



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0164369
(43) 공개일자 2024년11월19일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01M 10/54 (2006.01) C22B 21/00 (2006.01)
C22B 3/04 (2006.01) C22B 3/26 (2006.01)
C22B 3/42 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
H01M 10/54 (2023.01)
C22B 21/0023 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2024-0006732
(22) 출원일자 2024년01월16일
심사청구일자 2024년01월16일
- (30) 우선권주장
1020230061837 2023년05월12일 대한민국(KR)
1020230092075 2023년07월14일 대한민국(KR)

- (71) 출원인
주식회사 이지마이닝
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50, 101호
(산학협력관)
울산과학기술원
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50
- (72) 발명자
손희원
울산광역시 중구
김영식
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50 울산과
학기술원
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인
김성호, 이명구

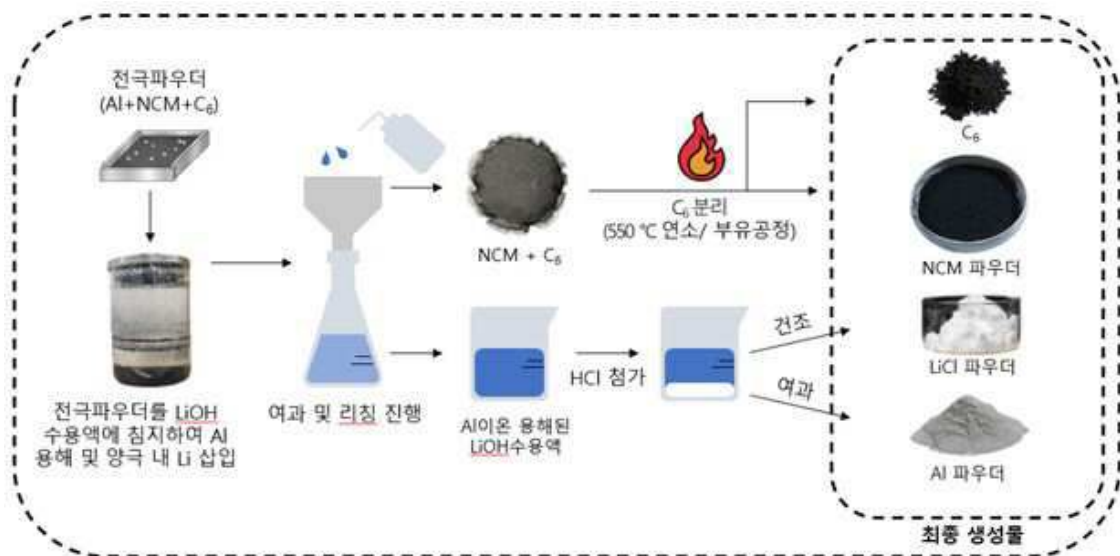
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 **사용후 배터리로부터 배터리 소재의 회수방법**

(57) 요약

본 발명은 수산화 리튬 수용액과 산의 중화 반응을 활용하여 사용후 배터리로부터 배터리 소재를 회수하는 방법
에 관한 것이다.

대표도 - 도3



(52) CPC특허분류

C22B 3/04 (2013.01)
C22B 3/26 (2023.08)
C22B 3/42 (2023.08)
Y02W 30/84 (2020.08)

김월영

대구광역시 동구 반야월북로 221, 106동 2902호

(72) 발명자

김하은

울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50 울산과학기술원

이종영

울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50 울산과학기술원

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	미부여
과제번호	RS-2024-00339705
부처명	환경부
과제관리(전문)기관명	한국환경산업기술원
연구사업명	이차전지 순환이용성 향상 기술 개발 사업
연구과제명	친환경 선 리튬추출 기반 다중 폐 이차전지 해체·분리 자동화 및 자원 회수 실증
기술 개발	
과제수행기관명	주식회사 이지마이닝, 울산과학기술원
연구기간	2024.04.01 ~ 2027.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

- 1) Al, NCM 및 C₆를 포함하는 양극재 파우더를 준비하는 단계;
- 2) 상기 양극재 파우더를 LiOH 수용액에 침지하여 수용액을 제조하는 단계;
- 3) 상기 제조된 수용액을 여과하여 Al 이온이 용해된 LiOH 수용액과 NCM 및 C₆를 포함하는 고체상을 분리하는 단계; 및
- 4) LiOH 수용액에 산을 첨가한 후, 이를 여과 및 건조하여 Al 파우더와 LiCl 파우더를 얻는 단계;를 포함하는, 배터리 소재의 회수방법.

청구항 2

제1항에 있어서,
상기 2) 단계에서, LiOH 수용액의 몰농도는 1 M 내지 4 M 인,
배터리 소재의 회수방법.

청구항 3

제1항에 있어서,
상기 3) 단계 이후, 상기 고체상을 부유공정으로 NCM 및 C₆로 분리하는 것인,
배터리 소재의 회수방법.

청구항 4

제1항에 있어서,
상기 4) 단계에서, 중화반응 처리를 통해 Al 파우더와 LiCl 파우더를 분리하는 것인,
배터리 소재의 회수방법.

청구항 5

제3항에 있어서,
상기 4) 단계에서, 상기 산은 염산, 황산, 아세트산으로 이루어지는 군에서 선택되는 어느 하나 이상의 산인,
배터리 소재의 회수방법.

청구항 6

제1항에 있어서,
상기 4) 단계에서, 상기 산의 농도는 0.1 내지 1 M인,

배터리 소재의 회수방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 4) 단계에서, 상기 수용액의 pH가 5~6으로 맞춰질 때까지 상기 산을 투입하는,

배터리 소재의 회수방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 사용후 배터리로부터 배터리 소재의 회수방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 수산화 리튬 수용액과 산의 중화 반응을 활용하여 사용후 배터리로부터 배터리 소재를 회수하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 세계적인 온실가스 감축 정책에 따라 전기자동차(Electronic Vehicle, EV) 산업이 급격하게 발전하고 있으며, 신재생 에조립공정 / 기타(이송장치)너지와 연계되는 에너지저장장치(Energy Storage System, ESS)의 사용이 크게 증가함에 따라 리튬이온배터리(lithium ion battery, LIB)에 대한 수요가 크게 증가하고 있다. 이러한 LIB의 경우, 통상적으로 약 10년정도 사용한 이후에는 전지의 용량이 감소됨에 따라 폐기 처리되며, 향후 사용 후 리튬이온배터리, 즉 사용후 배터리 발생량 또한 급증할 것으로 예상된다.

