

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6589950号  
(P6589950)

(45) 発行日 令和1年10月16日(2019.10.16)

(24) 登録日 令和1年9月27日(2019.9.27)

(51) Int.Cl.

F 1

C22B 23/00 (2006.01)  
C22B 3/08 (2006.01)C22B 23/00  
C22B 3/08

102

請求項の数 3 (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2017-157124 (P2017-157124)  
 (22) 出願日 平成29年8月16日 (2017.8.16)  
 (65) 公開番号 特開2019-35113 (P2019-35113A)  
 (43) 公開日 平成31年3月7日 (2019.3.7)  
 審査請求日 平成31年4月24日 (2019.4.24)

早期審査対象出願

(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11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 田中 雄大  
 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  
 (72) 発明者 大石 貴雄  
 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

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 浸出処理方法、ニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

マグネシウムを含有するニッケル酸化鉱石のスラリー(鉱石スラリー)に対して硫酸を添加することによって浸出処理を施し、ニッケルを含む浸出液と浸出残渣とからなる浸出スラリーを得る浸出処理方法であって、

前記鉱石スラリー中のニッケル含有率に対するマグネシウム含有率の比(Mg/Ni比)を算出する工程と、

得られる前記浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が所定の濃度となるように浸出処理を施す工程と、を含み、

前記鉱石スラリー中のMg/Ni比を定期的にモニタリングし、該Mg/Ni比に応じて、浸出処理終了時の前記浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が40g/L~50g/Lの範囲となるように、前記硫酸の添加量を調整しながら浸出処理を施し、

前記鉱石スラリー中のMg/Ni比が1.8より小さい場合には、浸出処理終了時の前記浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が50g/Lより小さくなるように前記硫酸の添加量を調整する

浸出処理方法。

## 【請求項 2】

前記鉱石スラリー中のニッケル含有率が1.0質量%~2.0質量%の範囲である

請求項1に記載の浸出処理方法。

## 【請求項 3】

10

20

ニッケル酸化鉱石から硫酸を用いてニッケルを含む有価金属を回収するニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法であって、

前記ニッケル酸化鉱石のスラリー（鉱石スラリー）に対して硫酸を添加することによって浸出処理を施し、ニッケルを含む浸出液と浸出残渣とからなる浸出スラリーを得る浸出工程を含み、

前記浸出工程では、

前記鉱石スラリー中のニッケル含有率に対するマグネシウム含有率（Mg / Ni 比）を算出する工程と、

得られる前記浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が所定の濃度となるように浸出処理を施す工程と、を含み、

前記鉱石スラリー中のMg / Ni 比を定期的にモニタリングし、該Mg / Ni 比に応じて、浸出処理終了時の前記浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が40 g / L ~ 50 g / L の範囲となるように、前記硫酸の添加量を調整しながら浸出処理を施し、

前記鉱石スラリー中のMg / Ni 比が1.8より小さい場合には、浸出処理終了時の前記浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が50 g / L より小さくなるように前記硫酸の添加量を調整する

ニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ニッケル酸化鉱石に対する浸出処理方法に関し、より詳しくは、ニッケル酸化鉱石のスラリーに対して硫酸を添加してニッケルを浸出させる浸出処理方法、及びその浸出処理方法を適用したニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法に関する。

【背景技術】

【0002】

ニッケル品位の低い低品位ニッケル酸化鉱石からニッケルやコバルト等の有価金属を湿式製錬により回収する方法として、例えば特許文献1に示すような、鉱石スラリーに硫酸を添加して高温高圧下で浸出する高圧酸浸出（HPAL：High Pressure Acid Leach）法が行われている。

【0003】

低品位ニッケル酸化鉱石には、鉄品位が高くマグネシウムやシリカ等のアルカリ成分品位の低いリモナイト（Limonite）系鉱石と、アルカリ成分を多く含むサプロライト（Saprolite）系鉱石の2つに大別され、HPAL法の原料としてはリモナイト系鉱石が主として用いられている。

