

---

# タンタルなどのレアメタルスクラップの リサイクルについて

東京大学生産技術研究所 岡部研究室

峯田邦生

# 背景

ノート型PC  
携帯電話 etc. の普及

⇒ 高性能小型タンタルコンデンサ  
の需要増大

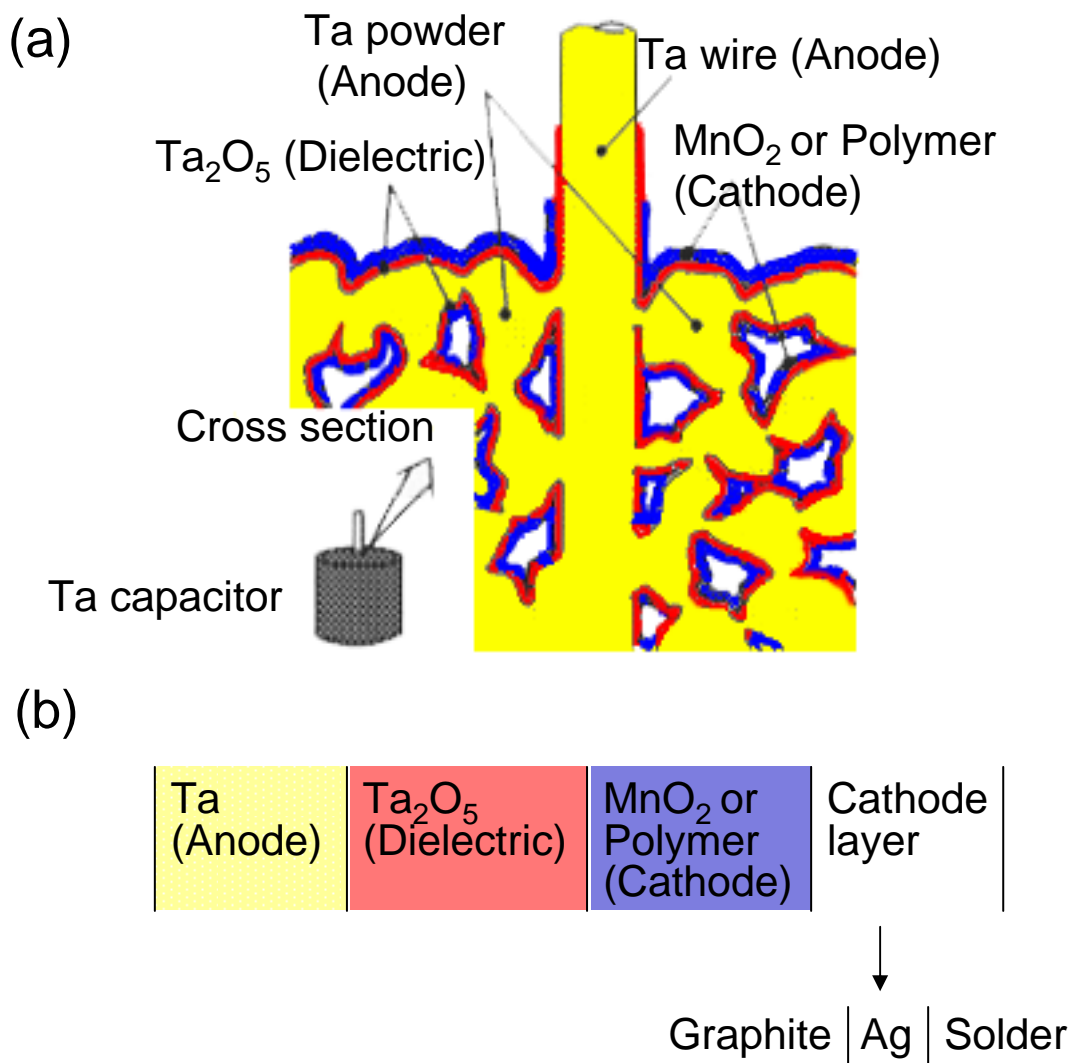


Fig. Ta コンデンサの (a) 模式図, (b) 構造

# 生産量と需要

Table タンタルの年間生産量と価格\*1

世界生産量	2,300 ton Ta
コンデンサ用粉末	1,400 ton Ta
価格(概数)	~700 \$/kg Ta

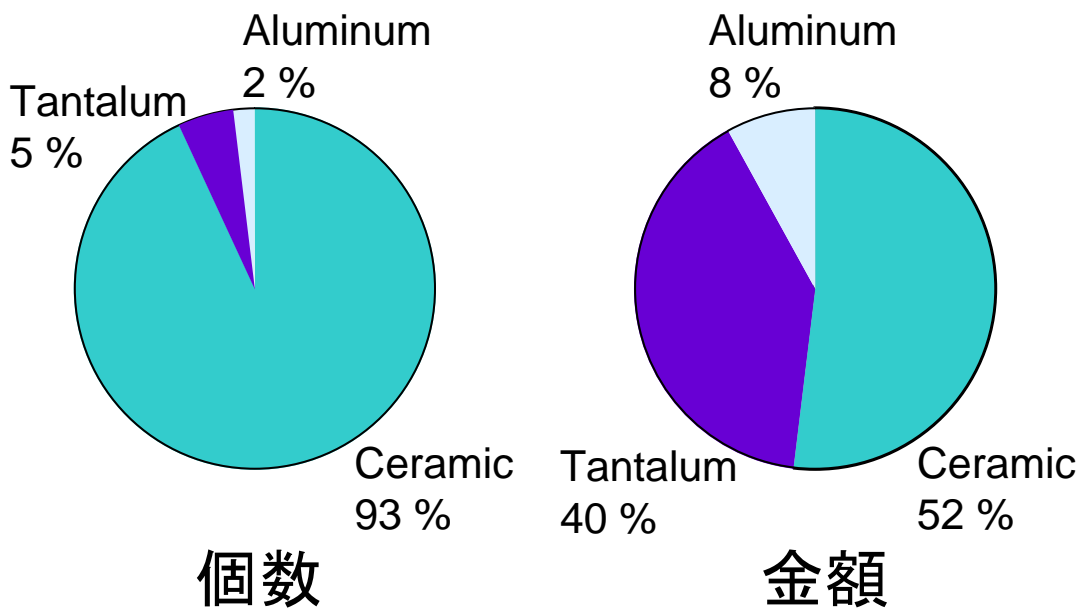
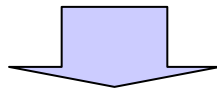


Fig. コンピュータ市場における各コンデンサのシェア

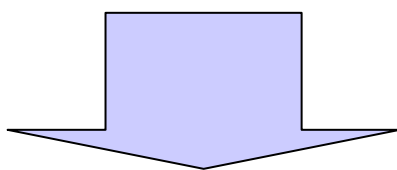


タンタルは貴重で需要の大きい  
電子材料用のレアメタル

# 目的

---

- タンタルは希少で高価なレアメタル
- コンデンサの製造過程で  
相当量のオフスペック品が発生
- 効率の良い回収プロセスは  
現在存在しない  
(現状では鉱石として処理)
- スクラップ中のタンタルはニオブを  
含まない良質な資源



