

# 岡部研の夢と目標

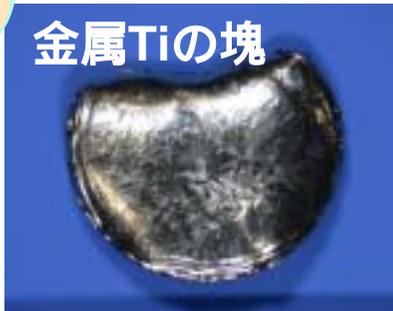
技術革新により  
レアメタルをコモンメタルに変える

革新的な材料プロセスの開発

レアメタルの新規な  
製造技術の開発



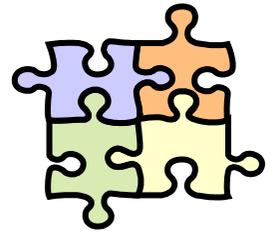
↓ 新プロセス



チタン鉱石から直接  
高純度の金属チタンを  
製造する新プロセス

環境調和型のレアメタル  
製造プロセスの開発

スクラップ(廃棄物)の  
組み合わせによる新しい  
リサイクルプロセスの開発



スクラップ1

スクラップ2



↓  
価値のある材料

新しい発想が  
スクラップを  
高付加価値材料  
に変える

革新的かつ環境調和型の  
材料プロセスを開発することにより  
社会に貢献する

循環資源・材料プロセス工学研究室

岡部研究室

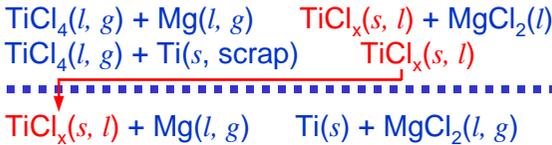
東京大学・生産技術研究所

# チタンの新製造プロセスの開発

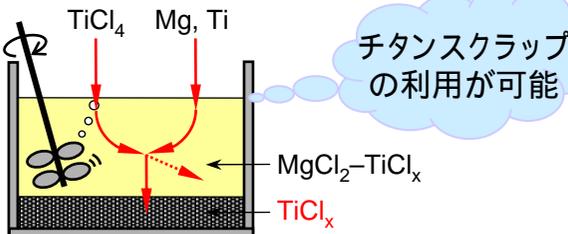
チタンの低級塩化物を利用するチタンの新しい高速還元法の開発  
チタンスクラップもリサイクル可能な環境調和型プロセス

## チタンの新高速製造プロセス

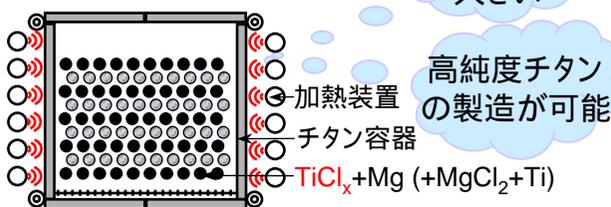
サブハライド( $\text{TiCl}_x$ ,  $x = 2, 3$ )を  
経由するチタンの新製造プロセス



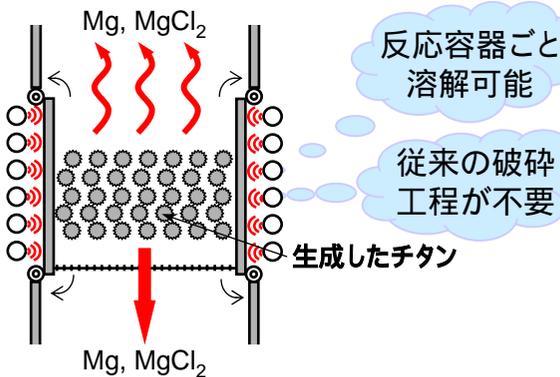
ステップ1:  $\text{TiCl}_x$ の製造と濃縮



ステップ2:  $\text{TiCl}_x$ の高速還元



ステップ3: 副生成物の高速分離・除去



## プロセスの特徴と研究成果

クロール法と本プロセスの比較

	クロール法	本プロセス
プロセス形態	バッチ式、高速化に限界	(半)連続式、高速化可能
原料	$\text{TiCl}_4$ (気相)	$\text{TiCl}_2, \text{TiCl}_3$ (凝縮相)
反応熱 $\Delta H / \text{kJ molTi}$	-434 (発熱大)	-94 ~ -191 (発熱小)
反応容器	軟鋼 (鉄汚染が避けられない)	チタン (鉄汚染が無い)
容器サイズ	大型 (破碎工程必要)	小型 (破碎工程不要)
反応助剤	特に無し	Ti, $\text{MgCl}_2$
共通点	塩化物のマグネシウム熱還元 副生成物の真空分離が可能 低酸素濃度のチタンの製造が可能	

