

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7035322号

(P7035322)

(45)発行日 令和4年3月15日(2022.3.15)

(24)登録日 令和4年3月7日(2022.3.7)

(51)国際特許分類

F I

C 2 2 B 5/10 (2006.01)

C 2 2 B 5/10

C 2 2 B 1/16 (2006.01)

C 2 2 B 1/16 1 0 1

C 2 2 B 23/02 (2006.01)

C 2 2 B 23/02

請求項の数 7 (全15頁)

(21)出願番号 特願2017-45469(P2017-45469)
 (22)出願日 平成29年3月9日(2017.3.9)
 (65)公開番号 特開2018-150571(P2018-150571
 A)
 (43)公開日 平成30年9月27日(2018.9.27)
 審査請求日 令和2年2月21日(2020.2.21)
 前置審査

(73)特許権者 000183303
 住友金属鉱山株式会社
 東京都港区新橋5丁目1番3号
 (74)代理人 100106002
 弁理士 正林 真之
 (74)代理人 100120891
 弁理士 林 一好
 (72)発明者 井関 隆士
 愛媛県新居浜市磯浦町17-5 住友金
 属鉱山株式会社 新居浜研究所内
 (72)発明者 合田 幸弘
 愛媛県新居浜市磯浦町17-5 住友金
 属鉱山株式会社 新居浜研究所内
 (72)発明者 小林 純一
 愛媛県新居浜市磯浦町17-5 住友金
 最終頁に続く

(54)【発明の名称】 酸化鉱石の製錬方法、ペレット及び容器の製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

酸化鉱石を含有する混合物を還元することによって金属又は合金を製造する酸化鉱石の製錬方法であって、

少なくとも前記酸化鉱石と炭素質還元剤とを混合する混合工程と、

前記混合工程によって得られる混合物を混練する混練工程と、

前記混練工程によって混練された前記混合物を還元炉に装入して所定の還元温度で加熱する還元工程と、を有し、

前記酸化鉱石としてニッケル酸化鉱石を用い、

前記混合工程では、前記ニッケル酸化鉱石を構成する酸化ニッケルと酸化鉄とを過不足なく還元するのに必要な炭素質還元剤の量を100%としたとき、前記炭素質還元剤の量が当量比で10.0%以上50.0%以下の割合になるように、前記ニッケル酸化鉱石と前記炭素質還元剤とを混合する、

酸化鉱石の製錬方法。

【請求項2】

前記混練工程によって混練された前記混合物を成形して混合物成形体を得る混合物成形工程をさらに有し、

得られた混合物成形体を、前記還元炉に装入して所定の還元温度で加熱する

請求項1に記載の酸化鉱石の製錬方法。

【請求項3】

前記混練工程によって混練された前記混合物を容器に充填する容器充填工程をさらに有し、容器に充填された前記混合物を、前記還元炉に装入して所定の還元温度で加熱する
請求項 1 に記載の酸化鉱石の製錬方法。

【請求項 4】

前記還元工程における還元温度は、1 2 5 0 以上 1 4 5 0 以下である

請求項 1 乃至 3 のいずれか 1 項に記載の酸化鉱石の製錬方法。

【請求項 5】

前記還元工程では、前記混合物の表面に前記金属又は合金からなる殻を生成させることなく、前記酸化鉱石を還元する

請求項 1 乃至 4 のいずれか 1 項に記載の酸化鉱石の製錬方法。

10

【請求項 6】

前記還元工程を行った後、スラグを分離して金属又は合金を得る分離工程をさらに有する
請求項 1 乃至 5 のいずれか 1 項に記載の酸化鉱石の製錬方法。

【請求項 7】

前記合金としてフェロニッケルを得る

請求項 6 に記載の酸化鉱石の製錬方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、ニッケル酸化鉱等の酸化鉱石と酸化鉄を含有するニッケル酸化鉱石の混合物を製錬炉にて還元加熱することによって製錬するニッケル酸化鉱石の製錬方法と、それに用いられるペレット及び容器の製造方法に関する。

20

【背景技術】

【0 0 0 2】

リモナイトあるいはサブロライトと呼ばれるニッケル酸化鉱の製錬方法として、熔錬炉を使用して硫黄と共に硫化焙焼しニッケルマットを製造する乾式製錬方法、ロータリーキルンあるいは移動炉床炉を使用して炭素質還元剤を用いて還元し鉄 - ニッケル合金（以下、「フェロニッケル」ともいう）を製造する乾式製錬方法、オートクレーブを使用して硫酸でニッケルやコバルトを浸出して得た浸出液に硫化剤を添加して混合硫化物（ミックスサルファイド）を製造する湿式製錬方法等が知られている。

30

【0 0 0 3】

上述した種々の製錬方法の中で、炭素源と共に還元してニッケル酸化鉱を製錬する場合、先ず、その原料鉱石を塊状化やスラリー化等するための前処理が行われる。具体的に、ニッケル酸化鉱を塊状化、すなわち粉状や微粒状から塊状にする際には、そのニッケル酸化鉱を、バインダーや還元剤等と混合し、さらに水分調整等を行った後に成形装置に装入して、例えば 1 0 m m ~ 3 0 m m 程度の塊状の成形体（ペレット、ブリケット等を指す。以下、単に「ペレット」という場合がある。）とするのが一般的である。

【0 0 0 4】

このペレットは、例えば、水分を飛ばすためにある程度の通気性が必要である。さらに、ペレット内で還元反応が均一に生じないと、組成が不均一になり、メタルが分散、偏在してしまうことから、製錬炉に装入されて還元加熱等の製錬操作が始まって、その形状を維持していることが重要となる。

40

【0 0 0 5】

そして特に重要なことが、還元初期において、ペレット表面にシェル状のメタルが生成することである。ペレット表面に均一なメタルシェルが有効に生成しないと、ペレット内の還元剤成分（例えば、炭素質還元剤であれば一酸化炭素）が抜けてしまい、効率的に還元できないだけでなく、還元率の制御も困難になる。また、部分的な組成のばらつきも大きくなり、結果として目的とするフェロニッケルを製造することができなくなる。

