



PCT

(10) 国際公開番号

WO 2006/080565 A1

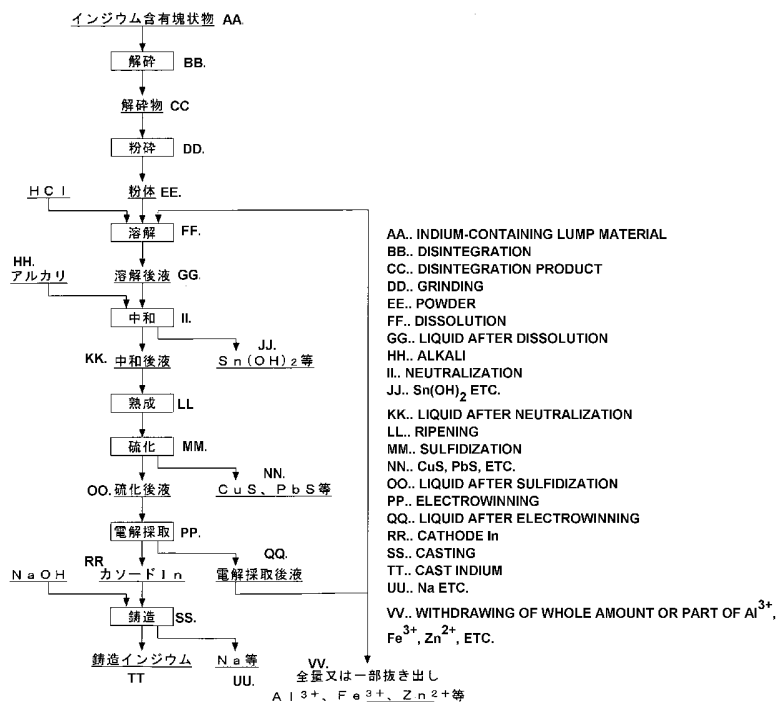
(43) 国際公開日
2006 年 8 月 3 日 (03.08.2006)

- | | |
|--|--|
| <p>(51) 国際特許分類:
 <i>C22B 58/00</i> (2006.01) <i>C22C 28/00</i> (2006.01)
 <i>C22B 3/44</i> (2006.01) <i>C25C 1/22</i> (2006.01)
 <i>C22B 7/00</i> (2006.01)</p> <p>(21) 国際出願番号: PCT/JP2006/301819</p> <p>(22) 国際出願日: 2006 年 1 月 27 日 (27.01.2006)</p> <p>(25) 国際出願の言語: 日本語</p> <p>(26) 国際公開の言語: 日本語</p> <p>(30) 優先権データ:
 特願2005-022836 2005 年 1 月 31 日 (31.01.2005) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 同和
 鉱業株式会社 (DOWA MINING CO.,LTD.) [JP/JP]; 〒
 1008282 東京都千代田区丸の内 1 丁目 8 番 2 号 Tokyo
 (JP).</p> <p>(72) 発明者; および</p> <p>(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 中村 譲 (NAKA-
 MURA, Yuzuru) [JP/JP]; 〒0100001 秋田県秋田市中</p> | <p>通 6-4-39-203 Akita (JP). 小笠原 滋 (OGA-
 SAWARA, Shigeru) [JP/JP]; 〒0100126 秋田県秋田市
 金足追分字海老穴 2 2 4-3 5 Akita (JP). 小森 淳
 (KOMORI, Atsushi) [JP/JP]; 〒0101613 秋田県秋田市
 新屋朝日町 1 4-3 1 Akita (JP). 青崎 寿 (AOSAKI,
 Hitoshi) [JP/JP]; 〒0110943 秋田県秋田市土崎港南
 3-1-4 6 Akita (JP). 塚田 晃 (TSUKADA, Akira)
 [JP/JP]; 〒0101654 秋田県秋田市浜田字家後 6 2 Akita
 (JP).</p> <p>(74) 代理人: 大川 浩一 (OKAWA, Koichi); 〒1040032 東京
 都中央区八丁堀 2-1 4-6 青柳ビル 大川国際特
 許事務所 Tokyo (JP).</p> <p>(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, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR,
 BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,
 DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU,
 ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR,
 LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX,
 MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU,</p> |
|--|--|

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR RECOVERING INDIUM

(54) 発明の名称: インジウムの回収方法



(57) Abstract: This invention provides a method for recovering indium which can recover high-purity indium in a simple process at low cost in a short time with high recovery. High-purity indium is recovered by disintegrating an indium-containing material such as an ITO target scrap, then grinding the material to such a level that the proportion of coarse particles having a diameter larger than a predetermined particle diameter is a predetermined value or less, then dissolving the particles in an

[続葉有]

WO 2006/080565 A1



SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, 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, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

規則4.17に規定する申立て:

- 出願し及び特許を与えられる出願人の資格に関する申立て (規則4.17(ii))
- 先の出願に基づく優先権を主張する出願人の資格に関する申立て (規則4.17(iii))

添付公開書類:

- 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

acid, adding an alkali to the resultant solution to adjust pH to 0.5 to 4, subjecting the solution to ripening at a temperature of 60 to 70°C for 3 hr or longer, precipitating and removing as a hydroxide predetermined metal ions in the solution, then blowing hydrogen sulfide gas into the solution, precipitating and removing as a sulfide metal ions harmful in electrolysis in the next step, and then electrowinning an indium metal using this solution as an electrolysis solution.