$\text{TiCl}_3$ をマグネシウムで還元し  
副生成物を高速除去する実験



得られたチタン塊

チタン製容器を使用して効率良く純度99.2%程度のチタンを製造した

現在、新規な要素技術の開発に取り組んでいる

チタン製の反応容器を用いるチタン塩化物の新還元プロセスの実現が可能であることを実証した

循環資源・材料プロセス工学研究室

岡部研究室

東京大学・生産技術研究所

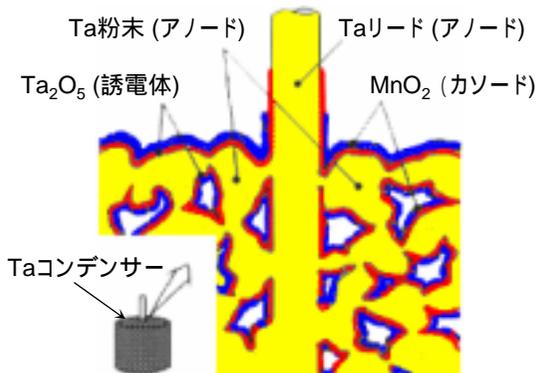
# ニオブ・タンタル粉末の新製造法の開発

電気化学的な手法を用いてニオブ・タンタル塊から高純度かつ微細な粉末を製造する新しいプロセス

## 背景および新プロセス

### 背景

小型で大容量、熱的な安定性にも優れたタンタル固体電解コンデンサは、高価で希少なタンタル粉末を基幹素材として使用している。



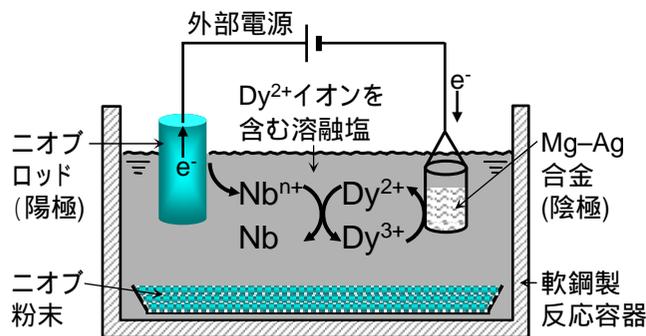
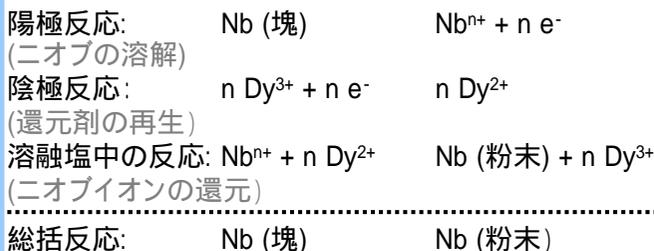
Ta (アノード)	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (誘電体)	MnO <sub>2</sub> (カソード)	カソード 層
--------------	---	----------------------------	-----------

グラファイト|Ag|ハンダ

高性能コンデンサの需要が増大しているため、本研究では電子材料用タンタルやニオブ粉末の新しい製造法の開発を行っている。資源的に豊富で安価なニオブをタンタルの代替として用いることができれば、次世代の電荷デバイスとして発展する可能性が大きい。

