

(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7月18日(18.07.2013)



(10) 国際公開番号
WO 2013/105453 A1

- (51) 国際特許分類:
C22B 23/00 (2006.01) C22B 3/04 (2006.01)
B01J 3/02 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/083947
- (22) 国際出願日: 2012年12月27日(27.12.2012)
- (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 2012-005441 2012年1月13日(13.01.2012) 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): 松原 諭(MATSUBARA, Satoshi) [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). 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). 坂元 隆(SAKAMOTO, Takashi) [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, IS, JP, 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.

(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), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR OPERATING FLASH VESSEL

(54) 発明の名称: フラッシュベッセルの運転方法

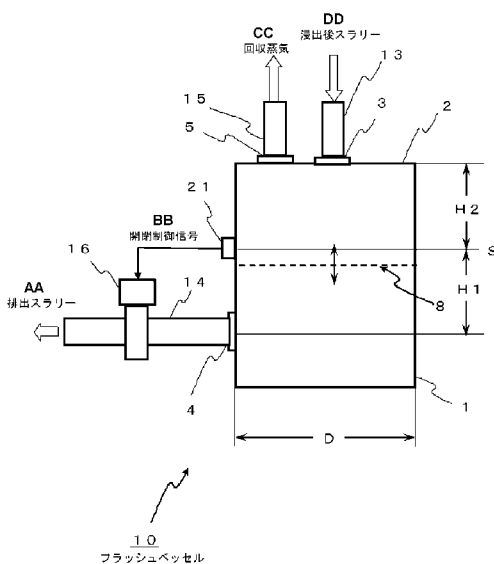


FIG. 1

- 10 FLASH VESSEL
- AA DISCHARGED SLURRY
- BB OPENING/CLOSING CONTROL SIGNAL
- CC RECOVERED STEAM
- DD SLURRY AFTER EFFUSION

(57) Abstract: If the height from a slurry outlet (4) of a flash vessel (10) to a managed liquid level position (S) is denoted as H1, the height from the managed liquid level position (S) to the top of the flash vessel tower is denoted as H2, and the diameter of the flash vessel (10) is denoted as D, $0.35D \leq H1 \leq 0.45D$ and $0.75D \leq H2 \leq 0.85D$, and at the managed liquid level position (S), the slurry liquid level (8) is detected by at least one liquid level sensor (21), a slurry discharge valve (16), which is installed on a slurry discharge pipe (14) that leads out from the flash vessel (10), is opened when the liquid level sensor (21) detects that the slurry liquid level (8) has risen, and is closed when the liquid level sensor (21) detects that the slurry liquid level (8) has dropped. Appropriate valve opening and closing control is thus implemented, reducing troubles with a steam discharge pipe, the slurry discharge pipe, and the slurry discharge valve.

(57) 要約: フラッシュベッセル10のスラリー排出口4から管理液面位置Sまでの高さをH1、上記管理液面位置Sからフラッシュベッセル塔頂までの高さをH2、上記フラッシュベッセル10の直径をDとした時に、 $0.35D \leq H1 \leq 0.45D$ $0.75D \leq H2 \leq 0.85D$ として、上記管理液面位置Sにおいて、少なくとも1つの液面センサー21により、スラリー液面8を検出し、上記フラッシュベッセル10から導出されたスラリー排出管14上に設置されたスラリー排出バルブ16を、上昇してきたスラリー液面8を上記液位センサー21が検知した際に開放し、降下してきたスラリー液面8を上記液面センサー21が検知した際に閉鎖することで、適切なバルブ開閉の制御を実施し、蒸気排出配管、スラリー排出管、スラリー排出弁のトラブルを減少させる。



WO 2013/105453 A1

(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).

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：フラッシュベッセルの運転方法

技術分野

[0001] 本発明は、フラッシュベッセルの運転方法に関し、さらに詳しくは、原料スラリーをオートクレーブ（高圧反応容器）で高温高圧下に浸出し、次いで浸出後のスラリーを常温常圧まで降温降圧するフラッシュベッセル（降温降圧容器）を含む高圧酸浸出工程におけるフラッシュベッセルの運転方法に関する。本出願は、日本国において2012年1月13日に出願された日本特許出願番号2012-005441を基礎として優先権を主張するものであり、この出願は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、高温高圧下において有効な耐食性を有する材料が開発されたことにより、ニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法として、硫酸を用いた高温加圧酸浸出法（High Pressure Acid Leach）が注目されている（例えば、特許文献1参照）。この方法は、従来一般的なニッケル酸化鉱石の製錬方法である乾式製錬法と異なり、還元及び乾燥工程等の乾式工程を含まず、一貫した湿式工程からなるので、エネルギー的及びコスト的に有利であるという利点を有している。すなわち、上記高圧酸浸出法では、浸出工程において、加圧浸出反応器内の浸出液の酸化還元電位及び温度を制御することにより、主要不純物である鉄をヘマタイト（ Fe_2O_3 ）の形で浸出残渣に固定することにより、鉄に対し選択的にニッケル及びコバルトを浸出することができるので、非常に大きなメリットがある。

[0003] 例えば、ニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法として、オートクレーブを利用した高圧酸浸出法が採用されており、原料スラリーを、オートクレーブで高温高圧下に浸出し、次いで浸出後のスラリーを降温降圧するフラッシュベッセルを含む高圧酸浸出工程において、通常、フラッシュベッセル内の液位測定は、フラッシュベッセル容器に直接取り付けられたセンサーによって測定

されている。

[0004] ここで、図5に一般的なフラッシュベッセル100の概略構造を示すように、フラッシュベッセル100は、有底円筒状の胴部101を備え、この胴部101の上部を閉じた天井部102にスラリー装入口103と蒸気排出口105が設けられ、胴部101にスラリー排出口104が設けられている。上記スラリー装入口103には、所定の温度、所定の圧力に降下された浸出後のスラリー（以下、単にスラリーという場合がある）をフラッシュベッセル100内に装入するためのスラリー装入配管113が連結され、上記スラリー排出口104には、フラッシュベッセル100内に装入されたスラリーを排出するためのスラリー排出管114が連結され、上記蒸気排出口105には、スラリーの装入に伴いフラッシュベッセル100内に発生する蒸気を回収するための蒸気排出配管115が連結されている。上記スラリー排出口104に連結されたスラリー排出配管114には、スラリー排出バルブ116が設置されている。

[0005] そして、このフラッシュベッセル100では、所定の温度、所定の圧力に降下された浸出後のスラリー（以下、単にスラリーという場合がある）がスラリー装入口103を介して装入され、フラッシュベッセル100内に装入されたスラリーはスラリー排出口104から排出され、また、スラリーの装入に伴って発生した蒸気は、蒸気排出口105から排出される。

[0006] このとき、フラッシュベッセル100内の液位を適正なレベルに保つために、液面センサー120A、120Bによって測定された、フラッシュベッセル内の液位測定結果が利用される。

[0007] 例えば、上限及び下限の液面センサー120A、120Bによって液位を測定する場合、液位が上昇して、液位の上限に設置された液面センサー120Aが液位を検知すると、上記スラリー排出バルブ116が開放されてフラッシュベッセル100内に滞留したスラリーを排出し、また、液位が低下して、液位の下限に設置された液面センサー120Bが液位を検知できなくなると、上記スラリー排出バルブ116が閉鎖されてフラッシュベッセル100