【0004】

さて、HPAL法では、ニッケル等の有価金属を高い浸出率で浸出させることは勿論、近年価格上昇の著しい硫酸の使用量を有效地に低減させる方法が求められている。HPAL法における浸出処理では、ニッケルのほか、マグネシウム、アルミニウム、鉄、クロムといった、鉱石中に含まれている他の成分も浸出されることが知られており、特にマグネシウムは、そのほとんどが浸出されて多量の硫酸を消費してしまうため、経済的に好ましくない不純物である。

【0005】

さらに、浸出処理においては、ニッケル及びマグネシウムの浸出反応が以下の反応式に示すように進行するため、例えば鉱石中のマグネシウム品位が高い場合には、下記（2）式の反応が優先的に進行して、ニッケルを浸出させる（1）式の反応を阻害してしまう。そのため、ニッケル浸出率の低下を招くという問題もある。



【0006】

上述のように、ニッケル酸化鉱石には、ニッケル、コバルト等の有価金属の他に、不純

10

20

30

40

50

物としてマグネシウムが含まれている。そのため、例えば、ニッケル酸化鉱石においてマグネシウム含有率に対するニッケル含有率（以下、「Ni / Mg 比」と称する）が低い場合には、浸出処理において目標とするニッケル浸出率を維持するために硫酸の添加量を増加させる必要がある。しかしながら、硫酸の添加量を増加させると、硫酸の原単位が増加してコスト高となるばかりか、浸出処理に使用する設備腐食の進行が速まるという問題がある。そのため、実操業においては、浸出反応後のスラリーに含まれる未反応の硫酸濃度（遊離硫酸濃度）を監視しており、遊離硫酸濃度が所定の範囲となるように硫酸の添加量を制御している。

#### 【0007】

ニッケルの浸出反応の速度を促進させる手段として、遊離硫酸濃度や反応温度を上昇させる方法がある。しかしながら、硫酸消費量や、反応温度を高めるための蒸気等の熱エネルギー使用量が増加するという観点からすると、経済的には好ましくない。またそのほか、高いニッケル浸出率を得る手段として、二次浸出を行う方法（例えば特許文献2）等があるが、工程数が増加するため高効率操業という観点では望ましくない。

10

#### 【先行技術文献】

#### 【特許文献】

#### 【0008】

【特許文献1】特開2005-350766号公報

【特許文献2】特表2003-514110号公報

#### 【発明の概要】

20

#### 【発明が解決しようとする課題】

#### 【0009】

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、ニッケル酸化鉱石に対する浸出処理方法において、高いニッケル浸出率を維持しながら硫酸使用量を有効に低減させることができる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】

#### 【0010】

本発明者らは、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、鉱石スラリーに添加する硫酸の添加量を、その鉱石スラリー中のニッケル含有率に対するマグネシウム含有率の比（Mg / Ni 比）に応じて、得られる浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が所定の濃度となるように調整することで、高いニッケル浸出率を維持しながら硫酸使用量を有効に低減できることを見出し、本発明を完成するに至った。

30

#### 【0011】

（1）本発明の第1の発明は、マグネシウムを含有するニッケル酸化鉱石のスラリー（鉱石スラリー）に対して硫酸を添加することによって浸出処理を施し、ニッケルを含む浸出液と浸出残渣とからなる浸出スラリーを得る浸出処理方法であって、前記硫酸の添加量を、前記鉱石スラリー中のニッケル含有率に対するマグネシウム含有率の比（Mg / Ni 比）に応じて、得られる前記浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が所定の濃度となるように調整する、浸出処理方法である。

#### 【0012】

40

（2）本発明の第2の発明は、第1の発明において、浸出処理終了時の前記浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が40g/L～50g/Lの範囲となるように、前記硫酸の添加量を調整する、浸出処理方法である。

#### 【0013】

（3）本発明の第3の発明は、第2の発明において、前記鉱石スラリー中のMg / Ni 比が1.8より小さい場合には、浸出処理終了時の前記浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が50g/Lより小さくなるように、前記硫酸の添加量を調整する、浸出処理方法である。

#### 【0014】

（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、前記鉱石スラリー中のニッケル含有率が1.0質量%～2.0質量%の範囲である、浸出処理方法であ