低コストで高効率な  
リサイクルプロセスの開発が重要

# コンデンサの構造

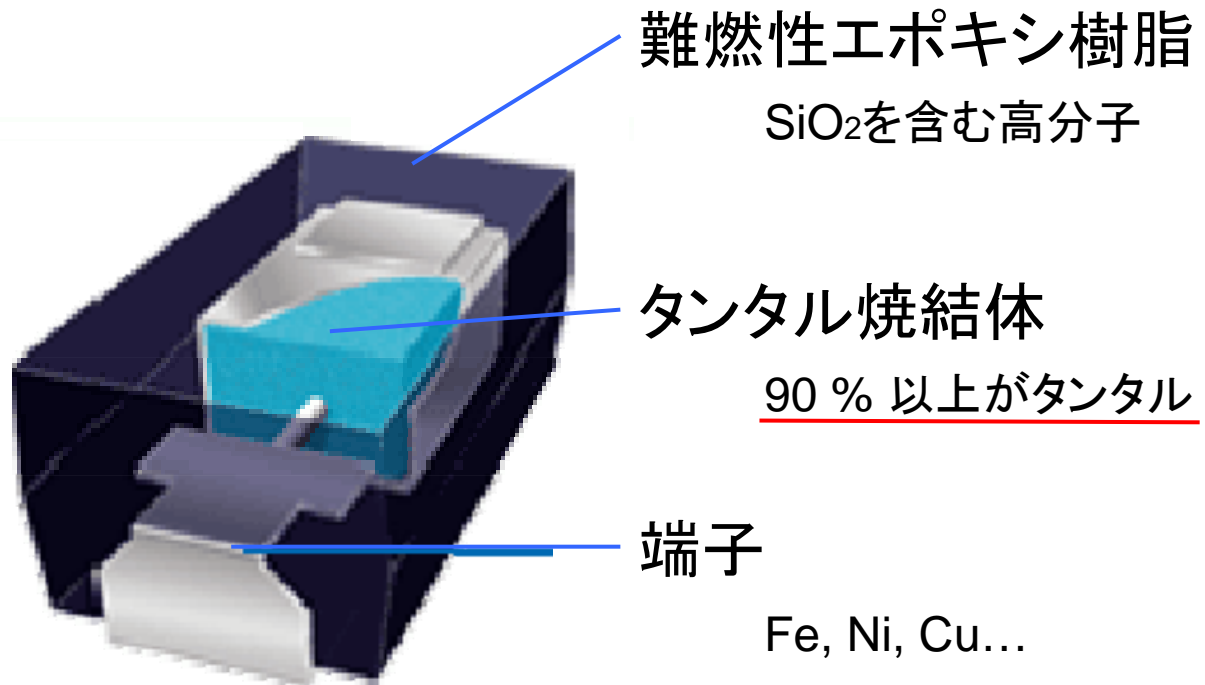
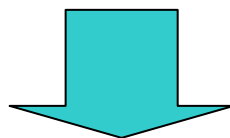


Table Mass ratio of a capacitor component

	Mass ratio of each part (mass %)		
	Ta	Epoxy resin	Terminal
Ta capacitor	50	40	10

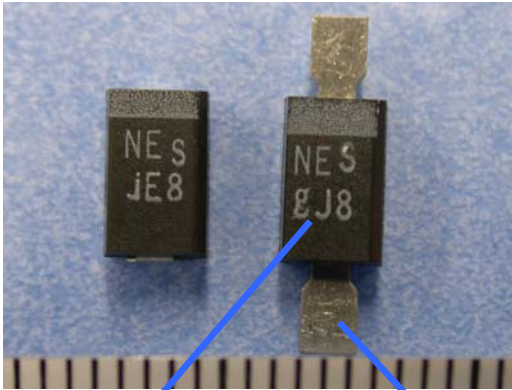
タンタルが焼結体中に高濃度で存在



焼結体を機械的に取り出す

# 酸化によるタンタルの回収

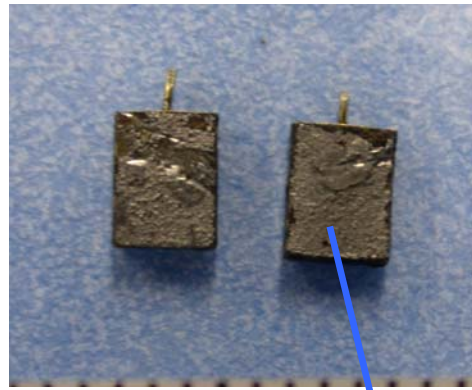
タンタルコンデンサの外観



エポキシ樹脂

端子

コンデンサ内部の焼結体



Ta

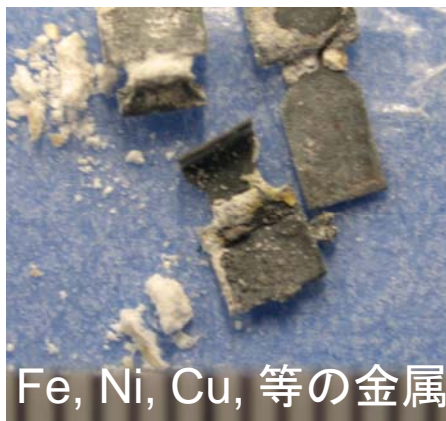
酸化後 (1123 K, 30min.)

エポキシ樹脂



主成分 SiO<sub>2</sub> の粉末

端子



Fe, Ni, Cu, 等の金属

タンタル焼結体



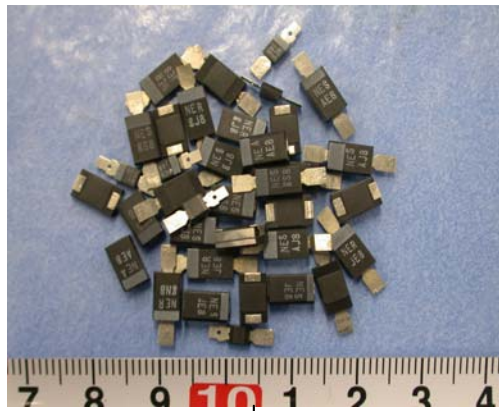
タンタルの酸化物

エポキシ樹脂: ふるい分けによる分離

端子: 磁選またはリーチングによる分離

タンタルを酸化物として回収することに成功

# 焼結体回収プロセス



Tantalum capacitors

Oxidation (1123 K)