### 新プロセス:

### Electrochemical Pulverization (EP)

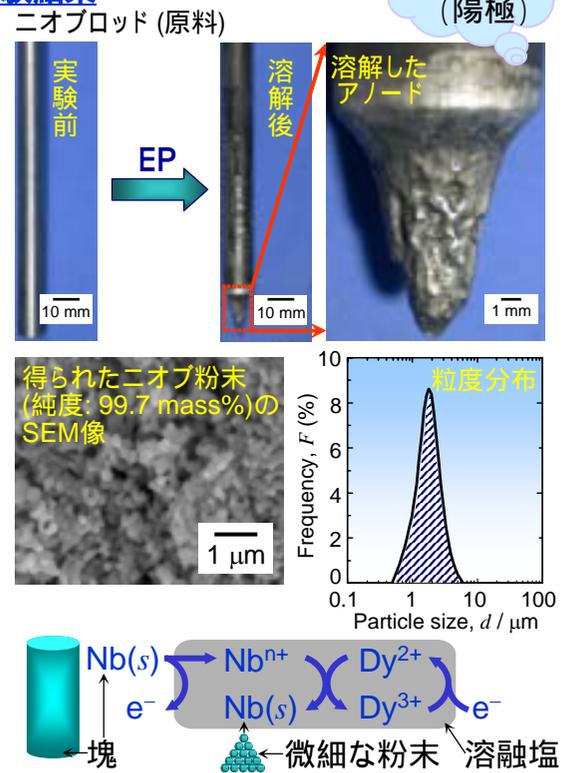


## 実験方法および結果

### 実験装置



### 実験結果



効率良く、高純度で微細なニオブ粉末を製造できた

循環資源・材料プロセス工学研究室

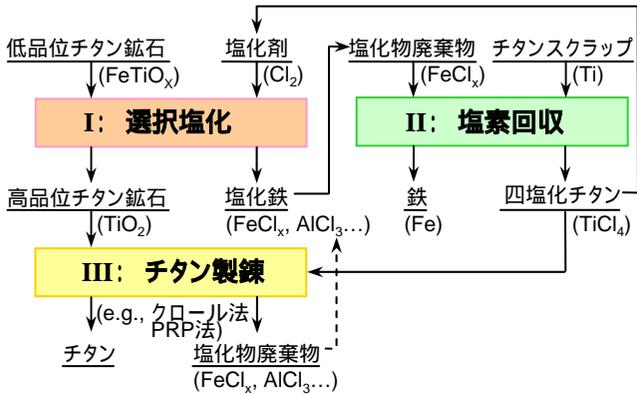
岡部研究室

東京大学・生産技術研究所

# チタンの新製造法の開発

チタン鉱石の選択脱鉄と塩化物廃棄物の有効利用  
新しい環境調和型プロセス技術の開発

安価な低品位鉱石にも適用可能な新プロセスの開発



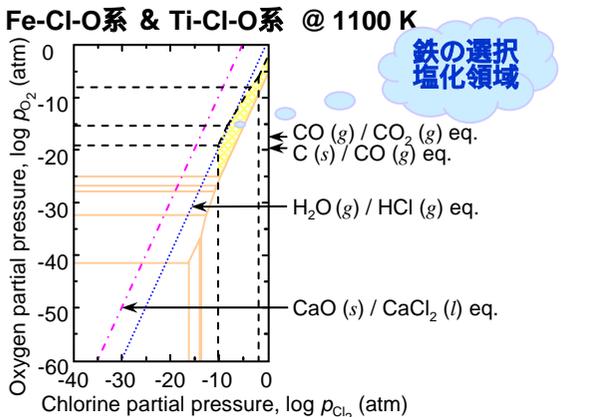
安価な低品位鉱石にも適用可能な  
環境調和型プロセスの確立を目指す



選択塩化法により製造された鉄濃度が  
低いチタン原料はクロール法や  
新たに開発されるチタン還元法を  
用いて還元することができる

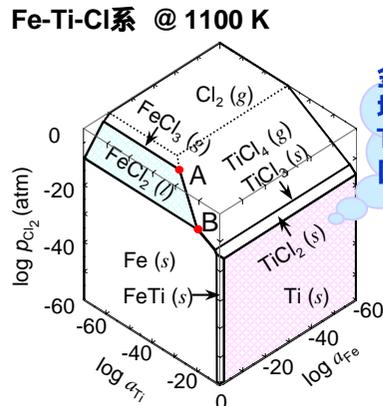
## 熱力学的検討および実験方法

### I: 選択塩化

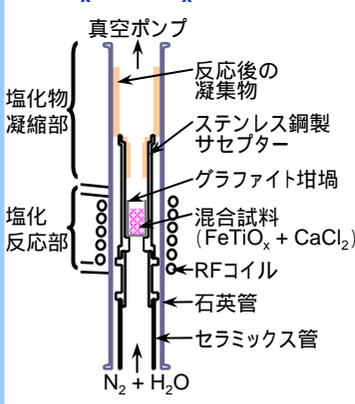
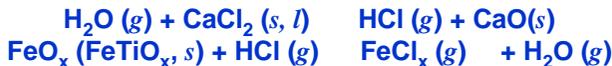


鉄の選択  
塩化領域

### II: 塩素回収



金属チタンを用いれば  
塩化鉄中の塩素を  
TiCl4(g)として  
回収できる



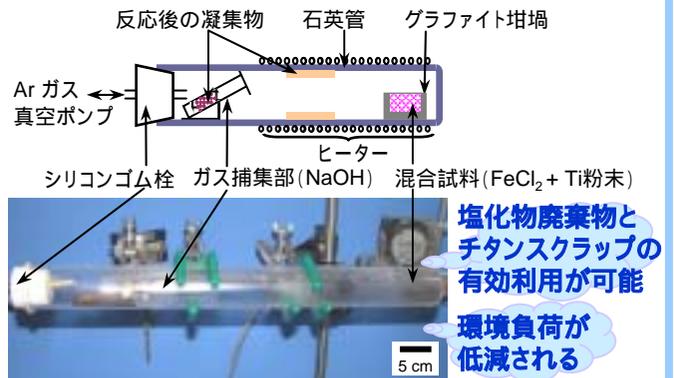
鉱石中の  
不純物鉄が  
除去された

低品位チタン  
鉱石の使用が  
可能

チタンの生産  
コストの低下  
につながる

チタン鉱石から選択的に脱鉄できた

Fe-Ti-Cl系化学ポテンシャル図@1100 K.



塩化物廃棄物と  
チタンスクラップの  
有効利用が可能

環境負荷が  
低減される

塩化鉄から塩素を回収すると同時に  
チタン原料を製造できた

循環資源・材料プロセス工学研究室

岡部研究室

東京大学・生産技術研究所

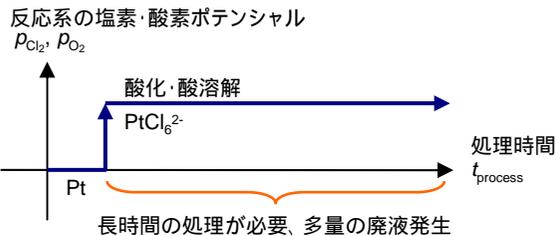
# 貴金属の高效率回収法の開発

合金化・塩化処理を利用する貴金属の新湿式回収法の開発  
 溶解時間の短縮および廃液排出量の削減が可能な環境調和型プロセス

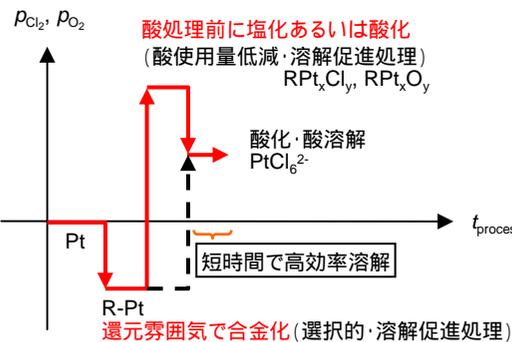
## 貴金属の新湿式回収プロセス

### 従来法と本プロセスの比較

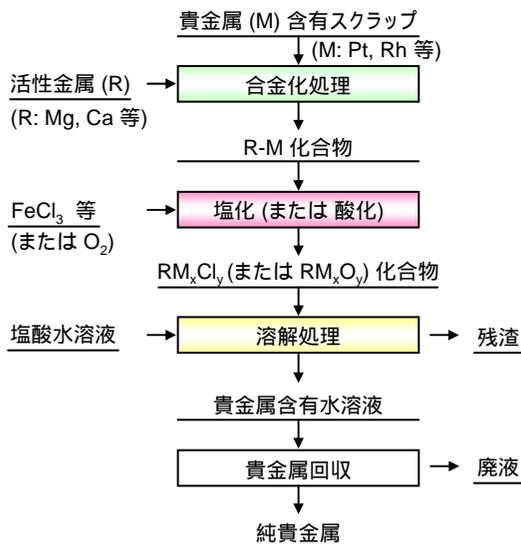
#### (a) 従来のPtの酸溶解法



#### (b) 本プロセス



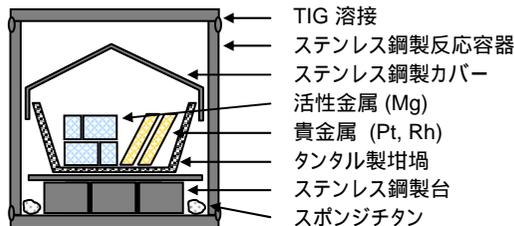
## 活性金属および塩化剤 ( / 酸化剤 ) を利用する貴金属の新回収プロセス