50

る。

【0015】

(5) 本発明の第5の発明は、ニッケル酸化鉱石から硫酸を用いてニッケルを含む有価金属を回収するニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法であって、前記ニッケル酸化鉱石のスラリー(鉱石スラリー)に対して硫酸を添加することによって浸出処理を施し、ニッケルを含む浸出液と浸出残渣とからなる浸出スラリーを得る浸出工程を含み、前記浸出工程では、前記硫酸の添加量を、前記鉱石スラリー中のニッケル含有率に対するマグネシウム含有率(Mg / Ni比)に応じて、得られる前記浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が所定の濃度となるように調整する、ニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法である。

【発明の効果】

10

【0016】

本発明によれば、ニッケル酸化鉱石に対する浸出処理方法において、高いニッケル浸出率を維持しながら硫酸使用量を有効に低減させることができる。

【図面の簡単な説明】

【0017】

【図1】ニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法の流れの一例を示した工程図である。

【発明を実施するための形態】

【0018】

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)について詳細に説明する。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。なお、本明細書において、「X～Y」(X、Yは任意の数値)と表現する場合、特にことわらない限り「X以上Y以下」であることを意味する。

20

【0019】

1. ニッケル酸化鉱石に対する浸出処理方法

本実施の形態に係る浸出処理方法は、マグネシウムを含有するニッケル酸化鉱石のスラリー(鉱石スラリー)に対して硫酸を添加することによって浸出処理を施し、ニッケルを含む浸出液と浸出残渣とからなる浸出スラリーを得る方法である。この浸出処理方法は、例えば高温加圧容器(オートクレーブ)を用いて、高温高圧の環境下にて行われる。

【0020】

30

具体的に、この浸出処理方法においては、鉱石スラリーに添加する硫酸の添加量を、その鉱石スラリー中のニッケル含有率に対するマグネシウム含有率の比(Mg / Ni比)に応じて、得られる浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が所定の濃度となるように調整する。

【0021】

このような方法によれば、ニッケル酸化鉱石から高いニッケル浸出率を維持しながら、鉱石スラリーに添加する硫酸の添加量(使用量)を有効に低減することができる。これにより、処理に要するコストの上昇を防いで効率的な処理を可能とし、また、浸出処理に使用する設備(オートクレーブ)の腐食を抑えることもできる。また、硫酸使用量の低減に伴って、生成する浸出スラリー中の遊離硫酸濃度も有効に低減されることから、その遊離硫酸を中和するための中和剤使用量を低減させることもできる。

【0022】

40

浸出処理の対象である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である。ラテライト鉱のニッケル含有量(含有率)は、通常、1.0質量%～2.0質量%程度であり、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質量%～50質量%程度であり、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。

【0023】

また、ニッケル酸化鉱石には、不純物としてマグネシウムが含まれている。上述したように、ニッケル酸化鉱石にマグネシウムが含まれる場合、ニッケルの浸出反応よりもマグ

50

ネシウムの浸出反応が優先して進行し、ニッケルの浸出反応を阻害することがある。本実施の形態においては、鉱石スラリー中のマグネシウム含有率とニッケル含有率との関係に応じて、その鉱石スラリーに添加する硫酸の量を調整することを特徴としている。詳しくは後述する。

【0024】

浸出処理に際しては、ニッケル酸化鉱石を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に、アンダーサイズの鉱石粒子に水を添加して鉱石スラリーに調製し、調製した鉱石スラリーに対して硫酸を添加して浸出反応を生じさせる。鉱石スラリーの濃度としては、特に限定されないが、スラリー中の鉱石濃度が15質量%～45質量%程度になるように調製することが好ましい。スラリー濃度が15質量%未満であると、浸出処理の際に同じ滞留時間を得るために大きな設備が必要となる。また、硫酸の添加量も相対的に増加する可能性がある。一方で、スラリー濃度が45質量%を超えると、設備の規模は小さくできるものの、高濃度スラリーの搬送が困難になる（管内閉塞の頻発、エネルギーを要する等）という問題が生じる。

10

【0025】

浸出処理においては、鉱石スラリーに対して高温高圧下で硫酸を添加することにより、下記の式(i)～(v)で表される浸出反応と高温熱加水分解反応によって、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。なお、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、コバルト等のほか、2価と3価の鉄イオンが含まれる。

