



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0048099
(43) 공개일자 2025년04월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C22B 1/24 (2006.01) C22B 5/02 (2006.01)
C22B 7/00 (2006.01) H01M 10/54 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C22B 1/24 (2013.01)
C22B 5/02 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2025-7008045
(22) 출원일자(국제) 2023년09월01일
심사청구일자 2025년03월11일
(85) 번역문제출일자 2025년03월11일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2023/032077
(87) 국제공개번호 WO 2024/062905
국제공개일자 2024년03월28일
(30) 우선권주장
JP-P-2022-149108 2022년09월20일 일본(JP)

(71) 출원인
스미토모 긴조쿠 고잔 가부시카이가이사
일본 도쿄도 미나토쿠 신바시 5초메 11-3
(72) 발명자
나가쿠라 도시히코
일본 7920002 에히메켄 니이하마시 이소우라초
17-5 스미토모 긴조쿠 고잔 가부시카이가이사 니이
하마 켄큐쇼 나이
하기오 도모야
일본 7920002 에히메켄 니이하마시 이소우라초
17-5 스미토모 긴조쿠 고잔 가부시카이가이사 니이
하마 켄큐쇼 나이
(74) 대리인
김태홍, 김진희

전체 청구항 수 : 총 5 항

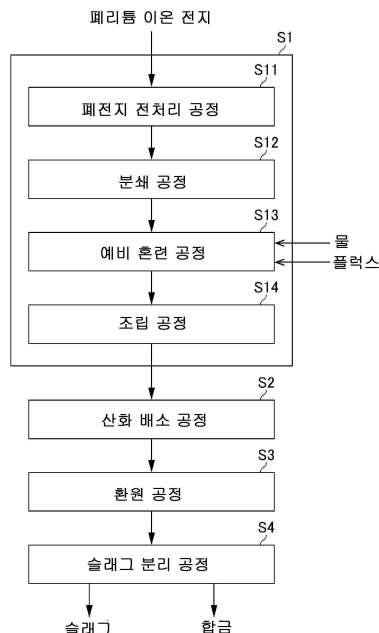
(54) 발명의 명칭 유가 금속의 회수 방법

(57) 요약

유가 금속의 회수 방법에서의 처리 원료로서, 정극 활물질과 부극 활물질의 혼합 분말에 대해, 핸들링 시의 발진을 억제하고, 혼합 분말을 처리할 때에 발생하는 캐리 오버에 의한 유가 금속의 회수 손실을 저감할 수 있는 방법을 제공한다. 본 발명은 유가 금속의 회수 방법으로서, 페리튬 이온 전지를 포함하는 원료를 준비하는 준비 공

(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



정(S1)을 포함하고, 준비 공정(S1)에서는, 페리튬 이온 전지를 구성하는 정극 활물질과 부극 활물질을 포함하는 혼합 분말에 물을 첨가하여 예비 혼련하는 예비 혼련 공정(S13)과, 예비 혼련물을 더욱 혼련하여 조립(造粒)하는 조립 공정(S14)을 실행함으로써 혼합 분말을 포함하는 조립물을 조제한다. 예비 혼련 공정(S13)에서의 물의 첨가량은, 혼합 분말에 대한 중량비로 0.14~0.16으로 조정하는 것이 바람직하다. 또한, 조립 공정(S14)에서는, 2축 패들식 조립기(造粒機)를 이용하여, 패들 선단의 주속도(周速度)를 50 m/분~90 m/분으로 설정하는 것이 바람직하다.

(52) CPC특허분류

C22B 7/00 (2013.01)

H01M 10/54 (2023.01)

Y02P 10/20 (2020.08)

Y02W 30/84 (2020.08)

명세서

청구범위

청구항 1

유가 금속을 회수하는 방법으로서,

유가 금속을 함유하는 페리튬 이온 전지를 포함하는 원료를 준비하는 준비 공정을 포함하고,

상기 준비 공정에서는,

상기 페리튬 이온 전지를 구성하는 정극 활물질과 부극 활물질을 포함하는 혼합 분말에 물을 첨가하여 예비 혼련하는 예비 혼련 공정과,

얻어진 예비 혼련물을 더욱 혼련하여 조립(造粒)하는 조립 공정

을 실행함으로써 상기 혼합 분말을 포함하는 조립물을 조제하는, 유가 금속의 회수 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 예비 혼련 공정에서는, 상기 물의 첨가량을, 상기 혼합 분말에 대한 중량비로 0.14 이상 0.16 이하로 조정하는, 유가 금속의 회수 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 조립 공정에서는, 2축 패들식의 조립기(造粒機)를 이용하여, 상기 조립기의 패들 선단의 주속도(周速度)를 50 m/분 이상 90 m/분 이하로 설정하여, 상기 예비 혼련물에 대한 혼련 및 조립을 행하는, 유가 금속의 회수 방법.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 유가 금속의 회수 방법은,

상기 준비 공정을 거쳐 얻어지는 상기 조립물에 대해 환원 용융 처리를 실시하여, 유가 금속을 함유하는 합금과, 슬래그를 포함하는 환원 용융물을 얻는 환원 공정을 더 포함하는 건식 제련 프로세스를 포함하고,

상기 준비 공정에서의 상기 예비 혼련 공정에서는, 상기 혼합 분말에, 상기 환원 용융 처리에 있어서 이용되는 플럭스를 첨가하여 예비 혼련하는, 유가 금속의 회수 방법.

청구항 5

제4항에 있어서,

상기 예비 혼련 공정에서는,

입경이 5 mm 이하인 상기 플럭스를 이용하고, 상기 플럭스의 첨가량을, 상기 혼합 분말에 대한 중량비로 0.1 이상 0.2 이하로 조정하는, 유가 금속의 회수 방법.

발명의 설명

기술 분야

본 발명은 페리튬 이온 전지 등의 원료로부터 유가 금속을 회수하는 방법에 관한 것이다.