[0003] 이에 따라, 사용후 배터리의 처리 및 재활용에 대한 관심이 높아지며 사용후 배터리의 양극으로부터 알루미늄과 NCM 재료를 재활용하는 기술에 대한 다양한 연구가 진행되었다.

[0004] 이러한 사용후 전지의 양극재에서 Al 및 NCM을 분리하여 추출하는 방법은 대표적으로 습식법과 건식법이 존재하였다.

[0005] 습식법의 경우, 도 1에 나타낸 바와 같이, 사용한 양극재를 산으로 녹인 후 화학반응에 의해 유가금속을 추출하는 것인데, 폐수 정화 시설이 별도로 필요하고, Black powder로의 전처리가 필요하다는 단점이 있었다.

[0006] 건식법의 경우, 도 2에 나타낸 바와 같이, 고온에서 용융 시켜 유가금속을 추출하는 것인데, Li의 경우 대부분 휘발되며 Co Ni 의 금속 회수가 어렵고, 별도의 가스 처리가 필요하다면, 높은 투자비가 소요된다는 단점이 있었다.

[0007] 이에, 별도의 전처리 공정이나 정화 시설이 필요 없으며, 투자비를 줄일 수 있는 새로운 양극재의 재활용 방법이 필요한 실정이다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 한국등록특허공보 제10-2403455호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 본 발명의 목적은 사용후 배터리로부터 고효율(high efficiency), 신속(fast process) 및 저비용(low cost)으로 알루미늄을 회수함과 동시에 양극 내 Li 삽입을 통한 재제조를 목적으로 하는 것이다.

[0010] 본 발명의 목적들은 이상에서 언급한 목적들로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 목적들은 아래의 기재

로부터 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

- [0011] 본 발명의 일 실시예에 따른 배터리 소재의 회수방법은 1) Al, NCM 및 C6를 포함하는 양극재 파우더를 준비하는 단계; 2) 상기 양극재 파우더를 LiOH 수용액에 침지하여 수용액을 제조하는 단계; 3) 상기 제조된 수용액을 여과하여 Al 이온이 용해된 LiOH 수용액과 NCM 및 C6를 포함하는 고체상을 분리하는 단계; 및 4) LiOH 수용액에 산을 첨가한 후, 이를 여과 및 건조하여 Al 파우더와 Li화합물 파우더를 얻는 단계;를 포함;를 포함한다.
- [0012] 상기 2) 단계에서, LiOH 수용액의 몰농도는 1 M 내지 4 M일 수 있다.
- [0013] 상기 3) 단계 이후, 상기 고체상을 부유공정으로 NCM 및 C₆로 분리하는 것일 수 있다.
- [0014] 상기 4) 단계에서, 중화반응 처리를 통해 Al 파우더와 Li화합물 수용액을 분리하는 것일 수 있다.
- [0015] 상기 4) 단계에서, 상기 산은 염산, 황산, 아세트산 등의 중화반응이 가능한 산으로 이루어지는 군에서 선택되는 어느 하나 이상의 산일 수 있다.
- [0016] 상기 4) 단계에서, 상기 산의 농도는 0.1 내지 1 M일 수 있다.
- [0017] 상기 4) 단계에서, 상기 수용액의 pH가 5~6으로 맞춰질 때까지 산을 투입할 수 있다.

발명의 효과

- [0018] 본 발명의 배터리 소재의 회수방법은 단순한 공정을 통하여 저비용 및 고효율로 사용후 배터리로부터 알루미늄과 같은 양극 소재를 회수하고 이를 재활용할 수 있는 효과가 있다.
- [0019] 또한, 본 발명의 배터리 소재의 회수방법은 열처리를 사용하지 않으므로 유해가스가 발생하지 않고, 중화반응을 통한 산 염기 폐수 발생하지 않으므로 친환경적이다.
- [0020] 또한, 기존 기술과 대비할 때, 기존 기술은 Al 전극과 양극재 분리 후 ball milling, 고온 열처리 과정을 통해 Li 삽입 과정을 거치지만, 본 발명의 배터리 소재의 회수방법은 1step으로 Al 분리와 Relithiation이 가능하여, 공정가동 시 발생하는 에너지 소모량, 시간, 비용 등을 단축할 수 있다.
- [0021] 본 발명의 기술적 효과들은 이상에서 언급한 것들로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 기술적 효과들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

도면의 간단한 설명

- [0022] 도 1은 종래 기술에 따른 배터리 소재 중 양극재의 회수방법의 공정 순서도를 도시한 것이다.
- 도 2는 종래 기술에 따른 배터리 소재 중 양극재의 회수방법의 또 다른 공정 순서도를 도시한 것이다.
- 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 배터리 소재의 회수방법의 공정 모식도를 도시한 것이다.
- 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 반응의 메커니즘을 나타낸 모식도를 도시한 것이다.
- 도 5는 본 발명의 일 실시예에 따른 LiOH 용액 침지 방법을 통한 Al 추출 전후 XRD 비교 그래프이다.
- 도 6은 본 발명의 일 실시예에 따른 침지 후 얻은 Al 수용액을 중화반응을 통해 염형태로 추출 후 분석을 진행한 XRD 그래프이다.
- 도 7은 본 발명의 일 실시예에 따른 LiOH 용액 침지 방법으로 Al 추출한 양극재의 잔여 Al을 제거하기 위해 LiOH의 leaching 과정을 진행하고 다시 XRD 분석을 진행한 그래프이다.
- 도 8은 본 발명의 일 실시예에 따른 4M의 LiOH 수용액에 60Ah 양극재 및 그래파이트 혼합물질을 LiOH에 녹인 결과 Al 이 제거된 것으로 보이는 XRD 그래프이다.
- 도 9는 본 발명의 일 실시예에 따른 1M의 LiOH 수용액에 60Ah 양극재 및 그래파이트 혼합물질을 LiOH에 녹인 결과 Al 이 제거된 것으로 보이는 XRD 그래프이다.
- 도 10은 본 발명의 일 실시예에 따른 양극재를 분리한 Al 포화 수용액에 HCl을 통한 중화반응 후 LiCl 수용액을 얻어 XRD 분석을 진행한 그래프이다.

