

【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】平成30年5月31日(2018.5.31)

【公表番号】特表2017-537221(P2017-537221A)

【公表日】平成29年12月14日(2017.12.14)

【年通号数】公開・登録公報2017-048

【出願番号】特願2017-518134(P2017-518134)

【国際特許分類】

C 2 2 B 26/12 (2006.01)

C 2 2 B 3/06 (2006.01)

C 2 2 B 3/22 (2006.01)

C 2 2 B 3/08 (2006.01)

C 2 2 B 3/44 (2006.01)

C 2 2 B 1/02 (2006.01)

C 2 2 B 3/12 (2006.01)

C 0 1 D 15/08 (2006.01)

C 0 1 B 33/12 (2006.01)

【F I】

C 2 2 B 26/12

C 2 2 B 3/06

C 2 2 B 3/22

C 2 2 B 3/08

C 2 2 B 3/44 1 0 1 Z

C 2 2 B 3/44 1 0 1 A

C 2 2 B 1/02

C 2 2 B 3/12

C 0 1 D 15/08

C 0 1 B 33/12 Z

【手続補正書】

【提出日】平成30年4月11日(2018.4.11)

【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】

リチウムを含有する雲母含量が豊富な鉱物からリチウムを回収する方法であって、

リチウムを含有する雲母含量が豊富な鉱物を 1 つ以上含む鉱石を少なくとも 1 つの前処理工程に付すことと、

前記前処理された鉱石を酸浸出工程に付すことで浸出スラリーを生産し、次に浸出スラリーを固液分離工程に付して、当該分離工程により浸出残渣および貴浸出溶液を生産することと、

前記貴浸出溶液を一連の処理工程に供することで 1 つ以上の不純物金属を取り除くことと、

リチウム含有塩の生成物としてリチウムを回収することを含む、方法。

【請求項 2】

前記リチウム含有塩は Li_2CO_3 である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記雲母含量の豊富な鉱物は、レピドライトおよび／またはチンワルダイトを含む、請求項 1 または 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記前処理工程が、濃縮工程および粉碎工程のいずれか 1 つまたは両方を含み、前記粉碎工程が、以下の粒子サイズを有する生成物を生成させることを含んでいてもよい、請求項 1 から 3 のいずれか 1 項に記載の方法：

a . P_{80} が 150 ミクロン未満；または

b . P_{80} が 75 ミクロン未満。

【請求項 5】

濃硫酸が浸出工程中に添加され、かつ前記浸出工程は沸点に近い温度にて大気条件下で実行される、請求項 1 から 4 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 6】

前記浸出残渣がシリカを含有する、請求項 1 から 5 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 7】

前記浸出工程は H_2SO_4 過剰な状態で実行されて、遊離酸濃度が約 50 g / L の H_2SO_4 より高くなる、請求項 5 または 6 に記載の方法。

【請求項 8】

総硫酸塩濃度が、浸出温度における前記溶液の飽和限界に近くなる、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

前記浸出工程の保持時間が約 6 ~ 18 時間の間であり、約 12 時間の保持時間で約 90 % を超える金属抽出が達成されてもよい、請求項 1 から 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

選択的結晶化を利用して、蒸発による冷却、または蒸発によらない冷却によって、貴浸出溶液から 1 価のミョウバン塩の混合物を沈殿させる、請求項 1 から 9 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 11】

ミョウバンを結晶化させた後に、1 価のミョウバン塩が、濾過またはデカンテーションによって、前記溶液から分離されて濾液を形成し、形成された濾液は、貴浸出溶液に含まれるリチウムの約 95 % より多くを含み、かつリチウム含有濾液に存在する不純物を、低 pH 不純物除去工程にて塩基を添加することで沈殿させて除去することによりミョウバン石を沈殿させ、次いでフッ化物沈殿を生じさせる、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

低 pH 不純物除去工程が、90 を超える温度、および pH 2 ~ 3 の範囲で行われる、請求項 11 に記載の方法。

【請求項 13】

前記低 pH 不純物除去工程で生じた濾液を高 pH 不純物除去工程に付し、塩基の添加によって、マンガンまたはマグネシウムのいずれかを含有する不純物卑金属を沈殿させ、かつ 1 価の炭酸塩を添加することで、カルシウムを前記高 pH 不純物除去工程の濾過生成物から沈殿させる、請求項 11 または 12 に記載の方法。

【請求項 14】

前記 1 価のミョウバン塩の混合物を水に再溶解し、選択的沈殿に付して $Al(OH)_3$ を沈殿させ、かつ $Al(OH)_3$ の沈殿物を、濾過またはデカンテーションによって分離させて、その結果生じる濾液に 1 価のカチオン塩が含まれる、請求項 10 から 13 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 15】

前記 1 価のカチオン塩は、さらに処理されることでギ酸塩を供するルビジウムおよびセシウム硫酸塩を含む、請求項 14 に記載の方法。

【請求項 16】

リチウム含有雲母を豊富に含む鉱物からフッ化物も回収する方法であって、

- a) 前記浸出溶液から 1 価のミョウバン塩を分離することで生じる濾液から、フッ化アルミニウムおよび硫酸アルミニウムの複塩であるカーデマイトを選択的に結晶化することと、
- b) 濾過またはデカンテーションによって、前記液体からカーデマイトを分離することと
いう付加的な方法の工程を含む、請求項 1 から 15 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 17】

前記酸浸出残渣からケイ酸塩生成物もまた回収する、請求項 6 に記載の方法であって、以下のさらなる方法の工程

- (i) 水酸化ナトリウム溶液でシリカ含有浸出残渣を浸出し、浸出スラリーを生成することと、
- (ii) 前記浸出スラリーを濾過および洗浄することで、非晶質シリカを枯渇させた浸出残渣およびケイ酸ナトリウムを含有する浸出溶液を生成することと、を含む方法。

【請求項 18】

非晶質シリカの抽出が 70 ~ 95 % の範囲である、請求項 17 に記載の方法。