

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일
2016년 9월 22일 (22.09.2016)



(10) 국제공개번호
WO 2016/148509 A1

- (51) 국제특허분류: *C22B 1/16* (2006.01) *C22B 1/20* (2006.01)
- (21) 국제출원번호: PCT/KR2016/002657
- (22) 국제출원일: 2016년 3월 16일 (16.03.2016)
- (25) 출원언어: 한국어
- (26) 공개언어: 한국어
- (30) 우선권정보: 10-2015-0036717 2015년 3월 17일 (17.03.2015) KR
- (71) 출원인: 고려대학교 산학협력단 (KOREA UNIVERSITY RESEARCH AND BUSINESS FOUNDATION) [KR/KR]; 02841 서울시 성북구 안암로 145, Seoul (KR).
- (72) 발명자: 이준호 (LEE, Joonho); 13522 경기도 성남시 분당구 야탑로 20, 103 동 1301 호, Gyeonggi-do (KR). 오준석 (OH, Joon Seok); 05221 서울특별시 강동구 아리수로 82길 5, 302 호, Seoul (KR).
- (74) 대리인: 한양특허법인 (HANYANG PATENT FIRM); 06296 서울시 강남구 논현로 38길 12, 한양빌딩, Seoul (KR).
- (81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): 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, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, 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, SA, 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) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,

[다음 쪽 계속]

(54) Title: MAGNETITE-BASED SINTERED ORE AND METHOD OF PRODUCING SAME

(54) 발명의 명칭 : 마그네타이트계 소결광 및 그 제조방법

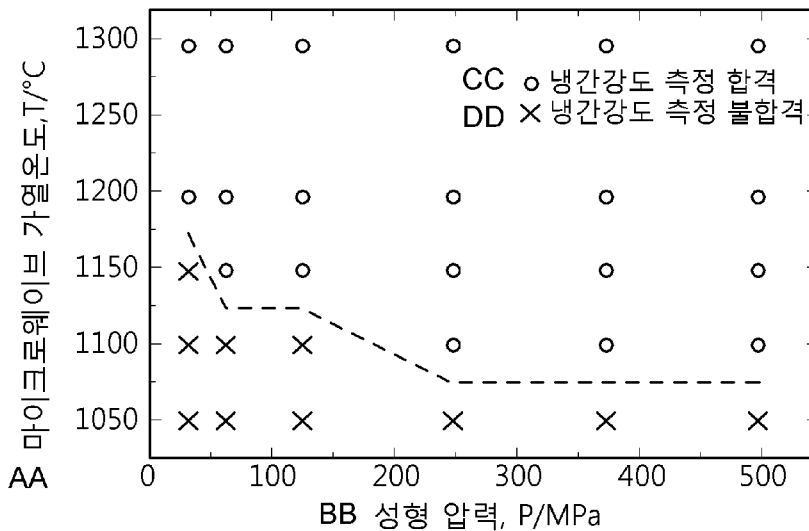


FIG. 1

AA ... Microwave heating temperature, T/°C
BB ... Forming pressure, P/MPa
CC ... Cold strength measurement pass
DD ... Cold strength measurement fail

(57) Abstract: The present invention relates to a magnetite-based sintered ore wherein magnetite fine ore, which has low reducibility and is thus not currently used among iron ores used as a main raw material in steelmaking processes, is improved to have excellent reducibility, and to a method of producing same.

(57) 요약서: 본 발명은 제철 공정의 주원료로 사용되는 철광석 중, 환원성이 낮아 현재 활용되지 못하고 있는 마그네타이트 분광을 우수한 피환원성을 갖도록 개선한 마그네타이트계 소결광과 그 제조 방법에 관한 것이다.



MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, **공개:**

TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW,

KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG). — 국제조사보고서와 함께 (조약 제 21 조(3))

규칙 4.17 에 의한 선언서:

- 특허출원 및 특허를 받을 수 있는 출원인의 자격에 관한 선언 (규칙 4.17(ii))

명세서

발명의 명칭: 마그네타이트계 소결광 및 그 제조방법

기술분야

- [1] 본 발명은 우수한 피환원성을 갖는 마그네타이트계 소결광 및 그 제조 방법에 관한 것이다.

배경기술

- [2] 현재 제철공정에서는 헤마타이트 광석을 주원료로 하여 소결광을 제조하고, 이를 고로에 장입하여 철을 생산하고 있다. 소결광 제조를 위해서는 주원료인 헤마타이트 광석에 탄재, 첨가제(예를 들면 산화칼슘(CaO) 등) 및 철 함유 부산물(분진, 슬러지, 밀스케일 등)을 첨가하여 1300 ~ 1480°C의 온도까지 가열시킨다. 이때, 소결광이 고로로 장입되기까지의 이송 과정에서 발생하는 과쇄를 억제하기 위해서는 높은 냉간강도(cold strength)가 요구되며, 헤마타이트에서 마그네타이트로 환원 시 발생하는 20% 정도의 체적 팽창에 따른 내부응력에 의한 환원 분화량의 최소화 및 높은 피환원성을 요구한다.
- [3] 한편, 마그네타이트 광석은 주로 극미분(약 0.2 mm이하)으로 존재하며, 피환원성이 떨어지기 때문에 제철공정에서는 활용성이 떨어지는 것으로 알려져 있다. 보다 구체적으로, 마그네타이트 광석을 직접 소결광으로 사용할 경우, 헤마타이트에서 마그네타이트로 환원 시 발생하는 균열 형성을 기대할 수 없기 때문에 가스의 내부확산이 어렵고, 이로 인해 높은 환원성을 기대하기 어려운 문제가 있어 소결광 제조에서는 헤마타이트를 주원료로 하는 기술이 주로 개발되어 왔다. 이와 같은 이유로, 소결광 제조 시 마그네타이트 광석은 헤마타이트 광석과 일부 혼합하여 사용하고 있는 수준이다. 그러나, 마그네타이트를 주원료로 사용할 경우, 헤마타이트와는 달리 환원분화의 문제가 없기 때문에 냉간강도 및 높은 피환원성만을 충족시키면 충분히 소결광으로 활용될 수 있는 가능성이 있다. 단, 마그네타이트가 극미분 형태로 존재하기 때문에, 고로와 같은 제철 조업에서 이용하기 위해서는 소결 과정을 반드시 거쳐야 한다.
- [4] 또한, 마그네타이트 또는 헤마타이트 광석에 CaO 와 함께 마이크로웨이브 에너지를 조사하여 낮은 융점을 갖는 화합물 생성하는 기술이나, 마그네타이트 광석을 수분, 플럭스, 바인더와 섞어 펠렛을 제조 한 후 헤마타이트 펠렛을 제조하는 기술 등이 개발되고 있으나, 마그네타이트 광석 자체를 주원료로 사용하여 소결광을 제조하는 기술은 개발된 바 없다.
- [5] 대한민국 공개특허 10-2004-0034995호에서는 우수한 피환원성과 낮은 환원분화를 갖는 소결광 및 그 제조 방법이 게재되어 있으나, 첨가물로 플럭스를 다량 사용해야 하는 방법으로, 고로 조업에서의 슬래그 부피가 상승하여 코크스비를 증대시킬 수 있는 문제점이 있다.

