



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2020년09월10일  
(11) 등록번호 10-2153976  
(24) 등록일자 2020년09월03일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C25B 1/16 (2006.01) B01D 61/02 (2006.01)  
B01D 61/42 (2006.01) B01D 61/58 (2006.01)  
C01D 15/02 (2006.01) C01D 15/06 (2006.01)  
C22B 1/02 (2006.01) C22B 26/12 (2006.01)  
C22B 3/06 (2006.01) C22B 3/20 (2006.01)  
C22B 3/22 (2006.01)
- (52) CPC특허분류  
C25B 1/16 (2013.01)  
B01D 61/025 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2016-7025831
- (22) 출원일자(국제) 2015년02월24일  
심사청구일자 2020년02월24일
- (85) 번역문제출일자 2016년09월20일
- (65) 공개번호 10-2016-0136314
- (43) 공개일자 2016년11월29일
- (86) 국제출원번호 PCT/CA2015/000115
- (87) 국제공개번호 WO 2015/123762  
국제공개일자 2015년08월27일

- (73) 특허권자  
네마스카 리튬 인코포레이션  
캐나다, 퀘벡 지1케이 3엑스2, 퀘벡, 프리미에 에  
따쥬, 루 드 라 가흐-뒤-팔레 450
- (72) 발명자  
매그난, 장-프랑소아즈  
캐나다 퀘벡 쥐0에이 2알0 노이빌 172 루 드 에스  
트란  
보우라썬, 게이  
캐나다 퀘벡 쥐1썬 7쥐2 퀘벡 281 루 사보린  
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인  
조영현

- (30) 우선권주장  
61/943,700 2014년02월24일 미국(US)
- (56) 선행기술조사문헌  
JP2011031232 A  
US08431005 B1  
A.D.Ryabtsev 등. Russian journal of applied  
chemistry. 2004.02., vol.77, no.7,  
pp.1108~1116  
KR1020110036772 A

전체 청구항 수 : 총 12 항

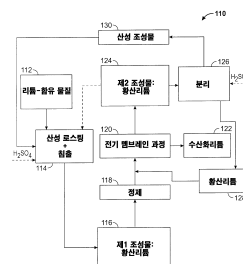
심사관 : 김대영

(54) 발명의 명칭 리튬 함유 물질을 처리하기 위한 방법

(57) 요약

본 발명은 리튬-함유 물질로부터 리튬을 추출하는 방법에 관한 것이다. 예를 들어, 상기 방법은 황산리튬 및/또는 중황산리튬 등과 같은 리튬 화합물을 포함하는 수성 조성물을 수득하기에 적합한 조건하에서, 로스팅된 리튬-함유 물질을 침출하는 단계를 포함할 수 있다. 상기 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 수성 조성물은 가  
(뒷면에 계속)

대표도 - 도4



령, 전기 멤브레인 과정을 포함하는 수산화리튬 제조 방법에서 선택적으로 사용될 수 있다. 상기 로스팅된 리튬-함유 물질은, 2-칸 단극성 또는 양극성 전기분해 과정 등과 같은 전기 멤브레인 과정을 포함하는. 수산화리튬 제조 방법으로부터 수득할 수 있는 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 선택적으로 포함하는 수성 조성물을 사용하는 방법에 의해 제조될 수 있다.

(52) CPC특허분류

- B01D 61/42* (2013.01)
- B01D 61/58* (2013.01)
- C01D 15/02* (2013.01)
- C01D 15/06* (2013.01)
- C22B 1/02* (2013.01)
- C22B 26/12* (2013.01)
- C22B 3/06* (2013.01)
- C22B 3/20* (2013.01)
- C22B 3/22* (2013.01)

(72) 발명자

**라로쉐, 니콜라스**

캐나다 퀘벡 쥐3에이치 1엑스4 풍-루즈 58 뒤 레크 레크

**페어스, 게리**

캐나다 온타리오 케이1엠 1피1 오타와 101-174 스텐리 애비뉴

**멕키, 스테펜, 찰스**

캐나다 온타리오 케이9엘 1엔3 피터보로우 1463 삼플레인 닥터.

**클래드코바스, 미코라스**

캐나다 온타리오 엠9피 2에이7 토론토 2291 로렌스 애비뉴 데블유

**시몬스, 피터**

미국 뉴욕 14221 윌리엄스빌 4235 쏘른우드 레인

**젠더스, 제이. 데이비드**

미국 뉴욕 14059 엘마 우더드 로드 엘마

**클레이튼, 제네피에브**

캐나다 퀘벡 에이치8와이 3엔7 피에르폰즈 302번 9140 애브뉴 세레스

**보우차드, 피에르**

캐나다 퀘벡 쥐0엑스 3제이0 노트르-담-두-몬트-카르멜 3220 데스 피보이네스

**명세서**

**청구범위**

**청구항 1**

수산화리튬 제조 방법으로서,

리튬-함유 물질을, 황산리튬을 선택적으로 포함하는 산성 수성 조성물과 혼합함으로써 혼합물을 수득하는 단계;

로스팅된, 리튬-함유 물질을 수득하기 위해 상기 혼합물을 로스팅하는 단계;

황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물을 수득하기 위해 상기 로스팅된 물질을 침출하는 단계;

상기 황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물을, 상기 황산리튬의 적어도 일부를 수산화리튬으로 전환하기 위한 전기 멤브레인 과정으로 보내어 황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물을 수득하는 단계;

상기 제2 수성 조성물에서 물을 제거하여 상기 제2 수성 조성물 내 산성 농도를 늘려 황산리튬 일수화물의 선택적인 침전을 일으키는 단계;

고체-액체 분리를 수행하여 상기 제2 수성 조성물로부터 상기 황산리튬 일수화물을 회수함으로써 제2 산성 수성 조성물을 수득하는 단계; 및

상기 리튬-함유 물질과 혼합하기 위하여, 상기 제2 수성 조성물을 사용하여 상기 혼합물을 수득하는 단계를 포함하는, 수산화리튬 제조 방법.

**청구항 2**

제1항에 있어서,

상기 황산리튬을 선택적으로 포함하는 산성 수성 조성물 내 산은, 상기 리튬-함유 물질 내 리튬의 양을 기준으로, 10% 내지 40%의 화학량론적 과량의 상태로 존재하고, 상기 혼합물은 150℃ 내지 400℃의 로스팅 온도에서 로스팅되는, 수산화리튬 제조 방법.

**청구항 3**

제1항에 있어서,

상기 황산리튬을 선택적으로 포함하는 산성 수성 조성물 내 산은, 상기 리튬-함유 물질 내 리튬의 양을 기준으로, 20% 내지 40%의 화학량론적 과량의 상태로 존재하고, 상기 혼합물은 200℃ 내지 300℃의 로스팅 온도에서 로스팅되는, 수산화리튬 제조 방법.

**청구항 4**

제1항에 있어서,

상기 황산리튬을 선택적으로 포함하는 산성 수성 조성물 내 산은, 상기 리튬-함유 물질 내 리튬의 양을 기준으로, 55% 내지 60%의 화학량론적 과량의 상태로 존재하고, 상기 혼합물은 200℃ 내지 300℃의 로스팅 온도에서 로스팅되는, 수산화리튬 제조 방법.

**청구항 5**

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 리튬-함유 물질은 리튬-함유 광석인, 수산화리튬 제조 방법.

**청구항 6**

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 리튬-함유 물질은 β-스포듀민 또는 자다라이트인, 수산화리튬 제조 방법.

**청구항 7**

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 방법은 상기 제2 수성 조성물에서 상기 황산리튬 일수화물을 회수하고 상기 전기 멤브레인 과정에서 상기 황산리튬 일수화물을 재사용하는 단계를 더 포함하는, 수산화리튬 제조 방법.

**청구항 8**

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 제2 수성 조성물에서 물을 제거하는 것은 상기 제2 수성 조성물을 가열함으로써 수행되고, 상기 제2 수성 조성물은 100℃ 내지 300℃의 온도에서 가열되는, 수산화리튬 제조 방법.

**청구항 9**

제8항에 있어서,

상기 제2 수성 조성물에서 물을 제거하는 것은 상기 제2 수성 조성물을 가열함으로써 수행되고, 상기 제2 수성 조성물은 110℃ 내지 130℃의 온도에서 가열되는, 수산화리튬 제조 방법.

**청구항 10**

제8항에 있어서,

상기 제2 수성 조성물에서 물을 제거하는 것은 상기 제2 수성 조성물을 감압 또는 진공 상태에서 가열하는, 수산화리튬 제조 방법.

**청구항 11**

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 제2 수성 조성물에서 물을 제거하는 것은 멤브레인 탈수 과정 또는 역삼투막 과정에 의해 수행되는, 수산화리튬 제조 방법.

**청구항 12**

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 황산리튬을 선택적으로 포함하는 산성 수성 조성물 내 산은 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>인, 수산화리튬 제조 방법.

**청구항 13**

삭제

**청구항 14**

삭제

**청구항 15**

삭제

**청구항 16**

삭제

**청구항 17**

삭제

**청구항 18**

삭제

**청구항 19**

삭제

**청구항 20**

삭제

**청구항 21**

삭제

**청구항 22**

삭제

**청구항 23**

삭제

**청구항 24**

삭제

**청구항 25**

삭제

**청구항 26**

삭제

**청구항 27**

삭제

**청구항 28**

삭제

**청구항 29**

삭제

**청구항 30**

삭제

**청구항 31**

삭제

**청구항 32**

삭제

**청구항 33**

삭제

**청구항 34**

삭제

청구항 35

삭제

청구항 36

삭제

청구항 37

삭제

청구항 38

삭제

청구항 39

삭제

청구항 40

삭제

청구항 41

삭제

청구항 42

삭제

청구항 43

삭제

청구항 44

삭제

청구항 45

삭제

청구항 46

삭제

청구항 47

삭제

청구항 48

삭제

청구항 49

삭제

청구항 50

삭제

청구항 51

삭제

청구항 52

삭제

청구항 53

삭제

청구항 54

삭제

청구항 55

삭제

청구항 56

삭제

청구항 57

삭제

청구항 58

삭제

청구항 59

삭제

청구항 60

삭제

청구항 61

삭제

청구항 62

삭제

청구항 63

삭제

청구항 64

삭제

청구항 65

삭제

청구항 66

삭제

**청구항 67**

삭제

**청구항 68**

삭제

**청구항 69**

삭제

**청구항 70**

삭제

**청구항 71**

삭제

**청구항 72**

삭제

**청구항 73**

삭제

**청구항 74**

삭제

**청구항 75**

삭제

**청구항 76**

삭제

**청구항 77**

삭제

**청구항 78**

삭제

**청구항 79**

삭제

**청구항 80**

삭제

**청구항 81**

삭제

**청구항 82**

삭제

청구항 83

삭제

청구항 84

삭제

청구항 85

삭제

청구항 86

삭제

청구항 87

삭제

청구항 88

삭제

청구항 89

삭제

청구항 90

삭제

청구항 91

삭제

청구항 92

삭제

청구항 93

삭제

청구항 94

삭제

청구항 95

삭제

청구항 96

삭제

청구항 97

삭제

청구항 98

삭제

청구항 99

삭제

청구항 100

삭제

청구항 101

삭제

청구항 102

삭제

청구항 103

삭제

청구항 104

삭제

청구항 105

삭제

청구항 106

삭제

청구항 107

삭제

청구항 108

삭제

청구항 109

삭제

청구항 110

삭제

청구항 111

삭제

청구항 112

삭제

청구항 113

삭제

청구항 114

삭제

청구항 115

삭제

청구항 116

삭제

청구항 117

삭제

청구항 118

삭제

청구항 119

삭제

청구항 120

삭제

청구항 121

삭제

청구항 122

삭제

청구항 123

삭제

청구항 124

삭제

청구항 125

삭제

청구항 126

삭제

청구항 127

삭제

청구항 128

삭제

청구항 129

삭제

청구항 130

삭제

청구항 131

삭제

청구항 132

삭제

청구항 133

삭제

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은 2014년 2월 24일에 출원된 미국 특허출원 제61/943,700호에 기초한 우선권을 주장하며, 해당 출원에 개시된 모든 내용은 본 출원에 원용된다.

[0002] 본 발명은 리튬-함유 물질들로부터 리튬을 추출하는 방법에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0003] 리튬-함유 물질들로부터 리튬을 추출하는 기존 방법들로, 산-로스팅된(acid roasted), 리튬-함유 물질들을 침출하는(leaching) 단계를 포함하는 방법들이 알려져 있다. 가령, 이러한 방법들에 따르면, 황산과 같은 산의 존재 하에 리튬-함유 물질이 로스팅되어, 산-로스팅된, 리튬-함유 물질이 수득되고, 그런 다음에는, 이 산로스팅된, 리튬-함유 물질로부터 리튬을 추출할 수 있다.

**발명의 내용**

[0004] 본 발명의 일 측면에 따르면, 리튬-함유 물질로부터 리튬을 추출하는 방법이 제공되는데, 이 방법은 리튬 화합물을 포함하는 수성 조성물을 수득하기에 적합한 조건하에서, 중황산리튬 로스팅된, 리튬-함유 물질을 침출하는 단계를 포함한다.

[0005] 본 발명의 또 다른 측면에 따르면, 수산화리튬을 제조하는 방법이 제공되는데, 이 방법은,

[0006] 본 발명의 방법에 따른 리튬-함유 물질로부터 리튬을 추출하는 방법에 의해 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물을 수득하는 단계; 및

[0007] 상기 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물을, 상기 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 수산화리튬으로 적어도 일부 전환하기에 적합한 조건하에서 전기 멤브레인 과정으로 보내는 단계를 포함한다.