【0 0 0 6】

このような均一なメタルシェルを生成させるためには、原料混合物のペレットの形状やそ

50

の強度等が非常に重要となる。すなわち、形状が歪なものであればペレット表面で局所的なメタル化が進んでしまい、均一なメタルシェルが生成されない。また、ペレット強度が低いと、成形後に次工程へ移動させる際や、乾燥時、還元時等にクラックが生じることがあり、割れの原因にもなる。

【 0 0 0 7 】

このように、ペレット表面に均一なメタルシェルを生成させるためには、ペレットの形状や強度等が非常に重要な要素になる。また、単にメタルシェルを生成させるだけでなく、コスト競争の激しい金属製錬においては、生産性が高く、効率よく塊状化させる技術が求められている。

【 0 0 0 8 】

例えば、特許文献 1 には、移動炉床炉を利用してフェロニッケルを製造する際の前処理方法として、酸化ニッケル及び酸化鉄を含有する原料と、炭素質還元剤とを混合して混合物となす混合工程において、混合物の余剰炭素量を調整してペレットを製造し、そのペレットを炉内に装入して還元工程を行う技術が開示されている。

【 0 0 0 9 】

具体的に、特許文献 1 には、原料と炭素質還元剤とを混合機により混合し、得られた混合物はそのまま移動炉床炉に装入してもよいが、造粒機で塊成化することが好ましく、塊成化することにより、ダスト発生量が減るとともに移動炉床炉内における塊成物（混合物）内部の伝熱効率が向上して還元速度が上昇することが記載されている。なお、塊成化に用いる造粒機としては、ブリケットプレス等の圧縮成形機やディスク型ペレタイザー等の転動造粒機のほか押出成形機を用いることができることが記載されている。

【 0 0 1 0 】

しかしながら、特許文献 1 には、混合物をそのまま移動炉床炉に装入してもよい旨の記載はあるものの、その具体的な方法に関する記述はなく、単に混合物を移動炉床炉に装入しただけでは、メタルシェルは均一に且つ安定的に形成されず、また還元も不均一に進んでしまうと考えられる。

【 0 0 1 1 】

また、混合物を塊成化するためにどのような装置を用いたとしても、ランニングコストがかかってしまい、処理時間も必要となる。また、ロスも発生するうえ、塊成物が移動中や処理中に割れたり、クラックが入ったりして、収率低下に繋がってしまう可能性がある。さらには、塊成物が数 mm ～ 数 cm 程度の大きさでは、得られるフェロニッケルも小さくなってしまい、メタルの回収が困難になり、その結果として収率低下にも繋がる。

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

【 0 0 1 2 】

【 文献 】 特開 2 0 0 4 - 1 5 6 1 4 0 号公報

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 1 3 】

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、酸化鉍石を含む混合物を還元することによって金属又は合金を製造する方法において、ニッケル酸化鉍石を効率よく精錬することができる、ニッケル酸化鉍石の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 】

【 0 0 1 4 】

本発明者は、上述した課題を解決するために鋭意検討を重ねた。その結果、酸化鉍石と炭素質還元剤とを混合するとともに混練することによって、還元反応の効率を高められることを見出し、本発明に至った。すなわち、本発明は以下のものを提供する。

【 0 0 1 5 】

(1) 本発明の第 1 の発明は、成形された酸化鉍石を還元することによって金属又は合金を製造する酸化鉍石の製錬方法であって、少なくとも前記酸化鉍石と炭素質還元剤とを混

10

20

30

40

50

合及び混練する混合・混練処理工程と、得られる混合物を還元炉に装入して所定の還元温度で加熱する還元工程と、を有する酸化鉍石の製錬方法である。

【 0 0 1 6 】

(2) 本発明の第 2 の発明は、第 1 の発明において、前記混合・混練処理工程により得られる混合物を成形する混合物成形工程をさらに有し、成形された前記混合物を、前記還元炉に装入する、酸化鉍石の製錬方法である。

【 0 0 1 7 】

(3) 本発明の第 3 の発明は、第 1 の発明において、前記混合・混練処理工程により得られる混合物を容器に充填する混合物成形工程をさらに有し、容器に充填された前記混合物を、前記還元炉に装入する、酸化鉍石の製錬方法である。

10

【 0 0 1 8 】

(4) 本発明の第 4 の発明は、第 1 乃至第 3 のいずれかの発明において、前記還元工程における還元温度は、1 2 5 0 以上 1 4 5 0 以下である、酸化鉍石の製錬方法である。

【 0 0 1 9 】

(5) 本発明の第 5 の発明は、第 1 乃至第 4 のいずれかの発明において、前記還元工程では、前記混合物の表面に前記金属又は合金からなる殻を生成させることなく、前記酸化鉍石を還元する、酸化鉍石の製錬方法である。

【 0 0 2 0 】

(6) 本発明の第 6 の発明は、第 1 乃至第 5 のいずれかの発明において、前記還元工程を行った後の前記混合物から、スラグを分離して金属又は合金を得る分離工程をさらに有する、酸化鉍石の製錬方法である。

20

【 0 0 2 1 】

(7) 本発明の第 7 の発明は、第 1 乃至第 6 のいずれかの発明において、前記酸化鉍石がニッケル酸化鉍である、酸化鉍石の製錬方法である。

【 0 0 2 2 】

(8) 本発明の第 8 の発明は、第 7 の発明において、前記合金としてフェロニッケルを得る、酸化鉍石の製錬方法である。

【 0 0 2 3 】

(9) 本発明の第 9 の発明は、酸化鉍石と炭素質還元剤とを含有し、還元炉に装入されて還元加熱処理が施されるペレットの製造方法であって、少なくとも前記酸化鉍石と炭素質還元剤とを混合及び混練する混合・混練処理工程を有する、ペレットの製造方法である。

30

【 0 0 2 4 】

(1 0) 本発明の第 1 0 の発明は、酸化鉍石と炭素質還元剤とを含有する混合物が収容され、還元炉に装入されて還元加熱処理が施される容器の製造方法であって、少なくとも前記酸化鉍石と炭素質還元剤とを混合及び混練する混合・混練処理工程を有する、容器の製造方法である。

