

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2013年5月10日(10.05.2013)



(10) 国際公開番号
WO 2013/065773 A1

- (51) 国際特許分類:
C22B 23/00 (2006.01) C22B 3/04 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/078289
- (22) 国際出願日: 2012年11月1日(01.11.2012)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2011-242308 2011年11月4日(04.11.2011) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 住友金属鉱山株式会社(SUMITOMO METAL MINING CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1058716 東京都港区新橋5丁目11番3号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
(71) 出願人(米国についてのみ): ミツ井 宏之(MITSUI, Hiroyuki) [JP/JP]; 〒1058716 東京都港区新橋5丁目11番3号 住友金属鉱山株式会社内 Tokyo (JP). 柴山 敬介(SHIBAYAMA, Keisuke)

[JP/JP]; 〒1058716 東京都港区新橋5丁目11番3号 住友金属鉱山株式会社内 Tokyo (JP). 庄司 浩史(SHOJI, Hirofumi) [JP/JP]; 〒1058716 東京都港区新橋5丁目11番3号 住友金属鉱山株式会社内 Tokyo (JP). 檜垣 達也(HIGAKI, Tatsuya) [JP/JP]; 〒1058716 東京都港区新橋5丁目11番3号 住友金属鉱山株式会社内 Tokyo (JP). 京田 洋治(KYODA, Yoji) [JP/JP]; 〒1058716 東京都港区新橋5丁目11番3号 住友金属鉱山株式会社内 Tokyo (JP). 中井 修(NAKAI, Osamu) [JP/JP]; 〒1058716 東京都港区新橋5丁目11番3号 住友金属鉱山株式会社内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 小池 晃, 外(KOIKE, Akira et al.); 〒1040044 東京都中央区明石町8番1号 聖路加タワー32階 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,

[続葉有]

(54) Title: ORE SLURRY PRODUCTION METHOD AND METAL REFINING METHOD

(54) 発明の名称: 鉱石スラリーの製造方法及び金属製錬方法

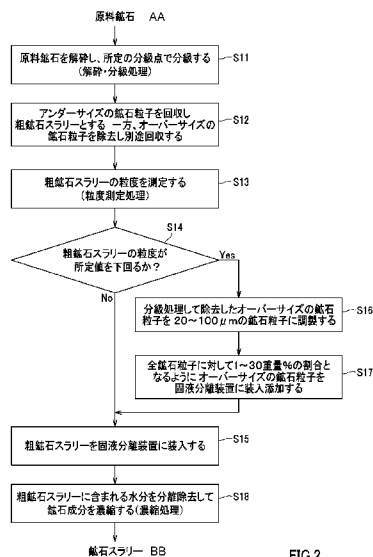


FIG.2

- S11 Crush and classify raw material ore at predetermined classification point (crushing/classification process)
- S12 Recover undersized ore particles to create crude ore slurry, and remove and separately recover oversized ore particles
- S13 Measure grain size of crude ore slurry (grain size measurement process)
- S14 Is grain size of crude ore slurry lower than predetermined value?
- S15 Feed crude ore slurry into solid-liquid separator
- S16 Perform processing on oversized ore particles, which have been removed by means of classification, to form 20-100µm ore particles
- S17 Feed additional oversized ore particles into solid-liquid separator at ratio of 1-30wt% with respect to total ore particles
- S18 Separate and remove moisture from crude ore slurry in order to concentrate ore element (concentration process)
- AA Raw material ore
- BB Ore slurry

(57) Abstract: The purpose of the present invention is to provide an ore slurry production method, which inhibits an increase in the viscosity of the ore slurry so as to prevent faulty transfer, and a metal refining method that utilizes the ore slurry production method. The present invention includes: a crushing/classification step (S1) in which a raw material ore is crushed, classification is performed and oversized ore particles are removed at a predetermined classification point in order to obtain a crude ore slurry comprising undersized ore particles; a grain size measurement step (S2) in which the grain size of the obtained crude ore slurry is measured; and a ore slurry concentration step (S3) in which the crude ore slurry is fed into a solid-liquid separator, and moisture is separated and removed in order to concentrate the ore element. When the grain size measured in the grain size measurement step (S2) has become lower than a predetermined value, some of the oversized ore particles that have been removed in the crushing/classification step (S1) are additionally fed into the solid-liquid separator.

(57) 要約: 鉱石スラリーの粘度上昇を抑制して移送不良を生じさせない鉱石スラリーの製造方法及びこれを利用した金属製錬方法を提供することを目的とする。本発明では、原料鉱石を解砕し、所定の分級点で分級してオーバーサイズの鉱石粒子を除去し、アンダーサイズの鉱石粒子からなる粗鉱石スラリーを得る解砕・分級工程S1と、得られた粗鉱石スラリーの粒度を測定する粒度測定工程S2と、粗鉱石スラリーを固液分離装置に装入し、水分を分離除去して鉱石成分を濃縮する鉱石スラリー濃縮工程S3とを有し、粒度測定工程S2にて測定された粒度が所定値を下回った場合に、解砕・分級工程S1にて除去されたオーバーサイズの鉱石粒子の一部を固液分離装置に装入添加する。



IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, 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, 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.

シア (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, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(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, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラ

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： 鉱石スラリーの製造方法及び金属製錬方法

技術分野

[0001] 本発明は、鉱石スラリーの製造方法及び金属製錬方法に関し、より詳しくは、鉱石スラリーの粘度の上昇を抑制することができる鉱石スラリーの製造方法及びその鉱石スラリーの製造方法を適用した金属製錬方法に関する。

本出願は、日本国において2011年11月4日に出願された日本特許出願番号特願2011-242308を基礎として優先権を主張するものであり、これらの出願を参照することにより、本出願に援用される。

背景技術

[0002] 近年、ニッケルとコバルトを全量に対しそれぞれ1.0～2.0%、0.1～0.5%程度含有するニッケル酸化鉱石からニッケルやコバルトを回収する製錬方法として、湿式製錬法の一つである、硫酸を用いた高温加圧酸浸出法（High Pressure Acid Leach：以下、HPAL法と呼称する場合がある。）が利用されている。

[0003] このHPAL法は、例えばニッケル酸化鉱石の鉱石スラリーに硫酸を添加し、高温高圧下で浸出して、ニッケル及びコバルトを含む浸出液を得る浸出処理方法である。そして、このHPAL法を適用した浸出工程と、得られた浸出液のpHを調整し、鉄等の不純物元素を含む中和澱物スラリーと浄液されたニッケル回収用母液を形成する中和工程と、及びそのニッケル回収用母液に硫化水素ガスを供給し、ニッケル・コバルト混合硫化物と貧液を形成する硫化工程とを含む製錬方法が行われている（例えば、特許文献1参照）。

[0004] この製錬方法では、浸出工程において、一般的に、鉱石スラリー中のニッケルやコバルトの90%以上が浸出される。そして、浸出液が分離された後に、中和法により浸出液中の不純物が分離除去され、ニッケル品位が55～60%、コバルト品位が3～6%程度であるニッケル・コバルト混合硫化物が得られ、ニッケル・コバルト製錬における中間原料として用いられる。

- [0005] ところで、上述した製錬処理等において用いられるニッケル酸化鉱石等の原料鉱石は、通常、鉱石処理に付されて製錬処理へ装入するために調製されて鉱石スラリーとなり、そしてその鉱石スラリーのかたちで浸出処理等において用いられる。
- [0006] この原料鉱石の鉱石処理としては、具体的に、原料鉱石に対して解砕処理及び多段階からなる分級（篩分け）処理を施す解砕・分級段階と、鉱石成分を濃縮する鉱石スラリー濃縮段階とに大別される。
- [0007] まず、解砕・分級段階では、湿式設備による原料鉱石の解砕処理と、オーバーサイズの鉱石粒子や混入物の除去する分級処理が行われ、アンダーサイズの鉱石粒子からなる粗鉱石スラリーが製造される（例えば、特許文献2参照）。
- [0008] そして、ここで産出された粗鉱石スラリーには、過剰の水分が含まれているため、次の鉱石スラリー濃縮段階で、過剰に含まれた水分の除去が行われる（例えば、特許文献3参照）。この水分除去により、同じ移送量あたりの鉱石スラリーに含まれる鉱石成分が増加するため、プラント全体の操業効率を向上させるのに有効となる。
- [0009] しかしながら、上述したような従来の鉱石処理では、投入される原料鉱石の粒度の変動や解砕処理における解砕度合い等により、微細な鉱石粒子が形成させる場合があり、その結果、得られる鉱石スラリーの粘度が高くなり過ぎる場合がある。
- [0010] より詳しく説明すると、解砕処理と多段階からなる分級（篩分け）処理によって、所定の粒度に調整される際に、微細な鉱石粒子が形成され、分級回収したアンダーサイズの鉱石粒子の粒度が小さいものにシフトする場合がある。このような場合、解砕・分級工程を経ても、微細な鉱石粒子を除去する工程がないため、粒度の小さな鉱石スラリーが得られることになる。このような鉱石スラリーの場合、鉱石スラリーの粘度が高くなってしまうことが知られている。
- [0011] なお、操業現場においては、鉱石スラリーの粘度を表す場合、代替指標と

して降伏応力の値（単位はPa）を使用するのが一般的である。その理由としては、降伏応力の方が簡易に測定できること、また、鉱石スラリーの粘度が高くなれば降伏応力の値も大きくなり、逆に粘度が低くなれば降伏応力の値も小さくなるので、誤認し難いこと等である。このため、以下では、鉱石スラリーの降伏応力を、鉱石スラリーの粘度を表すものとして使用する場合がある。

