课题。

[0011] 用于解决课题的方案

[0012] 为了解决上述课题,本发明提供了一种从包含钕的永久磁铁中选择性地浸出钕的方法,其包含:使包含钕的永久磁铁浸渍于NaOH溶液的步骤;对经所述浸渍的永久磁铁进行氧化焙烧处理的步骤;以及用酸使经所述氧化焙烧处理的永久磁铁浸出的步骤。

[0013] 本发明的特征在于,所述包含钕的永久磁铁可以是NdFeB系永久磁铁,所述NdFeB系永久磁铁可以是在永久磁铁制造步骤中产生的碎屑或使用后废弃的废永久磁铁,为了使所述使用后废弃的废永久磁铁具有粉末形态而执行破碎工序。

[0014] 本发明的特征在于,所述NaOH溶液的浓度是10~60%。

[0015] 本发明的特征在于,以使所述NaOH溶液的体积(ml)与包含钕的永久磁铁的重量

(g) 的比值为1~10的方式包含所述NaOH溶液。

[0016] 本发明的特征在于,所述浸渍在50~110℃执行1~6小时。

[0017] 本发明的特征在于,所述氧化焙烧在200℃以上、不足600℃执行1~5小时。

[0018] 此时,本发明的特征在于,经所述氧化焙烧后,钕以Nd(OH)<sub>3</sub>或Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>存在。

[0019] 本发明的特征在于,所述酸可以是硫酸或盐酸,以相对于钕使氢离子的摩尔数为3.00以上、不足3.15的方式包含所述酸。

[0020] 本发明的特征在于,所述浸出在常温执行5~25分钟。

[0021] 发明效果

[0022] 根据本发明,在浸渍于NaOH溶液以及经氧化焙烧处理后进行浸出,因此,不会形成像NdFeO<sub>3</sub>那样的混合氧化物,能够只浸出Nd。

[0023] 此外,本发明对于在永久磁铁制造步骤中产生的碎屑以及从家电产品和汽车等废弃的废永久磁铁都能应用,工序简单,能处理大量的永久磁铁,从而能以低费用只对钕以高浸出率进行回收。

## 附图说明

[0024] 图1是示出本发明的从包含钕的永久磁铁中选择性地浸出钕的方法的顺序图。

[0025] 图2是在本发明的从包含钕的永久磁铁中选择性地浸出钕的方法中浸渍于NaOH溶液后形成的生成物的XRD结果。

[0026] 图3是在本发明的从包含钕的永久磁铁中选择性地浸出钕的方法中根据废永久磁铁粉末与NaOH的混合比的生成物的XRD结果。

[0027] 图4是在本发明的选择性地浸出钕的方法中根据NaOH浸渍时间形成的生成物的XRD结果。

[0028] 图5是在本发明的选择性地浸出钕的方法中在200℃进行2小时氧化焙烧处理而形成的生成物的XRD结果。

[0029] 图6是在本发明的选择性地浸出钕的方法中分别在350℃和450℃进行2小时氧化焙烧处理而形成的生成物的XRD结果。

[0030] 图7是在本发明的选择性地浸出钕的方法中在600℃进行2小时氧化焙烧处理而形成的生成物的XRD结果。

[0031] 图8a是示出在本发明的选择性地浸出钕的方法中经如下处理后的金属的浸出率的曲线图,该处理是,在以1:10(20g:200ml)添加废永久磁铁粉末和浓度为50%的NaOH溶液而浸渍5小时之后,在200℃进行2小时氧化焙烧处理,用盐酸使矿液浓度为1%而进行20分钟浸出。

[0032] 图8b是示出在本发明的选择性地浸出钕的方法中经如下处理后的金属的浸出率的曲线图,该处理是,在以1:10(20g:200ml)添加废永久磁铁粉末和50%的NaOH溶液而浸渍5小时之后,在200℃进行2小时氧化焙烧处理,用盐酸使矿液浓度为10%而进行20分钟浸出。

[0033] 图9a是示出在本发明的选择性地浸出钕的方法中经如下处理后的金属的浸出率的曲线图,该处理是,在以1:10(20g:200ml)添加废永久磁铁粉末和50%的NaOH溶液而浸渍5小时之后,在350℃进行2小时氧化焙烧处理,用硫酸使矿液浓度为1%而进行20分钟浸出。

[0034] 图9b是示出在本发明的选择性地浸出钷的方法中经如下处理后的金属的浸出率的曲线图,该处理是,在以1:10 (20g:200ml)添加废永久磁铁粉末和50%的NaOH溶液而浸渍5小时之后,在350℃进行2小时氧化焙烧处理,用硫酸使矿液浓度为10%而进行20分钟浸出。

[0035] 图10a是示出在图9a的浸出条件下进行酸浸出时用盐酸使矿液浓度为1%而进行20分钟浸出后的金属的浸出率的曲线图。

[0036] 图10b是示出在图9b的浸出条件下进行酸浸出时用盐酸使矿液浓度为10%而进行20分钟浸出后的金属的浸出率的曲线图。

[0037] 图11a是示出在本发明的选择性地浸出钷的方法中经如下处理后的金属的浸出率的曲线图,该处理是,在以1:10 (20g:200ml)添加废永久磁铁粉末和50%的NaOH溶液而浸渍5小时之后,在450℃进行2小时氧化焙烧处理,用盐酸使矿液浓度为1%而进行20分钟浸出。

[0038] 图11b是示出在本发明的选择性地浸出钷的方法中经如下处理后的金属的浸出率的曲线图,该处理是,在以1:10 (20g:200ml)添加废永久磁铁粉末和50%的NaOH溶液而浸渍5小时之后,在450℃进行2小时氧化焙烧处理,用盐酸使矿液浓度为10%而进行20分钟浸出。

[0039] 图12a是示出在本发明的选择性地浸出钷的方法中经如下处理后的金属的浸出率的曲线图,该处理是,在以1:1 (200g:200ml)添加废永久磁铁粉末和50%的NaOH溶液而浸渍1小时之后,在450℃进行2小时氧化焙烧处理,用盐酸使矿液浓度为1%而进行20分钟浸出。

[0040] 图12b是示出在本发明的选择性地浸出钷的方法中经如下处理后的金属的浸出率的曲线图,该处理是,在以1:1 (200g:200ml)添加废永久磁铁粉末和50%的NaOH溶液而浸渍1小时之后,在450℃进行2小时氧化焙烧处理,用盐酸使矿液浓度为10%而进行20分钟浸出。

[0041] 图13是示出在本发明的选择性地浸出钷的方法中经如下处理后的金属的浸出量的曲线图,该处理是,在以1:10 (20g:200ml)添加废永久磁铁粉末和50%的NaOH溶液而浸渍5小时之后,在450℃和600℃进行2小时氧化焙烧处理,用盐酸使矿液浓度为10%而进行20分钟浸出。

## 具体实施方式

[0042] 以下,参照附图对本发明的优选实施例进行详细说明。

[0043] 当结合附图参照后面详细叙述的实施例时,本发明的优点和特征、以及用于达成这些优点和特征的方法将变得清楚。

[0044] 但是,本发明不限于以下公开的实施例,将以互不相同的多种方式实现,这些实施例仅是为了充分地公开本发明、向本发明所属技术领域的技术人员充分地告知发明的范畴而提供的,本发明只由权利要求书来定义。

[0045] 此外,在对本发明进行说明时,在判断相关公知技术等有可能模糊本发明的要旨的情况下,将省略对其详细的说明。

[0046] 本发明提供一种从包含钷的永久磁铁中选择性地浸出钷的方法,其包含:使包含钷的永久磁铁浸渍于NaOH溶液的步骤;在所述浸渍工序后对永久磁铁进行氧化焙烧处理的步骤;以及用酸使经所述氧化焙烧处理的永久磁铁浸出的步骤。

[0047] 本发明的从包含钕的永久磁铁中选择性地浸出钕的方法能通过使包含钕的永久磁铁浸渍于NaOH溶液而使钕形成氢氧化物(Nd(OH)<sub>3</sub>)、使铁形成氧化物(Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)，通过在不会形成NdFeO<sub>3</sub>的条件下进行氧化焙烧处理，使Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>向Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>进行相变，从而抑制只在pH3以下才浸出的Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>的溶解而选择性地只溶解Nd(OH)<sub>3</sub>或Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(在pH6.8以下浸出)，由此能选择性地只浸出钕。此外，本发明对于在永久磁铁制造步骤中产生的碎屑以及从家电产品和汽车等废弃的废永久磁铁都能应用，工序简单，能处理大量的永久磁铁，因此，能以低费用只使Nd以高浸出率浸出而进行回收。

