

PROCEDE DE RECYCLAGE D'AIMANTS PERMANENTS USAGES OU REBUTES**DOMAINE DE L'INVENTION**

5 L'invention vise un nouveau procédé destiné à récupérer les terres rares présentes dans les aimants permanents usagés ou rebutés, ou encore présentes dans les chutes de production de tels aimants permanents. Plus spécifiquement, les aimants permanents en question sont du type à base de néodyme et fer (Nd-Fe-B) ou encore à base de samarium et cobalt (Sm-Co).

10

Le procédé de l'invention s'inscrit dans une démarche visant à satisfaire à la fois aux conditions économiques et écologiques.

Sur le terrain économique, la récupération des terres rares, qui peuvent être comprises dans de tels aimants jusqu'à 35 % en poids, s'avère un élément déterminant, exacerbé en outre par le contexte géopolitique actuel. En effet, conjugué à une croissance de la demande mondiale en terres rares, ainsi qu'un nombre limité de pays producteurs de terres rares, susceptible d'engendrer des risques d'approvisionnement des marchés en ces métaux, la récupération des terres rares est plus que jamais d'actualité.

20

Sur le terrain écologique, les procédés de récupération connus à ce jour ne sont pas satisfaisants, à tout le moins à l'échelle industrielle en raison de production simultanée de déchets solides ou d'effluents liquides.

25 ETAT ANTERIEUR DE LA TECHNIQUE

Parmi les différents procédés de recyclage d'aimants permanents connus à ce jour, figurent deux familles essentielles, respectivement :

- les recyclages dits en boucle courte, qui retire les aimants sans les dissoudre et en reformant des aimants directement à partir de la poudre ainsi recyclée, et
- les procédés dits en boucle longue, qui nécessitent une dissolution des aimants, puis une séparation des différentes terres rares dans l'objectif de produire des oxydes purs et ainsi alimenter le marché des aimants.

30

L'invention s'inscrit dans cette seconde famille.

Parmi ces procédés figure notamment la pyroméallurgie et/ou l'hydroméallurgie. Le procédé hydroméallurgique est basé sur la technique d'extraction liquide-liquide permettant de récupérer les terres rares à partir d'une phase aqueuse acide, et typiquement mettant en œuvre une dissolution totale de l'aimant suivie de l'élimination du fer (dans le cadre des aimants néodyme-fer-bore) par remontée du pH. De tels procédés de recyclage par voie hydroméallurgique ont par exemple été décrits dans le document US 5,362,459 ou encore dans le document WO 96/00698. Dans ce dernier, on procède à l'oxydation de l'aimant par un traitement thermique, puis à une dissolution de la poudre oxydée par de l'acide chlorhydrique. La séparation fer-néodyme est réalisée par précipitation oxalique de l'oxalate de néodyme qui présente une solubilité très inférieure à l'oxalate de fer.

Parmi les procédés hydroméallurgiques mis en œuvre, on observe fréquemment une consommation excessive d'acide, puis une consommation de base pour procéder à l'élimination du fer par neutralisation.

D'autres types de procédés hydroméallurgiques visent à oxyder, en tout ou en partie, les alliages contenus dans les aimants permanents, en vue de réaliser la dissolution sélective des terres rares, et notamment :

- l'oxydation thermique (calcination des aimants à haute température) permettant d'obtenir un mélange d'oxyde de fer et de terres rares ;
- l'oxydation hydrothermale des aimants à haute pression, qui permet l'obtention d'hydroxyde de terres rares, soluble en milieu acide, et de magnétite, aisément séparable du fait de son caractère magnétique.

Si, à l'échelle du laboratoire, les différentes techniques hydroméallurgiques proposées ont permis de procéder au recyclage sélectif de terres rares, on observe à l'échelle industrielle de réelles difficultés.

30

Parmi celles-ci, on peut notamment citer, que lors de l'oxydation, des températures supérieures à 600°C sont susceptibles d'être atteintes, pouvant mener à l'agglomération et au frittage d'une partie de la matière, empêchant l'obtention d'une phase oxydée homogène.