0からスラリーの排出が停止される。その結果、フラッシュベッセル100内のスラリー液位は上記上限と下限の間に制御される。また、連続的に液位を測定する場合、液位が管理液位より高くなると、上記スラリー排出バルブ116のバルブ開度を大きくすることによりフラッシュベッセル100内に滞留したスラリーの排出量を増加させ、また、液位が管理液位より低くなると、上記スラリー排出バルブ116のバルブ開度を小さくすることによりフラッシュベッセル100からスラリーの排出を抑制する。

[0008] ところで、一般に、上記高圧酸浸出工程における浸出反応の制御は、温度のほかに、浸出剤による浸出反応の制御因子（pH、酸化還元電位）により行なわれる。例えば、塩素ガスを浸出剤として浸出する方法では、浸出液中の酸化還元電位で行なわれているので、オートクレーブ内の圧力は、直接的に制御されるものではなく、浸出操作の間、必ずしも安定又は一定ではなく、酸化還元電位の制御による塩素ガスの注入量により、変動する。

[0009] また、浸出剤が液体であり、反応によるガス発生がない場合には、一般にオートクレーブ内の圧力は、温度に伴う飽和蒸気圧によるものである。例えば、近年、ニッケル、コバルト等の有価金属を回収するため、ニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法として、オートクレーブを利用した高圧酸浸出法が採用されている。

[0010] 上記高圧酸浸出法では、例えば、まず、鉱石処理工程で、粉碎設備及び篩別設備を用いて、所定のスラリー濃度の、2mm以下の鉱石を含む鉱石スラリーが調製される。次いで、上記鉱石スラリーは、高圧酸浸出工程に供給される。ここで、上記鉱石スラリーは、プレヒーター（昇温昇圧設備）で段階的に昇温及び昇圧された後、オートクレーブに供給される。上記オートクレーブ内では、硫酸により、鉱石中に含まれるニッケル及びコバルトとともに、鉄、アルミニウム、亜鉛などの不純物元素の一部も浸出され、これらを含む浸出スラリーが得られる。続いて、上記浸出スラリーは、オートクレーブから、浸出後のスラリーを常温常圧まで降温降圧するフラッシュベッセルへ供給され、段階的に降温及び降圧される。その後、浸出液中の遊離硫酸

を中和する予備中和工程、多段のシックナーで構成される固液分離工程等を経て、浸出残渣と浸出液に分離される。

[0011] ここで、上記高圧酸浸出工程でのフラッシュベッセルの採用は、高圧酸浸出工程のオートクレーブと次工程との操業条件のギャップを埋めるものである。すなわち、オートクレーブの浸出条件としては、ニッケル及びコバルトの高浸出率を得るため、通常、200～300℃程度の温度が選ばれる。一方、それに続く予備中和工程、或いは固液分離工程では、通常、安全性と経済性から大気圧下の条件で操業される。したがって、フラッシュベッセルでは、浸出後の高温高圧のスラリーから段階的に加圧蒸気を回収しながら、降温降圧する。

[0012] ところで、高圧酸浸出工程では、浸出スラリーをオートクレーブからフラッシュベッセルに供給するための配管、上記回収蒸気を鉱石スラリーのプレヒーターに供給するための配管、鉱石スラリーを段階的に昇温及び昇圧するための配管等において、高温高圧に耐えるための材質及び構造からなる非常に高価な配管が備えられており、資材コストを含めた全体的なコスト面からの要請により、配管をなるべく短くして各設備を適切に配置することが行なわれている。このため、浸出スラリーは、オートクレーブから第1段目のフラッシュベッセルへ、さらに、順次次の段のフラッシュベッセルへ移送される。ここで、フラッシュベッセル間の浸出スラリーの移送方法としては、通常、ポンプのような機械的な移送手段を避けて、フラッシュベッセルを設置する場所の高低差、及び各段階の圧力差を利用することによりスラリーを移送させる手段が採用されている。これは、浸出スラリーには硫酸が含まれており、移送設備の耐久性とコストを考慮したものである。例えば、実用プラントでは、オートクレーブのサイズが直径で4～6 m程度、及び長さで25～30 m程度の円筒形容器が横型に設置される場合には、第1段目のフラッシュベッセルは、オートクレーブの上方25～35 m程度の高さに当たる場所に設置されている。

[0013] 上記浸出後の高温高圧のスラリーから段階的に回収された加圧蒸気は、各

段のフラッシュベッセルから、温度と圧力が同程度であるプレヒーターに供給されており、この配管も上記と同様に、高温高圧の加圧蒸気に耐えるための材質及び構造からなる非常に高価な配管が備えられている。

[0014] しかしながら、上記の蒸気排出配管、スラリーの排出配管及びバルブの破損などの発生は、完全に解決されているわけではなく、1年間の操業中に、蒸気排出配管の破損、スラリー排出バルブの破損などがあわせて10回程度発生しており、この不具合発生という問題点を、更に低減する実用的技術が求められていた。

[0015] 推定される原因として、液面レベルの制御が不十分であることが考えられる。すなわち、高温高圧の浸出後スラリーをフラッシュベッセルに装入し、水蒸気が発生する際のスラリー液面は平坦ではなく、というより、スラリーの深部から発生する水蒸気により、激しく液面変動しているものと考えられ、液面の制御が不十分となっていることが考えられる。

[0016] すなわち、ニッケル酸化鉱石の湿式製錬方法として採用されているオートクレーブを利用した高圧酸浸出工程において、原料スラリーをオートクレーブで高温高圧下に浸出した後のスラリーを降温降圧するためのフラッシュベッセルは、大型で、しかも強酸性のスラリーに適用するフラッシュベッセルであるため、覗き窓を設置するのは技術的に大変であるため目視することは実質的に不可能であり、以上のように推測するしかない。

[0017] 従来のフラッシュベッセル100では、例えば、実際の液位が高い状態であったとしても、液面の乱高下のため、液位の上限に設置された液面センサー120Aが検出できず、スラリー排出バルブ126による液面制御が行われないために、フラッシュベッセル100内の液位が高い状態での操業を継続することとなり、プレヒーターへの回収蒸気とともに酸性のスラリーが持ち去られ、その酸性のスラリーにより回収蒸気排出配管104の腐食が進行する虞がある。また、実際の液面が低い状態にあったとしても、同様に、液面の下限に設置された液面センサー120Bが検出できず、スラリー排出バルブ116による液面制御が行われないために、実際の液面レベルがスラリー

一排出配管 114 より低くなり、フラッシュベッセル 100 内の蒸気が排出スラリーとともにスラリー排出配管 114 より次段のフラッシュベッセルに排出され、一時的に排出配管内のスラリー流速が上昇することにより、スラリー排出配管 114 及びバルブが破損したり、また、次段のフラッシュタンクから回収蒸気配管への蒸気流入量が一時的に増加して、酸性スラリーの持ち去りが増加したり、流速が増加することにより回収蒸気配管の腐食及び磨耗が進行する虞がある。

[0018] 例えば特許文献 2 には、有機汚泥のスラリーを濃縮する方法であって、フラッシュベッセル内の液面検知することにより、濃縮液の液面位を排出口より常に情報に位置させる技術が記載されているが、対象が有機汚泥のスラリーであることや、蒸気圧力が高々 2.5 気圧であることなど、条件が違いすぎるので直接適用することは困難である。

[0019] また、例えば特許文献 3 には、冷媒蒸気圧縮システムにて使用されるフラッシュベッセルの液体冷媒のレベルを検出する少なくとも一つのセンサーを使って、システム内への冷媒チャージを制御する技術が記載されているが、センサーとしてフロートタイプのものや、超音波センサーなど、液面が平坦である際に利用可能な技術であり、上記の問題点に適用することは困難である。