[0001]

배경 기술

- [0002] 최근, 경량이며 대출력의 전지로서 리튬 이온 전지가 보급되고 있다. 잘 알려져 있는 리튬 이온 전지는, 외장캔 내에, 부극재와, 정극재와, 설퍼레이터와, 전해액을 봉입한 구조를 갖고 있다. 예컨대, 외장캔은, 철(Fe)이나 알루미늄(Al) 등의 금속을 포함한다. 부극재는, 부극 집전체(동박 등)에 고착시킨 부극 활물질(흑연 등)을 포함한다. 정극재는, 정극 집전체(알루미늄박 등)에 고착시킨 정극 활물질(니켈산리튬, 코발트산리튬 등)을 포함한다. 설퍼레이터는, 폴리프로필렌의 다공질 수지 필름 등을 포함한다. 전해액은, 육불화인산리튬(LiPF₆) 등의 전해질을 포함한다.
- [0003] 리튬 이온 전지의 주요한 용도 중 하나로, 하이브리드 자동차나 전기 자동차가 있다. 그 때문에, 자동차의 라이프 사이클에 맞춰, 탑재된 리튬 이온 전지가 장래적으로 대량으로 폐기될 전망이다. 또한, 제조 중에 불량품으로서 폐기되는 리튬 이온 전지가 있다. 이러한 사용이 끝난 전지나 제조 중에 발생한 불량품의 전지(이하, 「폐 리튬 이온 전지」)를 자원으로 재이용하는 것이 요구되고 있다.
- [0004] 재이용의 수법으로서, 예컨대, 폐리튬 이온 전지를 고온로(용융로)에서 전량 용해하는 건식 제련 프로세스가 있다. 또한, 폐리튬 이온 전지로부터 얻어진 유가 금속 함유물을, 산성 용액에 혼합하여 용해한 후에, 얻어진 침출액에 중화제를 첨가하여 중화 최종액과 중화 침전물로 분리하고, 얻어진 중화 최종액에 대해 예컨대 산성 추출제에 의한 용매 추출을 행하며, 추출 후의 유기 용매를 황산 용액으로 역추출하는 습식 제련 프로세스가 있다.
- [0005] 그런데, 전술한 건식 제련 프로세스나 습식 제련 프로세스에 의해 폐리튬 이온 전지의 재이용을 행할 때에, 폐리튬 이온 전지를 그대로의 상태로 분쇄 처리에 제공하면, 폭발의 우려가 있어 위험하다. 그 때문에, 통상은, 처리 대상의 폐리튬 이온 전지에 전처리가 실시된다. 전처리로서는, 예컨대, 바늘형의 날끝으로 폐리튬 이온 전지를 물리적으로 개공하여, 전해액을 제거하는 수법을 들 수 있다. 또한, 폐리튬 이온 전지를 가열함으로써 전해액을 연소하여 무해화하는 수법을 들 수 있다. 그 후, 분쇄 처리가 실시되어, 외장캔, 동박, 알루미늄박, 정극 활물질과 부극 활물질의 혼합 분말로 분급된 후, 각각 얻어진 부재가 리사이클 원료로서 취급되고 있다.
- [0006] 여기서, 정극 활물질과 부극 활물질의 혼합 분말(이하, 「블랙 매스」라고도 함)은, 예컨대, 수 μm ~수백 μm 의 파우더형을 나타내고 있다. 그 때문에, 핸들링 시의 발진이나, 리사이클 처리에 있어서, 예컨대 산화 환원 용융 처리 시에 발생하는 반응 가스나 대류에 의한 캐리 오버가 발생하여, 생산 효율을 악화시켜 버리는 경우가 있었다.
- [0007] 예컨대, 특허문헌 1에는, 산화 배소 공정에서 발생하는 더스트는 노 밖으로 배출하여 폐기하는 것이 기재되어 있다. 이 더스트는, 캐리 오버한 블랙 매스를 포함하는 것이기 때문에, 발진에 의해 유가 금속의 회수 손실의 리스크가 높아지는 것을 알 수 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0008] (특허문헌 0001) 특허문헌 1: 일본 특허 공개 제2021-161455호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0009] 본 발명은 이러한 실정을 감안하여 제안된 것으로, 건식 제련 프로세스나 습식 제련 프로세스에 제공되는 처리 원료로서, 폐리튬 이온 전지에 포함되는 정극 활물질과 부극 활물질의 혼합 분말에 대해, 그 핸들링에서의 발진을 억제하고, 산화 배소 처리나 환원 용융 처리 등에 제공했을 때에 발생하는 캐리 오버에 의한 유가 금속의 회수 손실을 저감할 수 있는 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0010] 본 발명자들은, 전술한 과제를 해결하기 위해서 예의 검토를 거듭하였다. 그 결과, 정극 활물질과 부극 활물질의 혼합 분말(블랙 매스)을, 산화 배소 처리나 환원 용융 처리 등의 처리에 제공할 때에, 소정의 조건으로 조립

물화(造粒物化)함으로써, 핸들링성을 높이고, 발전이나 캐리 오버가 발생하는 것을 효과적으로 억제할 수 있는 것을 발견하고, 본 발명을 완성하기에 이르렀다.

- [0011] (1) 본 발명의 제1 발명은, 유가 금속을 회수하는 방법으로서, 유가 금속을 함유하는 페리튬 이온 전지를 포함하는 원료를 준비하는 준비 공정을 포함하고, 상기 준비 공정에서는, 상기 페리튬 이온 전지를 구성하는 정극 활물질과 부극 활물질을 포함하는 혼합 분말에 물을 첨가하여 예비 혼련하는 예비 혼련 공정과, 얻어진 예비 혼련물을 더욱 혼련하여 조립하는 조립 공정을 실행함으로써 상기 혼합 분말을 포함하는 조립물을 조제하는, 유가 금속의 회수 방법이다.
- [0012] (2) 본 발명의 제2 발명은, 제1 발명에 있어서, 상기 예비 혼련 공정에서는, 상기 물의 첨가량을, 상기 혼합 분말에 대한 중량비로 0.14 이상 0.16 이하로 조정하는, 유가 금속의 회수 방법이다.
- [0013] (3) 본 발명의 제3 발명은, 제1 또는 제2 발명에 있어서, 상기 조립 공정에서는, 2축 패들식의 조립기(造粒機)를 이용하여, 상기 조립기의 패들 선단의 주속도(周速度)를 50 m/분 이상 90 m/분 이하로 설정하여, 상기 예비 혼련물에 대한 혼련 및 조립을 행하는, 유가 금속의 회수 방법이다.
- [0014] (4) 본 발명의 제4 발명은, 제1 내지 제3 중 어느 하나의 발명에 있어서, 상기 유가 금속의 회수 방법은, 상기 준비 공정을 거쳐 얻어지는 상기 조립물에 대해 환원 용융 처리를 실시하여, 유가 금속을 함유하는 합금과, 슬래그를 포함하는 환원 용융물을 얻는 환원 공정을 더 포함하는 건식 제련 프로세스를 포함하고, 상기 준비 공정에서의 상기 예비 혼련 공정에서는, 상기 혼합 분말에, 상기 환원 용융 처리에 있어서 이용되는 플럭스를 첨가하여 예비 혼련하는, 유가 금속의 회수 방법이다.
- [0015] (5) 본 발명의 제5 발명은, 제4 발명에 있어서, 상기 예비 혼련 공정에서는, 입경이 5 mm 이하인 상기 플럭스를 이용하고, 상기 플럭스의 첨가량을, 상기 혼합 분말에 대한 중량비로 0.1 이상 0.2 이하로 조정하는, 유가 금속의 회수 방법이다.