[0048] 图1是示出本发明的从包含钕的永久磁铁中选择性地浸出钕的方法的顺序图。以下，参考图1对本发明进行更详细说明。

[0049] 本发明的从包含钕的永久磁铁中选择性地浸出钕的方法包含使包含钕的永久磁铁浸渍于NaOH溶液的步骤S100。

[0050] 此时，所述包含钕的永久磁铁可以是NdFeB系永久磁铁，具体地说，可以是Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B永久磁铁，可以在永久磁铁制造步骤中产生的碎屑或使用后废弃的废永久磁铁。在永久磁铁制造步骤中产生的碎屑是粉末形态，因此可以使用碎屑本身，使用后废弃的永久磁铁则可以为了使其具有粉末形态而执行破碎工序。

[0051] 当将所述包含钕的永久磁铁浸渍于NaOH溶液时，永久磁铁中包含的钕和铁会像下述反应式1那样生成Nd(OH)<sub>3</sub>和Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>(参考图2)。

[0052] [反应式1]

[0053] Nd的情况： $2\text{Nd}+6\text{H}_2\text{O}\rightarrow 2\text{Nd}(\text{OH})_3+3\text{H}_2$

[0054] Fe的情况： $3\text{Fe}+4\text{H}_2\text{O}\rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4+8\text{H}^+$

[0055] 优选在将所述包含钕的永久磁铁浸渍于NaOH溶液时NaOH溶液的浓度为10~60%。在所述NaOH溶液的浓度不足10%的情况下，存在因Nd不会转变为Nd(OH)<sub>3</sub>而在以后进行浸出时钕的浸出率降低、Fe的浸出率上升的问题，在超过60%的情况下，钕向Nd(OH)<sub>3</sub>的转变不会进一步增加，因此，从效率方面考虑，优选为60%以下。

[0056] 此外，优选以使所述NaOH溶液的体积(ml)与包含钕的永久磁铁的重量(g)的比值(体积比)为1~10的方式包含所述NaOH溶液。在所述NaOH溶液的体积比不足1的情况下，存在包含钕的永久磁铁中所包含的钕不能与NaOH充分反应而不形成Nd(OH)<sub>3</sub>的问题，在体积比超过10的情况下，钕向Nd(OH)<sub>3</sub>的转变不会进一步增加，因此，优选体积比为10以下。

[0057] 优选所述NaOH溶液的浸渍在50~110℃执行1~6小时。在所述温度不足50℃的情况下，存在永久磁铁与NaOH的反应所需时间长的问题，在超过110℃的情况下，钕向Nd(OH)<sub>3</sub>或Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>的转变不会进一步增加，因此，从效率方面考虑，优选为110℃以下。所述浸渍时间的限定理由与温度的限定理由相同。

[0058] 接着，本发明的从包含钕的永久磁铁中选择性地浸出钕的方法包含在浸渍于所述NaOH溶液后对永久磁铁进行氧化焙烧处理的步骤S200。

[0059] 经NaOH溶液浸渍的永久磁铁在200℃以上、不足600℃的温度进行氧化焙烧处理后像下述反应式2那样形成Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>和Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>。此时，在200℃进行氧化焙烧时，只进行Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>转变为Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>的反应，Nd(OH)<sub>3</sub>不会发生相变。即，如图5所示，可知在200℃的氧化焙烧温度Nd(OH)<sub>3</sub>维持原样，如图6所示，可知在350℃Nd(OH)<sub>3</sub>转变为Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>。

[0060] [反应式2]

[0061] Nd的情况： $2\text{Nd}(\text{OH})_3 \rightarrow \text{Nd}_2\text{O}_3 + 3\text{H}_2\text{O}$

[0062] Fe的情况： $2\text{Fe}_3\text{O}_4 + 1/2\text{O}_2 \rightarrow 3\text{Fe}_2\text{O}_3$

[0063] 本发明的从包含钕的永久磁铁中选择性地浸出钕的方法在先浸渍于NaOH溶液后进行氧化焙烧处理,由此,能够防止NdFeO<sub>3</sub>的形成(在未经浸渍于NaOH溶液的工序而进行氧化焙烧处理时会形成),能够防止为了只浸出钕而需要执行用于使NdFeO<sub>3</sub>形成为Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>的工序的问题,因此,能够以简单的工序只浸出钕。

[0064] 此时,优选所述氧化焙烧在200℃以上、不足600℃执行1~5小时。在不足200℃执行所述氧化焙烧的情况下,因Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>转变为Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>的时间长而存在工程性的问题,在600℃以上会形成像NdFeO<sub>3</sub>那样的相而使Fe浸出增加,存在不能只浸出Nd的问题。

[0065] 本发明的从包含钕的永久磁铁中选择性地浸出钕的方法包含用酸使经所述氧化焙烧处理的永久磁铁浸出的步骤S300。

[0066] 当用酸对经所述氧化焙烧处理的永久磁铁进行浸出时,只有包含在永久磁铁中的钕浸出,铁大部分都不会浸出。

[0067] 此时,所述酸可以使用硫酸以及盐酸等,优选以相对于钕使氢离子的摩尔数为3.00以上、不足3.15的方式包含所述酸溶液,优选以使矿液浓度(相对于酸的体积(v)的永久磁铁粒子的重量(w)的百分率)为1~50%的方式添加。在所述摩尔数不足3.00的情况下,存在Nd的浸出率降低的问题,在3.15以上的情况下,存在铁的浸出增加的问题。

[0068] 此外,优选所述浸出在常温执行5~25分钟。在所述浸出执行不足5分钟的情况下,存在Nd不能充分浸出的问题,在超过25分钟的情况下,存在不会进一步产生Nd的浸出的问题。

[0069] 实施例1:从废永久磁铁中浸出Nd 1

[0070] 混合20g的Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B粉末和50%的NaOH溶液200ml,在NaOH溶液中在100℃浸渍5小时,然后在200℃进行2小时氧化焙烧处理,用0.05M的HCl使矿液浓度(Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B的重量/HCl的体积×100)为1%而进行20分钟浸出。

[0071] 实施例2:从废永久磁铁中浸出Nd 2

[0072] 除了使用0.5M的HCl、使矿液浓度为10%以外,以与所述实施例1相同的方法从废永久磁铁中浸出Nd。

[0073] 实施例3:从废永久磁铁中浸出Nd 3

[0074] 混合20g的Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B粉末和50%的NaOH溶液200ml,在NaOH溶液中在100℃浸渍5小时,然后在350℃进行2小时氧化焙烧处理,用0.05M的HCl使矿液浓度为1%而在常温进行20分钟浸出。

[0075] 实施例4:从废永久磁铁中浸出Nd 4

[0076] 除了使用0.5M的HCl、使矿液浓度为10%以外,以与所述实施例3相同的方法从废永久磁铁中浸出Nd。

[0077] 实施例5:从废永久磁铁中浸出Nd 5

[0078] 除了使用0.05M的H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>以外,以与所述实施例3相同的方法从废永久磁铁中浸出Nd。

[0079] 实施例6:从废永久磁铁中浸出Nd 6

[0080] 除了使用0.5M的H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>以外,以与所述实施例4相同的方法从废永久磁铁中浸出Nd。

[0081] 实施例7:从废永久磁铁中浸出Nd 7

[0082] 除了在450℃执行氧化焙烧以外,以与所述实施例3相同的方法从废永久磁铁中浸出Nd。

[0083] 实施例8:从废永久磁铁中浸出Nd 8

[0084] 除了使矿液浓度为10%、使用0.5M的HCl以外,以与所述实施例7相同的方法从废永久磁铁中浸出Nd。

[0085] 实施例9:从废永久磁铁中浸出Nd 9

[0086] 除了混合200g的Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B粉末和50%的NaOH溶液200ml而执行1小时NaOH浸渍以外,以与所述实施例7相同的方法从废永久磁铁中浸出Nd。

[0087] 实施例10:从废永久磁铁中浸出Nd 10

[0088] 除了使用0.5M的HCl、使矿液浓度为10%以外,以与所述实施例9相同的方法从废永久磁铁中浸出Nd。

[0089] 实验例1:根据NaOH与Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B粉末的混合比以及在NaOH溶液中的浸渍时间的生成物分析

[0090] 对在本发明的选择性地浸出钕的方法中根据废永久磁铁粉末与NaOH的混合比而形成的生成物进行分析,将其结果示于图3。

[0091] 以50%的NaOH溶液(ml):Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B粉末(g)=200:20、200:100、200:200进行混合而浸渍于NaOH溶液后对生成物进行了分析。如图3所示,可确认在NaOH溶液中浸渍5小时之后形成了Nd(OH)<sub>3</sub>和Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>。

[0092] 此外,对在本发明的从包含钕的永久磁铁中选择性地浸出钕的方法中根据NaOH浸渍时间形成的生成物进行分析,将其结果示于图4。如图4所示,可确认在NaOH溶液中浸渍1小时、3小时以及5小时的结果形成了Nd(OH)<sub>3</sub>和Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>。