(57) 要約: 簡単な工程で、安価に、短時間で且つ高回収率で高純度のインジウムを回収することができる、インジウム回収方法を提供する。ITOターゲット層などのインジウム含有物を解砕した後、所定の粒径より大きい粗粒が所定の割合以下になるまで粉砕し、その後、酸で溶解し、この溶解液にアルカリを加えてpHが0.5~4になるように中和し、60~70°Cの温度で3時間以上熟成させ、溶解液中の所定の金属イオンを水酸化物として析出させて除去し、次いで、これに硫化水素ガスを吹き込み、次工程の電解に有害な金属イオンを硫化物として析出除去した後、この溶解液を電解液としてインジウムメタルを電解採取することにより、高純度のインジウムを回収する。

明細書

インジウムの回収方法

5

技術分野

本発明は、インジウムの回収方法に関し、特に、酸化インジウム錫（ITO）ターゲット層などのインジウム含有物からインジウムメタルを回収する方法に関する。

10

背景技術

近年の液晶技術の急速な進展により、液晶の透明導電膜として使用されるITO膜の需要が著しく増加しており、このITO膜の製造原料として使用されるITOターゲット材の使用量も著しく増加している。

従来、ITOターゲット層などのインジウム含有物からインジウムを回収する方法として、溶媒抽出法を利用した方法が提案されている（例えば、特開平8-91838号公報参照）。しかし、この方法では、抽出と逆抽出を繰り返すため工程が複雑になり、また、高価な溶媒を使用するためコストが高くなる。また、インジウム含有物を塩酸または塩酸と硫酸の混酸に溶解し、この溶解液に金属インジウム板を投入して液中の不純物イオンを置換析出させて除去し、
15 次いで、この溶解液を電解液としてインジウムメタルを電解採取する方法も提案されている（例えば、特開平10-204673号公報参照）。この方法は、工程が簡単ではあるが、置換析出によって除去し得る不純物イオン濃度に限界があり、得られるインジウムメタルの純度は99.99%程度に過ぎない。

このような従来のインジウムの回収方法の問題を解消するために、インジウム含有物を塩酸で溶解し、この溶解液にアルカリを加えてpHが0.5～4になるように中和し、溶解液中の所定の金属イオンを水酸化物として析出させて除去し、次いで、硫化水素ガスを吹き込んで、電解に有害な金属イオンを硫化物として析出除去した後、この溶解液を電解元液としてインジウムメタルを電解採取する方法が提案されている（例えば、特開2000-169991号公

報参照)。この方法は、簡単な工程で且つ安価に99.999%以上の高純度のインジウムを回収できるので、ITOターゲット屑などのリサイクル法として極めて有用な方法である。

- しかし、ITOターゲット屑などのインジウム含有物は、インジウムの含有
- 5 量や、形状や大きさなどが一定ではないので、特開2000-169991号公報の方法においてリサイクル原料としてそのまま使用するには適当でない。特に、原料の形状や大きさにより、インジウム含有物を塩酸で溶解する溶解工程の処理時間が長くなったり、浸出率が低くなったりして、溶解工程の処理時間と浸出率が変動する。溶解工程の処理時間を短くすることを優先すると、浸
- 10 出率が低くなり、浸出率を向上させるために循環または再処理ラインを別途設ける必要がある。一方、溶解工程における浸出率(回収率)を優先すると、所望の浸出率にするために長時間を要する。そのため、特許文献3の方法を工業的に利用するためには、溶解工程の処理時間を短くし且つ浸出率を向上させる
- 15 により、短時間で且つ高回収率でインジウムを回収することができるようにする必要がある。また、特開2000-169991号公報の方法では、電解採取したインジウムメタルに含まれる錫の量が1ppm程度あり、この錫の量をさらに低減することが望まれている。

発明の開示

- 20 したがって、本発明は、このような従来の問題点に鑑み、簡単な工程で、安価に、短時間で且つ高回収率で高純度のインジウムを回収することができる、インジウム回収方法を提供することを目的とする。

- 本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究した結果、インジウム含有物を所定の粒径より大きい粗粒が所定の割合以下になるまで粉砕した後に
- 25 酸で溶解するとともに、中和した後に所定の温度で所定時間熟成させれば、溶解工程の処理時間を短くし且つ浸出率を向上させることができるとともに、中和殿物を安定化させて電解採取したインジウムメタルに含まれる錫の量を低減することができ、簡単な工程で、安価に、短時間で且つ高回収率で高純度のインジウムを回収可能なインジウムの回収方法を提供することができること

