(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2014-0087501
(43) 공개일자 2014년07월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01G 28/00 (2006.01) *B01D 7/00* (2006.01)
B01D 46/02 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2012-0157864
(22) 출원일자 2012년12월31일
심사청구일자 2012년12월31일

(71) 출원인
부경대학교 산학협력단
부산광역시 남구 신선로 365 (용당동, 부경대학교)
(72) 발명자
왕제필
부산 남구 용호로110번길 28, (용호동)
(74) 대리인
특허법인이상

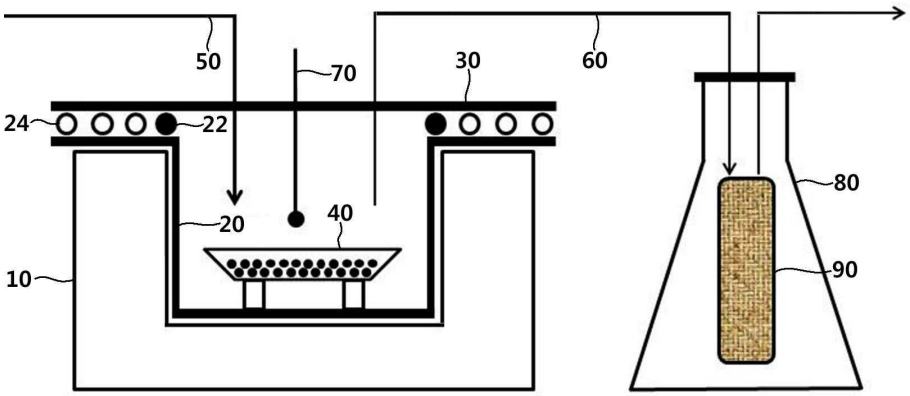
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 **열분해법에 의한 금정광으로부터 비소의 제거 및 회수 방법**

(57) 요 약

열분해법에 의한 금정광으로부터 비소의 제거 및 회수 방법을 제공한다. 상기 방법은 분말형 금정광을 불활성 가스 분위기 하에서 상기 금정광에 함유된 비소의 승화점 이상의 온도로 가열하여 열분해하는 단계, 및 상기 열분해에 의해 생성된 배가스를 여과 집진하여 상기 배가스에 함유된 비소를 포집하는 단계를 포함한다. 이에 따르면, 금정광으로부터 비소를 효율적으로 제거할 수 있으므로 정련과정에서의 금 회수율을 극대화할 수 있다. 또한 열분해에 의해 생성된 배가스에 함유된 비소는 백 필터와 같은 여과 집진기로 용이하게 포집할 수 있으므로 배출되는 비소 가스에 의한 환경 문제를 최소화하는 동시에 폐자원의 부가가치를 극대화할 수 있다.

대 표 도 - 도2



특허청구의 범위

청구항 1

분말형 금정광을 불활성 가스 분위기 하에서 상기 금정광에 함유된 비소의 승화점 이상의 온도로 가열하여 열분해하는 단계; 및

상기 열분해에 의해 생성된 배가스를 여과 집진하여 상기 배가스에 함유된 비소를 포집하는 단계를 포함하는 금정광으로부터 비소의 제거 및 회수 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 열분해는 650℃ 내지 1000℃의 온도 범위에서 수행하는 것인 금정광으로부터 비소의 제거 및 회수 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 열분해는 700℃ 내지 800℃의 온도 범위에서 수행하는 것인 금정광으로부터 비소의 제거 및 회수 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 열분해는 상기 비소의 승화점 이상의 온도에서 1 시간 이상 수행하는 것인 금정광으로부터 비소의 제거 및 회수 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 열분해는 700℃에서 2 시간 동안 수행하는 것인 금정광으로부터 비소의 제거 및 회수 방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 금정광은 1 내지 900 ㎛ 크기의 입도를 갖는 금정광으로부터 비소의 제거 및 회수 방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 금정광에 함유된 비소는 황비철광(FeAsS) 형태로 존재하는 것인 금정광으로부터 비소의 제거 및 회수 방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 금정광 내 비소의 함량은 10 내지 20 중량%인 금정광으로부터 비소의 제거 및 회수 방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 비소를 포집하는 단계는 백 필터를 사용하여 15℃ 내지 25℃의 온도 범위에서 수행하는 것인 금정광으로부터 비소의 제거 및 회수 방법.