Lorsque les températures en cours d'oxydation sont supérieures à 600-900°C, on observe la formation d'un oxyde mixte TRFeO_3 (TR = terres rares). Cet oxyde est plus réfractaire que les oxydes de terres rares et nécessite des conditions d'attaque plus sévères, engendrant une perte de rendement ou bien une perte de sélectivité lors de la dissolution. L'oxydation non contrôlée de la poudre d'aimants se traduit par des températures pouvant dépasser les 1000 °C, favorisant ainsi la formation des oxydes mixtes.

Par ailleurs, lors de l'oxydation hydrothermale, la cinétique d'oxydation dépend principalement de la pression totale des gaz au sein de l'enceinte de traitement (typiquement un autoclave). Typiquement, afin d'atteindre une cinétique acceptable pour la mise en œuvre d'un procédé à l'échelle industrielle, des pressions de l'ordre de 40 à 200 bars doivent être appliquées, complexifiant en conséquence l'installation de recyclage proprement dite

Il résulte des procédés mis en œuvre à ce jour une réelle difficulté née de l'exothermicité de la réaction d'oxydation, qui n'est pas contrôlée, et qui est susceptible d'engendrer des problématiques sérieuses lors de la mise en œuvre industrielle.

L'invention propose un procédé de recyclage d'aimants permanents usagés ou rebutés, et en outre de chutes de production de tels aimants, mettant en œuvre un tel procédé hydrométallurgique à l'échelle industrielle et s'affranchissant des inconvénients des procédés connus à ce jour.

EXPOSE DE L'INVENTION

Selon l'invention, ce procédé de recyclage consiste, après avoir démagnétisé lesdits aimants permanents et, après les avoir réduits en poudre, à oxyder cette dernière dans des conditions permettant l'amélioration du rendement de récupération des terres rares et la sélectivité de dissolution vis-à-vis du fer ou du cobalt.

Selon l'invention, ladite poudre est soumise à une oxydation totale. A la suite de cette étape d'oxydation, le produit obtenu est soumis à une étape de dissolution, et enfin à une étape de filtration.

Selon l'invention, l'étape d'oxydation est réalisée en deux sous-étapes successives :

- une première sous-étape d'oxydation partielle à une température n'excédant pas 500°C,
 - puis une seconde sous-étape d'oxydation totale à plus haute température, et
- 5 notamment à une température comprise entre 600 et 800 °C.

La mise en œuvre de ces deux sous-étapes d'oxydation permet de contrôler la température de manière beaucoup plus efficace, en évitant les problèmes d'agglomération et de frittage et en limitant la formation d'oxyde mixte réfractaire du type de ceux mentionnés

10 précédemment.

Typiquement, dans le cadre du recyclage d'aimants permanents du type néodyme-fer-bore, le produit issu de la première sous-étape d'oxydation présente une structure principalement amorphe, et est notamment caractérisé par l'absence de phase contenant des terres rares à

15 l'état d'oxydation zéro (typiquement $\text{TR}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ et TRFe_4B), l'absence d'oxyde mixte réfractaire du type TRFeO_3 , la présence de fer sous forme de fer métallique ou d'oxyde de fer en particulier la magnétite Fe_3O_4 .

Corollairement, le produit issu de la seconde sous-étape d'oxydation présente une structure

20 principalement cristalline, et est notamment caractérisé par l'absence de fer ou de terres rares à l'état métallique, la présence de fer sous forme d'oxyde, principalement de l'hématite (Fe_2O_3) ainsi qu'une proportion limitée (typiquement inférieure à 10 % en masse) d'oxyde mixte réfractaire du type TRFeO_3 .

