

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第4区分

【発行日】令和2年2月6日(2020.2.6)

【公表番号】特表2018-538445(P2018-538445A)

【公表日】平成30年12月27日(2018.12.27)

【年通号数】公開・登録公報2018-050

【出願番号】特願2018-532564(P2018-532564)

【国際特許分類】

C 2 2 B 26/12 (2006.01)

C 2 2 B 1/02 (2006.01)

C 2 2 B 3/02 (2006.01)

C 2 2 B 3/06 (2006.01)

C 2 2 B 3/22 (2006.01)

C 2 2 B 3/44 (2006.01)

C 2 2 B 5/10 (2006.01)

【F I】

C 2 2 B 26/12

C 2 2 B 1/02

C 2 2 B 3/02

C 2 2 B 3/06

C 2 2 B 3/22

C 2 2 B 3/44 1 0 1 Z

C 2 2 B 5/10

【手続補正書】

【提出日】令和1年12月18日(2019.12.18)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

リチウム含有ケイ酸塩鉱物からリチウムを回収する方法であって、
 前記ケイ酸塩鉱物を硝酸と混合する工程、
 混合物を、前記ケイ酸塩鉱物中のリチウム分が硝酸リチウムとして水相に浸出するよう
 な条件を有する浸出処理に供する工程、
前記硝酸リチウムを前記水相から分離する工程、
分離された硝酸リチウムを、硝酸リチウムが固体酸化リチウムに分解する温度で、窒素
酸化物を含む気体流が生成するような熱処理に供する工程、
硝酸が前記浸出処理で再利用するために製造される硝酸製造段階に、前記窒素酸化物を
含む気体流を送る工程、
 を含むことを特徴とする方法。

【請求項2】

請求項1に記載の方法であって、前記浸出処理条件は、前記ケイ酸塩鉱物からリチウム
 分が硝酸リチウムとして浸出することを促進するが、前記ケイ酸塩鉱物中の非リチウム分
 が前記ケイ酸塩鉱物からほとんど浸出されないような、高温および/または高圧の浸出処
 理を含み、前記浸出処理条件は、化学量論を超える硝酸中で、制御された期間、前記ケイ
酸塩鉱物を反応させる工程を含み、前記制御された期間は、

(i) 残留遊離硝酸を中和すること、および/または
 (i i) 過剰な硝酸を水と共に蒸気として蒸留するように、浸出による生成物を加熱すること
 によって停止されることを特徴とする方法。

【請求項 3】

請求項 2 に記載の方法であって、(i) において、前記残留遊離硝酸は、リチウムを回収する前記方法の一部として生成されるアルカリ性リチウム化合物の一部を再循環することによって中和され、再循環される前記アルカリ性リチウム化合物は、 Li_2O 、 LiOH 、および Li_2CO_3 の 1 つ以上を含むことを特徴とする方法。

【請求項 4】

請求項 2 に記載の方法であって、(i i) において、前記過剰な硝酸および水蒸気は、乾燥段階において蒸気として留去され、留去された硝酸および水蒸気は、前記浸出処理における再利用および/または前記硝酸製造段階における硝酸の再生のために回収されることを特徴とする方法。

【請求項 5】

請求項 2 から 4 のいずれか 1 項に記載の方法であって、前記浸出処理によって生成される硝酸リチウム溶液が、濃縮され、結晶化して比較的純粋な結晶性 LiNO_3 を形成する結晶化段階をさらに含むことを特徴とする方法。

【請求項 6】

請求項 5 に記載の方法であって、前記結晶化 LiNO_3 は、遠心分離によって溶液から分離され、分離された前記結晶性 LiNO_3 を、 Li_2O への前記 LiNO_3 の分解を起こす温度で、窒素酸化物を含む気体流が生成するような前記熱処理に供することを特徴とする方法。

【請求項 7】

請求項 6 に記載の方法であって、前記熱処理は、例えば過剰な空气中でアンモニアを触媒燃焼することなどによる、前記 LiNO_3 の間接加熱を含み、前記気体流は、前記浸出処理における再利用および/または前記硝酸製造段階における硝酸の再生のために回収されることを特徴とする方法。

【請求項 8】

請求項 6 または 7 に記載の方法であって、前記 Li_2O は、
 (a) 前記 Li_2O を LiOH へ転換し、前記 LiOH を溶液に溶かすよう、消化段階において水を用いて消化され、
 (b) 例えば炭素熱還元処理などによって、金属リチウムへ転換されることを特徴とする方法。

【請求項 9】

請求項 8 に記載の方法であって、(a) からの LiOH 溶液は、前記 LiOH 溶液が濃縮され、結晶化して結晶性水酸化リチウム一水和物 $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ を形成する、さらなる結晶化段階に供され、前記結晶化 $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ は、次いで、遠心分離によって溶液から分離され、

前記結晶性水酸化リチウム一水和物から分離される前記水酸化リチウム水溶液は、
 - 前記ケイ酸塩鉱物と前記硝酸の前記反応の停止に使用するために前記浸出処理へ再循環され、前記水酸化リチウム溶液が、残留、または残存する遊離硝酸を中和すること
 - 方法の排気に由来する二酸化炭素を除去し、それによって炭酸リチウムに富む流れを生成し、この流れの一部が、固体形態の炭酸リチウムを含むこと
 の 1 つ、または両方を目的として使用されることを特徴とする方法。

【請求項 10】

リチウム含有ケイ酸塩鉱物からリチウムを回収するシステムであって、
 前記ケイ酸塩鉱物と硝酸の混合物が、前記ケイ酸塩鉱物中のリチウム分が硝酸リチウムとして水相に浸出するような条件に供される浸出反応器、
 前記硝酸リチウムを前記水相から分離する分離ステージ、

分離された硝酸リチウムが、通過し、硝酸リチウムが固体酸化リチウムに分解し、窒素酸化物を含む気体流が生成する温度で加熱する熱処理部、

前記窒素酸化物を含む気体流が通過する硝酸プラント、を含むことを特徴とするシステム。

【請求項 1 1】

請求項 1 0 に記載のシステムであって、前記浸出反応器は、

(i) 浸出のための前記条件が、高温および高圧を含む、オートクレーブなどの圧力容器、または

(i i) 浸出のための前記条件が、高温であるが大気圧であることを含む、中空フライトスクリーコンベアなどの蒸解反応器

を含むことを特徴とするシステム。

【請求項 1 2】

請求項 1 0 又は 1 1 に記載のシステムであって、前記硝酸リチウム溶液が濃縮され、結晶化して結晶性 LiNO_3 を形成する結晶化装置、前記結晶性 LiNO_3 が融解状態まで加熱される加熱保持容器をさらに含むことを特徴とするシステム。

【請求項 1 3】

請求項 1 2 に記載のシステムであって、前記熱処理部は、融解 LiNO_3 を固体 Li_2O に分解させる温度で作動するよう構成されることを特徴とするシステム。

【請求項 1 4】

請求項 1 3 に記載のシステムであって、固体 Li_2O と炭素源の混合物が加熱される炭素熱還元炉をさらに含み、結果として得られる金属リチウムが凝縮される先細末広ノズルのフラッシュ冷却装置がそれに続くことを特徴とするシステム。

【請求項 1 5】

請求項 1 0 から 1 4 のいずれか 1 項に記載のシステムであって、前記硝酸プラントで生成される前記硝酸は、前記浸出反応器にリサイクルされることを特徴とするシステム。