先行技術文献

特許文献

[0020] 特許文献 1：特開 2010-059489 号公報

特許文献 2：特開平 10-080700 号公報

特許文献 3：特表 2009-524797 号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0021] 本発明の目的は、上記の従来技術の問題点に鑑み、原料スラリーをオートクレーブで高温高圧下に浸出し、次いで浸出後のスラリーを常温常圧まで降

温降圧するフラッシュベッセルを含む高圧酸浸出工程において、フラッシュベッセル内におけるスラリー液位の上限と下限の所定値を、スラリー排出口の高さ、及び、フラッシュベッセル本体の高さと直径の値との関係において規定することにより、余裕のあるバルブ開閉の制御を行うことで、蒸気排出管、スラリー排出管、スラリー排出バルブのトラブル減少することを可能とするフラッシュベッセルの運転方法を提供することにある。本発明の更に他の目的、本発明によって得られる具体的な利点は、以下に説明される実施例の説明から一層明らかにされる。

課題を解決するための手段

[0022] 本発明者らは、上記目的を達成するために、原料スラリーをオートクレーブで高温高圧下に浸出し、次いで浸出後のスラリーを常温常圧まで降温降圧するフラッシュベッセルを含む高圧酸浸出工程におけるフラッシュベッセルの液面レベル制御について、鋭意研究を重ねた結果、フラッシュベッセル内におけるスラリー液位の管理液面の所定値を、スラリー排出口からの高さ、および管理液面位置からフラッシュベッセル塔頂までの高さとの関係において規定することにより、蒸気排出管、スラリー排出管、スラリー排出弁のトラブル減少することが可能であることを見出し、本発明を完成した。

[0023] すなわち、本発明は、原料スラリーをオートクレーブで高温高圧下に浸出し、次いで浸出後のスラリーを常温常圧まで降温降圧するフラッシュベッセルを含む高圧酸浸出工程におけるフラッシュベッセルの運転方法であって、スラリー排出口から管理液面位置までの高さを $H1$ 、上記管理液面位置からフラッシュベッセル塔頂までの高さを $H2$ 、フラッシュベッセルの直径を D とした時に、

$$0.35D \leq H1 \leq 0.45D$$

$$0.75D \leq H2 \leq 0.85D$$

として、上記管理液面位置において、少なくとも1つの液面センサーにより、スラリー液面を検出し、上記フラッシュベッセルから導出されたスラリー

排出管上に設置されたスラリー排出バルブを、上昇してきたスラリー液面を上記液面センサーが検知した際に開放し、低下してきたスラリー液面を上記液面センサーが検知した際に閉鎖することを特徴とする。

[0024] 本発明に係るフラッシュベッセルの運転方法では、例えば、上記フラッシュベッセル内の液相空間に下部が連通され、気相空間に上部が連通された静水塔内の液面を、上記管理液面位置と同水準の位置に設置された少なくとも1つの液面センサーにより検出し、上記フラッシュベッセルから導出されたスラリー排出管上に設置されたスラリー排出バルブを、上昇してきた上記静水塔内の液面を上記面センサーが検知した際に開放し、低下してきた上記静水塔内の液面を上記液面センサーが検知した際に閉鎖するものとすることができる。

[0025] また、本発明に係るフラッシュベッセルの運転方法では、例えば、上記原料スラリーはニッケル酸化鉱石スラリーであり、該ニッケル酸化鉱石スラリーを硫酸で浸出した浸出後のスラリーを常温常圧まで降温降圧することを特徴とするものとすることができる。

発明の効果

[0026] 本発明に係るフラッシュベッセルの運転方法では、原料スラリーをオートクレーブで高温高圧下に浸出し、次いで浸出後のスラリーを常温常圧まで降温降圧するフラッシュベッセルを含む高圧酸浸出工程におけるフラッシュベッセルの液面レベル制御について、鋭意研究を重ねた結果、フラッシュベッセル内におけるスラリー液位の管理液面の所定値を、スラリー排出口からの高さ、および管理液面位置からフラッシュベッセル塔頂までの高さとの関係において規定することにより、余裕のあるバルブ開閉の制御を行うことで、蒸気排出管、スラリー排出管、スラリー排出弁のトラブルを減少させることができ、その工業的価値は極めて大きい。

図面の簡単な説明

[0027] [図1]本発明を適用したフラッシュベッセルの運転方法の一例を示す図である。

。

[図2]ニッケル酸化鉱石の高圧酸浸出法によるニッケル及びコバルトの浸出手順を示す工程図である。

[図3]本発明を適用したフラッシュベッセルの運転方法の他の例を示す図である。

[図4]本発明を適用したフラッシュベッセルの運転方法のさらに他の例を示す図である。

[図5]一般的なフラッシュベッセルの概略構造を示す図である。

発明を実施するための形態

[0028] 以下、本発明の実施の形態について、図面を参照しながら詳細に説明する。

[0029] 本発明は、例えば図1に示すような構造のフラッシュベッセル10に適用される。

[0030] このフラッシュベッセル10は、原料スラリーをオートクレーブで高温高圧下に浸出し、次いで浸出後のスラリーを常温常圧まで降温降圧する高圧酸浸出工程におけるフラッシュベッセルであって、有底円筒状の胴部1を備え、この胴部1の上部を閉じた天井部2にスラリー装入口3と蒸気排出口5が設けられ、胴部1にスラリー排出口4が設けられている。

[0031] 上記スラリー装入口3には、所定の温度、所定の圧力に降下された浸出後のスラリーをフラッシュベッセル10内に装入するためのスラリー装入配管13が連結され、上記スラリー排出口4には、当該フラッシュベッセル10内に装入されたスラリーを排出するためのスラリー排出管14が連結され、上記蒸気排出口5には、スラリーの装入に伴い当該フラッシュベッセル10内に発生する蒸気を回収するための蒸気排出配管15が連結されている。上記スラリー排出口4に連結されたスラリー排出配管14には、スラリー排出バルブ16が設置されている。

[0032] そして、このフラッシュベッセル10では、所定の温度、所定の圧力に降下された浸出後のスラリーがスラリー装入口3を介して装入され、フラッシュベッセル10内に装入されたスラリーはスラリー排出口4から排出され、

また、スラリーの装入に伴って発生した蒸気は、蒸気排出口 5 から排出される。

[0033] また、このフラッシュベッセル 10 は、スラリー排出口 4 から管理液面位置 S までの高さを H 1、上記管理液面位置 S からフラッシュベッセル塔頂までの高さを H 2、当該フラッシュベッセル 10 の直径を D とした時に、

$$0.35D \leq H1 \leq 0.45D$$

$$0.75D \leq H2 \leq 0.85D$$

として、上記管理液面位置 S においてスラリー液面 8 を検出する少なくとも 1 つの液面センサー 21 を備える。

[0034] そして、このフラッシュベッセル 10 では、上記液面センサー 21 による液位測定結果に応じて、上記スラリー排出バルブ 16 のバルブ開度を制御することにより、上記フラッシュベッセル 10 内の液位が適正なレベルに保たれる。

[0035] このフラッシュベッセル 10 は、原料スラリーをオートクレーブで高温高圧下に浸出し、次いで浸出後のスラリーを常温常圧まで降温降圧する高圧酸浸出工程におけるフラッシュベッセルであって、次のように運転される。