【発明の効果】

【 0 0 2 5 】

本発明によれば、酸化鉍石を含む混合物を還元することによって金属又は合金を製造する方法において、ニッケル酸化鉍石を効率よく精錬することができる、ニッケル酸化鉍石の製錬方法を提供することができる。

40

【図面の簡単な説明】

【 0 0 2 6 】

【図 1】酸化鉍石の製錬方法の流れの一例を示す工程図である。

【図 2】混合・混練処理工程における処理の流れの一例を示す処理フロー図である。

【図 3】混合物成形工程における処理の流れの一例を示す処理フロー図である。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 2 7 】

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、詳細に説

50

明する。なお、本発明は、以下の実施形態に限定されるものではなく、本発明の要旨を変更しない範囲で種々の変更が可能である。また、本明細書において、「 $X \sim Y$ 」(X 、 Y は任意の数値)との表記は、「 X 以上 Y 以下」の意味である。

【0028】

酸化鉱石の製錬方法

本実施の形態に係る酸化鉱石の製錬方法は、原料鉱石である酸化鉱石を含んだ原料の混合物を混合し、その混合物を製錬炉(還元炉)に装入して還元処理を施すことによって、メタルとスラグとを生成させるものである。より具体的には、原料鉱石である酸化鉱石を含んだ原料を混合するとともに混練し、混合及び混練して得られる混合物を製錬炉(還元炉)に装入して還元処理を施すものである。

10

【0029】

以下では、原料鉱石である酸化鉱石であるニッケル酸化鉱に含まれるニッケル(酸化ニッケル)と鉄(酸化鉄)を混合、混練して混合物を作り、この混合物を還元することで、鉄-ニッケル合金のメタル(還元メタル)を生成させ、さらに、そのメタルを分離することによってフェロニッケルを製造する製錬方法を例に挙げて説明する。なお、他の金属酸化物からなる酸化鉱石の製錬方法も同じように考えることができる。

【0030】

具体的に、本実施の形態に係る酸化鉱石の製錬方法は、図1に示すように、前記酸化鉱石を含む原料を混合及び混練する混合・混練処理工程S1と、得られる混合物を還元炉に装入して所定の還元温度で加熱する還元工程S3と、還元工程S3にて生成したメタルとスラグとを分離してメタルを回収する分離工程S4とを有する。ここで、混合・混練処理工程S1で得られる混合物を還元炉に装入する前に、所定の形状に成形する混合物成形工程S2を有してもよい。

20

【0031】

<1. 混合・混練処理工程>

混合・混練処理工程S1は、ニッケル酸化鉱を含む原料粉末を混合及び混練して混合物を得る工程である。図2は、混合・混練処理工程S1における処理の流れを示す処理フロー図である。この図2に示すように、混合・混練処理工程S1は、原料鉱石であるニッケル酸化鉱に、炭素質還元剤を添加して混合する混合工程S11と、得られた混合物を混練する混練工程S12とを有する。

30

【0032】

(1) 混合工程

混合工程S11では、原料鉱石であるニッケル酸化鉱に、炭素質還元剤を添加して混合し、また任意成分の添加剤として、鉄鉱石、フラックス成分、バインダー等の、例えば粒径が $0.2\text{ mm} \sim 0.8\text{ mm}$ 程度の粉末を混合して混合物を得る。ここで、ニッケル酸化鉱を含む原料粉末の混合は、混合機等を用いて行うことができる。

【0033】

原料鉱石であるニッケル酸化鉱としては、特に限定されないが、リモナイト鉱、サブロライト鉱等を用いることができる。なお、このニッケル酸化鉱は、構成成分として、酸化ニッケル(NiO)と酸化鉄(Fe_2O_3)とを含有する。

40

【0034】

本実施の形態においては、原料鉱石に対して特定量の炭素質還元剤を混合して混合物を得る。炭素質還元剤としては、特に限定されないが、例えば、石炭粉、コークス粉等が挙げられる。なお、この炭素質還元剤は、上述した原料鉱石であるニッケル酸化鉱の粒度や粒度分布と同等のものであることが好ましい。粒度や粒度分布が同等であることにより、均一に混合し易くなり、還元反応も均一に生じることになるため好ましい。

【0035】

炭素質還元剤の混合量、すなわち成形後に塊状物や混合物に含まれることになる炭素質還元剤の量としては、ニッケル酸化鉱を構成する酸化ニッケルと酸化鉄とを過不足なく還元するのに必要な炭素質還元剤の量を 100% としたとき、 50.0% 以下の割合とするこ

50

とが好ましく、40.0%以下とすることがより好ましい。なお、酸化ニッケルと酸化鉄とを過不足なく還元するのに必要な炭素質還元剤の量とは、塊状物や容器内に含まれる酸化ニッケルの全量をニッケルメタルに還元するのに必要な化学当量と、塊状物や容器内に含まれる酸化鉄を鉄メタルに還元するのに必要な化学当量との合計値（以下、「化学当量の合計値」ともいう）と言い換えることができる。

【0036】

このように、混合物に含まれる炭素質還元剤の量（炭素質還元剤の混合量）を、化学当量の合計値を100%としたときに50.0%以下の割合とすることで、還元反応を効率的に進行させることができる。

【0037】

なお、炭素質還元剤の混合量の下限值としては、特に限定されないが、化学当量の合計値を100%としたときに、10.0%以上の割合とすることが好ましく、15.0%以上の割合とすることがより好ましい。このように、炭素質還元剤の混合量を10.0%以上にすることで、ニッケル品位の高い鉄-ニッケル合金を製造し易くすることができる。

【0038】

ニッケル酸化鉱と炭素質還元剤のほか、任意成分として添加する添加剤である鉄鉱石としては、特に限定されないが、例えば、鉄品位が50%程度以上の鉄鉱石、ニッケル酸化鉱の湿式製錬により得られるヘマタイト等を用いることができる。

