



- (74) 代理人：押田 良隆 (OSHIDA Yoshitaka); 〒1040061 東京都中央区銀座3丁目3番12号 銀座ビル Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーロパ (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称： ニッケル粉の製造方法

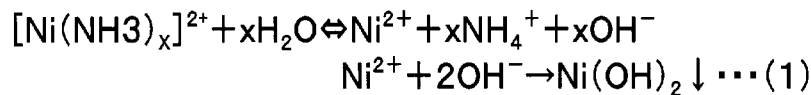
技術分野

[0001] 本発明は、微小なニッケル粉を用いて硫酸ニッケルアンミン錯体を含有する溶液から、ニッケル粉末を生成する方法に関する。

背景技術

[0002] 導電性ペーストやニッケル水素電池等の正極活物質の材料として使用が期待されるニッケル粉の製造方法として、例えば特許文献1に示す方法が知られている。この特許文献1に開示される製造方法は、生成したニッケルアンミン錯体を含有する溶液を、高温高圧下で処理することにより下記(1)式に示す反応を起こさせ、水酸化ニッケル粒子を析出させることを特徴とする水酸化ニッケル粉末の製造方法である。

[0003] [化1]



[0004] この水酸化ニッケルを還元剤で還元すれば、ニッケル粉末を得ることができる。還元剤としては様々なものが利用できるが、水素ガスを用いるのが、工業的に安価であり、広く利用されている。

[0005] また非特許文献1にはSherritt Gordon社におけるニッケル粉製造プロセスが記載されている。

この製造方法は、硫酸ニッケル水溶液と錯化剤を混合してニッケルアンミン錯体を含有する溶液とし、その溶液をオートクレーブ等の加圧容器に入れ、150～250℃程度に昇温し、溶液中に水素ガスを吹き込むもので、水素によりニッケルアンミン錯塩が還元されてニッケル粉が得られるものである。

[0006] しかしながら、非特許文献1に示される錯化還元法と呼ばれる方法においては、水素ガスを吹き込む際に、核となる種晶が存在しないと微細なニッケ

ル粉を不均一に多数生成することが多く、その結果、所定の粒径サイズの物を得ることが難しくなり、均一な品質が得難くなるという問題を抱えている。

また、加圧容器の内壁や攪拌機などの機器表面にスケーリングのように微細なニッケルが析出するため、設備のメンテナンスの手間が増加したり製品の回収率が低下したりする等の問題も発生しているために好ましくない。

[0007] このような状態を避けるためには、溶液に種晶を添加して還元剤を吹き込むことにより抑制できることが知られている。この種晶の添加によってニッケルアンミン錯体の溶液に還元剤が吹き込まれてニッケルの析出を開始する際に、種晶を核として成長が進み、上記のような容器や機器の表面に不均一に微細な析出が生じることを抑制できる。

[0008] 種晶には同じ品種の微細な結晶を用いたり、製品の一部を破砕等で加工したりして利用することが多い。一方で、種晶を添加する割合や形状が得られる製品の品質にも影響することが知られている。

しかし上記のように、製品の一部を利用した場合、加工には手間がかかりコストアップの要因となる。さらに加工で得られる形状のばらつきなどに起因して品質が安定しない課題があった。

[0009] また、例えば鉄粉など均一かつ微細な形状の物が工業的に得られやすいものを種晶として用いることもしばしばある。

しかし、例えばニッケル粉を得るために、非特許文献1のプロセスで使用しているように鉄粉を種晶として用いれば、製品の品質に影響するため、用途が限られてしまい、好ましいことではなかった。

[0010] このように、製品の品質を安定化し、製造コストを削減するためには、製品と同種の種晶を用いながら、同時に添加量を極力抑えた製造方法が望まれていた。

先行技術文献

特許文献

[0011] 特許文献1：特開2005-194156号公報

非特許文献

- [0012] 非特許文献1：POWDER METALLURGY、1958、No. 1／2、P. 40－52.