[0036] すなわち、このフラッシュベッセル 10 では、スラリー排出口 4 から管理液面位置 S までの高さを H 1、上記管理液面位置からフラッシュベッセル塔頂までの高さを H 2、フラッシュベッセル 10 の直径を D とした時に、

$$0.35D \leq H1 \leq 0.45D$$

$$0.75D \leq H2 \leq 0.85D$$

として、少なくとも 1 つの液面センサー 21 により、上記管理液面位置 S においてスラリー液面 8 を検出し、上記フラッシュベッセル 10 から導出されたスラリー排出管 14 上に設置されたスラリー排出バルブ 16 を、上昇してきたスラリー液面 8 を上記液面センサー 21 が検知した際に開放し、降下してきたスラリー液面 8 を上記液面センサー 21 が検知した際に閉鎖する。

[0037] このように運転することにより、フラッシュベッセル 10 内のスラリー液面位を適切な範囲に制御することができる。すなわち、スラリー排出管 14

側に蒸気が流れ込むという事態が発生しにくくなり、それによって、スラリー排出バルブ16の損傷という不具合は減少する。

[0038] ここで、原料スラリーはニッケル酸化鉱石スラリーであり、このフラッシュベッセル10では、ニッケル酸化鉱石スラリーを硫酸で浸出した浸出後のスラリーが装入され、装入されスラリーを常温常圧まで降温降圧する。

[0039] このように、上記フラッシュベッセル10では、上記管理液面位置Sにおいて上記液面センサー21によりスラリー液面8を検出し、上記フラッシュベッセル10から導出されたスラリー排出管14上に設置されたスラリー排出バルブ16を、上昇してきたスラリー液面8を上記液面センサー21が検知した際に開放し、降下してきたスラリー液面8を上記液面センサー21が検知した際に閉鎖するので、フラッシュベッセル10内の液面を検知できる熟練した作業員を必要としない。

[0040] なお、上記液面センサー21は、適切な検知信号が発信されること以外に、特に限定されないが、上記フラッシュベッセル10の管理液面位置Sに設けられた液面センサー21が、上昇してきた液面を検知した際にバルブを開放する信号を上記スラリー排出バルブ16に送り、下降してきた液面を検知した際にバルブを閉鎖する信号を上記スラリー排出バルブ16に送ることを行なえば、運転を自動化することが可能となるので好ましい。

[0041] また、上記原料スラリーとしては、特に限定されるものではなく、所望の金属を高圧酸浸出法により浸出する際に用いられる各種の金属化合物を含有する原料、例えば、金属、硫化物、酸化物、鉱石等が挙げられるが、例えば、ニッケル酸化鉱石からなる鉱石スラリーが好ましい。

[0042] また、上記高圧酸浸出工程としては、特に限定されるものではないが、オートクレーブ及びフラッシュベッセルのほかに、一般の高圧酸浸出法で採用される鉱石スラリーを段階的に昇温昇圧するプレヒーターを含むものである。

[0043] さらに、上記オートクレーブとしては、特に限定されるものではなく、外熱式又は加圧水蒸気の吹込みにより加熱される、縦型又は横型の加圧容器が

用いられる。また、上記ラッシュベッセル10としては、特に限定されるものではなく、多段式のものを用いられる。また、上記プレヒーターとしては、特に限定されるものではないが、多段式の向流式直接加熱型熱交換器が用いられる。この際、加熱媒体としては、水蒸気を用いられる。ここで、この水蒸気としては、ボイラーなど一般的な方法によって発生させた水蒸気を使用してもよいが、オートクレーブから排出される浸出スラリーを段階的に降温及び降圧するフラッシュベッセルで発生する水蒸気を回収し循環して使用することが好ましい。

[0044] 以下に、ニッケル酸化鉱石の高圧酸浸出法について、上記フラッシュベッセル10及びその運転方法を適用する際の一例を説明する。

[0045] 上記ニッケル酸化鉱石の高圧酸浸出法としては、図2に示すように、鉱石処理工程P1、高圧酸浸出工程P2、固液分離工程P3、中和工程P4、脱亜鉛工程P5及びニッケル・コバルト硫化工程P6を含む。

[0046] そして、鉱石処理工程P1では、ニッケル酸化鉱石から大塊、脈石、木々の根などを除去し、所定のスラリー濃度の鉱石スラリーを調製する。

[0047] 次の高圧酸浸出工程P2では、プレヒーターで鉱石処理工程から移送された鉱石スラリーを予熱し、オートクレーブで予熱後の鉱石スラリーを高圧空気及び高圧水蒸気を吹込みながら高温高圧下に硫酸で浸出し、上記フラッシュベッセル10で高温高圧の浸出スラリーの温度及び圧力を降下させる。

[0048] 次の固液分離工程P3では、上記浸出スラリーを固液分離し、浸出液と浸出残渣を得る。

[0049] 次の中和工程P4では、上記浸出液に石灰石スラリーを添加して、不純物である鉄やアルミニウムなどを除去する。

[0050] 次の脱亜鉛工程P5では、浸出液から、硫化沈殿法により、不純物である亜鉛や銅を硫化物として除去する。

[0051] そして、ニッケル・コバルト硫化工程P6では、浸出液から、硫化沈殿法により、ニッケル・コバルト混合硫化物を得る。

[0052] 上記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。上記ラテライト鉱のニッケル含有量は、通常、0.5～2.0質量%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、20～50質量%であり、主として3価の水酸化物（ゲーサイト、 FeOOH ）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。

[0053] 上記鉱石処理工程P1で製造される鉱石スラリーのスラリー濃度としては、処理されるニッケル酸化鉱の性質に大きく左右されるため、特に限定されるものではないが、浸出スラリーのスラリー濃度は高い方が好ましく、通常、20～50質量%に調製される。すなわち、浸出スラリーのスラリー濃度が20質量%未満では、浸出工程をはじめとして、各工程において同じ滞留時間を得るために大きな設備が必要となり、酸の添加量も残留酸濃度を調整のため増加する。また、得られる浸出液のニッケル濃度が低くなり、最終的には実収率が低下する要因となる。一方、スラリー濃度が50質量%を超えると、設備の規模は小さくできるものの、スラリー自体の粘性が高くなり、ポンプで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など）という問題が生じることとなる。

[0054] 上記高圧酸浸出工程P2の実用設備例としては、例えば、3段のプレヒーター、オートクレーブ及び3段のフラッシュベッセルからなる。

[0055] ここで、フラッシュベッセル10のサイズが直径で4～6m程度、及び高さで10～12m程度の円筒形容器が縦型に設置される。また、第1段目のフラッシュベッセルに導入されるスラリーは、例えば、200～270℃であり、その圧力としては、例えば、1.8～5.8MPaGである。

[0056] 上記高圧酸浸出工程P2で使用するフラッシュベッセル10は、例えば、次のように運転される。

[0057] すなわち、上記フラッシュベッセル10の直径Dは5.0mであり、スラリー排出口4から管理液面位置Sまでの高さH1は、

$$0.35D \leq H1 \leq 0.45D$$

なる条件を満たす2.0mにされており、また、上記管理液面位置Sからフ

ラッシュベッセル塔頂までの高さH2は、

$$0.75D \leq H2 \leq 0.85D$$

なる条件を満たす4.0mにされている。

[0058] そして、上記管理液面位置Sにおいて液面センサー21によりスラリー液面8を検出し、上記フラッシュベッセル10から導出されたスラリー排出管14上に設置されたスラリー排出バルブ16を、上記液面センサー21が上昇してきたスラリー液面8を検知した際に開放し、また、上記液面センサー21が降下してきたスラリー液面8を検知した際に閉鎖する。