[0012] 一方、鉱石スラリーを浸出工程等の金属製錬処理に移送するための移送用ポンプの能力は、鉱石スラリーの降伏応力が200Pa以下であるものが一般的であり、設備価格も妥当で、構造も比較的単純である。

[0013] したがって、上述のようにして鉱石スラリーの降伏応力が高くなり、例えば200Paを超えてしまうような場合には、一般的なスラリー移送用のポンプでは移送することができなくなるという問題がある。そのような場合、プラントを一時的に停止させる事態を招き、操業効率が著しく低下してしまう。

[0014] このような鉱石スラリーの粘度上昇に対しては、移送する前に剪断力を数回掛けることによって粘度を低下させる効果（Shear Thinning効果）を利用した「剪断ポンプ」を用いることが考えられるが、設備価格が高価で、設備構造も複雑であり、導入や保守のコストが高くなるので好ましくない。

[0015] また、そのような粘度の高い鉱石スラリーを、例えばHPAL法を利用した浸出処理に移送する場合、上述した剪断ポンプを用いることで鉱石スラリーを移送することはできても、浸出処理の最初の段階で、熱交換器により高温の水蒸気と熱交換して高温条件とする際に、熱交換の効率を低下させてしまう。これは、鉱石スラリーの降伏応力が、例えば200Paを超える程に高くなると、熱交換器に装入された最初の段階で、その壁面や部材に鉱石スラリーが付着し、流動せずに固着し、ひどい場合は装置の閉塞を招くためである。

[0016] 一方、例えば、投入される鉱石の粒度が小さくなりすぎるのを避けるために、解砕・分級工程の最終段として、微細な鉱石粒子を除去するための工程

を新たに設けることも容易に思いつくが、設備導入のコストが必要となる。

また、解砕・分級工程でリジェクトされる鉱石量が増加することになり、資源を有効に利用することができないという問題がある。

[0017] また、粘度調製方法として、例えば特許文献4に記載のように、粘度が不明である泥水について所定の粘度を発揮させるために加水量を調整する方法等があるが、この技術は、建設分野におけるシールド工法、杭工法、流動化処理工法、及び地中連続壁工法等に用いる泥水の粘度の調整方法に関するものであって、脱水後の鉱石スラリーの粘度調整方法としては適用が困難である。

先行技術文献

特許文献

[0018] 特許文献1：特開2005-350766号公報

特許文献2：特開2009-173967号公報

特許文献3：特開平11-124640号公報

特許文献4：特開2009-270300号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0019] 本発明は、このような実情に鑑みて提案されたものであり、鉱石スラリーの粘度上昇を抑制して移送不良を生じさせない鉱石スラリーを製造することができる鉱石スラリーの製造方法及びこれを利用した金属製錬方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0020] 本発明者らは、上述した目的を達成するために鋭意検討を重ねた結果、原料鉱石から鉱石スラリーを製造する鉱石スラリーの製造方法において、解砕・分級段階で除去されたオーバーサイズ粒子の一部を、鉱石スラリー濃縮段階に装入添加することによって、鉱石スラリーの粘度上昇を抑制できることを見出し、本発明を完成させた。

- [0021] すなわち、本発明に係る鉱石スラリーの製造方法は、原料鉱石から鉱石スラリーを製造する鉱石スラリーの製造方法であって、上記原料鉱石を解砕し、所定の分級点で分級してオーバーサイズの鉱石粒子を除去し、アンダーサイズの鉱石粒子からなる粗鉱石スラリーを得る解砕・分級工程と、上記解砕・分級工程にて得られた粗鉱石スラリーの粒度を測定する粒度測定工程と、上記粗鉱石スラリーを固液分離装置に装入し、該粗鉱石スラリーに含まれる水分を分離除去して鉱石成分を濃縮する鉱石スラリー濃縮工程とを有し、上記粒度測定工程にて測定された粒度が所定値を下回った場合に、上記解砕・分級工程にて除去された上記オーバーサイズの鉱石粒子の一部を、上記鉱石スラリー濃縮工程における固液分離装置に装入添加することを特徴とする。
- [0022] 上記粒径の所定値としては、製造される鉱石スラリーの粘度上昇により該鉱石スラリーの移送不良が生じる粒度であることが好ましく、上記鉱石スラリーの降伏応力が200Paを超える粒度であることが好ましい。また、より具体的には、その粒度の所定値は、20 μ mであることが好ましい。
- [0023] また、上記オーバーサイズの鉱石粒子を上記鉱石スラリー濃縮工程における固液分離装置に装入添加する際に、該オーバーサイズの鉱石粒子の粒径を20～100 μ mに調製して添加することが好ましい。
- [0024] また、上記オーバーサイズの鉱石粒子を、上記固液分離装置に装入される全鉱石粒子のうちの1～30重量%となるように添加することが好ましい。
- [0025] 上記原料鉱石としては、ニッケル酸化鉱石を用いることができる。そして、上記鉱石スラリーは、硫酸を用いた高温加圧浸出法によって、該鉱石スラリーからニッケル及びコバルトを回収する処理に用いることができる。
- [0026] また、本発明に係る金属製錬方法は、原料鉱石から該原料鉱石に含まれる金属を回収する金属製錬方法において、上記原料鉱石を解砕し、所定の分級点で分級してオーバーサイズの鉱石粒子を除去し、アンダーサイズの鉱石粒子からなる粗鉱石スラリーを得る解砕・分級工程と、上記解砕・分級工程にて得られた粗鉱石スラリーの粒度を測定する粒度測定工程と、上記粗鉱石スラリーを固液分離装置に装入し、該粗鉱石スラリーに含まれる水分を分離除

去して鉱石成分を濃縮する鉱石スラリー濃縮工程とを有する鉱石スラリー製造工程を含み、上記粒度測定工程にて測定された粒径が所定値を下回った場合に、上記解砕・分級工程にて除去された上記オーバーサイズの鉱石粒子の一部を、上記鉱石スラリー濃縮工程における固液分離装置に装入添加することを特徴とする。

[0027] 上記原料鉱石としては、ニッケル酸化鉱石を用いることができ、ニッケル酸化鉱石からニッケル及びコバルトを回収する方法に適用することができる。そしてまた、上記鉱石スラリー製造工程にて製造された鉱石スラリーを、硫酸に添加して高温高压下で浸出し、ニッケル及びコバルトを含む浸出液を得る方法に用いることができる。

発明の効果

[0028] 本発明によれば、鉱石スラリーの粘度上昇を抑制して次工程への移送不良等を生じさせることのない鉱石スラリーを製造することができる。そして、このような鉱石スラリーによれば、新規な設備等を導入することなく、金属製錬処理等に効率的に移送することができ、効率的な操業を行うことを可能にする。

図面の簡単な説明

[0029] [図1]図1は、鉱石スラリーの製造方法の工程図である。

[図2]図2は、鉱石スラリーの製造フローを示すフローチャートである。

[図3]図3は、ニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法の工程図である。

発明を実施するための形態

[0030] 以下、本発明の具体的な実施形態（以下、本実施の形態という。）について、図面を参照しながら以下の順序で詳細に説明する。なお、本発明は、以下の実施の形態に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲で種々の変更が可能である。

1. 鉱石スラリーの製造方法

1-1. 概要

1-2. 各工程について

1 - 3. 製造フローについて

2. 金属製錬方法（ニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法）

3. 実施例

[0031] <1. 鉱石スラリーの製造方法>

<1 - 1. 概要>

本実施の形態に係る鉱石スラリーの製造方法は、原料鉱石から、例えばニッケルやコバルト等の金属を回収する金属製錬処理等の際に用いる鉱石スラリーを製造する方法である。

[0032] 具体的に、本実施の形態に係る鉱石スラリーの製造方法は、図1に示すように、原料鉱石を解砕し、所定の分級点で分級してオーバーサイズの鉱石粒子を除去し、アンダーサイズの鉱石粒子からなる粗鉱石スラリーを得る解砕・分級工程S1と、解砕・分級工程S1にて得られた粗鉱石スラリーの粒度を測定する粒度測定工程S2と、粗鉱石スラリーを固液分離装置に装入し、粗鉱石スラリーに含まれる水分を分離除去して鉱石成分を濃縮する鉱石スラリー濃縮工程S3とを有する。

[0033] そして、本実施の形態に係る鉱石スラリーの製造方法では、粒度測定工程S2にて測定された粗鉱石スラリーに粒度が所定値を下回った場合に、解砕・分級工程S1にて除去されたオーバーサイズの鉱石粒子の一部を、鉱石スラリー濃縮工程S3における固液分離装置に装入添加することを特徴とする。

[0034] ここで、従来の鉱石スラリーの製造プロセスにおいては、原料鉱石を解砕し、所定の分級点で分級してオーバーサイズの鉱石粒子を除去した後、アンダーサイズの鉱石スラリーのみをそのままシックナー等の固液分離装置に装入添加して鉱石スラリーを得ていた。しかしながら、この従来の方法では、原料鉱石の粒度変動や解砕処理の度合い等により、微細な鉱石粒子が形成され、分級して得られたアンダーサイズの鉱石粒子の粒度が過度に小さい方向に変動してしまうことがあった。

[0035] このような微細な鉱石粒子から得られる鉱石スラリーは、そのスラリー粘

度が上昇してしまう。これは、粒度の小さい鉱石粒子からなる鉱石スラリーでは、微細な鉱石粒子同士が所定の凝集力によって凝集し、その凝集した粒子間に水分が取り込まれるようになり、スラリー中の見かけの溶媒量が減少し、その結果として鉱石スラリー粘度を上昇させるものと考えられる。