## 実験方法と研究成果

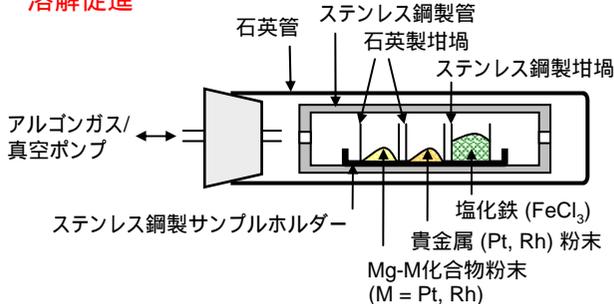
### 活性金属 - 貴金属合金合成

選択的溶解  
 高速溶解促進

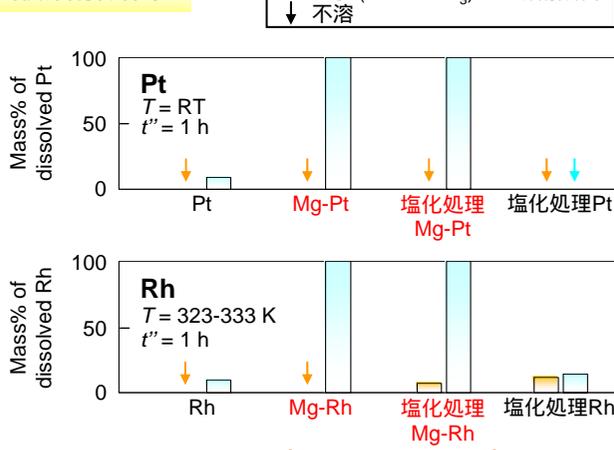


### 塩化物蒸気による合金の塩化(酸化)

溶解時の酸必要量および廃液排出量削減  
 溶解促進



### 酸溶解結果



合金化・塩化処理によりPt及びRhの  
 溶解効率が飛躍的に向上した

循環資源・材料プロセス工学研究室

岡部研究室

東京大学・生産技術研究所

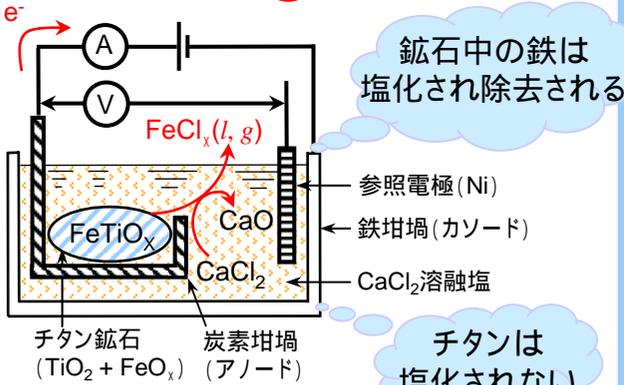
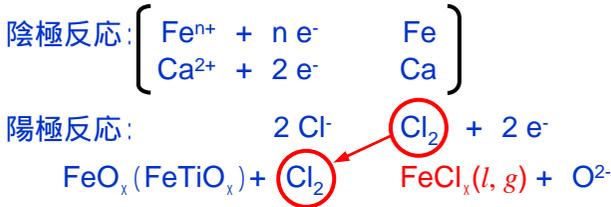
# チタン鉱石から直接チタンを製造する方法の開発

## 低品位チタン鉱石からチタンを製造する新しい手法の開発 電気化学的手法を用いたチタン鉱石の選択塩化・脱鉄および還元

### チタンの新製錬プロセス

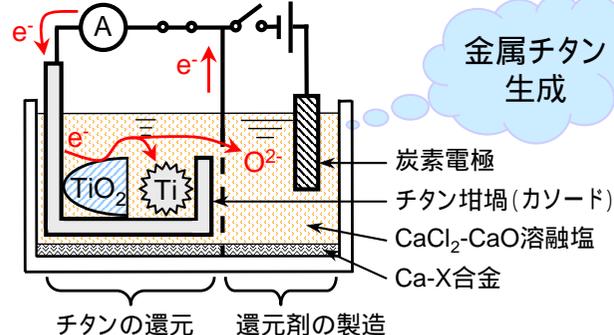
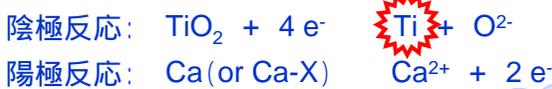
溶融塩中の塩素( $\text{Cl}_2$ )の化学ポテンシャルを電気化学的に制御し、鉱石中の鉄を選択的に塩化除去する新しい脱鉄プロセス

#### 1. 選択塩化・脱鉄プロセス



#### 2. 酸化チタンの還元プロセス

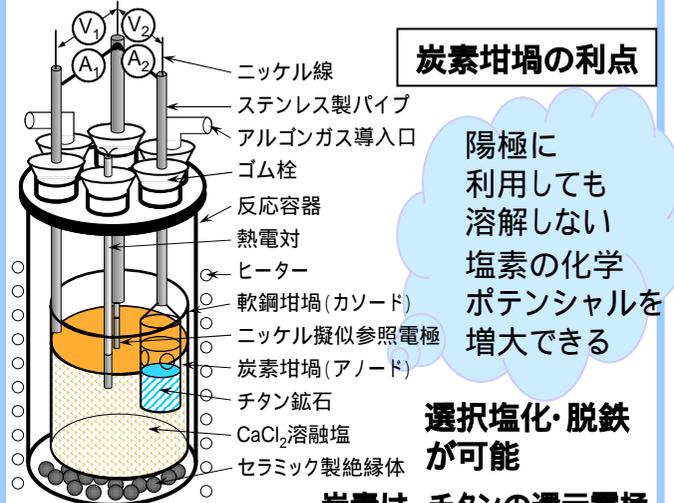
(EMR法などの新製錬法を用いて金属チタンを製造する)



鉱石から直接チタンを製造する新製錬法を開発中

### 実験装置と実験結果

脱鉄実験装置の模式図



#### 実験結果

電気化学的手法による選択塩化・脱鉄実験結果 (XRF)