청구항 10

비소를 함유한 분말형 금정광을 불활성 가스 분위기 하에서 700℃ 내지 800℃의 온도로 1 내지 3 시간 동안 가열하여 열분해하는 단계; 및

상기 열분해에 의해 생성된 배가스를 15℃ 내지 25℃의 온도에서 백 필터로 여과 집진하여 상기 배가스에 함유된 비소를 포집하는 단계를 포함하는 금정광으로부터 비소의 제거 및 회수 방법.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 금정광으로부터 비소를 제거하는 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 열분해법에 의해 금정광으로부터 비소를 제거하는 동시에 제거된 비소를 회수하는 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 금(Au)은 대표적인 귀금속으로 뛰어난 물리화학적 특성 때문에 다양한 산업분야에서 적용되고 있다. 특히 금은 표면 코팅 재료 및 전기/전자 부품소재의 본딩 와이어로 널리 사용되고 있으며 산업적 수요는 갈수록 증가하고 있다. 금은 지구상에서 황화광 형태로 존재하며, 광미에 대략적으로 0.5g/ton 내지 4g/ton의 양으로 포함되어 있다. 금정광과 광미에서 금을 추출하기 위한 연구가 다양하게 진행이 되어왔으나, 시안화물 사용에 따른 환경적 제약과 금 이외에 포함된 다양한 불순물로 인해 침출 공정에 어려움을 겪고 있다. 금정광(gold concentrate)에는 철, 구리, 아연, 납 및 비소 등의 불순원소가 함유되어 있으며, 특히 다량의 비소가 함유되어 있을 경우 용해율이 낮아 정련과정에서 금의 분리 및 회수가 어렵고 비소 함량도 높아 비소 처리에도 어려움이 있다.

[0003] 대한민국 등록특허공보 제10-1048293호(2011.07.05.)에서는 비소제거를 통한 고순도 몰리브덴 산물의 제조방법을 개시하고 있으나, 용매추출에 국한된 기술로서 몰리브덴과 비소가 함유된 폐수에 아민계 유기용매와 같은 별도의 첨가제를 투입해야하며, 여러 단계의 공정을 거쳐야 하므로 공정의 효율성 및 회수율이 저하되는 문제가 있다.

[0004] 대한민국 등록특허공보 제10-1184933호(2012.09.17.)에서는 제철 슬래그를 이용한 비소 제거 방법을 개시하고 있으나, 역시 비소가 함유된 폐수에 국한된 기술이며, 비소 제거 후 비소가 함유된 제철 슬래그의 처리가 문제된다.

선행기술문헌

특허문헌

[0005] (특허문헌 0001) 대한민국 등록특허공보 제10-1048293호 (2011.07.05.)

(특허문헌 0002) 대한민국 등록특허공보 제10-1184933호 (2012.09.17.)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명이 해결하고자 하는 기술적 과제는 금정광으로부터 비소를 효율적으로 제거함으로써 추후 정련과정에서 금의 분리 및 회수를 용이하게 하는 한편, 금정광으로부터 제거된 비소를 손쉽게 회수할 수 있는 방법을 제공함에 있다.

과제의 해결 수단

[0007] 상기 기술적 과제를 해결하기 위하여 본 발명은 금정광으로부터 비소의 제거 및 회수 방법을 제공한다.

[0008] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 방법은 분말형 금정광을 불활성 가스 분위기 하에서 상기 금정광에 함유된 비소의 승화점 이상의 온도로 가열하여 열분해하는 단계; 및 상기 열분해에 의해 생성된 배가스를 여과 집진하여 상기 배가스에 함유된 비소를 포집하는 단계를 포함한다.

[0009] 상기 열분해는 650℃ 내지 1000℃의 온도 범위에서 수행할 수 있으며, 바람직하게는 700℃ 내지 800℃의 온도 범위에서 수행할 수 있다.

[0010] 상기 열분해는 상기 비소의 승화점 이상의 온도에서 1 시간 이상 수행할 수 있으며, 바람직하게는 700℃에서 2 시간 동안 수행할 수 있다.

[0011] 상기 금정광은 1 내지 900 ㎛ 크기의 입도를 가질 수 있다.

[0012] 상기 금정광에 함유된 비소는 황비철광(FeAsS) 형태로 존재할 수 있으며, 금정광 내 비소의 함량은 10 내지 20 중량%일 수 있다.

[0013] 상기 비소를 포집하는 단계는 백 필터를 사용하여 15℃ 내지 25℃의 온도 범위에서 수행할 수 있다.

[0014] 또한 본 발명의 다른 실시예에 따르면, 상기 방법은 비소를 함유한 분말형 금정광을 불활성 가스 분위기 하에서 700℃ 내지 800℃의 온도로 1 내지 3 시간 동안 가열하여 열분해하는 단계; 및 상기 열분해에 의해 생성된 배가스를 15℃ 내지 25℃의 온도에서 백 필터로 여과 집진하여 상기 배가스에 함유된 비소를 포집하는 단계를 포함할 수 있다.