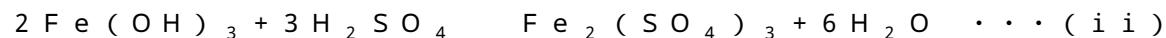
20

【0026】

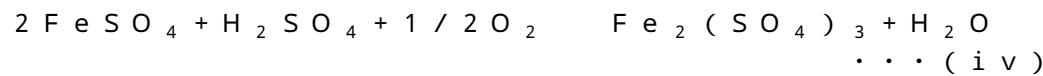
（浸出反応）



（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）



30

【0027】

浸出処理における温度（浸出反応温度）は、特に限定されないが、220～280程度であり、240～270程度であることが好ましい。このような温度範囲で反応させることにより、鉱石中の鉄の大部分をヘマタイトとして固定することができる。反応温度が220未満であると、高温熱加水分解反応の速度が遅くなるため、反応溶液中に鉄が溶存して残り、鉄を除去するための浄液負荷が増加し、ニッケルとの分離が困難となる。一方、反応温度が270を超えると、高温熱加水分解反応自体は促進されるものの、高温加圧浸出に用いる反応容器の材質の選定が困難となり、また温度上昇にかかる熱エネルギーコストが上昇する。

40

【0028】

浸出処理に用いる硫酸の添加量は、一般的には過剰量が用いられ、例えば鉱石1トン当たり300kg～400kg程度の物量となる。しかしながら、硫酸使用量は極力低減させることができが好ましく、これにより硫酸の使用コストを抑えることが望まれる。なお、鉱石1トン当たりの硫酸添加量が400kgを超えると、硫酸コストが大きくなり好ましくない。一方で、上述したように、浸出処理対象であるニッケル酸化鉱石には不純物としてマグネシウムが含有されており、高いニッケル浸出率を維持することが必要となる。

【0029】

そこで、本実施の形態においては、硫酸の添加量に関して、鉱石スラリー中のマグネシウム含有率とニッケル含有率との関係に応じて調整することを特徴としている。具体的には、鉱石スラリー中のニッケル含有率に対するマグネシウム含有率の比(Mg/Ni比)

50

に応じて、浸出処理により得られる浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が所定の濃度となるように調整する。例えば、鉱石スラリー中のMg / Ni比に応じて、浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が40g / L ~ 50g / Lの範囲となるように、硫酸の添加量を調整する。

【0030】

浸出スラリー中の遊離硫酸濃度とは、浸出終了時の遊離硫酸の濃度であり、特に限定されないが、25g / L ~ 50g / L程度であることが好ましく、40g / L ~ 50g / L程度であることがより好ましい。このような遊離硫酸濃度となるように硫酸の添加量を調整することで、マグネシウムが含まれるニッケル酸化鉱石から高い浸出率でニッケルを浸出させることができる。また、このような遊離硫酸濃度であれば、真密度の高い浸出残渣を安定的に生成させ、浸出スラリーの固液分離性を向上させることもできる。

10

【0031】

ここで、鉱石スラリー中のニッケル含有率、マグネシウム含有率とは、鉱石スラリー中の固形分における、ニッケル、マグネシウムのそれぞれの含有割合（品位）をいう。ラテライト鉱等のニッケル酸化鉱石からなる鉱石スラリー中の固形分におけるニッケル含有率は、通常、1.0質量% ~ 2.0質量%程度の範囲内である。そのため、ラテライト鉱に含まれるマグネシウムの割合を考慮すると、鉱石スラリーのMg / Ni比としてはおよそ1.0 ~ 2.0の範囲となる。

【0032】

なお、ニッケル含有率、マグネシウム含有率は、例えば、原料のニッケル酸化鉱石を用いてICP発光分析法により測定することができる。

20

【0033】

より具体的に、鉱石スラリー中のMg / Ni比に応じた硫酸の添加量調整においては、例えば、Mg / Ni比として1.8を基準とし、処理対象の鉱石スラリーのMg / Ni比が基準値1.8よりも小さい場合には、得られる浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が50g / Lよりも小さくなるように硫酸の添加量を調整する。