【0039】

また、バインダーとしては、例えば、ベントナイト、多糖類、樹脂、水ガラス、脱水ケーキ等を挙げることができる。また、フラックス成分としては、例えば、酸化カルシウム、水酸化カルシウム、炭酸カルシウム、二酸化珪素等を挙げることができる。

【0040】

下記表1に、混合・混練処理工程S1にて混合する、一部の原料粉末の組成（重量%）の一例を示す。なお、原料粉末の組成としてはこれに限定されない。

【0041】

【表1】

原料粉末[重量%]	Ni	Fe ₂ O ₃	C
ニッケル酸化鉱石	1~2	50~60	—
炭素質還元剤	—	—	≒85
鉄鉱石	—	80~95	—

【0042】

（2）混練工程

混練工程S12では、混合工程S11によって得られた混合物に対して混練を行う。

【0043】

ここで、原料粉末を含む混合物を混練することによって、その混練時に混合物にせん断力が加えられることになる。すると、混合物を構成する粒子同士の接触面積が増し、各々の粒子の密着性を上ゲルことができ、後述する還元工程S3において還元反応を起こり易くすることができる。これにより、還元反応に要する時間を短くことができ、ニッケル酸化鉱の製錬における生産性をより高めることができる。

【0044】

また、原料粉末を含む混合物を混練することで加えられるせん断力によって、炭素質還元剤や原料粉末等の凝集が解けて、混合物の粒子の間に形成される空隙を減少させることができ、還元反応をより均一に進行させることができる。これにより、還元反応後における品質のばらつきを低減させ、高品質のフェロニッケルを作製することができる。

【0045】

10

20

30

40

50

混練工程 S 1 2 における混練は、混合工程 S 1 1 によって得られた混合物を、ブラベンダー等のバッチ式ニーダー、パンバリーミキサー、ヘンシェルミキサー、ヘリカルローター、ロール、一軸混練機、二軸混練機等を用いて行うことができる。ニーダー等のバッチ式の混練機を用いて混練してよく、また、二軸混練機等の連続式の混練機を用いて混練してもよい。

【 0 0 4 6 】

また、混練工程 S 1 2 における混練として、上述したように一軸押出機、二軸押出機等の押出機を用いて混合物を押し出してもよく、この場合、後述する混合物成形工程 S 2 による成形を兼ねることもできる。押出機を用いて押し出すことで、より一層高い混練効果を得ることができる。また、混合物に対してさらに圧力が掛かることで、混合物を構成する粒子同士の接触面積をより増やすことができ、また、混合物の粒子の間に形成される空隙も減少するため、より一層高品質のフェロニッケルを効率よく作製することができる。

10

【 0 0 4 7 】

< 2 . 混合物成形工程 >

混合物成形工程 S 2 は、混合・混練処理工程 S 1 にて得られた原料粉末の混合物を成形し、必要に応じて乾燥させてペレットやブリケット等の成形物（以下においても、単に「ペレット」という場合がある。）を得る工程である。図 3 は、混合物成形工程 S 2 における処理の流れを示す処理フロー図である。

【 0 0 4 8 】

図 3 に示すように、混合物成形工程 S 2 は、酸化鋳石を含む原料の混合物を塊状物に成形する塊状化処理工程 S 2 1 と、得られた塊状物を乾燥する乾燥処理工程 S 2 2 とを有する。あるいは、酸化鋳石を含む原料の混合物や、塊状化処理工程 S 2 1 で得られる塊状物を、所定の還元用の容器に充填する容器充填工程 S 2 6 と、容器に充填された混合物や塊状物を乾燥する乾燥処理工程 S 2 2 と、を有する。

20

【 0 0 4 9 】

(1) 塊状化処理工程

塊状化処理工程 S 2 1 は、混合・混練処理工程 S 1 にて得られた、酸化鋳石を含む原料の混合物を、所定の形状及び大きさの塊状物に成形する工程である。

【 0 0 5 0 】

成形後の塊状物の形状は、特に限定されないが、例えば立方体、直方体、円柱又は球の形状に成形することができる。混合物を立方体、直方体、円柱又は球の形状に成形することで、混合物の成形が容易になるため、成形にかかるコストを抑えることができる。また、成形する形状が複雑でないため、成形不良の発生を低減することができる。

30

【 0 0 5 1 】

塊状化処理工程 S 2 1 では、必要に応じて塊状化に必要な水分を混合物に添加した上で、例えば塊状物製造装置（圧縮成形機、押出成形機等）等を使用して混合物を塊状物に成形することができる。このとき、混合物をペレット状やブリケット状に成形してもよく、特に球状のペレット状に成形する場合には、パン型等の造粒機を使用してもよい。

【 0 0 5 2 】

塊状物製造装置としては、特に限定されないが、上述の混練工程 S 1 2 に用いられる混練と、塊状化処理工程 S 2 1 における成形とを一台の装置で行える観点から、高圧、高せん断力で混合物を混練して成形できるものであることが好ましい。その中でも特に、二軸スクリュートタイプの混練機（二軸混練機）を備えたものであることが好ましい。高圧、高せん断で混合物を混練することにより、効果的に混練することができ、且つ、得られる塊状物の強度を高めることができる。また、二軸混練機を備えたものを用いることにより、高圧、高せん断で混練できるだけでなく、連続的に高い生産性を保ちながら塊状物を製造することができる。

40

【 0 0 5 3 】

(2) 容器充填工程

一方、容器充填工程 S 2 6 は、混合・混練処理工程 S 1 で得られた混合物や、塊状化処理

50

工程 S 2 1 にて得られた塊状物を、所定の還元用の容器に充填する工程である。混合物や塊状物を容器に入れることで、さらに取扱いし易くすることができ、また効率的に還元反応を進めることができる。なお、混合物や塊状物を容器に充填するにあたっては、混合物や塊状物に対して乾燥処理を施した後で容器充填工程 S 2 6 を行い、乾燥後の混合物や塊状物を容器に充填してもよい。

【 0 0 5 4 】

容器充填工程 S 2 6 で混合物や塊状物を充填する容器は、混合物や塊状物を保持する空洞部分を有する。ここで、容器の空洞部分の形状は、特に限定されないが、例えば、容器の開口を含む平面と、内壁面とによって、立方体、直方体又は円柱の形状が構成されていてもよい。