발명의 효과

[0015] 본 발명에 따르면, 건식열처리를 이용한 열분해법 의해 금정광으로부터 비소를 효율적으로 제거할 수 있으므로, 정련과정에서의 금 회수율을 극대화할 수 있다. 또한 열분해에 의해 생성된 배가스에 함유된 비소는 후단 공정에서 백 필터와 같은 여과 집진기로 용이하게 포집할 수 있다. 회수된 황화비소는 안료, 착색제로 활용이 가능하며, 비소의 경우 자동차용 납 배터리 및 반도체 재료(GaAs)의 첨가제로 사용할 수 있으므로 배출되는 비소 가스에 의한 환경 문제를 최소화하는 동시에 폐자원의 부가가치를 극대화할 수 있다.

[0016] 다만, 본 발명의 효과들은 이상에서 언급한 효과로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 효과들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

도면의 간단한 설명

[0017] 도 1은 본 발명에 따른 금정광으로부터 비소의 제거 및 회수 방법을 나타낸 흐름도이다.

도 2는 금정광으로부터 비소를 제거 및 회수하기 위한 실험 장치를 개략적으로 나타낸 단면도이다.

도 3은 금정광 샘플의 화학성분을 EDX로 분석한 결과를 나타낸 것이다.

도 4는 금정광 샘플의 SEM 이미지를 나타낸 것이다.

도 5는 금정광 샘플을 X선 회절기로 분석한 결과를 나타낸 XRD 패턴이다.

도 6은 700℃에서 열분해 반응 시간에 따른 금정광 내의 비소량을 EDX로 측정한 결과를 나타낸 것이다.

도 7은 700℃에서 열분해 반응 시간에 따른 금정광 내의 비소 제거율을 EDX로 측정한 결과를 나타낸 것이다.

도 8은 700℃에서 열분해 반응에 의해 기상으로 배출되어 백 필터에 포집된 분말의 화학성분을 EDX로 분석한 결과를 나타낸 것이다.

도 9는 700℃에서 열분해 반응에 의해 기상으로 배출되어 백 필터에 포집된 분말을 X선 회절기로 분석한 결과를 나타낸 XRD 패턴이다.

도 10은 700℃에서 열분해 반응에 의해 기상으로 배출되어 백 필터에 포집된 분말의 SEM 이미지이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0018] 이하, 첨부한 도면들을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예들을 상세히 설명한다. 그러나, 본 발명은 여기서 설명되는 실시예들에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화될 수 있으며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.

[0019] 본 명세서에서 "포함하다", "함유하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 배제하는 것으로 이해되

어서는 안 된다.

[0020] 도면들에 있어서, 층 및 영역들의 두께는 명확성을 기하기 위하여 과장 또는 축소된 것일 수 있다. 명세서 전체에 걸쳐서 동일한 참조번호들은 동일한 구성요소들을 나타낸다.

[0021] 또한, 하기에서 본 발명을 설명함에 있어 관련된 공지 기능 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는 그 상세한 설명은 생략할 것이다.

[0022] 도 1은 본 발명에 따른 금정광으로부터 비소의 제거 및 회수 방법을 나타낸 흐름도이다.

[0023] 본 발명의 일 실시예에서 금정광으로부터 비소의 제거 및 회수는 두 단계의 연속 공정으로 이루어질 수 있다.

[0024] 도 1을 참조하면, 분말형 금정광을 불활성 분위기 하에서 열분해한다(S10).

[0025] 본 실시예에서 사용되는 금정광은 1 내지 1 내지 900 ㎛ 크기의 입도를 갖는 분말형태의 정광일 수 있으며, 열분해 반응을 촉진하기 위해 별도의 마쇄 공정을 수행한 후 사용할 수도 있다. 상기 금정광은 철(Fe)과 황(S)을 주성분으로 하며, 비소(As) 이외에 미량의 칼슘(Ca), 아연(Zn), 실리콘(Si), 망간(Mn) 및 알루미늄(Al)을 성분 물질로 함유할 수 있다. 상기 금정광은 황화광 형태로 존재하며, 비소는 황비철광(FeAsS) 형태로 존재하다. 일 실시예에서, 상기 금정광 내 비소함량은 10 내지 20 중량%일 수 있다.