25 Selon une caractéristique avantageuse de l'invention, intervient entre les étapes d'oxydation et de dissolution une étape de broyage des produits résultant de l'oxydation. Cette étape de broyage a pour vocation de libérer les oxydes de terres rares hors de la couche d'oxydes de fer qui se forme à l'extérieur des grains. Elle permet en outre d'accélérer la cinétique de l'étape ultérieure de dissolution.

30

Typiquement, cette étape de broyage engendre l'obtention de particules inférieures ou égales à 100 micromètres.

Il peut en outre être envisagé de réaliser cette étape de broyage sous atmosphère humide, afin de réduire les phénomènes d'envoltement excessif des fines.

Avantageusement, la première sous-étape d'oxydation est réalisée à une température
5 comprise entre 150 et 500°C, de préférence entre 400 et 500°C.

Parallèlement, cette première sous-étape d'oxydation peut être réalisée sous air, dès lors que la température est inférieure ou égale à 400 °C.

10 En revanche, si cette température est supérieure à 400 °C, et donc comprise entre 400 et 500 °C, cette sous-étape doit intervenir :

- soit sous un mélange de gaz inerte (azote N₂ ou bien argon Ar) humide;
- soit sous air mais avec une teneur en oxygène n'excédant pas 15 % en volume.

15 Ce gaz peut être humide avec un teneur en eau comprise entre 5 à 50 % en volume. S'il est choisi d'opérer en l'absence d'oxygène, le gaz doit nécessairement être humide pour obtenir l'oxydation souhaitée.

En effet, si cette pression partielle est supérieure à 50 % en volume, ladite première sous-
20 étape peut conduire à une température trop élevée et à une recondensation excessive au niveau des points froids du circuit. Si ladite pression partielle est inférieure à 5% en volume, l'avancement de la réaction est insuffisant pour passer à l'étape suivante de manière efficace.

25 La durée de cette première sous-étape est comprise entre 10 minutes et 10 heures, de préférence entre 30 minutes et 2 heures.

Selon l'invention, la seconde sous-étape d'oxydation à l'air est réalisée à une température comprise entre 600 et 800 °C, de préférence entre 650 et 750 °C, ce, pendant une durée de
30 10 minutes à 10 heures, de préférence entre 30 minutes et deux heures.

Idéalement, la granulométrie de la poudre démagnétisée soumise à ces étapes d'oxydation est constituée de fragments de l'ordre du millimètre, jusqu'à une granulométrie de l'ordre de 4 micromètres. De préférence, cette granulométrie est comprise entre 100 et 500 micromètres. En effet, si cette granulométrie est trop réduite, On observe un envollement
5 excessif de particules fines, susceptibles d'encrasser les filtres et autres canalisations présentes ou aboutissant dans le four au sein duquel cette opération intervient. Si en revanche, cette granulométrie est trop importante, la taille des particules alors grossières s'oppose à une oxydation totale de la poudre, et altère en conséquence l'efficacité du procédé de l'invention.

10

Selon une autre caractéristique de l'invention, l'étape de dissolution est réalisée en milieu acide, l'acide mis en œuvre étant avantageusement choisi dans le groupe comprenant l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide sulfurique.

15 Avantageusement, la température de cette étape de dissolution est réalisée à l'ambiante jusqu'à 90°C, et de préférence entre 60 et 90°C. Typiquement, si cette température est inférieure à 60 °C, la cinétique de cette étape de dissolution s'en trouve altérée. Si en revanche, cette température est supérieure à 90 °C, on observe une évaporation excessive d'eau et de l'acide mis en œuvre, nécessitant une recondensation, et donc complexifiant le
20 procédé.

Afin d'optimiser le procédé de recyclage de l'invention, le dosage de l'acide lors de cette étape de dissolution remplit un rôle important. Typiquement, la stœchiométrie de l'acide est de 1 à 2 par rapport aux terres rares, de préférence de 1 à 1,2.

25

En effet, si la concentration en acide est sous-stœchiométrique par rapport aux terres rares, on perd en rendement de recyclage des terres rares que l'on souhaite obtenir.