Oxidized capacitors

Magnetic separation



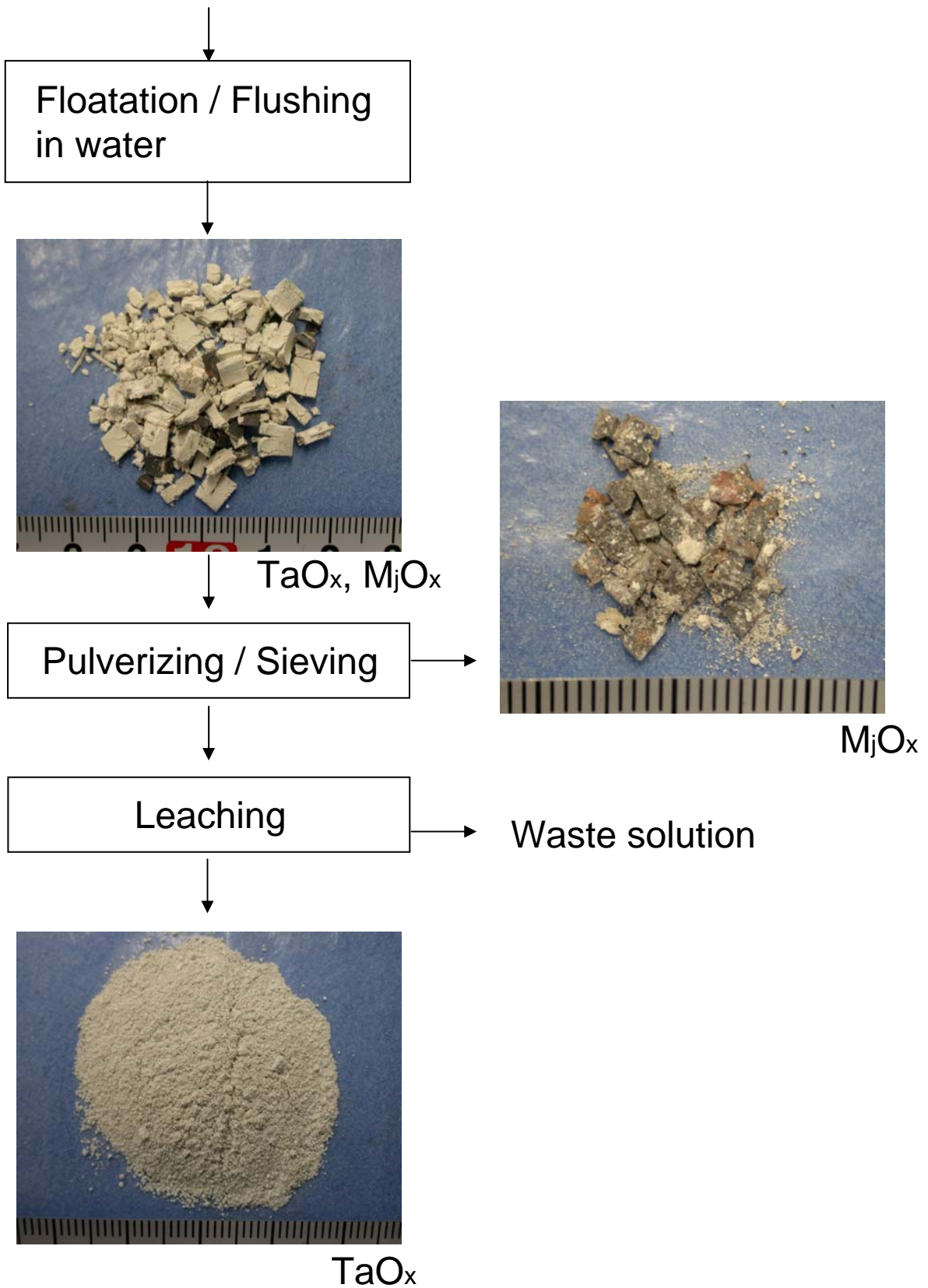
TaO<sub>x</sub>, SiO<sub>x</sub>, MjO<sub>x</sub>



Fe, Ni



# 焼結体回収プロセス(続き)





# マグネシウム蒸気による還元



$T = 1273 \text{ K}, 6 \text{ h}$

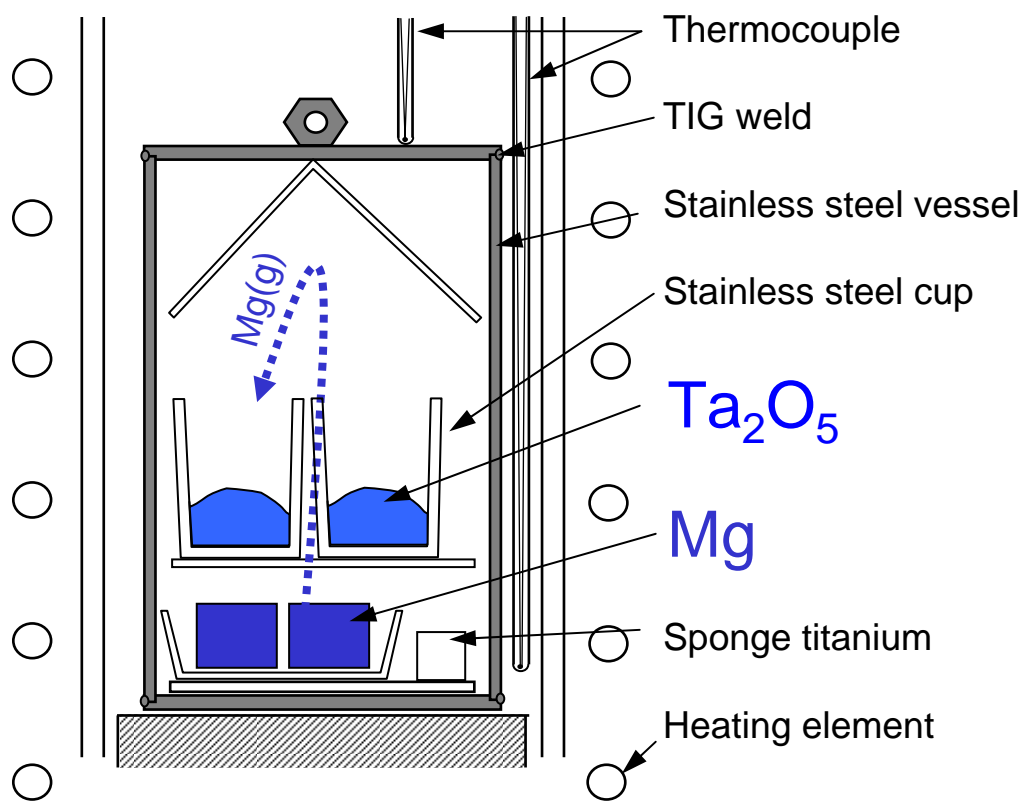
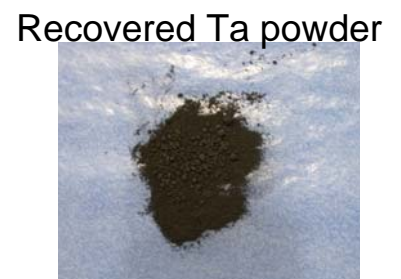
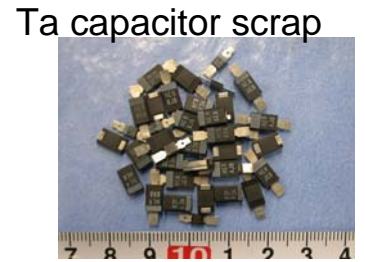
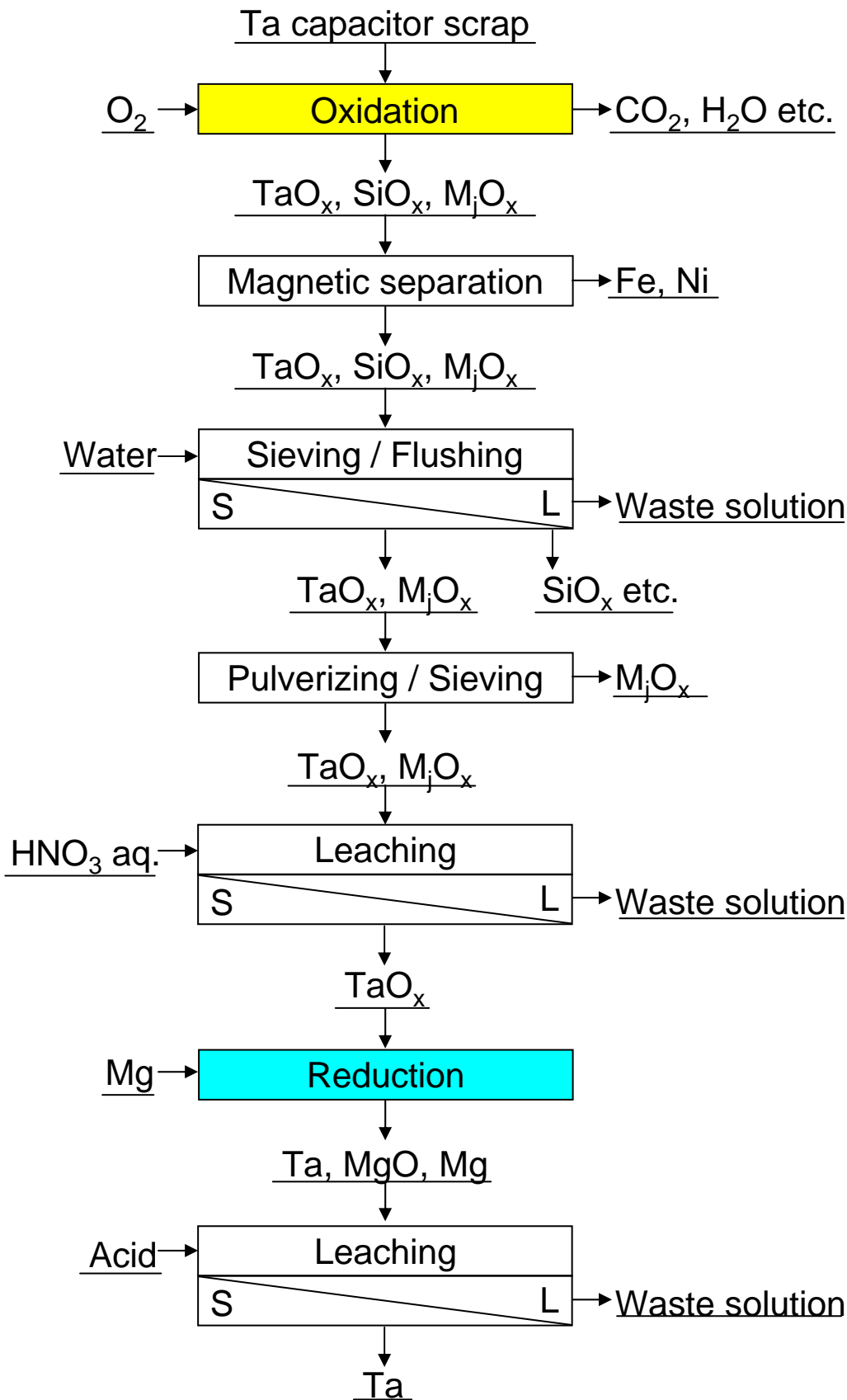
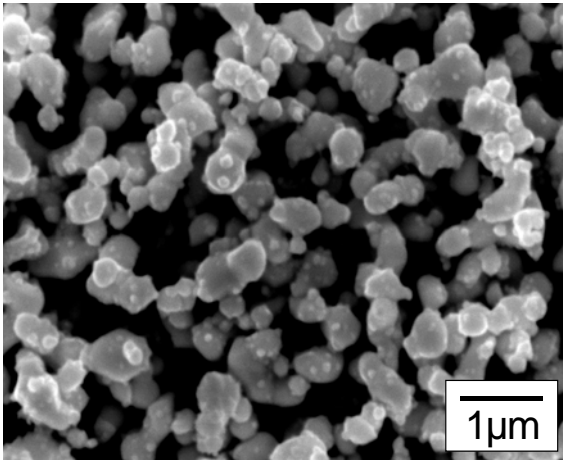