[0026] 상기 열분해는 상기 금정광에 함유된 비소의 승화점 이상의 온도로 가열하여 수행한다. 다만, 비소를 고상에서 기상으로 효율적으로 변환하는 한편 에너지 효율을 고려하여, 상기 열분해는 650℃ 내지 1000℃의 온도 범위에서 수행하는 것이 바람직하며, 더 바람직하게는 700℃ 내지 800℃의 온도 범위에서 수행할 수 있다.

[0027] 상기 열분해는 비소의 승화점 이상의 온도에서 1시간 이상 수행할 수 있으며, 이 경우 90% 또는 그 이상에 해당하는 비소 제거 효율을 얻을 수 있다. 다만, 반응 온도를 2시간 이상 유지하는 경우에도 정광 내의 비소량은 거의 일정하게 유지되는 경향이 있다. 따라서, 공정 및 에너지 효율 측면에서 반응 온도는 700℃로, 반응 시간은 2시간으로 유지하는 것이 바람직하며, 이 경우 95%에 가까운 비소 제거 효율을 얻을 수 있다.

[0028] 이어서, 상기 금정광의 열분해 과정에서 생성된 배가스를 여과 집진하여 상기 배가스에 함유된 비소를 포집한다(S20).

[0029] 일 실시예에서, 상기 비소를 포집하는 단계는 백 필터(bag-filter)를 여과 집진기로 사용할 수 있으며, 상온 조건에 해당하는 15℃ 내지 25℃의 온도 범위에서 수행할 수 있다. 이 과정에서, 금정광으로부터 기상으로 제거된 비소는 고상으로 상변화가 일어나며, 고상의 비소 분말은 백 필터에서 용이하게 포집될 수 있다.

[0030] 하기 반응식 (1) 및 (2)는 금정광으로부터 비소를 제거 및 회수하는 과정에서 일어나는 화학반응의 일 예를 나타낸 것이다.

[0031]
$$FeAsS \rightarrow FeS + As(g) \quad \Delta G_{700℃} = -10.24\,kcal \quad \cdots\cdots (1)$$
$$As(g) \rightarrow As(s) \quad \cdots\cdots (2)$$

[0032] 첫 번째 화학반응인 반응식 (1)은 열분해(thermal decomposition) 반응으로서, 고온에서 발생되는 열에 의해 생기는 분해 반응을 나타낸다. 금정광 내에 비소(As)는 황비철광(FeAsS) 상으로만 존재하고, 열역학적으로 FeAsS는 700℃에서 황화철(FeS)과 비소(As)로 분해가 가능하다. 따라서, 초고순도 아르곤(UHP Ar) 가스 분위기와 같은 불활성 가스 분위기 하에서 700℃까지 승온하는 경우, 금정광 내 고상의 비소를 기상으로 변환하여 제거할 수 있다. 특히, 비소의 경우 표준기압하(standard atmospheric pressure)에서 끓는점이 녹는점보다 낮기 때문에 614℃(887K)에서 고상의 비소가 기상으로 승화될 수 있다. 따라서, 열분해 반응 온도로 설정된 700℃는 비소를 제거하기 위한 충분한 온도조건에 해당한다.

[0033] 두 번째 화학반응인 반응식 (2)는 기상으로 제거된 비소(As)가 고상으로 변환되는 반응을 나타낸다. 기상의 비소는 상온에서 고상으로 상변화가 일어나 분말 형태를 띠게 되므로 백 필터와 같은 여과 집진기를 사용하여 용이하게 포집할 수 있다.

[0034] 또한, 본 발명의 다른 실시예에 따른 금정광으로부터 비소의 제거 및 회수 방법은, 비소를 함유한 분말형 금정광을 불활성 가스 분위기 하에서 700℃ 내지 800℃의 온도로 1 내지 3 시간 동안 가열하여 열분해하는 단계; 및 상기 열분해에 의해 생성된 배가스를 15℃ 내지 25℃의 온도에서 백 필터로 여과 집진하여 상기 배가스에 함유

된 비소를 포집하는 단계를 포함할 수 있다.

[0035] 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실험예를 제시한다. 다만, 하기의 실험예는 본 발명의 이해를 돕기 위한 것일 뿐 본 발명이 하기의 실험예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0036] 실험 장치

[0037] 도 2는 금정광으로부터 비소를 제거 및 회수하기 위한 실험 장치를 개략적으로 나타낸 단면도이다.