[0008] 본 발명의 또 다른 측면에 따르면, 수산화리튬을 제조하는 방법이 제공되는데, 이 방법은,

[0009] 본 발명의 방법에 따른 리튬-함유 물질로부터 리튬을 추출하는 방법에 의해 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물을 수득하는 단계;

[0010] 상기 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물을, 상기 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 수산화리튬으로 적어도 일부 전환하기에 적합한 조건하에서 전기 멤브레인 과정으로 보내어, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물을 수득하는 단계; 및

[0011] 상기 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물을, 본 발명에 따른 방법에서 중황산리튬을 포함하는 수성 조성물로서 사용하는 단계를 포함한다.

[0012] 본 발명의 또 다른 측면에 따르면, 수산화리튬을 제조하는 방법이 제공되는데, 이 방법은,

[0013] 리튬-함유 물질과, 중황산리튬을 포함하는 수성 조성물을 혼합함으로써 혼합물을 수득하는 단계;

[0014] 중황산리튬 로스팅된, 리튬-함유 물질을 수득하기에 적합한 조건하에서 상기 혼합물을 로스팅하는 단계;

[0015] 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물을 수득하기에 적합한 조건하에서 상기 중황산리튬 로

스팅된, 리튬-함유 물질을 침출하는 단계;

- [0016] 상기 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물을, 상기 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 수산화리튬으로 적어도 일부 전환하기에 적합한 조건하에서 전기 멤브레인 과정으로 보내어, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물을 수득하는 단계; 및
- [0017] 상기 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물을, 상기 리튬-함유 물질과 혼합하기 위한, 중황산리튬을 포함하는 수성 조성물로서 사용하여 상기 혼합물을 수득하는 단계를 포함한다.
- [0018] 본 발명에 따른 방법들을 사용하면, 황산을 중황산리튬으로 대체할 수 있다는 것이 밝혀졌다. 가령 황산 등의 산성 시약을 사용하는데 따르는 비용을 줄일 수 있다는 것이 밝혀졌다. 사실상, 특정 조건하에서는, 전기 멤브레인 과정(예: 황산리튬을 수산화리튬으로 일부 전환하는 과정)으로 수득한 중황산리튬을 재활용함으로써 리튬-함유 물질로부터 리튬을 추출할 수 있었다. 본 발명의 방법들을 사용하면, 리튬-함유 물질의 처리 및/또는 제2 수성 조성물로부터의 황산리튬의 회수 그리고 전기 멤브레인 과정에서 재사용이 가능한 산성 조성물의 형태로 황산을 쉽게 회수할 수 있다는 것이 밝혀졌다. 가령, 이러한 방법들을 사용함으로써, 황산리튬 일수화물(Li<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O)은 실질적으로 선택적으로 침전될 수 있고, 그에 따라 쉽게 회수 및 재사용이 가능하다.
- [0019] 본 발명의 또 다른 측면에 따르면, 수산화리튬을 제조하는 방법이 제공되는데, 이 방법은,
- [0020] 황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물을, 상기 황산리튬을 수산화리튬으로 적어도 일부 전환하는데 적합한 조건하에서 전기 멤브레인 과정으로 보내어, 황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물을 수득하는 단계;
- [0021] 상기 제2 수성 조성물에서 산성 농도를 선택적으로 늘리는 단계; 및
- [0022] 상기 황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물을 리튬-함유 물질과 반응시키는데 사용하는 단계를 포함한다.
- [0023] 본 발명의 또 다른 측면에 따르면, 수산화리튬을 제조하는 방법이 제공되는데, 이 방법은,
- [0024] 선택적으로 황산리튬을 포함하는 산성 수성 조성물과 리튬-함유 물질을 혼합함으로써 혼합물을 수득하는 단계;
- [0025] 상기 혼합물을 적합한 조건하에서 로스팅하여 로스팅된, 리튬-함유 물질을 수득하는 단계;
- [0026] 로스팅된, 리튬-함유 물질을 수득하기에 적합한 조건하에서 상기 혼합물을 로스팅하는 단계;
- [0027] 황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물을 수득하기에 적합한 조건하에서 상기 로스팅된 물질을 침출시키는 단계;
- [0028] 상기 황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물을, 상기 황산리튬을 수산화리튬으로 적어도 일부 전환하기에 적합한 조건하에서 전기 멤브레인 과정으로 보내어, 황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물을 수득하는 단계;
- [0029] 상기 제2 수성 조성물에서 산성 농도를 선택적으로 늘리는 단계; 및
- [0030] 상기 황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물을, 상기 리튬-함유 물질과 혼합하기 위한, 상기 황산리튬을 선택적으로 포함하는 산성 수성 조성물로서 사용하여, 상기 혼합물을 수득하는 단계를 포함한다.
- [0031] 본 발명의 또 다른 측면에 따르면, 수산화리튬을 제조하는 방법이 제공되는데, 이 방법은,
- [0032] 황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물을, 상기 황산리튬을 수산화리튬으로 적어도 일부 전환하기에 적합한 조건하에서 전기 멤브레인 과정으로 보내어 황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물을 수득하는 단계; 및
- [0033] 상기 제2 수성 조성물에서 산성 농도를 선택적으로 늘리는 단계; 및
- [0034] 상기 제2 수성 조성물에서 황산리튬을 회수하고 그것을 상기 전기 멤브레인 과정에 재사용하는 단계를 포함한다.
- [0035] 본 발명의 방법들을 사용하면, 리튬-함유 물질의 처리 및/또는 제2 수성 조성물에서의 황산리튬의 회수 그리고 전기 멤브레인 과정에서 재사용이 가능한 산성 조성물의 형태로 황산을 쉽게 회수할 수 있다는 것이 밝혀졌다. 가령, 이러한 방법들을 사용함으로써, 황산리튬 일수화물(Li<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O)은 실질적으로 선택적으로 침전될 수 있고, 그에 따라 쉽게 회수 및 재사용이 가능하다.
- [0036] 본 발명의 또 다른 측면에 따르면, 황산리튬을 포함하는 전기 멤브레인 과정 수성 조성물을 처리하는 방법이 제공되는데, 상기 과정은 황산리튬 일수화물을 실질적으로 선택적으로 침전하기에 적합한 조건하에서 전기 멤브레인 과정 수성 조성물에서 물을 제거하는 단계를 포함한다.

[0037] 본 발명의 또 다른 측면에 따르면, 알칼리-함유 물질에서 알칼리를 추출하는 방법이 제공되는데, 상기 방법은 알칼리 화합물을 포함하는 수성 조성물을 수득하기에 적합한 조건하에서 알칼리 중화산 로스트된, 알칼리-함유 물질을 침출하는 단계를 포함한다.

**도면의 간단한 설명**

[0038] 이하 도면은 본 발명의 다양한 실시예들에 대한 예시의 목적으로만 사용된 것이다.:

도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 방법을 개략적으로 도시한 도면이다;

도 2와 도 3은 알칼리 수산화물 생성을 위해 통과시킨 전하에 대한 함수로 누적 전류 효율을 플롯(plot) 표시한 것이다;

도 4는 본 발명의 또 다른 일 실시예에 따른 방법을 개략적으로 도시한 도면이다;

도 5와 도 6은 분리 단계에서 회수한 침전 결정들에 대한 XRD 분석 결과이다;

도 7은 질량 기준으로, 대기압력에서 제거한 물에 대한 함수로 분리 단계에서의 황산리튬 회수 효율을 플롯(plot) 표시한 것이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0039] 달리 명시되어있지 않는 한, 본 명세서에서 설명하는 정의와 예시들은 본 명세서에 기재된 본 발명의 모든 실시예들과 측면들에 당업자가 이해하기에 적합한 방식으로 적용 가능한 목적으로 사용되었다.

[0040] 본 발명에서, 단일 형태는 달리 명시되어있지 않는 한 복수 형태를 포함한다. 가령, "리튬-함유 물질"을 포함하는 실시예는 하나의 리튬-함유 물질, 또는 두 개 이상의 추가적인 리튬-함유 물질에 대한 특정 측면들을 제시하는 것으로 이해해야 한다.

[0041] 추가적인 또는 제2의 리튬-함유물질 등의 "추가적인" 또는 "제2" 구성요소를 포함하는 실시예들에서, 본 명세서에서 사용된 제2 구성요소는 다른 구성요소들이나 제1 구성요소와는 다른 것이다. "제3" 구성요소는 다른 제1 및 제2 구성요소들과 다르며, 그 이후 계수 또는 "추가적인" 구성요소들 또한 마찬가지로 다르다.

[0042] 본 발명의 범위를 이해하는데 있어서, 본 명세서에 사용된 "포함하는" 및 그 파생어들은 기재된 특징들, 요소들, 구성요소들, 그룹들, 정수들, 및/또는 단계들의 존재를 특정하는 확장 가능한 용어들로서, 그 외 기재되지 않은 특징들, 요소들, 구성요소들, 그룹들, 정수들 및/또는 단계들의 존재 가능성을 배제하기 위한 목적으로 사용된 것이 아니다. 상술한 사항은 유사한 의미의 "갖는" 및 그 파생어들에게도 적용된다. 본 명세서에 사용된 "~으로 구성된" 및 그 파생어들은 기재된 특징들, 요소들, 구성요소들, 그룹들, 정수들, 및/또는 단계들의 존재를 특정하나, 기재되지 않은 특징들, 요소들, 구성요소들, 그룹들, 정수들 및/또는 단계들의 존재 가능성을 배제하는 확장 불가능한 용어들이다. 본 명세서에서, "본질적으로 ~으로 구성된"이라는 표현은 기재된 특징들, 요소들, 구성요소들, 그룹들, 정수들, 및/또는 단계들뿐만 아니라 특징들, 요소들, 구성요소들, 그룹들, 정수들, 및/또는 단계들의 기본적인 새로운 특징(들)에 실질적으로 영향을 미치지 않는 그러한 특징들, 요소들, 구성요소들, 그룹들, 정수들, 및/또는 단계들의 존재 가능성을 특정할 목적으로 사용되었다.

[0043] 본 명세서에서, 정도를 나타내는 용어들인 "약" 및 "대략" 등은 최종 결과가 크게 변화하지 않는 선에서의 수정된 용어의 합당한 양만큼의 편차를 의미한다. 이러한 정도의 용어들은 그러한 편차가 수정하는 용어의 의미를 부정하지 않는다면 수정된 용어의 적어도 ±5% 또는 적어도 ±10%의 편차를 포함하는 것으로 해석해야 한다.

[0044] 본 명세서에서, "적합한"이라는 용어는, 선택되는 특정 조건들은, 수행할 특정 조작이나 동작에 따라 다르다는 것을 의미하나, 그러한 선택은 당업자의 공지된 기술에 포함된 것이어야 한다. 본 명세서에 기재된 모든 방법들은 원하는 제품을 제공하기에 충분한 조건에 따라 수행되는 것으로 한다. 모든 적용 가능한 반응 조건들, 가령 반응 시간, 반응 온도, 반응 압력, 반응물 비율, 유량, 반응물의 순도, 전류 밀도, 전압, 전극(들), 물질(들), 농도, pH, 산화환원전위, 셀 면적, 사용한 멤브레인의 종류, 및 재활용물을 포함하는 반응 조건들이 원하는 제품의 수율을 최적화하기 위해 다양하게 변경 가능하다는 것, 그리고 당업자에 의해 그러한 다양한 변경이 가능함을 당업자는 이해할 것이다.

[0045] 본 명세서에서, "전기 멤브레인 과정(electromembrane process)"라는 용어는 이온-교환 멤브레인(들) 및 전위차를 이온 중들을 위한 원동력으로 사용하는 절차를 의미한다. 전기 멤브레인 절차는 가령 (멤브레인) 전기투석

또는 (멤브레인) 전기분해일 수 있다. 가령, 전기 멤브레인 과정은 멤브레인 전기분해일 수 있다.