【0034】

一方で、鉱石スラリーのMg / Ni比が基準値1.8以上である場合には、得られる浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が50g / Lとなるように硫酸の添加量を調整する。なお、浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が50g / Lを超えると、硫酸量が過剰な状態となり、硫酸使用量が増加してしまうとともに、その遊離酸を中和するための中和剤の使用量も増加することとなり、効率的な処理を行うことができない。また、浸出処理設備（オートクレーブ）の耐久性を高めることが必要となる。

30

【0035】

このように本実施の形態に係る浸出処理方法は、従来の方法に比べて、鉱石スラリーに含まれるマグネシウム品位の見合い、すなわちニッケル含有率に対するマグネシウム含有率の比（Mg / Ni比）を定期的にモニタリングしておき、その品位に基づくMg / Ni比に応じて、硫酸の添加量を調整する。このような方法によれば、ニッケル浸出率を高い割合で維持しながら、硫酸の使用量を有效地に低減できる。これにより、効率的に浸出処理を施すことができるとともに、主たる浸出対象である有価金属のニッケルを効果的に浸出させることができる。

40

【0036】

なお、浸出反応の進行度合いは、排出される浸出残渣中のニッケル品位をモニタリングすることによって行うことができ、そのニッケル品位に応じて、遊離硫酸濃度の細かい調整を実施することが望ましい。

【0037】

2. ニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法

次に、上述した浸出処理方法を適用した、ニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法について説明する。なお、ニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法は、高温高圧下で浸出を行う高温加圧酸浸出法（HPAL法）による湿式製錬方法である。

【0038】

50

図1は、ニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法の流れの一例を示した工程図である。ニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法は、原料のニッケル酸化鉱石を解碎分級して鉱石スラリーを調製する鉱石スラリー化工程S1と、鉱石スラリーに硫酸を添加して高温高圧下で浸出処理を施し浸出スラリーを得る浸出工程S2と、浸出スラリーのpHを調整して遊離硫酸を部分的に中和する予備中和工程S3と、浸出スラリーから浸出残渣を分離してニッケル及びコバルトを含む浸出液を得る固液分離工程S4と、浸出液のpHを調整して不純物元素を中和濾液スラリーとして分離する中和工程S5と、中和後液に硫化剤を添加することでニッケル・コバルト混合硫化物を得る硫化工程S6と、を有する。

## 【0039】

## (1) 鉱石スラリー化工程

10

鉱石スラリー化工程S1は、原料鉱石であるニッケル酸化鉱石から鉱石スラリーを調製する工程であり、いわゆる浸出処理(浸出工程S2)の前処理工程である。具体的に、鉱石スラリー化工程S1では、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に、アンダーサイズの鉱石粒子に水を添加することで鉱石スラリーを調製する。

## 【0040】

ニッケル酸化鉱石の分級方法は、所望とする粒径に基づいて分級できれば特に限定されず、グリズリーや振動篩等を用いた篩分けによって行うことができる。また、その分級点についても、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得るための分級点を適宜設定することができる。

## 【0041】

20

ニッケル酸化鉱石としては、上述したように、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を用いることができる。ラテライト鉱のニッケル含有率は、通常、1.0重量%~2.0重量%程度である。また、この原料鉱石であるニッケル酸化鉱石には、不純物としてマグネシウムが所定の割合で含まれている。

## 【0042】

## (2) 浸出工程

浸出工程S2は、鉱石スラリーに高温高圧下で硫酸を添加して、鉱石中のニッケル等の有価金属を浸出させる工程である。具体的に、浸出工程S2では、オートクレーブを用い、鉱石スラリーに硫酸を添加して、温度220~280程度、圧力3MPa~5MPa程度の条件下で攪拌し、浸出液と浸出残渣とからなる浸出スラリーを生成させる。

30

## 【0043】

ここで、本実施の形態においては、鉱石スラリー中のニッケル含有率に対するマグネシウム含有率の比(Mg/Ni比)に応じて、浸出処理により得られる浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が所定の濃度となるように、添加する硫酸の量(硫酸添加量)を調整することを特徴としている。