[0059] このフラッシュベッセル10では、スラリーが連続的に装入されており、上記管理液面位置Sにおいて液面センサー21によりスラリー液面8を検出して、上記スラリー排出バルブ16の開閉制御を行うことで、連続的に操作を行なうことができる。

実施例

[0060] 以下に、本発明の実施例及び比較例によって本発明をさらに詳細に説明するが、本発明は、これらの実施例によってなん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分析は、ICP発光分析法で行った。

[0061] また、実施例及び比較例で用いたニッケル酸化鉱石の鉱石スラリーの分析値を次の表1に示す。

[0062] [表1]

固形分	質量%	20~50
固形分粒径	mm	<2.0
Ni	質量%	0.5~2.5
Co	質量%	0.01~0.20
Fe	質量%	20~50
Si	質量%	3~15
Mn	質量%	1~10
pH	—	4~6

[0063] (実施例1)

前述した高圧酸浸出工程の実用設備例を含む、ニッケル酸化鉱石の実用プラントを用いた。

[0064] 表1に示す鉱石スラリーを、オートクレーブの出口において、245℃程度、4MPa程度に調整した浸出スラリーを、第1段のフラッシュベッセルに投入し、引き続き、第2段、第3段のフラッシュベッセルに順次移送し、浸出スラリーを常圧まで低下させるという操業を6ヶ月間実施した。

[0065] その結果、蒸気排出配管、スラリー排出管、スラリー排出弁が損傷するコトに起因するトラブル発生はなかった。

[0066] (比較例1)

前述した高圧酸浸出工程の実用設備例ではなく、静水塔を備えない従来の設備で実施例1と同様の操業を行なった。

[0067] その結果、蒸気排出配管、スラリー排出管、スラリー排出バルブの損傷に起因するトラブル発生により、1回/月程度のトラブルが発生し、そのために復旧作業及び設備交換のため、操業効率の低下、設備コストの増大を招いた。

[0068] ここで、以上説明したフラッシュベッセル10の運転方法の実施の形態では、スラリー排出口4から管理液面位置Sまでの高さをH1、上記管理液面位置Sからフラッシュベッセル塔頂までの高さをH2、フラッシュベッセルの直径をDとした時に、

$$0.35D \leq H1 \leq 0.45D$$

$$0.75D \leq H2 \leq 0.85D$$

として、1つの液面センサー21により、上記管理液面位置Sにおいてスラリー液面8を検出し、上記フラッシュベッセル10から導出されたスラリー排出管14上に設置されたスラリー排出バルブ16を、上昇してきたスラリー液面8を上記液面センサー21が検知した際に開放し、降下してきたスラリー液面8を上記液面センサー21が検知した際に閉鎖するようにしたが、例えば図3に示すフラッシュベッセル10Aのように、上記管理液面位置S

から例えば0.3D~0.4Dだけ上方の位置をスラリー上限位置Haとし、また、上記管理液面位置Sから例えば0.2D~0.3Dだけ下方の位置をスラリー下限位置Hbとして、上記スラリー上限位置Haとスラリー下限位置Hbにおいて、それぞれ液面センサーによりスラリー液面8を検出し、上記フラッシュベッセル10から導出されたスラリー排出管14上に設置されたスラリー排出バルブ16を、上昇してきたスラリー液面8を上記スラリー上限位置Haにおいて液面センサー21Aが検知した際に開放し、降下してきたスラリー液面8をスラリー下限位置Hbにおいて上記液面センサー21Bが検知した際に閉鎖するようにしてもよい。

[0069] なお、図3に示すフラッシュベッセル10Aは、図1に示したフラッシュベッセル10に2つの液面センサー21A, 21Bを設けたものであって、同一の構成要素には同一符号を付して、その詳細な説明を省略する。

[0070] このように上記管理液面位置Sの上下位置に設定されたスラリー上限位置Haとスラリー下限位置Hbにおいて液面センサー21A, 21Bによりスラリー液面8を検出して、スラリー排出バルブ16の開閉制御を行うことにより、フラッシュベッセル10A内のスラリー液面位を適切な範囲に安定に制御することができる。

[0071] また、図4に示すフラッシュベッセル10Bのように、当該フラッシュベッセル10B内の液相空間に下部が連通され、気相空間に上部が連通された静水塔20を設け、静水塔20内の液面を、上記管理液面位置Sと同水準の位置に設置された少なくとも1つの上限液面センサー21Aにより検出し、上記フラッシュベッセルから導出されたスラリー排出管上に設置されたスラリー排出バルブ16を、上昇してきた上記静水塔20内の液面を上記液面センサー21Aが検知した際に開放し、降下してきた上記静水塔20内の液面を上記下限液面センサー21Bが検知した際に閉鎖するようしてもよい。

[0072] なお、図4に示すフラッシュベッセル10Bは、図3に示したフラッシュベッセル10Aに2つの液面センサー21A, 21Bを備える静水塔20を設けたものであって、同一の構成要素には同一符号を付して、その詳細な説

明を省略する。

- [0073] すなわち、図4に示すフラッシュベッセル10Bは、当該フラッシュベッセル10B内の液相空間に下部が連通され、気相空間に上部が連通された静水塔20を備える。上記静水塔20の下部が、スラリー排出管14上の、当該フラッシュベッセル10Bとの連結箇所から、スラリー排出バルブ16までの任意の位置に連結され、上記静水塔20の下部が、蒸気排出配管15上の任意の位置に、静水塔20の上部が連結されている。
- [0074] 例えば、スラリー排出管14上の、フラッシュベッセル10Bとの連結箇所と、スラリー排出バルブ16との中間位置（連結箇所から約50cmの位置）に、直径250mmの静水塔20の下部を連結し、蒸気排出配管15上の、フラッシュベッセル10との連結箇所から、約50cmの位置に、上記直径250mmの水塔20の上部を連結した。また、上記静水塔20には、上記スラリー上限位置Haと同水準）の位置に、上限液面センサー21Aを設置し、上記スラリー下限位置Hbと同水準の位置に、下限液面センサー21Bを設置した。また、上記静水塔20の直径250mmは、フラッシュベッセル10B本体の直径Dが約5mで、その1/20にあたる直径である。
- [0075] 上記静水塔20の直径は特に限定されるものではないが、上記静水塔20の直径Aは、上記フラッシュベッセル10B本体の直径Bと比較して、 $1/100 \times B \leq A \leq 1/5$ の範囲であることが好ましい。広すぎる場合は投資コスト増加及び静水塔20内でのスラリーの滞留が懸念され、また、狭すぎる場合は液面の乱高下の影響を受けやすい、スラリーにより配管が閉塞しやすいことが懸念される。
- [0076] そして、上記静水塔20には、上記液相空間の所定の液面上限と同水準の位置に設置され、上昇してきた上記静水塔20内の液面を検出する少なくとも1つの上限液面センサー21Aと、上記液相空間の所定の液面下限と同水準の位置に設置され、下降してきた上記静水塔20内の液面を検出する少なくとも1つの下限液面センサー21Bが配設されている。
- [0077] このフラッシュベッセル10Bでは、上記静水塔20に設けられた上記液

面センサー 21 A, 21 B による液位測定結果に応じて、上記スラリー排出バルブ 16 のバルブ開度を制御することにより、上記フラッシュベッセル 10 内の液位が適正なレベルに保たれる。

[0078] すなわち、このフラッシュベッセル 10 B は、原料スラリーをオートクレーブで高温高圧下に浸出し、次いで浸出後のスラリーを常温常圧まで降温降圧する高圧酸浸出工程におけるフラッシュベッセルであって、次のように運転される。