[0038] 본 실험예에서 사용한 장치는 박스형 타입의 전기로(10)에 반응기 본체(20)를 상부에서 장입이 가능한 형태로 제작하였다. 반응기 본체(20)와 반응기 커버(30)는 고온에서 부식 및 내구성이 강한 SUS310 재질로 제작하여 실험 중 발생할 수 있는 잠재적 열피로와 파괴 결함을 최소화하였다. 완벽한 밀봉을 위해 반응기 본체(20)와 반응기 커버(30) 사이에 오링(O-ring)(22)을 설치하여 외부 기체의 유입 및 내부 기체의 유출을 차단하도록 하였으며, 반응기 커버(30) 아래에 냉각 라인(24)을 설치하여 오링(22)이 고온에서도 녹지 않도록 하였다. 반응기 본체(20) 내부로 불활성 가스를 주입할 수 있도록 반응기 커버(30)에 기체 주입 라인(50)을 연결하였다. 분말형태의 금정광 샘플은 알루미나 보트(alumina boat)(40)에 담아 반응기 본체(20)의 중앙부분에 장입하여 샘플의 열분해 시 발생하는 기상의 비소가 배가스 라인(60)으로 용이하게 배출되도록 하였다. 기상의 비소를 포집하기 위해 배가스 라인(60)을 삼각 플라스크(80)와 연결하고 배가스 라인(60) 말단에 백 필터(bag-filter)(90)를 설치하여 상온에서 비소를 포집할 수 있도록 하였다. 반응기 본체(20) 내부의 온도는 서모커플(thermocouple)(70)을 이용하여 측정하였다.

[0039] 비소의 제거 및 회수 실험

[0040] 실험에 사용된 금정광 샘플은 국내 금광산으로부터 입수한 분말형태의 정광으로서, 샘플 분말은 수 마이크로미터 내지 수백 마이크로미터의 입도로 가지며 불규칙한 형상을 가졌다.

[0041] 알루미나 보트(40)에 분말형태의 금정광 샘플을 분말 높이가 5㎜ 이내가 되도록 얇게 펼쳐 분포시킨 후, 알루미나 보트(40)를 반응기 본체(20)의 중앙부분에 위치시키고 반응기 커버(30)를 반응기 본체(20)와 결합시켰다. UHP 아르곤 가스를 0.2 L/min의 유량으로 주입하면서 반응기 본체(20) 내부 온도를 700℃까지 승온시킨 후 온도를 일정 시간 동안 유지시켰다. 열분해 반응에 의해 발생하는 배가스를 백 필터(90)로 이송하고 상온에서 고상화시켜 기상의 비소를 분말형태로 포집하였다.

[0042] 분석예 1

[0043] 실험에서 사용된 금정광 샘플을 원소분석기(Energy-dispersive X-ray spectroscopy, EDX), 주사전자현미경(Scanning Electron Microscopy, SEM) 및 X선 회절기(X-ray diffractometer, XRD)를 사용하여 분석하였다.

[0044] 도 3은 금정광 샘플의 화학성분을 EDX로 분석한 결과를 나타낸 것이다.

[0045] 도 3에 나타난 바와 같이, 금정광 샘플에는 Fe와 S가 주성분으로 함유되어 있으며, As는 대략 13 중량%로 함유되어 있다. 또한, Ca, Zn, Si, Mn 및 Al이 미량 성분으로 함유되어 있다. 다만, Au는 금정광 내에 ppm 단위의 극미량으로 함유되어 있기 때문에 EDX의 분석능에 의해서는 검출되지 않았다.

[0046] 도 4는 금정광 샘플의 SEM 이미지를 나타낸 것으로서, 금정광 샘플은 마이크로미터 크기의 입도 범위 내에서 불규칙한 형상을 가지고 있음을 확인할 수 있다.

[0047] 도 5는 금정광 샘플을 X선 회절기로 분석한 결과를 보여주는 XRD 패턴이다.

[0048] 도 5를 참조하면, 금정광은 ZnS, FeS, FeAsS로 이루어진 황화광이며, 특히 타겟 성분인 As는 FeAsS(황비철광, arsenopyrite) 형태로만 존재함을 알 수 있다. 황비철광은 비소를 함유하고 있는 대표적인 광석으로서 약 46 중량%의 비소를 함유하고 있다.

[0049] 분석예 2

[0050] 열분해 반응 후의 금정광 샘플을 원소분석기(EDX)를 사용하여 분석하였다.

[0051] 도 6은 700℃에서 열분해 반응 시간에 따른 금정광 내의 비소량을 EDX로 측정한 결과를 나타낸 것이다.

[0052] 도 6에 나타난 바와 같이, 열분해 반응 전 초기 샘플 내의 비소량은 약 12.62 중량%이었다. 승온 후 700℃에서 1시간 동안 유지한 결과 샘플 내의 비소량은 1.40 중량%로 낮아졌으며, 동일 온도에서 반응 시간을 2, 3, 5, 7 시간으로 유지한 결과 비소량이 최대 0.66 중량%까지 낮아졌다. 또한, 열분해 반응 개시 후 1시간 이내에 시료 내 비소량이 급격히 낮아졌으며, 반응 시간을 2시간 이상 유지하였을 경우 샘플 내의 비소량이 거의 일정하였다. 따라서, 700℃에서 반응 시간을 2시간 유지하는 것이 적합함을 알 수 있다.