Fig. Schematic diagram of the experimental apparatus.

# タンタル回収プロセス



# タンタルの回収の結果



回収率：90~92 %

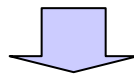
Fig. SEM image of tantalum recovered from capacitor scraps.

Table 1. Analytical result of tantalum powder recovered from tantalum capacitor scraps determined by ICP-AES analysis. The parenthesis data is estimated value.

	Concentration of element $i$ , $C_i$ (mass %)					
	Ta	Si	Cu	Ag	Fe	Mn
Capacitor scrap	(40 ~ 50)	(10 ~ 20)	(~ 5)	(-)	(5 ~ 10)	(-)
Recovered TaO <sub>x</sub>	(80)	(-)	(-)	(-)	(-)	(-)
Obtained Ta powder	98.57 <sup>*1</sup>	0.93	0.07	0.16	0.25	0.02

<sup>\*1</sup>: Value determined by balancing the analyzed solute concentration.

- ・ 回収したタンタルの純度は約99%
- ・ 主な不純物はシリコン



電子材料用途にはさらに高純度化が必要

塩化物スクラップを用いた  
塩化による高純度化

---

# 回収したTaの高純度化

# チタン精錬からの廃棄物

## クロール法



チタン鉱石中に含まれる不純物が塩化され塩化鉄を主成分とする副生物が大量に発生し現状では廃棄されている

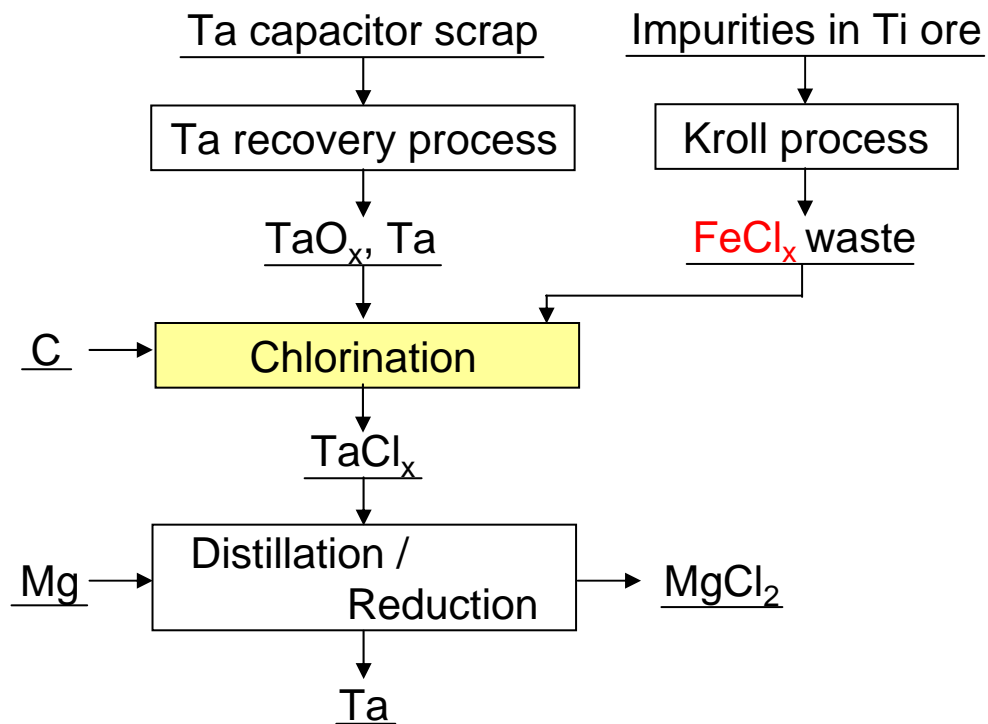
### 問題点

- ・廃棄物の処理コスト、環境負荷
- ・塩化物として系外に排出される塩素のロス



高効率の塩素サイクルを実現する  
タンタルの塩化精製プロセスの開発

# 塩化鉄中の塩素の回収



## 塩化鉄中の塩素を用いたタンタルの精製

### 特徴:

- ・安価にタンタルを塩化することができる
- ・塩化物廃棄物を減量できる
- ・チタンなど他のレアメタルに応用可能

さらに・・・

将来的には鉄分を多く含む安価な低品位のチタン鉱石をチタン精錬に使用可能になる可能性がある



# 熱力学的検討(塩化反応)

Ta-Cl-O system,  $p_{\text{Cl}_2} = 0.1 \text{ atm}$

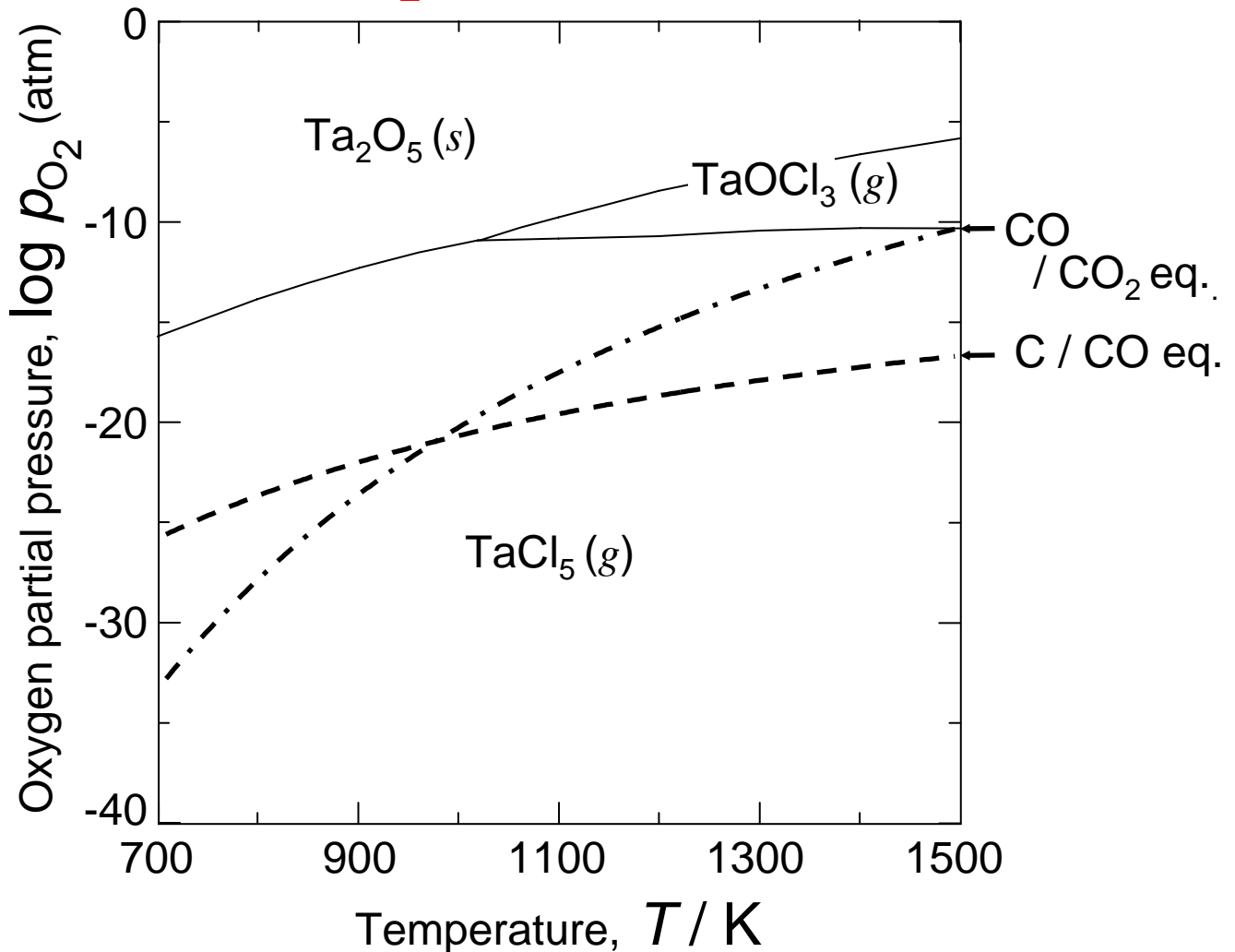


Fig. Predominance diagram for Ta-Cl-O system under chloride partial pressure.

高い塩素分圧下で炭素を系内に加えると  
 $\text{Ta}_2\text{O}_5$  は塩化され  $\text{TaCl}_5$  が生成する

# 熱力学的検討(蒸気圧)

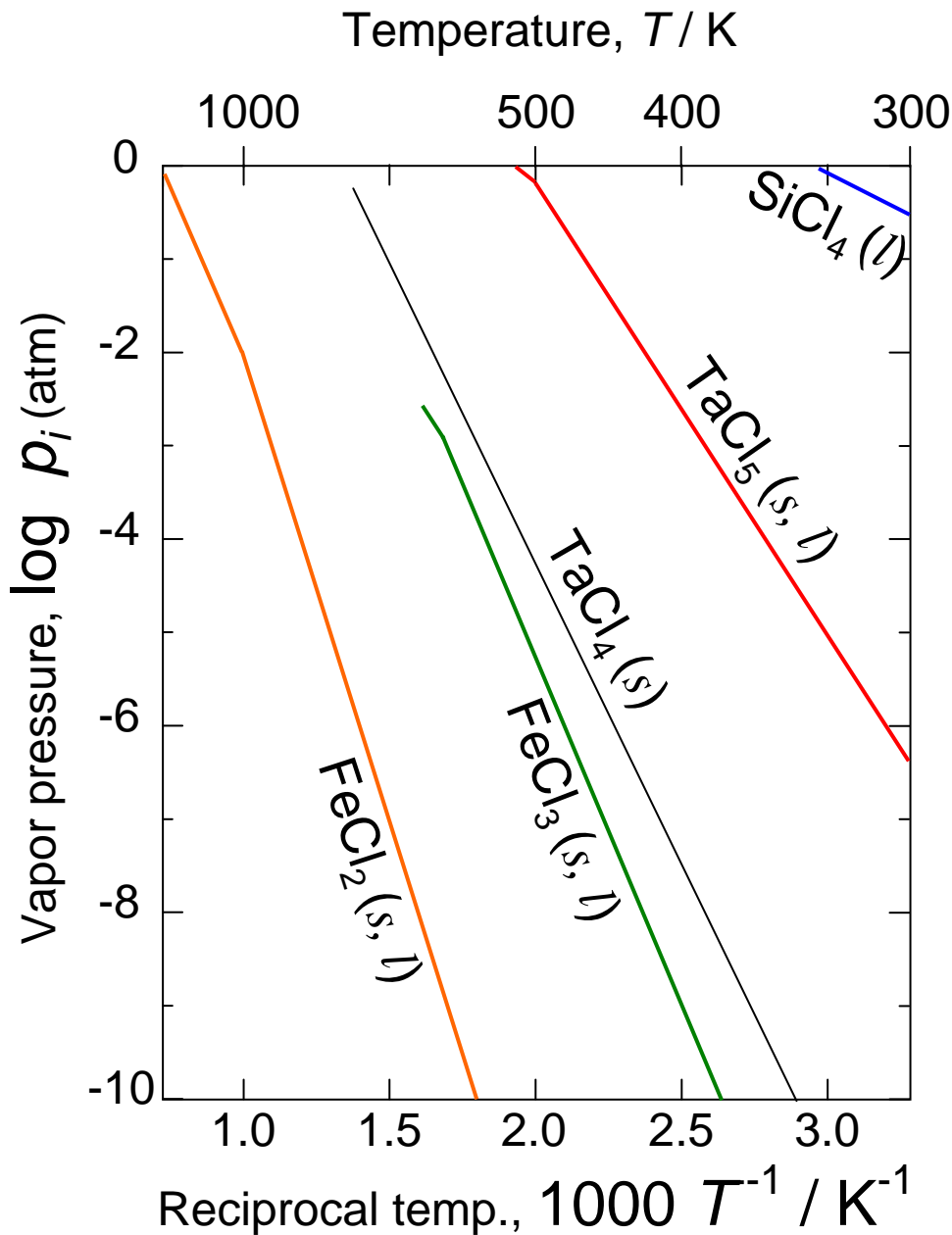


Fig. Vapor pressure of the chlorides of iron, tantalum, and silicon as a function of reciprocal temperature.