10

【 0 0 5 5 】

また、空洞部分の大きさは、とくに限定されないが、例えば直方体又は立方体の形状であれば、底面の内寸が、縦横ともに 5 0 mm 以上 1 0 0 0 mm 以下であり、高さの内寸が 5 mm 以上 5 0 0 mm 以下であることが好ましい。このような形状とすることにより、還元工程における生産性を高めることができ、また、還元反応後における品質のばらつきを低減させることができる。

【 0 0 5 6 】

容器の材質は、特に限定されないが、容器に収容された混合物や塊状物に対して還元処理時に悪影響をもたらさず、その還元反応を効率的に進行させることができる材質からなるものを用いることが好ましい。具体的には、黒鉛製のるつぼ、セラミックや金属からなるもの等を用いることができる。

20

【 0 0 5 7 】

混合物や塊状物の容器への充填は、混合物や塊状物と容器との間に隙間や空間ができないように行うことが好ましく、また、充填後にプレス等を行って混合物を押し固めることが好ましい。このように混合物や塊状物を押し固めて容器に詰め込むことで、容器における混合物や塊状物の充填率を高めることができ、また、混合物や塊状物の充填具合が均一化することで、フェロニッケルの品質のばらつきをより小さくすることができる。

【 0 0 5 8 】

また、混合物や塊状物の容器への充填は、混練機から供給される混合物や塊状物を、そのまま容器に供給することによって行ってもよい。

30

【 0 0 5 9 】

混合物や塊状物を充填した容器には、蓋をしてもよい。特に、容器に蓋をして還元加熱処理を施した場合、より効率的に還元反応が進行するようになり、ニッケルのメタル化を促進させることができる。なお、蓋の材質は、容器の本体と同じ材質を用いることが好ましい。また、蓋を設けた場合でも、必ずしも密栓状態にする必要はない。

【 0 0 6 0 】

容器充填工程 S 2 6 にて容器に充填された混合物や塊状物は、容器に充填された状態で、後述する還元処理が施される。このように、混合物や塊状物を容器に充填し、その状態で還元処理（還元工程 S 3 における処理）を施すようにすることで、容器に充填された混合物や塊状物の表面に近い部分、すなわち容器の内壁面や、雰囲気に出ている部分にメタルシェルが形成され、その後、メタルシェルの内部にメタルが生成していくことになる。その結果、メタルシェル内では、より多量のフェロニッケルメタルが下部に沈降して生成されるため、その後の分離工程 S 4 において磁選等の処理によりメタルを分離回収し易くすることができ、それにより高い回収率でフェロニッケルを回収することができる。

40

【 0 0 6 1 】

（ 3 ）乾燥処理工程

乾燥処理工程 S 2 2 は、塊状化処理工程 S 2 1 にて得られた塊状物や、還元炉に装入する前の混合物を乾燥処理する工程である。ここで、還元炉に装入する前の混合物は、容器に充填する前の混合物や、容器に充填された後の混合物であってもよい。

【 0 0 6 2 】

50

塊状物や混合物に過剰に水分が含まれている場合、塊状物や混合物を急激に還元温度まで昇温すると、水分が一気に気化し膨張して、塊状物や、混合物を保持する容器等を破壊することがある。そのため、混合物や塊状物に対して乾燥処理を施し、例えば混合物や塊状物における固形分が70重量%程度で、水分が30重量%程度となるようにすることで、次工程の還元工程S3における還元加熱処理において、塊状物から得られるペレットや、混合物を保持する容器が崩壊することを防ぐことができ、それにより還元炉からの取り出しが困難になることを防ぐことができる。

【0063】

具体的に、乾燥処理工程S22における、塊状物や混合物に対する乾燥処理としては、特に限定されないが、例えば300～400の熱風を塊状物や混合物に対して吹き付けて乾燥させる。このとき、塊状物や混合物の表面温度が100未満になるようにすることで、ペレットを破壊され難くすることができる。

10

【0064】

ここで、特に体積の大きな塊状物や混合物を乾燥させる場合、乾燥前や乾燥後の塊状物や混合物に、ひびや割れが入っていてもよい。塊状物や混合物の体積が大きい場合には、還元時に塊状物や混合物が熔融して収縮するため、ひびや割れが生じることが多い。しかしながら、塊状物や混合物の体積が大きい場合には、ひびや割れによって生じる、表面積の増加等の影響は僅かであるため、大きな問題は生じ難い。また、還元前の塊状物や混合物にひびや割れがあってもよい。

20

【0065】

なお、還元炉でのペレットや容器の取り扱い時や還元加熱処理時に、ペレットや容器に破壊が生じない態様となっていれば、乾燥処理工程S22における乾燥処理を省略してもよい。

【0066】

下記表2に、乾燥処理後の塊状物からなるペレットや、乾燥処理後の混合物における、固形分中組成（重量部）の一例を示す。なお、ペレットや混合物の組成としては、これに限定されるものではない。

【0067】

【表2】

乾燥後ペレット 固形分の組成 〔重量部〕	Ni	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	CaO	Al ₂ O ₃	MgO	バインダー	その他
	0.5～1.5	50～60	8～15	4～8	1～6	2～7	1程度	残部

30

【0068】

< 3 . 還元工程 >

還元工程S3では、混合・混練処理工程S1で得られた混合物や、混合物を成形したペレットを還元炉に装入して、所定の還元温度に還元加熱する。また、混合物を充填した容器を還元炉に装入して、所定の還元温度に還元加熱してもよい。このようにして、混合物やペレットに対して加熱処理することにより、製錬反応（還元反応）が進行して、メタルとスラグとが生成する。

40

【0069】

還元炉への混合物やペレットの装入は、混合物やペレットを、所定の温度に加熱した還元炉のうち混合物やペレットを装入する所定の箇所、例えば炉床に装入することで行うことができる。ここで、ブリケット状の混合物やペレットを1個装入してもよく、より小型の混合物やペレットを複数並べて装入してもよい。また、ブリケット状の混合物やペレットを2段以上重ねて装入してもよい。