## 【0044】

例えば、鉱石スラリー中のMg/Ni比に応じて、浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が40g/L~50g/Lの範囲となるように硫酸の添加量を調整する。より具体的には、鉱石スラリー中のMg/Ni比として1.8を基準として、処理対象の鉱石スラリーのMg/Ni比が基準値1.8よりも小さい場合には、得られる浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が50g/Lよりも小さくなるように硫酸の添加量を調整する。一方で、鉱石スラリーのMg/Ni比が基準値1.8以上である場合には、得られる浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が50g/Lとなるように硫酸の添加量を調整する。

40

## 【0045】

鉱石スラリー中のMg/Ni比については、定期的にモニタリングしておき、Mg/Ni比の変化に応じて硫酸の添加量を適宜調整する。

## 【0046】

このように、鉱石スラリーに含まれるマグネシウム品位の見合い、すなわちニッケル含有率に対するマグネシウム含有率の比(Mg/Ni比)に応じて硫酸の添加量を調整することで、ニッケル浸出率を高い割合で維持しながら、硫酸の使用量を有效地に低減できる。

50

これにより、効率的に浸出処理を施すことができるとともに、主たる浸出対象である有価金属のニッケルを効果的に浸出させることができる。

【0047】

また、得られた浸出スラリー中の遊離硫酸濃度を低減できることから、後述する予備中和工程S3にて遊離硫酸を中和する際の中和剤使用量も有効に低減させることができる。

【0048】

(3) 予備中和工程

予備中和工程S3では、浸出工程S2にて得られた浸出スラリーのpHを所定範囲に調整して中和処理を施す。具体的には、例えば、浸出スラリーのpHを、所望とする範囲である、pH2.8～3.2程度の範囲に調整する。

10

【0049】

浸出工程S2を経て得られた浸出スラリーには、上述したように、余剰の硫酸が遊離硫酸として含まれており、そのpHは低い。上述したように、浸出工程S2では、フラッシュタンクに移送させた浸出スラリーに中和剤を添加して、その遊離硫酸を部分的に中和するようにしているが、この予備中和工程S3では、フラッシュタンクから移送された浸出スラリーにさらに中和剤を添加してpHを所定範囲に調整することによって、遊離硫酸を中和する。

【0050】

予備中和工程S3では、例えば中和処理槽に浸出スラリーを装入して、槽内の浸出スラリーに所定量の中和剤を添加することによって中和処理を行うことができる。中和処理槽としては、例えば1段の処理槽のみからなるもの、あるいは直列に並べた複数段の処理槽から構成されるものを用いることができ、上流側の最初の処理槽に、フラッシュタンクから排出された浸出スラリーを装入する。

20

【0051】

なお、上述したように、本実施の形態では、浸出工程S2での浸出処理において、鉱石スラリー中のMg/Ni比に応じて硫酸の添加量を調整しており、得られる浸出スラリー中の遊離硫酸濃度も有効に低減できることから、この予備中和工程S3にて遊離硫酸を中和する際の中和剤使用量を有効に低減させることができる。

【0052】

(4) 固液分離工程

30

固液分離工程S4では、浸出スラリーを洗浄液と混合した後、シックナー等の固液分離装置を用いて固液分離処理を施し、ニッケルやコバルト等の有価金属を含む浸出液(粗硫酸ニッケル水溶液)と浸出残渣とに分離する。

【0053】

具体的には、先ず、浸出スラリーが洗浄液により希釈され、次に、浸出スラリー中の浸出残渣がシックナーの沈降物として濃縮される。これにより、浸出残渣に付着するニッケルやコバルトをその希釈度合に応じて減少させることができる。実操業では、このような機能を持つシックナーを多段に連結して用いることにより、ニッケル及びコバルトの回収率の向上を図ることができる。

【0054】

40

(5) 中和工程

中和工程S5では、分離された浸出液の酸化を抑制しながら、得られる中和後液のpHが4以下、好ましくは3.0～3.5、より好ましくは3.1～3.2になるように、その浸出液に炭酸カルシウム等の中和剤を添加し、ニッケル回収用の母液の元となる中和後液と、不純物元素として3価の鉄を含む中和濁物スラリーとを形成する。