발명의 상세한 설명

기술적 과제

- [6] 본 발명은 상기와 같은 종래 기술의 문제점을 해결하기 위한 것으로서, 마그네타이트를 주 원료로 하여 제조되는 마그네타이트계 소결광으로써, 소결광 제조 시 탄재 및 각종 첨가제를 첨가하지 않거나 종래의 소결광 제조 대비 소량 첨가하여도, 냉간강도를 확보하고 우수한 피환원성을 갖고, 환원분화량이 문제되지 않는 마그네타이트계 소결광을 제공하는 것을 그 목적으로 한다.

과제 해결 수단

- [7] 상기와 같은 목적을 달성하기 위하여 본 발명은,
 [8] 마그네타이트 광석 또는 마그네타이트 광석의 혼합물에 마이크로웨이브를 조사하여 제조되는 마그네타이트계 소결광으로, 최대 압축강도가 약 1.281 kN 이상이거나 최대 압축 응력이 16.31 MPa 이상인 마그네타이트계 소결광을 제공한다.
 [9] 또한 본 발명은,
 [10] a) 마그네타이트 분광 또는 마그네타이트 분광 혼합물에 압력을 가하여 덩어리로 성형하는 단계; 및
 [11] b) 상기 단계 a)의 성형된 마그네타이트에 마이크로웨이브를 조사하여 1100°C 이상의 온도로 가열 소결하는 단계를 포함하는 마그네타이트계 소결광의 제조방법을 제공한다.

발명의 효과

- [12] 본 발명에 따른 마그네타이트계 소결광은 기존의 소결광 제조에서 사용되는 탄소(코크스 약 2% 및 무연탄 약 2% 등)를 첨가하지 않거나 소량 첨가하기 때문에 이로 인하여 이산화탄소 배출 또는 환경에 유해한 물질인 더스트(dust) 발생을 저감시킬 수 있는 장점을 갖는다. 또한, 철광석 소결 조업에서 강도 확보 및 분화 억제를 위해 첨가하는 석회석, 생석회, 사문함, 규석 등의 첨가제(플럭스)를 첨가하지 않거나 소량첨가(약 15%)하기 때문에, 고로 조업에서의 슬래그 부피를 저감시켜 코크스비 저감에 기여할 수 있다.
 [13] 또한 마그네타이트 분광은 피환원성이 좋지 않아 미활용되고 있는 철원으로, 본 발명의 마그네타이트계 소결광은 마그네타이트 광석의 활용성을 높여서 제철 산업의 원료 자유도를 높일 수 있다.
 [14] 또한, 본 발명의 마그네타이트계 소결광을 이용하면 고속환원이 가능하므로 고로의 효율을 나타내는 지표인 출선비를 상승시킬 수 있다. 따라서 에너지 효율을 높일 수 있는 장점을 갖는다. 따라서 본 발명의 마그네타이트계 소결광은 제조 시 탄소 및 첨가제를 첨가하지 않거나 소량 첨가함으로써 인한 슬래그 부피 저감 및 고속환원제로서의 역할을 수행함으로써 에너지, 환경, 비용적인 면에서 기존에 사용된 소결광과 비교하여 현저하게 향상된 효과를 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [15] 도 1은 본 발명의 마그네타이트계 소결광의 성형시 가해진 압력과 마이크로웨이브 조사에 의한 가열 온도의 범위에 따른, 마그네타이트계 소결광의 냉간강도를 나타낸 그래프이다.
- [16] 도 2는 본 발명의 마이크로웨이브 소결광에 대하여 시간에 따른 환원율로 피환원성을 평가한 결과를 나타낸 그래프이다.
- [17] 도 3은 본 발명의 실시예로 소결 제조한 마이크로웨이브 소결광의 형상에 대한 그림이다.
- [18] 도 4는 본 발명의 실험예에서 압축강도 측정을 위한 측정 방향을 나타낸 그림이다.

발명의 실시를 위한 최선의 형태

- [19] 이하, 본 발명을 상세하게 설명한다.
- [20]
- [21] 본 발명은 마그네타이트 광석 또는 마그네타이트 광석의 혼합물에 마이크로웨이브를 조사하여 제조되는 마그네타이트계 소결광 및 그 제조방법에 대한 것이다.
- [22]
- [23] 본 발명은, 피환원성이 좋지 않아 미활용되고 있는 철원인 마그네타이트 광석을 주원료로 하여, 이에 일정 조건의 마이크로웨이브를 조사하는 경우 우수한 냉간강도 및 우수한 피환원성을 갖는 마그네타이트계 소결광을 제조할 수 있음을 실험적으로 확인하여 완성되었다.
- [24]
- [25] 구체적으로, 본 발명은 마그네타이트 광석 또는 마그네타이트 광석의 혼합물에 마이크로웨이브를 조사하여 제조되는 마그네타이트계 소결광으로, 1000 °C 40%CO-60%N₂ 가스 분위기에서 환원 속도 0.7 %/분 이상의 피환원성을 갖는 마그네타이트계 소결광에 대한 것이다. 구체적으로, 본 발명의 마그네타이트계 소결광은 직경 5 ~ 50 mm 의 펠렛; 또는 직경 5 ~ 50 mm 및 높이 5 ~ 50 mm 의 브리켓형의 형태를 갖는 것으로, KS E 3714 기준을 충족하는 것 일 수 있으며, 밀면방향 최대 압축강도가 약 1.281 kN 이상이고, 최대 압축 응력이 16.31 MPa 이상일 수 있다. 또한, 더욱 바람직하게 옆면방향 최대 압축강도가 0.4011 kN 이상일 수 있다.
- [26]
- [27] 일반적인 소결 공정에서는 열에너지가 외부에서 가해지므로, 시료의 외부가 먼저 소결되는 경향이 있는데, 본 발명에서는 마이크로웨이브를 사용하여, 시료 전체를 동시에 가열할 수 있기 때문에, 시료 전체를 균일하게 소결할 수 있고, 이를 통하여 가스확산이 용이한, 우수한 피환원성을 갖는 소결체 제조가 가능하다.