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0013] このような状況の中、本発明はニッケルアンミン錯体を含有する溶液を高温高压下で、ニッケルの種晶を添加し、水素還元してニッケル粉を得る製造方法における生産性の低下およびコスト増加という課題を解決するために、種晶使用量を削減しつつ、ニッケル粉の品質を維持している製造方法を提供するものである。

課題を解決するための手段

- [0014] 上記の課題を解決するための、本発明の第1の発明は、ニッケルアンミン錯体を含有する溶液に、種晶とアニオン系の官能基を有する分散剤を添加して形成した混合スラリーに、150℃～250℃の高温高压雰囲気下で水素を吹き込んで還元反応を生じさせる加圧水素還元処理を施して、前記混合スラリー中のニッケルアンミン錯体を還元してニッケルの粉末を得ることを特徴とするニッケル粉の製造方法である。
- [0015] 本発明の第2の発明は、第1の発明における分散剤が、アニオン系の官能基を有するリグニンスルホン酸ナトリウムであることを特徴とするニッケル粉の製造方法である。
- [0016] 本発明の第3の発明は、第1の発明における分散剤が、アニオン系の官能基を有するドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムであることを特徴とするニッケル粉の製造方法である。
- [0017] 本発明の第4の発明は、第2の発明における分散剤の添加量が、ニッケルアンミン錯体を含有する溶液に添加する種晶の重量に対して、5.0wt%以上、50.0wt%以下の割合であることを特徴とするニッケル粉の製造方法である。

[0018] 本発明の第5の発明は、第3の発明における前記分散剤の添加量が、ニッケルアンミン錯体を含有する溶液に添加する種晶の重量に対して、0.05 wt %以上、10.0 wt %以下の割合であることを特徴とする請求項3に記載のニッケル粉の製造方法である。

[0019] 本発明の第6の発明は、ニッケルアンミン錯体を含有する溶液に、種晶とノニオン系の官能基を有する分散剤を添加して形成した混合スラリーに、150℃～250℃の高温高压雰囲気下で水素を吹き込んで還元反応を生じさせる加圧水素還元処理を施して、前記混合スラリー中のニッケルアンミン錯体を還元してニッケルの粉末を得ることを特徴とするニッケル粉の製造方法である。

[0020] 本発明の第7の発明は、第6の発明における分散剤の添加量が、ニッケルアンミン錯体を含有する溶液に添加する種晶の重量に対して、5.0 wt %以上、50.0 wt %以下の割合であることを特徴とするニッケル粉の製造方法である。

[0021] 本発明の第8の発明は、第1から第7の発明における種晶が、ニッケル粉であることを特徴とするニッケル粉の製造方法である。

発明の効果

[0022] 本発明によれば、ニッケルアンミン錯体を含有する溶液に種晶を添加し、高温高压下で水素還元してニッケル粉を製造するニッケル粉の製造方法において、分散剤、特にリグニンスルホン酸ナトリウムを錯体を含有する溶液に添加して水素還元することにより、核となる種晶を効率よく利用してニッケル粉を生成することができると共に、その種晶の使用量を削減しつつ、生産性の低下を防ぐと共に、製造に係るコストの増加を抑制し、さらにニッケル粉の品質を向上させることを可能とし、工業上顕著な効果を奏するものである。

図面の簡単な説明

[0023] [図1]本発明に係るニッケルアンミン錯体を含有する溶液からニッケル粉を生成する製造フローを示す図である。

[図2]本発明における分散剤添加の有無による種晶比による還元率の変化を示す図である。

[図3]本発明の実施例における還元率を示す図である。

発明を実施するための形態

[0024] 本発明の高純度ニッケル粉の製造方法は、オートクレーブなどの高圧容器を用いてニッケルアンミン錯体を含む溶液に種晶を添加し、高温高圧で水素による還元をする加圧水素還元処理をする際に、アニオン系又はノニオン系の官能基を有する分散剤を、さらに含むことにより、従来20%程度だった還元率が、100%近くに向上することができ、効率よくニッケル粒子を析出させることができることを特徴とする。

[0025] 図1に示す本発明の製造フローを用いて、本発明を説明する。

本発明は、ニッケル含有物を硫酸による浸出工程で生成した浸出液の硫酸ニッケル溶液 (NiSO_4) に、図1に示すようにアンモニア水 (NH_4OH) 及び硫酸アンモニウム ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) による錯化処理を施す錯化工程を経て生成したニッケルアンミン錯体を含む溶液に、ニッケル粉の種晶及び分散剤を添加して混合スラリーを形成し、その混合スラリーに高圧容器中で水素還元処理を行う加圧水素還元工程を加えて還元スラリーを得て、その後濾過・洗浄工程を経てニッケル粉を形成する製造方法である。