도 11은 본 발명의 일 실시예에 따른 양극재를 분리한 Al 포화 수용액에 HCl을 통한 중화반응 후 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 및 Al 화합물이 생성된 것을 알 수 있는 그래프이다.

도 12는 본 발명의 일 실시예에 따른 배터리 소재의 LiOH 몰 농도별 Al 포화도를 측정 결과를 측정한 그래프이다.

도 13은 본 발명의 일 실시예에 따른 Al의 pH에 따른 용해도 변화 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0023] 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 본 발명의 실시예에 대하여 상세히 설명하고자 한다. 그러나 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 실시예에 한정되지 않는다. 또한, 명세서 전체에 걸쳐서 동일한 참조번호들은 동일한 구성요소들을 나타낸다.
- [0025] 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 배터리 소재의 회수방법의 공정 순서도를 도시한 것이다.
- [0026] 도 3을 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 배터리 소재의 회수방법은 1) Al, NCM 및 C_6 를 포함하는 양극재 파우더를 준비하는 단계; 2) 상기 양극재 파우더를 LiOH 수용액에 침지하여 수용액을 제조하는 단계; 3) 상기 제조된 수용액을 여과하여 Al 이온이 용해된 LiOH 수용액과 NCM 및 C_6 를 포함하는 고체상을 분리하는 단계; 및 4) LiOH 수용액에 산을 첨가한 후, 이를 여과 및 건조하여 Al 파우더와 LiCl 파우더를 얻는 단계;를 포함한다.
- [0028] 본 발명의 일 실시예에 따른 배터리 소재의 회수방법은 Al, NCM 및 C_6 를 포함하는 양극재 파우더를 준비하는 1) 단계를 포함한다.
- [0029] 상기 1 단계는 상기 사용후 배터리로부터 얻어지는 양극재 파우더를 준비하여, 사용후 배터리에 남아 있는 양극재 중 재활용이 가능한 소재들을 준비하는 것이다. 상기 사용후 배터리는 양극재로 리튬 전이금속 산화물, C_6 및 양극기재로서 알루미늄 포일(Al foil) 등을 포함할 수 있다.
- [0031] 본 발명의 일 실시예에 따른 배터리 소재의 회수방법은 상기 양극재 파우더를 LiOH 수용액에 침지하여 수용액을 제조하는 2) 단계를 포함한다.
- [0032] 도 3을 참조하면, 상기 양극재 파우더를 LiOH 수용액에 침지하여, 양극재 파우더에 포함되어 있는 Al을 이온화하여 용해시키고, Li 이온을 양극내로 삽입할 수 있다. 즉, 사용후 전지에서 분리해낸 양극재 파우더를 LiOH용액에 침지시켜 Al를 용해하여 분리하고, NCM 내 Li 삽입을 동시에 할 수 있는 공정이다. 상기 2) 단계에서, LiOH 수용액의 몰농도는 1M 내지 4 M인 것을 사용할 수 있다.
- [0034] 구체적으로 다음과 같은 메커니즘을 통하여, 진행된다.
- [0035] 먼저, 전극파우더 내 Al이 다음과 같은 반응식에 의하여, LiOH 수용액에서 이온으로 용해된다.
- [0036]
$$\text{Al} + 4\text{Li}^+ + 4\text{OH}^- \leftrightarrow \text{Al}(\text{OH})_4^- + \text{Li}^+ + 3\text{e}^-$$
- [0037] 이 후, 생성된 전자와 물이 반응하여 수산화 이온 생성된다.
- [0038]
$$3\text{e}^- + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 3/2 \cdot \text{H}_2 + 3\text{OH}^- \text{ (HER 반응)}$$
- [0039] 최종적으로 다음과 같은 반응식이 완성된다.
- [0040]
$$\text{Al} + 4\text{Li}^+ + 4\text{OH}^- + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow 3/2 \cdot \text{H}_2 + \text{Al}(\text{OH})_4^- + 3\text{OH}^-$$

- [0042] 상기 반응식에서, Al이 강염기에 녹아 $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ 형태로 존재하게 되고, 생성된 전자, 물과 $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ 반응하여 수소를 생성하는 HER 반응(산-염기 평형)을 일으킨다. 또한 일부의 $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ 가 Li^+ 와 반응하여 $\text{LiAl}_2(\text{OH})_7(\text{H}_2\text{O})_2$ 의 침전물(부산물) 형성한다.
- [0043] 이에 따라서, 다음과 같은 반응식이 완성된다.
- [0044] $2\text{Al}(\text{OH})_4^- + \text{Li}^+ + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{LiAl}_2(\text{OH})_7(\text{H}_2\text{O})_2 + \text{OH}^-$
- [0046] 상기 2) 단계의 공정은 유가금속 형태의 회수가 아닌 재생 양극재 형태의 Direct 회수방법으로 기존 공정 대비 고효율, 단시간, 저비용의 재생 공정이 될 수 있다. 또한 양극재 파우더를 LiOH에 침지 시 Al은 $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ 이온으로 녹고, 양극재 및 음극재만 용액 아래로 침전되어 간편하게 분리할 수 있다.
- [0048] 본 발명의 일 실시예에 따른 배터리 소재의 회수방법은, 상기 제조된 수용액을 여과하여 Al 이온이 용해된 LiOH 수용액과 NCM 및 C₆를 포함하는 고체상을 분리하는 3) 단계를 포함한다.
- [0050] 상기 3) 단계에서는 2) 단계에서 제조된 수용액을 여과하고, 이를 수세하여, NCM 및 C₆와 Al을 분리할 수 있다.
- [0051] 도 4는 GRAHAM, Trent R., et al. Unraveling gibbsite transformation pathways into LiAl-LDH in concentrated lithium hydroxide. Inorganic chemistry, 2019, 58.18: 12385-12394. 에서 개시된 그림으로, 도 4에 개시된 바와 같이, $\text{LiAl}_2(\text{OH})_7(\text{H}_2\text{O})_2$ 형성 반응은 가역 반응으로 염기 용액(OH^-)과 반응시켜 Li^+ 와 $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ 로 돌이킬 수 있다. 이 때, 침전된 powder (양극재+음극재+ $\text{LiAl}_2(\text{OH})_7(\text{H}_2\text{O})_2$) 필터링 시 수세 과정을 통해 순수한 양극재와 음극재로 분리하게 된다.
- [0053] 또한, 상기 3) 단계 이후, NCM 및 C₆이 혼합되어 있는 고체상은 흑연과 양극의 밀도차를 이용한 원심분리 또는 침수성 차이를 이용한 부유 공정(froth flotation)법을 활용하여 양극과 C₆로 분리할 수 있다.
- [0055] 본 발명의 일 실시예에 따른 배터리 소재의 회수방법은, LiOH 수용액에 산을 첨가한 후, 이를 여과 및 건조하여 Al 파우더와 LiCl 파우더를 얻는 4) 단계를 포함한다.
- [0056] 상기 4) 단계에서는 HCl 중화반응을 활용한 알루미늄 화합물의 분리 공정을 진행한다.
- [0057] 상기 4) 단계에서는 LiOH 수용액 내 용해된 Al이온 ($\text{Al}(\text{OH})_4^-$)을 HCl 중화반응을 이용하여 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 염으로 침전시켜 분리한 하여 재활용 가능한 원료로 회수할 수 있게 된다. 이 때, 생성된 LiCl 또한 순환 자원으로서 활용할 수 있다.
- [0058] 이를 위하여, 상기 4) 단계에서는 산을 첨가하는 중화반응을 통한 LiCl, $\text{Al}(\text{OH})_3$ 염 생성할 수 있으며, 그 바람직한 예로서 염산을 사용할 경우 그 반응식은 아래와 같다.
- [0060] $\text{Li}^+ + \text{Al}(\text{OH})_4^- + \text{HCl} = \text{LiCl} + \text{Al}(\text{OH})_3 + \text{H}_2\text{O}$

