

【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1年8月22日(2019.8.22)

【公開番号】特開2019-112661(P2019-112661A)

【公開日】令和1年7月11日(2019.7.11)

【年通号数】公開・登録公報2019-027

【出願番号】特願2017-245631(P2017-245631)

【国際特許分類】

B 2 2 F	9/26	(2006.01)
C 2 2 B	1/16	(2006.01)
C 2 2 B	3/08	(2006.01)
C 2 2 B	3/14	(2006.01)
C 2 2 B	3/22	(2006.01)
C 2 2 B	3/26	(2006.01)
C 2 2 B	3/44	(2006.01)
C 2 2 B	23/00	(2006.01)

【F I】

B 2 2 F	9/26	C
C 2 2 B	1/16	F
C 2 2 B	3/08	
C 2 2 B	3/14	
C 2 2 B	3/22	
C 2 2 B	3/26	
C 2 2 B	3/44	1 0 1 A
C 2 2 B	3/44	1 0 1 B
C 2 2 B	23/00	1 0 2

【手続補正書】

【提出日】令和1年6月11日(2019.6.11)

【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】

硫酸ニッケル溶液からニッケル粉を生成する製造工程において、

下記(1)から(6)に示す処理工程を施すことを特徴とするニッケル粉の製造方法

。

記

(1) 前記硫酸ニッケル溶液にアルカリを添加し、水酸化ニッケルの沈殿物を生成する水酸化工程。

(2) 前記水酸化工程(1)で生成された前記水酸化ニッケルの沈殿物に、固液分離工程(4)から得られる還元終液と、種晶としてニッケル粉を添加して、前記水酸化ニッケルの沈殿物を溶解し、硫酸ニッケルアンミン錯体溶液と種晶と水酸化ニッケルを含有する混合スラリーを形成する錯化工程。

(3) 前記錯化工程(2)で形成した前記混合スラリーに水素ガスを吹き込み、前記混合スラリー中のニッケル成分が前記種晶上に析出して形成したニッケル粉を含む還元スラリーを形成する還元工程。

(4) 前記還元工程(3)で形成した還元スラリーを、固液分離してニッケル粉と還元終液をそれぞれ回収する固液分離工程。

(5) 前記回収したニッケル粉を、前記錯化工程(2)、前記還元工程(3)のいずれか又は両工程に繰り返し、且つ、前記回収した還元終液に硫化剤を添加し、硫化ニッケルを析出させて固液分離し、硫化ニッケルとニッケル回収後液を生成するニッケル回収工程。

(6) 前記ニッケル回収工程(5)で得た硫化ニッケルを酸化浸出し、得られる硫酸ニッケル溶液を前記水酸化工程(1)に繰り返すニッケル再生工程。

【請求項2】

前記固液分離工程(4)で回収したニッケル粉を粒径により篩別し、予め設定した粒径より小さなニッケル粉を選別して種晶として、前記錯化工程(2)、前記還元工程(3)のいずれか又は両工程に添加することを繰り返し行い、前記種晶のニッケル粉の粒径より粗大なニッケル粉を得ることを特徴とする請求項1記載のニッケル粉の製造方法。

【請求項3】

前記錯化工程(2)、前記還元工程(3)のいずれか又は両工程に添加する種晶の平均粒径が、 $0.1 \sim 100 \mu\text{m}$ の大きさであることを特徴とする請求項2記載のニッケル粉の製造方法。

【請求項4】

前記錯化工程(2)が、硫酸ニッケルアンミン錯体溶液と種晶と水酸化ニッケルを含有する混合スラリーを形成する際、前記混合スラリーに分散剤をさらに添加することを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載のニッケル粉の製造方法。

【請求項5】

前記錯化工程(2)における種晶の添加量が、硫酸ニッケルアンミン錯体溶液中のニッケル重量に対し、 $1 \sim 100\%$ となる量であることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載のニッケル粉の製造方法。

【請求項6】

前記還元スラリーを篩分けし、篩下のニッケル粉と還元終液の篩下還元スラリーを、前記錯化工程(2)の還元終液と種晶のニッケル粉の一部として繰り返し使用することを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載のニッケル粉の製造方法。

【請求項7】

前記錯化工程(2)が、還元終液を添加して硫酸ニッケルアンミン錯体溶液を得る溶解工程と、

ニッケル粉若しくはニッケル粉と還元終液を含むスラリーを添加する種晶添加工程の2つの工程で構成されていることを特徴とする請求項6記載のニッケル粉の製造方法。

【請求項8】

前記硫酸ニッケル溶液が、ニッケル酸化鉱石を浸出して回収したニッケルおよびコバルトの混合硫化物、ニッケル硫化物、粗硫酸ニッケル、酸化ニッケル、水酸化ニッケル、炭酸ニッケル、金属ニッケルの粉末の少なくとも1種を硫酸酸性溶液に溶解して得たものであることを特徴とする請求項1に記載のニッケル粉の製造方法。

【請求項9】

前記硫酸ニッケル溶液が、

コバルトを不純物として含むニッケル含有物を溶解する浸出工程と、

前記浸出工程で得られたニッケルとコバルトを含む浸出液をpH調整した後、溶媒抽出法により硫酸ニッケル溶液とコバルトイソリューションに分離する溶媒抽出工程を経て得られた硫酸ニッケル溶液であることを特徴とする請求項1に記載のニッケル粉の製造方法。

【請求項10】

前記硫酸ニッケルアンミン錯体溶液中の硫酸アンモニウム濃度が、 $100 \sim 500 \text{ g/L}$ 、且つアンモニウム濃度が、前記錯体溶液中のニッケル濃度に対してモル比で1.9以上であることを特徴とする請求項1記載のニッケル粉の製造方法。

【請求項 1 1】

前記還元工程（3）の水素ガスの吹き込みが、温度を100～200、及び圧力を0.8～4.0 MPaの範囲に維持して行うことを特徴とする請求項1記載のニッケル粉の製造方法。

【請求項 1 2】

前記分散剤が、ポリアクリル酸塩を含むことを特徴とする請求項4記載のニッケル粉の製造方法。

【請求項 1 3】

前記還元工程（3）を経て得られたニッケル粉を、団鉱機を用いて塊状のニッケルブリケットに加工するニッケル粉団鉱工程と、

得られた塊状のニッケルブリケットを、水素雰囲気中で温度500～1200での保持条件により、焼結処理を行い、焼結体のニッケルブリケットを形成するブリケット焼結工程を含むことを特徴とする請求項1記載のニッケル粉の製造方法。

【請求項 1 4】

前記固液分離工程（4）の還元終液を濃縮し、硫酸アンモニウムを晶析させて硫安結晶を回収する硫安回収工程を含むことを特徴とする請求項1記載のニッケル粉の製造方法。

【請求項 1 5】

前記固液分離工程（4）の還元終液にアルカリを加えて加熱し、アンモニアガスを揮発させ回収するアンモニア回収工程を含むことを特徴とする請求項1に記載のニッケル粉の製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0017

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0017】

本発明の第7の発明は、第6の発明における錯化工程（2）が、還元終液を添加して硫酸ニッケルアンミン錯体溶液を得る溶解工程と、ニッケル粉若しくはニッケル粉と還元終液を含むスラリーを添加する種晶添加工程の2つの工程で構成されていることを特徴とするニッケル粉の製造方法である。