	チタン鉱石中の元素濃度 (mass %)			チタンに対する鉄の割合 (%)
	Ti	Fe	Ca	質量比
実験前 <sup>1</sup>	42.62	48.72	0.33	114.8
実験後	47.22	3.40	47.92	7.2

1: 中国産イルメナイト( $\text{FeTiO}_x$ )使用

現在、ppmレベルへの脱鉄技術の開発に取り組んでいる

電気化学的な手法を用いてチタン鉱石中の鉄を選択的に塩化し脱鉄できることを実証した

今後の目標

チタン鉱石から効率良く鉄を除去し、直接金属チタンを製造する新技術を開発する

チタン鉱石中の鉄を除去できた脱鉄率の向上が必要

循環資源・材料プロセス工学研究室

岡部研究室

東京大学・生産技術研究所

# スカンジウムの新製造プロセスの開発

レアメタルの中でも特に稀(レア)な元素スカンジウムの新製造プロセスの開発  
還元と同時にアルミニウムと合金化しAl-Sc合金を直接製造

## スカンジウムとは

イットリウム(Y)やランタノイドとともに  
希土類金属(Rare Earth Metals: RE)  
として分類される

原子番号	21	軽金属
原子量	44.96	
密度 (g/cm <sup>3</sup> )	2.99	
融点 ( )	1541	
クラーク数 (ppm)	5.5 (50位)	
価格 (¥/g)	4,000 ~ 30,000	

金や白金  
よりも存在量は  
多いが  
値段は高価

地殻中に分散状態で存在するため  
Scのみを稼業対象とする鉱床はない



金属Sc

主にウランやタングステン  
製錬の副産物として  
酸化物の形で回収される

最近ではニッケルの  
新製錬法の副産物としても  
注目されている

## スカンジウムの主な用途



ロードレース用自転車

構造材料として  
Al-Sc合金が  
使われている



MIG29 メタルハライドランプ

ScI<sub>3</sub>が封入  
されている

次世代のハイテク産業を支える  
未来材料として期待される

⇒ 今後需要の増大が見込まれる

## 実験方法

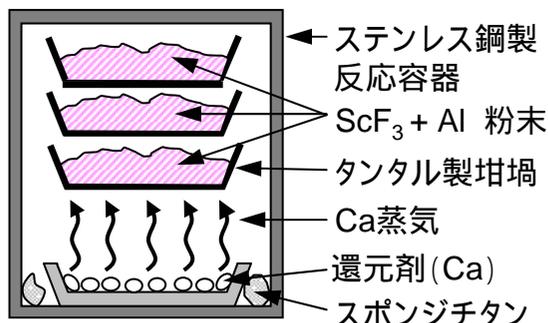
従来法:



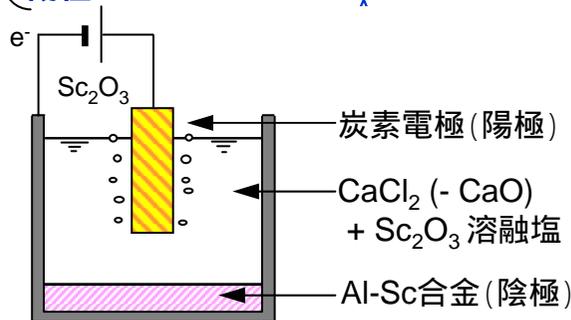
Scは化学的に極めて活性なため  
リーチング等によるメタルの分離が困難

Alなどのコレクターメタルを抽出剤として用いて  
合金化することによりメタル相の分離が可能

本研究プラン( ): カルシウム熱還元法



本研究プラン( ): 電解法



最終目標

Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(原料)から効率良く金属スカンジウムや  
Al-Sc合金を製造する新プロセスの開発

循環資源・材料プロセス工学研究室

岡部研究室

東京大学・生産技術研究所

# 電子材料用ニオブ・タンタル粉末の新製造技術の開発

## プリフォーム還元法によるコンデンサ用Nb粉末の新しい製造プロセス

### コンデンサ用粉末の製造法

#### ニオブとタンタルの比較

	ニオブ	タンタル
元素記号	Nb	Ta
原子番号	41	73
原子量	92.9	180.9
密度	8.56 g/cm <sup>3</sup>	16.65 g/cm <sup>3</sup>
融点	2468	2980
沸点	4758	5534
抵抗率 (20 °C)	12.5 μΩ·cm	12.4 μΩ·cm
クラーク数	2 × 10 <sup>-3</sup> (34位)	1 × 10 <sup>-3</sup> (40位)
年間世界生産量	23000 ton	2300 ton
日本の需要	3900 ton	550 ton
価格(概数)	55 \$/kg	700 \$/kg

ニオブはタンタルに比べ  
世界生産量が約10倍、価格が1/10以下

→ コンデンサ用のタンタルの代替素材  
としてニオブ粉末が注目されている



**純度99.5%以上、粒径0.2 ~ 1.0 μm  
の均一な粉末が必要**

#### プリフォーム還元法 (PRP)



原料を含む  
スラリーを  
型に鋳込む

プリフォーム作製

Mg 蒸気で還元

反応式:

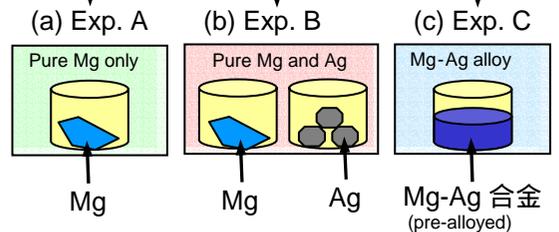
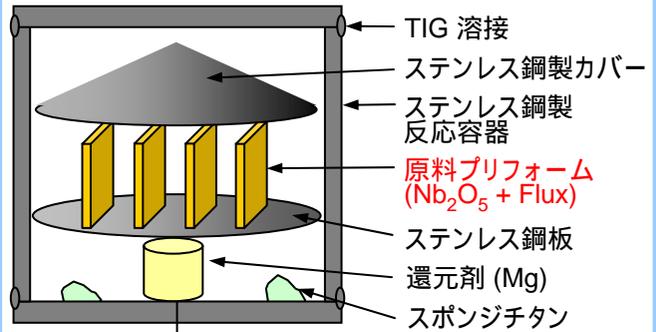