[0026] さらに、錯化処理に使用する硫酸アンモニウム、及びアンモニア (NH_3) または、アンモニア水 (NH_4OH) には、濾過・洗浄工程で排出される硫酸アンモニウム： $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 及びその硫酸アンモニウムから、アンモニア回収工程を経て回収したアンモニアまたは、アンモニア水が利用可能である。

以下、本発明の特徴とする分散剤及び種晶について説明する。

[0027] [分散剤]

本発明で使用する分散剤は、アニオン系またはノニオン系の官能基を持つものであればよいが、とりわけ、アニオン系の官能基を持つ分散剤としては、リグニンスルホン酸ナトリウム、又はドデシルベンゼンスルホン酸ナトリ

ウムを用いることで、ニッケル還元への効果はさらに向上し、80%以上の還元率が得られる。

ここで、分散剤を添加すると、還元率が向上するメカニズムは、添加された種晶が分散するため、種晶一粒あたりに多くのニッケルが析出可能となり、ニッケルの還元率が向上すると考えられる。

[0028] 一般に、分散剤の分子は、疎水部と親水部に分かれています。通常疎水部が粒子の表面に吸着して、親水部の電荷の反発で分散が生じるとされる。このため、分散剤が吸着した粉末同士が反発しあうので分散する効果が得られる。

[0029] さらに、ノニオン系の官能基を有するPVA（ポリビニルアルコール）やPEG（ポリエチレングリコール）も分散剤として用いることはできるが、上記リグニンスルホン酸ナトリウムやドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムほどの効果が得られず、また使用量も増加する。さらに、プラスイオンを持つカチオン系の分散剤も存在するが、工業的に高価でコストを増加させるなど適さない。

[0030] さらに、分散剤の添加量は、ニッケルアンミン錯体を含有する溶液に添加する種晶重量に対して、リグニンスルホン酸ナトリウムでは、5.0wt%～50.0wt%の量、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムでは、0.05～10.0wt%の量を添加することが好ましい。

この分散剤の添加量は、分散剤の種類にも左右されるが、種晶の粒径又は比表面積に大きく依存、影響されるもので、同じ重量の種晶を添加した場合、粒径が小さいと比表面積が大きくなり、逆に粒径が大きいと比表面積は小さくなって、分散剤の添加量も少なくて済む。種晶の粒径は、製品のニッケル粉末を繰り返して使用する場合は、ばらつきがあり、比表面積も大きい場合、小さい場合がある。

[0031] このため、種晶の粒子が一番小さい場合でも、粒子全部をコーティングさせる分散剤の添加量は、0.05～50.0wt%が必要で、特にドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムの分散剤では0.05wt%以上、10.0wt%以下、リグニンスルホン酸ナトリウムの分散剤では5.0wt%以上

、50.0wt%以下の範囲での添加が望ましく、これらの範囲外では、少ないと還元率向上の効果が減少し、超えて添加しても、それほど効果の上積みは見込めず、添加量を増やすだけ薬剤コストの浪費となる。

さらに、添加が過剰となる場合には、本発明で見出した上記の特異的な効果が発現せず、凝集を生じる問題が発生する。

なお、図2に示すように、分散剤を使用しない場合の還元率は25%程度だが、本発明の分散剤を添加することで95%以上まで向上する。

[0032] [種晶]

使用する種晶は、微小なニッケル粉を用いることで、形成するニッケル粉の純度を低下させずにすみ、高い純度のニッケル粉を得ることができる。

また、使用する微小なニッケル種晶の粒径は、0.5~5.0 μ mの範囲が、形成されたニッケル粉の均一性や上記分散剤を使用した際の形成されるニッケル粉の分散を促進する働きなどを阻害せずに効果を表すものである。その範囲外の大きさでは、均一性や分散を害してしまう恐れがあり望ましくない。

[0033] 本発明により、種晶として系内を循環するニッケルを少なくすることができるため、それだけ製品になるニッケル粉の割合が向上し生産性が向上する。また、繰り返し量が減少するので同じ生産量を得るための設備規模も相応に節約でき、コストも低減できる。