- [0046] 본 명세서에서, 본 발명의 방법 또는 그 일부 (가령 전기 멤브레인 과정) 중에 유지되는 pH 값이나 pH 범위를 지칭할 때 "적어도 실질적으로 유지되는"이라는 표현은 그 방법 또는 그 방법의 일부의 적어도 75, 80, 85, 90, 95, 96, 97, 98 또는 99%의 시간 동안은 그러한 pH 값이나 pH 범위를 유지하는 것을 의미한다.
- [0047] 본 명세서에서, 본 발명의 방법 또는 그 일부 (가령 전기 멤브레인 과정) 중에 유지되는 전압 값이나 전압 범위를 지칭할 때 "적어도 실질적으로 유지되는"이라는 표현은 그 방법 또는 그 방법의 일부의 적어도 75, 80, 85, 90, 95, 96, 97, 98 또는 99%의 시간 동안은 그러한 전압 값이나 전압 범위를 유지하는 것을 의미한다.
- [0048] 본 명세서에서, 본 발명의 방법 또는 그 일부 (가령 전기 멤브레인 과정) 중에 유지되는 전류 효율 또는 전류 효율 범위를 지칭할 때 "적어도 실질적으로 유지되는"이라는 표현은 그 방법 또는 그 일부의 적어도 75, 80, 85, 90, 95, 96, 97, 98 또는 99%의 시간 동안은 그러한 전류 효율 또는 전류 효율 범위를 유지하는 것을 의미한다.
- [0049] 본 명세서에서, 본 발명의 방법 또는 그 일부 (가령 전기 멤브레인 과정) 중에 유지되는 농도 값이나 농도 범위를 지칭할 때 "적어도 실질적으로 유지되는"이라는 표현은 그 방법 또는 그 일부의 적어도 75, 80, 85, 90, 95, 96, 97, 98 또는 99%의 시간 동안은 그러한 농도 값이나 농도 범위를 유지하는 것을 의미한다.
- [0050] 본 명세서에서, 본 발명의 방법 또는 그 일부 (가령 전기 멤브레인 과정) 중에 유지되는 온도 값이나 온도 범위를 지칭할 때 "적어도 실질적으로 유지되는"이라는 표현은 그 방법 또는 그 일부의 적어도 75, 80, 85, 90, 95, 96, 97, 98 또는 99%의 시간 동안은 그러한 온도 값이나 온도 범위를 유지하는 것을 의미한다.
- [0051] 본 발명의 방법에 대한 예시적 흐름도가 도 1에 도시되어 있다. 도 1에 예시된 방법(10)은 수산화리튬을 제조하기 위한 것이다. 도 1을 참조로, 예시된 방법에서는, β-스포듀민(β-spodumene)과 같은 리튬-함유 광석과 같은 리튬-함유 물질(12)과, 중황산리튬 및/또는 황산리튬을 포함하는 수성 조성물을 혼합하여 혼합물을 생성할 수 있다. 산 로스팅 및 침출 단계(14)에서는, 이 혼합물을, 적합한 조건하에서 로스팅하여 중황산리튬 로스팅된, 리튬-함유 물질 및/또는 로스팅된 리튬-함유 물질을 수득할 수 있고, 이는 다시, 황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물 등과 같은, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물(16)을 수득하기에 적합한 조건하에서 침출될 수 있다. 그런 다음, 제1 수성 조성물 안에 침출된 가령 금속 불순물 또는 비금속 불순물(가령 Si 및 그 파생물)의 적어도 일부를 제거하기 위해, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물(16)을 정제(18)한 후, 황산리튬 및/또는 중황산리튬의 적어도 일부가 수산화리튬(22)으로 전환되기에 적합한 조건하에서 (2-칸막이 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정, 3-칸막이 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정, 또는 2-칸막이 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정 및 3-칸막이 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정의 조합 등과 같은) 전기 멤브레인 과정(20)으로 보내어, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물(24)을 수득한다. 그런 다음, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물(24)을, β-스포듀민(β-spodumene)과 같은 리튬-함유 광석과 같은 리튬-함유 물질(12)과 혼합하기 위한, 중황산리튬을 포함하는 수성 조성물로서 사용하여, 혼합물을 수득할 수 있다. 도 1에서 볼 수 있는 바와 같이, 얼마간의 추가적인 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>을 첨가할 수 있다. 가령, 제2 조성물에 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>을 첨가할 수 있다. 가령, 산과 중황산리튬의 원천으로서 제2 조성물을 사용하는 경우, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>은 산 로스팅을 수행하기 직전에 첨가할 수 있다.
- [0052] 가령, 정제화(18)는 PCT 출원 WO 2013/159194, 명칭: 수산화리튬의 제조방법("Processes for preparing lithium hydroxide")에 기재된 바와 같이 수행될 수 있다. 상기 PCT 출원의 모든 내용은 본 출원에 원용되었다.
- [0053] 본 발명의 방법에 대한 또 다른 예시적 흐름도가 도 4에 도시되어 있다. 여기에 예시된 방법(110)은 수산화리튬을 제조하기 위한 것으로, 도 1에 예시된 방법(10)과 유사하다. 도 4의 방법에서 몇몇 단계들(112, 114, 116, 118, 120, 122 및 124)은 도 1의 방법의 단계들(12, 14, 16, 18, 20, 22 및 24)과 유사하다. 제1 조성물의 함량(16 대 116 참조)과 제2 조성물의 함량(24 대 124 참조)은 선택적으로 약간 다를 수 있다. 가령, 단계 116에서, 수득한 제1 조성물은 황산리튬과, 선택적으로 중황산리튬을 포함한다. 또한, 단계 124에서 수득한 제2 조성물은 황산리튬과, 선택적으로 중황산리튬을 포함한다. 제1 조성물과 제2 조성물의 함량 상의 상술한 차이와 도 1의 방법에는 해당 단계가 없는 단계 126, 단계 128 및 단계 130을 제외하고는, 두 방법이 상당히 유사하다. 분리 단계인 단계 126과 관련해서는, 단순히 산 로스팅 단계(114)로 가서 제2 조성물을 재사용하지 않고, 그 대신 단계 126으로 갈 수 있다는 것이 밝혀졌다 (단계 124와 단계 114 사이의 점선 참조). 분리 단계 126에서, 좀 더 농축된 산성 조성물(130)을 수득하기 위해 물이 제거된다. 황산을 포함하는 이러한 좀 더 농축된 산성 조성물이 산 로스팅 단계(114)를 수행하는데 효율적이라는 것이 밝혀졌다. 당업자라면 제2 조성물에서 물을 제거하기 위

해 단계 126에서 다양한 과정들을 사용할 수 있다는 것을 이해하고 있을 것이다. 가령, 제2 조성물은 가열하거나, 멤브레인이나 칼럼을 통한 탈수 처리를 할 수 있다. 또한, 황산리튬의 침전에 유리하도록 제2 조성물을 냉각시킨 후 고체/액체 분리 처리를 함으로써 황산리튬(128)을 회수할 수 있다. 또한, 황산리튬(128) 침전에 유리하도록 황산리튬을 제2 조성물에 시드(seed) 할 수도 있다. 따라서, 단계 126, 단계 128 및 단계 130을 달성하는 방법은 다양하다. 도 4에서 볼 수 있는 바와 같이, 얼마간의 추가적인 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>를 첨가할 수도 있다. 가령, 분리 단계 126 직전이나 직후에 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>를 첨가할 수 있다. 가령, 산의 원천으로 산성 조성물(130)을 사용하는 경우, 산 로스팅(114) 수행 직전에 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>를 첨가할 수 있다.

[0054] 가령, 제2 조성물에서 물을 제거하기 위해 분리 단계 126에서 약 100°C 내지 약 135°C 또는 약 100°C 내지 약 125°C의 온도에서 제2 조성물을 가열할 수 있다. 이는 대기압, 감압 상태, 또는 진공 상태에서 수행할 수 있는 증류 과정에 의해 수행할 수 있다. 이 과정 중에는, 황산을 농축해서 결국 산 로스팅(114)에 사용할 수 있는 산성 조성물(130)을 수득할 수 있다는 것이 관찰되었다. 또한, 제2 조성물을 가열하는 동안, 황산리튬 일수화물(Li<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O)의 실질적으로 선택적인 침전이 발생한다는 것이 관찰되었다. 또한, 약 125 또는 130°C 미만의 온도를 유지할 때, 황산리튬 무수물의 형성이 방지된다는 사실을 주지했다. 그런 다음, 고체/액체 분리가 수행되고 단계 128에서는 침전된 황산리튬이 가령 Li<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O으로서 회수될 수 있다. 후자가 황산리튬 무수물보다 더 결정성을 갖는다는 것이 밝혀졌다. 사실상, 일수화물이 회수하기가 더 용이한데, 이는 일수화물이 니들(needle) 결정 형태를 갖는데다 물 및/또는 산을 함유하는 성질이 덜하기 때문이다. 고체가 황산리튬 일수화물일 때가(황산리튬 무수물인 경우에 비해) 고체/액체 분리 단계를 수행하기가 훨씬 용이했다. 따라서, 회수된 황산리튬은 전기 멤브레인 과정(120)에서 재사용할 수 있다.

[0055] 이하 제시될 예들은 비한정적인 것으로, 본 발명에 따른 방법들에 대한 설명을 돕기 위한 것이다.

[0056] 본 발명은 리튬-함유 물질로부터 리튬을 추출하는 방법을 포함하는데, 이 방법은 리튬 화합물을 포함하는 수성 조성물을 수득하기에 적합한 조건하에서, 중황산리튬 로스팅된, 리튬-함유 물질을 침출하는 단계를 포함한다.

[0057] 가령, 중황산리튬 로스팅된, 리튬-함유 물질은,

[0058] 중황산리튬을 포함하는 수성 조성물과 리튬-함유 물질을 혼합함으로써 혼합물을 수득하는 단계; 및

[0059] 중황산리튬 로스팅된, 리튬-함유 물질을 수득하기에 적합한 조건하에서 상기 혼합물을 로스팅하는 단계를 포함하는 방법에 의해 제조가 가능하다.

[0060] 중황산리튬 로스팅된, 리튬-함유 물질은, 가령 리튬-함유 물질을 로스팅하는 기존의 알려진 방법을 사용해 제조할 수 있다. 중황산리튬 로스팅된, 리튬-함유 물질을 수득하기 위한 적합한 조건은 당업자 공통의 일반 지식 및 본 발명을 참조로 당업자가 선택할 수 있다. 가령, 리튬-함유 물질을 산과 로스팅하는 단계를 포함하는 과정들은 PCT 출원 WO 2013/159194, 명칭: 수산화리튬의 제조방법("Processes for preparing lithium hydroxide")에 기재되어 있다. 상기 PCT 출원의 모든 내용은 본 출원에 원용되었다.

[0061] 로스팅된 리튬-함유 물질은, 기존의 알려진 리튬-함유 물질 로스팅 방법을 사용해 제조할 수 있다. 로스팅된 리튬-함유 물질을 수득하기에 적합한 조건은 당업자의 공통 일반 지식과 본 발명을 참조로 당업자가 선택할 수 있다. 가령, 리튬-함유 물질을 산과 로스팅하는 단계를 포함하는 과정들은 PCT 출원 WO 2013/159194, 명칭: 수산화리튬의 제조방법("Processes for preparing lithium hydroxide")에 기재되어 있다. 상기 PCT 출원의 모든 내용은 본 출원에 원용되었다.

[0062] 가령, 중황산리튬을 포함하는 수성 조성물 내 중황산리튬과 리튬-함유 물질 내 리튬 간의 몰비는 약 0.1:1 내지 약 10:1, 약 0.1:1 내지 약 4:1, 약 0.2:1 내지 약 4:1, 약 0.5:1 내지 약 4:1, 약 1:1 내지 약 2:1 또는 약 1:1일 수 있다.

[0063] 가령, 황산리튬을 포함하는 수성 조성물 내 황산 리튬과 리튬-함유 물질 내 리튬 간의 몰비는 약 0.1:1 내지 약 10:1, 약 0.1:1 내지 약 4:1, 약 0.2:1 내지 약 4:1, 약 0.5:1 내지 약 4:1, 약 1:1 내지 약 2:1 또는 약 1:1일 수 있다.

[0064] 가령, 중황산리튬을 포함하는 수성 조성물은 가령 황산과 같은 산을 더 포함할 수 있다.

[0065] 가령, 황산리튬을 포함하는 수성 조성물은 가령 황산과 같은 산을 더 포함할 수 있다.

[0066] 가령, 산은 황산일 수 있다.