En revanche, si la concentration en acide est sur-stœchiométrique, d'une part, la quantité
30 d'acide consommé est de facto excessive, et d'autre part, on dissout plus de fer qu'on ne voudrait, fer alors présent sous forme d'ions Fe(II) ou Fe(III), qu'il convient alors d'éliminer par ajustement du potentiel redox et du pH, et corollairement engendrant une surconsommation de base. En outre, la filtration du fer ainsi re-précipité est relativement moins efficace par rapport à la filtration de l'oxyde ferrique non attaqué.

La durée de cette étape de dissolution est comprise entre 1 et 10 heures, avantageusement entre 2 et 6 heures.

Selon l'invention, l'étape d'oxydation est mise en œuvre au sein d'un four, et par exemple :

- d'un four statique à moufle intégrant une chambre chauffée au gaz ou bien par des résistances électriques dans laquelle la poudre est chargée dans des creusets,
- d'un four à passage, c'est-à-dire d'un tunnel chauffé dans lequel un creuset contenant la poudre avance progressivement,
- d'un four rotatif, c'est-à-dire d'un tube chauffé au gaz ou bien par des résistances électriques et dans lequel la poudre circule par l'effet conjoint de la pente imposée au tube et de sa rotation,
- d'un four à lit fluidisé, c'est-à-dire d'un réacteur contenant la poudre dans lequel le gaz chaud est injecté à des vitesses telles que ladite poudre est mise en mouvement et présente des caractéristiques d'écoulement proches de celles d'un fluide.

BREVE DESCRIPTION DES FIGURES

La manière dont l'invention peut être réalisée et les avantages qui en découlent ressortiront mieux de l'exemple de réalisation qui suit, donné à titre indicatif et non limitatif, à l'appui des figures annexées.

La figure 1 est une représentation schématique illustrant les différentes étapes du procédé de l'invention.

La figure 2 est une représentation schématique illustrant plus spécifiquement les deux étapes d'oxydation du procédé de l'invention.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

Selon le procédé de l'invention, dont les étapes principales sont schématiquement illustrées au sein de la figure 1, le produit de recyclage est typiquement constitué d'aimants permanents usagés ou mis ou rebut. Alternativement, il peut être constitué de chutes résultant des opérations de production de tels aimants, lesdites chutes contenant également des terres rares.

Ces produits de recyclage sont tout d'abord démagnétisés. Cette démagnétisation est typiquement obtenue par chauffage au-delà de la température de Curie, et typiquement 350°C pour les aimants Nd-Fe-B.

- 5 Puis ils sont réduits en poudre afin d'atteindre typiquement une granulométrie idéalement comprise entre 100 et 500 micromètres, en l'espèce par une étape de concassage (100), suivie par une étape de broyage (101).

- 10 La poudre ainsi obtenue subit alors une première sous-oxydation (102), afin d'aboutir à une oxydation partielle des terres rares présentes dans ladite poudre.

- 15 A cet effet, la poudre, par exemple stockée dans un réservoir (1) (figure 2), alimente un premier four (2), typiquement un four statique à moufle, un four à passage, un four rotatif ou un four en lit fluidisé, au moyen d'une vis sans fin (3).

15 Au sein de ce premier four, un gaz est présent, et par exemple un mélange d'azote ou d'argon, et une teneur en eau comprise entre 5 à 50 % en volume.

- 20 La température régnant dans ce premier four est typiquement comprise entre 250 et 500 °C, et la durée du traitement au sein de ce four est idéalement comprise entre 30 minutes et deux heures.

- 25 Ce gaz inerte chargé en eau peut être remplacé par de l'air. Dans cette configuration, la température devant régner dans le four est alors d'au maximum 400 °C, et la durée de traitement est alors idéalement comprise entre 30 minutes et deux heures.

Quel que soit le gaz présent dans le four, l'objectif rechercher est l'oxydation des terres rares présentes dans la poudre.