[0036] このようにして鉱石スラリーのスラリー粘度が上昇すると、例えば金属製鍊処理プロセスに鉱石スラリーを移送する際、通常の移送ポンプでは効果的に移送することができず、配管にスラリーが付着する等の障害をもたらすことになる。金属製鍊処理において、このような鉱石スラリーの移送不良が生じると、配管に付着したスラリーを除去するために操業を一時的に停止させなければならない、著しく操業効率を低下させる。

[0037] そこで、本実施の形態に係る鉱石スラリーの製造方法では、上述のように、解砕・分級工程S1にて分級されたアンダーサイズの鉱石粒子からなる粗鉱石スラリーの粒度を測定し、その粒度が所定値を下回った場合に、除去されたオーバーサイズの鉱石粒子の一部を、アンダーサイズの鉱石粒子と共に固液分離装置に装入添加して鉱石を濃縮するようにしている。これにより、解砕処理や原料鉱石の粒度変動等によって微細な鉱石粒子が生じたとしても、その微細な粒子の一部が比較的大きな粒子に、いわば置き換わるようになるので、鉱石スラリーの粘度上昇を抑制することができる。

[0038] このことは、つまり、オーバーサイズの鉱石粒子の一部をアンダーサイズの鉱石粒子からなる粗鉱石スラリーに添加することにより、微細な鉱石粒子同士の物理的な凝集を阻害するようになる。そして、これにより、粒子間に水分が保持されることが抑制され、結果として濃縮後のスラリー粘度が低下するためと考えられる。

[0039] そして、このようにして鉱石スラリーの粘度上昇が抑制できることにより、鉱石スラリーの移送不良を効果的に防止することができ、新規な設備等を設けることなく、例えば金属製鍊等に係る処理に効率的に用いることができる。

[0040] 以下では、より具体的に、本実施の形態に係る鉱石スラリーの製造方法の

各工程、並びに、製造フローについて説明する。

[0041] <1-2. 各工程について>

(解砕・分級工程)

先ず、解砕・分級工程S1では、原料鉱石を解砕し、所定の分級点で分級してオーバーサイズの鉱石粒子を除去し、アンダーサイズの鉱石粒子からなる粗鉱石スラリーを得る。この解砕・分級工程S1では、例えば小石や木の根等を原料鉱石中から除去するとともに、凝集して塊状となっている原料鉱石を解砕し、所定の分級点で分級する。

[0042] 原料鉱石としては、金属を含有する鉱石であれば何れの鉱石であっても適用することができる。具体的には、例えば、ニッケルやコバルトを含有するニッケル酸化鉱石や、銅を含有した酸化銅鉱石等が挙げられる。

[0043] 例えば、ニッケル酸化鉱石としては、主としてリモナイト鉱及びサプロライト鉱等のいわゆるラテライト鉱が挙げられる。ラテライト鉱のニッケル含有量は、通常、0.8～2.5重量%であり、水酸化物又はケイ苦土（ケイ酸マグネシウム）鉱物として含有される。また、鉄の含有量は、10～50重量%であり、主として3価の水酸化物（ゲーサイト）の形態であるが、一部2価の鉄がケイ苦土鉱物に含有される。また、ラテライト鉱のほかに、ニッケル、コバルト、マンガン、銅等の有価金属を含有する酸化鉱石、例えば深海底に賦存するマンガン瘤等が用いられる。

[0044] 原料鉱石の解砕方法としては、特に限定されるものではなく、一般的なボールミルや、ロッドミル、AGミル等の解砕機を用いて解砕することができる。また、その解砕機の大きさや解砕媒体の大きさ等についても特に限定されず、例えば解砕対象となる原料鉱石の粒度や硬度等の分布についての予備試験を行って適宜選定すればよい。

[0045] また、解砕した原料鉱石の分級方法についても、所望とする粒径に基づいて鉱石を分級できるものであれば特に限定されず、例えば、一般的なグリズリーや振動ふるい等を用いた篩分けによって行うことができる。

[0046] また、原料鉱石の分級処理に際しての分級点についても、特に限定されず

、所望とする粒径値以下の鉱石粒子からなる鉱石スラリーを製造するための分級点を適宜設定することができる。

[0047] 具体的には、例えば分級点を 1.4 mm 程度とし、1.4 mm の目開きの篩を用いて篩分けすることによって分級処理することができる。このようにして分級処理を行うことによって、篩上の残存した粒径が 1.4 mm より大きな鉱石粒子、すなわちオーバーサイズの鉱石粒子を小石や木の根等と共に除去する。なお、除去したオーバーサイズの鉱石粒子は、別途回収しておき、必要に応じて、後段の鉱石スラリー濃縮工程 S 3 における固液分離装置に装入添加する。詳しくは後述する。

[0048] 一方で、篩の目開きを通過した篩下（網下）の鉱石粒子は、1.4 mm 以下の粒径を有する小さな鉱石粒子、すなわちアンダーサイズの鉱石粒子である。このアンダーサイズの鉱石粒子は、この解砕・分級工程 S 1 にて回収して粗鉱石スラリーとし、次工程に送る。

[0049] （粒度測定工程）

次に、粒度測定工程 S 2 では、解砕・分級工程 S 1 にて得られた粗鉱石スラリーの粘度を測定する。すなわち、解砕・分級工程 S 1 にて所定の分級点で分級されたアンダーサイズの鉱石粒子の粒度を測定する。

[0050] 具体的に、鉱石スラリーの粒度測定は、所定量の粗鉱石スラリーをサンプリングし、例えばマイクロトラック粒度測定装置等を用いてサンプリングした粗鉱石スラリーの体積平均径（mv 値）を測定する。

[0051] そして、粒度測定工程 S 2 では、粒度測定した粗鉱石スラリーの粒度が、所定値を下回るか否かを判断する。ここで、その粒度の所定値としては、使用する原料鉱石によっても異なるが、製造される鉱石スラリーの粘度が上昇して、その鉱石スラリーを移送ポンプ等を用いて次工程に移送する際に移送不良が生じ始める粒度とする。

[0052] 上述したように、解砕・分級工程 S 1 における処理では、原料鉱石の粒度変動や解砕処理によって鉱石粒子の一部が微細となり、所定の分級点で分級されたアンダーサイズの鉱石粒子からなる粗鉱石スラリーの粒度が小さい方

向にシフトする場合がある。このようにして粒度が小さい方向にシフトしていくと、鉱石スラリーの粘度は次第に上昇していき、結果として鉱石スラリーの移送不良等を生じさせる。このことから、この粒度測定工程 S 2 においては、まず、解砕・分級工程 S 1 を経て得られた粗鉱石スラリーの粒度を測定し、その粗鉱石スラリーから得られる鉱石スラリーの粘度が上昇して、移送不良が生じる粒度を下回るか否かを判断する。

[0053] より具体的に、鉱石スラリーの粘度が上昇して移送不良が生じ始める粒度としては、得られる鉱石スラリーの降伏応力が 200 Pa を超えるようになる粒度とすることが好ましい。鉱石スラリーを用いた金属精錬処理において一般的に使用されている移送ポンプでは、鉱石スラリーの降伏応力が約 200 Pa を超えると移送不良が生じて移送することができなくなる。このようにして移送不良が生じた場合には、プラントを一時的に停止させなければならない事態が生じ、著しく操業効率が低下する。したがって、詳しくは後述するが、粒度測定した粗鉱石スラリーの粒度が 200 Pa を超えるようになる粒度を指標として、その指標の粒度を下回るか否かを判断することにより、鉱石スラリーの粘度上昇を抑え、移送不良等の発生を防止することができる。

[0054] また、鉱石スラリーの粒度条件として、用いる原料鉱石の種類によっても僅かに異なるが、鉱石スラリーの粒径が 20 μm 未満の場合において鉱石スラリーの降伏応力が 200 Pa を超えるようになる。このことから、鉱石スラリーの粒度の所定値を 20 μm とすることができ、20 μm を下回るか（20 μm 未満か）否かで判断してもよい。

[0055] （鉱石スラリー濃縮工程）

鉱石スラリー濃縮工程 S 3 では、分級して得られたアンダーサイズの鉱石粒子を含む粗鉱石スラリーを固液分離装置に装入し、その粗鉱石スラリー中に含まれる水分を分離除去して鉱石成分を濃縮し、鉱石スラリーを得る。

[0056] 具体的に、鉱石スラリー濃縮工程 S 3 では、例えばシックナー等の固液分離装置に粗鉱石スラリーを装入し、固形成分を沈降させて装置の下部から取

り出し、一方で上澄みとなった水分を装置の上部からオーバーフローさせる固液分離を行う。この固液分離処理により、粗鉱石スラリー中の水分を低減させ、スラリー中の鉱石成分を濃縮させることによって、例えば固形分濃度として40重量%程度の鉱石スラリーを得る。

[0057] 鉱石スラリー濃縮工程S3では、必要に応じて、粗鉱石スラリーを固液分離装置に装入する際に、凝集剤を添加することができる。このようにして凝集剤を添加することによって、粗鉱石スラリー中の固形分の凝集を促し、沈降を促進させることができる。添加する凝集剤としては、例えば高分子系の凝集剤を用いることができ、様々な分子量の種類のものを用いることができる。また、凝集剤は、適切に希釈され、粗鉱石スラリーと混合して十分に接触させることによって効果が発現する。そのため、粗鉱石スラリーと十分に接触させるために、例えばシックナーのフィードウエル部分で粗鉱石スラリー流中に希釈後の凝集剤を添加することが好ましい。