- [0067] 가령, 중황산리튬을 포함하는 수성 조성물 내 산과 리튬-함유 물질 내 리튬 간의 몰비는 약 0.5:1 내지 약 4:1, 약 1:1 내지 약 2:1 또는 약 1.1:1 내지 약 1.25:1일 수 있다.
- [0068] 가령, 황산리튬을 포함하는 수성 조성물 내 산과 리튬-함유 물질 내 리튬 간의 몰비는 약 0.5:1 내지 약 4:1, 약 1:1 내지 약 2:1 또는 약 1.1:1 내지 약 1.25:1일 수 있다..
- [0069] 가령, 리튬-함유 물질 내 리튬의 양을 기준으로, 산은 약 1% 내지 약 100%의 화학량론적 과량의 상태로 존재할 수 있다.
- [0070] 가령, 리튬-함유 물질 내 리튬의 양을 기준으로, 산은 약 30% 내지 약 100%의 화학량론적 과량의 상태로 존재할 수 있다.
- [0071] 가령, 리튬-함유 물질 내 리튬의 양을 기준으로, 산은 약 20% 내지 약 50%의 화학량론적 과량의 상태로 존재할 수 있다.
- [0072] 가령, 리튬-함유 물질 내 리튬의 양을 기준으로, 산은 약 10% 내지 약 50%의 화학량론적 과량의 상태로 존재할 수 있다.
- [0073] 가령, 리튬-함유 물질 내 리튬의 양을 기준으로, 산은 약 20% 내지 약 45%의 화학량론적 과량의 상태로 존재할 수 있다.
- [0074] 가령, 리튬-함유 물질 내 리튬의 양을 기준으로, 산은 약 10% 내지 약 30%의 화학량론적 과량의 상태로 존재할 수 있다.
- [0075] 가령, 리튬-함유 물질 내 리튬의 양을 기준으로, 산은 약 55% 내지 약 60%의 화학량론적 과량의 상태로 존재할 수 있다.
- [0076] 가령, 제1 수성 조성물은 칼륨 및/또는 나트륨을 포함할 수 있다.
- [0077] 가령, 제2 수성 조성물은 칼륨 및/또는 나트륨을 포함할 수 있다.
- [0078] 가령, 제2 수성 조성물은  $\text{HSO}_4^-$  이온보다  $\text{Li}^+$  이온을 덜 포함할 수 있다.
- [0079] 가령, 제2 수성 조성물은 자유  $\text{H}_2\text{SO}_4$ 을 포함할 수 있다.
- [0080] 가령, 제2 수성 조성물은 전기 멤브레인 과정 중에 생성된 자유  $\text{H}_2\text{SO}_4$ 을 포함할 수 있다.
- [0081] 가령, 제2 조성물은 중황산리튬과 황산을 포함할 수 있다.
- [0082] 가령, 제2 조성물은 황산리튬과 황산을 포함할 수 있다.
- [0083] 가령, 제2 조성물은 중황산리튬, 황산리튬 및 황산을 포함할 수 있다.
- [0084] 가령, 제2 조성물은 황산을 포함할 수 있다.
- [0085] 가령, 상기 혼합물은 약 150°C 내지 약 400°C의 로스팅 온도에서 로스팅될 수 있다. 가령, 혼합물은 약 200°C 내지 약 350°C, 약 200°C 내지 약 325°C, 약 200°C 내지 약 300°C, 약 250°C 내지 약 350°C, 또는 약 250°C 내지 약 300°C의 로스팅 온도에서 로스팅될 수 있다. 가령, 상기 혼합물은 약 250°C 또는 약 300°C의 로스팅 온도에서 로스팅될 수 있다.
- [0086] 가령, 상기 혼합물은 상기 로스팅 온도에서 약 1 분에서 약 24 시간의 시간 동안 로스팅될 수 있다. 가령, 상기 혼합물은 상기 로스팅 온도에서 약 1 분 내지 약 2 시간의 시간 동안 로스팅 될 수 있다. 가령, 상기 혼합물은 상기 로스팅 온도에서 약 15 분 내지 약 2 시간의 시간 동안 로스팅 될 수 있다. 가령, 상기 혼합물은 상기 로스팅 온도에서 약 30 분의 시간 동안 로스팅 될 수 있다.
- [0087] 가령, 황산리튬 일수화물은 제2 조성물에서 실질적으로 선택적으로 침전되고 및/또는 실질적으로 선택적으로 형성될 수 있다.
- [0088] 가령, 황산리튬 무수물은 제2 조성물에서 실질적으로 선택적으로 침전되고 및/또는 실질적으로 선택적으로 형성될 수 있다.
- [0089] 가령, 본 방법은 제2 수성 조성물에서 황산 리튬을 회수하고 전기 멤브레인 과정에서 황산리튬을 재사용하는 단

계를 더 포함할 수 있다.

- [0090] 가령, 본 방법은 제2 수성 조성물을, 리튬-함유 물질과 반응시키는데 사용하기 전에 제2 수성 조성물에서 황산 리튬을 적어도 일부 회수하고, 황산 리튬을 전기 멤브레인 과정에 재사용하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0091] 가령, 본 방법은 제2 수성 조성물에서 물을 제거함으로써 제2 수성 조성물에서 산성 농도를 늘리는 단계를 포함할 수 있다.
- [0092] 가령, 상기 산성 농도를 늘리는 단계는 제2 수성 조성물을 가열함으로써 수행될 수 있다.
- [0093] 가령, 산성 농도를 늘리는 단계는 수성 조성물을 가열함으로써 수행할 수 있다.
- [0094] 가령, 제2 수성 조성물에서 산성 농도를 늘리는 단계는 농축된 산을 더 첨가하거나 농도가 더 높은 산을 더 첨가함으로써 수행될 수 있다.
- [0095] 가령, 제2 수성 조성물에서 산성 농도를 늘리는 단계는 농축된 산을 더 첨가하거나 농도가 더 높은 산을 더 첨가함으로써 수행될 수 있다.
- [0096] 가령, 산성 조성물에서 산성 농도를 늘리는 단계는 농축된 산을 더 첨가하거나 농도가 더 높은 산을 더 첨가함으로써 수행될 수 있다.
- [0097] 가령, 제2 수성 조성물은 약 100℃ 내지 약 135℃, 약 100℃ 내지 약 300℃, 약 100℃ 내지 약 250℃, 약 200℃ 내지 약 250℃, 약 105℃ 내지 약 130℃, 약 110℃ 내지 약 130℃, 약 115℃ 내지 약 125℃, 약 100℃ 내지 약 125℃의 온도에서 가열될 수 있다.
- [0098] 가령, 산성 조성물은 약 100℃ 내지 약 135℃, 약 100℃ 내지 약 300℃, 약 100℃ 내지 약 250℃, 약 200℃ 내지 약 250℃, 약 105℃ 내지 약 130℃, 약 110℃ 내지 약 130℃, 약 115℃ 내지 약 125℃, 약 100℃ 내지 약 125℃의 온도에서 가열될 수 있다.
- [0099] 가령, 상술한 온도에서 전기 멤브레인 과정 수성 조성물을 가열함으로써 물을 제거할 수 있다.
- [0100] 가령, 제2 수성 조성물은 대기압에서 가열될 수 있다.
- [0101] 가령, 수성 조성물은 대기압에서 가열될 수 있다.
- [0102] 가령, 산성 농도를 늘리는 단계는 멤브레인 탈수 과정에 의해 수행될 수 있다.
- [0103] 가령, 산성 농도를 늘리는 단계는 역삼투막 과정(reverse osmosis membrane process)에 의해 수행될 수 있다.
- [0104] 가령, 수성 조성물에서 물을 제거하면 황산리튬 일수화물의 침전을 일으킬 수 있다.
- [0105] 가령, 수성 조성물에서 물을 제거하면 황산리튬 일수화물의 실질적으로 선택적인 침전을 일으킬 수 있다.
- [0106] 가령, 수성 조성물에서 물을 제거하면 황산리튬 일수화물의 결정화를 일으킬 수 있다.
- [0107] 가령, 본 방법은 수성 조성물에서 물을 제거하여 수성 조성물에서 산성 농도를 늘림으로써 황산리튬을 실질적으로 선택적으로 침전시키는 단계를 포함할 수 있다.
- [0108] 가령, 제2 수성 조성물에서 물을 제거하면 황산리튬 일수화물의 침전을 일으킬 수 있다.
- [0109] 가령, 제2 수성 조성물에서 물을 제거하면 황산리튬 일수화물의 실질적으로 선택적인 침전을 일으킬 수 있다.
- [0110] 가령, 제2 수성 조성물에서 물을 제거하면 황산리튬 일수화물의 결정화를 일으킬 수 있다.
- [0111] 가령, 본 방법은 제2 수성 조성물에서 물을 제거하여 제2 수성 조성물 내 산성 농도를 늘림으로써 황산리튬을 실질적으로 선택적으로 침전시키는 단계를 포함할 수 있다.
- [0112] 가령, 본 방법은 고체/액체 분리를 수행하여 황산리튬을 회수함으로써 황산리튬 및 산성 조성물을 수득하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0113] 가령, 상기 고체/액체 분리는 약 5℃ 내지 약 150℃, 약 15℃ 내지 약 130℃, 약 20℃ 내지 약 125℃, 약 25℃ 내지 약 125℃, 약 20℃ 내지 약 75℃, 약 20℃ 내지 약 50℃ 또는 약 50℃ 내지 약 100℃의 온도에서 수행될 수 있다.
- [0114] 가령, 본 방법은 고체-액체 분리를 수행하여 황산리튬을 회수함으로써, 리튬-함유 물질과 혼합하는데 효과적인

황산리튬과 산성 수성을 수득하는 단계를 더 포함할 수 있다.

- [0115] 가령, 본 과정은 제2 수성 조성물에서 황산리튬 일수화물의 형태로 황산리튬을 회수하고 황산리튬을 전자여과 과정에 재사용하는 단계를 포함한다.
- [0116] 가령, 산은 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>일 수 있다.
- [0117] 가령, 본 방법은 고체/액체 분리를 수행하여 황산리튬을 회수함으로써, 리튬-함유 물질과 혼합하는데 효과적인 황산리튬과 산성 수성을 수득하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0118] 가령, 본 방법은 수득한 황산리튬을 전기 멤브레인 과정에 재사용하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0119] 가령, 제2 조성물은 산성 농도를 늘리기 위한 추가적인 처리를 할 수 있다. 가령, 이러한 처리는 탈수 여과 과정, 역삼투막 과정, 가열 또는 기타 알려진 적합한 방법을 통해 수행하여 산성 농도를 늘릴 수 있다. 가령, 산성 조성물은 적어도 75, 적어도 80, 적어도 85, 적어도 90 또는 적어도 95%의 물이 제거되도록 처리할 수 있다.
- [0120] 가령, 산성 조성물은 산성 농도를 늘리기 위한 추가적인 처리를 할 수 있다. 가령, 이러한 처리는 탈수 여과 과정, 역삼투막 과정, 가열 또는 기타 알려진 적합한 방법을 통해 수행하여 산성 농도를 늘릴 수 있다. 가령, 산성 조성물은 적어도 75, 적어도 80, 적어도 85, 적어도 90 또는 적어도 95%의 물이 제거되도록 처리할 수 있다.
- [0121] 가령, 일단 제2 조성물이 수득되면, 한 사이클을 끝내고 산 로스팅을 한 번 더 하기 전에, 신선한 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>을 첨가할 수 있다.
- [0122] 가령, 일단 제2 조성물이 수득되면, 한 사이클을 끝내고 산 로스팅을 한 번 더 하기 전에, 신선하고 농축된 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>을 더 첨가할 수 있다. 가령, 이렇게 해서 농축된 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>은 약 90% 내지 약 98%, 약 93% 내지 약 98%, 또는 약 95% 내지 약 98%일 수 있다.
- [0123] 가령, 제2 조성물에 함유된 물의 적어도 70% 중량부를 제2 조성물에서 제거할 수 있고, 제2 조성물에서 황산리튬의 약 30 내지 약 80% 중량부를 결정화에 의해 제거할 수 있다.
- [0124] 리튬-함유 물질의 종류는 다양할 수 있고, 당업자는 적합한 리튬-함유 물질을 선택할 수 있다. 가령, 리튬-함유 물질은 리튬-함유 광석, 리튬-함유 화합물 또는 재활용된 산업용 리튬-함유물일 수 있다.
- [0125] 가령, 리튬-함유 광석은 α-스포듀민(spodumene), β-스포듀민(spodumene), 레피도라이트(lepidolite), 페그마타이트(pegmatite), 페탈라이트(petalite), 유크립타이트(eucryptite), 엠블리고나이트(eucryptite), 헥토라이트(hectorite), 스멕타이트(smectite), 자다라이트(jadarite), 찰흙 또는 그 혼합물을 포함하거나, 본질적으로 구성되거나, 구성될 수 있다. 가령, 리튬-함유 광석은 β-스포듀민(spodumene)을 포함하거나, 본질적으로 구성되거나, 구성될 수 있다.
- [0126] 가령, 리튬-함유 화합물은 염화리튬, 황산리튬, 중탄산리튬, 탄산리튬, 질산리튬, 아세트산리튬, 불화리튬, 스테아린산리튬, 시트르산리튬 또는 그 혼합물을 포함하거나, 본질적으로 구성되거나, 구성될 수 있다.
- [0127] 가령, 재활용된 산업용 리튬-함유물은 리튬-함유 전지, 기타 리튬 제품 또는 그 파생물일 수 있다.
- [0128] 리튬 화합물을 포함하는 수성 조성물을 수득하는 조건들은 다양할 수 있고 당업자가 공통 일반 지식과 본 발명을 참조로 적합한 조건들을 선택할 수 있다. 가령, 산 로스팅된 리튬-함유 물질을 침출하는 단계를 포함하는 과정들은 PCT 출원 WO 2013/159194, 명칭: 수산화리튬의 제조방법("Processes for preparing lithium hydroxide")에 기재되어 있다. 상기 PCT 출원의 모든 내용은 본 출원에 원용되었다.
- [0129] 가령, 본 발명의 방법들에서, 황산리튬 로스팅된, 리튬-함유 물질은 물과 침출되어 리튬 화합물을 포함하는 수성 조성물을 수득할 수 있다.
- [0130] 가령, 로스팅과 침출은 단일 장치에서 수행할 수 있다. 가령, 로스팅은 제1 장치에서 수행하고 침출은 제2 장치에서 수행할 수 있다. 당업자라면 로스팅을 위해 제1 장치를 사용하고, 침출을 위해 제2 장치를 사용하면, 가령 리튬 화합물을 포함하는 수성 조성물의 농도를 유용하게 제어할 수 있다는 사실을 이해할 것이다. 리튬-함유 물질을 중황산리튬을 포함하는 수성 조성물과 혼합하는 단계는 제1 장치나 또 다른 장치에서 수행할 수 있다.
- [0131] 당업자라면, 리튬-함유 물질에서 불순물이 발견될 수 있고, 이는 가령 본 발명의 리튬-함유 물질로부터 리튬을 추출하는 방법에 따른 리튬 화합물을 포함하는 수성 조성물을 수득하기에 적합한 조건하에서 침출될 수 있다는 것을 이해할 것이다. 이에 따라, 리튬-함유 물질로부터 리튬을 추출하는 방법은 상기 방법에서 수득한 그러한

리튬 화합물을 포함하는 수성 조성물을 정제하는 단계를 더 포함할 수 있다. 적합한 정제 조건은 당업자가 본 발명을 참조로 공통의 일반 지식을 비추어 선택할 수 있다. 가령, 리튬 화합물을 포함하는 수성 조성물을 정제하는 것을 포함하는 과정들은 PCT 출원 WO 2013/159194, 명칭: 수산화리튬의 제조방법("Processes for preparing lithium hydroxide")에 기재되어 있다. 상기 PCT 출원의 모든 내용은 본 출원에 원용되었다.