【0070】

還元炉に混合物やペレットを装入する際、予め還元炉の炉床に炭素質還元剤（以下、「炉床炭素質還元剤」ともいう）を敷き詰めて、その敷き詰められた炉床炭素質還元剤の上に

50

混合物やペレットを載置してもよい。また、混合物やペレットを還元炉に装入した後、炭素質還元剤を用いて混合物やペレットを覆い隠す状態にすることもできる。このように、炉床に炭素質還元剤が敷き詰められた還元炉に混合物やペレットを装入し、又は、混合物やペレットを覆い隠すように炭素質還元剤で包囲させた状態で還元加熱処理を施すことで、混合物やペレットの崩壊を抑制しながら、製錬反応をより速く進行させることができる。

【 0 0 7 1 】

他方で、混合物やペレットは表面から加熱され、還元反応は表面付近から内部に向かって進むため、炉床炭素質還元剤を敷き詰めなくてもよく、炭素質還元剤を用いて混合物やペレットを覆い隠さなくてもよい。特に、本実施の形態によれば、混合・混練処理工程 S 1 における混練を十分に行うことで、混合物やペレットの形状によらずに表面にメタルシェルを生成し易くすることができる。また、本実施の形態によれば、混合・混練処理工程 S 1 における混練を十分に行うことで混合物やペレットの内部に均一に反応が起こるため、混合物やペレットの表面にメタルシェルを生成させなくてもよい。

10

【 0 0 7 2 】

還元工程 S 3 における還元温度の下限は、好ましくは 1 2 0 0 、より好ましくは 1 2 5 0 にすることができる。他方で、還元工程 S 3 における還元温度の上限は、好ましくは 1 4 5 0 、より好ましくは 1 4 0 0 にすることができる。なお、本実施の形態における「還元温度」は、炉内において温度が最も高くなる部分の温度を意味する。例えば、移動炉床炉の場合、幅方向（炉床移動方向に対して直角に交わる方向であり、塊状物が置かれる面内にある方向）において実質的に中心になる箇所における温度である。特に、ロータリーハース炉等の回転炉床炉の場合であれば、幅方向（回転炉床の中心軸からの径方向であり、混合物やペレットが置かれる面内にある方向）における中心付近の温度である。

20

【 0 0 7 3 】

還元工程 S 3 において所定の還元温度に達すると、例えば 1 分程度のわずかな時間で、先ず還元反応の進みやすい、混合物やペレットの表面近傍において、酸化ニッケル及び酸化鉄が還元されメタル化して、鉄 - ニッケル合金（フェロニッケル）となり、シェル（以下、「殻」ともいう）を形成する。一方で、殻の中では、その殻の形成に伴って混合物やペレットに含まれるスラグ成分が徐々に熔融して液相のスラグが生成する。これにより、混合物やペレットの中で、フェロニッケル等の合金や金属からなるメタル（以下、単に「メタル」という）と、酸化物からなるスラグ（以下、単に「スラグ」という）とが分かれて生成する。

30

【 0 0 7 4 】

そして、還元工程 S 3 における処理時間が 1 0 分程度経過すると、還元反応に関与しない余剰の炭素質還元剤の炭素成分が、鉄 - ニッケル合金に取り込まれて融点を低下させる。その結果、鉄 - ニッケル合金は溶解して液相となる。

【 0 0 7 5 】

還元工程 S 3 における処理時間は、還元炉の温度に応じて設定されるが、1 0 分以上であることが好ましく、1 5 分以上であることがより好ましい。他方で、還元加熱処理を行う時間の上限は、製造コストの上昇を抑える観点から、6 0 分以下としてもよく、5 0 分以下としてもよい。

40

【 0 0 7 6 】

本実施の形態においては、還元反応が理想的に進行した場合、還元加熱処理を行った後の混合物、すなわち、ペレットや容器に充填された混合物は、大きな塊のメタルとスラグとの混成物になる。このとき、大きな塊のメタルが形成されることで、還元炉から回収する際における回収の手間を低減させることができ、また、メタル回収率の低下を抑えることができる。

【 0 0 7 7 】

特に、本実施の形態の方法によれば、混練を行うことによって得られた混合物や、その混合物からなるペレットに対して還元加熱処理を行うことで、組成のばらつきが実質的になく、原料の粒子が密着した混合物やペレットに対して還元加熱処理を行うことができ、還

50

元反応が均一に起こり易くなる。そのため、従来から言われているように混合物やペレットの表面にメタルシェルを生成し、メタルシェルの内部で時間をかけて反応させて均一化する必要がなくなる。よって、混合物やペレットの表面にメタルシェルを生成させなくても、還元反応を均一に進めることで、フェロニッケルを作製することができる。

【 0 0 7 8 】

上述したように、還元加熱処理によって、混合物やペレットの内部に形成されるスラグは熔融して液相となっているが、既に分離して生成したメタルとスラグとは混ざり合うことがなく、その後の冷却によってメタル固相とスラグ固相との別相として混在する混在物となる。この混在物の体積は、装入する混合物やペレットと比較すると、50%～60%程度の体積に収縮している。

10

【 0 0 7 9 】

還元加熱処理に用いる還元炉としては、特に限定されないが、移動炉床炉を用いることが好ましい。還元炉として移動炉床炉を使用することにより、連続的に還元反応が進行し、一つの設備で反応を完結させることができ、各工程における処理を別々の炉を用いて行うよりも処理温度の制御を的確に行うことができる。さらに、各処理間でのヒートロスが低減して、より効率的な操業が可能となる。つまり、別々の炉を使用した反応を行った場合、混合物やペレットを、炉と炉との間を移動させる際に、温度が低下してヒートロスが生じ、また反応雰囲気に変化を生じさせてしまうため、炉に再装入したときに即座に反応が進まない。これに対して、移動炉床炉を使用して一つの設備で各処理を行うことで、ヒートロスが低減されるとともに炉内雰囲気も的確に制御できるため、反応をより効果的に進行させることができる。これらのことにより、より効果的に、ニッケル品位が高い鉄 - ニッケル合金を得ることができる。