を見出し、本発明を完成するに至った。

- すなわち、本発明によるインジウムの回収方法は、インジウム含有物を所定の粒径より大きい粗粒が所定の割合以下になるまで粉砕する粉砕工程と、得られた粉体を塩酸、硫酸または硝酸などの酸で溶解する溶解工程と、得られた溶
- 5 解液にアルカリを加えてpHが0.5～4になるように中和し、溶解液中の所定の金属イオンを水酸化物として析出させて除去する中和工程と、得られた中和後液を所定の温度で所定時間熟成させる熟成工程と、得られた熟成後液に硫化水素ガスを吹き込み、金属イオンを硫化物として析出除去する硫化工程と、得られた硫化後液を電解元液としてインジウムメタルを電解採取する電解採
- 10 取工程とを含むことを特徴とする。このインジウムの回収方法の粉砕工程において、所定の粒径は、好ましくは $150\mu\text{m}$ であり、所定の割合は、好ましくは10%、さらに好ましくは5%、最も好ましくは実質的に0%である。また、熟成工程において、所定の温度は、好ましくは常温から 80°C 、さらに好ましくは $40\sim 70^{\circ}\text{C}$ 、最も好ましくは $60\sim 70^{\circ}\text{C}$ であり、所定時間は、好まし
- 15 くは2時間以上、さらに好ましくは3時間以上である。なお、上記のインジウムの回収方法は、粉砕工程後、溶解工程前に、所定の粒径より大きい粗粒を分級により除去する分級工程を含んでもよい。また、インジウム含有物がITOターゲット屑であるのが好ましい。

- また、本発明によるインジウムは、純度が99.999%以上であり且つ錫
- 20 の含有量が0.5ppm以下、好ましくは0.1ppm以下であること、あるいは、酸化インジウム錫を原料として電解採取により得られ且つ錫の含有量が0.5ppm以下、好ましくは0.1ppm以下であることを特徴とする。このようなインジウムは、上述した本発明によるインジウムの回収方法によって得ることができる。

- 25 本発明によれば、簡単な工程で、安価に、短時間で且つ高回収率で高純度のインジウムを回収することができる。

図面の簡単な説明

Fig. 1は、本発明のインジウム回収方法を示す工程図である。

Fig. 2は、実施例1、2および比較例1における浸出率の経時変化を示すグラフである。

Fig. 3は、実施例3および比較例2における浸出率の経時変化を示すグラフである。

- 5 Fig. 4は、実施例4および比較例3における浸出率の経時変化を示すグラフである。

発明を実施するための最良の形態

- 以下、図1の工程図を参照して、本発明によるインジウムの回収方法の実施
10 の形態について説明する。

- 図1に示すように、本発明によるインジウム回収方法の実施の形態では、ITOターゲット屑などのインジウム含有物を解砕した後、所定の粒径より大きい粗粒が所定の割合以下になるまで粉碎し、その後、塩酸で溶解し、この溶解液に苛性ソーダや炭酸ソーダなどのアルカリを加えてpHが0.5～4になる
15 ように中和し、所定の温度で所定時間熟成させ、溶解液中の所定の金属イオンを水酸化物として析出させて除去し、次いで、これに硫化水素ガスを吹き込み、次工程の電解に有害な金属イオンを硫化物として析出除去した後、この溶解液を電解液としてインジウムメタルを電解採取することにより、高純度のインジウムを回収する。

- 20 原料となるインジウム含有物としては、ITOターゲット屑が好ましいが、本発明によるインジウム回収方法の実施の形態では、様々なインジウム含有物を原料として使用することができる。原料の解砕および粉碎は、それぞれ解砕機および粉碎機によって行うことができる。粉碎により得られる粉体中の150 μ mより大きい粒子が10%以下であるのが好ましく、5%以下であるのが
25 さらに好ましく、実質的に0%であるのが最も好ましい。このように粉碎して粗粒の割合を少なくすることにより、原料と塩酸溶液との接触を良好にして、短時間で所望の浸出率を得ることができる。なお、このように粗粒を除去するために、例えば、篩い分けなどの分級を行ってもよい。

インジウム含有粉体を塩酸で溶解した後の溶解液の量は、インジウム濃度が

20～200 g/Lになるように調節し、溶解に使用する塩酸の量は、理論値の1.1～1.5倍当量であるのが好ましい。また、溶解を促進するために溶解液を加熱するのが好ましい。

- 5 アルカリを加えてpHが0.5～4になるように中和するのは、pHを4以下にすることによりインジウムの水酸化物の析出を防止し、pHを0.5以上とすることにより不純物イオンを加水分解させて水酸化物として析出させるためである。このアルカリの添加により、ITOターゲット屑中の主な不純物である錫の大部分を効率的に除去することができる。

- 10 中和後に熟成させるのは、中和殿物を安定化させるためである。熟成温度は、好ましくは常温から80℃、さらに好ましくは40～70℃、最も好ましくは60～70℃であり、熟成時間は、好ましくは2時間以上、さらに好ましくは3時間以上である。