[0093] 实验例2:根据氧化焙烧处理温度的生成物分析

[0094] 对在本发明的选择性地浸出钕的方法中根据废永久磁铁粉末的氧化焙烧处理温度形成的生成物进行分析,将其结果示于图5、图6以及图7。

[0095] 图5是在以50%的NaOH溶液:废永久磁铁粉末=10:1(200ml:20g)进行混合而在NaOH溶液中浸渍5小时之后在200℃进行2小时氧化焙烧处理而形成的生成物的XRD结果。如图5所示,可知Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>形成了γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,可知存在由NaOH溶液的浸渍而形成的Nd(OH)<sub>3</sub>。

[0096] 图6是在以50%的NaOH溶液:废永久磁铁粉末=10:1(200ml:20g)进行混合而在NaOH溶液中浸渍5小时之后在350℃和450℃分别进行2小时氧化焙烧处理而生成的物质的XRD结果。如图6所示,当在350℃和450℃分别进行2小时氧化焙烧处理时,Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>在形成为γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>之后形成为α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,2Nd(OH)<sub>3</sub>相变为Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>。

[0097] 图7是在以50%的NaOH溶液:废永久磁铁粉末=10:1(200ml:20g)进行混合而在NaOH溶液中浸渍5小时之后在600℃进行2小时氧化焙烧处理而生成的物质的XRD结果。如图7所示,在600℃进行2小时氧化焙烧处理后,Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>在形成为γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>之后形成为α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,2Nd(OH)<sub>3</sub>相变为Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,但与此同时形成了2FeNdO<sub>3</sub>。因此,可知优选氧化焙烧处理在不足600℃执行。

[0098] 实验例3:根据酸浸出的浸出率分析

[0099] 对在本发明的选择性地浸出钕的方法中根据废永久磁铁粉末的酸浸出的浸出率



以及浸出后永久磁铁的相进行分析,将其结果示于图8a、图8b、图9a、图9b、图10a、图10b、图11a、图11b、图12a、图12b以及图13。

[0100] 图8a是示出进行如下处理后的金属的浸出率的曲线图,该处理是,在以50%的NaOH溶液:废永久磁铁粉末=10:1(200ml:20g)进行混合而在NaOH溶液中浸渍5小时之后,在200℃进行2小时氧化焙烧处理,用盐酸使矿液浓度为1% (w/v,废永久磁铁粉末10g,盐酸溶液1000ml) 而进行20分钟浸出,图8b是示出进行如下处理后的金属的浸出率的曲线图,该处理是,以50%的NaOH溶液:废永久磁铁粉末=10:1(200ml:20g)进行混合,用盐酸使矿液浓度为10% (w/v,废永久磁铁100g,盐酸溶液1000ml) 而进行浸出。如图8a和8b所示,在1%的矿液浓度和10%的矿液浓度下Nd的浸出率均显示为90%以上,Fe的浸出率为不足2%。

[0101] 图9a是示出进行如下处理后的金属的浸出率的曲线图,该处理是,在以50%的NaOH溶液:废永久磁铁粉末=10:1(200ml:20g)进行混合而在NaOH溶液中浸渍5小时之后,在350℃进行2小时氧化焙烧处理,用硫酸使矿液浓度为1% (w/v,废永久磁铁粉末10g,硫酸溶液1000ml) 而进行20分钟浸出,图9b是示出进行如下处理后的金属的浸出率的曲线图,该处理是,以50%的NaOH溶液:废永久磁铁粉末=10:1(200ml:20g)进行混合,用硫酸使矿液浓度为10% (w/v,废永久磁铁100g,硫酸溶液1000ml) 而进行浸出。如图9a和9b所示,在1%的矿液浓度和10%的矿液浓度下Nd的浸出率均显示为90%以上,Fe的浸出率为不足2%。

[0102] 图10是示出在图9的浸出条件下使用盐酸进行酸浸出后的金属的浸出率的曲线图。如图10a和10b所示,在1%的矿液浓度(图10a)和10%的矿液浓度(图10b)下Nd的浸出率均显示为90%以上,Fe的浸出率为不足2%。

[0103] 图11a是示出进行如下处理后的金属的浸出率的曲线图,该处理是,在以50%的NaOH溶液:废永久磁铁粉末=10:1(200ml:20g)进行混合而在NaOH溶液中浸渍5小时之后,在450℃进行2小时氧化焙烧处理,用盐酸使矿液浓度为1% (w/v,废永久磁铁10g,盐酸溶液1000ml) 而进行20分钟浸出,图11b是示出进行如下处理后的金属的浸出率的曲线图,该处理是,以50%的NaOH溶液:废永久磁铁粉末=10:1(200ml:20g)进行混合,用盐酸使矿液浓度为10% (w/v,废永久磁铁100g,盐酸溶液1000ml) 而进行浸出。如图11a和11b所示,在1%的矿液浓度和10%的矿液浓度下Nd的浸出率均显示为90%以上,Fe的浸出率为不足2%。

[0104] 图12a是示出进行如下处理后的金属的浸出率的曲线图,该处理是,在以50%的NaOH溶液:废永久磁铁粉末=1:1(200ml:200g)进行混合而在NaOH溶液中浸渍1小时之后,在450℃进行2小时氧化焙烧处理,用盐酸使矿液浓度为1% (w/v,废永久磁铁10g,盐酸溶液1000ml) 而进行20分钟浸出,图12b是示出进行如下处理后的金属的浸出率的曲线图,该处理是,以50%的NaOH溶液:废永久磁铁粉末=1:1(200ml:200g)进行混合,用盐酸使矿液浓度为10% (w/v,废永久磁铁100g,盐酸溶液1000ml) 而进行浸出。如图12a和12b所示,在1%的矿液浓度和10%的矿液浓度下Nd的浸出率均显示为90%以上,Fe的浸出率为不足2%。

[0105] 图13示出进行如下处理后的金属的浸出量的曲线图,该处理是,在以50%的NaOH溶液:废永久磁铁粉末=10:1(200ml:20g)进行混合而在NaOH溶液中浸渍5小时之后,在600℃进行2小时氧化焙烧处理,用盐酸使矿液浓度为10% (w/v,废永久磁铁100g,盐酸溶液1000ml) 而进行20分钟浸出。如图13所示,在600℃进行氧化焙烧时会生成NdFeO<sub>3</sub>相而抑制了Nd以及Dy稀土类元素的浸出,相反,Fe的浸出却增加了。因此,可知为了抑制NdFeO<sub>3</sub>相的生成需要在不足600℃执行氧化焙烧。

[0106] 到此为止对关于本发明的从包含钷的永久磁铁中选择性地浸出钷的方法的具体的实施例进行了说明,但是,显然在不脱离本发明的范围的限度内可以进行多种实施变形。

[0107] 因此,本发明的范围不应局限于进行说明的实施例来确定,应由所附权利要求书以及与该权利要求书均等的范围来确定。

[0108] 即,应理解为前述的实施例在所有方面都只是示例性的,而不是限定性的,相比详细的说明,本发明的范围更由所附权利要求书所示出,由该权利要求书的意思和范围、及其等价概念导出的所有变更或变形的方式都应解释为包含于本发明的范围。