[0058] ここで、本実施の形態に係る鉱石スラリーの製造方法では、この鉱石スラリー濃縮工程S3において、粒度測定工程S2で測定した粗鉱石スラリーの粒度が上述した所定値を下回った場合に、解砕・分級工程S1にて除去されたオーバーサイズの鉱石粒子の一部を、粗鉱石スラリーと共に固液分離装置に装入添加する。

[0059] このようにして、解砕・分級工程S1にて分級されたアンダーサイズの鉱石粒子からなる粗鉱石スラリーの粒度が所定値を下回った場合に、除去されたオーバーサイズの鉱石粒子の一部を固液分離装置に装入添加することにより、得られた鉱石スラリーの粘度上昇を抑制することができる。

[0060] つまり、粗鉱石スラリーを構成する鉱石粒子が解砕処理によって微細な粒子となり、その粒度が小さい方向にシフトしている場合でも、除去されたオーバーサイズの鉱石粒子の一部を粗鉱石スラリーと共に装入添加することにより、濃縮される鉱石スラリーの一部が粒径の大きな粒子となる。そのため、処理される全体の鉱石粒子の粒度が大きくなり、それにより、鉱石スラリーの粘度上昇を抑制することができる。そして、このように粘度上昇を抑制

できることにより、鉱石スラリーの移送不良を効果的に防止して、例えば金属製鍊等に係る処理に効率的に移送することができる。

[0061] 装入添加するオーバーサイズの鉱石粒子の大きさは、特に限定されないが、 $20 \sim 100 \mu\text{m}$ 程度に粒径調整したものを添加することが好ましい。鉱石粒子の粒径が $20 \mu\text{m}$ 未満では、鉱石スラリーの粘度上昇を抑制する効果が十分に得られない可能性がある。一方で、鉱石粒子の粒径が $100 \mu\text{m}$ より大きいと、粘度上昇を抑制する効果は十分に奏し得るものの、得られる鉱石スラリーの粒径サイズのばらつきが大きくなり、またその比表面積が小さくなる。これにより、金属製鍊等の材料として用いられる鉱石スラリーの反応性、例えば有価金属の浸出効率等を悪くする可能性がある。したがって、オーバーサイズの鉱石粒子を $20 \sim 100 \mu\text{m}$ 程度に粒径調整したものを添加することにより、より効果的に鉱石スラリーの粘度上昇を抑制することができるとともに、得られた鉱石スラリーの反応性の低下を抑制し、効果的な製鍊処理等を行うことができる。

[0062] オーバーサイズの鉱石粒子の粒径を調製する場合、その粒径調整方法としては特に限定されず、例えば、上述した解砕処理において用いたような、一般的なボールミルや、ロッドミル、AGミル等の解砕機を用いて調製することができる。また、調製した鉱石粒子の粒度測定は、例えば、マイクロトラック粒度測定装置等を用いて測定することができる。

[0063] また、オーバーサイズの鉱石粒子の添加量は、特に限定されるものではないが、固液分離装置に装入される全鉱石粒子、すなわち粗鉱石スラリー中の鉱石粒子と添加するオーバーサイズの鉱石粒子とを合わせた全鉱石粒子に対して $1 \sim 30$ 重量%の割合となるように添加することが好ましい。鉱石粒子の添加量が全鉱石粒に対して 1 重量%未満となる場合では、大きな粒子の存在比率が低過ぎて鉱石スラリーの粘度上昇を抑制する効果が十分に得られない可能性がある。一方で、鉱石粒子の添加量が全鉱石粒子に対して 30 重量%を超えるような場合には、鉱石スラリーの反応性を悪くする可能性がある。したがって、オーバーサイズの鉱石粒子を全鉱石粒子に対して $1 \sim 30$ 重

量%の割合で添加することにより、より効果的に鉱石スラリーの粘度上昇を抑制することができるとともに、得られた鉱石スラリーの反応性の低下を抑制し、効果的な製錬処理等を行うことができる。

[0064] 以上のように、本実施の形態に係る鉱石スラリーの製造方法では、解砕・分級工程 S 1 にて分級されたアンダーサイズの鉱石粒子からなる粗鉱石スラリーの粒度を測定する。そして、測定した粗鉱石スラリーの粒度が所定値を下回った場合には、解砕・分級工程 S 1 にて除去されたオーバーサイズの鉱石粒子の一部を、粗鉱石スラリーと共に固液分離装置に装入添加することによって鉱石スラリーを製造する。

[0065] これにより、解砕処理によって微細な粒子が発生したとしても、微細な粒子同士の凝集が阻害されて、鉱石スラリーの粘度上昇を抑制することができる。そして、このように粘度上昇を抑制できることにより、鉱石スラリーの移送不良を効果的に防止することができ、新規な設備等を設けることなく、例えば金属製錬等に係る処理に効率的に用いることができる。

[0066] なお、鉱石スラリーの粘度を測定する方法としては、特に限定されるものではなく、例えばレオメーター等を用いて行うことができる。また、鉱石スラリーの粘度は、スランプ試験による降伏応力として算出することもできる。

[0067] スランプ試験は、鉱石スラリーを取り扱う実操業の現場では良く知られた方法であり、コンクリートのスランプ試験方法（J I S A 1101）に類似した方法である。スランプ試験は、円筒形パイプにスラリーを充填し、水平面に直立させ、パイプだけを静かに上方に抜き取ると、スラリーの柱は自重によって底部が広がり高さが低くなることを利用して測定される。すなわち、円筒形パイプの高さ（≡パイプ抜き取り直後のスラリー柱の高さ）を H_0 とし、その後自重によって変形した後のスラリーの高さを H_1 とし、その変化率を S とすると、 S は次の式（1）で表され、そして、スラリーの密度 γ [g/L] を下記式（2）に代入することによって、降伏応力 [Pa] を求めることができる。

$$S = (H_0 - H_1) / H_0 \cdots (1)$$

$$\text{降伏応力 [Pa]} = 0.5 \times (1 - S^{0.5}) \times \gamma \times 0.98 \times H_0 \cdots (2)$$

[0068] <1-3. 製造フローについて>

次に、本実施の形態に係る鉱石スラリーの製造フローについて、図2に示すフローチャートに基づいて説明する。なお、この製造フローにおいて説明する鉱石粒子の粒径や添加量、また使用する装置等は、一例を示すものであって、これに限定されるものではないことは勿論である。

[0069] 先ず、ステップS11において、例えばニッケル酸化鉱石等の原料鉱石を、一般的な解砕機を用いて解砕し、例えば1.4mmの目開きの篩を用いて篩分けして分級する。

[0070] 次に、ステップS12において、ステップS11にて分級して得られたアンダーサイズの鉱石粒子を回収し、粗鉱石スラリーとする。一方で、分級されたオーバーサイズの鉱石粒子は、例えばニッケル等の金属含有量が少ない鉱石粒子であるため除去され、別途回収される。

[0071] ステップS13においては、アンダーサイズの鉱石粒子からなる粗鉱石スラリーの粒度を測定する。粒度測定は、例えばマイクロトラック粒度測定装置等を用いて行い、体積平均径(mv)等を算出する。

[0072] そして、ステップS14においては、ステップS13にて測定された粗鉱石スラリーの粒度が、所定値を下回るか否かを判断する。その所定値としては、粒度測定した粗鉱石スラリーから得られる鉱石スラリーの粘度が上昇してその鉱石スラリーの移送不良が生じる粒度、例えば、鉱石スラリーの降伏応力が200Paを超える粒度とする。なお、鉱石スラリーの降伏応力が200Paを超える粒度条件は20μm未満であることから、鉱石スラリーの粒度が20μmを下回るか(20μm未満か)否かで判断するようにしてもよい。

[0073] このステップS14において、粗鉱石スラリーの粒度が所定値を下回らない場合(Noの場合)には、ステップS15に進み、測定した粗鉱石スラリ

一の粒度が所定値を下回る場合（Y e sの場合）には、ステップS 1 6に進む。

[0074] 先ず、ステップS 1 4にて粗鉱石スラリーの粒度が所定値を下回らない（N o）と判断した場合には、ステップS 1 5において、粗鉱石スラリーの全量をシックナー等の固液分離装置に装入添加し、ステップS 1 8における鉱石成分の濃縮処理に備える。

[0075] 一方で、ステップS 1 4にて粗鉱石スラリーの粒度が所定値を下回る（Y e s）と判断した場合には、ステップS 1 6において、ステップS 1 2にて除去回収したオーバーサイズの鉱石粒子を例えば20～100 μ mの粒子となるように調整する。この粒径調整は、ステップS 1 1における解砕処理と同様にして一般的な解砕機を用いて行うことができる。そして、ステップS 1 6では、適宜、粒径調整して得られた鉱石粒子の粒度を測定し、所望とする粒径に調製されているか否かを確認する。そして、次にステップS 1 7に進む。

[0076] ステップS 1 7では、ステップS 1 6にて粒径調整した鉱石粒子（オーバーサイズの鉱石粒子）を固液分離装置に装入添加する。このとき、オーバーサイズの鉱石粒子の添加量は、例えば、固液分離装置に装入する全鉱石粒子、すなわちステップS 1 5にて添加する粗鉱石スラリー中の鉱石粒子とこのステップS 1 7にて添加するオーバーサイズの鉱石粒子とを合わせた全鉱石粒子に対して、1～30重量%の割合となるように添加する。

[0077] そして、ステップS 1 8において、ステップS 1 5において準備され固液分離装置内に装入された粗鉱石スラリー、又は、オーバーサイズの鉱石粒子を一部に含む粗鉱石スラリーを濃縮処理する。濃縮処理は、粗鉱石スラリーに含まれる水分を分離除去して鉱石成分を濃縮する。そして、この濃縮処理を経て、鉱石スラリーが得られる。