발명의 효과

- [0016] 본 발명에 의하면, 유가 금속의 회수 방법에서의 처리 원료로서, 페리튬 이온 전지에 포함되는 정극 활물질과 부극 활물질의 혼합 분말에 대해, 그 핸들링에서의 발전을 억제하고, 혼합 분말을 산화 배소 처리나 환원 용융 처리 등에 제공했을 때에 발생하는 캐리 오버에 의한 유가 금속의 회수 손실을 저감할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0017] 도 1은 건식 제련 프로세스에 의한 유가 금속의 회수 방법의 흐름을 도시한 공정도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0018] 이하, 본 발명의 구체적인 실시형태(이하, 「본 실시형태」라고 함)에 대해 상세히 설명한다. 또한, 본 발명은 이하의 실시형태에 한정되는 것은 아니며, 본 발명의 요지를 변경하지 않는 범위에 있어서 여러 가지 변경이 가능하다.
- [0019] 본 실시형태에 따른 유가 금속의 회수 방법은, 리튬(Li) 및 유가 금속(Cu, Ni, Co 등)을 포함하는 페리튬 이온 전지로부터 그 유가 금속을 회수하는 방법이다.
- [0020] 페리튬 이온 전지란, 사용이 끝난 리튬 이온 전지나, 이차 전지를 구성하는 정극재 등의 제조 공정에서 발생한 불량품, 제조 공정 내부의 잔류물, 발생 부스러기 등의 리튬 이온 전지의 제조 공정 내에서의 폐재를 포함하는 개념이다. 그리고, 페리튬 이온 전지에는, 예컨대, 구리(Cu), 니켈(Ni), 코발트(Co) 등의 유가 금속이 포함되어 있다.
- [0021] 구체적으로, 본 실시형태에 따른 방법은, 유가 금속을 함유하는 페리튬 이온 전지를 포함하는 원료를 준비하는 준비 공정을 포함하고 있다. 그리고, 그 준비 공정에서는, 페리튬 이온 전지를 구성하는 정극 활물질과 부극 활물질을 포함하는 혼합 분말에 물을 첨가하여 예비 혼련하는 예비 혼련 공정과, 얻어진 예비 혼련물을 더욱 혼련하여 조립하는 조립 공정을 포함하는 처리를 실행함으로써 혼합 분말을 포함하는 조립물을 조제하는 것을 특징으로 하고 있다.
- [0022] 이와 같이 하여 조제된, 유가 금속의 회수 방법의 처리 원료인 조립물은, 건식 제련 프로세스 또는 습식 제련 프로세스, 혹은 이들을 병용하는 프로세스에 제공되고, 각 처리 프로세스에서 유가 금속이 회수된다.

- [0023] 도 1은 건식 제련 프로세스에 의한 유가 금속의 회수 방법의 흐름의 일례를 도시한 공정도이다. 도 1에 도시된 바와 같이, 이 방법은, 페리튬 이온 전지를 포함하는 원료를 준비하는 준비 공정(S1)과, 원료를 산화 배소하는 산화 배소 공정(S2)과, 얻어진 산화 배소물을 환원 용융하여 유가 금속을 포함하는 합금과 슬래그를 포함하는 환원 용융물을 얻는 환원 공정(S3)과, 환원 용융물로부터 슬래그를 분리하여 합금을 회수하는 슬래그 분리 공정(S4)을 갖는다.
- [0024] (1) 준비 공정
- [0025] 준비 공정(S1)에서는, 유가 금속을 함유하는 페리튬 이온 전지를 포함하는 원료를 준비한다. 페리튬 이온 전지에는, 전술한 바와 같이, Li나, 유가 금속(Cu, Ni, Co 등)이 포함되고, 부가 가치가 낮은 금속(Al, Fe 등)이나 탄소 성분을 포함하고 있다. 또한, 페리튬 이온 전지에는, 인(P)이 포함되는 경우도 있다. 이러한 페리튬 이온 전지를 원료로서 이용함으로써, 유가 금속을 효율적으로 회수할 수 있다. 또한, 유가 금속은, 회수 대상이 되는 것이며, Cu, Ni, Co, 및 이들의 조합으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종의 금속 또는 합금이다.
- [0026] 페리튬 이온 전지는, 후속하는 공정에서의 처리에 적합한 것이면, 그 형태는 한정되지 않는다. 준비 공정(S1)에 있어서 페리튬 이온 전지에 분쇄 처리 등의 처리를 실시하여, 적합한 형태로 해도 좋다. 또한, 준비 공정(S1)에 있어서 페리튬 이온 전지에 열처리나 분별 처리 등의 처리를 실시하여, 수분이나 유기물 등의 불필요 성분을 제거해도 좋다.
- [0027] 준비 공정(S1)은, 페리튬 이온 전지를 포함하는 원료를 준비하는 공정이며, 이후의 공정에서의 처리에 제공되는 처리 원료(처리로에 장입되는 장입물)를 조제하는 공정이다.
- [0028] 준비 공정(S1)은, 예컨대 도 1에 도시된 바와 같이, 페리튬 이온 전지에 전처리를 실시하는 폐전지 전처리 공정(S11)과, 분쇄 처리를 실시하는 분쇄 공정(S12)과, 분쇄 처리에 의해 얻어진, 페리튬 이온 전지를 구성하는 정극 활물질과 부극 활물질을 포함하는 혼합 분말에 물을 첨가하여 혼련하는 예비 혼련 공정(S13)과, 얻어진 예비 혼련물을 더욱 혼련하여 조립하는 조립 공정(S14)을 포함한다.
- [0029] [폐전지 전처리 공정에 대해]
- [0030] 폐전지 전처리 공정(S11)은, 페리튬 이온 전지의 폭발 방지 및 무해화, 및 외장캔의 제거를 목적으로 행해지는 처리 공정이다.
- [0031] 리튬 이온 전지는 밀폐계이기 때문에, 내부에 전해액 등이 포함되어 있다. 그 때문에, 그대로의 상태로 분쇄 처리를 행하면, 폭발의 우려가 있어 위험하다. 따라서, 어떠한 수법으로 방전 처리나 전해액 제거 처리를 실시하는 것이 바람직하다. 폐전지 전처리 공정(S11)에서의 구체적인 처리의 방법은 특별히 한정되지 않는다. 예컨대, 바늘형의 날끝으로 폐전지를 물리적으로 개공하여, 전해액을 제거하는 수법을 들 수 있다. 또한, 페리튬 이온 전지를 가열하여 전해액을 연소시켜 무해화하는 수법을 들 수 있다.
- [0032] 또한, 페리튬 이온 전지를 구성하는 외장캔은, 금속인 알루미늄(Al)이나 철(Fe)로 구성되는 경우가 많은데, 이러한 금속제의 외장캔은 비교적 용이하게 그대로 회수할 수 있다.
- [0033] 이와 같이 하여, 폐전지 전처리 공정(S11)에 있어서, 전해액이나 외장캔을 제거함으로써, 안전성을 높이고, 유가 금속(Cu, Ni, Co 등)의 회수율을 높일 수 있다. 또한, 적합하게는, 페리튬 이온 전지를 금속제의 외장캔과 그 이외의 전지 내용물로 분리하고, 금속제의 외장캔으로부터 알루미늄 외장캔을 회수한다. 회수한 알루미늄 외장캔은, 후속하는 환원 공정(S3)에서, 환원제로서 이용할 수도 있다.
- [0034] 또한, 폐전지 전처리 공정(S11)에 있어서, 외장캔에 포함되는 Al이나 Fe를 회수하는 경우에는, 제거한 외장캔을 분쇄한 후에, 분쇄물을 체진탕기를 이용하여 체 분리해도 좋다. Al은 경도의 분쇄로 용이하게 분말형이 되기 때문에, 효율적으로 회수할 수 있다. 또한, 자력 선별에 의해, 외장캔에 포함되는 Fe를 회수해도 좋다. 또한, 적합하게는, 덩어리, 입자, 분말, 및 박 중 적어도 하나의 형태가 되도록, 회수한 알루미늄 외장캔을 분쇄해도 좋다.
- [0035] [분쇄 공정에 대해]
- [0036] 분쇄 공정(S12)에서는, 페리튬 이온 전지의 내용물을 분쇄하여 분쇄물을 얻는다. 분쇄 공정(S12)에서의 분쇄 처리는, 반응 효율을 높이는 것을 목적으로 하고 있다. 처리 원료의 반응 효율을 높임으로써, 그 원료에 포함되는 유가 금속(Cu, Ni, Co 등)의 회수율을 높일 수 있다.
- [0037] 분쇄 공정(S12)에 있어서 분쇄 처리를 행함으로써, 예컨대, 페리튬 이온 전지를 구성하는 정극 활물질과 부극