- [28] 본 발명의, 본 발명의 마이크로웨이브 조사에 의한 가열 온도는 1100 내지 2000 일 수 있다. 마이크로웨이브 조사에 의한 가열 온도가 1200°C 이상일 경우, 마그네타이트 광석의 성형을 위해 가해진 압력에 관계 없이 마그네타이트계 소결광의 냉간강도를 확보할 수 있다. 압력을 62 MPa 이상 가할 경우, 최적 가열 온도는 1150 °C 이상으로 낮아지며, 압력은 250 MPa 이상 가할 경우 최적 가열 온도는 1100 °C 이상 까지 낮출 수 있다. 소결 시 내화재의 보호를 위하여, 최대 가열 온도는 2000 °C 이하가 바람직하다.
- [29]
- [30] 구체적으로, 본 발명은 본 발명의 마이크로웨이브를 단일 발진기 기준으로 0.5 ~ 300kW의 범위로 조사하여 1100 °C 이상의 온도로 조사되는 것 일 수 있다.
- [31] 또한 마이크로웨이브 발진기가 병렬 또는 복합 연결인 경우 출력은 개별 발진기의 출력과 발진기 개수의 곱(개별 발진기의 출력 * 발진기 개수)으로 산정될 수 있는데 다수의 발진기들을 동시에 사용하여 총 에너지를 증대시킬 수 있다. 이 경우, 마이크로웨이브 출력은 300 kW를 초과할 수도 있다.
- [32]
- [33] 본 발명의 마그네타이트 광석은 마그네타이트 분광일 수 있으며 이에 한정되는 것은 아니며, 피환원성이 좋지 않은 극미분 형태(약 0.2 mm 이하)의 마그네타이트 광석을 포함한다.
- [34] 상기 마그네타이트 광석의 혼합물은, 마그네타이트 광석에 헤마타이트 광석, 탄재 및 첨가제 중 하나 이상이 더 포함된 것 일 수 있다.
- [35] 상기 탄재는 코크스 및 무연탄 중 하나 이상을 포함한다. 상기 탄재는 상기 혼합물 총 중량에 대하여 4 중량% 이하 포함되는 것이 바람직하다.
- [36]
- [37] 상기 첨가제는, 플럭스 일 수 있으며, 구체적으로 석회석, 생석회, 사문합 및 규석 중 하나 이상일 수 있다. 상기 첨가제는 상기 혼합물 총 중량에 대하여 15 중량% 이하로 포함되는 것일 수 있다.
- [38]
- [39] 상기 함량 범위로 탄재 또는 첨가제를 포함할 경우, 기존의 소결광 제조 공정보다 첨가물인 탄재 및 첨가제를 낮은 조성 비율로 포함함으로써 이산화탄소 배출 또는 환경에 유해한 물질인 더스트(dust) 발생을 저감시킬 수 있고, 고로 조업에서의 슬래그 부피를 저감시켜 코크스비 저감에 기여할 수 있어 에너지 효율 측면에서 우수한 효과를 갖는다.
- [40]
- [41] 또한, 마그네타이트 광석의 혼합물에 헤마타이트 광석이 포함될 경우, 마그네타이트 광석 및 헤마타이트 광석의 중량비가 6:4 ~ 10:0이 되도록, 즉 마그네타이트 광석의 비율이 총량의 60% 넘게 포함되는 것일 수 있다. 마그네타이트의 비율이 60 % 이하일 경우 시료의 가열 속도가 느려져 효율성이 현저히 낮기 때문이다.

[42]

[43] 본 발명의 마그네타이트계 소결광의 크기는 특별히 한정되지 않으나, 직경 5~50 mm의 펠렛 또는 직경 5 ~ 50 mm 및 높이 5 ~ 50 mm의 브리켓형일 수 있다. 경우에 따라서 연속조업으로 제조할 경우, 압출 등의 방법을 이용하여 기동형태로 제조할 수 있는데 이 경우, 직경 5 ~ 50 mm의 기동형 소결광으로 제조한 뒤 이를 절단하여 사용할 수도 있다.

[44]

[45] 또한, 본 발명은 a) 마그네타이트 광석 또는 마그네타이트 광석 혼합물에 압력을 가하여 덩어리로 성형하는 단계; 및

[46] b) 상기 단계 a)의 성형된 마그네타이트에 마이크로웨이브를 조사하여 1100°C 이상의 온도로 가열 소결하는 단계를 포함하는 마그네타이트계 소결광의 제조방법에 대한 것이다.

[47] 상기 a) 단계에서의 압력은 30 MPa ~10 GPa의 압력일 수 있으며, 30 내지 500 MPa 인것이 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다. 30 MPa 이하의 압력에서는 덩어리로 성형이 불가하며, 10 GPa은 일반적 제조공정에서 기대되는 최대 압력이기 때문이다.

[48] 상기 압력은 유압 프레스, 기계식 프레스, 사출 성형기, 압출기 등의 방법으로 가할 수 있으며, 이에 한정되는 것은 아니다.