[0078] 以上のように、本実施の形態に係る鉱石スラリーの製造フローにおいては、原料鉱石を解砕し分級して得られた、アンダーサイズの鉱石粒子からなる粗鉱石スラリーの粒度を測定し、その鉱石粒子の粒径が所定値を下回るか否

かを判断するようにしている。そして、その測定した粗鉱石スラリーの粒度が所定値を下回らない場合には、そのまま粗鉱石スラリーを固液分離装置に装入し、鉱石成分を濃縮して鉱石スラリーとする。一方で、測定した粗鉱石スラリーの粒度が所定値を下回った場合には、原料鉱石の解砕・分級処理で除去されたオーバーサイズの鉱石粒子の一部を、粗鉱石スラリーと共に固液分離装置に装入添加して濃縮処理を行うようにしている。

[0079] このようにして鉱石スラリーを製造することによって、鉱石スラリーが微細な鉱石粒子からなることによってそのスラリー粘度が上昇してしまうことを抑制でき、移送ポンプを介した鉱石スラリーの移送に際して、移送不良の発生を防止することができる。

[0080] ところで、上述した鉱石スラリーの製造方法は、例えば、原料鉱石から有価金属を回収する金属製錬方法において用いられる鉱石スラリーの製造に好適に用いることができるが、特に、硫酸による高温加圧酸浸出法（HPAL法）を適用した金属湿式製錬方法において用いられる鉱石スラリーの製造に特に有効となる。

[0081] HPAL法は、ニッケル及びコバルトを含有するニッケル酸化鉱石から、ニッケル及びコバルトを回収する湿式製錬方法として利用されているものであり、ニッケル酸化鉱石から得られた鉱石スラリーに硫酸を添加し、高温高圧下で浸出し、ニッケル及びコバルトを含む浸出液を得るものである。このHPAL法では、浸出処理の初期段階において、熱交換器により高温の水蒸気を高温に変換することによって、高温条件とされる。

[0082] このとき、浸出に用いる鉱石スラリーの降伏応力が高く、例えば200Paを超えるような場合には、移送された鉱石スラリーが熱交換器に装入された初期の段階で、熱交換器の壁面や部材に付着して流動せずに固着してしまい、装置の閉塞を招いて熱交換効率を著しく低下させる。このようになると、所望とする高温条件にまで温度を高めることが困難となり、結果としてニッケル及びコバルトの浸出効率を低下させることになる。

[0083] しかしながら、上述したように、本実施の形態に係る鉱石スラリーの製造

方法を適用することにより、スラリー粘度の上昇が抑制された鉱石スラリーを製造することができるので、その鉱石スラリーを用いてH P A L法を行うことにより、浸出処理への移送不良を防止するとともに浸出処理における熱交換効率の低下を防止して、効率的かつ効果的な浸出を行うことができる。

[0084] < 2. 金属製錬方法（ニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法） >

そこで、次に、上述した鉱石スラリーの製造方法により製造した鉱石スラリーを用い、H P A L法によりニッケル酸化鉱石からニッケル及びコバルトを回収する湿式製錬方法について説明する。

[0085] 図3に、ニッケル酸化鉱石の高温加圧酸浸出法による湿式製錬方法の工程図の一例を示す。図3に示すように、ニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法は、ニッケル酸化鉱石を解砕・分級し、鉱石成分を濃縮して鉱石スラリーを製造する鉱石スラリー製造工程S 2 1と、得られた鉱石スラリーからニッケル及びコバルトを浸出する浸出工程S 2 2と、得られた浸出スラリーから浸出液と浸出残渣とに固液分離する固液分離工程S 2 3と、浸出液を中和しニッケル回収用の母液と中和澱物スラリーとに分離する中和工程S 2 4と、母液である硫酸に硫化水素ガスを吹き込んで硫化反応を行いニッケルを含む硫化物と貧液とを得る硫化工程S 2 5とを有する。以下、各工程についてより具体的に説明する。

[0086] （鉱石スラリー製造工程）

鉱石スラリー製造工程S 2 1では、先ず、原料鉱石であるニッケル酸化鉱石を解砕し、所定の分級点で分級し、分級して得られたアンダーサイズの鉱石粒子からなる粗鉱石スラリーを製造する。そして、得られた粗鉱石スラリーから固液分離処理により水分を除去して鉱石成分を濃縮することによって、鉱石スラリーを製造する。

[0087] より具体的に、本実施の形態に係る金属製錬方法における鉱石スラリー製造工程S 2 1は、原料鉱石を解砕し、所定の分級点で分級してオーバーサイズの鉱石粒子を除去し、アンダーサイズの鉱石粒子からなる粗鉱石スラリーを得る解砕・分級工程と、解砕・分級工程にて得られた粗鉱石スラリーの粒

度を測定する粒度測定工程と、粗鉱石スラリーを固液分離装置に装入し、粗鉱石スラリーに含まれる水分を分離除去して鉱石成分を濃縮する鉱石スラリー濃縮工程とを有する。

[0088] そして、この鉱石スラリー製造工程 S 2 1 では、粒度測定工程にて測定された粗鉱石スラリーの粒度が所定値を下回った場合に、解砕・分級工程にて除去されたオーバーサイズの鉱石粒子の一部を、鉱石スラリー濃縮工程における固液分離装置に装入添加する。

[0089] このような鉱石スラリーの製造工程 S 2 1 によれば、スラリー粘度の上昇を抑制した鉱石スラリーを製造することができ、一般的な移送ポンプ等を用いて、移送不良等を生じさせることなく、次工程の浸出工程に効率的に移送することができる。

[0090] 鉱石スラリー製造工程 S 2 1 にて製造する鉱石スラリーの濃度としては、特に限定されるものではないが、15～45重量%になるように調製することが好ましい。

[0091] (浸出工程)

浸出工程 S 2 2 では、鉱石スラリー製造工程 S 2 1 にて得られた鉱石スラリーに硫酸を添加し、220～280℃の温度下で攪拌処理して、浸出液と浸出残渣とからなる浸出スラリーを形成する。浸出工程 S 2 2 では、例えば高温加圧容器（オートクレーブ）が用いられる。

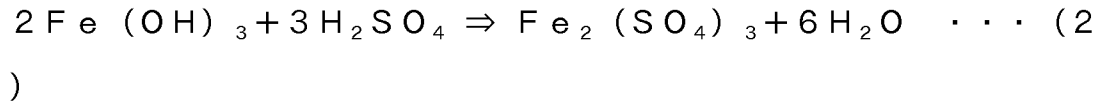
[0092] 具体的に、浸出工程 S 2 2 においては、下記の式（1）～（5）で表される浸出反応と高温熱加水分解反応が生じ、ニッケル、コバルト等の硫酸塩としての浸出と、浸出された硫酸鉄のヘマタイトとしての固定化が行われる。ただし、鉄イオンの固定化は完全には進行しないため、通常、得られる浸出スラリーの液部分には、ニッケル、コバルト等の他に2価と3価の鉄イオンが含まれる。

[0093] ・浸出反応

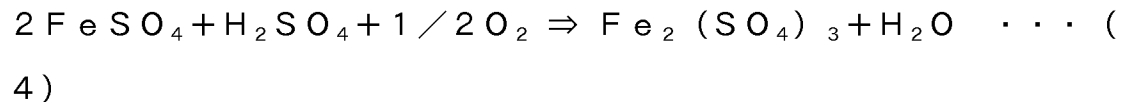


（なお、式中Mは、Ni、Co、Fe、Zn、Cu、Mg、Cr、Mn等

を表す。)



・高温熱加水分解反応



[0094] 浸出工程 S 2 2 における硫酸の添加量は、特に限定されるものではなく、鉱石中の鉄が浸出されるような過剰量がいられる。例えば、鉱石 1 トン当たり 300～400 kg とする。鉱石 1 トン当りの硫酸添加量が 400 kg を超えると、硫酸コストが大きくなり好ましくない。

[0095] (固液分離工程)

固液分離工程 S 2 3 では、浸出工程 S 2 2 で形成される浸出スラリーを多段洗浄して、ニッケル及びコバルトを含む浸出液と浸出残渣とを得る。

[0096] 固液分離工程 S 2 3 における多段洗浄方法としては、特に限定されるものではないが、ニッケルを含まない洗浄液で向流に接触させる連続交流洗浄法 (CCD 法: Counter Current Decantation) を用いることが好ましい。これによって、系内に新たに導入する洗浄液を削減できるとともに、ニッケル及びコバルトの回収率を 95% 以上とすることができる。

[0097] (中和工程)

中和工程 S 2 4 では、固液分離工程 S 2 3 にて分離された浸出液の酸化を抑制しながら、その浸出液の pH が 4 以下となるように炭酸カルシウムを添加し、ニッケル回収用の母液と 3 価の鉄を含む中和澱物スラリーとを形成する。中和工程 S 1 4 では、このようにして浸出液の中和処理を行うことで、高温加圧酸浸出による浸出工程 S 2 2 で用いた過剰の酸の中和を行うとともに、溶液中に残留する 3 価の鉄イオンやアルミニウムイオン等を除去する。

[0098] 中和工程 S 2 4 において調整する浸出液の pH は、上述のように 4 以下とし、好ましくは 3.2 ～ 3.8 とする。浸出液の pH が 4 を超えると、ニッケルの水酸化物の発生が多くなる。