- [0062] 상기 중화반응 시, $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ 이온이 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 염으로 변화하여 반응이 완성된다.
- [0064] 이상에서 본 발명의 바람직한 실시예에 대하여 상세하게 설명하였지만 본 발명의 권리범위는 이에 한정되는 것은 아니고 다음의 청구범위에서 정의하고 있는 본 발명의 기본 개념을 이용한 당업자의 여러 변형 및 개량 형태 또한 본 발명의 권리범위에 속하는 것이다.
- [0065] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 상세히 설명한다.
- [0067] **실시예 1. 알루미늄 용해의 확인**
- [0068] 60Ah 셀에서 분리한 사용후 배터리로서, 양극의 조성이 $\text{Li}_{0.3}\text{NiCoMnO}_2$ 갖는 양극의 파우더를 1.52g 준비하였다. 이를 4M LiOH (40.2816 g)와 Di water 240 mL를 혼합 교반한 후, 이를 96시간 동안 침지하였다.
- [0069] 이 후, 200rpm으로 60℃에서 교반한 후, Al이 모두 녹고, Al foil로부터 떨어져 나온 양극재들이 아래로 가라앉았다. Al이 녹은 용액을 Filtering 하여 걸러진 powder XRD 분석을 진행하였다.
- [0070] 침지 전 후의 양극의 XRD 피크를 측정하여 도 5에 나타내었다.
- [0071] 또한, 침지 후 얻은 파우더의 XRD 피크와 일치하는 Al 화합물을 확인하여, 도 6과 같이 비교하였다. 이를 통해 침지 후 얻은 파우더는 $\text{LiAl}_2(\text{OH})_7(\text{H}_2\text{O})_2$ 라는 것을 확인할 수 있었다.
- [0073] **실시예 2. 여과/세정을 통한 NCM과 Al의 최종 분리 확인**
- [0074] 상기 실시예 1에서 사용한 것과 동일한 양극의 파우더를 4M LiOH 용액에 침지하였다. 이 후, 침전된 파우더를 필터링 시 LiOH 용액으로 10번 리칭(leaching)하고, 물로 1번 리칭하여, 양극재를 회수하였다.
- [0075] 기준이 되는 $\text{LiAl}_2(\text{OH})_7(\text{H}_2\text{O})_2$ 와, 10번 리칭을 진행한 양극재와, 리칭을 하지 않은 양극재의 XRD를 측정하여 도 7에 나타내었다.
- [0076] 도 7을 통하여, 침전된 파우더 필터링하고 1M LiOH 용액으로 10번 leaching 하여 $\text{LiAl}_2(\text{OH})_7(\text{H}_2\text{O})_2^-$ 를 다시 Al 이온형태로 되돌려 순수한 양극재를 얻을 수 있다는 것을 알 수 있었다.
- [0078] 또한, 상기 실시예 1에서 사용한 것과 동일한 양극의 파우더를 4M LiOH 용액에 6시간동안 교반하여 침지한 것과, 1M LiOH 용액에 6시간동안 교반하면서 침지한 후, 침전물을 여과 후 세척하여 제조한 파우더에 대한 XRD 값을 도 8 및 도 9에 각각 나타내었다.
- [0079] 분리한 최종 파우더 XRD 분석 결과, Al 또는 $\text{LiAl}_2(\text{OH})_7(\text{H}_2\text{O})_2$ 의 피크가 관찰되지 않고, 그래파이트와 같은 물질의 피크만이 발견되었다.
- [0080] 본 실시예에서 사용한 양극의 파우더는 60Ah 셀에서 분리한 powder로서, 양극, Graphite 및 Al 혼합물 상태로 존재하는데, 상기와 같이 고농도의 LiOH 용액에 침지시키에 따라서, Al만 녹으며 그 외 양극 및 Graphite는 아래로 가라앉게 되었고, 이를 통하여 분리 및 염기용액 침출을 통해 잔류 Al을 모두 수용액으로 녹였다는 것을 확인할 수 있었다.
- [0082] **실시예 3. Al-LiOH 수용액의 분리 확인**
- [0083] 상기 실시예 2에서 여과된 Al 포화 수용액(LiOH 1M) 500ml에 10% 염산 49.167ml를 혼합하여 중화 반응을 진행하였다. 상기 반응을 통하여 얻어진 LiCl과 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 를 분리하여, 각각 XRD 피크를 측정하여 도 10과 도 11에 각각 나타내었다.

[0084] LiCl의 피크를 나타낸 도 10을 통하여 LiOH와 HCl 중화반응을 통해 LiCl이 형성된 것을 알 수 있었다. AlOH₃의 피크를 나타낸 도 11을 통하여 중화반응 이후 AlOH₄⁻ 이온으로 녹아 있던 용액이 AlOH₃ 및 Al리튬 염이 생성되었다는 것을 알 수 있었다.