활물질을 포함하는 혼합 분말(블랙 매스)이 얻어진다. 이 혼합 분말은, 정극 활물질 및 부극 활물질에 함유되는 유가 금속을 포함하는 분상체(粉狀體)이며, 블랙 매스라고도 불린다. 또한, 이 혼합 분말은, 전술한 폐전지 전처리 공정(S11)에서의 체 분리 처리 등을 거쳐, 정극 활물질 및 부극 활물질에 함유되는 유가 금속이 농축된 것이지만, 그 유가 금속 외에, 알루미늄이나 철, 탄소 등의 불순물 원소 성분도 포함된다.

[0038] 분쇄 처리의 구체적인 방법(분쇄 방법)은, 특별히 한정되는 것은 아니다. 예컨대, 커터 믹서 등의 종래 공지된 분쇄기를 이용하여 분쇄할 수 있다.

[0039] [예비 혼련 공정, 조립 공정에 대해]

[0040] 그런데, 전술한 분쇄 공정(S12)을 거쳐 얻어진, 페리튬 이온 전지를 구성하는 정극 활물질과 부극 활물질을 포함하는 혼합 분말은, 그 크기가 수 μm ~수백 μm 정도의 파우더형의 것이다. 그 때문에, 핸들링 시에는 발진이 발생하기 쉽고, 또한, 이후의 공정에 있어서 반응성 가스나 대류에 의한 캐리 오버가 발생하여, 혼합 분말에 포함되는 유가 금속의 회수 손실의 원인이 되는 경우가 있다.

[0041] 그래서, 본 실시형태에 따른 방법에서는, 준비 공정(S1)에 있어서, 정극 활물질과 부극 활물질을 포함하는 혼합 분말에 물을 첨가하여 예비 혼련하는 예비 혼련 공정(S13)과, 예비 혼련물을 더욱 혼련하여 조립하는 조립 공정(S14)을 갖고 있다. 본 실시형태에 따른 방법에서는, 이러한 처리 공정을 실행함으로써, 정극 활물질과 부극 활물질을 포함하는 혼합 분말을 포함하는 조립물을 조제한다.

[0042] 본 실시형태에 따른 방법에서는, 이러한 구성을 가지고 조립물을 조제함으로써, 후술하는 산화 배소 공정(S2)이나 환원 공정(S3)에서의 처리에 대해 원료(혼합 분말의 조립물)를 제공할 때에, 핸들링 시의 발진을 방지할 수 있다. 또한, 캐리 오버되는 것에 의한 손실을 억제할 수 있다. 이에 의해, 회수 손실을 저감하여, 효율적인 유가 금속의 회수를 실현하는 것이 가능해진다.

[0043] (예비 혼련 공정)

[0044] 예비 혼련 공정(S13)에서는, 정극 활물질과 부극 활물질을 포함하는 혼합 분말에 물을 첨가하여 예비 혼련한다. 이에 의해, 혼합 분말 중에 수분이 균일하게 분산된 예비 혼련물을 얻는다.

[0045] 혼합 분말에 포함되는 부극 활물질은, 일반적으로 흑연을 많이 함유하는 것이다. 그 때문에, 예비 혼련 공정(S13)에서의 예비 혼련의 처리를 거치지 않고 조립을 실시한 경우에는, 그 조립이 불충분해지기 쉬워, 얻어지는 조립물로부터의 발진을 충분히 억제할 수 없을 가능성이 있다. 이러한 점에서, 혼합 분말의 본 혼련 및 조립에 앞서, 예비 혼련 공정(S13)을 설치하여 혼합 분말에 물을 첨가하여 예비 혼련을 행하도록 함으로써, 혼합 분말의 양호한 조립을 가능하게 하여, 발진을 효과적으로 억제할 수 있다.

[0046] 예비 혼련의 처리에서의 혼련은, 예컨대, 브라벤더 등의 배치식 니더, 뱅버리 믹서, 웬셀 믹서, 헬리컬 로터, 롤, 일축 혼련기, 이축 혼련기, 2축 패들식 혼련기 등을 이용하여 행할 수 있다. 이러한 혼련기를 이용함으로써, 혼합 분말에 효율적으로 전단력을 가할 수 있어, 균일하게 혼합하기 쉬워지는 데다가, 각각의 입자의 밀착성을 향상시킬 수 있다. 또한, 밀착성이 향상되어 공극을 감소시킬 수 있기 때문에, 조립 공정(S14)에서의 조립성을 향상시킬 수 있다.

[0047] 예비 혼련 공정(S13)에 있어서, 혼합 분말에 첨가하는 물의 양(첨가량)은, 특별히 한정되지 않으나, 혼합 분말에 대한 중량비로 0.14 이상 0.16 이하의 범위로 조정하는 것이 바람직하다. 이에 의해, 첨가한 수분을 보다 효율적으로 혼합 분말 중에 분산시킬 수 있고, 후술하는 조립 공정(S14)에서의 조립성을 보다 높일 수 있다.