[0099] また、中和工程 S 2 4 においては、溶液中に残留する 3 価の鉄イオンの除去に際し、溶液中に 2 価として存在する鉄イオンを酸化させないことが好ましい。そのため、例えば空気の吹込み等による溶液の酸化を極力防止することが好ましい。これにより、2 価の鉄の除去に伴う炭酸カルシウム消費量と中和澱物スラリーの生成量の増加を抑制することができる。すなわち、中和澱物スラリー量の増加による澱物へのニッケル回収ロスを抑えることができる。

[0100] また、中和工程 S 2 4 で得られる中和澱物スラリーを、必要に応じて固液分離工程 S 2 3 へ送ることができる。これによって、中和澱物スラリーに含まれるニッケルを効果的に回収することができる。具体的には、中和澱物スラリーを、低い pH 条件で操業される固液分離工程 S 2 3 へ繰返すことによって、浸出残渣の洗浄と同時に中和澱物の付着水と中和澱物表面での局所反応により生成した水酸化ニッケルの溶解を促進させることができ、回収ロスとなるニッケル分を低減することができる。なお、ニッケルと同時に鉄の水酸化物も一部再溶解され、浸出した 3 価の鉄イオンの固定に再度中和剤が必要となる場合がある。そのため、この点からも 2 価の鉄イオンを酸化させないで中和澱物量の削減を図ることが望ましい。

[0101] 中和工程 S 2 4 における反応温度としては、50 ～ 80℃程度とすることが好ましい。反応温度が 50℃未満では、形成される 3 価の鉄イオンを含む中和澱物が微細となり、必要に応じてその中和澱物を循環させた固液分離工程 S 2 3 における処理に悪影響を及ぼす。一方、反応温度が 80℃を超えると、装置材料の耐食性の低下や加熱のためのエネルギーコストの増大を招く。

[0102] (硫化工程)

硫化工程 S 2 5 では、中和工程 S 2 4 において得られたニッケル回収用の

母液である硫酸水溶液に硫化水素ガスを吹き込んで硫化反応を生じさせ、ニッケルを含む硫化物と貧液とを生成する。

[0103] 母液は、上述のように鉱石スラリーを浸出して得られた硫酸であり、中和工程 S 2 4 を経て得られたものである。具体的には、例えば、pH が 3. 2 ～ 4. 0 で、ニッケル濃度が 2 ～ 5 g / L、コバルト濃度が 0. 1 ～ 1. 0 g / L であり、また不純物成分として鉄、マグネシウム、マンガン等を含む硫酸である。不純物成分は、浸出の酸化還元電位、オートクレーブの操業条件、及び鉱石品位により大きく変化するが、一般的に鉄、マグネシウム、マンガンが数 g / L 程度含まれている。ここで、不純物成分は、回収するニッケル及びコバルトに対して比較的多く存在するが、硫化物としての安定性が低い、鉄、マンガン、アルカリ金属、及びマグネシウム等のアルカリ土類金属は、生成する硫化物には含有されることはない。

[0104] また、母液中に亜鉛が含まれる場合には、硫化反応によりニッケル等を硫化物として生成させる処理に先立って、亜鉛を硫化物として選択的に分離する処理を行うことができる。この亜鉛を選択分離する処理としては、硫化反応の際に弱い条件を作り出して硫化反応の速度を抑制することによって、亜鉛と比較して濃度の高いニッケルの共沈を抑制し、亜鉛を選択的に除去する。

[0105] 硫化工程 S 2 5 においては、不純物含有の少ないニッケルを含む硫化物とニッケル濃度を低い水準で安定させた貧液とを生成して回収する。具体的には、硫化反応により得られた硫化物のスラリーをシックナー等の沈降分離装置を用いて沈降分離処理することによって、沈殿物である硫化物をシックナーの底部より分離回収し、水溶液成分はオーバーフローして貧液として回収する。なお、この貧液は、pH が 1 ～ 3 程度であり、硫化されずに含まれる鉄、マグネシウム、マンガン等の不純物元素を含んでいる。

[0106] この硫化工程 S 2 5 においては、平均粒径を所定の大きさ以上となるように調整したニッケルを含む硫化物（ニッケル硫化物）を種晶として硫酸中に添加することもできる。これにより、硫化反応により生成した硫化物スラリー

ーを沈殿物である硫化物と貧液とに分離する沈降分離処理に際して、オーバーフロー液中におけるニッケルを含む微細な浮遊固形分の濃度を低下させることができ、硫化物として沈殿形成させることができるニッケル分を増加させ、ニッケルの回収ロスを低減させることができる。

[0107] 種晶となるニッケル硫化物の添加量としては、母液に含まれるニッケル量に対し、4～6倍のニッケル量に当たる添加量とすることが好ましい。これにより、反応容器内面への生成硫化物の付着を抑制することができるとともに、貧液中のニッケル濃度をより一層に低い水準で安定させることができる。

[0108] また、この種晶として添加するニッケル硫化物は、硫化工程S25において生成され沈降分離処理を経て回収された後、平均粒径が所定の大きさ以上となるように分級処理して粒径調整された硫化物を循環使用することが好ましい。なお、必要に応じて、分級処理に先立ち、硫化物を粉砕する処理を行ってもよい。

[0109] <3. 実施例>

以下に本発明についての実施例を説明するが、本発明は下記の実施例に限定されるものではない。

実施例

[0110] [実施例1]

原料鉱石であるニッケル酸化鉱石から、硫酸を用いた高温加圧酸浸出法（HPAL法）により、ニッケルやコバルトを回収する際の鉱石スラリー製造工程において、まず、ニッケル酸化鉱石を一般的な解砕機を用いて解砕した。そして、解砕したニッケル酸化鉱石を、目開き1.4mmの篩を用いて分級した。この分級処理により分級されたアンダーサイズの鉱石粒子を回収し、固形成分として100g/L含有する粗鉱石スラリーを製造した。一方、分級されたオーバーサイズの鉱石粒子は除去して別途回収した。

[0111] 次に、マイクロトラック装置（9320-X100、日機装株式会社製）を用いて、粗鉱石スラリーの粒度を測定した。なお、粗鉱石スラリーの粒度

は、体積平均径（ m_v ）を測定値として測定した。その結果、粗鉱石スラリーの粒径は、 $12.48\ \mu m$ であった。この粒径は、金属製錬処理で用いる移送ポンプにおいて移送不良が生じる鉱石スラリーの降伏応力 $200\ Pa$ を超える粒度条件（ $20\ \mu m$ ）を下回るものであった。

[0112] 次に、この粗鉱石スラリーを、直径約 $25\ m$ 、高さ約 $5\ m$ 、容積約 $2000\ m^3$ のシックナーに、流量として $250\ m^3$ /時間で装入し、水分を除去して鉱石成分を濃縮させる濃縮処理を行った。このとき、解砕・分級処理により除去したオーバーサイズの鉱石粒子であって、粒径が $21.71\ \mu m$ の鉱石を含むスラリーを、全鉱石粒子に対して5重量%の割合でシックナーに装入添加した。

[0113] 濃縮処理の終了後、得られた鉱石スラリーをシックナーの下部から取り出した。

[0114] この得られた鉱石スラリーの降伏応力を、レオメーター（MCR 301、Anton Paar社製）を用いて測定した。その結果、鉱石スラリーの降伏応力は $170\ Pa$ であり、通常の移送ポンプによって、移送不良等を生じさせることなく次工程の浸出工程に移送することができた。

[0115] また、その後のHPAL法による浸出工程においても、ニッケル浸出率が $93.4\ %$ と満足できる結果であった。

[0116] [実施例2]

実施例1と同様にして原料鉱石であるニッケル酸化鉱石に対し解砕・分級処理を行い、粗鉱石スラリーを得て、得られた粗鉱石スラリーの粒度を測定したところ、粗鉱石スラリーの粒径が $14.26\ \mu m$ であったこと以外は、実施例1と同様にして鉱石スラリーを製造した。

[0117] 得られた鉱石スラリーの降伏応力を、実施例1と同様にレオメーターを用いて測定した。その結果、鉱石スラリーの降伏応力は $160\ Pa$ であり、通常の移送ポンプによって、移送不良等を生じさせることなく次工程の浸出工程に移送することができた。

[0118] また、その後のHPAL法による浸出工程においても、ニッケル浸出率が

93.2%と満足できる結果であった。

[0119] [実施例3]

実施例1と同様にして原料鉱石であるニッケル酸化鉱石に対し解砕・分級処理を行い、粗鉱石スラリーを得て、得られた粗鉱石スラリーの粒度を測定したところ、粗鉱石スラリーの粒径が $18.26\mu\text{m}$ であったこと以外は、実施例1と同様にして鉱石スラリーを製造した。

[0120] 得られた鉱石スラリーの降伏応力を、実施例1と同様にレオメーターを用いて測定した。その結果、鉱石スラリーの降伏応力は 150Pa であり、通常の移送ポンプによって、移送不良等を生じさせることなく次工程の浸出工程に移送することができた。

[0121] また、その後のHPAL法による浸出工程においても、ニッケル浸出率が93.0%と満足できる結果であった。

[0122] [実施例4]

粗鉱石スラリーと共に、オーバーサイズの鉱石粒子を含むスラリーを、全鉱石粒子に対して1重量%の割合でシックナーに装入添加したこと以外は、実施例1と同様にして鉱石スラリーを製造した。

[0123] 得られた鉱石スラリーの降伏応力を、実施例1と同様にレオメーターを用いて測定した。その結果、鉱石スラリーの降伏応力は 190Pa であり、通常の移送ポンプによって、移送不良等を生じさせることなく次工程の浸出工程に移送することができた。

[0124] また、その後のHPAL法による浸出工程においても、ニッケル浸出率が93.5%と満足できる結果であった。

[0125] [実施例5]