- [0132] 가령, 본 발명의 리튬-함유 물질로부터 리튬을 추출하는 방법들에서, 리튬-함유 물질은 침출 가능한 금속이나 비금속 불순물을 더 포함할 수 있고 리튬 화합물을 포함하는 수성 조성물은 리튬 화합물을 포함하는 수성 조성물에서 침출 가능한 금속 불순물을 적어도 일부 제거하기에 적합한 조건하에서 더 처리할 수 있다. 여기서, "침출 가능한 금속 불순물"이라는 용어는 리튬-함유 물질 안에 존재하고 본 발명의 방법들에 따른 리튬 화합물을 포함하는 수성 조성물을 수득하기에 적합한 조건하에서 리튬과 함께 공동 침출될 수 있는 리튬 이외의 물질을 의미한다.
- [0133] 여기서, "침출 가능한 비금속 불순물"이라는 용어는 리튬-함유 물질 안에 존재하고 본 발명의 방법들에 따른 리튬 화합물을 포함하는 수성 조성물을 수득하기에 적합한 조건하에서 리튬과 함께 공동 침출될 수 있는 리튬 이외의 물질을 의미한다.
- [0134] 가령, 침출 가능한 금속 불순물은 리튬 화합물을 포함하는 수성 조성물을 수득하기에 적합한 조건하에서 리튬과 함께 공동-침출할 수 있는 알루미늄, 철, 마그네슘, 칼슘, 크롬, 아연, 망간, 또는 그 혼합물을 포함함으로써,  $Al^{3+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Cr^{2+}$ ,  $Cr^{3+}$ ,  $Cr^{6+}$ ,  $Mn^{2+}$  및 그 혼합물로부터 선택된 금속 이온을 더 포함하는 수성 조성물을 수득할 수 있다.
- [0135] 가령, "침출 가능한 비금속 불순물"이라는 용어는 규소나 이산화규소 등과 같은 준금속을 포함할 수 있다.
- [0136] 가령, 리튬 화합물을 포함하는 수성 조성물은 황산리튬 및/또는 중황산 리튬을 포함하는 수성 조성물일 수 있다. 가령, 리튬 화합물을 포함하는 수성 조성물은 황산리튬을 포함하는 수성 조성물일 수 있다.
- [0137] 가령, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 수성 조성물에서 황산 리튬과 중황산리튬 간의 몰비는 적어도 약 9:1일 수 있다.
- [0138] 가령, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 수성 조성물에서 황산 리튬과 중황산리튬 간의 몰비는 적어도 약 19:1일 수 있다.
- [0139] 가령, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 수성 조성물에서 황산 리튬과 중황산리튬 간의 몰비는 적어도 약 99:1일 수 있다.
- [0140] 본 발명은 또한 수산화리튬을 제조하는 방법을 포함하는데, 이 방법은,
- [0141] 본 발명의 방법에 따른 리튬-함유 물질로부터 리튬을 추출하는 방법에 의해 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물을 수득하는 단계; 및
- [0142] 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물을, 상기 황산리튬 및/또는 중황산리튬의 적어도 일부가 전환되기에 적합한 조건하에서 전기 멤브레인 과정으로 보내는 단계를 포함한다.
- [0143] 황산리튬 및/또는 중황산리튬의 적어도 일부가 전환되기 위한 조건은 다양하게 변경 가능하고, 상기 적합한 조건은 당업자가 본 발명을 참조로 공통의 일반적인 지식에 비추어 선택할 수 있다. 가령, 리튬 화합물을 포함하는 조성물을 전기 멤브레인 과정으로 보내는 단계를 포함하는 수산화리튬 제조 과정들은 PCT 출원 WO2014/138933, 명칭: 수산화리튬 제조 방법("Processes for preparing lithium hydroxide"); 그리고 2014년 10월 23일에 출원된, 국제특허출원 PCT/CA2014/000769, 명칭: 수산화리튬 제조 방법 및 시스템("Processes and systems for preparing lithium hydroxide"); 그리고 PCT 출원 WO 2013/159194, 명칭: 수산화리튬 제조 방법("Processes for preparing lithium hydroxide")에 기재되어 있다. 상기 출원들의 모든 내용은 본 출원에 원용되었다.
- [0144] 가령, 전기 멤브레인 과정 중에는, 황산리튬 및/또는 중황산리튬 조성물의 pH가 산성일 수 있다. 적합한 산성 조건은 당업자가 본 발명을 참조로 공통의 일반 지식을 비추어 선택할 수 있다. 가령, 리튬 화합물을 포함하는 조성물을 산성 조건하에서 전기 멤브레인 과정으로 보내는 단계를 포함하는 수산화리튬 제조 과정들은 PCT 출원 WO 2014/138933, 명칭: 수산화리튬 제조 방법("Processes for preparing lithium hydroxide") 그리고 2014년 10월 23일에 출원된, 국제특허출원 PCT/CA2014/000769, 명칭: 수산화리튬 제조 방법 및 시스템("Processes and systems for preparing lithium hydroxide")에 기재되어 있다. 상기 출원의 모든 내용은 본 출원에

원용되었다.

- [0145] 가령, 전기 멤브레인 과정은 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정을 포함할 수 있고, 상기 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정 중에, pH는 약 2 내지 약 4의 수치로 적어도 실질적으로 유지될 수 있다.
- [0146] 가령, 전기 멤브레인 과정은 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정을 포함할 수 있고, 상기 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정 중에, pH는 약 2 또는 약 1의 수치로 적어도 실질적으로 유지될 수 있다.
- [0147] 가령, 전기 멤브레인 과정은 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정을 포함할 수 있고, 황산리튬 및/또는 중황산리튬에서 수산화리튬으로의 전환은 황산리튬 및/또는 중황산리튬 조성물의 pH 수치가 약 0.1 내지 약 2.0, 약 0.2 내지 약 1.5, 또는 약 0.4 내지 약 1.0이 될때까지 진행될 수 있다.
- [0148] 가령, 전기 멤브레인 과정은 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정을 포함할 수 있고, 황산리튬 및/또는 중황산리튬에서 수산화리튬으로의 전환은 황산리튬 및/또는 중황산리튬 조성물의 pH 수치가 약 0.5 내지 약 0.7이 될때까지 진행될 수 있다.
- [0149] 가령, 전기 멤브레인 과정 중에, 황산리튬 및/또는 중황산리튬 조성물의 pH는 염기성일 수 있다. 적합한 염기성 조건들은 당업자가 본 발명을 참조로 통상의 일반 지식을 비추어 선택할 수 있다. 가령, 리튬 화합물을 포함하는 조성물을 염기성 조건의 전기 멤브레인 과정으로 보내는 단계를 포함하는 수산화리튬 제조 과정들은 PCT 출원 WO 2013-159194, 명칭: 수산화리튬 제조 과정들("Processes for preparing lithium hydroxide")에 기재되어 있다. 상기 PCT 출원의 모든 내용은 본 출원에 원용되었다.
- [0150] 가령, 전기 멤브레인 과정은 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정을 포함할 수 있고, 상기 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정 중에, 공급 조성물의 pH는 약 10 내지 약 12의 수치로 적어도 실질적으로 유지될 수 있다.
- [0151] 가령, 전기 멤브레인 과정은 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정을 포함할 수 있고, 상기 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정 중에, pH는 약 10 내지 약 12의 수치로 적어도 실질적으로 유지될 수 있다.
- [0152] 가령, 전기 멤브레인 과정은 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정을 포함할 수 있고, 상기 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정 중에, pH는 약 10.5 내지 약 12.5의 수치로 적어도 실질적으로 유지될 수 있다.
- [0153] 가령, 전기 멤브레인 과정은 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정을 포함할 수 있고, 상기 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정 중에, pH는 약 11 내지 약 12의 수치로 적어도 실질적으로 유지될 수 있다.
- [0154] 가령, 전기 멤브레인 과정은 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정; 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정; 또는 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정과 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정의 조합을 포함할 수 있다. 가령, 전기 멤브레인 과정은 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정을 포함할 수 있다. 가령 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정을 포함할 수 있다. 가령, 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정과 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정의 조합을 포함할 수 있다. 적합한 전기 멤브레인 과정은 당업자가 본 발명을 참조로 공통의 일반 지식을 비추어 선택할 수 있다.
- [0155] 가령, 리튬 화합물을 포함하는 조성물을 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정으로 보내는 것을 포함하는 수산화리튬 제조 과정들은 PCT 출원 W02014/138933, 명칭: 수산화리튬 제조 방법("Processes for preparing lithium hydroxide"); 그리고 국제특허출원 PCT/CA2014/000769, 명칭: 수산화리튬 제조 방법("Processes for preparing lithium hydroxide")에 기재되어 있다. 상기 출원들의 모든 내용은 본 출원에 원용되었다.
- [0156] 가령, 리튬 화합물을 포함하는 조성물을 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정 및 3-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정의 조합으로 보내는 것을 포함하는 수산화리튬 제조 과정들은 2014년 10월 23일에 출원된 국제특허출원 PCT/CA2014/000769, 명칭: 수산화리튬 제조 방법 및 시스템("Processes and systems

for preparing lithium hydroxide")에 기재되어 있다. 상기 출원의 모든 내용은 본 출원에 원용되었다.

- [0157] 이에 따라, 본 발명은 또한,
- [0158] 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물을, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물을 수득하기에 적합한 조건하에서 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정과 같은 전기 멤브레인 과정으로 보내는 단계; 및
- [0159] 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물을, 본 출원의 중황산리튬 로스팅된, 리튬-함유 물질을 제조하는 방법에서 중황산리튬을 포함하는 수성 조성물로서 사용하는 단계를 더 포함하는, 수산화리튬 제조 방법을 포함한다.
- [0160] 가령, 리튬황산 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물에서 중황산리튬과 황산리튬 간의 몰비는 적어도 약 3:2일 수 있다.
- [0161] 가령, 리튬황산 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물에서 중황산리튬과 황산리튬 간의 몰비는 적어도 약 9:1일 수 있다.
- [0162] 가령, 리튬황산 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물에서 중황산리튬과 황산리튬 간의 몰비는 적어도 약 19:1일 수 있다.
- [0163] 가령, 리튬황산 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물에서 중황산리튬과 황산리튬 간의 몰비는 적어도 약 99:1일 수 있다.
- [0164] 가령, 리튬황산 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물에서 중황산리튬과 황산리튬 간의 몰비는 적어도 약 3:2 내지 약 99:1일 수 있다.
- [0165] 가령, 리튬황산 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물에서 중황산리튬과 황산리튬 간의 몰비는 적어도 약 3:2 내지 약 19:1일 수 있다.
- [0166] 가령, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물은 중황산리튬을 포함할 수 있고, 상기 방법은, 중황산리튬의 적어도 일부를 황산리튬으로 전환하기에 적합한 조건하에서 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물의 일부에 염기를 첨가하는 단계를 더 포함할 수 있다. 당업자라면, 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물의 일부를 블리딩(bleeding)하고 염기를 첨가해 중황산리튬의 적어도 일부를 황산리튬으로 전환하는 단계는, 가령 과량의 중황산리튬이 상기 방법에 존재하는 경우, 성분의 재평형(re-equilibration of stock)을 일으킬 수 있다. 중황산리튬의 적어도 일부를 황산리튬으로 전환하기 위한 적합한 조건들은 당업자가 선택할 수 있다. 가령, 염기는 수산화칼슘, 산화칼슘 및/또는 탄산칼슘을 포함할 수 있다.
- [0167] 가령, 본 발명의 방법들에서, 황산칼슘 또한 수득할 수 있다. 가령, 중황산리튬은 황산칼슘 침전물로 전환될 수 있고, 이는 결국에는 여과를 통해 정제될 수 있다.
- [0168] 가령, 전기 멤브레인 과정은 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정을 포함할 수 있고, 상기 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정 중에, 전압은 약 4 V 내지 약 5 V, 약 3 V 내지 약 6 V, 약 2 V 내지 약 8 V, 약 2.5 V 내지 약 4 V의 수치로 적어도 실질적으로 유지될 수 있다.
- [0169] 가령, 전기 멤브레인 과정은 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정을 포함할 수 있고, 상기 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정 중에, 전압은 약 4.5 V의 수치로 적어도 실질적으로 유지될 수 있다.
- [0170] 가령, 전기 멤브레인 과정은 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정을 포함할 수 있고, 상기 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정 중에, LiOH 전류 효율은 약 30 내지 약 50%, 약 30 내지 약 40%, 약 50% 내지 약 95%, 약 55% 내지 약 90%, 또는 약 65% 내지 약 85%의 수치로 적어도 실질적으로 유지될 수 있다.
- [0171] 가령, 전기 멤브레인 과정은 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정을 포함할 수 있고, 상기 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정 중에, LiOH 전류 효율은 약 75%의 수치로 적어도 실질적으로 유지될 수 있다.
- [0172] 가령, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물에서, 리튬 농도는 용액 1리터당 약 20g 내지 용액 1리터당 약 40g, 용액 1리터당 약 10g 내지 용액 1리터당 약 20g, 용액 1리터당 약 5g 내지 용액 1리터당 약 40g, 또는 용액 1리터당 약 12g 내지 용액 1리터당 약 18g의 수치로 적어도 실질적으로 유지될 수 있다.
- [0173] 가령, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물에서, 리튬 농도는 용액 1리터당 약 30g 내지

용액 1리터당 약 33g의 수치로 적어도 실질적으로 유지될 수 있다.