[0048] 또한, 예비 혼련의 처리 시간은, 혼련하는 혼합 분말의 양에 따라 적절히 설정하면 되고 특별히 한정되지 않으나, 3분 이상의 시간으로 설정하는 것이 보다 바람직하다. 이에 의해, 수분을 확실하게 혼합 분말 중에 분산시킬 수 있고, 불충분한 혼련이 되는 것을 방지할 수 있다.

[0049] 또한, 예비 혼련 공정(S13)에서는, 혼합 분말에 플럭스를 첨가하도록 해도 좋다. 첨가하는 플럭스는, 건식 제련 프로세스에 의한 유가 금속의 회수 방법에서의, 후술하는 환원 공정(S3)에서의 환원 용융 처리 시에 이용되는 것이다. 그러한 플럭스를, 예비 혼련 공정(S13)에서 혼합 분말을 예비 혼련하는 단계에서 첨가하고, 다음의 조립 공정(S14)을 거쳐 플럭스를 함유하는 조립물을 조제하도록 해도 좋다.

[0050] 플럭스로서는, 예컨대, 탄산칼슘(CaCO_3), 산화칼슘(CaO), 산화알루미늄(Al_2O_3), 산화규소(SiO_2), 산화마그네슘(MgO), 산화철(Fe_2O_3 등) 등을 임의로 채용할 수 있다.

- [0051] 또한, 플럭스의 입경은 특별히 한정되지 않으나, 5 mm 이하인 것이 바람직하다. 또한, 플럭스의 첨가량은, 특별히 한정되지 않으나, 혼합 분말에 대한 중량비로 0.1 이상 0.2 이하의 범위로 조정하는 것이 바람직하다. 이에 의해, 혼합 분말과 양호하게 혼련할 수 있고, 조립 공정(S14)을 거쳐 얻어지는 조립물의 입경을 4 mm 이상의 큰 것으로 하기 쉽게 할 수 있다. 이와 같이 하여 입경이 4 mm 이상인 조립물의 비율을 늘림으로써, 핸들링성을 더욱 향상시킬 수 있고, 발진을 보다 효과적으로 억제하며, 또한 캐리 오버되는 것에 의한 손실을 더욱 저감할 수 있다.
- [0052] (조립 공정)
- [0053] 조립 공정(S14)에서는, 예비 혼련 공정(S13)에서 얻어진 예비 혼련물을 더욱 혼련하여 조립한다. 이에 의해, 정극 활물질과 부극 활물질을 포함하는 혼합 분말을 포함하는 조립물을 조제한다.
- [0054] 조립 공정(S14)에서의 혼련(본 혼련) 및 조립의 조작은, 예컨대, 2축 패들식의 조립기를 적합하게 이용할 수 있다. 2축 패들식의 조립기는, 케이싱 내부에서 고속으로 회전하는 회전축에 나선형으로 패들이 매립된 구조를 구비하고 있다.
- [0055] 여기서, 2축 패들식의 조립기를 이용한 혼련 및 조립에 대해 설명하면, 먼저, 조립의 초기의 단계에 있어서, 패들의 교반 작용에 의해 예비 혼련물을 구성하는 분체 입자 표면에 수막(水膜)이 형성되고, 그 수막의 표면 장력에 의해 다른 분체 입자가 포집되게 된다. 그 결과, 조립핵(造粒核)이 형성된다. 계속해서, 추가적인 패들의 교반 작용이 가해지면, 분체 입자 사이에 수분이 균일하게 퍼져 가서, 형성된 조립핵이 크게 성장한다. 그리고, 성장한 조립핵은, 패들 상을 전동하게 되고, 그에 따라, 분체 입자끼리가 압축되어 구형(球形)으로 조립된다.
- [0056] 2축 패들식의 조립기를 이용한 혼련 및 조립의 조작에서는, 특별히 한정되지 않으나, 패들의 선단의 주속도를 50 m/분 이상 90 m/분 이하가 되도록 설정하는 것이 바람직하다. 패들 선단의 주속도가 50 m/분보다 작으면, 분체 입자의 압축이 불충분해지고, 조립물의 강도가 부족하여 핸들링 시에 붕괴되어 버릴 가능성이 있다. 또한, 조립물이 붕괴되면, 발진을 억제하는 것이 곤란해진다. 한편, 패들 선단의 주속도가 90 m/분보다 크면, 보다 강고한 조립물을 형성하는 것이 가능해지지만, 설비적인 부하가 커지기 때문에, 설비 고장이 발생할 리스크가 높아진다.
- [0057] 또한, 혼련 및 조립에서는, 전분 등의 바인더를 더 첨가해도 좋다. 이에 의해, 조립성을 향상시킬 수 있는 데다가, 보다 강고한 조립물이 얻어진다.
- [0058] 또한, 혼련 및 조립의 처리 시간은, 처리하는 예비 혼련물의 양에 따라 적절히 설정하면 되고 특별히 한정되지 않으나, 2분 이상의 시간으로 설정하는 것이 보다 바람직하다. 이에 의해, 조립물 중의 1 mm 이하의 조립물의 비율이 많아지는(예컨대, 1 mm 이하의 조립물이 10% 이상의 비율이 되는) 것을 억제하여, 핸들링성이 악화되어 발진 억제가 곤란해지는 것을 회피할 수 있다.
- [0059] 이상과 같이, 본 실시형태에 따른 방법에서는, 예컨대 후술하는 건식 제련 프로세스에 의한 처리에 제공하는, 페리튬 이온 전지를 포함하는 원료(처리 원료)를 준비하는 준비 공정(S1)을 갖고, 그 준비 공정(S1)에서는, 페리튬 이온 전지를 구성하는 정극 활물질과 부극 활물질을 포함하는 혼합 분말에 물을 첨가하여 예비 혼련하는 예비 혼련 공정(S13)과, 얻어진 예비 혼련물을 더욱 혼련하여 조립하는 조립 공정(S14)을 실행한다. 이에 의해, 혼합 분말을 포함하는 소정의 크기의 조립물을 조제하도록 하고 있다.
- [0060] 이러한 혼합 분말을 포함하는 조립물을 조제하고, 그 조립물을, 산화 배소 공정(S2)에서의 처리(산화 배소 처리)나 환원 공정(S3)에서의 처리(환원 용융 처리)에 제공함으로써, 그 처리에서의 핸들링 시의 발진을 효과적으로 억제하여 안전성이 높은 처리를 실현할 수 있다. 또한, 그 처리에 있어서 반응성 가스나 대류에 의해 원료 분말이 캐리 오버되어 버리는 것을 억제할 수도 있고, 유가 금속의 회수 손실을 저감할 수 있다.
- [0061] 또한, 이하에서는, 건식 제련 프로세스에 의한 유가 금속의 회수 방법에서의, 산화 배소 공정(S2), 환원 공정(S3)에 대해 순서대로 설명한다.
- [0062] (2) 산화 배소 공정
- [0063] 산화 배소 공정(S2)에서는, 처리 원료(처리료에의 장입물)를 산화 배소(산화 처리)하여 산화 배소물을 얻는 공정이다.
- [0064] 본 실시형태에 따른 방법에서는, 전술한 준비 공정(S1)을 거쳐 얻어진, 혼합 분말의 조립물을 배소로 등의 처리료에 장입하여, 산화 배소의 처리에 제공한다. 본 실시형태에서는, 장입물을 구성하고 있는 혼합 분말이, 파우