- 析出した錫などの水酸化物をろ過して除去した後、硫化水素ガスの吹き込みにより、次工程の電解に有害な銅や鉛などの他に微量の錫を硫化物として析出
15 除去する。このようにして清浄になったインジウム溶解液を電解採取工程に送り、適当な電解条件で電解採取によりインジウムをメタルとして回収する。回収したインジウムメタルは不純物として電解液の成分であるナトリウムなどのアルカリ金属を含むので、固形苛性ソーダと共に加熱して混合・溶解し、アルカリ金属を熔融苛性ソーダ中に溶解除去した後、比重分離してメタル分を鑄
20 型に鑄込み、冷却し、高純度のインジウムを回収する。

電解採取後液は、塩酸と混合してインジウム含有粉体の溶解に再利用される。アルミニウムや鉄などのインジウムより卑な金属イオンが蓄積するのを防止するため、この電解採取後液の一部または全量を系外に抜き出すのが好ましい。

以下、本発明によるインジウムの回収方法の実施例について詳細に説明する。

25 実施例 1

インジウム400 g相当を含有するITOターゲット屑を解砕した後に、粉砕して150 μmより大きい粒子が4%程度の粉体を得た。この粉体を塩酸5モルに溶解して2 Lのインジウム溶解液を得た。この塩酸による溶解工程では、240分で浸出率が100%になった。このインジウム溶解液に苛性ソーダを

表 2

時間 (分)	比較例 1		実施例 1		実施例 2	
	150 μ m < : 86 %		150 μ m < : 4 %		150 μ m < : 0 %	
	I n (g/l)	浸出率(%)	I n (g/l)	浸出率(%)	I n (g/l)	浸出率(%)
0	0	0	0	0	0	0
30	70	35	133	66	159	79
60	120	60	179	89	192	96
90	140	70	191	95	197	98
120	146	73	195	97	201	100
180	148	74	198	99	201	100
240	151	75	200	100	201	100
360	155	77	200	100	201	100
480	160	79	201	100	201	100
600	163	81	200	100	201	100
720	164	81	200	100	201	100

なお、ITOターゲット屑中のインジウムの量は、ITOターゲット屑を粉砕して得られた粉体を塩酸と酒石酸に溶解し、誘導結合プラズマ質量分析装置

- 5 (ICP-Mass) により測定することにより求めた。また、粉体中の粗粒 (150 μ m より大きい粒子) の割合は、少量の粉体を分散媒 (ヘキサメタリン酸ナトリウム溶液 200 mL) 中に超音波分散させた後、レーザー回折式粒度分布測定装置 (堀場製作所製の型式 LA500) により粒度分布を測定した結果から粗粒分の割合を計算することにより求めた。

- 10 また、溶解液、中和後液および硫化後液の組成は、これらの液を採取して ICP-Mass により測定することにより求めた。また、電解採取メタルおよび鑄造インジウムの品位は、電解採取メタルおよび鑄造インジウムをそれぞれ硝酸に溶解し、ICP-Mass により測定することにより求めた。

- また、浸出率の経時変化は、経時的にサンプリングしたスラリーを固液分離
15 し、残渣と液を ICP-Mass により分析することにより求めた。固液分離後の液は、硝酸で希釈して分析サンプルとし、固液分離後の残渣は、乾燥させた後、硝酸と硫酸に溶解し、さらに過塩素酸を加えて溶解して分析サンプルとした。

実施例 2

粉砕により $150\text{ }\mu\text{m}$ より大きい粒子を含まない粉体を得た以外は実施例 1 と同様の方法により鑄造インジウムを回収した。この実施例では、塩酸の溶解工程において 120 分で浸出率が 100 % になった。また、電解採取メタルに含まれる錫の量は 0.1 ppm であった。なお、この実施例で得られた溶解液、中和後液および硫化後液の組成と、電解採取メタルおよび鑄造インジウムの品位を表 3 に示し、この実施例の浸出率と時間の関係を表 2 および図 2 に示す。

表 3

	I n	S n	C u	P b	N a	Z n	C r	N i	F e
溶解液 (g/l)	201	1.01	0.0026	0.0012	—	—	0.0013	<0.001	0.2000
中和後液 (g/l)	197	<0.001	0.0026	0.0012	—	—	0.0013	<0.001	0.0013
硫化後液 (g/l)	198	<0.001	<0.001	<0.001	—	—	0.0013	<0.001	<0.001
電解採取 メタル (ppm)	—	<0.1	<0.1	<0.1	36	<0.1	<0.1	0.6	<0.1
鑄造イン ジウム (ppm)	>99.999 (%)	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.2	<0.1

10

比較例 1

粉砕と熟成を行わなかった以外は実施例 1 と同様の方法により鑄造インジウムを回収した。この実施例では、塩酸に溶解する前に $150\text{ }\mu\text{m}$ より大きい粒子が約 86 % 含まれ、塩酸の溶解工程において 720 分を経過しても浸出率が 81 % にしかなかった。また、電解採取メタルに含まれる錫の量は 0.9 ppm であり、実施例 1 および 2 と比べて多かった。なお、この比較例で得られた溶解液、中和後液および硫化後液の組成と、電解採取メタルおよび鑄造インジウムの品位を表 4 に示し、この比較例の浸出率と時間の関係を表 2 および図 2 に示す。