#### < 特徴 >

- ・フッ素を含む廃液を排出しない
- ・プロセスの大型化が容易で均一な粉末が得やすい
- ・従来法に比べ、溶融塩の使用量が格段に少ない
- ・プロセスの(半)連続化、高速化が可能となる

### 実験方法と研究成果

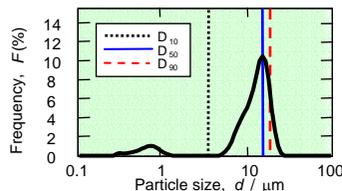
#### 還元装置と還元剤(合金)の供給方法



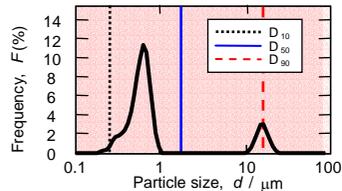
#### 粒度分布測定結果とSEM像

$T_{\text{red.}} = 1273 \text{ K}$ ,  $t_{\text{red.}} = 24 \text{ h}$ , Flux = CaCl<sub>2</sub>,  $X_{\text{cat./Nb}} = 0.2$

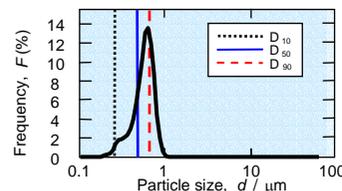
(a) Pure Mg only: Exp. A



(b) Pure Mg under Ag co-existence: Exp. B



(c) Mg-50mol% Ag alloy: Exp. C



**純度 99.7%**

Mg-Ag合金を用いてMgの蒸気圧を制御し、  
高純度かつ微細なNb粉末の製造に成功した

循環資源・材料プロセス工学研究室

**岡部研究室**

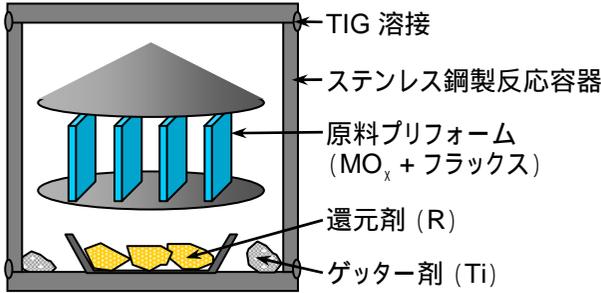
東京大学・生産技術研究所

# チタンの新製造法の開発 (PRP)

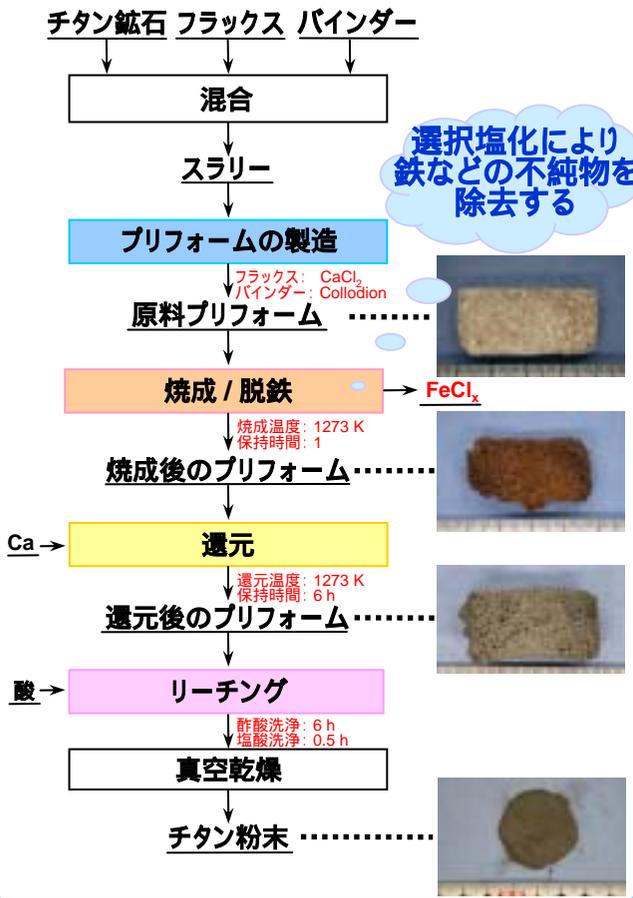
新しいプロセス技術を開発し、チタンを「コモンメタル」に変える

## チタン鉱石から直接、高純度チタン粉末を製造する新プロセスの開発

### プリフォーム還元法(PRP)の実験装置



### プリフォーム還元法の実験手順



## プロセスの特徴と研究成果

### クロール法と本プロセスの比較

	クロール法	本プロセス
プロセスの形態	バッチ式 高速化に限界 (複雑)	(半)連続式 高速化可能 (簡便)
原料	TiCl <sub>4</sub> (気相)	TiO <sub>2</sub> (凝縮相)
還元剤	Mg	Ca
反応容器サイズ	大型 (破碎工程必要)	小型 (破碎工程不要、 スケールアップが容易)
反応助剤	特に無し	CaCl <sub>2</sub> など