[49]

[50] 상기 사항 외에, 본 발명의 마그네타이트계 소결광 제조방법에 대하여, 상술한 마그네타이트계 소결광에 대한 일체의 내용이 적용된다.

[51]

발명의 실시를 위한 형태

[52] 이하 본 발명을 실시예에 기초하여 더욱 상세하게 설명하지만, 하기에 개시되는 본 발명의 실시 형태는 어디까지 예시로써, 본 발명의 범위는 이들의 실시 형태에 한정되지 않는다. 본 발명의 범위는 특허청구범위에 표시되었고, 더욱이 특허청구범위 기록과 균등한 의미 및 범위 내에서의 모든 변경을 포함하고 있다.

[53]

[54] 실시예 1. 마이크로웨이브 조사를 이용한 마그네타이트계 소결광 제조

[55] 피환원성이 좋지 않은 극미분 형태(약 0.2 mm 이하)의 마그네타이트 광석 3 g을, 250MPa의 압력으로 성형(직경 10 mm, 높이 10 mm)한 뒤, 2.45 GHz, 1.8 kW의 마이크로웨이브를 조사하여 1200 °C까지 가열하여 소결광을 제조하였다.

[56] 시료 처리 조건은 다음과 같다.

[57] 시료 무게: ~3 g

[58] 시료 입도: <0.2 mm 성형 압력 : 250 MPa (5분 유지)

[59] 최고 온도 : 1200 °C

[60] 승온 속도 : 125 ~ 160 °C/분

[61]

[62] **비교예 1. 일반 저항로를 이용한 마그네타이트계 소결광 제조**

[63] 상기 실시예 1에서 사용된 마그네타이트 광석에 일반적인 소결 방법인 일반 저항로에서 소결로 처리하여 마그네타이트계 소결광을 제조하였다.

[64] 시료 무게: ~3 g

[65] 시료 입도: < 0.2 mm

[66] 성형 압력: 250 MPa (5분 유지)

[67] 최고 온도 : 1200 °C

[68] 승온 속도 : 10 °C/분

[69]

[70] **실험예 1. 마그네타이트계 소결광의 물성평가**

[71] 상기 실시예 1과 비교예 1의 마그네타이트계 소결광에 대하여, 밀도와 기공률을 가스 피크노미터(Gas Pycnometry) 측정법과 드라이플로 피크노미터(DryFlo Pycnometry) 측정법을 사용하여 측정하였다. 절대 밀도는 가스 피크노미터 분석을 통해 측정 할 수 있다. 두 개의 동일한 부피를 갖는 반응용기에 한쪽은 분석 할 시료를 넣고, 다른 한쪽은 비워둔 상태로, 각각에 동일한 부피의 헬륨 가스를 주입한다. 이 때의 두 용기 사이의 압력의 차로부터 시료의 부피를 구한다. 이때, 헬륨 가스가 시료 내의 미세한 기공까지도 완전히 채워주므로 기공 등이 배제된 순수한 시료만의 부피를 측정 할 수 있으며, 이로부터 시료의 절대 밀도를 구할 수 있다. 겉보기 밀도는 드라이플로 피크노미터 분석을 통해 측정 할 수 있다. 여기서 분석 매질인 DryFlow는 건조 상태의 미분말 자유 유동체이며, 기공 입구의 직경이 약 25 μm 이하인 기공내로는 침투되지 못한다. 측정 방법은 DryFlo만을 넣고 일정 압력을 가했을 때와 시료가 DryFlow에 둘러싸인 후 동일한 압력으로 충전했을 때의 부피 차이로부터 겉보기 밀도를 구 할 수 있다. 기공률은 상기 두 방식을 이용하여 절대 밀도와 겉보기 밀도의 차를 이용하여 구할 수 있으며, 그 결과는 다음 표 1과 같다.

[72] [표1]

Substance제조방법	절대 밀도 (g/cm^3) (Absolute Density)	Avg. Envelop Density겉보기 밀도(g/cm^3)	기공률 (%) (Percent Porosity)
마이크로웨이브소결; 실시예 1)	4.9260	3.8535	21.772
저항로 소결; 비교예 1)	4.9279	3.7072	24.773

[73]

- [74] 상기 표 1을 참조하면, 실시예 1과 비교예 1의 마그네타이트계 소결광의 밀도에서는 상기의 처리들에서 큰 변화는 없었으며, 마이크로웨이브 소결의 경우 기공률이 오히려 더 낮아지는 결과를 나타내었다.
- [75]
- [76] 실험예 2. 성형시 가해진 압력과 마이크로웨이브 조사에 의한 가열 온도의 범위에 따른, 마그네타이트계 소결광의 냉간강도
- [77]
- [78] 마그네타이트 광석의 성형을 위해 가해진 압력을 30 내지 500 MPa의 범위로, 마이크로웨이브 조사에 의한 가열 온도를 1050°C, 1100°C, 1200°C, 1300°C, 1400°C로 설정한 점을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 마이크로웨이브 조사를 이용하여 마그네타이트계 소결광을 제조하였다.
- [79]
- [80] 상기의 실시예의 방법으로 제조된 마그네타이트계 소결광의 냉간강도 측정을 위해 낙하테스트인 KS E 3714에 의해 낙하 실험을 실시하여 무게 손실이 2% 이하인 조건을 만족하는 것을 확인하였다.
- [81] 구체적인 실험 방법은 다음과 같다. 시료를 철재 선반에서 2.0 m의 높이로 끌어 올린 후, 시료를 철재 선반으로 낙하시켰다. 상기의 과정을 4회 반복하고 무게의 총계가 시험 전의 무게에 대하여 2.0 % 이상의 손실(KS E 3714에 명시된 조건에 따름)을 나타냈을 때는 그 시험은 불합격(X)으로 처리하고, 2.0 % 미만의 손실을 나타냈을 때는 합격(o)으로 표기하여 도 1에 나타내었다.
- [82]
- [83] 도 1의 실험결과에 따르면, 마이크로웨이브 조사에 의한 가열 온도가 1200°C 이상일 경우, 마그네타이트 광석의 성형을 위해 가해진 압력에 관계 없이 마그네타이트계 소결광의 냉간강도를 확보할 수 있음을 확인할 수 있었다. 압력을 62 MPa 이상 가할 경우, 최적 가열 온도는 1150 °C 이상으로 낮아지며, 압력은 250 MPa 이상 가할 경우 최적 가열 온도는 1100 °C 이상 까지 낮출 수 있다. 소결 시 내화재의 보호를 위하여, 최대 가열 온도는 2000 °C 이하가 바람직하다.
- [84]
- [85] 실험예 3. 성형시 가해진 압력과 마이크로웨이브 조사에 의한 가열 온도의 범위에 따른, 마그네타이트계 소결광의 최대 압축강도
- [86]
- [87] 마그네타이트 광석의 성형을 위해 가해진 압력을 30 내지 500 MPa의 범위로, 마이크로웨이브 조사에 의한 가열 온도를 1050°C, 1100°C, 1200°C, 1300°C, 1400°C로 설정한 점을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 마이크로웨이브 조사를 이용하여 마그네타이트계 소결광을 제조하였다.
- [88]
- [89] 상기 본 발명에 따른 마이크로웨이브 조사를 통해 제조한 마그네타이트계