20

表 4

	I n	S n	C u	P b	N a	Z n	C r	N i	F e
溶解液 (g/l)	164	1.08	0.0025	0.0012	—	—	0.0012	0.0010	0.2010
中和後液 (g/l)	160	<0.001	0.0025	0.0012	—	—	0.0012	0.0010	0.0024
硫化後液 (g/l)	160	<0.001	<0.001	<0.001	—	—	0.0012	0.0010	<0.001
電解採取 メタル (ppm)	—	0.9	<0.1	<0.1	40	<0.1	<0.1	0.7	<0.1
鑄造イン ジウム (ppm)	>99.999 (%)	0.9	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.5	<0.1

実施例 3、比較例 2

- 塩酸の代わりに硫酸を用いた以外は実施例 1 および比較例 1 と同様の方法
- 5 で溶解工程を行った。その結果、 $150\mu\text{m}$ より大きい粒子が 4 %程度の粉体を使用した実施例 3 では、240 分で浸出率が 99 %になったが、粉砕を行わなかった比較例 2 では、720 分を経過しても浸出率が 81 %にしかならなかった。これらの結果を表 5 に示す。

10

表 5

時間 (分)	比較例 2		実施例 3	
	$150\mu\text{m} < : 86\%$		$150\mu\text{m} < : 4\%$	
	I n (g/l)	浸出率(%)	I n (g/l)	浸出率(%)
0	0	0	0	0
30	69	34	132	65
60	119	59	177	88
90	139	69	189	94
120	144	72	193	96
180	147	73	196	98
240	149	74	198	99
360	153	76	198	99
480	158	79	198	99
600	161	80	198	99
720	162	81	198	99

実施例 4、比較例 3

塩酸の代わりに硝酸を用いた以外は実施例 1 および比較例 1 と同様の方法で溶解工程を行った。その結果、 $150\text{ }\mu\text{m}$ より大きい粒子が 4 % 程度の粉体を使用した実施例 4 では、360 分で浸出率が 97 % になったが、粉砕を行わ

5 なかった比較例 3 では、720 分を経過しても浸出率が 79 % にしかならなかった。これらの結果を表 6 に示す。

表 6

時間 (分)	比較例 3		実施例 4	
	$150\text{ }\mu\text{m} < : 86\%$		$150\text{ }\mu\text{m} < : 4\%$	
	I n (g/l)	浸出率(%)	I n (g/l)	浸出率(%)
0	0	0	0	0
30	68	34	129	64
60	117	58	173	86
90	136	67	185	92
120	141	70	189	94
180	143	71	192	95
240	146	73	194	96
360	150	74	194	97
480	154	77	194	97
600	157	78	194	97
720	158	79	194	97

請求の範囲

1. インジウム含有物を所定の粒径より大きい粗粒が所定の割合以下になるまで粉砕する粉砕工程と、得られた粉体を酸で溶解する溶解工程と、得られた溶
5 解液にアルカリを加えてpHが0.5～4になるように中和し、溶解液中の所定の金属イオンを水酸化物として析出させて除去する中和工程と、得られた中和後液を所定の温度で所定時間熟成させる熟成工程と、得られた熟成後液に硫化水素ガスを吹き込み、金属イオンを硫化物として析出除去する硫化工程と、得られた硫化後液を電解元液としてインジウムメタルを電解採取する電解採
10 取工程とを含むことを特徴とする、インジウムの回収方法。
2. 前記所定の粒径が150 μ mであることを特徴とする、請求項1に記載のインジウムの回収方法。
- 15 3. 前記所定の割合が10%であることを特徴とする、請求項1に記載のインジウムの回収方法。
4. 前記所定の温度が常温から80℃の温度であることを特徴とする、請求項1に記載のインジウムの回収方法。
- 20 5. 前記所定時間が2時間以上であることを特徴とする、請求項1に記載のインジウムの回収方法。
6. 前記粉砕工程後、前記溶解工程前に、前記所定の粒径より大きい粗粒を分
25 級により除去する分級工程を含むことを特徴とする、請求項1に記載のインジウムの回収方法。
7. 前記酸が、塩酸、硫酸および硝酸からなる群から選ばれる酸であることを特徴とする、請求項1に記載のインジウムの回収方法。