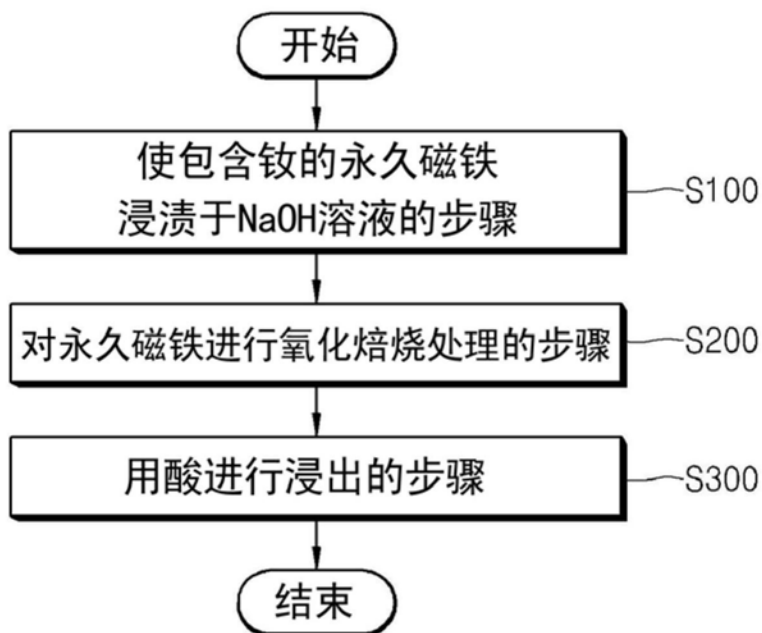


图1

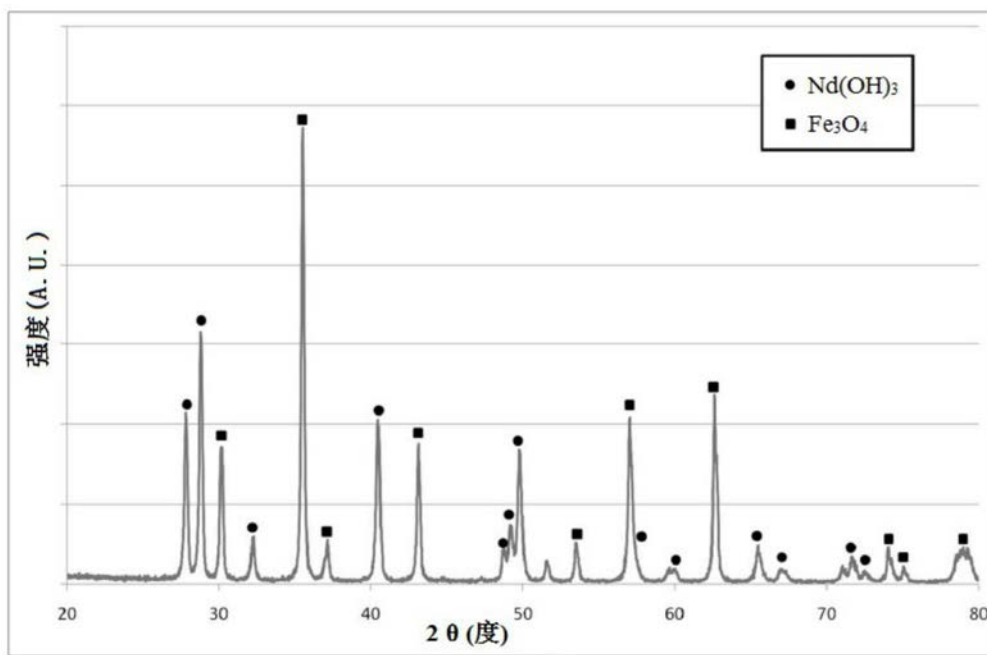


图2

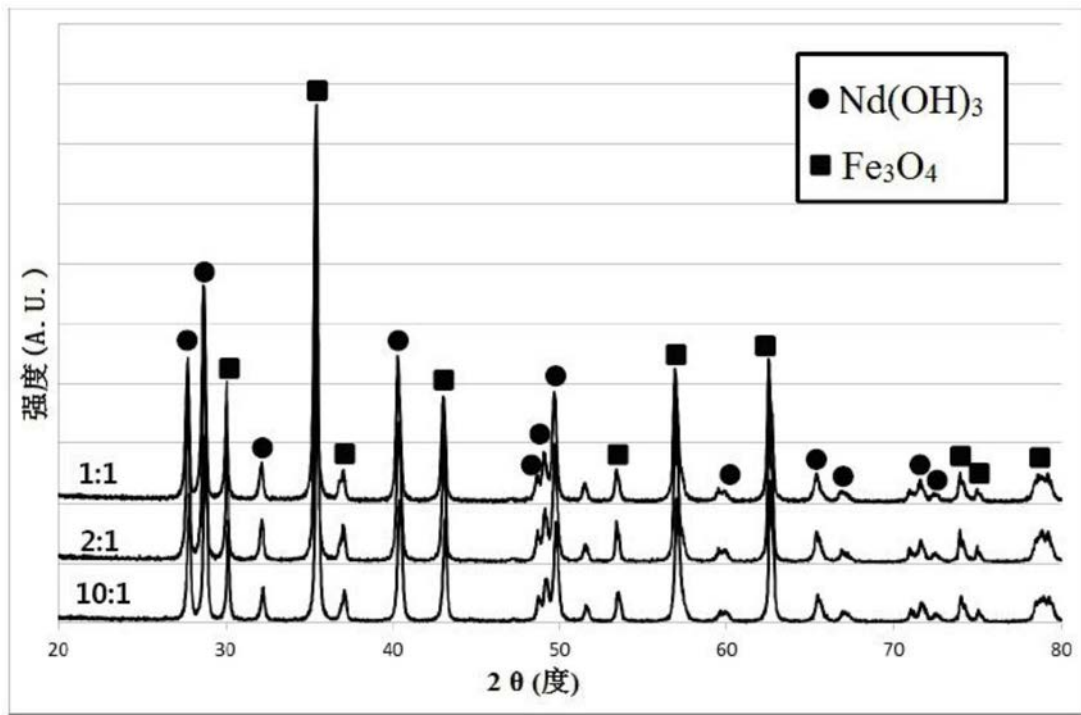


图3

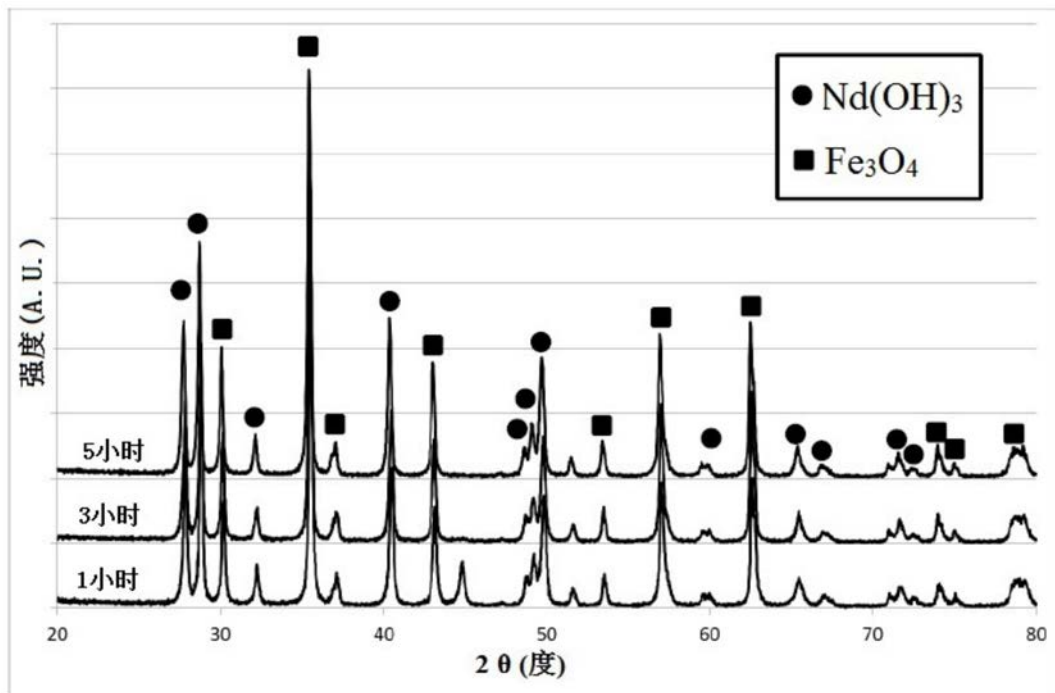