소결광의 최대 압축강도를 만능시험기를 사용하여 다음과 같은 조건으로 측정하였다.

[90] 시료 형태 : 원통형의 소결광 (직경 : 10 mm / 높이 : 10 mm)

[91] 측정 기구 : 만능시험기 (Universal testing machine)

[92] 측정 조건 : 분당 0.5 mm의 속도로 압축

[93] 측정 방향 : 밀면 방향 및 옆면 방향 압축 (도 4 참조)

[94]

[95] 그 결과를 표 2에 나타내었다.

[96] [표2]

성형 조건		냉간 강도 측정 결과		
성형 압력 (MPa)	마이크로웨이브 가열 온도 (°C)	최대압축강도 (kN)-밀면 방향	최대압축응력 (MPa)	냉간강도 측정결과 (KS E 3714)
250	1050	0.467	5.947	불합격
375	1050	0.914	11.640	불합격
500	1050	1.204	15.330	불합격
250	1100	2.260	28.780	합격
62.5	1150	2.319	29.530	합격
125	1150	3.337	42.490	합격
31.25	1200	2.099	26.730	합격
125	1200	1.376	17.520	합격
250	1200	2.888	36.770	합격
375	1300	1.281	16.310	합격
500	1300	6.08	77.410	합격
625	1300	1.596	20.320	합격
750	1300	1.644	20.930	합격
750	1400	11.79	150.100	합격

[97]

[98] 상기 실험결과에 의하면, 최대 압축강도 1.281 kN / 최대 압축 응력 16.31 MPa 이상의 조건을 충족하는 마그네타이트계 소결광만이 냉간강도 시험(KS E 3714)을 통과하였다.

[99]

[100] 실험예 4. 마그네타이트계 소결광의 피환원성 평가

[101]

[102] 마그네타이트 광석의 성형을 위해 가해진 압력을 30 및 500 MPa 의 범위로, 마이크로웨이브 조사에 의한 가열 온도를 1100°C, 1200°C, 1300°C으로 설정한 점을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 마이크로웨이브 조사를 이용하여 마그네타이트계 소결광을 제조하였다.

[103]

[104] 상기 마이크로웨이브 조사를 통해 얻은 마그네타이트계 소결광과 비교예 1의 일반적인 저항로에서 제조된 동일한 형상의 마그네타이트 소결광에 대하여, 환원실험을 실시하였다.

[105] 구체적으로, 상기 소결광을 1000°C의 수직로 내의 석영 반응관(내경 30 mm)에 장입시킨 뒤, 질소-일산화탄소 혼합가스(질소(N₂) 4.8L/min STP, 일산화탄소(CO) 3.2 L/min STP)를 흘려주어 피환원성을 측정하였다.

[106] 환원률 계산은 하기 식 1을 이용하여 계산하였다.

[107] [식 1]

[108] $[\text{환원율}](\%) = [\text{철광석중 환원된 산소의 양}] / [\text{반응 전 철광석 중 철과 결합한 산소의 양}] \times 100$

[109] 마이크로웨이브 소결광에 대하여 피환원성을 평가한 결과를 도 2에 나타내었다.

[110]

[111] 도 2의 실험결과를 참조하면, 마이크로웨이브로 소결한 본 발명의 마그네타이트 소결광의 경우 일반 저항로에서 소결된 마그네타이트 소결광(비교예 1; Conventional heating magnetite)에 비하여 환원 속도가 약 4 배 정도 빠른 것으로 나타났다.

[112]

[113] 일반 전기로 가열 방식을 이용하여 제조한 마그네타이트계 소결광의 경우 50 % 환원 되었을 때, 환원속도는 0.17 %/분 으로 나타났으며, 상기 본 발명에 따른 마이크로웨이브 조사를 통해 제조한 마그네타이트계 소결광의 경우 50 % 환원 되었을 때, 환원 속도는 0.58 ~ 0.82 %/분 으로, 마이크로웨이브 소결에 의해 반응속도는 약 4배 향상 된 것으로 나타났다. 성형 조건에서 마이크로웨이브 가열 온도에 따른 환원 속도를 표 3에 나타내었다.

[114] [표3]

번호	성형 조건		dR/dt (%/분)
	성형 압력 (MPa)	마이크로웨이브 가열 온도 (°C)	
1	250	1100	0.73
2	250	1200	0.78
3	250	1300	0.82
4	500	1300	0.58

[115]

[116] 실험예 5. 헤마타이트-마그네타이트 혼합 소결광의 냉간강도 측정

[117] 헤마타이트 광석과 마그네타이트 광석(분광)을 혼합하여 제조한 점과 마이크로웨이브 조사에 의한 가열 온도를 1000°C, 1100°C로 설정한 점을 제외하고, 실시예 1과 동일한 방법으로 헤마타이트-마그네타이트 혼합 소결광을 제조하였다.

[118]

[119] 이에 대하여 실험예 2와 동일한 방법으로 냉간강도 평가를 실시하여 결과를 표 4에 나타내었다.