[0086] 실시예 4. LiOH 농도에 따른 알루미늄 용해

[0087] 실시예 1과 동일한 방법으로 실험을 준비하되, LiOH가 0M인 경우, 0.2 M인 경우, 1 M인 경우, 2 M인 경우, 4 M인 경우로 나누어 실험을 진행하였다.

[0088] LiOH 몰 농도별 Al 포화도를 측정하여, 그 데이터를 도 12에 나타내었다. 도 12에서 볼 수 있듯이 LiOH의 농도가 1 내지 4M의 범위를 만족하는 경우, 알루미늄의 용해도가 높다는 것을 확인할 수 있었다.

[0089] 또한, 수용액의 pH를 달리함에 따라 달라지는, Al 포화도의 ICP-OES 데이터를 측정하여, 도 13에 나타내었고, pH의 변화에 따른 Al의 잔여 용해량을 하기 표 1에 나타내었다. 도 13은 GEORGANTAS, D. A.; GRIGOROPOULOU, H. P. Orthophosphate and metaphosphate ion removal from aqueous solution using alum and aluminum hydroxide. Journal of colloid and interface science, 2007, 315.1: 70-79. 에 기재된 DATA를 도시한 것이다.

표 1

[0090]

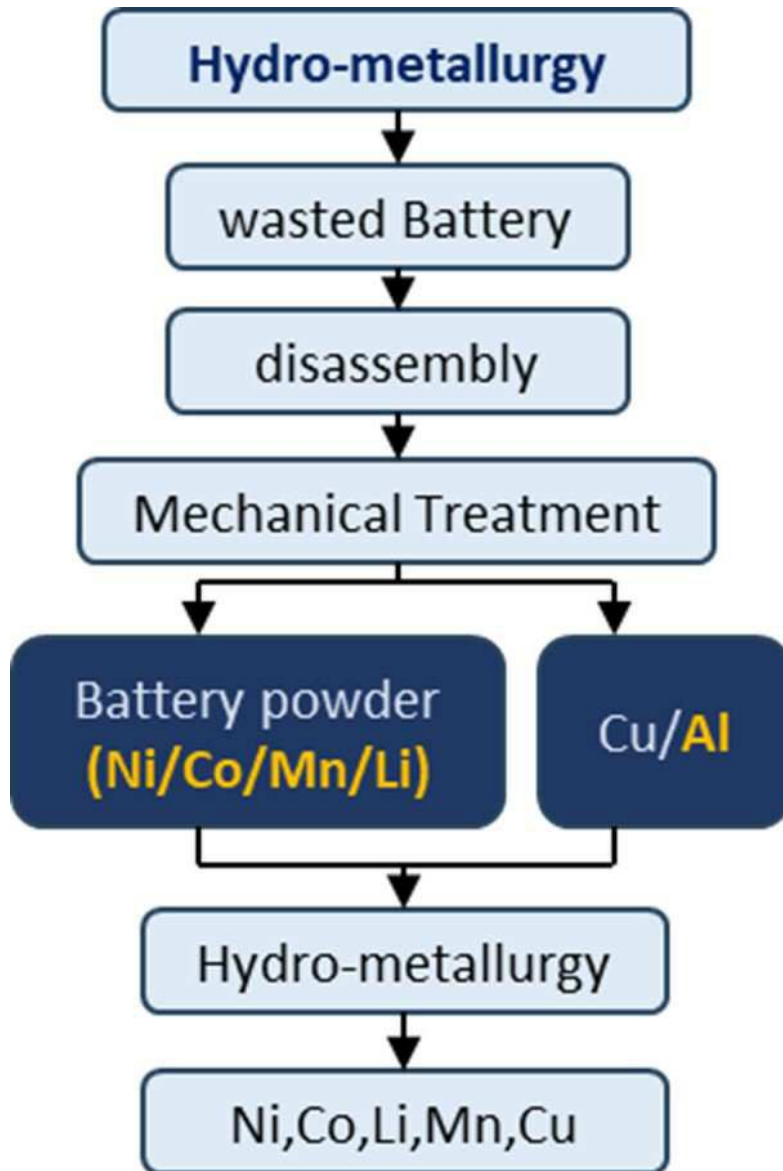
ICP-OES	pH5.5	pH7	pH8
Calc Conc.	0.105 mg/L	0.253 mg/L	0.125 mg/L

[0091] 상기 도 13 및 표 1을 통하여 약 pH5.5로 중화하였을 때 Al이 염으로 생성되어 용액에서 석출된 것을 알 수 있었다.

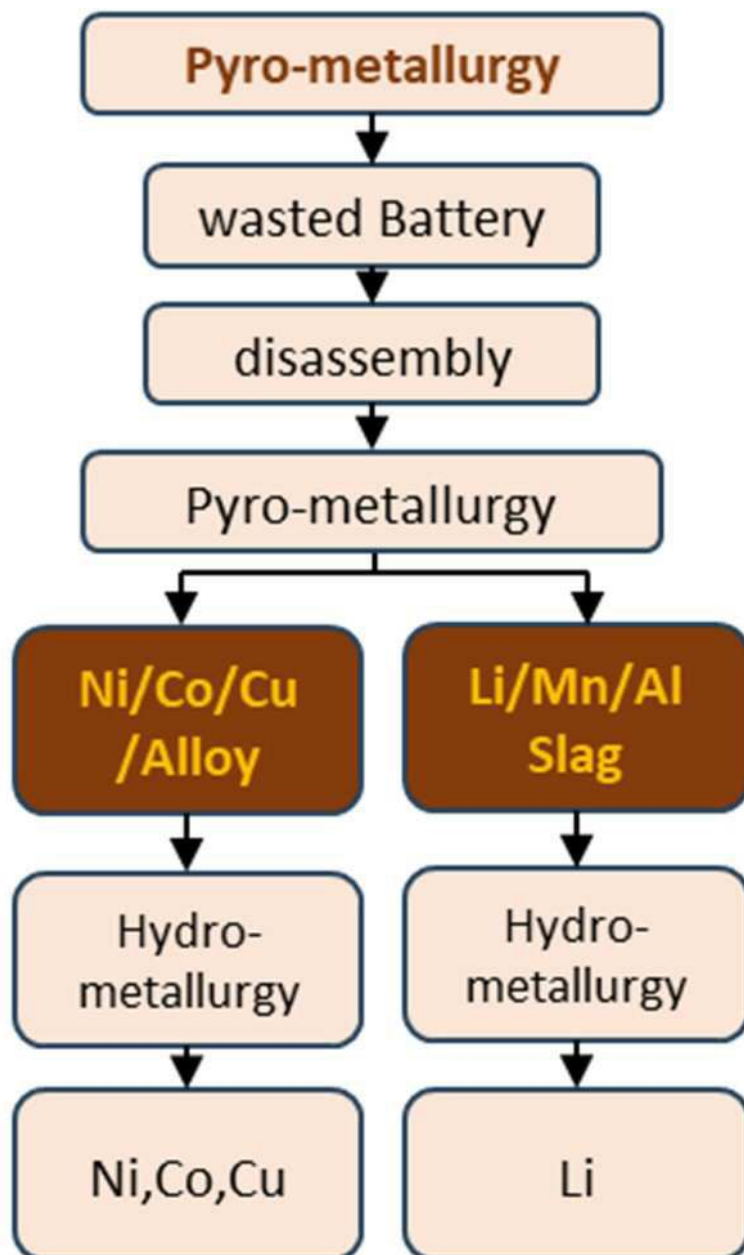
[0092] 이상에서 본 발명의 바람직한 실시예에 대하여 상세하게 설명하였지만 본 발명의 권리범위는 이에 한정되는 것은 아니고 다음의 청구범위에서 정의하고 있는 본 발명의 기본 개념을 이용한 당업자의 여러 변형 및 개량 형태 또한 본 발명의 권리범위에 속하는 것이다.