더형이 아니라, 조립된 조립물의 형태로 되어 있기 때문에, 처리로에의 장입 시나 장입에 이를 때까지의 핸들링 시에 발진을 효과적으로 억제할 수 있다. 또한, 집진되는 것에 의한 유가 금속의 손실을 저감할 수 있는 데다가, 산화 배소 처리 중에서의 배출 가스에서의 유가 금속의 캐리 오버를 방지할 수 있다.

[0065] 산화 배소 공정(S2)에서는, 페리튬 이온 전지의 내용물 중에 포함되는 탄소(C)를 산화 제거하고, 또한, 적어도 알루미늄을 산화하는 것이 가능한 산화도로 처리한다. 페리튬 이온 전지를 구성하는 주요 원소는, 산소와의 친화력의 차이에 의해 일반적으로, 알루미늄(Al)>리튬(Li)>탄소(C)>망간(Mn)>인(P)>철(Fe)>코발트(Co)>니켈(Ni)>구리(Cu)의 순서로 산화되기 쉽다.

[0066] 이와 같이, 산화 배소 공정(S2)에서는, 혼합 분말의 조립물을 산화 배소함으로써, 조립물에 포함되는 탄소를 제거할 수 있다. 그 결과, 그 후의 환원 공정(S3)에 있어서 국소적으로 발생하는 유가 금속의 미립자가, 탄소에 의한 물리적인 방해없이 응집하는 것이 가능해져, 일체화된 합금으로서 회수할 수 있다. 즉, 후술하는 환원 공정(S3)에서의 환원 용융 처리에 의해 유가 금속은 환원되어 국소적인 용융 미립자가 되는데, 그때 원료 중에 잔존하는 탄소는, 용융 미립자가 응집할 때의 물리적인 방해가 된다. 그 때문에, 산화 배소 처리를 행하여 탄소를 제거하지 않는 경우, 잔존한 탄소가, 용융 미립자의 응집 일체화 및 그에 의한 메탈과 슬래그의 분리성을 방해하여, 유가 금속의 회수율을 저하시키는 경우가 있다. 이에 대해, 환원 용융 처리에 앞서, 산화 배소 처리를 행하여 탄소를 제거해 둌으로써, 용융 미립자의 응집 일체화를 진행시켜, 유가 금속의 회수율을 보다 높이는 것이 가능해진다.

[0067] 또한, 산화 배소 처리에 의해 탄소를 제거해 둌으로써, 환원 공정(S3)에 있어서 페리튬 이온 전지의 내용물에 포함되어 있던 인(P)이 탄소에 의해 환원되는 것을 억제하여, 인이 유가 금속의 합금 중에 분배되는 것을 억제할 수 있다.

[0068] 또한, 산화 배소 공정(S2)에서는, 처리 원료인 조립물에 포함되는 부가 가치가 낮은 금속(Al 등)을 산화하는 것이 가능한 산화도로 산화 배소 처리를 행하는 것이 바람직하다. 한편, 산화 배소의 처리 온도, 시간 및/또는 분위기를 조정함으로써, 산화도는 용이하게 제어된다. 그 때문에, 산화 배소 처리에 있어서 산화도를 엄밀하게 조정함으로써, 산화의 편차를 억제할 수 있다.

[0069] 산화도의 조정은 다음과 같이 하여 행한다. 전술한 바와 같이, 알루미늄(Al), 리튬(Li), 탄소(C), 망간(Mn), 인(P), 철(Fe), 코발트(Co), 니켈(Ni) 및 구리(Cu)는, 일반적으로 Al>Li>C>Mn>P>Fe>Co>Ni>Cu의 순서로 산화되어 간다. 산화 배소 처리에서는, Al의 전량이 산화될 때까지 산화를 진행시킨다. Fe의 일부가 산화될 때까지 산화를 촉진시켜도 좋으나, 유가 금속인 Co가 산화되어 슬래그로서 회수되는 일이 없을 정도로 산화도를 한정시킨다.

[0070] 산화 배소 처리에 있어서 산화도를 조정할 때에, 적량의 산화제를 도입할 수 있다. 특히, 페리튬 이온 전지를 포함하는 처리 원료인 경우, 산화제의 도입이 바람직하다. 페리튬 이온 전지는, 전술한 바와 같이, 외장재에 Al이나 Fe 등의 금속을 포함하고 있고, 정극재나 부극재로서 알루미늄박이나 탄소재를 포함하고 있다. 또한, 집합 전지의 경우에는, 외부 패키지로써 플라스틱이 이용되고 있다. 이들은 모두 환원제로써 작용하는 재료이기 때문에, 산화 배소 처리에서는 산화제를 도입하여 처리함으로써, 산화도를 보다 적절한 범위 내로 조정할 수 있다.

[0071] 산화제로서는, 탄소나 부가 가치가 낮은 금속(Al 등)을 산화할 수 있는 것이면, 특별히 한정되지 않는다. 그중에서도, 취급이 용이한, 공기, 순산소, 산소 부화(富化) 기체 등의 산소를 포함하는 기체가 바람직하다. 산화제의 도입량은, 산화 처리의 대상이 되는 각 물질의 산화에 필요한 양(화학 당량)의 1.2배 정도(예컨대 1.15배~1.25배)가 기준이 된다.

[0072] 산화 배소 처리의 가열 온도는, 700℃ 이상 1100℃ 이하가 바람직하고, 800℃ 이상 1000℃ 이하가 보다 바람직하다. 700℃ 이상에서, 탄소의 산화 효율을 한층 더 높일 수 있고, 산화 시간을 단축할 수 있다. 또한, 1100℃ 이하에서, 열에너지 비용을 억제할 수 있고, 산화 배소 처리의 효율을 높일 수 있다.

[0073] 산화 배소 처리는, 공지된 배소로를 이용하여 행할 수 있다. 또한, 후술하는 환원 공정(S3)에서의 환원 용융 처리에서 사용하는 용융로와는 상이한 노(예비로)를 이용하여, 그 예비로 내에서 행하는 것이 바람직하다. 배소로로서, 장입물을 배소하면서 산화제(산소 등)를 공급하여 그 내부에서 산화 처리를 행하는 것이 가능한 노인 한, 모든 형식의 노를 이용할 수 있다. 일례로서, 종래 공지된 로터리 킬른, 터널 킬른(하스 퍼니스)을 들 수 있다.