[0079] すなわち、上記フラッシュベッセル 10 B にはスラリーが連続的に装入されており、スラリー排出バルブ 16 が閉鎖される際に、上記上限液面センサー 21 A が上昇してきた液面を検知した際に、バルブを開放する信号をスラリー排出バルブ 16 に送り、スラリー排出バルブ 16 を開放することにより、フラッシュベッセル 10 B 内のスラリーを次工程に移送する。次に、フラッシュベッセル 10 B 内のスラリーが次工程に排出されることにより、フラッシュベッセル 10 B 内のスラリー液位が下降し、上記下限液面センサー 21 B が下降してきた液面を検知した際に、排出バルブを閉鎖する信号をスラリー排出バルブ 16 に送り、スラリー排出バルブ 16 を閉鎖することにより、フラッシュベッセル 10 内のスラリー液位は再び上昇を始める。この手順を繰り返すことで、連続的に操業を行なうことができる。

[0080] このように運転することにより、フラッシュベッセル 10 B 内のスラリー液面位を適切な範囲にさらに安定に制御することができ、スラリー排出管 14 側に蒸気が流れ込むという事態の発生しにくくなり、それによって、スラリー排出バルブ 16 の損傷という不具合は減少する。

符号の説明

[0081] 1 胴部、2 天井部、3 スラリー装入口、4 スラリー排出口、5 蒸気排出口、8 スラリー液面、10, 10 A, 10 B フラッシュベッセル、13 スラリー装入配管、14 スラリー排出管、15 蒸気排出配管、16 スラリー排出バルブ、20 静水塔、21 液面センサー、21 A 上限液面センサー、21 B 下限液面センサー

請求の範囲

[請求項1] 原料スラリーをオートクレーブで高温高圧下に浸出し、次いで浸出後のスラリーを常温常圧まで降温降圧するフラッシュベッセルを含む高圧酸浸出工程におけるフラッシュベッセルの運転方法であって、

スラリー排出口から管理液面位置までの高さをH1、上記管理液面位置からフラッシュベッセル塔頂までの高さをH2、フラッシュベッセルの直径をDとした時に、

$$0.35D \leq H1 \leq 0.45D$$

$$0.75D \leq H2 \leq 0.85D$$

として、上記管理液面位置において、少なくとも1つの液面センサーにより、スラリー液面を検出し、

上記フラッシュベッセルから導出されたスラリー排出管上に設置されたスラリー排出バルブを、上昇してきたスラリー液面を上記液面センサーが検知した際に開放し、降下してきたスラリー液面を上記液面センサーが検知した際に閉鎖することを特徴とするフラッシュベッセルの運転方法。

[請求項2] 上記フラッシュベッセル内の液相空間に下部が連通され、気相空間に上部が連通された静水塔内の液面を、上記管理液面位置と同水準の位置に設置された少なくとも1つの液面センサーにより検出し、

上記フラッシュベッセルから導出されたスラリー排出管上に設置されたスラリー排出バルブを、上昇してきた上記静水塔内の液面を上記液面センサーが検知した際に開放し、降下してきた上記静水塔内の液面を上記液面センサーが検知した際に閉鎖することを特徴とする請求項1記載のフラッシュベッセルの運転方法。

[請求項3] 上記原料スラリーはニッケル酸化鉱石スラリーであり、該ニッケル酸化鉱石スラリーを硫酸で浸出した浸出後のスラリーを常温常圧まで降温降圧することを特徴とする請求項1又は請求項2に記載のフラッシュベッセルの運転方法。

[図1]

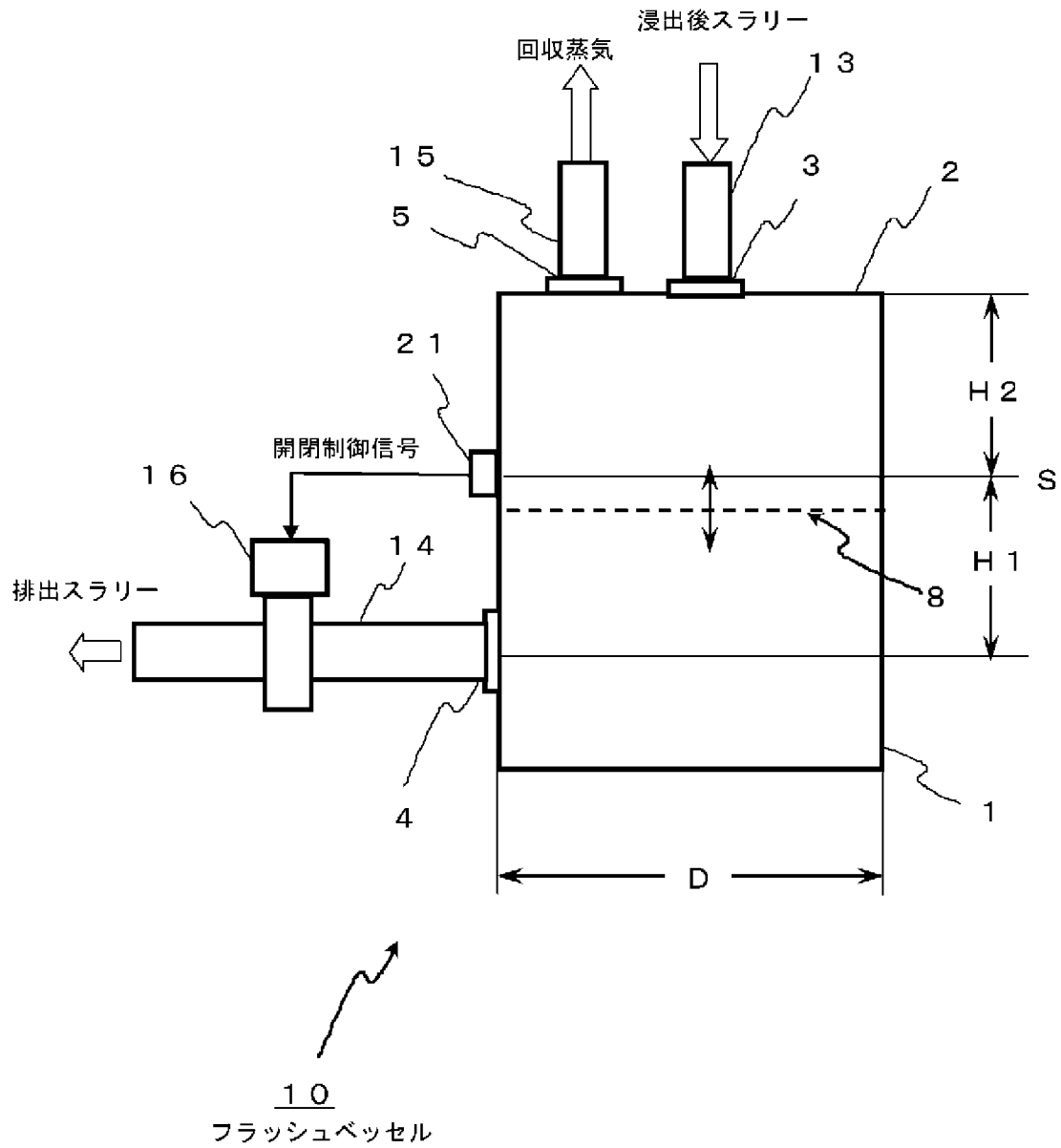


FIG. 1

[図2]