生成した塩化物の温度を適切に制御することで  
高純度の  $TaCl_5$  を分離・回収することが可能

# 熱力学的検討(塩化反応)

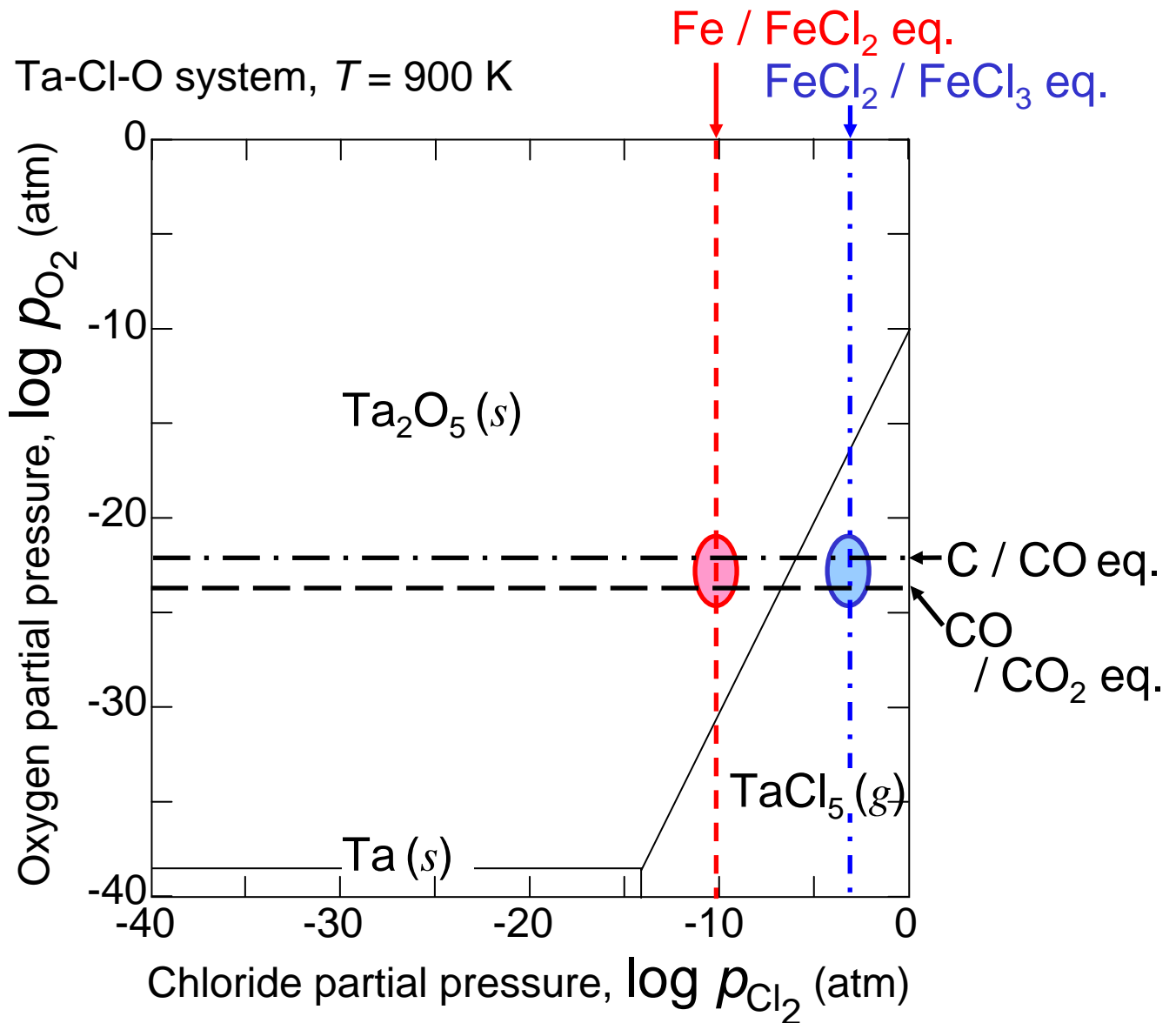


Fig. Predominance diagram for Ta-Cl-O system at 900 K.

FeCl<sub>3</sub> および炭素を用いて Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> が塩化され  
TaCl<sub>5</sub> が生成する

Fe / FeCl<sub>2</sub> 平衡下では Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> が安定であるが  
TaCl<sub>5</sub> は蒸気圧が高いため条件によっては  
塩化反応が進行する可能性がある

# 金属Taの塩化反応

Ta-Fe-Cl system,  
 $T = 900 \text{ K}$

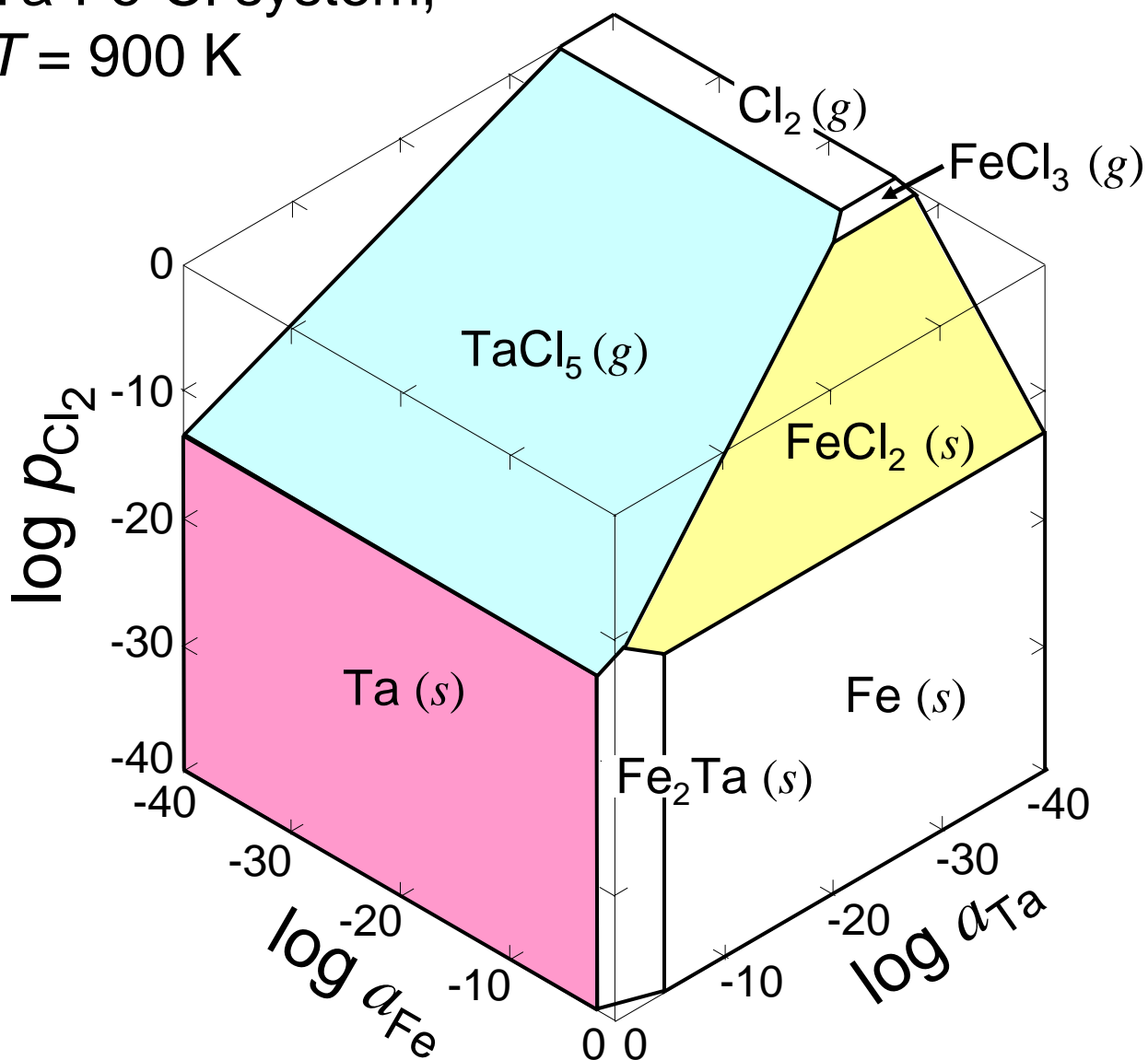
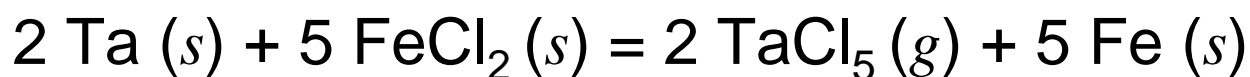


Fig. Three-dimensional chemical potential diagram for Ta-Fe-Cl system at 900 K.