### 本プロセスの研究結果



純度99 mass%  
以上のチタン粉末が  
製造できた

選択塩化による脱鉄、  
直接プリフォーム還元



将来的には低品位  
チタン鉱石から  
直接、高純度チタンを  
製造する新プロセスの  
開発を目標とする

アーク溶解



酸化物原料から直接、高純度の  
チタン粉末を製造する新手法を開発した

循環資源・材料プロセス工学研究室

岡部研究室

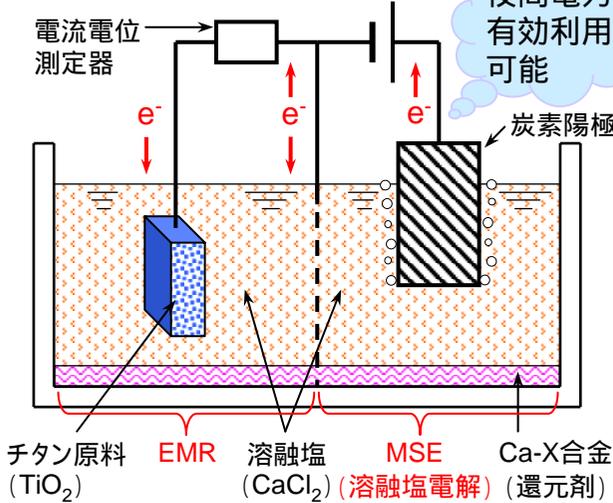
東京大学・生産技術研究所

# チタンの新製造法の開発 (EMR)

チタンの新製造プロセスの要因原理の研究と新手法の開発  
資源的に豊富な「レアメタル」を「コモンメタル」に変える

## チタンの新製造プロセスの開発

### EMR / MSE 法



### チタンの還元

(EMR, Electronically Mediated Reaction)



### 電解による還元剤の製造

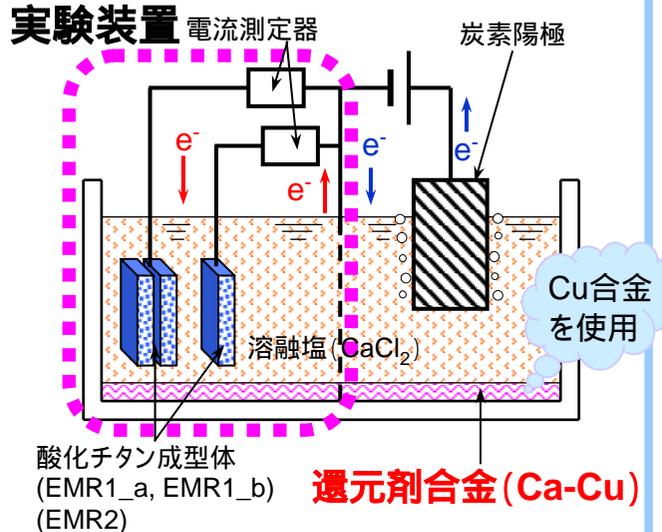
(MSE, Molten Salt Electrolysis)



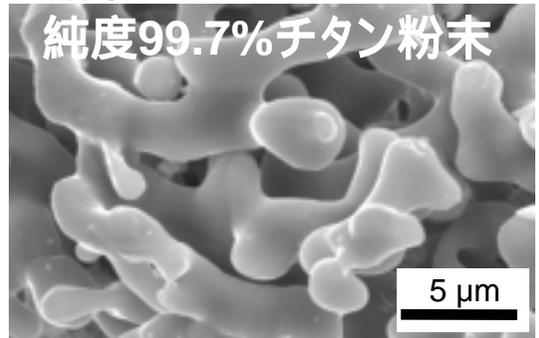
### クロール法と本プロセスの特徴

クロール法の特徴	EMR / MSE法の特徴
高純度チタンの製造が可能	酸化物からの直接還元
塩素とMgサイクルの確立	鉄・炭素汚染に強い
高効率なMg電解	プロセスの(半)連続化が可能
還元と電解工程が独立	還元と電解工程が独立
× バッチ式プロセス	× Ca還元剤を利用する
× プロセスが複雑	× 金属と塩の分離が難しい
× 製錬速度が非常に遅い	× セルの構造が複雑
× 巨大な発熱反応	× プロセスが複雑

## EMR法の実証実験



## 実験結果



得られたチタン粉末の分析結果

	元素濃度 $i, C_i$ (質量%)			
	Ti <sup>a</sup>	Ca <sup>a</sup>	Cl <sup>a</sup>	O <sup>b</sup>
EMR1_a	99.7	0.19	(0.09)	0.25
EMR1_b	99.6	0.18	(0.15)	0.37
EMR2	99.7	0.21	(0.08)	-

a: 蛍光X線分析装置 (XRF) による測定 (検出限界: 300 ppm)

b: 不活性ガス中溶解赤外吸収分光法 (LECO) による測定 **2500 ppmO**

Cuを含まない純度99.7%の  
均一なチタンが得られた

循環資源・材料プロセス工学研究室

岡部研究室

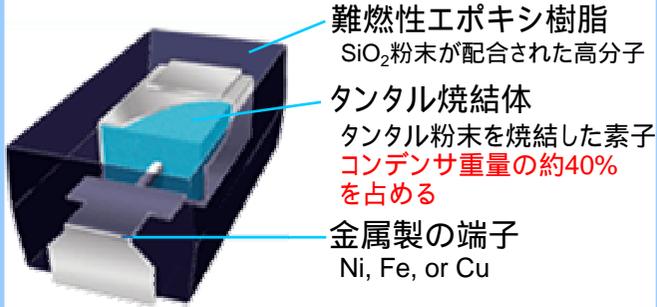
東京大学・生産技術研究所

# スクラップからのタンタルのリサイクル

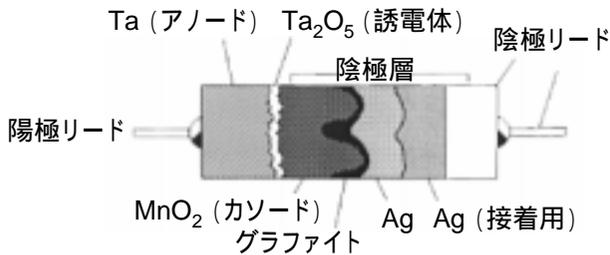
コンデンサから希少で高価なタンタルを効率よく分離・回収する  
環境調和型プロセスの開発