图4

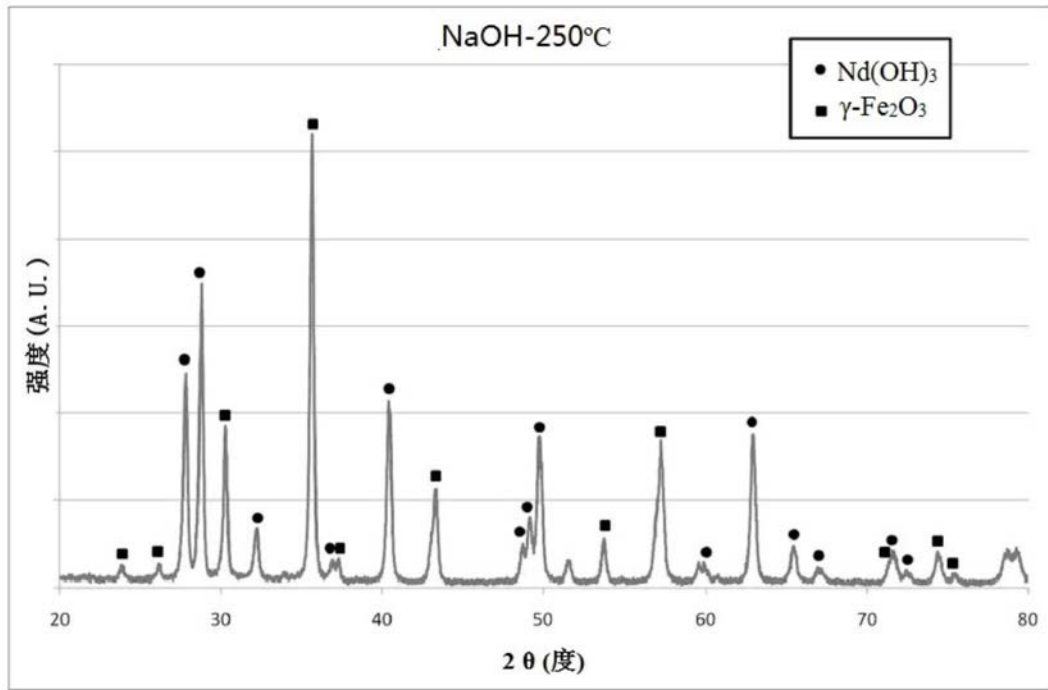


图5

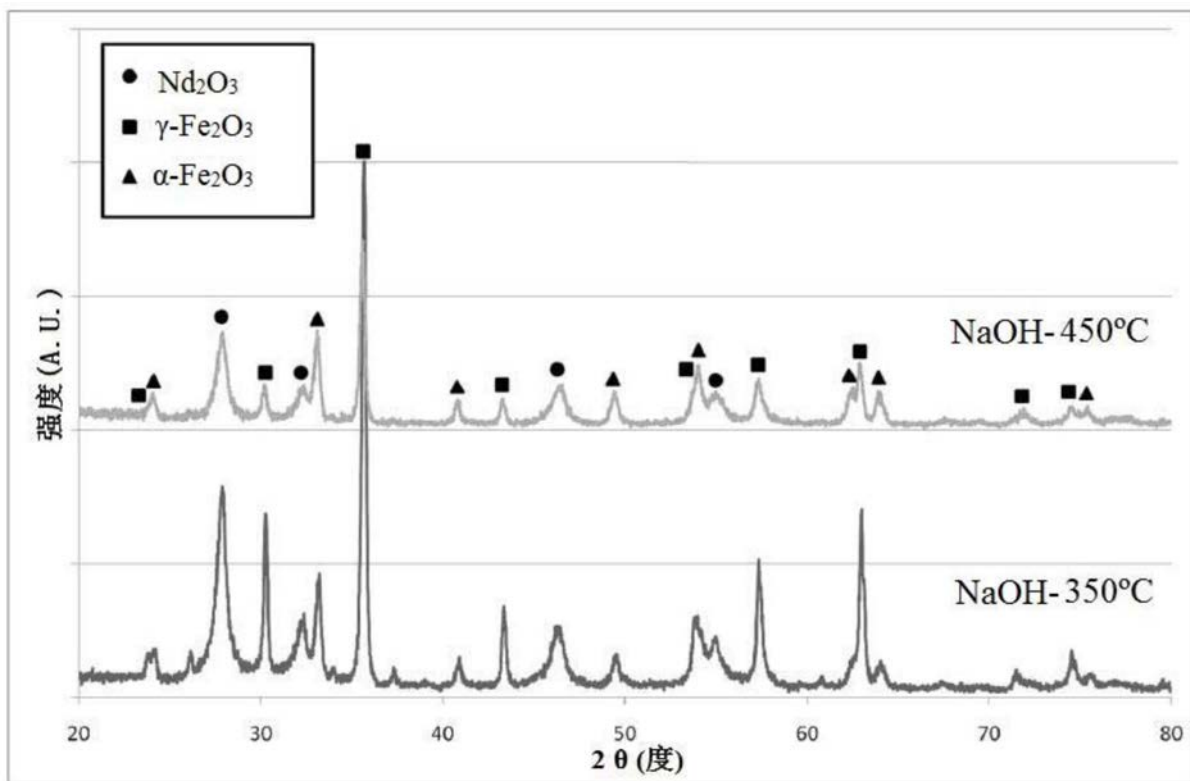


图6

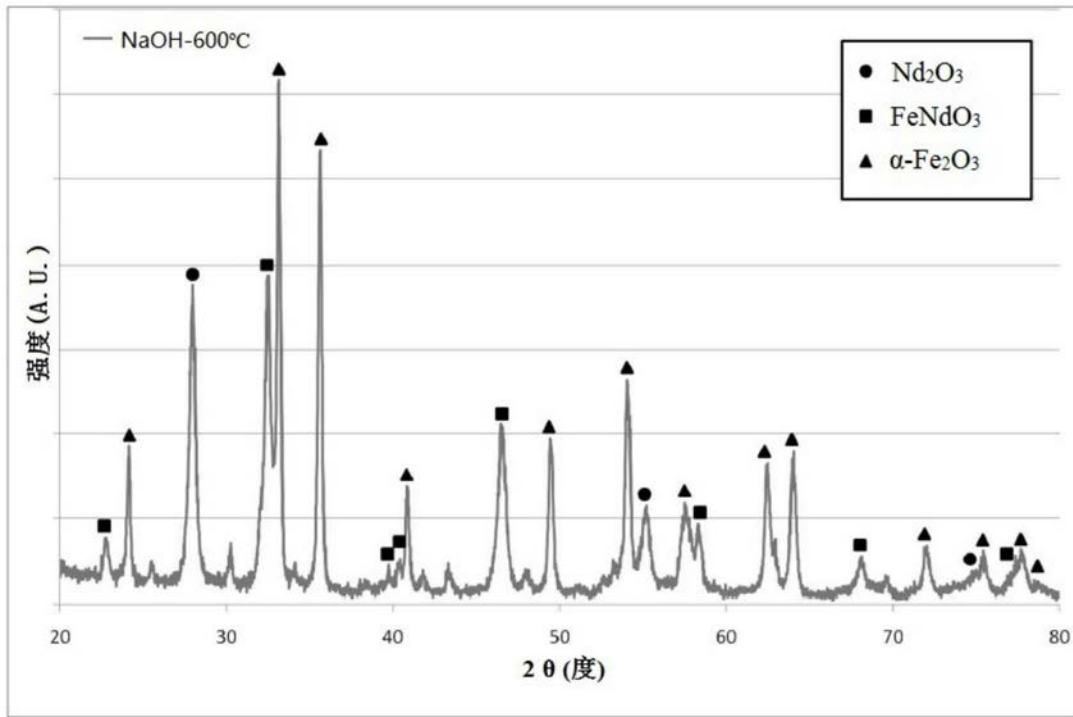


图7