# FeCl<sub>2</sub>によるTaの塩化実験



反応装置：

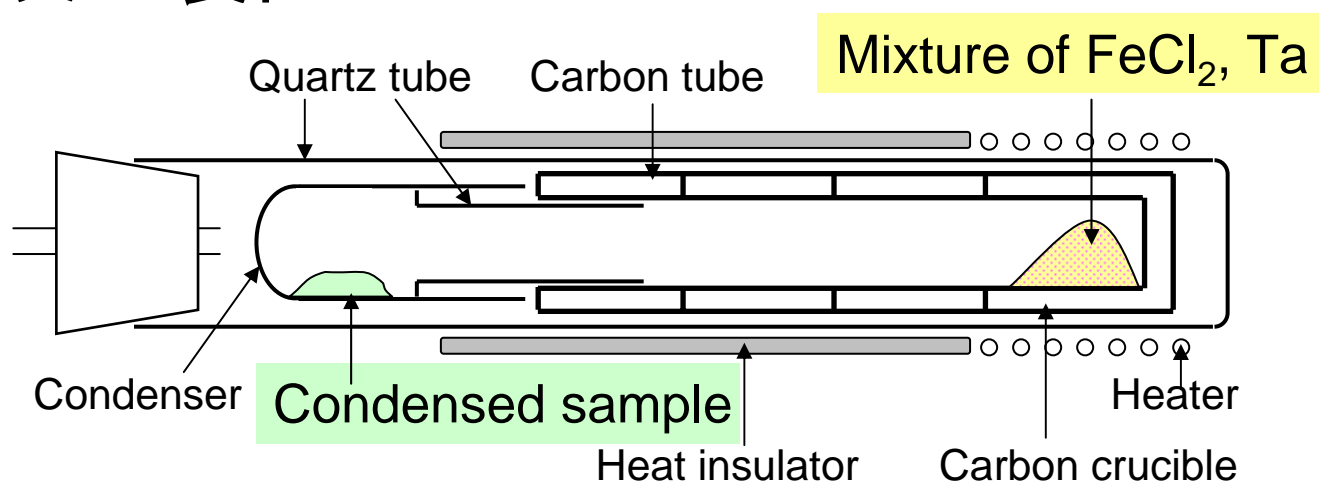


Fig. Experimental apparatus for chlorination using FeCl<sub>2</sub> as a chlorine source.

実験条件：

$T = 900 \text{ K}$ ,  $t = 3 \text{ h}$ , Ar雰囲気

Ta: 2 g, FeCl<sub>2</sub>: 10 g

# 分析結果

## XRD分析結果

残渣：Feの生成を確認

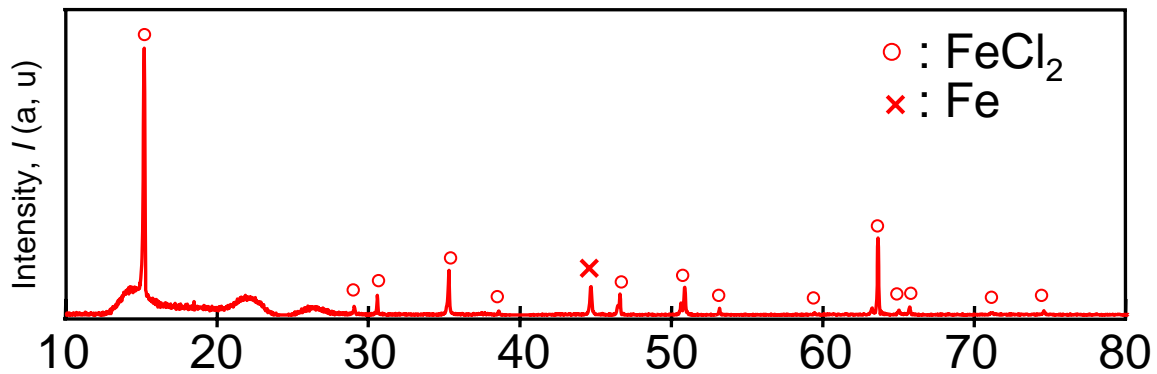


Fig. XRD pattern of a residual after reaction.

析出物：低温部にTaCl<sub>5</sub>が凝縮

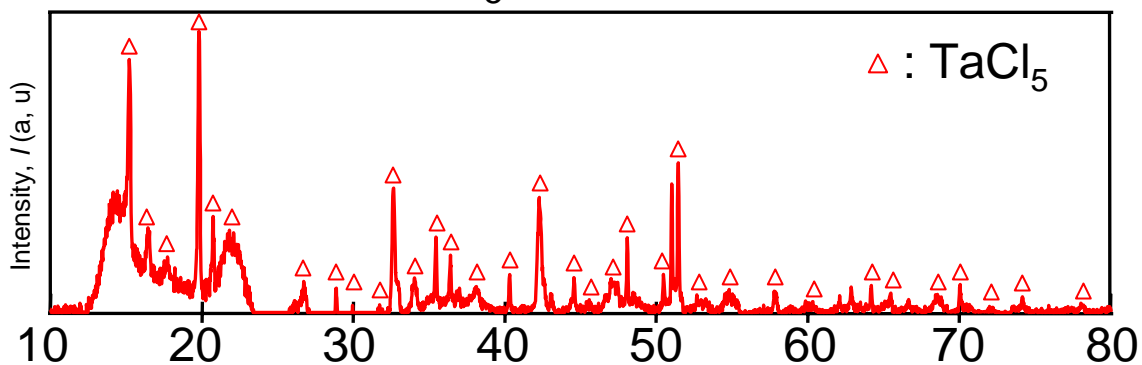


Fig. XRD pattern of obtained sample.