- 30 Une fois cette première sous-étape d'oxydation (102) réalisée, la poudre va alors subir une seconde sous-étape d'oxydation (103), dont l'objectif est d'aboutir à l'oxydation totale des terres rares contenues dans ladite poudre.

A cet effet, la poudre stockée dans une trémie (4) en sortie du four (2), est acheminée, là encore au moyen d'une vis sans fin (5) au niveau d'un réservoir tampon (8).

5 Lors de cette seconde sous-étape d'oxydation, la poudre, stockée dans le réservoir tampon (8), est acheminée au moyen d'une vis sans fin (9) au niveau d'un four (6), au sein duquel elle subit un nouveau traitement, cette fois-ci limitativement sous air, à une température comprise entre 500 et 800°C, de préférence entre 600 et 800 °C. Ce four (6) peut être de même nature que le four (2). La durée de ce traitement est également comprise entre trente minutes et deux heures.

10

L'objectif recherché par cette seconde sous-étape est d'aboutir à l'oxydation totale des éléments présents dans la poudre.

Cette dernière est alors stockée dans un réservoir (7).

15

Elle subit alors un broyage (104), notamment en voie humide, de telle sorte à aboutir à une granulométrie inférieure ou égale à 100 micromètres.

Puis, la poudre ainsi réduite subit alors une étape de dissolution (105).

20

Cette étape de dissolution intervient en milieu acide, avantageusement avec de l'acide nitrique, sous une température comprise entre 60 et 90 °C. A cet effet, la poudre est acheminée au sein d'un réacteur muni d'un agitateur.

25 Le dosage de l'acide est tel que l'on dispose d'une stœchiométrie comprise entre 1 et 1,2 par rapport aux terres rares. Dans les faits, en raison de la relative incertitude pesant sur la teneur effective de la poudre en terres rares, on pilote la dissolution en jouant sur le pH. A cet effet, le pH à l'équilibre, c'est-à-dire quelques heures après le démarrage de cette étape, est compris entre 0 et 4, de préférence entre 0,5 et 2.

30

Le ratio liquide/solide est compris entre 1 et 5, de préférence entre 1,5 et 3.

La durée de séjour dans le réacteur de dissolution est comprise entre 1 et 10 heures, de préférence entre 2 et 6 heures.

Il convient de préciser que l'ensemble du procédé peut être appliqué de la même manière quelle que soit la composition en terres rares des aimants. Le rendement est identique pour toutes les terres rares qui ont le même comportement.

- 5 Après dissolution, on procède à une filtration (106), notamment à l'aide d'un filtre presse, de telle sorte à séparer les terres rares, alors sous forme de nitrates en solution et le ou les oxydes, en l'espèce de fer.

Les exemples suivants ont été réalisés à partir d'aimants NdFeB ayant la composition
10 suivante :

Nd	Pr	Dy	Tb	Fe	B	Al	Co	Cu	Zn
24 %	2.7 %	2.3 %	0.4 %	61 %	0.9 %	0.4 %	1.3 %	0.2 %	0.3 %

Le rendement terres rares est calculé comme un rendement massique sur la somme des éléments Nd, Pr, Dy et Tb.

15 Exemple 1

Des aimants NdFeB sont réduits en poudre ($d_{100} < 250 \mu\text{m}$) et la poudre est traitée dans un four rotatif pendant 4 heures à 500 °C sous flux d'azote humide (450 l/h à 4 % H₂O). La prise de masse à l'issue de ce traitement est de 12 %. Par prise de masse, on entend le ratio
20 (masse finale – masse initiale) / masse initiale.

La poudre ainsi oxydée partiellement, est traitée de nouveau dans un four rotatif pendant 2 heures à 700 °C sous flux air. La prise de masse cumulée à l'issue de ce traitement est de
25 30 %.

La poudre obtenue est mise en suspension dans l'eau, et de l'acide nitrique est ajouté avec un excès de 10 % en moles par rapport aux terres rares contenues dans la poudre.