도면

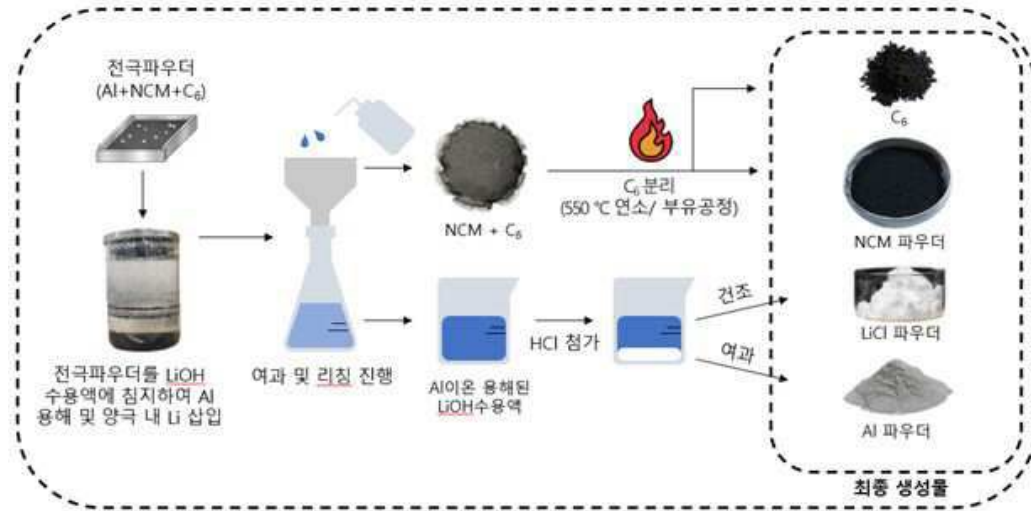
도면1



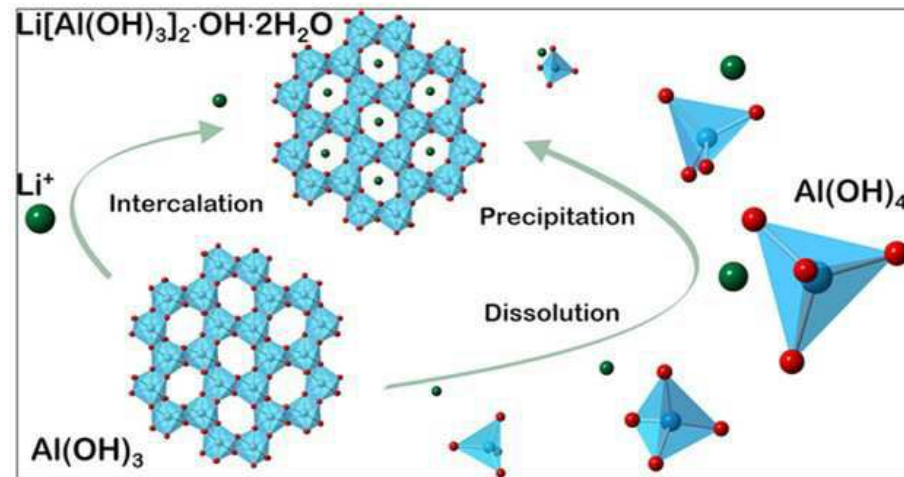
도면2



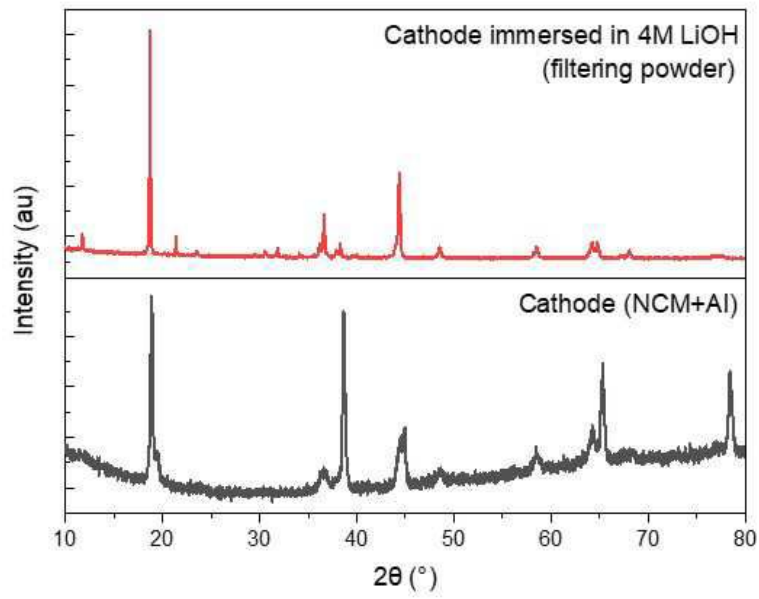
도면3