実施例

[0034] 以下、実施例を用いて本発明をさらに説明する。

図1は、本発明に係るニッケル粉の製造方法の一例を示す製造工程フロー図で、「硫酸ニッケル(NiSO₄)溶液」をニッケル元液とし、錯化工程を経て作製される「ニッケルアンミン錯体を含有する溶液」を用いた場合の製造工程フロー図である。

下記実施例で用いた還元率は、水素還元後の液中のNi濃度を測定し求めたものである。

[0035]

[数1]

$$\text{還元率}[\%] = 100 - \text{液中残留 Ni 量} / \text{投入 Ni 量} \times 100$$

実施例 1

[0036] 製造装置にバッチ式の容量 3 L のオートクレーブを用いた。

純水 440 ml に試薬硫酸ニッケル六水和物 336 g、硫酸アンモニウム 330 g を含む溶液を調製し、これに 25%アンモニア水 191 ml を添加し、合計の液量が 1000 ml になるように調整して始液とし、この始液を上記オートクレーブの内筒缶に装入した。

[0037] 装入した内筒缶内の始液に市販のニッケル粉を種晶として 7.5 g、分散剤としてリグニンスルホン酸ナトリウム 0.4 g を添加して混合スラリーとし、その内筒缶をオートクレーブに装入し密栓した。

この時の種晶添加率は、10 wt% ($7.5 / 75 \times 100 = 10$) となる。

[0038] 次に加圧水素還元工程を以下の条件で行った。

電動攪拌機により 750 rpm で攪拌させながら、熱媒ヒーターを用いてオートクレーブの内部温度が 185°C になるまで昇温した。185°C に温度が到達した時点から、水素ガスをボンベから内筒缶内の液相部に 2.0 リットル / min の流量で吹込み、内部圧力を 3.5 MPa になるように昇圧、維持して還元反応を生じさせた。

水素ガスを吹き込み開始してから 60 分間反応させ、60 分経過後に水素ガスの供給を停止し、その後攪拌しながら室温まで冷却した。

[0039] 冷却させた内筒缶をオートクレーブから取り出し、内筒缶に入っている還元スラリーを濾過・洗浄工程により、濾紙とヌッチェを用いて濾過による固液分離を行い、ニッケル粉を回収した。その回収したニッケル粉を、水で洗浄し、不純物を洗い流した。

ニッケルの還元率は約 99% だった。

還元後の濾液の pH は 6.5 ~ 7.5 の範囲になった。

[0040] (比較例 1)

分散剤を添加しなかった以外は、実施例 1 と同じ条件である純水 440 ml、硫酸ニッケル六水和物 336 g、硫酸アンモニウム 330 g を含む溶液に 25% アンモニア水 191 ml 添加し、合計の液量が 1000 ml になるように調整して内筒缶に装入し、この溶液に実施例 1 で用いたものと同じニッケル粉を種晶として 7.5 g 添加した。

[0041] 次に、上記内筒缶をオートクレーブにセットし、攪拌機により 750 rpm で攪拌させながら、実施例 1 と同じく熱媒ヒーターで内部温度が 185°C に達するまで昇温した。温度が 185°C に到達した時点から、内筒缶内の液相に水素ガスを 2.0 リットル/min で吹込み、内部圧力が 3.5 MPa になるように昇圧、維持し、還元反応を進めた。

[0042] 水素を吹き込み開始してから 60 分間反応させた後、水素ガスの供給を停止して冷却した。

冷却した内筒缶を取り出し、取り出した内筒缶に入っているスラリーを固液分離してニッケル粉を回収した。

回収したニッケル粉は約 25 g であり、還元率は 24% だった。

実施例 2

[0043] 実施例 2 として種晶の添加割合を種晶比 0.05 (すなわち 5%) とした場合について実施例 1 と同じ方法を用いてニッケル粉を生成させ、その還元率を求めた。

実施例 3

[0044] 種晶の添加割合を種晶比 0.07 (すなわち 7%) とした以外は、実施例 1 と同じ方法を用いてニッケル粉が生成され、その還元率を求めた。

[0045] (比較例 2)

種晶の添加割合を種晶比 0.01 (すなわち 1%) とした以外は、実施例 1 と同じ方法を用いてニッケル粉が生成され、その還元率を求めた。

[0046] (比較例 3)

比較例 3 として種晶を添加せず分散剤のみ添加した以外は、実施例 1 と同

じ方法を用いてニッケル粉が生成され、その還元率を求めた。

[0047] (比較例4)