Cette dissolution a lieu à 90 °C avec un ratio liquide/solide de 2.
30

Après filtration et lavage du gâteau résultant de cette filtration, le rendement de dissolution, c'est-à-dire la quantité en moles de terres rares sur la quantité en moles de terres rares dans la poudre initiale de chaque terre rare est de 95 %. La concentration totale de terres rares est de 132 g/l et la concentration de Fe de 0.01 g/l, soit un ratio massique TR/Fe en solution de 13200. Le pH final est de 0.5.

Exemple 2

Des aimants NdFeB sont réduits en poudre ($d_{100} < 250 \mu\text{m}$) et la poudre est traitée dans un four à moufle avec la rampe de température suivante :

- montée en température à 400 °C en 1 heure sous air ;
- puis traitement pendant 4 heures à 400 °C sous air ;
- montée en température à 600 °C en 1 heure sous air dans le four (6) ;
- puis traitement pendant 4 heures à 600 °C sous flux d'air.

La poudre obtenue est broyée grossièrement afin de casser les agglomérats. La prise de masse à l'issue de ce traitement est de 27 %. La poudre est mise en suspension dans l'eau et de l'acide chlorhydrique est ajouté avec un excès de 220 % en moles par rapport aux terres rares contenues dans la poudre. Cette dissolution a lieu à 90 °C avec un ratio liquide/solide de 5. Après filtration et lavage du gâteau, le rendement de dissolution de chaque terre rare est de 95 %. La concentration totale de terres rares est de 44 g/L et la concentration de Fe de 54 g/L, soit un ratio TR/Fe de 0,81. Le pH final est de 3.0.

Exemple 3

Des aimants NdFeB sont réduits en poudre ($d_{100} < 250 \mu\text{m}$) et 15 kg de poudre sont traités dans un réacteur en lit fluidisé. La poudre est d'abord fluidisée par un flux d'azote et de l'eau est injectée jusqu'à atteindre une température voisine de 500 °C.

L'eau est ensuite coupée et le flux d'azote remplacé par un flux d'air jusqu'à une température de 850 °C. Il s'agit de la seconde sous-étape d'oxydation (103).

- La poudre obtenue est broyée grossièrement afin de casser les agglomérats. La prise de masse à l'issue de ce traitement est de 30 %. La poudre obtenue est mise en suspension dans l'eau et de l'acide nitrique est ajouté avec un excès de 20 % par rapport aux terres rares contenues dans la poudre. Cette dissolution a lieu à 90 °C avec un ratio liquide/solide
- 5 de 2. Après filtration et lavage du gâteau, le rendement de dissolution de chaque terre rare est de 93 %. La concentration totale de terres rares est de 140 g/l et la concentration de Fe de 19 g/l, soit un ratio massique TR/Fe de 7.4. On observe donc une légère perte de rendement, mais surtout une très nette diminution de sélectivité.
- 10 On constate ainsi, qu'en mettant en œuvre le procédé de l'invention, et notamment une oxydation des poudres en deux étapes ménagées, et dans les fourchettes de température indiquées, on obtient des rendements de 95 % et une sélectivité excellente.
- Par ailleurs, lorsque l'on remplace l'acide nitrique par l'acide chlorhydrique, on conserve
- 15 une concentration élevée en fer malgré un pH final de 3.0. L'acide nitrique est donc préféré puisque sa mise en œuvre contribue à optimiser la sélectivité terres rares / fer, le fer étant stable en solution, même à pH relativement élevé.
- Corollairement, lorsque la température d'oxydation est trop élevée (exemple 3), on observe
- 20 une légère perte de rendement, mais surtout, une perte de sélectivité.