TaCl<sub>5</sub>中のFeの濃度：約 300 ppm  
(ICP分析結果)



---

# チタンへの応用

# チタンへの応用

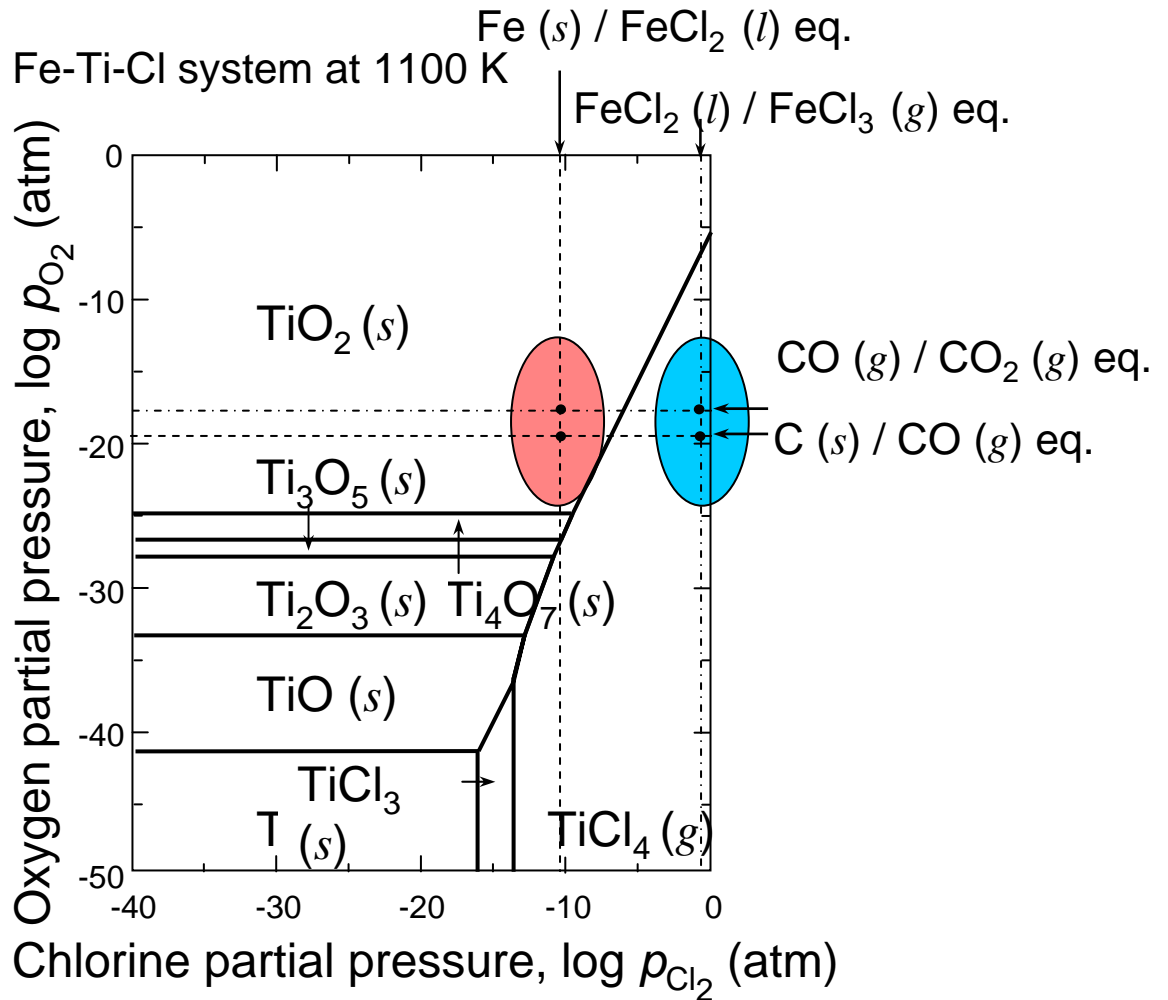


Fig. Chemical potential diagram for Ti-Cl-O system at 1100 K.

# チタンへの応用

Fe-Ti-Cl system at 1100 K

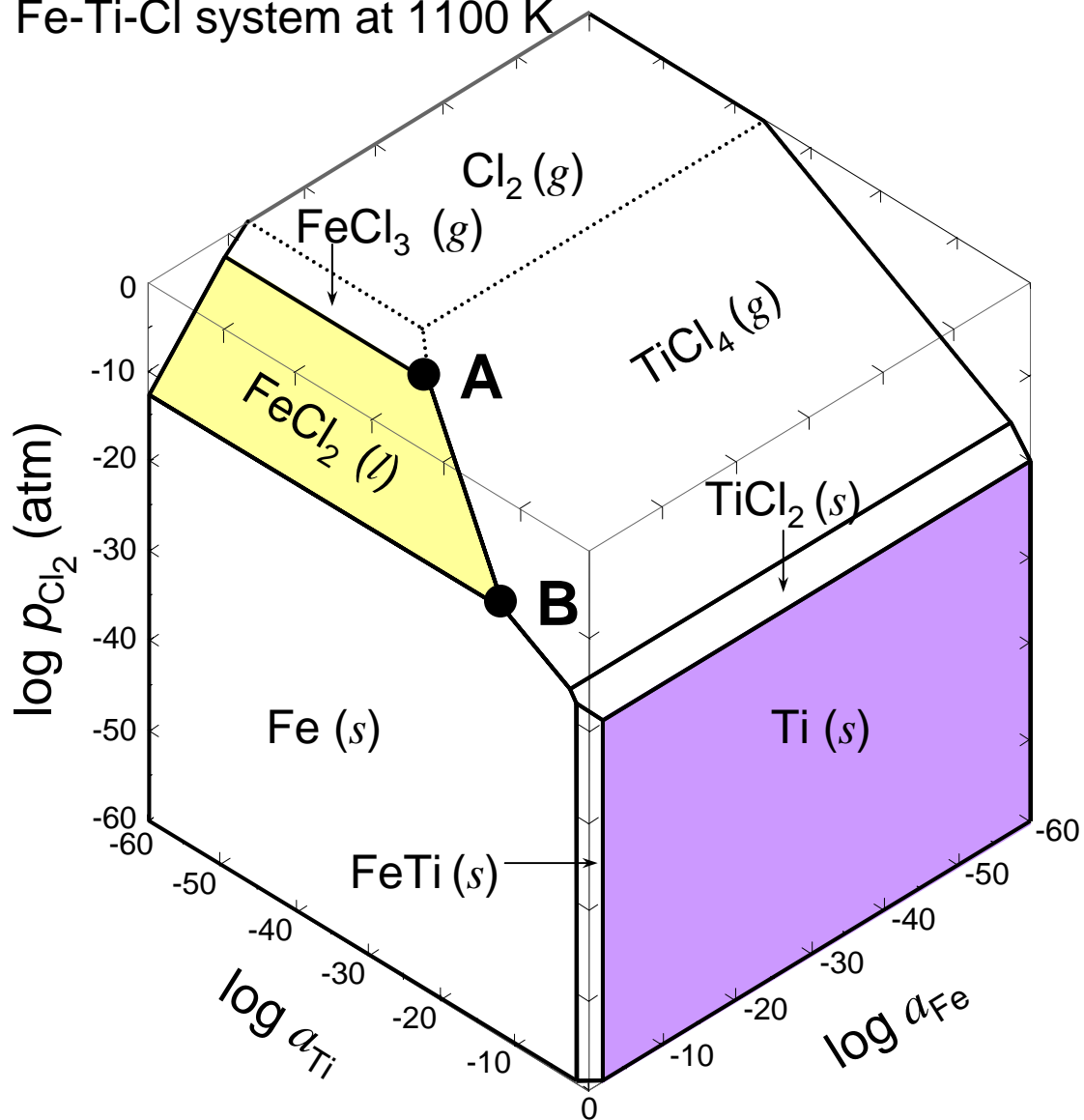


Fig. Chemical potential diagram for Fe-Ti-Cl system.

# まとめ

---

## コンデンサからのタンタルの回収

タンタルコンデンサを高温の大気中で酸化する手法で90%以上の歩留まりで99%程度の純度のタンタルを回収することに成功した

## タンタルの塩化による高純度化

コンデンサより回収したタンタルをチタン精錬からの塩化鉄スクラップ中の塩素を利用し塩化できることを熱力学的に示した

FeCl<sub>2</sub>中の塩素によってタンタルを塩化し、TaCl<sub>5</sub>が得られることを実験的に示した



Ta capacitor



Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>



Ta



TaCl<sub>5</sub>