[0053] 도 7은 700℃에서 열분해 반응 시간에 따른 금정광 내의 비소 제거율을 EDX로 측정한 결과를 나타낸 것이다.

[0054] 도 7을 참조하면, 1시간 분해 반응 시 비소 제거율은 88.91%로 약 1시간 이내에 대부분의 비소가 금정광으로부터 기상으로 제거됨을 알 수 있다. 2시간 분해 반응 시에는 최대 95%까지 비소가 제거되었다. 2시간 이상의 반응 시간부터는 평균적으로 90% 이상의 제거율을 나타내었으며, 7시간까지 반응 시간을 유지한 경우와 비교하였을 때 제거율에 큰 차이가 없음을 알 수 있다.

[0055] 분석예 3

[0056] 백 필터에 포집된 분말을 원소분석기(EDX), 주사전자현미경(SEM) 및 X선 회절기(XRD)로 성분 및 상 분석을 하였다.

[0057] 도 8은 700℃에서 열분해 반응에 의해 기상으로 배출되어 백 필터에 포집된 분말의 화학성분을 EDX로 분석한 결과를 나타낸 것이다.

[0058] 도 8을 참조하면, 백 필터에 포집된 분말에서는 비소(As)와 황(S)만이 검출되었으며, 열분해 반응 개시 20분 이후에는 반응 시간을 7시간까지 유지하더라도 비소 및 황의 상대량에는 거의 변화가 없음을 알 수 있다.

[0059] 도 9는 700℃에서 열분해 반응에 의해 기상으로 배출되어 백 필터에 포집된 분말을 X선 회절기로 분석한 결과를 보여주는 XRD 패턴이다.

[0060] 도 9을 참조하면, 포집된 분말은 순수한 AsS(arsenic sulfide) 상으로 다른 불순물은 검출되지 않았음을 알 수 있으며, 이는 도 8의 EDX 분석 결과와 일치되는 결과이다. 백 필터에 포집된 원소가 비소 단독이 아닌 비소와 황의 화합물(AsS) 형태인 이유는 황화광 중에 함유된 황이 승화하여 기상으로 배출된 후 비소와 반응하여 AsS 형태로 백 필터에 포집되었기 때문인 것으로 사료된다. 비소와 황과의 화학반응은 하기 반응식 (3)에서 나타낸 바와 같이 깁스자유에너지(Gibb's free energy) 값이 -43.83kcal로서 700℃에서 AsS로 자발적 반응이 일어남을 알 수 있다.

[0061] $$As + S(g) = AsS \qquad \Delta G_{700℃} = -43.83kcal \quad \cdots\cdots (3)$$

[0062] 도 10은 700℃에서 열분해 반응에 의해 기상으로 배출되어 백 필터에 포집된 분말의 SEM 이미지이다.

[0063] 도 10을 참조하면, 포집된 AsS는 구형의 분말로서 평균 10㎛ 정도의 일정한 직경을 가짐을 알 수 있다. 또한, 포집된 분말은 약간의 물리적 충격만으로도 백 필터에서 쉽게 분리되어 구형 분말형상으로 용이하게 회수할 수 있었다.

[0064] 결론적으로, 본 발명에 따르면 금정광의 구성광물인 황비철광(FeAsS)에 함유된 비소(As)를 열분해법에 의해 효율적으로 제거할 수 있었으며, 배가스로 방출되는 비소는 AsS 형태로 백 필터를 이용하여 용이하게 회수할 수 있었다.

[0065] 이상, 본 발명의 바람직한 실시예를 들어 상세하게 설명하였으나, 본 발명은 상기 실시예에 한정되지 않고, 본 발명의 기술적 사상 및 범위 내에서 당 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의하여 여러 가지 변형 및 변경이 가능하다.