## タンタルコンデンサの特徴

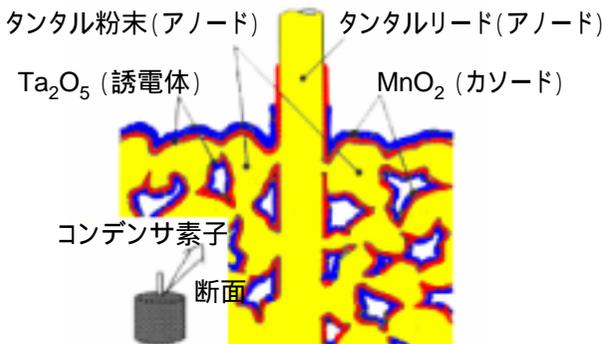
### タンタルコンデンサの構造



### タンタルコンデンサの構造模式図



### タンタル焼結体の断面図



タンタル焼結体がコンデンサの電極の役割を果たす

- ・タンタルコンデンサは他のコンデンサに比べ単位体積当たりの容量が大きい
- ・高い安定性を持つ

高性能  
コンデンサ

タンタルは希少で高価なレアメタル

コンデンサ中のタンタル粉末焼結体を  
効率よく回収する技術の開発は重要

## タンタルのリサイクル

### タンタルコンデンサ



コンデンサを高温で酸化処理し  
タンタル焼結体を露出させた

酸化後、エポキシ樹脂はSiO<sub>2</sub>を  
主成分とする粉末に変化した

Fe, Ni端子は磁選で分離した

タンタル焼結体は酸化後も  
形状を保持していた



### 酸化後の コンデンサ



### 銅端子と タンタル焼結体



### 酸化タンタル



磁選で分離した  
Fe, Ni端子

粉末のSiO<sub>2</sub>は  
機械的に分離した

試料を粉碎し、ふるいにかけ  
粉碎後も形状を保持している  
銅端子を分離した



分離した  
Cu端子

酸でリーチング処理し  
不純物を溶解除去しタンタルを  
酸化物(Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)として回収した



還元したタンタルの  
SEM写真

99%程度の  
金属タンタルの  
製造に成功

コンデンサからタンタルを効率よく  
分離・回収するプロセスを確立した

循環資源・材料プロセス工学研究室

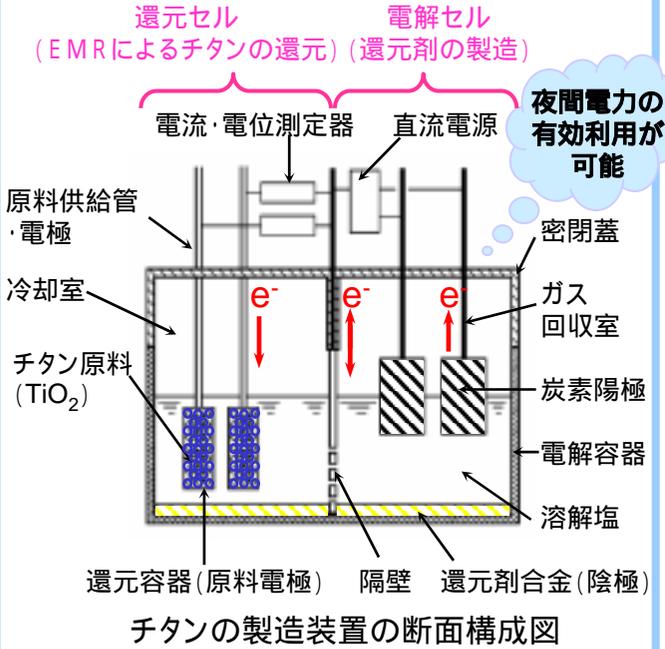
岡部研究室

東京大学・生産技術研究所

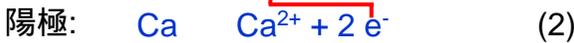
# レアメタルの新製造法の開発

新しいプロセス技術を開発し、  
「レアメタル」を「コモンメタル」に変える

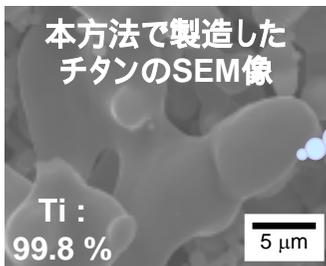
## チタンの新製造プロセスの開発



### チタンの還元 (EMR)



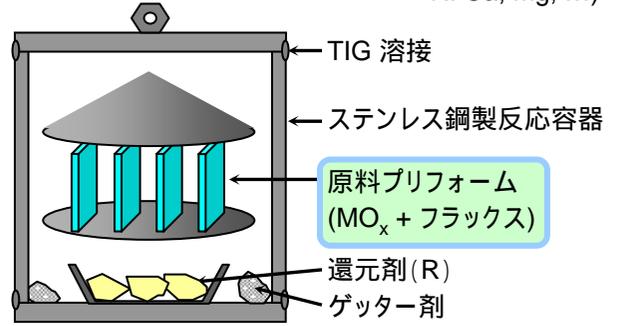
### 電解による還元剤の製造 (MSE)



プロセスの  
大型化・連続化  
の可能性を  
検討中

低コストで効率良くチタンを製造する  
次世代の新製錬法を開発中

## プリフォーム還元法による 高純度レアメタル粉末の 新量産プロセスの開発



プリフォーム還元反応装置の模式図

### プリフォームの製造

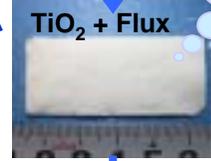
フラックス: CaO, CaCl<sub>2</sub>  
バインダー: Collodion



均一な  
還元反応に  
適している

### 焼成後のプリフォーム

焼成温度: 800~1000  
保持時間: 1 h



### 還元後のプリフォーム

還元温度: 800~1000  
還元時間: 6 h



簡便な方法で  
高純度の  
金属粉末が  
得られる

### リーチング・乾燥後の レアメタル粉末

酢酸洗浄: 6 h  
塩酸洗浄: 0.5 h



高純度でかつ形態が制御された  
レアメタル粉末の新量産法を確立した

循環資源・材料プロセス工学研究室

岡部研究室

東京大学・生産技術研究所