[120] [표4]

소결 온도 (°C)	1000	1100
마그네타이트:헤마타이트 = 7:3	불합격	합격
마그네타이트:헤마타이트 = 9:1	불합격	합격

[121]

[122] 표 3의 실험결과를 참조하면, 마그네타이트 광석과 동일하게 1100 °C 이상으로 소결하였을 때, 혼합비와 무관하게 요구되는 냉간강도 조건을 만족함을 알 수 있었다. 단, 마그네타이트 사용비가 감소함에 따라 소결에 요구되는 시간이 증가하였는데, 이는 조업자가 현장 조건에 맞도록 헤마타이트 첨가량을 조절할 수 있음을 의미한다. 즉, 본 발명은 마그네타이트를 주원료로 이용한 소결광을 대상으로 하고 있으며, 마그네타이트를 주원료로 이용하면서 일반적인 소결광의 원료로 사용되는 헤마타이트 및 각종 첨가제를 추가로 포함한 소결광에도 적용될 수 있음을 의미한다.

산업상 이용가능성

[123] 본 발명에 따른 마그네타이트계 소결광은 기존의 소결광 제조에서 사용되는

탄소 (코크스 약 2% 및 무연탄 약 2% 등)를 첨가하지 않거나 소량 첨가하기 때문에 이로 인하여 이산화탄소 배출 또는 환경에 유해한 물질인 더스트(dust) 발생을 저감시킬 수 있는 장점을 갖는다. 또한, 철광석 소결 조업에서 강도 확보 및 분화 억제를 위해 첨가하는 석회석, 생석회, 사문함, 규석 등의 첨가제(플럭스)를 첨가하지 않거나 소량첨가(약 15%)하기 때문에, 고로 조업에서의 슬래그 부피를 저감시켜 코크스비 저감에 기여할 수 있다.

청구범위

- [청구항 1] 마그네타이트 광석 또는 마그네타이트 광석의 혼합물에 마이크로웨이브를 조사하여 제조되는 마그네타이트계 소결광으로, 1000 °C 40%CO-60%N₂ 가스 분위기에서 환원 속도 0.7 %/분 이상의 피환원성을 갖는 마그네타이트계 소결광.
- [청구항 2] 청구항 1항에 있어서, 상기 마그네타이트계 소결광은, 직경 5 ~ 50 mm의 펠렛; 또는 직경 5 ~ 50 mm 및 높이 5 ~ 50 mm 의 브리켓형의 형태를 갖는 마그네타이트계 소결광.
- [청구항 3] 청구항 1항에 있어서, 상기 마그네타이트계 소결광은, KS E 3714 기준을 충족하는 마그네타이트계 소결광.
- [청구항 4] 청구항 1항에 있어서, 마그네타이트계 소결광은 밀면방향 최대 압축강도가 약 1.281 kN 이상이고, 최대 압축 응력이 16.31 MPa 이상인 마그네타이트계 소결광.
- [청구항 5] 청구항 4항에 있어서, 옆면방향 최대 압축강도가 0.4011 kN 이상인 마그네타이트계 소결광.
- [청구항 6] 청구항 1항에 있어서, 마이크로웨이브를 1100 °C 이상의 온도가 되도록 조사하는 것을 특징으로 하는, 마그네타이트계 소결광.
- [청구항 7] 청구항 1항에 있어서, 상기 마그네타이트 광석의 혼합물은, 마그네타이트 광석에 헤마타이트 광석, 탄재 및 첨가제 중 하나 이상이 더 포함된 것인, 마그네타이트계 소결광.
- [청구항 8] 청구항 7항에 있어서, 상기 탄재는 상기 혼합물 총 중량에 대하여 4 중량% 이하 포함되며, 상기 첨가제는 상기 혼합물 총 중량에 대하여 15 중량% 이하로 포함되는 것을 특징으로 하는, 마그네타이트계 소결광.
- [청구항 9] 청구항 7항에 있어서, 상기 헤마타이트 광석은, 마그네타이트 분광 및 헤마타이트 광석의 총합의 중량 중 마그네타이트 분광의 중량이 60 중량% 이상이 되도록 포함된 것임을 특징으로 하는, 마그네타이트계 소결광.
- [청구항 10] a) 마그네타이트 분광 또는 마그네타이트 분광 혼합물에 30 내지 500 MPa의 압력을 가하여 덩어리로 성형하는 단계; 및
b) 상기 단계 a)의 성형된 마그네타이트에 마이크로웨이브를 조사하여 1100°C 이상의 온도로 가열 소결하는 단계를 포함하는 마그네타이트계 소결광의 제조방법.

- [청구항 11] 청구항 10항에 있어서,
제조된 마그네타이트계 소결광의 밀면방향 최대 압축강도가 약 1.281 kN 이상이고, 최대 압축 응력이 16.31 MPa 이상인 마그네타이트계 소결광의 제조방법.
- [청구항 12] 청구항 11항에 있어서,
제조된 마그네타이트계 소결광의 옆면방향 최대 압축강도가 0.4011 kN 이상인 마그네타이트계 소결광의 제조방법.
- [청구항 13] 청구항 10항에 있어서,
상기 마그네타이트 분광 혼합물은, 마그네타이트 분광에 헤마타이트 광석, 탄재 및 첨가제 중 하나 이상이 더 포함된 것인, 마그네타이트계 소결광의 제조방법.
- [청구항 14] 청구항 13항에 있어서,
상기 헤마타이트 광석은, 마그네타이트 분광 및 헤마타이트 광석의 총합의 중량 중 마그네타이트 분광의 중량이 60 중량% 이상이 되도록 포함된 것임을 특징으로 하는, 마그네타이트계 소결광의 제조방법.