【0055】

中和工程S5では、このように浸出液に対する中和処理(浄液処理)を施すことで、H-PAL法による浸出処理で用いた過剰の酸を中和して中和終液を生成するとともに、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の不純物を中和濁物として除去する。このとき、本実施の形態では、浸出工程S2において浸出スラリー中の遊離硫酸濃度を

50

有効に低減させるようにしていることから、中和工程 S 5 における中和処理に使用する中和剤の量についても有効に低減させることができ、効率的な処理を行うことができる。

【 0 0 5 6 】

なお、中和後液は、硫酸による浸出処理（浸出工程 S 2 ）を施して得られた浸出液に基づく溶液であって、ニッケル及びコバルトを含む硫酸酸性溶液である。この中和後液は、後述する硫化工程 S 6 における硫化反応の反応始液となるものであり、ニッケル濃度及びコバルト濃度の合計濃度は特に限定されないが、通常 2 g / L ~ 6 g / L の範囲である。ニッケル濃度は通常 2 g / L ~ 5 g / L の範囲であり、コバルト濃度は通常 0 . 1 g / L ~ 0 . 6 g / L の範囲である。

【 0 0 5 7 】

（ 6 ）硫化工程（ニッケル回収工程）

硫化工程 S 6 では、ニッケル及びコバルトを含む硫酸水溶液である中和後液を硫化反応始液として、その硫化反応始液に対して硫化水素ガス等の硫化剤を吹き込むことにより硫化反応を生じさせ、不純物成分の少ないニッケル及びコバルトの硫化物（混合硫化物）と、ニッケルやコバルトの濃度を低い水準で安定させた貧液（硫化後液）とを生成させる。

【 0 0 5 8 】

硫化工程 S 6 における硫化処理は、硫化反応槽等を用いて行うことができ、硫化反応槽に導入した硫化反応始液に対して、その反応槽内の気相部分に硫化水素ガスを吹き込み、溶液中に硫化水素ガスを溶解させることで硫化反応を生じさせる。この硫化処理により、硫化反応始液中に含まれるニッケル及びコバルトを硫化物として固定化して回収する。

【 0 0 5 9 】

なお、硫化反応の終了後においては、得られたニッケル及びコバルトの硫化物を含むスラリーをシックナー等の沈降分離装置に装入して沈降分離処理を施し、その硫化物のみをシックナーの底部より分離回収する。一方で、水溶液成分は、シックナーの上部からオーバーフローさせて貧液として回収する。

【 実施例 】

【 0 0 6 0 】

以下に、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、以下の実施例によって何ら限定されるものではない。なお、実施例及び比較例で用いた金属の含有率は ICP 発光分析法により測定した。

【 0 0 6 1 】

（ 従来例 ）

下記表 1 に示す組成のラテライト鉱を原料鉱石として用いて鉱石スラリーを調製し、鉱石スラリーをオートクレーブに装入した後、鉱石スラリーに 9 8 % 硫酸を添加して高温加圧下で硫酸浸出処理を行い、浸出スラリーを得た。

【 0 0 6 2 】

【 表 1 】

（質量%）	Ni	Co	Fe	Mg	Zn
ニッケル 酸化鉱石	1.00	0.09	42.25	1.80	0.04

【 0 0 6 3 】

浸出処理条件は、以下の通りとした。

【 浸出処理条件 】

鉱石スラリー濃度： 30 質量 %

浸出温度： 245

浸出時間： 60 分

硫酸添加量： 鉱石 1 トン当り 350 kg

10

20

30

40

50

最終（浸出終了時）の浸出スラリー中の遊離硫酸濃度：50 g / L

【0064】

このような浸出処理の結果、ニッケル浸出率としては、60分の浸出反応時間で88%以上が得られた。

【0065】

（実施例1～4）

実施例1～4では、表2に示す通り、原料鉱石であるラテライト鉱のニッケル含有率、マグネシウム含有率の組成の鉱石スラリーに対して、目標とするニッケル浸出率88%が得られるように、鉱石スラリー中のMg / Ni比に応じて、浸出終了時の浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が所定の最適濃度となるように、添加量を調整して硫酸を添加した。