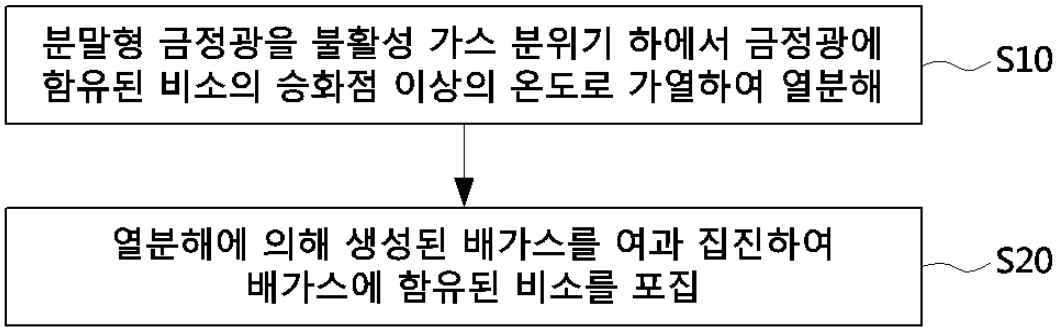
부호의 설명

[0066]

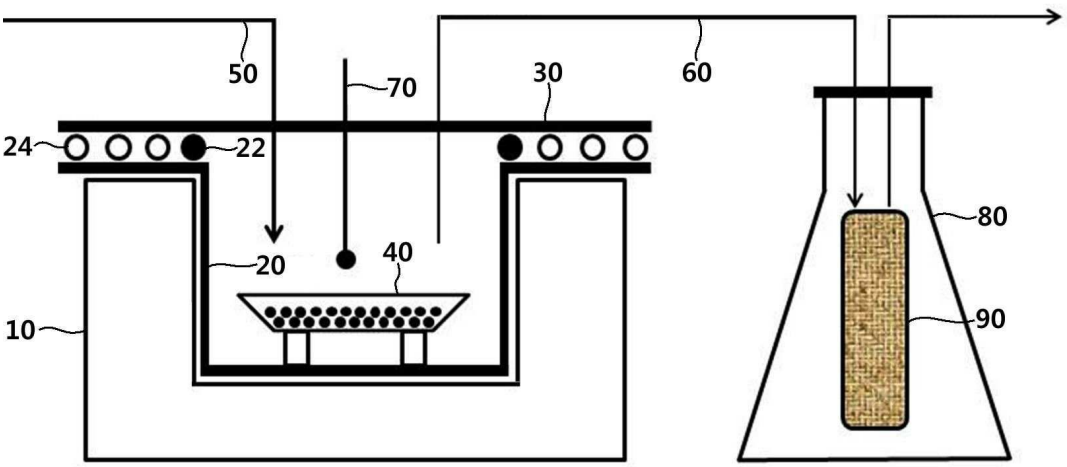
10: 전기로
20: 반응기 본체
22: 오링
24: 냉각 라인
30: 반응기 커버
40: 알루미나 보트
50: 불활성 가스 주입 라인
60: 배가스 라인
70: 서모커플
80: 플라스크
90: 백 필터