[도1]

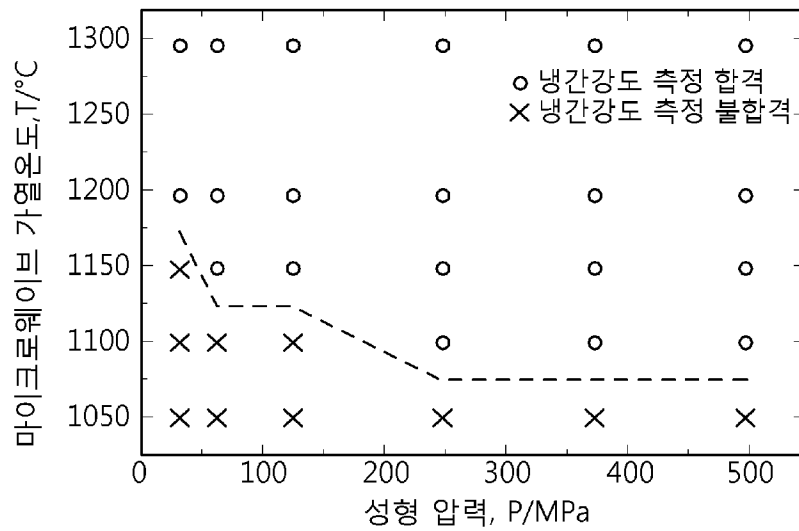


FIG. 1

[도2]

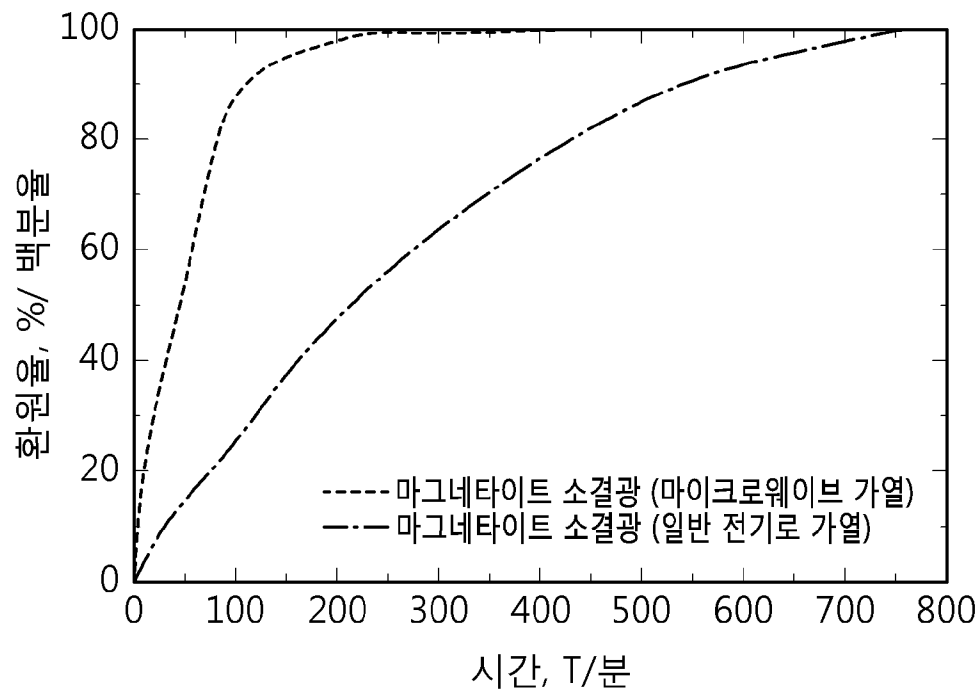


FIG. 2

[도3]

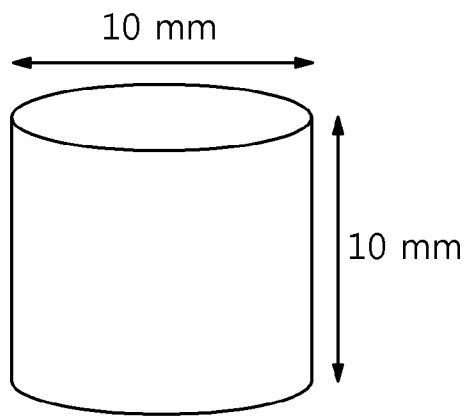


FIG. 3

[도4]

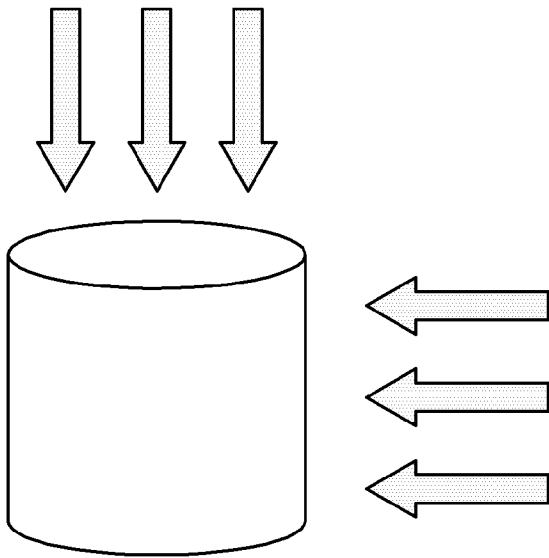


FIG. 4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2016/002657

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C22B 1/16(2006.01)i, C22B 1/20(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)

C22B 1/16; C21B 13/12; C21B 13/00; C21B 11/02; C22B 9/022; C22B 4/00; C22B 1/24; C21B 13/10; C22B 1/14; C22B 1/20

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Korean Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Japanese Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

eKOMPASS (KIPO internal) & Keywords: magnetite, magnetite, microwave, reducing, molding, heating, sintering

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	KR 10-2008-0109808 A (ANGLO OPERATIONS LIMITED) 17 December 2008 See abstract and claims 1, 2, 4.	1-9
Y		10-14
Y	KR 10-1999-0076960 A (SUMITOMO METAL INDUSTRIES, LIMITED) 25 October 1999 See abstract and claim 1.	10-14
A	JP 2011-184718 A (NIPPON STEEL CORP.) 22 September 2011 See abstract and claims 1-6.	1-14
A	KR 10-2014-0094427 A (POS CERAMICS CO., LTD.) 30 July 2014 See abstract and paragraphs [0019]-[0037].	1-14
A	US 6277168 B1 (HUANG et al.) 21 August 2001 See abstract and claim 1.	1-14