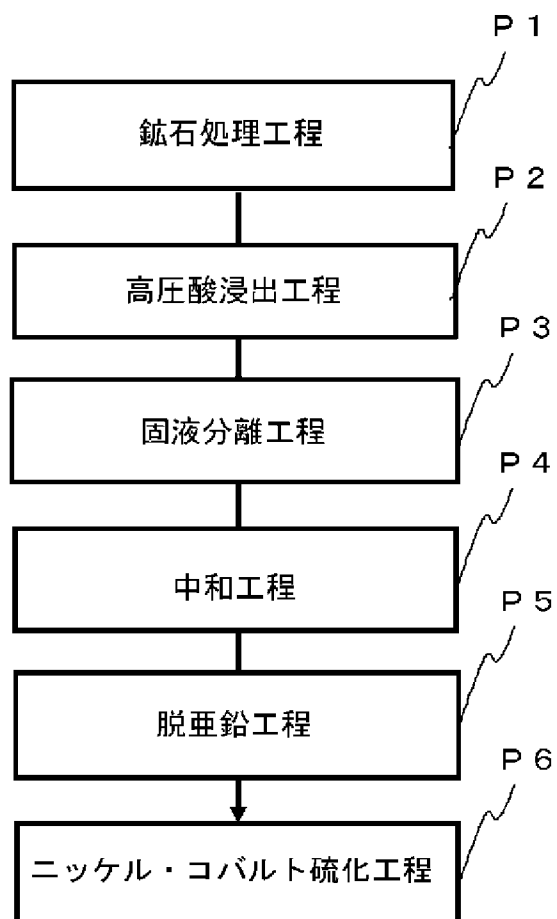


FIG. 2

[図3]

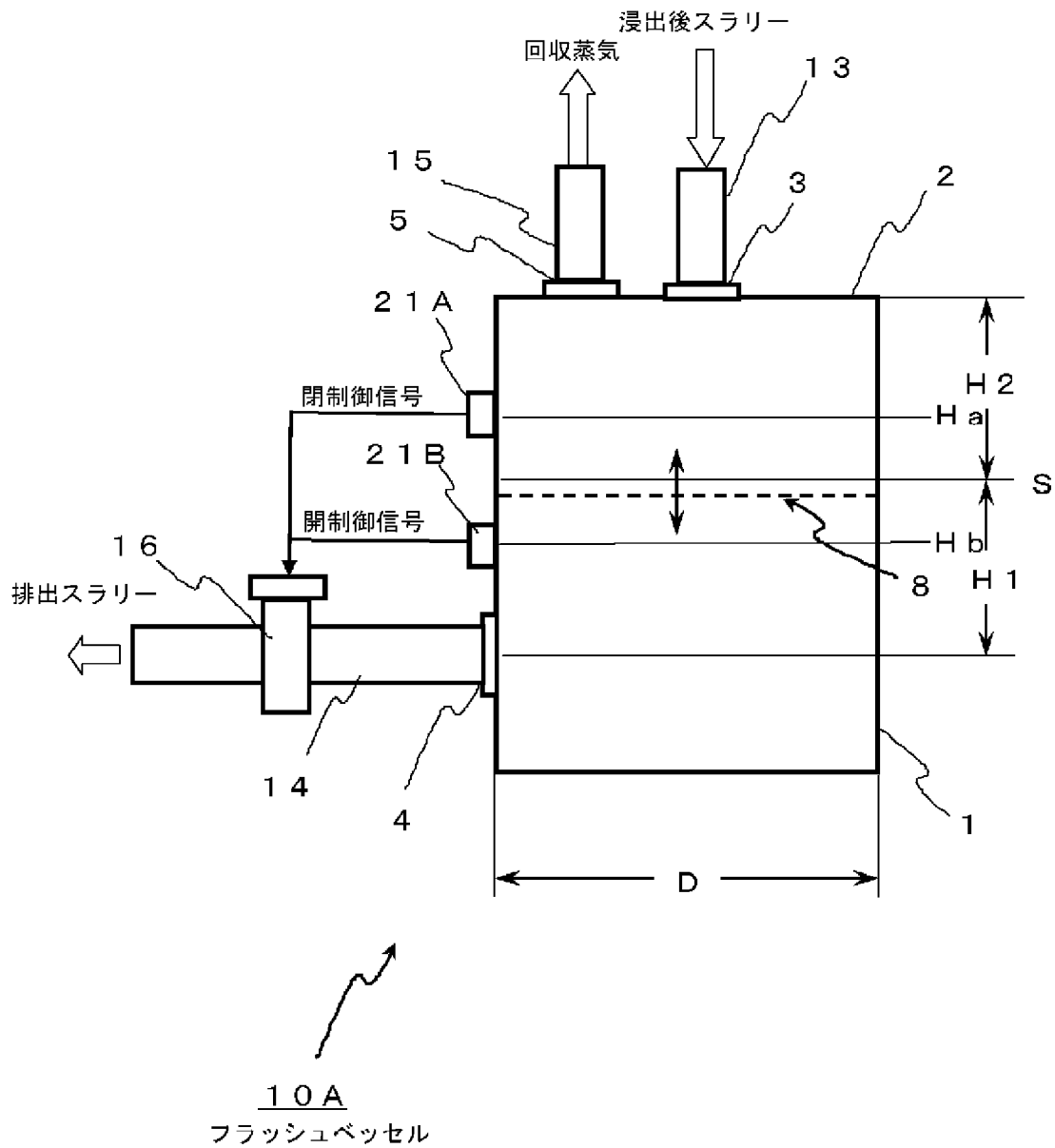


FIG. 3

[図4]