8. 前記インジウム含有物がITOターゲット層であることを特徴とする、請求項1に記載のインジウムの回収方法。

5 9. 純度が99.999%以上であり、錫の含有量が0.5ppm以下であることを特徴とする、インジウム。

10. 酸化インジウム錫を原料として電解採取により得られたインジウムであり、錫の含有量が0.5ppm以下であることを特徴とする、インジウム。

FIG.1

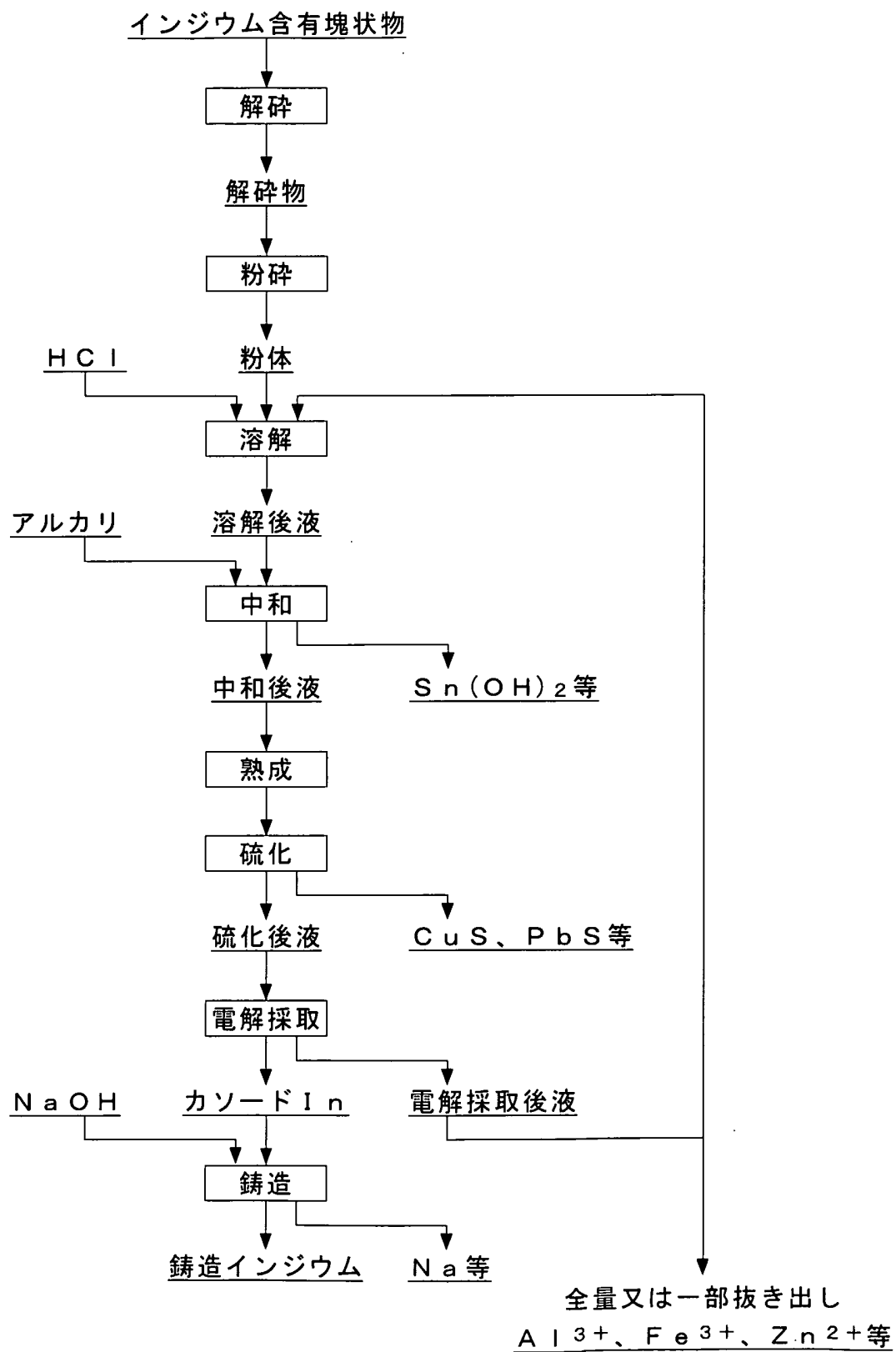
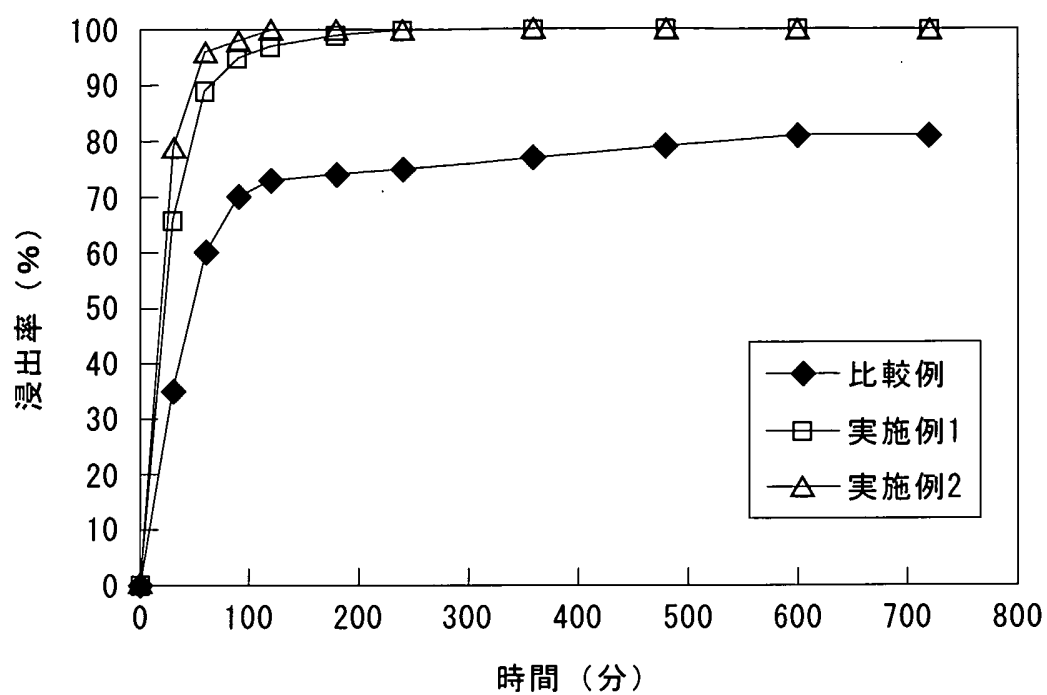