- [0174] 가령, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물에서, 리튬 농도는 용액 1리터당 약 10g 내지 용액 1리터당 약 20g, 또는 용액 1리터당 약 20g 내지 용액 1리터당 약 40g의 수치로 적어도 실질적으로 유지될 수 있다.
- [0175] 가령, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물에서, 리튬 농도는 용액 1리터당 약 30g 내지 용액 1리터당 약 33g의 수치로 적어도 실질적으로 유지될 수 있다.
- [0176] 가령, 전기 멤브레인 과정은 2-칸 단극성 또는 양극성 전기분해 과정을 포함할 수 있고, 상기 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정 중에, 수산화리튬은, 수산화리튬의 농도가 적어도 실질적으로 약 2M 내지 약 7M, 약 2M 내지 약 4M, 약 1.5M 내지 약 4.5M, 약 1.5M 내지 약 7.5M, 또는 약 2.5M 내지 약 3.5M로 유지되는 수용액에서 생성될 수 있다.
- [0177] 가령, 전기 멤브레인 과정은 2-칸 단극성 또는 양극성 전기분해 과정을 포함할 수 있고, 상기 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정 중에, 수산화리튬은, 수산화리튬의 농도가 적어도 실질적으로 약 3.0M로 유지되는 수용액에서 생성될 수 있다.
- [0178] 가령, 전기 멤브레인 과정은 2-칸 단극성 또는 양극성 전기분해 과정을 포함할 수 있고, 상기 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정 중에, 수산화리튬은, 온도가 적어도 실질적으로 약 40 내지 약 100℃ 또는 약 60℃ 내지 약 100℃ 또는 약 75℃ 내지 약 95℃로 유지되는 수용액에서 생성될 수 있다.
- [0179] 가령, 전기 멤브레인 과정은 2-칸 단극성 또는 양극성 전기분해 과정을 포함할 수 있고, 상기 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정 중에, 수산화리튬은, 온도가 적어도 실질적으로 약 80℃ 유지되는 수용액에서 생성될 수 있다.
- [0180] 본 발명의 방법들은 가령 일괄적인 방법(batch method)으로 수행될 수 있다. 또는, 본 발명의 방법들은 반-연속적인 방법 또는 연속적인 방법으로 수행될 수 있다.
- [0181] 가령, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물은, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 수득하기에 적합한 조건하에서 2-칸 단극성 또는 양극성 멤브레인 전기분해 과정으로 보내어 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물을 수득할 수 있고; 그런 다음, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물은 본 출원의 중황산리튬 로스팅된, 리튬-함유 물질을 제조하는 방법에 사용될 수 있고; 그런 다음, 상기와 같이 제조된 중황산리튬 로스팅된, 리튬-함유 물질은 가령 본 출원의 리튬-함유 물질로부터 리튬을 추출하는 방법에 사용하여 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제3 수성 조성물을 수득할 수 있고, 이는 다시 전기 멤브레인 과정 등으로 보냄으로써, 반-연속적 방법 또는 연속적 방법으로 수행될 수 있다.
- [0182] 가령, 상기 방법은 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제1 수성 조성물을, 상기 황산리튬 및/또는 중황산리튬의 일부가 수산화리튬으로, 약 30 내지 약 70%, 약 30 내지 약 60%, 약 40 내지 약 55%, 약 45 내지 약 55%, 약 40 내지 약 50%, 또는 약 45 내지 약 60%의 전환율로 전환되기에 적합한 조건하에서 전기 멤브레인 과정으로 보내어, 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물을 수득하는 단계; 및 상기 황산리튬 및/또는 중황산리튬을 포함하는 제2 수성 조성물을, 리튬-함유 물질과 혼합하기 위한, 중황산리튬을 포함하는 수성 조성물로서 사용하여 혼합물을 수득하는 단계를 포함한다.
- [0183] 이러한 이론의 제한을 받지 않기를 바라는 출원인은 중황산리튬이, 가령 본 발명의 조성물 안에 존재할 때, 전기 멤브레인 과정 중에 완충제(buffer) 역할을 함으로써 수산화리튬 제조를 도울 수 있다고 간주한다. 가령, 이러한 완충제는 수산화리튬 제조 시 전류 효율이 증대되도록 한다.
- [0184] (전기 멤브레인 과정 이후에) 제2 조성물에서 물을 농축하고 및/또는 제거할 때, 황산리튬을 (황산리튬 일수화물의 형태로) 실질적으로 선택적으로 침전할 수 있고, 또한, 산(황산)에서 황산리튬의 적어도 일부를 분리할 수 있다는 것이 관찰되었다. 또는, 황산리튬 무수물을 실질적으로 선택적으로 침전시킬 수 있다.
- [0185] 당업자라면 pH, 온도, 전류 밀도, 전압, 전류 효율 및 농도 등을 포함하나 여기에 제한되지 않는 본 발명의 하나 이상의 파라미터들은 가령 종래 수단에 의해 모니터링할 수 있다는 것을 이해할 것이다. 본 발명의 방법에서 특정 파라미터를 모니터링하기 위한 적합한 수단은 당업자가 선택할 수 있다. 이러한 파라미터들은 당업자가 가령 공통의 일반 지식에 비추어 본 발명을 참조로 유지 및/또는 변경할 수 있다.
- [0186] 실시예

[0187] 실시예 1: 중황산나트륨 로스팅 실험

[0188] 7번의 β-스포듀민(β-spodumene) 로스팅 실험과 1번의 표준 산 로스팅 실험이 수행되었다. 이 실험들의 목적은 반드시 1050℃의 베이킹(baking) 중에 스포듀민 상전이가 발생하도록 하는 것; 중황산 로스팅 결과와 비교할 수 있는 실험 데이터를 수집하는 것; 그리고 온도 및/또는 NaHSO<sub>4</sub>의 농도가 중황산 베이킹 실험 결과에 미치는 영향을 연구하는 것을 포함한다.

[0189] β-스포듀민을, β-스포듀민 내 리튬의 양에 대한 화학량론적 요건상의 바람직한 황산염 제제의 30, 50 또는 100% 과량의 황산염 제제와 혼합함으로써 황산화를 위한 반응 펄프가 제조되었다.

[0190] 그런 다음, 산성의 혼합물을 30분의 목표 온도에서 총 1.5-2 시간의 베이킹 시간 동안 250℃ 또는 300℃의 로(furnace) 온도를 사용해 표준 조건에 따라 머플로(muffle furnace)에서 베이킹했다. 그런 다음, 로스팅된 β-스포듀민은 물 침출을 받게 하여 Li 전환의 정도를 판단했다. 다양한 파라미터를 사용한 중황산 및 산 로스팅 실험 결과는 표 1에 표시했다.

표 1

실험	황산 시약	화학량론적 과량 %	황산염 로스팅 온도, °C	용액 온도, °C	고체 온도, °C	PLS 내 Li (물 침출), mg/L	% 리튬 추출율
산 로스팅	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30	250	주위 온도	주위 온도	21600	96.6
중황산 로스팅 실험 T1	NaHSO <sub>4</sub>	30	250	주위 온도	주위 온도	13100	77.1
중황산 로스팅 실험 T2	NaHSO <sub>4</sub>	30	250	70	주위 온도	14500	85.1
중황산 로스팅 실험 T3	NaHSO <sub>4</sub>	50	250	70	주위 온도	13800	85.3
중황산 로스팅 실험 T4	NaHSO <sub>4</sub>	50	300	70	주위 온도	13500	82.4
중황산 로스팅 실험 T5	NaHSO <sub>4</sub>	30	300	70	130	15400	83.4
중황산 로스팅 실험 T6	NaHSO <sub>4</sub>	100	250	70	130	13200	94.3
중황산 로스팅 실험 T7	NaHSO <sub>4</sub> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> <sup>[1]</sup>	30	250	70	130	14500	97.4

[0192] <sup>[1]</sup> 30% 과량의 중황산나트륨을 첨가하고, 로스팅 전에 30% 과량의 황산을 중황산염 용액에 첨가했다.

[0193] 표 1에서, 시약으로 첨가된 알칼리와 B-스포듀민에서 추출한 리튬을 더 잘 구분하기 위해 시약으로 중황산나트륨이 사용되고 리튬 및 황산나트륨 혼합물로 전환되었다.

[0194] 표 1에 나타난 중황산염 물 침출 실험들과 산 로스팅 실험들에 따르면, 로스팅 과정에서 황산과 중황산나트륨 용액의 혼합물을 황산 시약으로 사용한 중황산 로스팅 실험, T7, 에서 최고의 Li% 추출율, 97.4%가 달성되었음을 알 수 있다.

[0195] 100% 화학량론적 과량에서 중황산염을 단독 황산 시약으로 사용한 중황산염로스팅 실험, T6,에서 94.3%의 Li 추출율이 달성되었다.

[0196] 실시예 2: 중황산리튬/중황산나트륨 로스팅 실험

[0197] 실시예 1에서 설명한 절차를 사용해, LiHSO<sub>4</sub>, NaHSO<sub>4</sub>, 및 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>의 혼합물을 황산 시약으로 하여 연구를 수행했다. 그런 다음, 30 내지 60 분의 목표 온도에서 베이킹 시간 및 총 1.5 내지 2.5 베이킹 시간 동안 250℃ 내지 300℃의 로 온도, 70℃의 용액을 사용해 표준 조건하에서 머플로에서 베이킹 했다. 그런 다음, 로스팅된 β-스포듀민을 물 침출을 받게 하여 Li 전환의 정도를 판단했다. 다양한 파라미터를 사용한 중황산 실험 결과는

표 2<sup>[1]</sup>에 표시했다.

**표 2**

실험	황산염 시약	화학량론적 과량, %	베이킹 시간(분)	황산염 로스팅 온도, °C	PLS 내 Li (물 침출), mg/L	% 리튬 추출물
중황산염 로스팅 실험 T8	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub>	0% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30	250	33100	67.9
중황산염 로스팅 실험 T9	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub>	5% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30	250	32100	70.5
중황산염 로스팅 실험 T10	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub>	10% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30	250	33600	74.3
중황산염 로스팅 실험 T11	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub>	15% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30	250	32500	77.0
중황산염 로스팅 실험 T12	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub>	20% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30	250	34200	79.4
중황산염 로스팅 실험 T13	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub>	25% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30	250	35400	81.6
중황산염 로스팅 실험 T14	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub>	30% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30	250	33200	82.8
중황산염 로스팅 실험 T15	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub>	30% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	60	250	37500	85.2
중황산염 로스팅 실험 T16	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub>	30% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30	275	33600	84.5
중황산염 로스팅 실험 T17	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub>	30% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30	300	32800	88.1
중황산염 로스팅 실험 T18	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub>	30% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	60	300	36000	85.7
중황산염 로스팅 실험 T19	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub>	40% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30	250	31800	87.3
중황산염 로스팅 실험 T20	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub>	50% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30	250	33800	93.7
중황산염 로스팅 실험 T21	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub>	55% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30	250	32500	90.9
중황산염 로스팅 실험 T22	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub>	60% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30	250	30400	94.3

[0199] <sup>[1]</sup> 광석 내 Li에 대한 LiHSO<sub>4</sub>(85%)와 NaHSO<sub>4</sub>(15%)의 비율이 1:1인 혼합물을 사용했다. 그럼 다음, 표시된 바와 같이 화학량론적 과량의 황산을 첨가했다.

[0200] 표 2의 추출물 값들은 물 침출 잔여물 및 최초 공급량 내 Li 함량을 바탕으로 계산했다. 상기 결과에 따르면, 산의 사용량이 증가할수록 Li 추출률도 증가한 것이 분명하다. 표 2에서, 알파-스포듀민 광석 추출물에서 수득한 일반적인 베타-스포디움 농축액에서의 알칼리 추출 시 수득될 제1 조성물을 촉진하기 위해 중황산리튬에 질량비 15%의 중황산리튬을 첨가했다.

[0201] **실시에 3: 누적 전류 효율 대 제1 조성물의 알칼리 수산화물로의 전하 통과 전환 실험**

[0202] PCT/CA2014-000769(모든 내용은 본 출원에 인용되었다)에서는 LiOH 생산을 위한 2-칸 멤브레인 전기분해 셀 사용에 대한 실험을 실시하고 설명했다. PCT/CA2014-000769의 도 3A 내지 도 D, 및 도 5A 내지 도 D에 도시된 실험들을 누적해서 본 발명의 도 2에 표시했다. 따라서, 본 발명의 도 2와 도 3에 도시된 실험들의 파라미터들은

PCT/CA2014-000769에서 실시한 실험들과 동일하다. 본 발명의 도 2를 보면, 4 kA/m<sup>2</sup>에 대한 결과들이 3 kA/m<sup>2</sup> 및 5 kA/m<sup>2</sup>에 대해 수득한 결과들에 비해 (전류 효율에 있어서) 예상보다 낮다는 것을 알 수 있다. 4 kA/m<sup>2</sup>에 대한 이러한 결과들은 실험 시 발생한 기술적 실패 때문일 가능성이 높다. 그러나, 본 발명의 도 3(도 2와 동일한 파라미터들을 가지고 추가적인 실험 실시한 결과)에서 볼 수 있는 바와 같이, 4 kA/m<sup>2</sup>에 대한 결과들은 3 kA/m<sup>2</sup> 및 5 kA/m<sup>2</sup>와 일맥상통하는 것으로 보인다. 본 발명의 도 2와 도 3에 도시된 결과들을 보면, 황산리튬에서 수산화리튬으로의 전환을 약 30 내지 약 60%, 약 40 내지 약 60<sup>^</sup>, 약 40 내지 약 50, 약 40 내지 약 55%, 또는 약 45 내지 약 55%의 전환율로 실시한 후, 중화산리튬을 포함하는 나머지 조성물(제2 수성 조성물)을, 리튬-함유 물질과 혼합하여 로스팅할 혼합물을 수득하기 위한, 중화산리튬을 포함하는 수성 조성물로 사용하는 것이 이 본 발명의 일 실시예가 될 수 있다.