粗鉱石スラリーと共に、オーバーサイズの鉱石粒子を含むスラリーを、全鉱石粒子に対して10重量%の割合でシックナーに装入添加したこと以外は、実施例1と同様にして鉱石スラリーを製造した。

[0126] 得られた鉱石スラリーの降伏応力を、実施例1と同様にレオメーターを用いて測定した。その結果、鉱石スラリーの降伏応力は 140Pa であり、通

常の移送ポンプによって、移送不良等を生じさせることなく次工程の浸出工程に移送することができた。

[0127] また、その後のHPAL法による浸出工程においても、ニッケル浸出率が92.9%と満足できる結果であった。

[0128] [実施例6]

粗鉬石スラリーと共に、オーバーサイズの鉬石粒子を含むスラリーを、全鉬石粒子に対して20重量%の割合でシックナーに装入添加したこと以外は、実施例1と同様にして鉬石スラリーを製造した。

[0129] 得られた鉬石スラリーの降伏応力を、実施例1と同様にレオメーターを用いて測定した。その結果、鉬石スラリーの降伏応力は100Paであり、通常の移送ポンプによって、移送不良等を生じさせることなく次工程の浸出工程に移送することができた。

[0130] また、その後のHPAL法による浸出工程においても、ニッケル浸出率が92.8%と満足できる結果であった。

[0131] [実施例7]

粗鉬石スラリーと共に、オーバーサイズの鉬石粒子を含むスラリーを、全鉬石粒子に対して30重量%の割合でシックナーに装入添加したこと以外は、実施例1と同様にして鉬石スラリーを製造した。

[0132] 得られた鉬石スラリーの降伏応力を、実施例1と同様にレオメーターを用いて測定した。その結果、鉬石スラリーの降伏応力は90Paであり、通常の移送ポンプによって、移送不良等を生じさせることなく次工程の浸出工程に移送することができた。

[0133] また、その後のHPAL法による浸出工程においても、ニッケル浸出率が92.9%と満足できる結果であった。

[0134] [実施例8]

粗鉬石スラリーと共に、オーバーサイズの鉬石粒子を含むスラリーを、全鉬石粒子に対して40重量%の割合でシックナーに装入添加したこと以外は、実施例1と同様にして鉬石スラリーを製造した。

[0135] 得られた鉱石スラリーの降伏応力を、実施例 1 と同様にレオメーターを用いて測定した。その結果、鉱石スラリーの降伏応力は 7 0 P a であり、通常の移送ポンプによって、移送不良等を生じさせることなく次工程の浸出工程に移送することができた。

[0136] 一方で、その後の H P A L 法による浸出工程においては、ニッケル浸出率が 9 0 . 5 % と他の実施例に比べて低い結果となった。

[0137] [比較例 1]

比較例 1 では、得られた粗鉱石スラリーのみをシックナーへ装入して濃縮処理を行ったこと以外は、実施例 1 と同様にして鉱石スラリーを製造した。

[0138] 得られた鉱石スラリーの降伏応力を、実施例 1 と同様にレオメーターを用いて測定した。その結果、鉱石スラリーの降伏応力は 3 7 0 P a であり、粘度が高過ぎて移送ポンプで次工程の浸出工程に移送することができず、操業を中断し、配管に固着した粘度の高いスラリーを取り出して洗浄する等の対応作業が必要となった。

請求の範囲

- [請求項1] 原料鉱石から鉱石スラリーを製造する鉱石スラリーの製造方法であって、
- 上記原料鉱石を解砕し、所定の分級点で分級してオーバーサイズの鉱石粒子を除去し、アンダーサイズの鉱石粒子からなる粗鉱石スラリーを得る解砕・分級工程と、
- 上記解砕・分級工程にて得られた粗鉱石スラリーの粒度を測定する粒度測定工程と、
- 上記粗鉱石スラリーを固液分離装置に装入し、該粗鉱石スラリーに含まれる水分を分離除去して鉱石成分を濃縮する鉱石スラリー濃縮工程とを有し、
- 上記粒度測定工程にて測定された粒度が所定値を下回った場合に、上記解砕・分級工程にて除去された上記オーバーサイズの鉱石粒子の一部を、上記鉱石スラリー濃縮工程における固液分離装置に装入添加することを特徴とする鉱石スラリーの製造方法。
- [請求項2] 上記粒度の所定値は、製造される鉱石スラリーの粘度上昇により該鉱石スラリーの移送不良が生じる粒度であることを特徴とする請求項1記載の鉱石スラリーの製造方法。
- [請求項3] 上記粒度の所定値は、上記鉱石スラリーの降伏応力が200Paを超える粒度であることを特徴とする請求項2記載の鉱石スラリーの製造方法。
- [請求項4] 上記粒度の所定値は、20 μ mであることを特徴とする請求項3記載の鉱石スラリーの製造方法。
- [請求項5] 上記オーバーサイズの鉱石粒子を上記鉱石スラリー濃縮工程における固液分離装置に装入添加する際に、該オーバーサイズの鉱石粒子の粒径を20～100 μ mに調製して添加することを特徴とする請求項1記載の鉱石スラリーの製造方法。
- [請求項6] 上記オーバーサイズの鉱石粒子を、上記固液分離装置に装入される

全鉱石粒子に対して1～30重量%の割合となるように添加することを特徴とする請求項1記載の鉱石スラリーの製造方法。

[請求項7] 上記原料鉱石は、ニッケル酸化鉱石であることを特徴とする請求項1記載の鉱石スラリーの製造方法。

[請求項8] 上記鉱石スラリーは、硫酸を用いた高温加圧浸出法によって、該鉱石スラリーからニッケル及びコバルトを回収する処理に用いられることを特徴とする請求項7記載の鉱石スラリーの製造方法。

[請求項9] 原料鉱石から該原料鉱石に含まれる金属を回収する金属製錬方法において、

上記原料鉱石を解砕し、所定の分級点で分級してオーバーサイズの鉱石粒子を除去し、アンダーサイズの鉱石粒子からなる粗鉱石スラリーを得る解砕・分級工程と、上記解砕・分級工程にて得られた粗鉱石スラリーの粒度を測定する粒度測定工程と、上記粗鉱石スラリーを固液分離装置に装入し、該粗鉱石スラリーに含まれる水分を分離除去して鉱石成分を濃縮する鉱石スラリー濃縮工程とを有する鉱石スラリー製造工程を含み、

上記粒度測定工程にて測定された粒径が所定値を下回った場合に、上記解砕・分級工程にて除去された上記オーバーサイズの鉱石粒子の一部を、上記鉱石スラリー濃縮工程における固液分離装置に装入添加することを特徴とする金属製錬方法。

[請求項10] 上記原料鉱石は、ニッケル酸化鉱石であり、該ニッケル酸化鉱石からニッケル及びコバルトを回収することを特徴とする請求項9記載の金属製錬方法。

[請求項11] 上記鉱石スラリー製造工程にて製造された鉱石スラリーを、硫酸に添加して高温高圧下で浸出し、ニッケル及びコバルトを含む浸出液を得ることを特徴とする請求項10記載の金属製錬方法。

[図1]

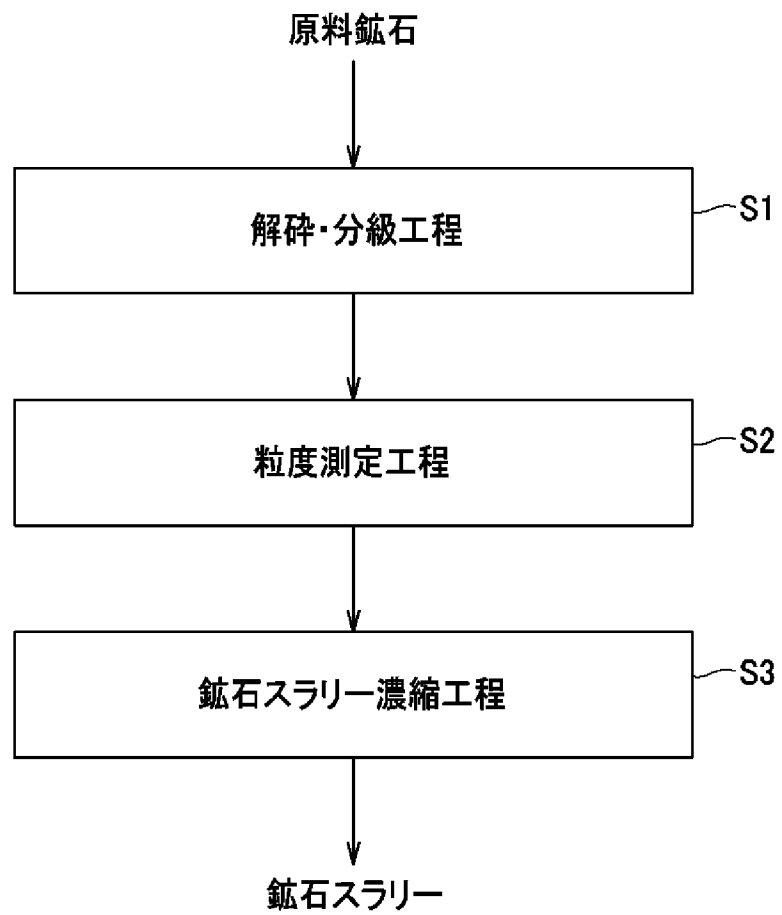


FIG.1

[図2]