分散剤を添加せずに、種晶比0.30(すなわち30%)の種晶のみを添加した以外は、実施例1と同じ方法を用いてニッケル粉が生成され、その還元率を求めた。

[0048] (比較例5)

分散剤を添加せずに、種晶比0.50(すなわち50%)の種晶のみを添加した以外は、実施例1と同じ方法を用いてニッケル粉が生成され、その還元率を求めた。

[0049] 上記実施例1～3及び比較例1～5の結果を纏めて表1に示し、分散剤の添加の有無による種晶比による還元率の変化を図2に示す。

表1及び図2に示すように、種晶を添加せずに分散剤のみ添加した比較例3の場合の還元率は7%だった。これに対し、実施例2として種晶比を0.05とすることで、99%の還元率まで向上した。

すなわち、分散剤は種晶添加時の還元率の向上に顕著な効果があることがわかる。

[0050] また、種晶比を0.07(実施例3)、0.10(実施例1)とした場合もほぼ同水準の還元率となり、0.05(5%)程度の種晶比とすれば効果が得られることがわかる。

一方、比較例1、4、5として示した、分散剤を使用せずに種晶比だけを増加させた場合も、還元率は向上するが、上記の分散剤を使用した場合に比べると、10倍の0.5程度もの比率となる種晶が必要であり、それだけコストが上昇することがわかる。言い換えると本発明により分散剤を使用しない場合の約10分の1の種晶で済むことになり、製品の繰り返し量や購入量が減少することでそれだけコストが節減でき、種晶由来の不純物が存在する場合でも影響を大きく低減できる効果を有することがわかる。

[0051]

[表1]

	分散剤		種晶比	還元率 [%]
	種類	添加量 [g]		
実施例1	リグニンスルホン酸 ナトリウム	0.4	0.10	99
実施例2			0.05	99
実施例3			0.07	98
比較例1	—	—	0.10	24
比較例2	リグニンスルホン酸 ナトリウム	0.4	0.01	41
比較例3	リグニンスルホン酸 ナトリウム	0.4	—	7
比較例4	—	—	0.30	73
比較例5			0.50	94

実施例 4

[0052] 硫酸ニッケル六水和物 336 g、硫酸アンモニウム 330 g を含む溶液に 25%アンモニア水を 191 ml 添加し、合計の液量が 1000 ml になるように調整して錯化処理を行い、ニッケルアンミン錯体を含有する溶液を製した。

[0053] この溶液に、種晶としてニッケル粉 15 g（種晶添加率は 20 wt%）を含む種晶スラリーと、分散剤のドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムを種晶重量に対して 1.3 wt% 添加して混合スラリーを製した。

[0054] 次に、加圧水素還元工程を以下の条件で行った。製した混合スラリーを、高圧容器のオートクレーブ内に装入し、攪拌しながら 185℃ に昇温後、還元剤の水素ガスを吹き込み、オートクレーブ内の圧力が 3.5 MPa になるように水素ガスを供給して還元処理を行った。

[0055] 水素ガスの供給後、1 時間が経過した後に、その水素ガスの供給を停止して、オートクレーブを冷却した。冷却後得られた還元スラリーを濾過してニ

ッケル粉を回収した。

このときのニッケル還元率は、図3に示す通り95%以上が得られた。

実施例 5

[0056] 分散剤のドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムの添加量を、種晶重量に対して6.7wt%とした以外は、実施例4と同条件でニッケル粉を作製して回収した。

回収した実施例2に係るニッケル粉のニッケル還元率は、図3に示すように95%以上が得られた。

[0057] (比較例6)

硫酸ニッケル六水和物336g、硫酸アンモニウム330gを含む溶液に25%アンモニア水を191ml添加し、合計の液量が1000mlになるように調整して錯化処理を行い、ニッケルアンミン錯体を含有する溶液を作製した。この溶液にニッケル粉の種晶15gを含む種晶スラリーを添加して混合スラリーとした。

[0058] この混合スラリーをオートクレーブ内に装入し、攪拌しながら185℃に昇温後、その混合スラリーに水素ガスを吹き込み、オートクレーブ内の圧力が3.5MPaになるように水素ガスを供給した。