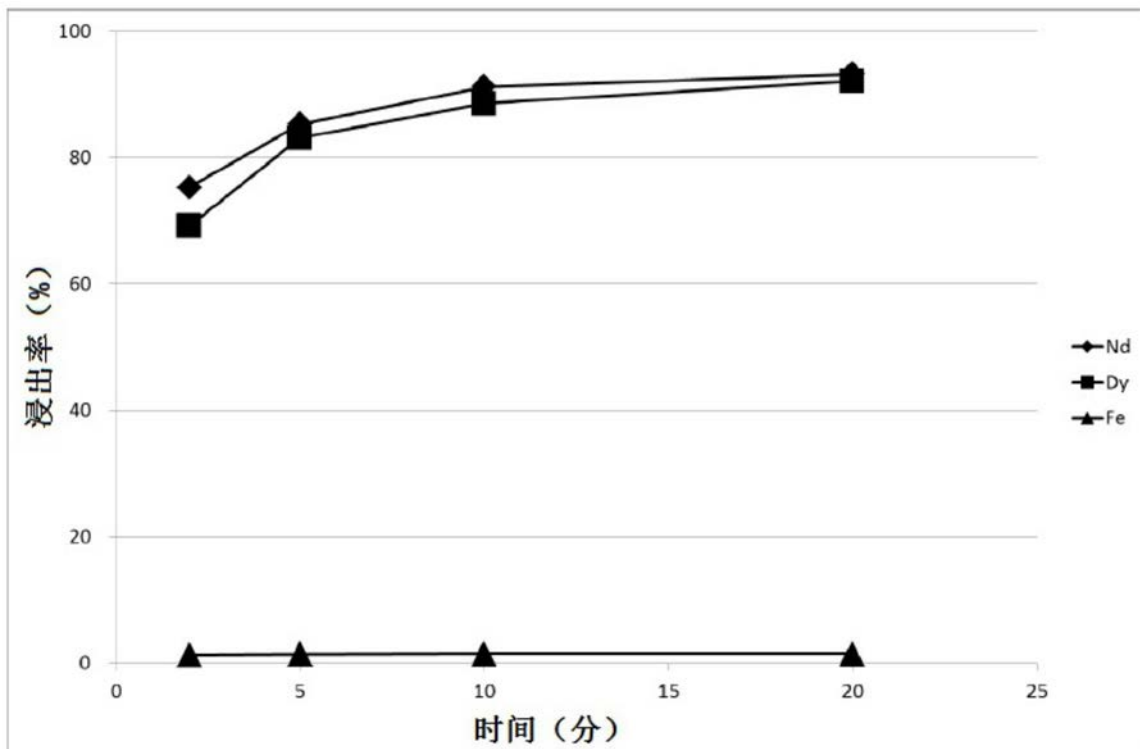


图8a

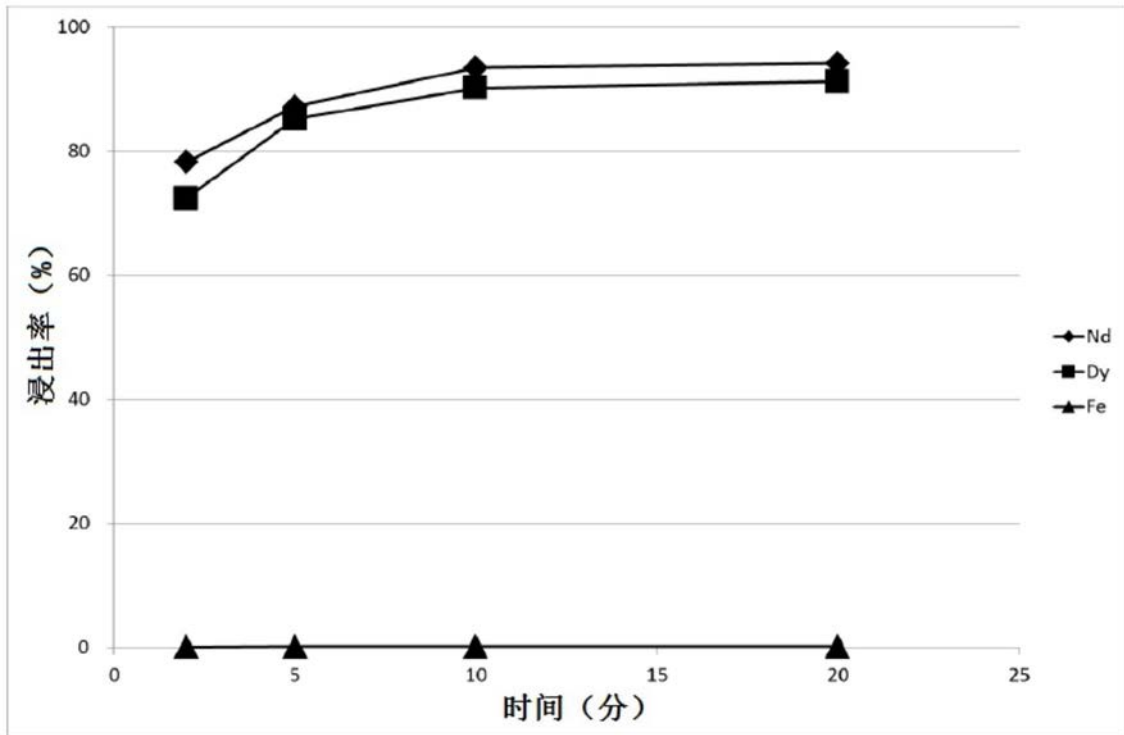


图8b

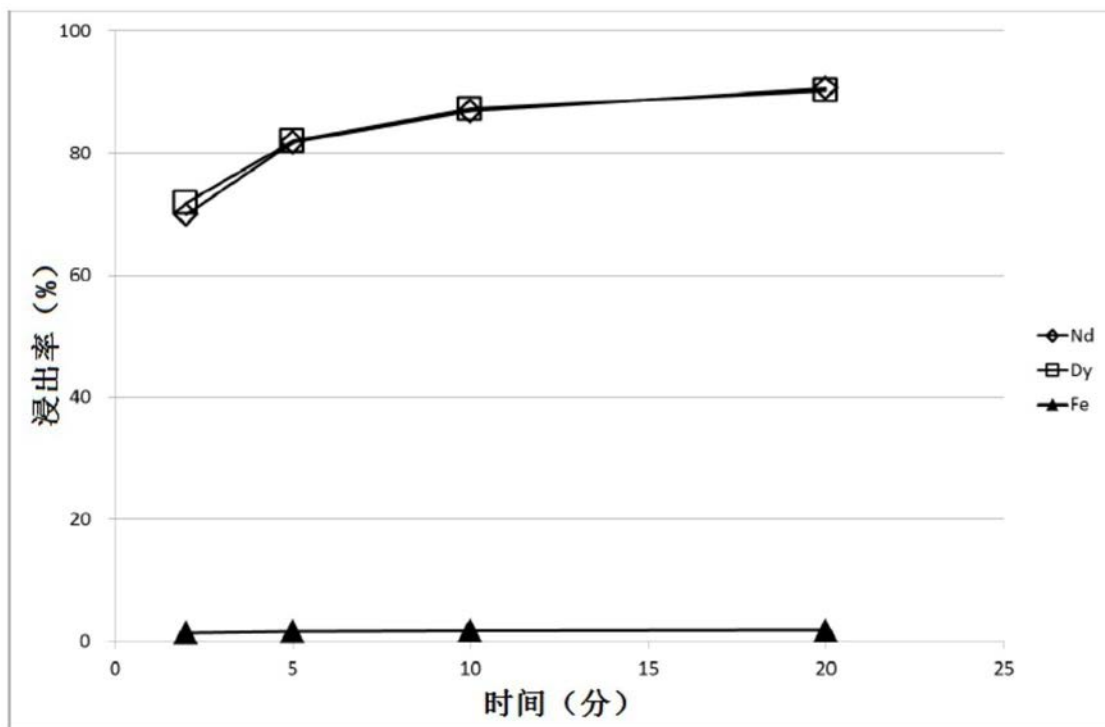


图9a

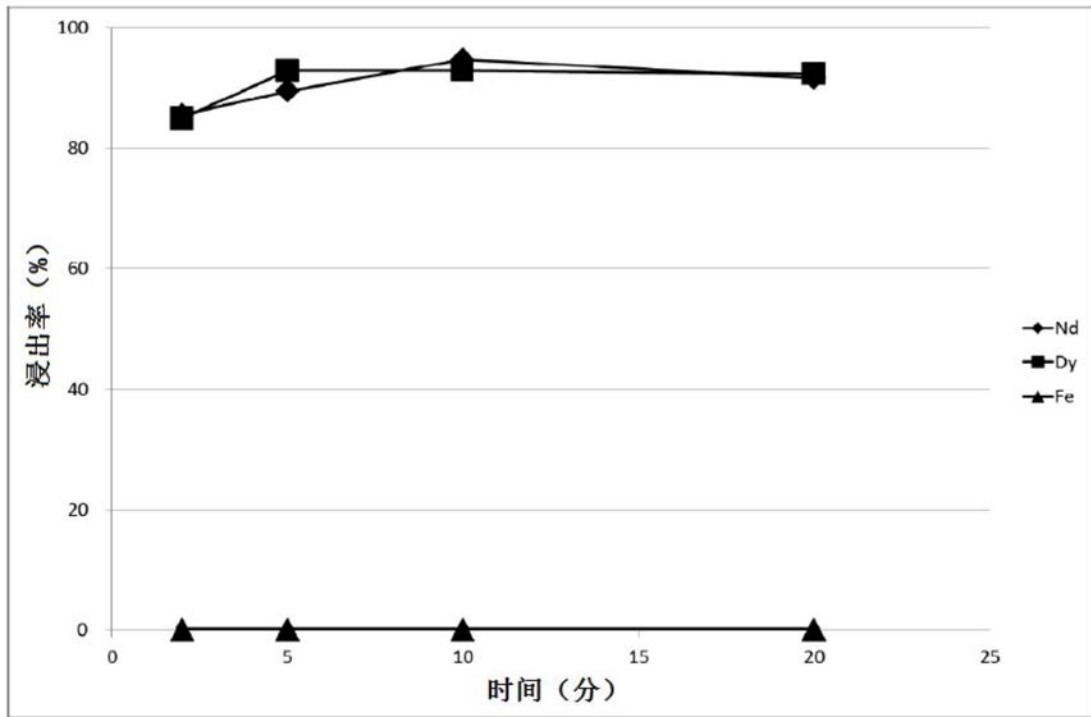