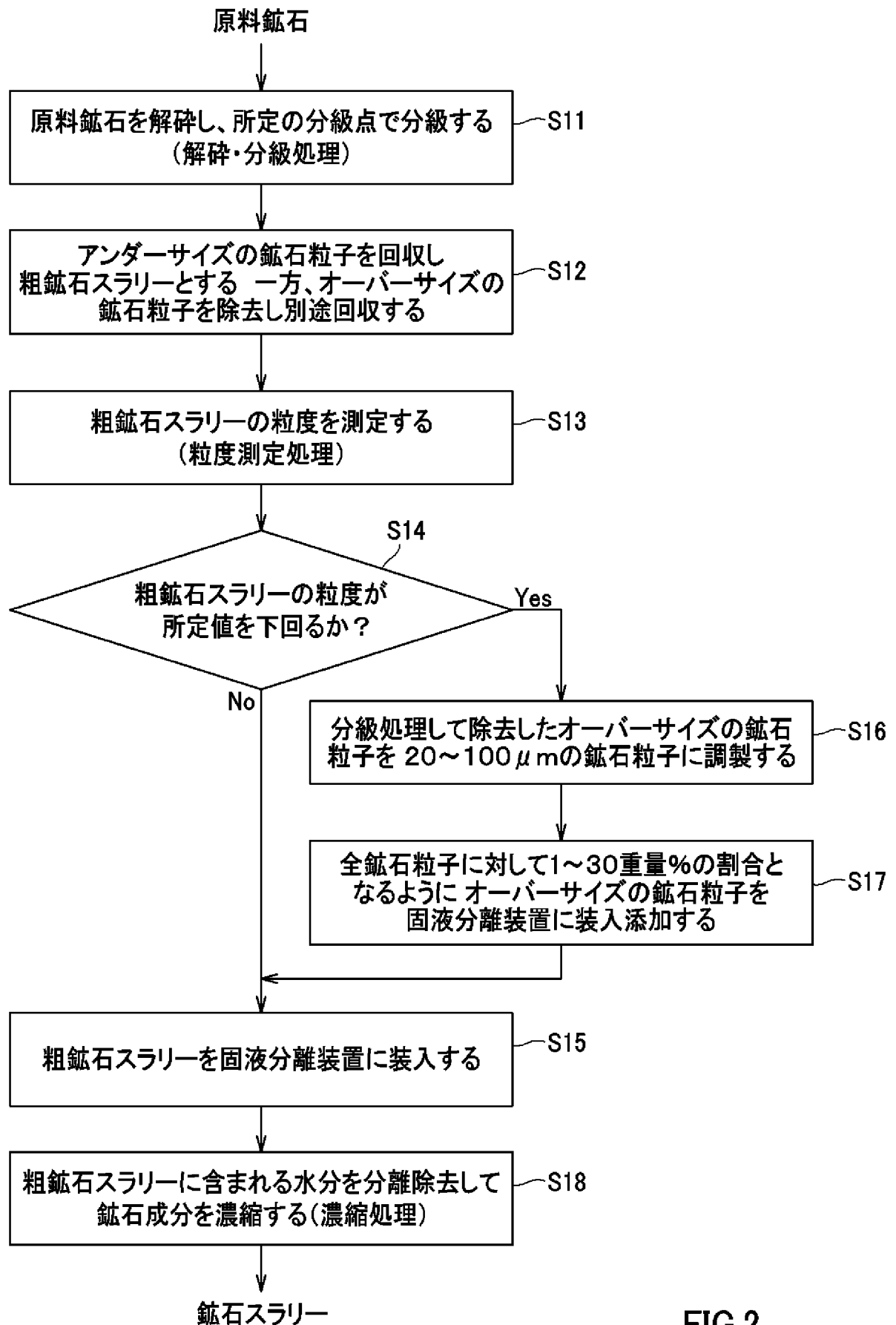


FIG.2

[図3]

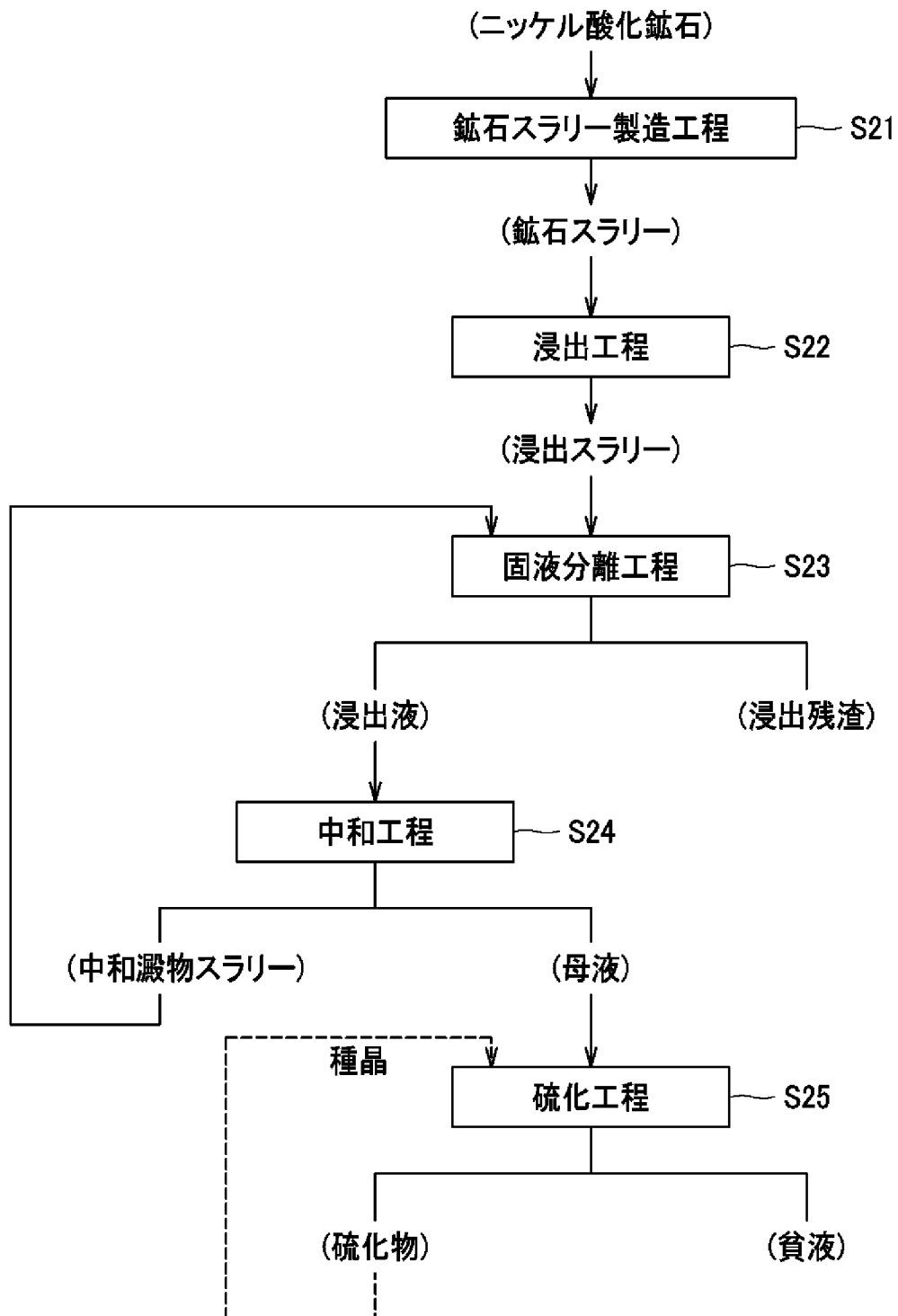


FIG.3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/078289

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C22B23/00 (2006.01) i, C22B3/04 (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)

C22B23/00, C22B3/04

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 1996-2013

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2013 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2013

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2010-95788 A (Sumitomo Metal Mining Co., Ltd.), 30 April 2010 (30.04.2010), entire text & CA 2678724 A1 & AU 2009212947 A	1-11
A	JP 2008-189999 A (Sumitomo Metal Mining Co., Ltd.), 21 August 2008 (21.08.2008), entire text (Family: none)	1-11

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

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"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)

"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

"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

"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

"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

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
16 January, 2013 (16.01.13)Date of mailing of the international search report
29 January, 2013 (29.01.13)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/078289

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 11-117030 A (Societe le Nickel - SLN), 27 April 1999 (27.04.1999), entire text & US 6053327 A & EP 896070 A1 & FR 2767142 A & AU 7856598 A & CA 2243610 A & AU 726144 B & BR 9806527 A & RU 2200632 C & ID 20679 A & OA 10826 A & CO 5050375 A & CU 22788 A & CA 2243610 A1	1-11

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. C22B23/00(2006.01)i, C22B3/04(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 (I P C))

Int.Cl. C22B23/00, C22B3/04

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

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 3 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 3 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 3 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)

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	JP 2010-95788 A (住友金属鉱山株式会社) 2010.04.30, 全文 & CA 2678724 A1 & AU 2009212947 A	1-11
A	JP 2008-189999 A (住友金属鉱山株式会社) 2008.08.21, 全文 (ファミリーなし)	1-11

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 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

1 6 . 0 1 . 2 0 1 3

国際調査報告の発送日

2 9 . 0 1 . 2 0 1 3

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

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)

4 E

4 1 4 2

池ノ谷 秀行

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 2 5

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	JP 11-117030 A (ソシエテ ル ニッケル - エスエルエヌ) 1999.04.27, 全文 & US 6053327 A & EP 896070 A1 & FR 2767142 A & AU 7856598 A & CA 2243610 A & AU 726144 B & BR 9806527 A & RU 2200632 C & ID 20679 A & OA 10826 A & CO 5050375 A & CU 22788 A & CA 2243610 A1	1-11