[0059] 水素ガスの供給後、1時間が経過した後に水素ガスの供給を停止した。その後、オートクレーブを冷却して得られた還元スラリーを濾過してニッケル粉を回収した。

この回収した比較例1に係るニッケル粉のニッケル還元率は、図3に示す通り概ね25%程度だった。

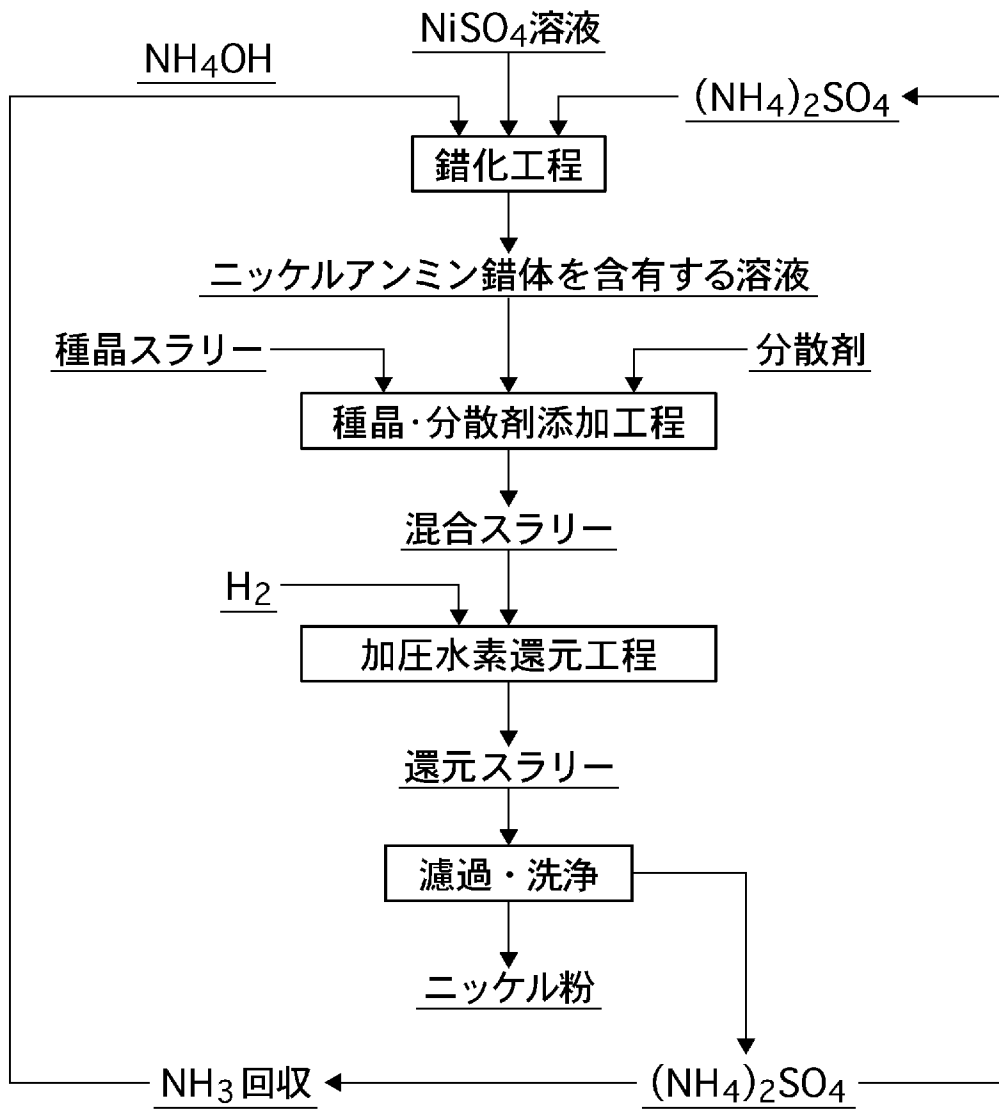
請求の範囲

- [請求項1] ニッケルアンミン錯体を含有する溶液に、種晶とアニオン系の官能基を有する分散剤を添加して形成した混合スラリーに、150℃～250℃の高温高圧雰囲気下で水素を吹き込んで還元反応を生じさせる加圧水素還元処理を施して、前記混合スラリー中のニッケルアンミン錯体を還元してニッケルの粉末を得ることを特徴とするニッケル粉の製造方法。
- [請求項2] 前記分散剤が、アニオン系の官能基を有するリグニンスルホン酸ナトリウムであることを特徴とする請求項1に記載のニッケル粉の製造方法。
- [請求項3] 前記分散剤が、アニオン系の官能基を有するドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムであることを特徴とする請求項1に記載のニッケル粉の製造方法。