图9b

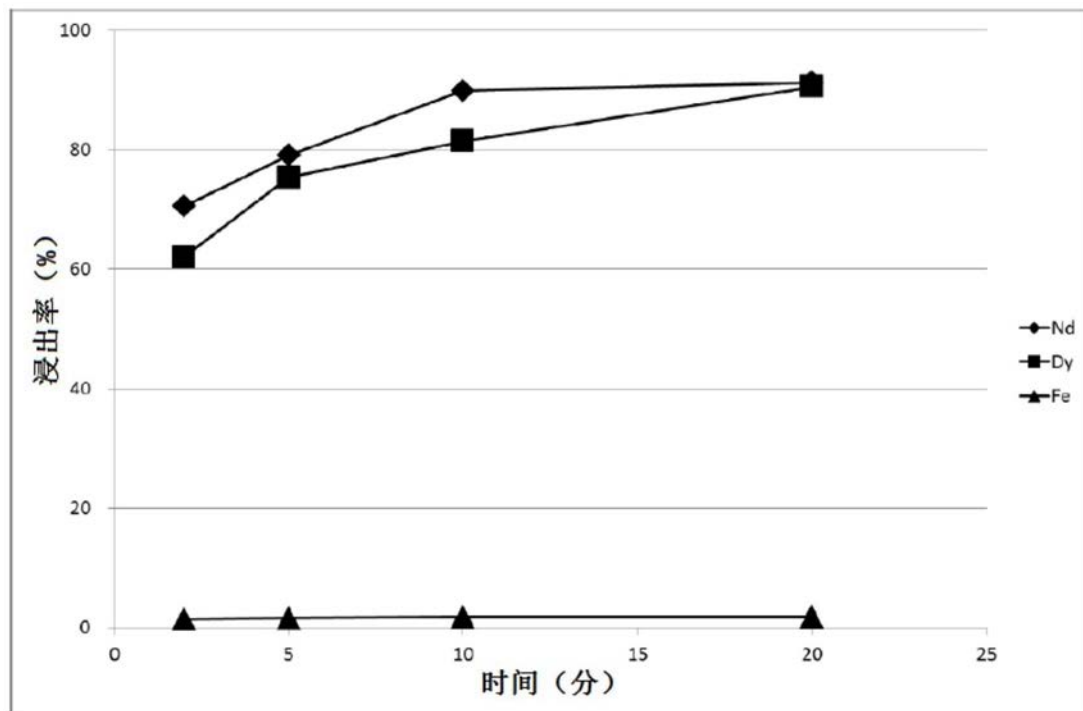


图10a



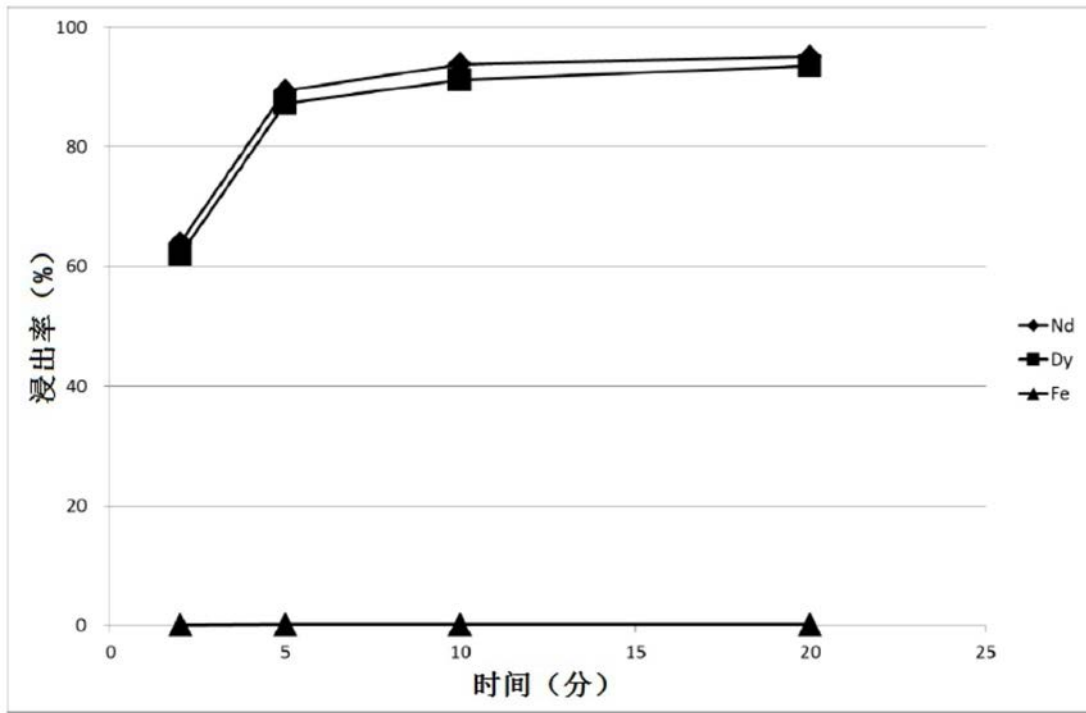


图10b

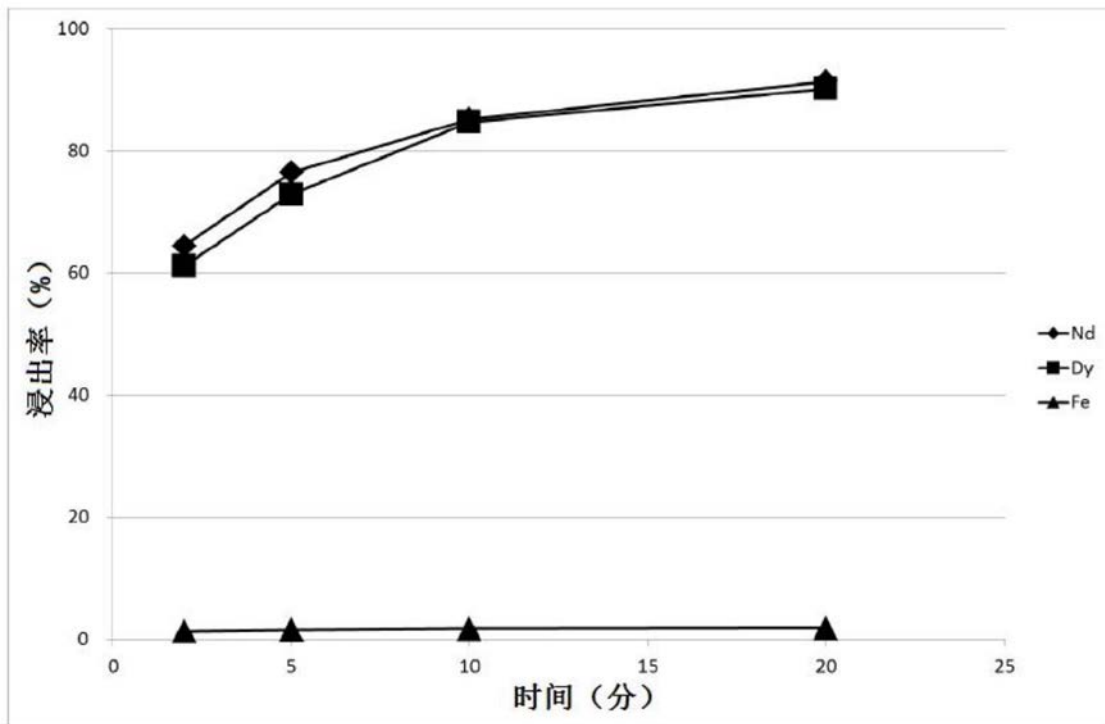


图11a