[0074] 또한, 후술하는 환원 공정(S3)에 있어서, 환원 용융 처리에 앞서 동일한 노 내에서 산화 처리를 실시하는 양태이면, 반드시 산화 배소 공정(S2)을 설치하지 않아도 좋다.

- [0075] (3) 환원 공정
- [0076] 환원 공정(S3)에서는, 산화 배소 공정(S2)을 거쳐 얻어진 산화 배소물을 가열하여 환원 용융하여, 유가 금속을 함유하는 합금과, 슬래그를 포함하는 환원 용융물을 얻는다. 환원 공정(S3)에서는, 산화 배소 공정(S2)에서의 처리에서 산화한 부가 가치가 낮은 금속(Al 등)을 산화물인 채로 유지하는 한편, 산화한 유가 금속(Cu, Ni, Co)을 환원 및 용융하여, 일체화된 합금으로서 회수하는 것을 목적으로 하고 있다.
- [0077] 본 실시형태에 따른 방법에서는, 전술한 준비 공정(S1)을 거쳐 얻어진, 혼합 분말의 조립물에 대해 산화 배소 처리를 행하여[산화 배소 공정(S2)], 산화 배소물을 얻고 있다. 그 때문에, 환원 용융 처리에 제공되는 처리 원료는, 파우더형의 상태가 아니다. 그 때문에, 처리로에의 장입 시나 장입에 이를 때까지의 핸들링 시에 발진을 효과적으로 억제할 수 있다. 또한, 집진되는 것에 의한 유가 금속의 손실을 저감할 수 있는 데다가, 산화 배소 처리 중에서의 배출 가스에서의 유가 금속의 캐리 오버를 방지할 수 있다.
- [0078] 환원 용융 처리에서는, 환원제를 도입하는 것이 바람직하다. 환원제로서는, 탄소 및/또는 일산화탄소를 이용하는 것이 바람직하다. 탄소는, 회수 대상인 유가 금속(Cu, Ni, Co 등)을 용이하게 환원하는 능력이 있다. 예컨대, 1 몰의 탄소에 2 몰의 유가 금속의 산화물(구리 산화물, 니켈 산화물 등)을 환원할 수 있다. 또한, 탄소나 일산화탄소를 이용하는 환원 수법에서는, 금속 환원제를 이용하는 수법(예컨대, 알루미늄을 이용한 테르밋 반응법)에 비해 안전성이 매우 높다.
- [0079] 환원제로서의 탄소는, 인공 흑연이나 천연 흑연 외에, 제품이나 후공정에서 불순물이 허용될 수 있는 정도이면, 석탄이나 코크스 등을 사용할 수도 있다. 또한, 환원 용융 처리에서는, 암모니아나 일산화탄소를 환원제로서 첨가해도 좋다.
- [0080] 환원제의 도입량으로서는, 산화한 유가 금속(Cu, Ni, Co) 1 몰에 대해 탄소량으로 0.5 몰 이상 1 몰 이하로 하는 것이 바람직하고, 0.6 몰 이상 0.8 몰 이하로 하는 것이 보다 바람직하다.
- [0081] 환원 용융 처리의 가열 온도는, 특별히 한정되지 않으나, 1300℃ 이상 1550℃ 이하가 바람직하고, 1350℃ 이상 1450℃ 이하가 보다 바람직하다. 1550℃를 초과하는 온도에서는, 열에너지가 쓸데없이 소비되고, 도가니 등의 내화물의 손모(損耗)가 심해지며, 생산성이 저하될 우려가 있다. 한편, 1300℃ 미만의 온도에서는, 슬래그와 합금의 분리성이 악화되어 유가 금속의 회수율이 저하될 가능성이 있다.
- [0082] 또한, 환원 용융 처리에서는, 플럭스를 첨가하는 것이 바람직하다. 또한, 전술한 준비 공정(S1)에서의 예비 혼련 공정(S13)에서 플럭스를 첨가하여, 플럭스를 함유한 조립물을 조제하고 있는 경우에는, 부족분을 첨가하도록 하면 된다. 이와 같이 플럭스를 이용하여 환원 용융함으로써, Al 등의 산화물을 함유하는 슬래그를 플럭스에 용해시켜 제거할 수 있다.
- [0083] 플럭스로서는, 그 용점이 합금의 용점에 가깝고, 또한, Al에 대한 용해도가 높은 것이 바람직하다. 예컨대, 플럭스로서, 용점이 1500℃ 이하가 되는, 탄산칼슘(CaCO_3), 산화칼슘(CaO), 산화알루미늄(Al_2O_3), 산화규소(SiO_2), 산화마그네슘(MgO), 산화철(Fe_2O_3 등) 등을 들 수 있다. 또한, 환원 용융 처리 시에, 불화칼슘(CaF_2) 등을 첨가해도 좋고, 이에 의해, 슬래그의 용점이 보다 효율적으로 저하되어 에너지 비용의 저감을 도모할 수 있다.
- [0084] 환원 용융 처리는, 공지된 수법으로 행할 수 있다. 예컨대, 처리 대상의 산화 배소물을 도가니에 장입하고, 저항 가열 등에 의해 가열하는 수법을 들 수 있다. 또한, 환원 용융 처리에서는, 분진이나 배출 가스 등의 유해 물질이 발생하는 경우가 있으나, 공지된 배출 가스 처리 등의 처리를 실시함으로써, 유해 물질을 무해화할 수 있다.
- [0085] 또한, 환원 공정(S3)에 앞서, 전술한 산화 배소 공정(S2)을 설치하여 혼합 분말을 포함하는 조립물에 대해 산화 배소 처리를 행한 경우에는, 환원 공정(S3)에서 산화 처리를 행할 필요는 없다. 단, 산화 배소 공정(S2)을 설치했다고 해도, 그 산화 배소 처리에서 산화가 부족한 경우나, 산화도의 추가적인 조정을 목적으로 하는 경우에는, 환원 공정(S3)에 있어서 추가의 산화 처리를 행하도록 해도 좋다.
- [0086] 환원 공정(S3)에 있어서 산화 처리를 행하는 경우, 즉, 환원 용융 처리와 산화 처리를 동시에 행하는 경우, 그 방법으로서, 예컨대, 환원 용융 처리에서 얻어지는 환원 용융물에 산화제를 불어넣는 수법을 들 수 있다. 구체적으로는, 환원 용융물에 금속제 튜브(팬스)를 삽입하고, 버블링에 의해 산화제를 불어넣도록 한다. 또한, 이때의 산화제로서는, 공기, 순산소, 산소 부화 기체 등의 산소를 포함하는 기체를 이용할 수 있다.
- [0087] (4) 슬래그 분리 공정

[0088] 슬래그 분리 공정(S4)에서는, 환원 공정(S3)에서의 환원 용융 처리에서 얻어진 환원 용융물로부터 슬래그를 분리하여, 유가 금속을 포함하는 합금을 회수한다. 슬래그와 합금은, 그 비중이 상이하다. 합금에 비해 비중이 작은 슬래그는, 환원 용융물 중에 있어서 합금의 상부에 모이기 때문에, 비중 분리에 의해 용이하게 분리 회수할 수 있다.