- [請求項4] 前記分散剤の添加量が、ニッケルアンミン錯体を含有する溶液に添加する種晶の重量に対して、5.0wt%以上、50.0wt%以下の割合であることを特徴とする請求項2に記載のニッケル粉の製造方法。
- [請求項5] 前記分散剤の添加量が、ニッケルアンミン錯体を含有する溶液に添加する種晶の重量に対して、0.05wt%以上、10.0wt%以下の割合であることを特徴とする請求項3に記載のニッケル粉の製造方法。
- [請求項6] ニッケルアンミン錯体を含有する溶液に、種晶とノニオン系の官能基を有する分散剤を添加して形成した混合スラリーに、150℃～250℃の高温高圧雰囲気下で水素を吹き込んで還元反応を生じさせる加圧水素還元処理を施して、前記混合スラリー中のニッケルアンミン錯体を還元してニッケルの粉末を得ることを特徴とするニッケル粉の製造方法。
- [請求項7] 前記分散剤の添加量が、ニッケルアンミン錯体を含有する溶液に添

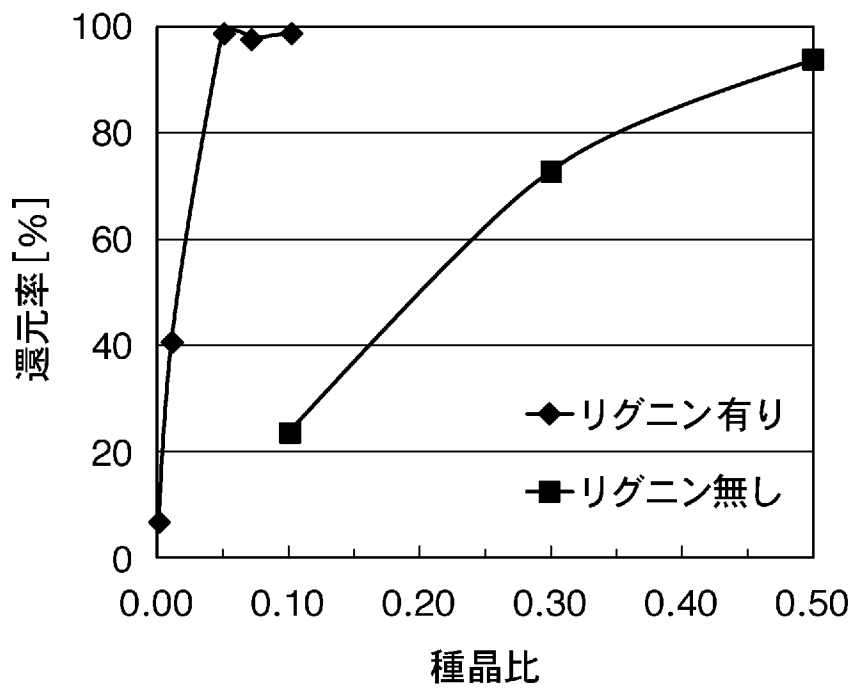
加する種晶の重量に対して、5.0 wt %以上、50.0 wt %以下の割合であることを特徴とする請求項6に記載のニッケル粉の製造方法。