FIG.2



3/3

FIG.3

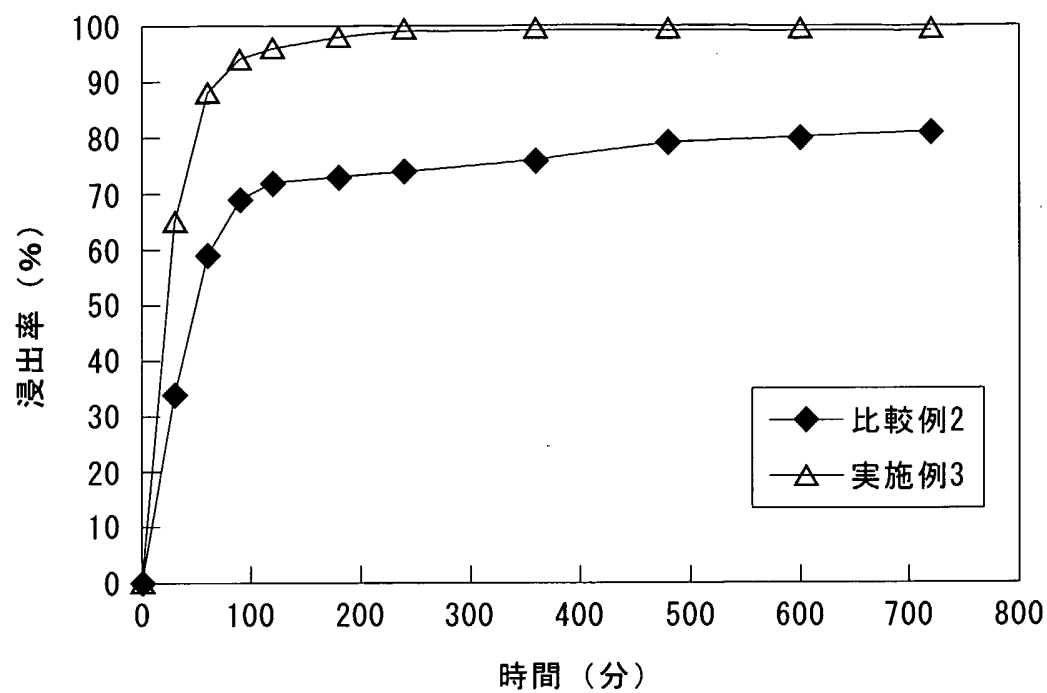
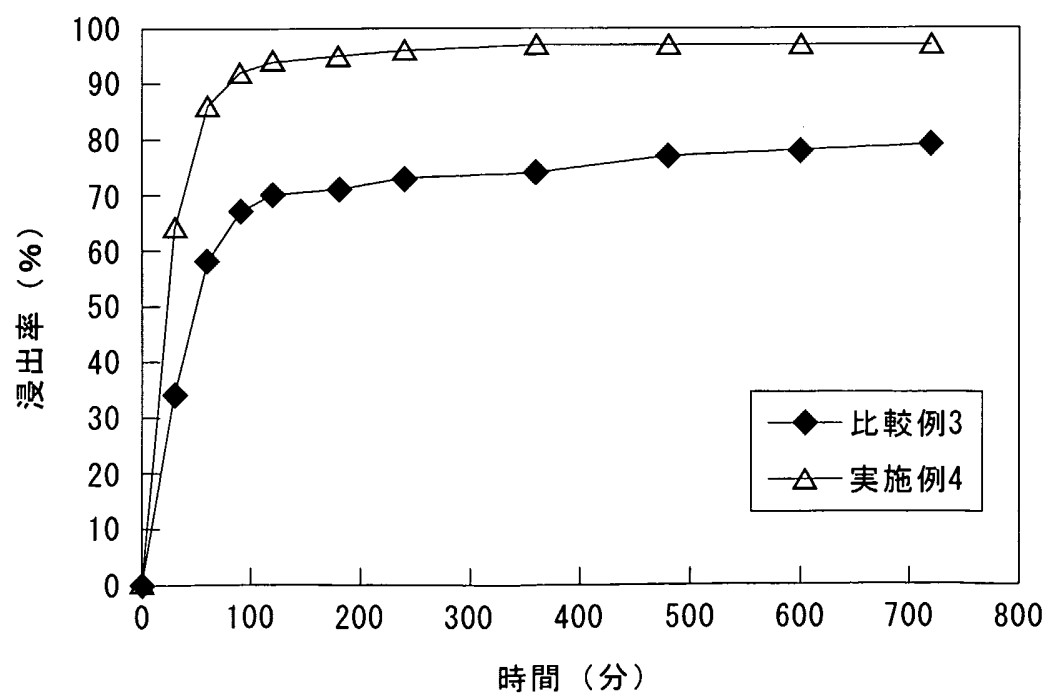