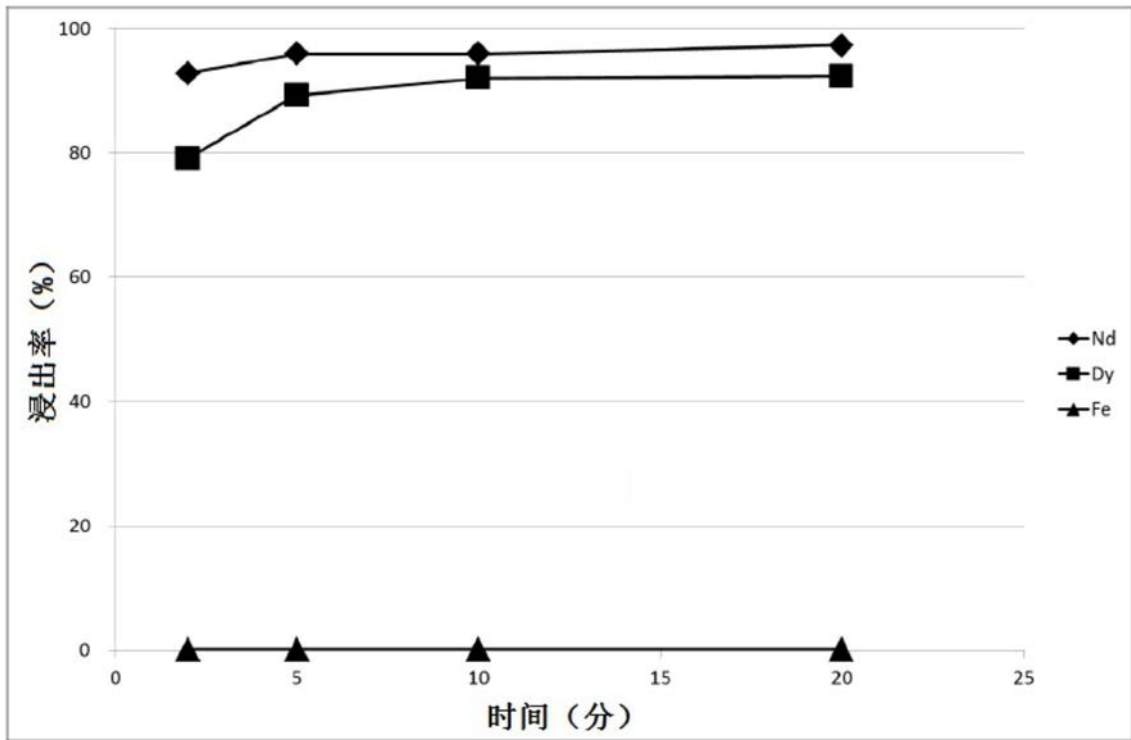


图11b

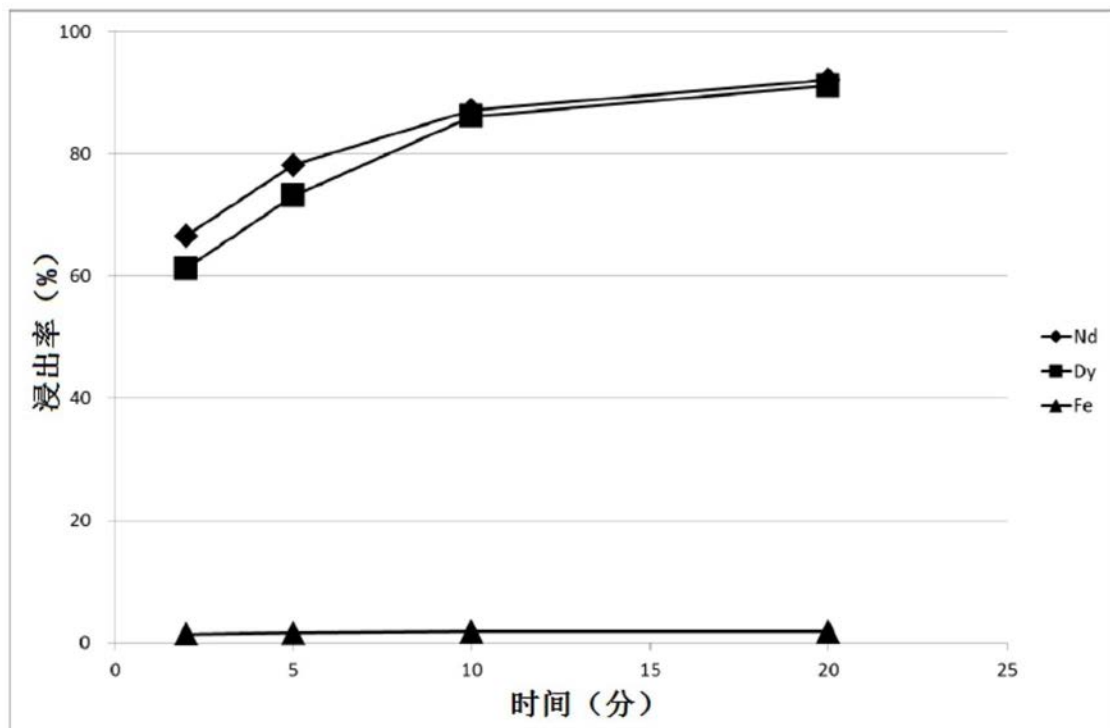


图12a

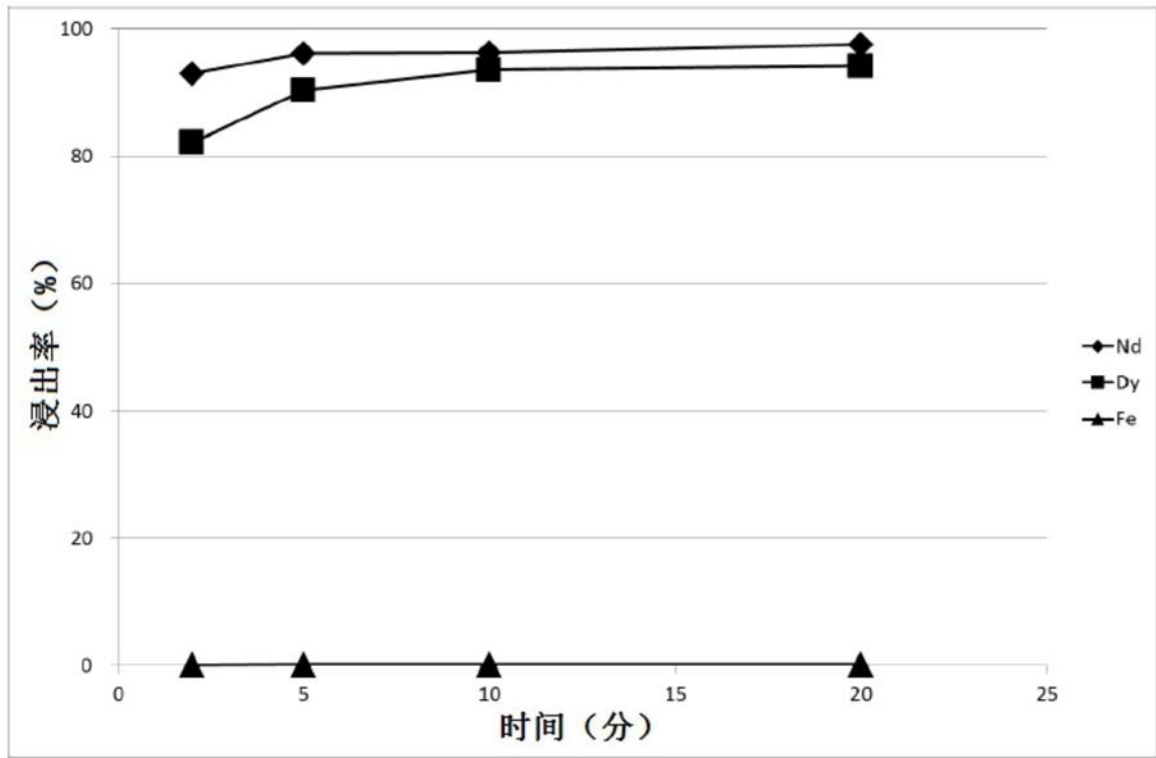


图12b

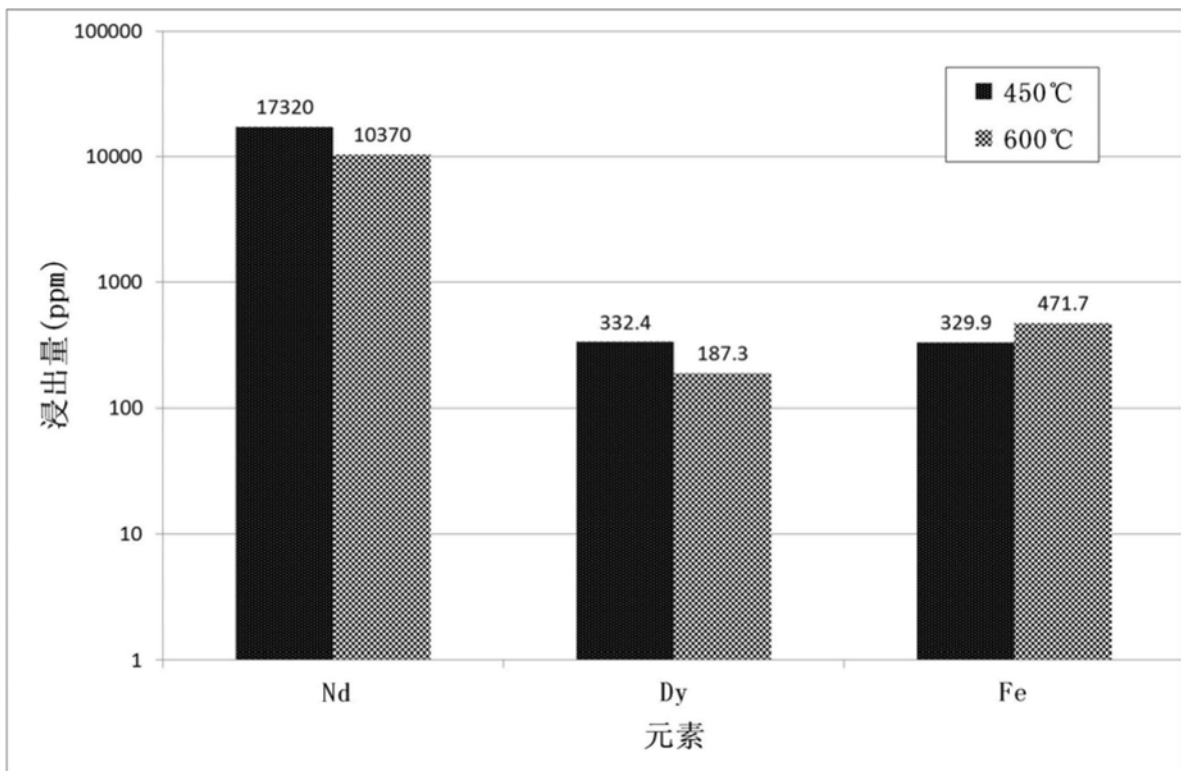


图13