[請求項8] 前記種晶が、ニッケル粉であることを特徴とする請求項1～7のいずれか1項に記載のニッケル粉の製造方法。

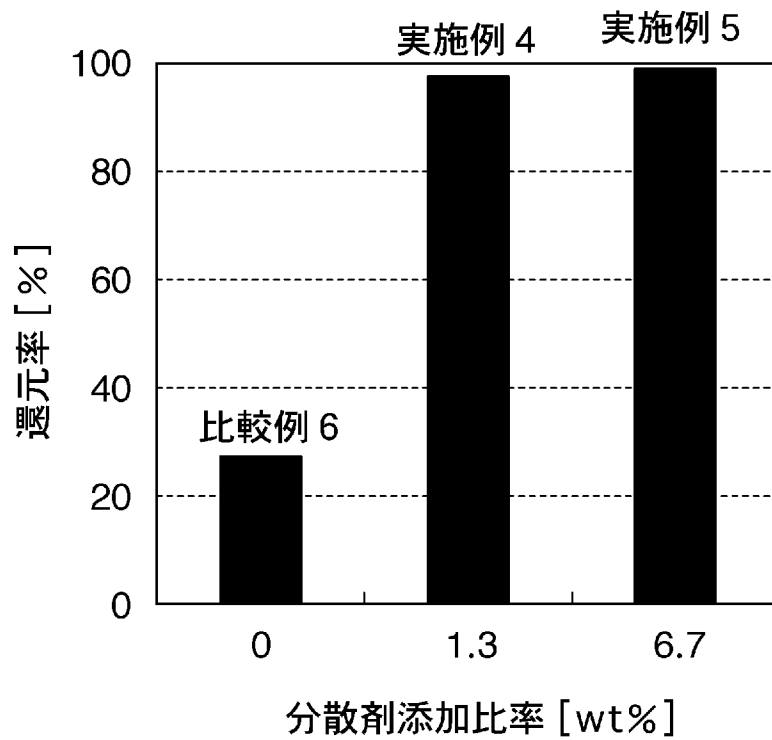
[図1]



[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2015/053541

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
B22F9/26(2006.01)i, B22F1/00(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
B22F9/26, B22F1/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2015
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2015	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2015

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
JSTPlus (JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 4545814 A (Eddie C. J. Chou, Mark W. Cooperrider), 08 October 1985 (08.10.1985), column 2, line 66 to column 3, line 46 (Family: none)	1-8
A	JP 10-509213 A (The Westaim Corp.), 08 September 1998 (08.09.1998), page 9, line 28 to page 11, line 12; fig. 2 & US 5584908 A & WO 1996/014953 A1 & EP 792199 A1	1-8
A	US 4148632 A (Willie Seibt, Donald R. Weir), 10 April 1979 (10.04.1979), column 3, line 61 to column 6, line 35 & CA 1097506 A	1-8

Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search 21 April 2015 (21.04.15)	Date of mailing of the international search report 12 May 2015 (12.05.15)
---	--

Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.
--	---

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/053541

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2004/0159187 A1 (Matti Hamalainen, Sigmund Fugleberg, Kari Knuutila), 19 August 2004 (19.08.2004), entire text & WO 2001/034857 A1	1-8

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. B22F9/26(2006.01)i, B22F1/00(2006.01)i										
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. B22F9/26, B22F1/00										
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの <table style="width:100%; border:none;"> <tr> <td style="width:30%;">日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2015年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2015年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2015年</td> </tr> </table>			日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2015年	日本国実用新案登録公報	1996-2015年	日本国登録実用新案公報	1994-2015年
日本国実用新案公報	1922-1996年									
日本国公開実用新案公報	1971-2015年									
日本国実用新案登録公報	1996-2015年									
日本国登録実用新案公報	1994-2015年									
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語) JSTPlus (JDreamIII)										
C. 関連すると認められる文献										
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号								
A	US 4545814 A (Eddie C. J. Chou, Mark W. Cooperrider) 1985.10.08, 第2欄第66行-第3欄第46行 (ファミリーなし)	1-8								
A	JP 10-509213 A (ザ ウェスターム コーポレーション) 1998.09.08, 第9頁第28行-第11頁第12行、図2 & US 5584908 A & WO 1996/014953 A1 & EP 792199 A1	1-8								
A	US 4148632 A (Willie Seibt, Donald R. Weir) 1979.04.10, 第3欄第61行-第6欄第35行 & CA 1097506 A	1-8								
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。										
<table style="width:100%; border:none;"> <tr> <td style="width:50%; vertical-align: top;"> * 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願 </td> <td style="width:50%; vertical-align: top;"> の日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献 </td> </tr> </table>			* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	の日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献						
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	の日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献									
国際調査を完了した日 21.04.2015	国際調査報告の発送日 12.05.2015									
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 川村 裕二 電話番号 03-3581-1101 内線 3435	4 K 3349								

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	US 2004/0159187 A1 (Matti Hamalainen, Sigmund Fugleberg, Kari Knuutila) 2004.08.19, 全文 & WO 2001/034857 A1	1-8