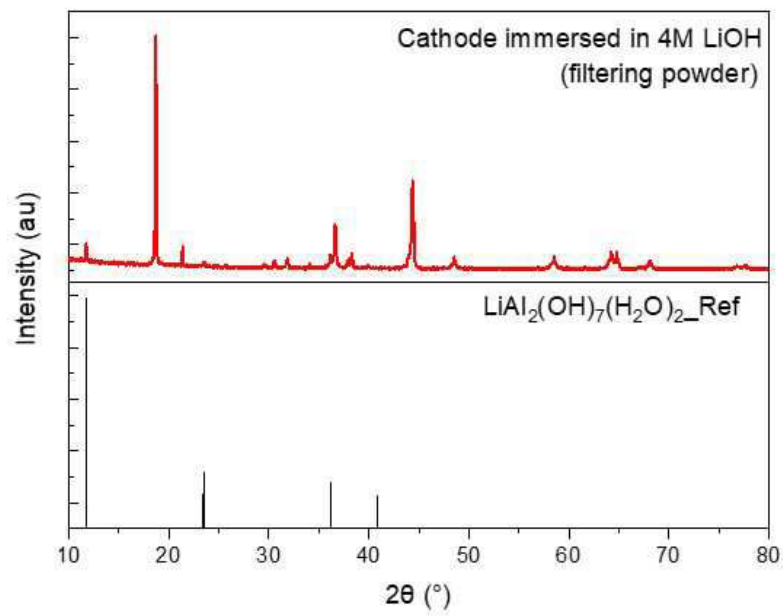
도면4



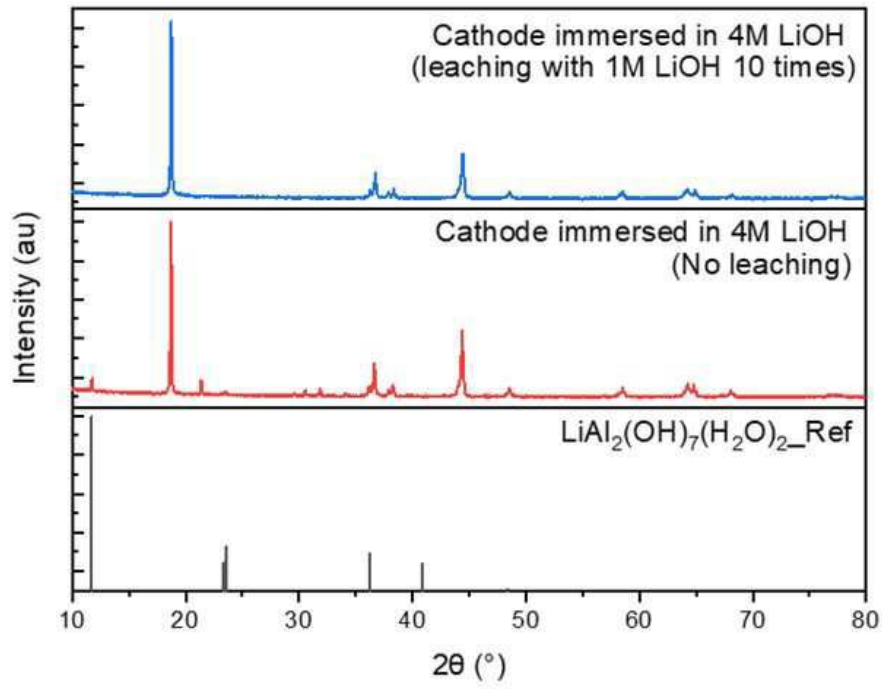
도면5



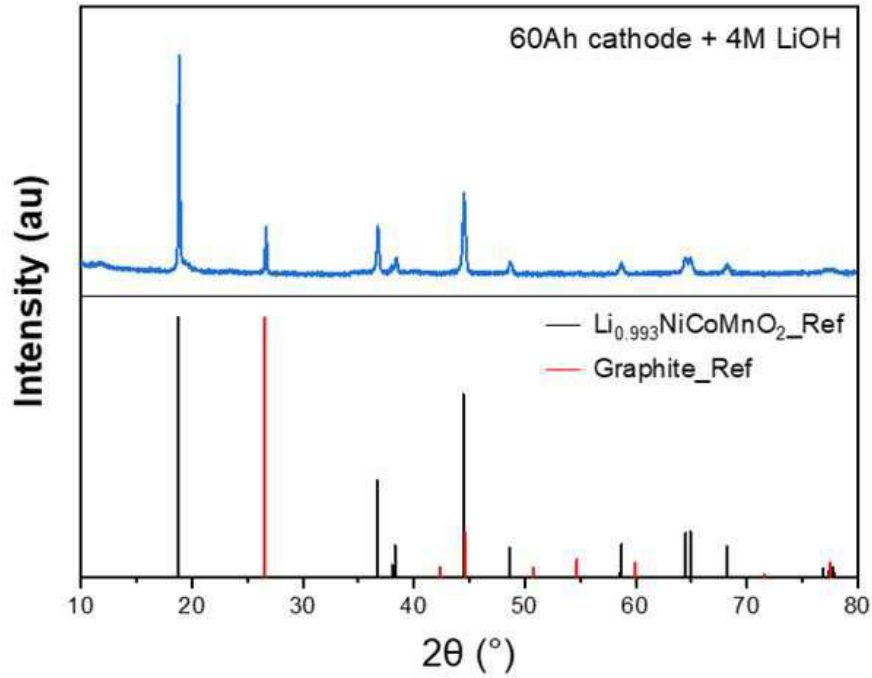
도면6