[0203] **실시예 4: 전기화학적으로 생성된 황산수소이온들로 실시한 중화산리튬/중화산나트륨 로스팅 실험**

[0204] 실시예 1에서 설명한 절차를 사용해, LiHSO<sub>4</sub>, NaHSO<sub>4</sub>, 및 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>의 혼합물을 황산 시약으로 하여 연구를 수행했다. 그런 다음, 30분의 목표 온도에서 베이킹 시간 및 총 1.5 내지 2.75 베이킹 시간 동안 250℃의 로 온도를 사용해 표준 조건에서 머플로에서 산성 혼합물을 베이킹 했다. 그런 다음, 로스팅된 β-스포듀민을 물 침출시켜 Li 전환의 정도를 판단했다. 다양한 파라미터를 사용한 중화산 실험 결과는 표 3에 표시했다.

**표 3**

[0205]

실험	황산염 시약 [1]	화학량론적 과량, %	PLS 내 Li (물 침출), mg/L	% 리튬 추출물
중화산염 로스팅 실험 T23	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	27100	66,4
중화산염 로스팅 실험 T24	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	10% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	27100	75,1
중화산염 로스팅 실험 T25	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	20% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	28800	82,0
중화산염 로스팅 실험 T26	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	29000	85,8
중화산염 로스팅 실험 T27	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	40% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	29800	89,2
중화산염 로스팅 실험 T28	LiHSO <sub>4</sub> + NaHSO <sub>4</sub> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	50% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30900	95,6

[0206] <sup>[1]</sup> 물 기준으로 중화산염 80% (LiHSO<sub>4</sub>(85%) 및 NaHSO<sub>4</sub>(15%)) 및 황산으로부터의 수소이온 20%인 혼합물을 광석 내 Li에 대해 1:1 비율로 사용했다. 이 혼합물은 황산리튬에서 수산화리튬으로의 전환율 약 60%의 전기 멤브레인 과정에서 수득할 제2 조성물을 촉진하는 것이다. 그런 다음, 표시된 화학량론적 과량의 황산을 첨가했다.

[0207] 표 3의 추출물 값들은 물 침출 잔여물 및 최초 공급량 내 Li 함량을 바탕으로 계산했다. 상기 결과에 따르면, 표 2에서 수득한 Li 추출물 결과들에 비해, 전기화학적으로 생성된 황산은 요구되는 황산 과량을 일정한 비율로 감축함을 할 수 있다.

[0208] **실시예 5: 과정 용액에서 물과 황산리튬 제거**

[0209] 전기 멤브레인 과정에서 수득될 제2 조성물을 촉진하는 다양한 산성 혼합물들을 바탕으로 한 로스팅 실험들이 이어, 리튬-함유 물질과 혼합하기 전에 상기 조성물에서 가능한 한 많은 양의 물을 제거하기 위한 실험을 추가적으로 실시했다.

[0210] 혼합물을 가열하면, 물이 증발에 의해 선택적으로 제거된다. 물이 제거된 혼합물이 약 118℃의 끓는점에 도달하면, 침전물이 형성된다는 것이 관찰되었다. 도 5 및 도 6은 이러한 과정에서 회수한 침전 결정들에 XRD 분석을 실시한 결과를 보여준다. 도 5는 실험 07A에서 회수한 침전물 분석 결과이다. 도 5에 따르면, 약 125℃ 미만 내지 130℃의 온도에서 침전물이 형성되면, 그 화학적 구성은 본질적으로 황산리튬 일수화물이다. 이에 따라, 황산리튬 일수화물은 실질적으로 선택적으로 침전되고 및/또는 실질적으로 선택적으로 형성된다. 도 6은 실험 04

에서 회수한 침전물을 분석한 결과이다. 여기서는, 적어도 약 125℃ 내지 130℃의 온도에서 침전을 실시하면, 침전물의 적어도 일부는 탈수 상태가 되고, 이에 따라 황산리튬 무수물이 형성됨을 알 수 있다. 이러한 가열을 지속하는 것은, 실질적으로 침전하고 및/또는 황산리튬 무수물을 형성하는 것으로 이어진다.

[0211] 수용액에서 실질적으로 순수한 황산리튬의 예측했던 습성과 반대로, 농축된 산성 혼합물을 냉각시키면, 황산리튬 일수화물의 회수율은 극적으로 증가한다는 것이 관찰되었다. 두 개의 독립된 실험실에서 발생한 데이터를 제시하는 도 5 및 도 6에 도시된 바와 같이, 가령, 용액이 냉각된 온도에 따라, 황산리튬의 약 35% 내지 약 80%가 황산리튬 일수화물로 분리될 수 있다. 표 5의 데이터를 바탕으로 한 도 7에서는 대기압에서 제거한 물에 대한 분리 단계에서의 황산리튬 회수의 효율의 함수를 질량 기준으로 보여주고 있다. 도 7과 표 5에 나타난 최종 끓는 온도를 바탕으로 보면, 대부분의 황산리튬은 130℃ 온도 미만에서 일수화물 형태로 침전된다는 것을 분명히 알 수 있다.

[0212] 산성 황산리튬 수용액에 대한 기존 문헌에서도 예측하지 못했던 이러한 현상은 본 발명의 상황에서 동작적 이점을 나타낸다. 이는 전기 멤브레인 과정으로 직접 재활용이 가능하며, 이는 리튬-포함 물질에서 나오는 주류뿐만 아니라 매우 고순도 또는 실질적으로 순수한 원 물질에서 혜택을 얻을 수 있다.

[0213] 이러한 실험 결과, 실험 07A (조성물 A)에서 얻은 제2 조성물을 리튬 함유 물질의 로스팅 실험 대상으로 해야 한다고 판단했다.

[0214] 이러한 조성물을 바탕으로, 물을 더 제거하기 위해 제2 증발 단계를 실험했다 (07B). 약 200℃의 끓는점에 도달할 때까지 실험 07A을 더 증발시켰다 (조성물 B).

표 5

실험	최초량 (mL)	농축액 (mL)	여과 온도(°C)	헹굼(rinsing) 후 회수된 결정 (g)	최종 끓는점 (°C)	Li 회수 효율 (%)
01	100	40	25	12.9	116	54
02	100	50	25	15.9	121	68
03	100	60	25	18.6	131	79
04	100	70	25	18.7	147	80
05	100	56	110	8.6	124	36.5
06	100	56	80	11.8	124	50.3
07A	100	56	25	18.3	124	78
07B	34	19	-	0	200	0

표 6

실험	최초량 (mL)	농축액 (mL)	여과 온도(°C)	헹굼(rinsing) 전 회수된 결정 (g)	최종 끓는점 (°C)	Li 회수 효율 (%)
08	100	41.5	25	12.95	118.5	52
09	100	50.5	25	15.56	122.5	64
10	100	60.0	25	19.57	131.0	77

[0217] 당업자라면 서로 다른 온도에서 황산리튬을 회수하는 것과 관련된 에너지 비용에 있어서, 제거된 물, 전기 멤브레인 과정에서 재활용한 리튬 그리고 로스팅 과정 하류에서의 효율과의 사이에 균형을 이루어야 한다는 것을 알 수 이해할 것이다. 가령, 특정 조건에서는, 가열과 관계된 비용이 매우 높을 수 있고, 이에 따라, 가능한 많은 열기를 회수하기 위해 더 높은 온도에서 여과를 실시하는 것이 유리할 것이다. 그러나, 에너지 비용이 허락된다면, 황산리튬을 더 높은 비율로 침전시키기 위해 고체-액체 온도를 더 낮은 온도에서 실시할 수 있다.

[0218] 실시예 6: 처리된 부산물과의 로스팅 실험

[0219] 실시예 1에서 설명한 절차를 사용해, 실시예 5에서 판단된 조성물 A와 조성물 B를 황산염 시약으로 하여 연구를 실시했다. 그런 다음, 목표 온도 30분에서 베기킹 시간 동안 로 온도 250℃를 사용해 표준 조건의 머플로에서 산성 혼합물을 베이킹했다. 그런 다음, 로스팅된 β-스포듀민을 물 침출시켜 Li 전환의 정도를 판단했다. 다양한 조성물과 화학량론적 과량을 사용한 로스팅 실험 결과를 표 7에 나타냈다.

표 7

[0220]

실험	황산염 시약	화학량론적 과량, %	% 리튬 추출
중황산염 로스팅 실험 T29	조성물 A	10% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	71,6
중황산염 로스팅 실험 T30	조성물 A	25% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	78,6
중황산염 로스팅 실험 T31	조성물 A	40% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	87,9
중황산염 로스팅 실험 T32	조성물 B	25% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	89,0
중황산염 로스팅 실험 T33	조성물 B	45% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	94,2

[0221]

표 7의 추출 값들은 물 침출 잔여물과 최초 공급물 내 Li 함량을 바탕으로 계산한 것이다.

[0222]

상기 결과에 따르면, 실시예 2와 실시예 4에서 얻은 Li 추출 결과와 비교할 때, 조성물 A는 그와 유사한 성과를 보이면서도, 실시예 5에서 언급했던, 황산리튬을 전기 멤브레인 과정으로 바로 재활용함으로써 얻는 혜택도 동시에 제공한다는 것을 분명히 알 수 있다.

[0223]

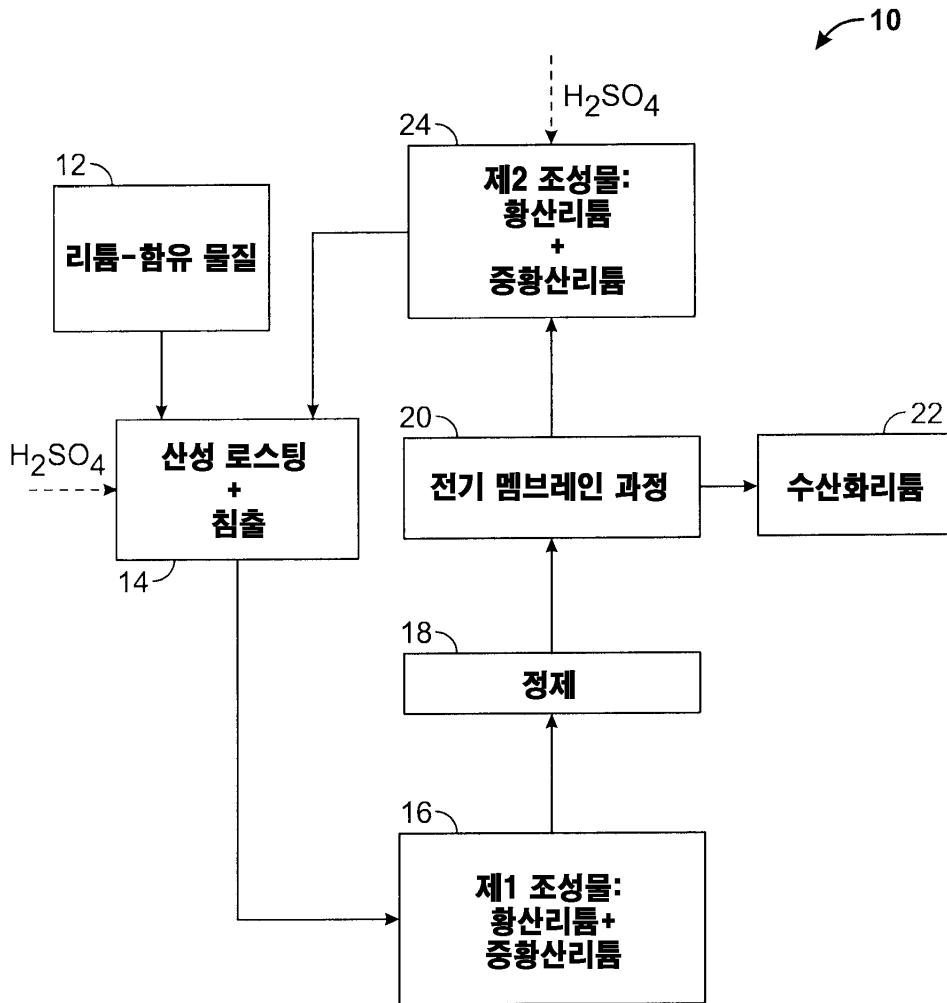
상기 결과에 따르면, 실시예 2와 실시예 4에서 얻은 Li 추출 결과와 비교할 때, 조성물 B는 그보다 나은 성과를 보이면서도, 실시예 5에서 언급했던, 황산리튬을 전기 멤브레인 과정으로 바로 재활용함으로써 얻는 혜택도 동시에 제공한다는 것을 분명히 알 수 있다.