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

29 JUNE 2016 (29.06.2016)

Date of mailing of the international search report

01 JULY 2016 (01.07.2016)

Name and mailing address of the ISA/KR

Korean Intellectual Property Office
Government Complex-Daejeon, 189 Seonsa-ro, Daejeon 302-701,
Republic of Korea

Facsimile No. 82-42-472-7140

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2016/002657

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member	Publication date
KR 10-2008-0109808 A	17/12/2008	AT 491815 T	15/01/2011
		AU 2007220274 A1	07/09/2007
		BR P10708508 A2	31/05/2011
		CA 2642968 A1	07/09/2007
		CN 101395286 A	25/03/2009
		DE 602007011238 D1	27/01/2011
		EP 2004868 A1	24/12/2008
		EP 2004868 B1	15/12/2010
		GB 2435649 A	05/09/2007
		JP 2009-528449 A	06/08/2009
		MX 2008010959 A	08/09/2008
		NO 20084154 A	24/10/2008
		RU 2008-139304 A	10/04/2010
		US 2009-0324440 A1	31/12/2009
		WO 2007-099315 A1	07/09/2007
		ZA 200807415 A	25/11/2009
KR 10-1999-0076960 A	25/10/1999	CN 1055729 C	23/08/2000
		CN 1055730 C	23/08/2000
		CN 1207139 A	03/02/1999
		CN 1209845 A	03/03/1999
		EP 0896066 A1	10/02/1999
		EP 0899345 A1	03/03/1999
		JP 10-140221 A	26/05/1998
		JP 10-152711 A	09/06/1998
		JP 10-168508 A	23/06/1998
		JP 3301326 B2	15/07/2002
		JP 3355967 B2	09/12/2002
		JP 3379360 B2	24/02/2003
		KR 10-0327848 B1	19/08/2002
		KR 10-1999-0077174 A	25/10/1999
		US 6015527 A	18/01/2000
		US 6284017 B1	04/09/2001
		WO 98-21372 A1	22/05/1998
		WO 98-22626 A1	28/05/1998
JP 2011-184718 A	22/09/2011	JP 5445230 B2	19/03/2014
KR 10-2014-0094427 A	30/07/2014	KR 10-1366167 B1	25/02/2014
US 6277168 B1	21/08/2001	WO 02-079529 A1	10/10/2002
		WO 02-079529 A8	06/11/2003

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))

C22B 1/16(2006.01)i, C22B 1/20(2006.01)i

B. 조사된 분야

조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재)

C22B 1/16; C21B 13/12; C21B 13/00; C21B 11/02; C22B 9/022; C22B 4/00; C22B 1/24; C21B 13/10; C22B 1/14; C22B 1/20

조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌

한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC
일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우))

eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 마그네타이트, 자철석, 마이크로웨이브, 환원성, 성형, 가열, 소결

C. 관련 문헌

카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
X	KR 10-2008-0109808 A (엡글로 오퍼레이션 리미티드) 2008.12.17 요약 및 청구항 1, 2, 4 참조.	1-9
Y		10-14
Y	KR 10-1999-0076960 A (스미토모 긴조쿠 고교 가부시카이가이샤) 1999.10.25 요약 및 청구항 1 참조.	10-14
A	JP 2011-184718 A (NIPPON STEEL CORP.) 2011.09.22 요약 및 청구항 1-6 참조.	1-14
A	KR 10-2014-0094427 A (주식회사 제철세라믹) 2014.07.30 요약 및 단락 [0019]-[0037] 참조.	1-14
A	US 6277168 B1 (HUANG 등) 2001.08.21 요약 및 청구항 1 참조.	1-14

☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다.

☒ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.

* 인용된 문헌의 특별 카테고리:

“A” 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌

“T” 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌

“E” 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌

“X” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다.

“L” 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌

“Y” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다.

“O” 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌

“&” 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌

“P” 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌

국제조사의 실제 완료일

2016년 06월 29일 (29.06.2016)

국제조사보고서 발송일

2016년 07월 01일 (01.07.2016)

ISA/KR의 명칭 및 우편주소

대한민국 특허청
(35208) 대전광역시 서구 청사로 189,
4동 (둔산동, 정부대전청사)

팩스 번호 +82-42-481-8578

심사관

조한솔

전화번호 +82-42-481-5580



국제조사보고서에서
인용된 특허문헌

공개일

대응특허문헌

공개일

KR 10-2008-0109808 A	2008/12/17	AT 491815 T AU 2007220274 A1 BR PI0708508 A2 CA 2642968 A1 CN 101395286 A DE 602007011238 D1 EP 2004868 A1 EP 2004868 B1 GB 2435649 A JP 2009-528449 A MX 2008010959 A NO 20084154 A RU 2008-139304 A US 2009-0324440 A1 WO 2007-099315 A1 ZA 200807415 A	2011/01/15 2007/09/07 2011/05/31 2007/09/07 2009/03/25 2011/01/27 2008/12/24 2010/12/15 2007/09/05 2009/08/06 2008/09/08 2008/10/24 2010/04/10 2009/12/31 2007/09/07 2009/11/25
KR 10-1999-0076960 A	1999/10/25	CN 1055729 C CN 1055730 C CN 1207139 A CN 1209845 A EP 0896066 A1 EP 0899345 A1 JP 10-140221 A JP 10-152711 A JP 10-168508 A JP 3301326 B2 JP 3355967 B2 JP 3379360 B2 KR 10-0327848 B1 KR 10-1999-0077174 A US 6015527 A US 6284017 B1 WO 98-21372 A1 WO 98-22626 A1	2000/08/23 2000/08/23 1999/02/03 1999/03/03 1999/02/10 1999/03/03 1998/05/26 1998/06/09 1998/06/23 2002/07/15 2002/12/09 2003/02/24 2002/08/19 1999/10/25 2000/01/18 2001/09/04 1998/05/22 1998/05/28
JP 2011-184718 A	2011/09/22	JP 5445230 B2	2014/03/19
KR 10-2014-0094427 A	2014/07/30	KR 10-1366167 B1	2014/02/25
US 6277168 B1	2001/08/21	WO 02-079529 A1 WO 02-079529 A8	2002/10/10 2003/11/06