10

【0066】

（比較例1～4）

比較例1～4では、表2に示す通り、浸出終了時の浸出スラリー中の遊離硫酸濃度が50 g / Lで一定となるように硫酸を添加したこと以外は、実施例と同様にして浸出処理を施した。

【0067】

【表2】

	Ni含有率[%]	Mg含有率[%]	Mg/Ni比	浸出終了時 遊離硫酸濃度 [g/L]	Ni 浸出率[%]	硫酸使用量 増減率[%]
実施例1	1.0	1.0	1.0	42	88	-5.8
実施例2	1.0	1.2	1.2	44	88	-4.2
実施例3	1.0	1.5	1.5	47	88	-2.0
実施例4	1.0	1.7	1.7	48	88	-1.3
従来例	1.0	1.8	1.8	50 (基準値)	88	0.0
比較例1	1.0	1.0	1.0	50	88	-4.0
比較例2	1.0	1.2	1.2	50	88	-3.0
比較例3	1.0	1.5	1.5	50	88	-1.8
比較例4	1.0	1.7	1.7	50	88	-0.8

20

30

【0068】

表2の結果に示されるように、実施例1では、鉱石スラリー中のMg / Ni比に応じて浸出終了時の遊離硫酸濃度が42 g / Lとなるように硫酸添加量を調整したことにより、その硫酸使用量を、従来例の鉱石1トン当たり350 kgに対して-5.8%低減させることができた。このことは、Mg / Ni比が同じ1.0であるが遊離硫酸濃度が50 g / Lとなるように硫酸を添加した比較例1と比べても、ニッケル浸出率を維持しながら、大幅に使用量を低減させることができたことが分かる。

40

【0069】

また、実施例2～4についても、比較例2～4とそれぞれ比較して、ニッケル浸出率を維持しながら、有効に硫酸使用量を低減させることができた。

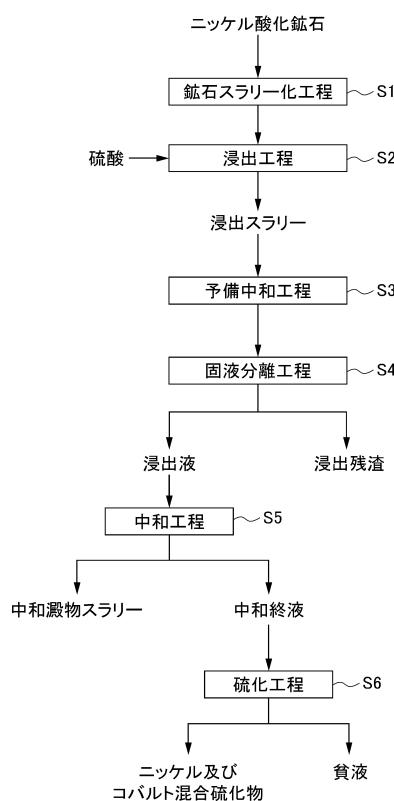
【0070】

以上のように、鉱石中のマグネシウムの含有率（品位）に応じて、目標とするニッケル

50

浸出率が得られる遊離硫酸濃度を調査することができたが、そのマグネシウム含有率により最適な遊離硫酸濃度が異なることが分かった。このことは、マグネシウムの存在量によって、ニッケル浸出反応への阻害具合が異なることを示している。したがって、マグネシウム含有率が低い場合には、最適な浸出終了時の遊離硫酸濃度を大幅に低下させても（つまり、反応速度を必要以上に上昇させなくても）、目標とするニッケル浸出率を得ることが可能であることが分かった。すなわち、鉱石スラリー中のMg / Ni比に応じて硫酸の添加量を調整することで、ニッケル浸出率を維持したまま、硫酸使用量の有効に抑制することができる事が分かった。

【図1】



---

フロントページの続き

(72)発明者 北崎 徹

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

審査官 祢屋 健太郎

(56)参考文献 特開2015-206064 (JP, A)

特開2005-350766 (JP, A)

特開2010-095788 (JP, A)

特開2008-189999 (JP, A)

特開2016-156042 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C22B 23/00

C22B 3/08