[0089] 이와 같이, 슬래그 분리 공정(S4)에 있어서, 환원 용융물로부터 슬래그를 분리함으로써, 유가 금속을 포함하는 합금을 회수할 수 있다.

[0090] 또한, 슬래그 분리 공정에서의 처리 후에, 얻어진 합금을 황화하는 황화 공정이나, 얻어진 황화물, 혹은 합금을 분쇄하는 분쇄 공정을 설치해도 좋다. 또한, 이러한 건식 제련 프로세스를 거쳐 얻어진 유가 금속을 포함하는 합금에 습식 제련 프로세스를 실시해도 좋다. 습식 제련 프로세스에 의해, 불순물 성분을 제거하고, 유가 금속(Cu, Ni, Co 등)을 분리 정제하여, 각각을 회수할 수 있다. 습식 제련 프로세스에서의 처리로서는, 중화 처리나 용매 추출 처리 등의 공지된 수법을 들 수 있다.

[0091] 실시예

[0092] 이하, 본 발명의 실시예를 나타내어 보다 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 이하의 실시예에 조금도 한정되는 것이 아니다.

[0093] [정극 활물질과 부극 활물질을 포함하는 혼합 분말을 포함하는 조립의 조제]

[0094] 먼저, 하기 표 1에 나타내는 조성을 갖는, 페리튬 이온 전지를 분쇄하여 얻어진 혼합 분말(정극 활물질과 부극 활물질을 포함하는 혼합 분말)에 대해, 하기 표 2에 나타내는 첨가량으로 물을 첨가하고, 다우 믹서(신니치난 가부시키가이샤 제조, PX0309형)를 이용하여 예비 혼련을 행하여 예비 혼련물을 얻었다. 또한, 실시예 5~6에서는, 그 예비 혼련 시에, 플럭스로서 5 mm 이하의 탄산칼슘을 첨가하였다. 표 2에 있어서, 플럭스의 첨가량 및 물의 첨가량은, 혼합 분말에 대한 중량비로 나타내고 있다.

[0095] 또한, 예비 혼련에 제공한 혼합 분말은, 미세한 파우더형을 나타내는 것이었다.

표 1

시료	품위(질량%)		
	Ni	Cu	C
혼합 분말 (블랙 매스)	28.9	7	31.4

[0096]

[0097] 다음으로, 얻어진 예비 혼련물을, 다우 펠리타이저(신니치난 가부시키가이샤 제조, PT0412형)를 이용하여, 패들 선단의 외주의 주속도가 하기 표 2에 나타내는 속도가 되도록 하여, 더욱 혼련하여 조립하여, 조립물을 조제하였다. 또한, 조립 시에서의 혼련 시간은 2분으로 설정하였다.

[0098] 실시예 1~8에서는, 얻어진 조립물에 대해 직경이 1 mm 이하인 것의 비율을 구하였다. 실시예 4~6에서는, 또한 직경이 4 mm 이상인 조립물의 비율을 구하였다. 또한, 비교예 1에서는, 조립을 행하지 않았다.

표 2

시료	수분율	주속도	플럭스	직경 1 mm 이하 비율	직경 4 mm 이상 비율
	(중량비)	(m/분)	(중량비)	(%)	(%)
실시예 1	0.143	55.3	0	7.7	—
실시예 2	0.146	55.3	0	5.4	—
실시예 3	0.145	71.9	0	7.3	—
실시예 4	0.142	88.5	0	7.0	22.2
실시예 5	0.146	88.5	0.1	8.5	32.7
실시예 6	0.143	88.5	0.2	6.5	37.6
실시예 7	0.156	27.3	0	조립할 수 있었으나 작은 것이었다	—
실시예 8	0.143	41.0	0	40	—
비교예 1	0	0	0	(파우더형)	—

[0099]

[0100]

표 2로부터 알 수 있는 바와 같이, 실시예 1~8에서는, 혼합 분말을 예비 혼련한 후, 그 예비 혼련물을 조립하여 조립물을 조제함으로써, 예비 혼련 전의 혼합 분말(비교예 1)과 비교하여, 큰 입상물(粒狀物)이 되어, 핸들링성이 향상되었다. 특히, 실시예 1~6에서는, 조립물의 입경이 1 mm 이하인 비율이 10% 미만이 되어, 핸들링성이 보다 향상되었다. 또한, 실시예 4~6에서는, 조립물의 입경이 4 mm 이상이 되는 비율이 30% 이상이 되어, 핸들링성이 더한층 향상되었다.

[0101]

[조제한 조립물의 건식 제련 프로세스에의 공급]

[0102]

이와 같이 하여 얻어진 실시예 1~8의 조립물, 비교예 1의 혼합 분말을, 건식 제련 프로세스에 의한 유가 금속의 회수 방법에서의 산화 배소 처리, 및 환원 용융 처리에 제공하였다.

[0103]

그 결과, 비교예 1에서는, 정극 활물질과 부극 활물질을 포함하는 혼합 분말을 그대로 건식 제련 프로세스에 제공했기 때문에, 즉 혼합 분말의 조립을 행하지 않고 공급했기 때문에, 산화 배소 처리 및 환원 용융 처리에서 발생하는 더스트가 많아졌다. 이것은, 처리로에의 혼합 분말의 장입 시에, 핸들링 시에 있어서 대량으로 발진이 발생한 것이나, 발진한 것이 노 내의 반응 가스나 대류를 타고 배기 덕트로 흡인되어, 캐리 오버가 많이 발생했기 때문이라고 생각된다.

[0104]

이에 대해, 실시예 1~8에서는, 표 2에 나타난 바와 같은 조립물을 조제하고, 그 조립물을 공급했기 때문에, 비교예 1에 비해, 산화 배소 처리 및 환원 용융 처리에서 발생하는 더스트량이 대폭 감소하였다. 이것은, 조립물을 공급함으로써, 핸들링성이 향상되고, 발진이나 캐리 오버의 발생을 효과적으로 억제할 수 있었기 때문이라고 생각된다.

[0105]

또한, 실시예 7, 8에서는, 비교예 1에 비해 더스트의 발생량을 감소시킬 수 있었다. 단, 실시예 1~6에 비하면 그 더스트량은 많아졌다.

도면

도면1