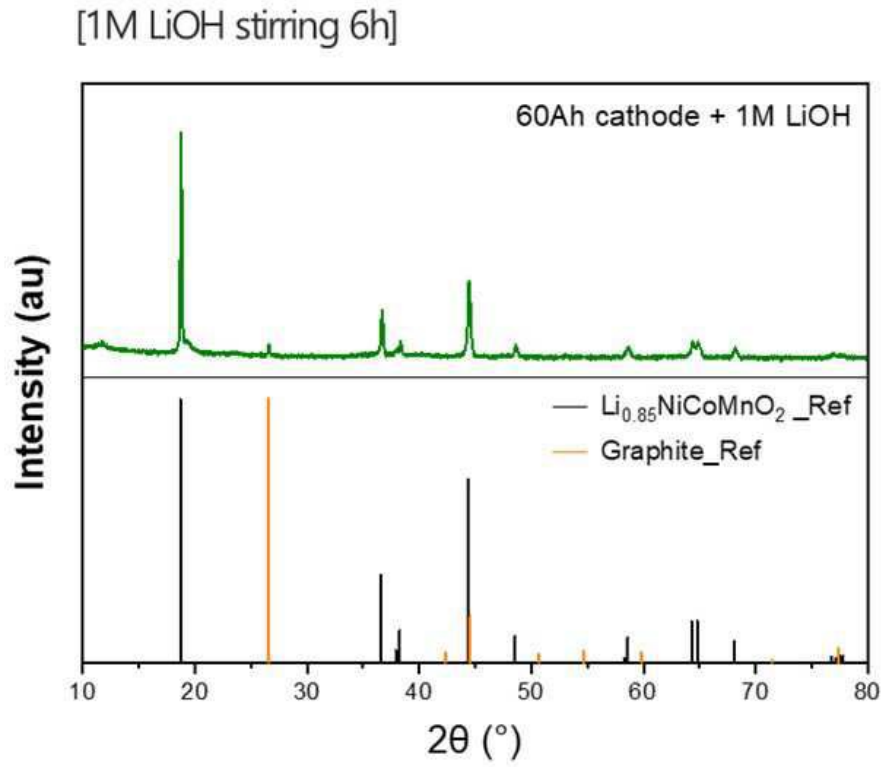
도면7



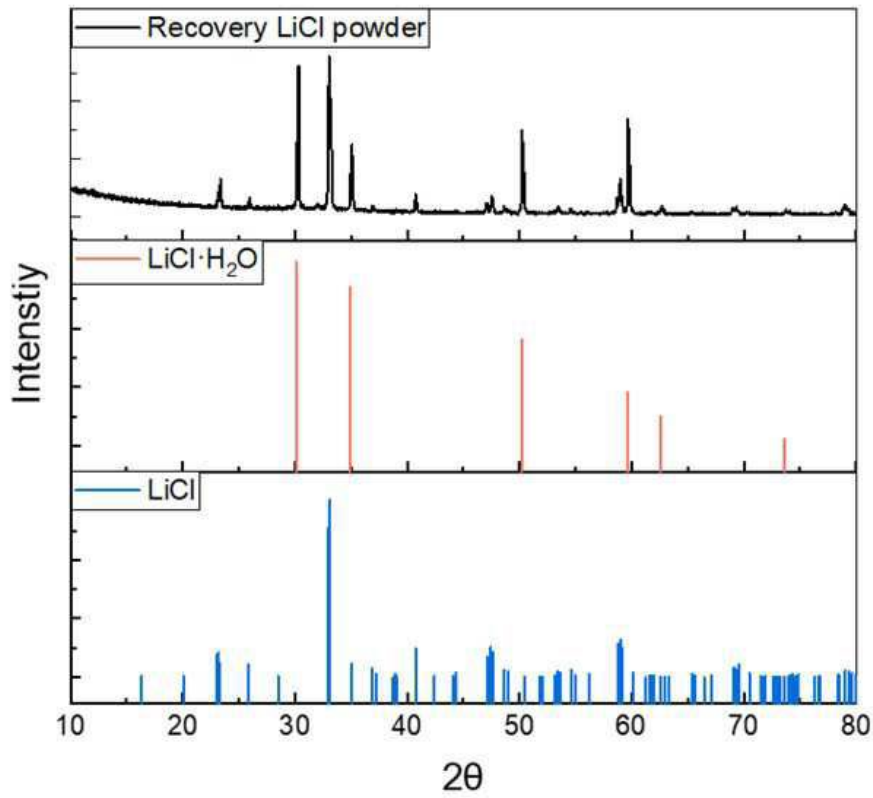
도면8



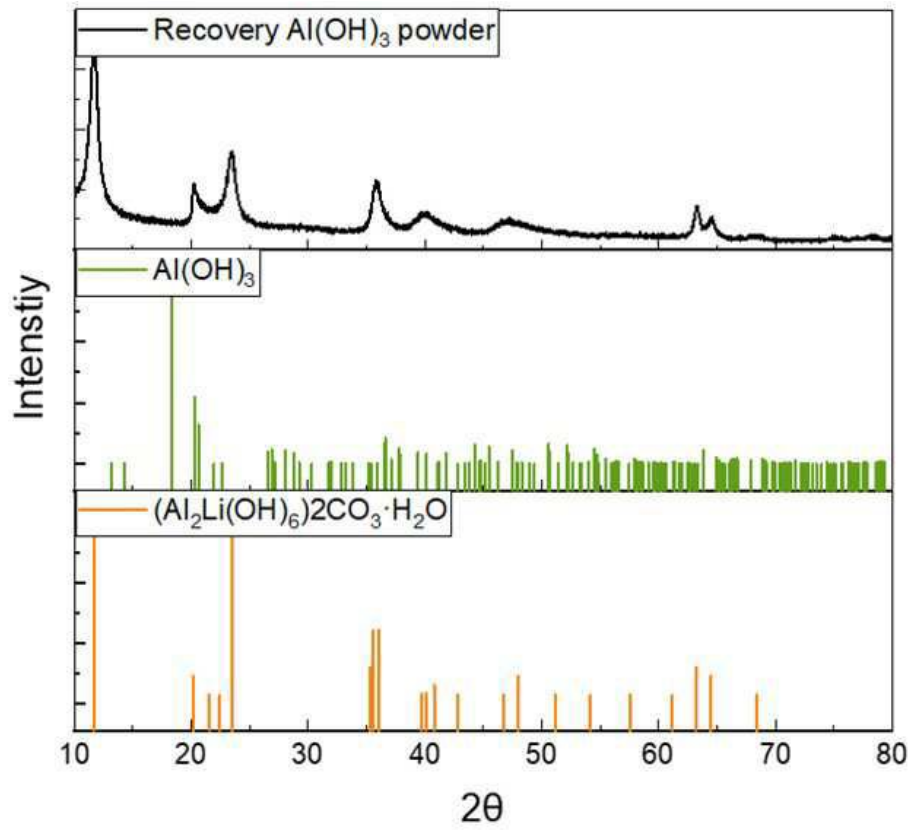
도면9



도면10



도면11



도면12



도면13