FIG.4



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2006/301819

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER C22B58/00 (2006.01), C22B3/44 (2006.01), C22B7/00 (2006.01), C22C28/00 (2006.01), C25C1/22 (2006.01) 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) C22B58/00 (2006.01), C22B3/44 (2006.01), C22B7/00 (2006.01), C25C1/22 (2006.01) 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 1996-2006 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2006 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2006 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.
X Y	JP 2000-169991 A (Dowa Mining Co., Ltd.), 20 June, 2000 (20.06.00), Claims; Par. No. [0006]; Table 1; drawings (Family: none)	1, 4, 5, 7-10 2, 3, 6
Y	JP 2001-40436 A (Sumitomo Chemical Co., Ltd.), 13 February, 2001 (13.02.01), Claims; Par. Nos. [0015] to [0021]; drawings (Family: none)	2, 3, 6
A	JP 11-269570 A (Dowa Mining Co., Ltd.), 05 October, 1999 (05.10.99), Claims; Par. Nos. [0015], [0024] (Family: none)	1, 7
☒ 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 31 March, 2006 (31.03.06)		Date of mailing of the international search report 11 April, 2006 (11.04.06)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer
Facsimile No.		Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2006/301819

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 2002-69544 A (Nikko Materials Co., Ltd.), 08 March, 2002 (08.03.02), Claims; Par. Nos. [0003], [0007] (Family: none)	1-3,7,8
A	JP 2002-69684 A (Nikko Materials Co., Ltd.), 08 March, 2002 (08.03.02), Claims; Par. Nos. [0003], [0007], [0008] (Family: none)	1-3,7,8
A	JP 5-156381 A (Sumitomo Metal Mining Co., Ltd.), 22 June, 1993 (22.06.93), Claims; Par. Nos. [0008] to [0011]; Tables 1 to 2 (Family: none)	1,7
A	JP 2001-207225 A (Dowa Mining Co., Ltd.), 31 July, 2001 (31.07.01), Claims; Par. No. [0011] (Family: none)	1,4,5,7,8
P,A	JP 2005-146420 A (Dowa Mining Co., Ltd.), 09 June, 2005 (09.06.05), Claims; Par. Nos. [0009], [0010] (Family: none)	1-10
P,A	JP 2006-83457 A (Dowa Mining Co., Ltd.), 30 March, 2006 (30.03.06), Claims (Family: none)	1-10

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） Int.Cl. C22B58/00(2006.01), C22B3/44(2006.01), C22B7/00(2006.01), C22C28/00(2006.01), C25C1/22(2006.01)			
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. C22B58/00(2006.01), C22B3/44(2006.01), C22B7/00(2006.01), C25C1/22(2006.01)			
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 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2006年 日本国実用新案登録公報 1996-2006年 日本国登録実用新案公報 1994-2006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 請求の範囲の番号	
X Y	JP 2000-169991 A（同和鉱業株式会社）2000.06.20, 特許請求の範囲、【0006】、表1及び図面（ファミリーなし）	1, 4, 5, 7-10 2, 3, 6	
Y	JP 2001-40436 A（住友化学工業株式会社）2001.02.13, 特許請求の範囲、【0015】～【0021】及び図面（ファミリーなし）	2, 3, 6	
A	JP 11-269570 A（同和鉱業株式会社）1999.10.05, 特許請求の範囲、【0015】【0024】（ファミリーなし）	1, 7	
☒ 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 31.03.2006		国際調査報告の発送日 11.04.2006	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ISA/JP） 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） 近野 光知 電話番号 03-3581-1101 内線 3435	4K 9260

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 請求の範囲の番号
A	JP 2002-69544 A (株式会社日鉱マテリアルズ) 2002. 03. 08, 特許請求の範囲、【0003】【0007】 (ファミリーなし)	1-3, 7, 8
A	JP 2002-69684 A (株式会社日鉱マテリアルズ) 2002. 03. 08, 特許請求の範囲、【0003】【0007】【0008】 (ファミリーなし)	1-3, 7, 8
A	JP 5-156381 A (住友金属鉱山株式会社) 1993. 06. 22, 特許請求の範囲、【0008】～【0011】、表 1～2 (ファミリーなし)	1, 7
A	JP 2001-207225 A (同和鉱業株式会社) 2001. 07. 31, 特許請求の範囲、【0011】 (ファミリーなし)	1, 4, 5, 7, 8
P, A	JP 2005-146420 A (同和鉱業株式会社) 2005. 06. 09, 特許請求の範囲、【0009】【0010】 (ファミリーなし)	1-10
P, A	JP 2006-83457 A (同和鉱業株式会社) 2006. 03. 30, 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-10