20

【 0 0 8 0 】

移動炉床炉としては、特に限定されず、回転炉床炉や、ローラーハースキルン等を用いることができる。このうち回転炉床炉としては、例えば、円形状であって複数の処理領域に区分けされた回転炉床炉（ロータリーハース炉）を用いることができる。この回転炉床炉では、所定の方向に回転しながら、各領域においてそれぞれの処理を行う。このとき、各領域を通過する際の時間（移動時間、回転時間）を制御することで、それぞれの領域での処理温度を調整することができ、回転炉床が1回転するごとに混合物が製錬処理される。

【 0 0 8 1 】

30

< 4 . 分離工程 >

分離工程 S 4 では、還元工程 S 3 にて生成したメタルとスラグとを分離してメタルを回収する。具体的には、容器に收容された混合物や、ペレットに対する還元加熱処理によって得られた、メタル相（メタル固相）とスラグ相（スラグ固相）とを含む混在物から、メタル相を分離して回収する。

【 0 0 8 2 】

固体として得られたメタル相とスラグ相との混在物からメタル相とスラグ相とを分離する方法としては、例えば、篩い分けによる不要物の除去に加えて、比重による分離や、磁力による分離等の方法を利用することができる。

【 0 0 8 3 】

40

また、得られたメタル相とスラグ相は、濡れ性が悪いことから容易に分離することができ、上述した還元工程 S 3 によって得られる大きな混在物に対して、例えば、所定の落差を設けて落下させ、あるいは篩い分けの際に所定の振動を与える等の衝撃を付与することで、その混在物から、メタル相とスラグ相とを容易に分離することができる。

【 0 0 8 4 】

特に、本実施の形態では、混合・混練処理工程 S 1 において、酸化鉱石と炭素質還元剤とを混合及び混練することにより、酸化鉱石と炭素質還元剤とがより広い面積で接触し易くなる。これにより、酸化鉱石の炭素質還元剤を用いた還元反応を進め易くできるため、ニッケル酸化鉱石を効率よく精錬することができる。

【 0 0 8 5 】

50

このようにしてメタル相とスラグ相とを分離することによって、メタル相を回収する。

【実施例】

【００８６】

以下、本発明の実施例を示してより具体的に説明するが、本発明は以下の実施例に何ら限定されるものではない。

【００８７】

〔原料粉末の混合及び混練〕

原料鉱石としてのニッケル酸化鉱と、鉄鉱石と、フラックス成分である珪砂及び石灰石、バインダー、及び炭素質還元剤（石炭粉、炭素含有量：８５重量％、平均粒径：約２００μm）を、適量の水を添加しながら混合機を用いて混合して混合物を得た。炭素質還元剤は、原料鉱石であるニッケル酸化鉱に含まれる酸化ニッケルと酸化鉄（ Fe_2O_3 ）とを過不足なく還元するのに必要な量を１００％としたときに、２０．０％の割合となる量で含有させた。

【００８８】

次に、得られた混合物から６個の試料を取り分け、実施例１～４の試料について、二軸混練機（機種名：HYPERKTX、株式会社神戸製鋼所製）を用いて混練した。このうち、実施例３、４の試料については、混練後の試料を二軸混練機から押し出した。これらの混練及び押し出しによって、混練及び押し出し後の試料の形状が、 15 ± 1.5 mmの球状となるように成形した。次いで、実施例２、４の試料については、底面の内寸直径が１００mmであり、高さの内寸が３０mmである、耐熱磁器製の円柱形状の容器に充填し、手作業により混合物を押し込めて隙間や空間ができないようにした。

【００８９】

他方で、比較例１の試料については、混合物を手ごねすることにより、 15 ± 1.5 mmの球状に成形した。すなわち、混練は行わなかった。また、比較例２の試料についても、混練することなく、パン型造粒機を用いて 15 ± 1.5 mmの球状に成形した。そして、比較例１、２の試料について、実施例２、４と同様の容器に充填し、手作業により混合物を押し込めて隙間や空間ができないようにした。

【００９０】

次に、実施例１～４と比較例１～２の試料の各々に対して、固形分が７０重量％程度、水分が３０重量％程度となるように、３００～４００の熱風を吹き付けて乾燥処理を施した。下記表３に、乾燥処理後の混合物（ペレット）の固形分組成（炭素を除く）を示す。

【００９１】

【表３】

乾燥後ペレット 固形分の組成 〔重量部〕	Ni	Fe_2O_3	SiO_2	CaO	Al_2O_3	MgO	その他
	1.6	53.3	14.0	5.4	3.2	5.7	バインダー、 炭素質還元剤、等

【００９２】

〔混合物に対する還元加熱処理〕

乾燥処理後に得られるペレットを、実質的に酸素を含まない窒素雰囲気にした還元炉に各々装入した。ペレットの還元炉への装入は、予め還元炉の炉床に灰（主成分は SiO_2 であり、その他の成分として Al_2O_3 、MgO等の酸化物を少量含有する）を敷き詰め、その上にペレットを載置することで行った。なお、装入時の温度条件は、 500 ± 20 とした。

【００９３】

次に、炉内に装入されたペレットの表面のうち、温度が最も高くなる部分の温度（還元温度）が１４００になるまで還元炉を昇温させ、ペレットに対して還元加熱処理を施した。還元加熱処理による処理時間は、１５分間とした。還元処理後は、窒素雰囲気中で速や

かに室温まで冷却して、試料を大気中へ取り出した。

【 0 0 9 4 】

還元加熱処理後の各試料について、ニッケルメタル化率、メタル中ニッケル含有率を、ICP発光分光分析器（SHIMADZU S - 8 1 0 0 型）により分析して算出した。

【 0 0 9 5 】

ニッケルメタル化率、メタル中のニッケル含有率は、以下の式により算出した。

ニッケルメタル化率 =

混合物中のメタル化したNi量 ÷ (混合物中の全てのNi量) × 100 (%)