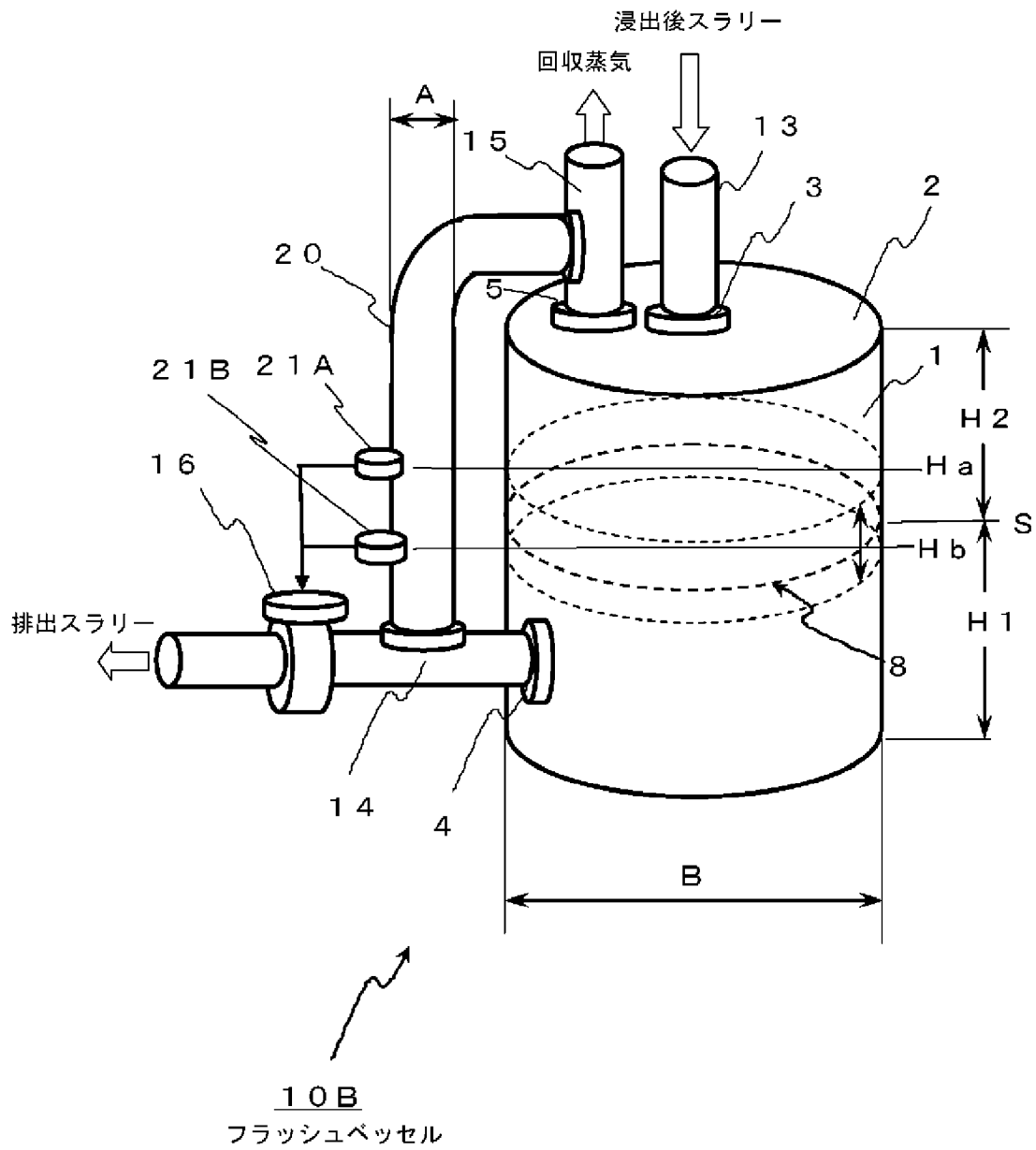


FIG. 4

[図5]

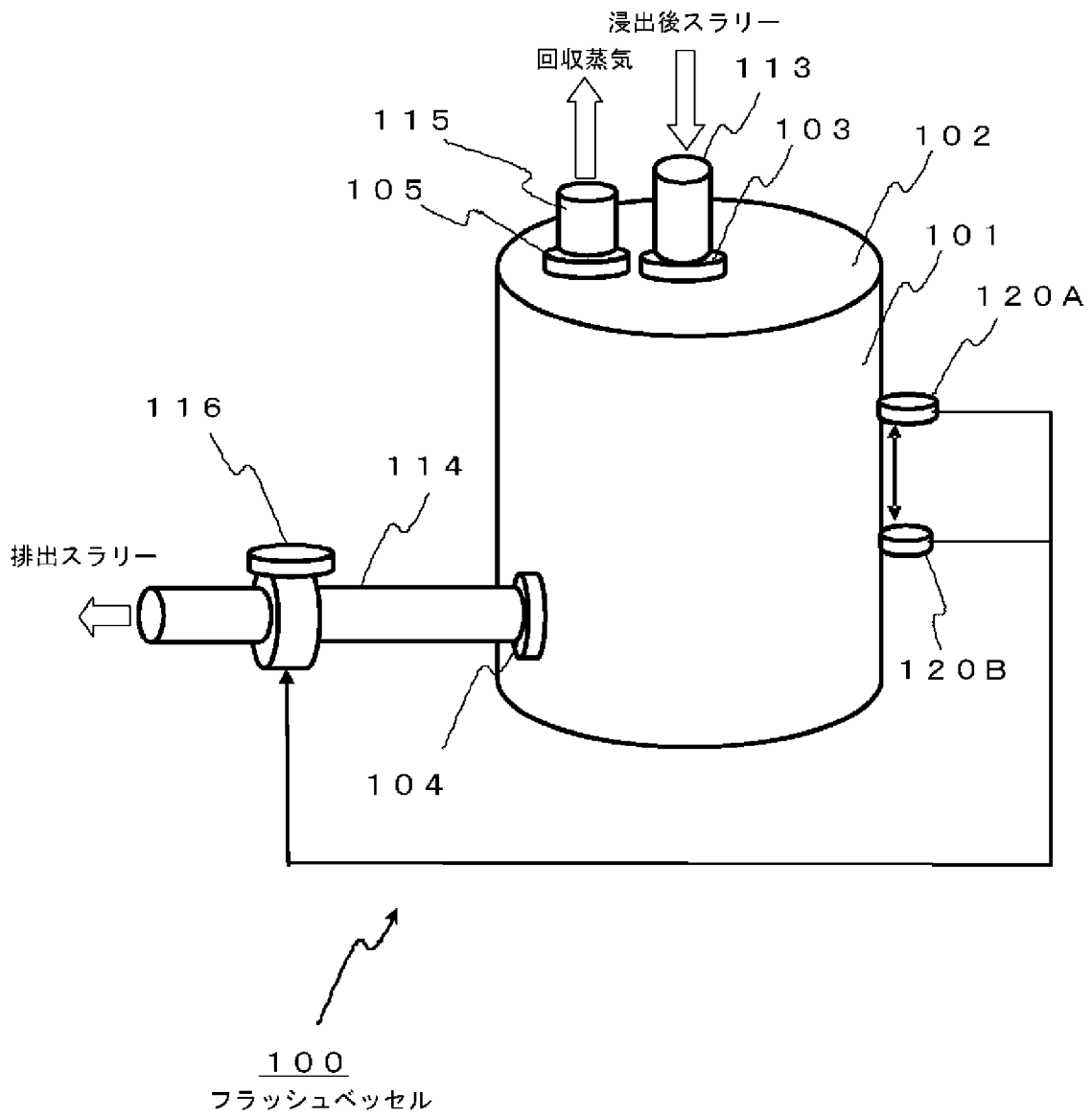


FIG. 5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/083947

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C22B23/00(2006.01)i, B01J3/02(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, B01J3/02, 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 2010-59489 A (Sumitomo Metal Mining Co., Ltd.), 18 March 2010 (18.03.2010), entire text (Family: none)	1-3
A	JP 2010-31341 A (Sumitomo Metal Mining Co., Ltd.), 12 February 2010 (12.02.2010), entire text & US 2010/0028227 A1 & AU 2009203045 A	1-3
A	JP 2010-164223 A (Kobe Steel, Ltd.), 29 July 2010 (29.07.2010), paragraph [0023] (Family: none)	1-3

 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
15 March, 2013 (15.03.13)Date of mailing of the international search report
26 March, 2013 (26.03.13)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））
 Int.Cl. C22B23/00(2006.01)i, B01J3/02(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（IPC））
 Int.Cl. C22B23/00, B01J3/02, 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 1922-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2013年
 日本国実用新案登録公報 1996-2013年
 日本国登録実用新案公報 1994-2013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 2010-59489 A（住友金属鉱山株式会社）2010.03.18, 全文（ファミリーなし）	1-3
A	JP 2010-31341 A（住友金属鉱山株式会社）2010.02.12, 全文 & US 2010/0028227 A1 & AU 2009203045 A	1-3
A	JP 2010-164223 A（株式会社神戸製鋼所）2010.07.29, 【0023】（ファミリーなし）	1-3

☐ 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	の日の後に公表された文献
「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	「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
「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	「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
「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）	「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
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日 15.03.2013	国際調査報告の発送日 26.03.2013
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ISA/J P） 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） 池ノ谷 秀行 電話番号 03-3581-1101 内線 3425
	4E 4142