REVENDICATIONS

1. Procédé de recyclage d'aimants permanents usagés ou rebutés et de chutes de production de tels aimants, consistant, après avoir démagnétisé lesdits aimants permanents et les avoir réduits en poudre, à oxyder totalement cette dernière, puis à soumettre le produit résultant de cette oxydation à une dissolution et enfin à une filtration, **caractérisé** en ce que l'oxydation est réalisée en deux sous-étapes successives :
 - une première sous-étape d'oxydation partielle (102) à une température n'excédant pas 500 °C ;
 - puis une seconde sous-étape d'oxydation totale (103) à plus haute température, et notamment à une température comprise entre 600 et 800 °C.
2. Procédé de recyclage d'aimants permanents selon la revendication 1, **caractérisé** en ce qu'intervient entre les étapes d'oxydation (102, 103) et de dissolution (105) une étape de broyage (104) des produits résultant de l'oxydation.
3. Procédé de recyclage d'aimants permanents selon la revendication 2, **caractérisé** en ce que l'étape de broyage (104) engendre l'obtention de particules de granulométrie inférieure ou égale à 100 micromètres.
4. Procédé de recyclage d'aimants permanents selon l'une des revendications 2 et 3, **caractérisé** en ce que l'étape de broyage (104) est réalisée sous atmosphère humide.
5. Procédé de recyclage d'aimants permanents selon l'une des revendications 1 à 4, **caractérisé** en ce que la première sous-étape d'oxydation (102) est réalisée à une température comprise entre 150 et 500 °C, de préférence entre 400 et 500°C.
6. Procédé de recyclage d'aimants permanents selon l'une des revendications 1 à 5, **caractérisé** en ce que la première sous-étape d'oxydation (102) est réalisée sous air avec une température au plus égale à 400 °C.

7. Procédé de recyclage d'aimants permanents selon l'une des revendications 1 à 5, **caractérisé** en ce que la première sous-étape d'oxydation (102) est réalisée sous un mélange de gaz inerte (azote N₂ ou bien argon Ar) humide.
- 5 8. Procédé de recyclage d'aimants permanents selon l'une des revendications 1 à 5, **caractérisé** en ce que la première sous-étape d'oxydation (102) est réalisée sous air mais avec une teneur en oxygène n'excédant pas 15 % en volume.
- 10 9. Procédé de recyclage d'aimants permanents selon l'une des revendications 6 à 8, **caractérisé** en ce que le gaz est humide avec une teneur en eau comprise entre 5 à 50 % en volume.
- 15 10. Procédé de recyclage d'aimants permanents selon l'une des revendications 1 à 9, **caractérisé** en ce que la durée de la première sous-étape d'oxydation (102) est comprise entre 10 minutes et 10 heures, de préférence entre 30 minutes et 2 heures.
- 20 11. Procédé de recyclage d'aimants permanents selon l'une des revendications 1 à 10, **caractérisé** en ce que la seconde sous-étape d'oxydation sous air (103) est réalisée à une température comprise entre 500 et 800°C, de préférence entre 600 et 800°C, ce, pendant une durée de 10 minutes à 10 heures, de préférence entre 30 minutes et deux heures.
- 25 12. Procédé de recyclage d'aimants permanents selon l'une des revendications 1 à 11, **caractérisé** en ce que la poudre démagnétisée est constituée de fragments de l'ordre du millimètre, jusqu'à une granulométrie de l'ordre de 4 micromètres, et de préférence, comprise entre 100 et 500 micromètres.
- 30 13. Procédé de recyclage d'aimants permanents selon l'une des revendications 1 à 12, **caractérisé** en ce que l'étape de dissolution (105) est réalisée en milieu acide, l'acide mis en œuvre étant avantageusement choisi dans le groupe comprenant l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide sulfurique.

14. Procédé de recyclage d'aimants permanents selon la revendication 13, **caractérisé** en ce que l'étape de dissolution (105) est réalisée à la température ambiante jusqu'à 90°C, et de préférence entre 60 et 90°C.
- 5 15. Procédé de recyclage d'aimants permanents selon l'une des revendications 13 et 14, **caractérisé** en ce que la stœchiométrie de l'acide mis en œuvre est de 1 à 2 par rapport aux terres rares contenues dans les aimants, et de préférence comprise entre 1 et 1,2.