メタル中のニッケル含有率 =

混合物中のメタル化したNi量 ÷ (混合物中のメタルしたNiとFeの合計量)

× 100 (%)

【 0 0 9 6 】

下記表4に、それぞれの試料における、ニッケルメタル化率、メタル中のニッケル含有率を示す。

【 0 0 9 7 】

【表4】

試料	混練	押出	容器への 充填の有無	Niメタル 化率 [%]	メタル中 Ni含有量 [%]
実施例1	有	無	無	98.7	19.0
実施例2	有	無	有	98.9	19.3
実施例3	有	有	無	99.3	19.5
実施例4	有	有	有	99.5	20.1
比較例1	無	無	有	94.7	18.2
比較例2	無	無	有	94.1	18.0

【 0 0 9 8 】

表4の結果に示されるように、ニッケル酸化亜を含む混合物に対して混練を行うことで、ニッケルメタル化率は98.7%以上と高く、メタル中のニッケル含有量も19.0%以上と高い、高品位のフェロニッケルを製造することができることが分かった（実施例1～実施例4）。特に、混練後の試料を二軸混練機から押し出した実施例3、4では、ニッケルメタル化率は99.3%以上と高く、メタル中のニッケル含有量も19.5%以上と高い、より高品位のフェロニッケルを製造することができることが分かった。

【 0 0 9 9 】

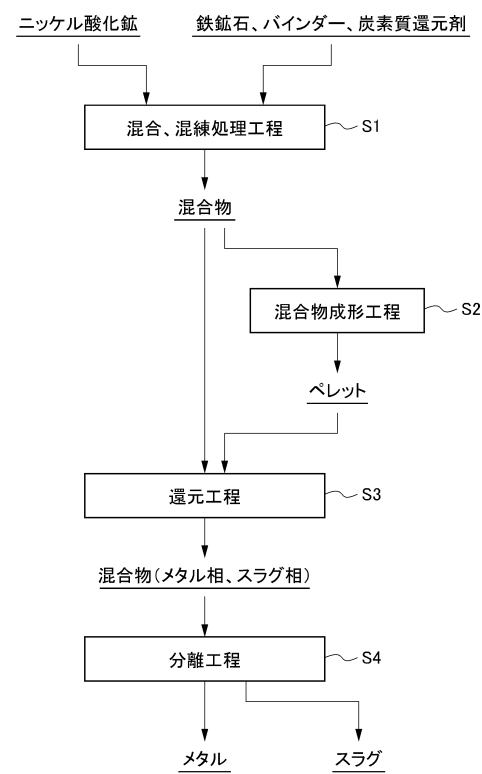
このように、高品位のフェロニッケルを製造することができた理由としては、ニッケル酸化亜を含む混合物に対して混練を行うことで、均一で安定した還元反応が進行するようになったことが考えられる。

【 0 1 0 0 】

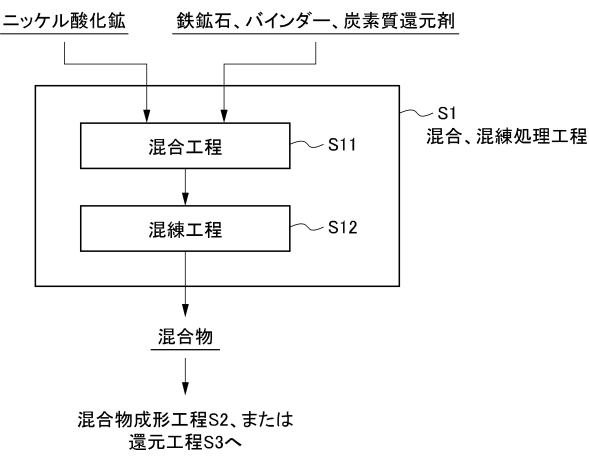
これに対して、比較例1～比較例2の結果に示されるように、ニッケル酸化亜を含む混合物に対して混練を行わずに還元処理を行った場合、ニッケルメタル化率は高くても94.7%であり、メタル中ニッケル含有量は高くても18.2%であり、いずれも実施例と比較して低い値であった。

【図面】

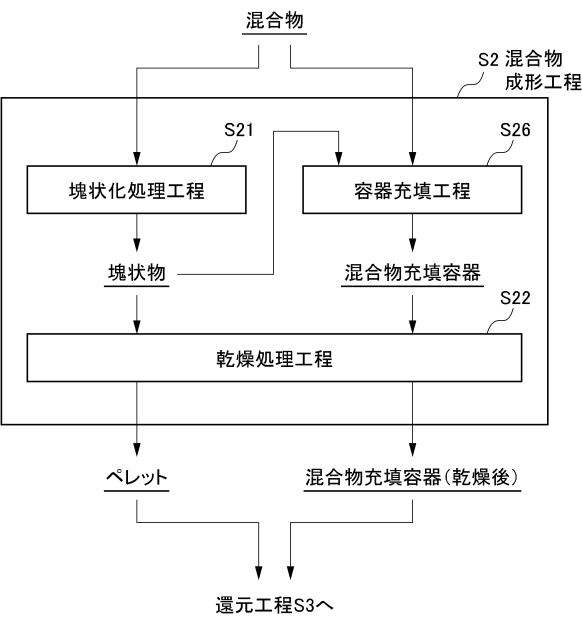
【図 1】



【図 2】



【図 3】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

属鋳山株式会社 新居浜研究所内

(72)発明者 岡田 修二

愛媛県新居浜市磯浦町 1 7 - 5 住友金属鋳山株式会社 新居浜研究所内

審査官 中西 哲也

(56)参考文献 国際公開第 2 0 1 6 / 0 1 7 3 4 8 (W O , A 1)

特開平 1 0 - 0 3 0 1 0 6 (J P , A)

特開 2 0 0 1 - 0 9 8 3 1 3 (J P , A)

特開平 0 7 - 2 8 6 2 0 5 (J P , A)

特開平 1 1 - 0 9 2 8 1 0 (J P , A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., D B 名)

C 2 2 B 1 / 0 0 - 6 1 / 0 0

B 2 2 F 1 / 0 0 - 9 / 3 0