[0224]

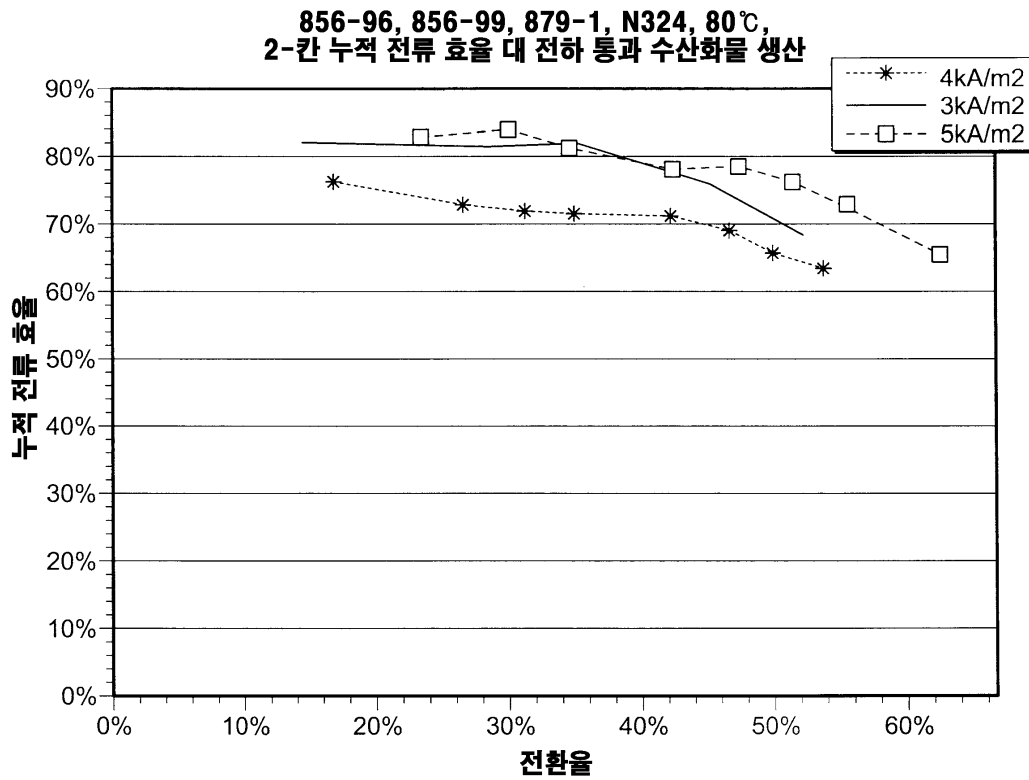
본 명세서에서 언급한 모든 공개, 특허, 특허 출원, 각각의 개별 공개, 특허 또는 특허 출원이 구체적으로 그리고 개별적으로 본 출원에 인용되었음이 나타난 경우와 같은 정도로 그 내용이 본 출원에 인용되었다. 본 발명의 용어가 본 명세서에 인용된 출원에서 다른 의미로 정의된 경우, 본 명세서에서 제공한 것을 해당 용어의 정의로 하기로 한다.

도면

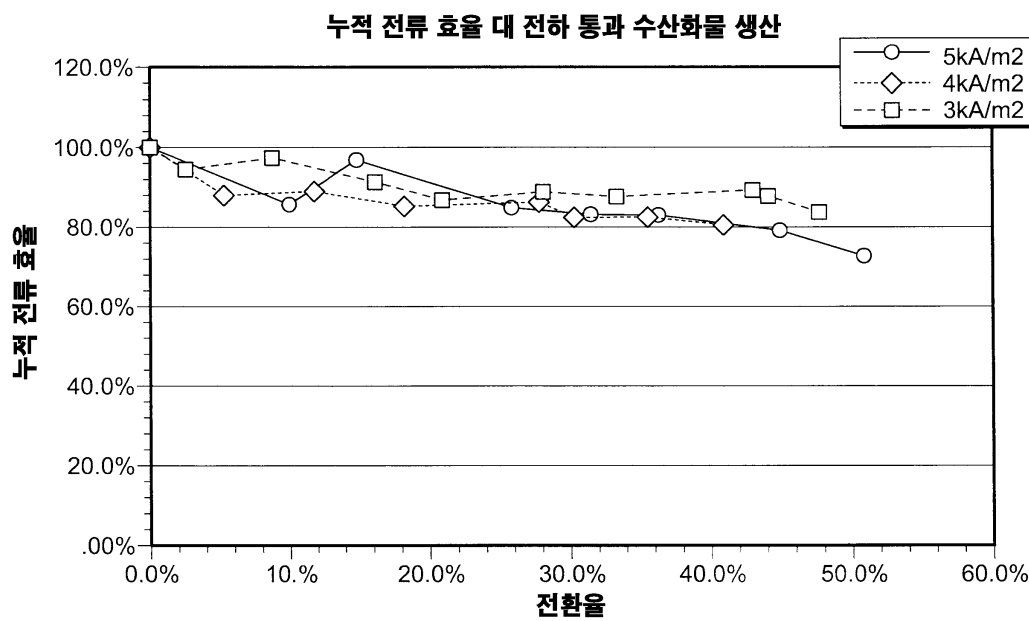
도면1



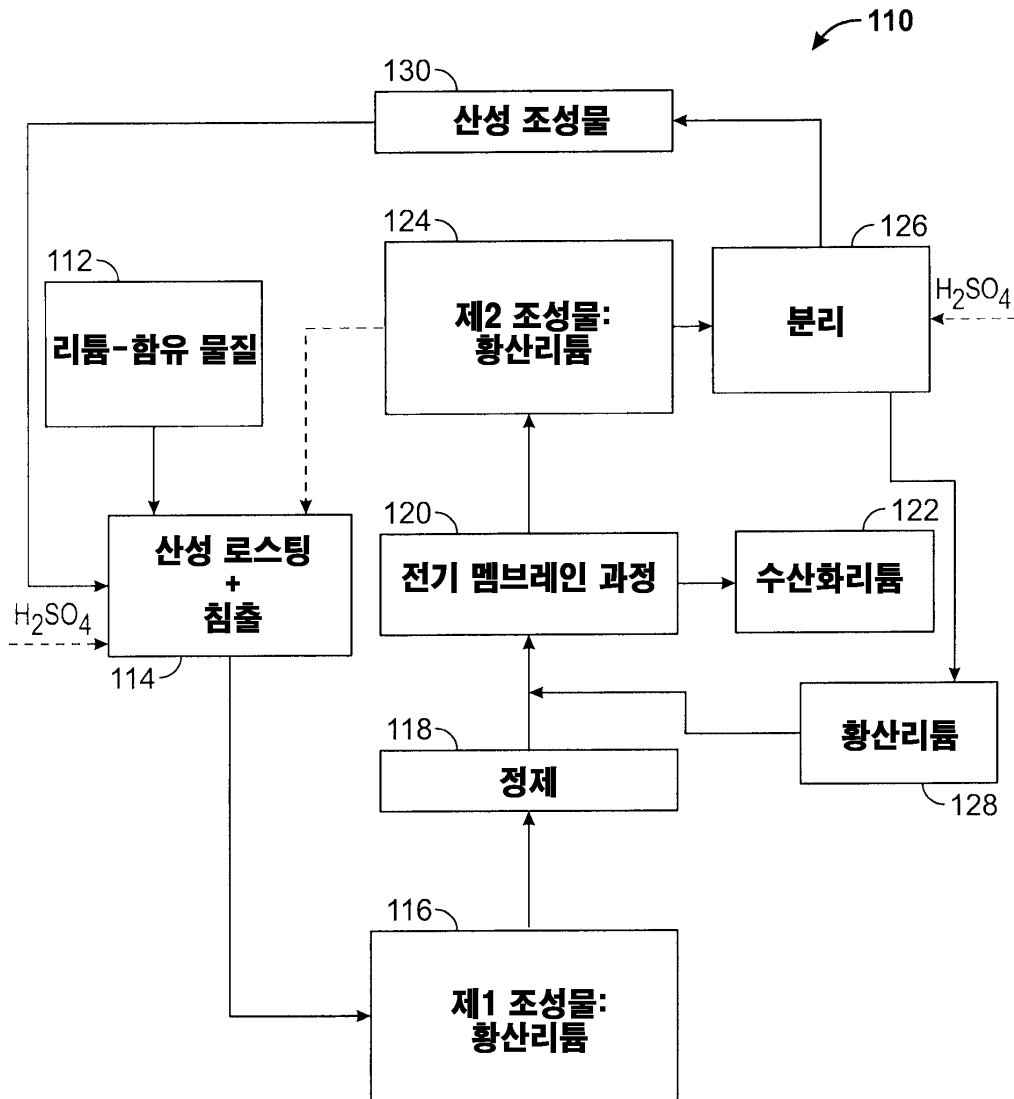
도면2



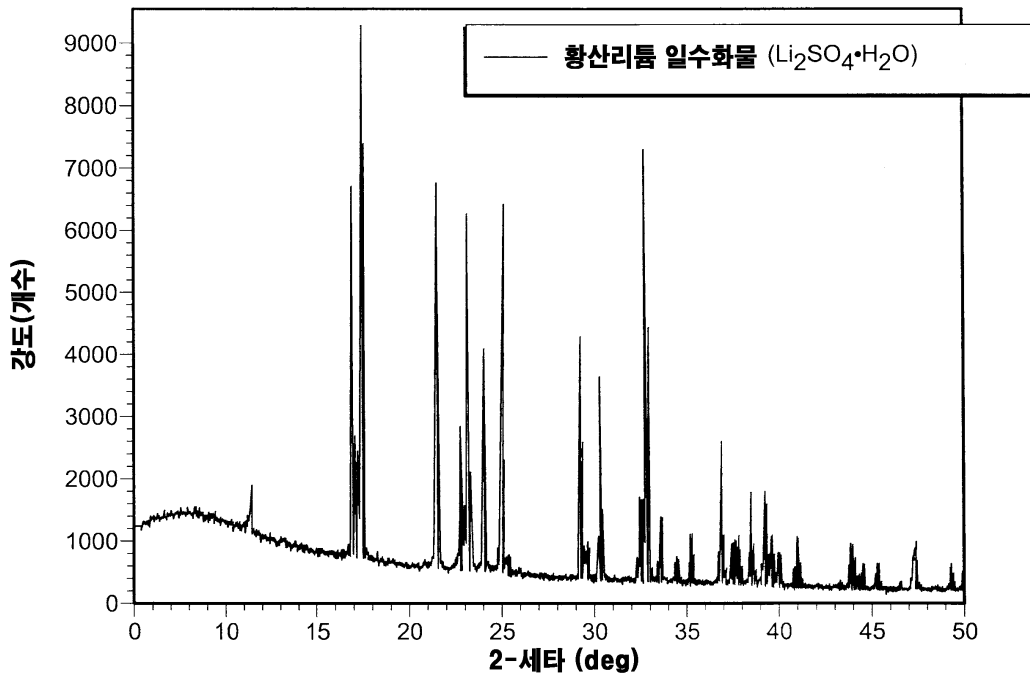
도면3



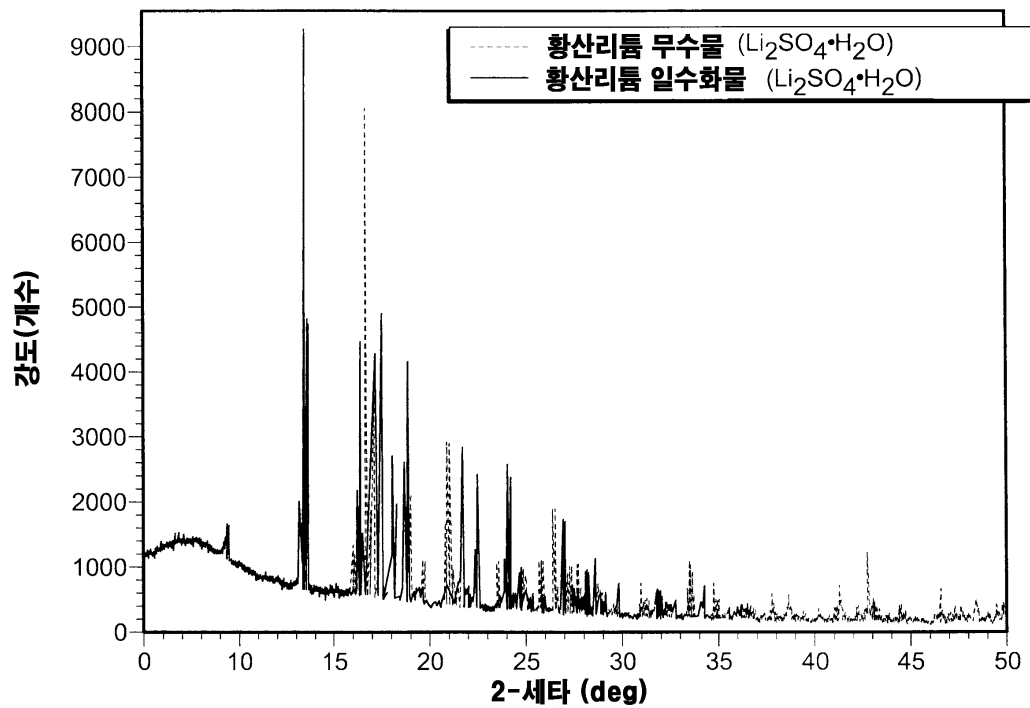
도면4



도면5



도면6



도면7