도면

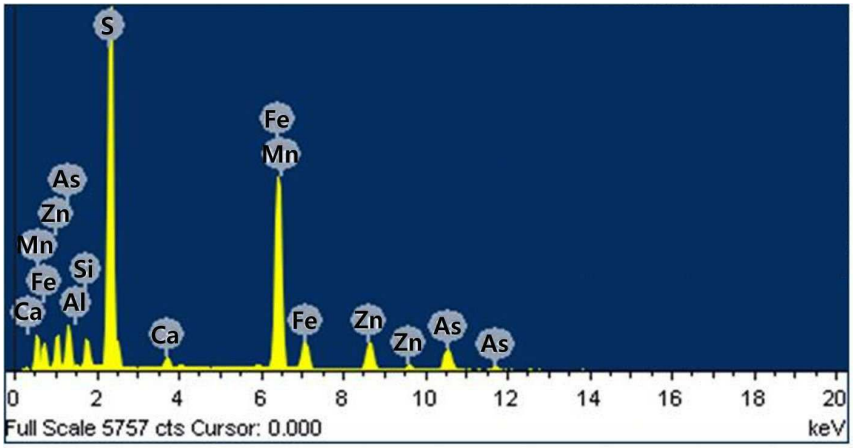
도면1



도면2

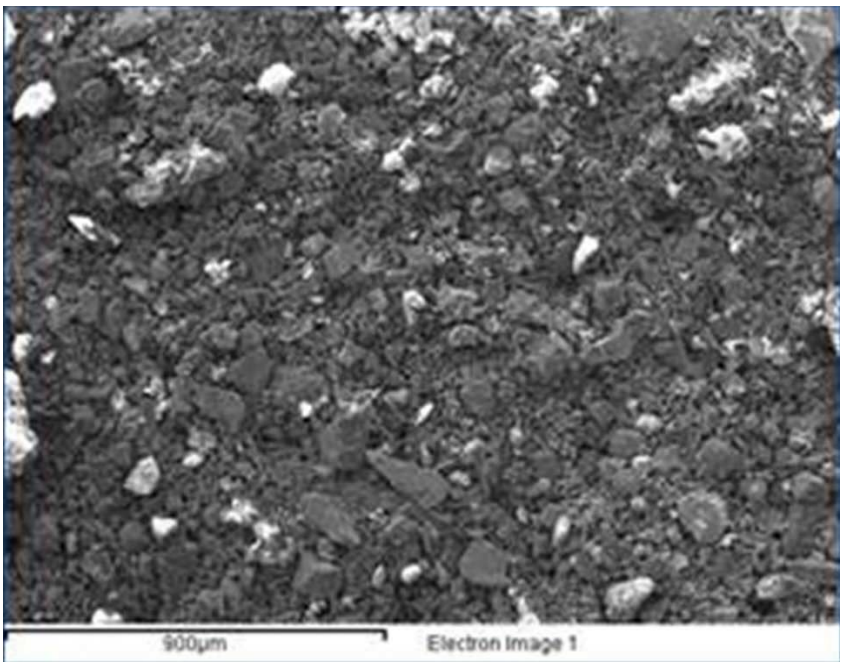


도면3

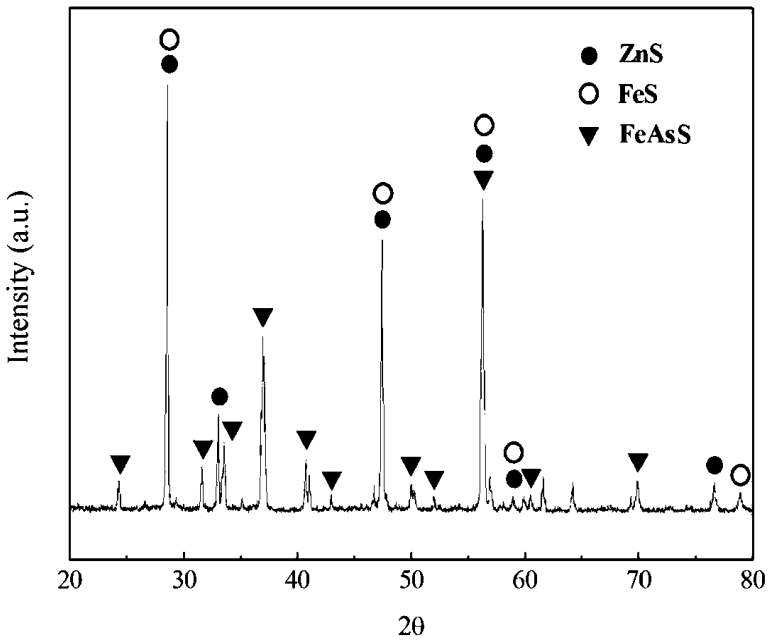


Element	Al	Si	S	Ca	Mn	Fe	Zn	As	Total
Wt.%	0.50	3.63	37.49	1.15	0.50	34.80	9.32	**12.62**	100

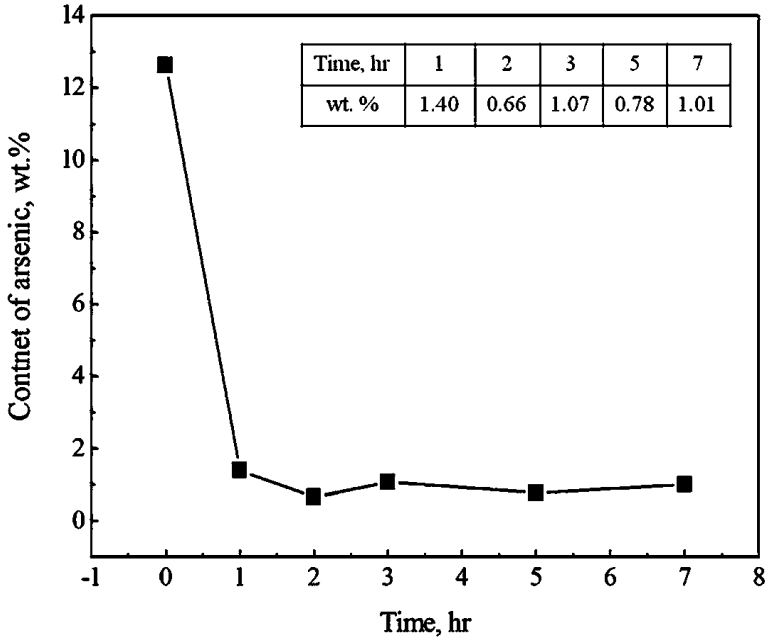
도면4



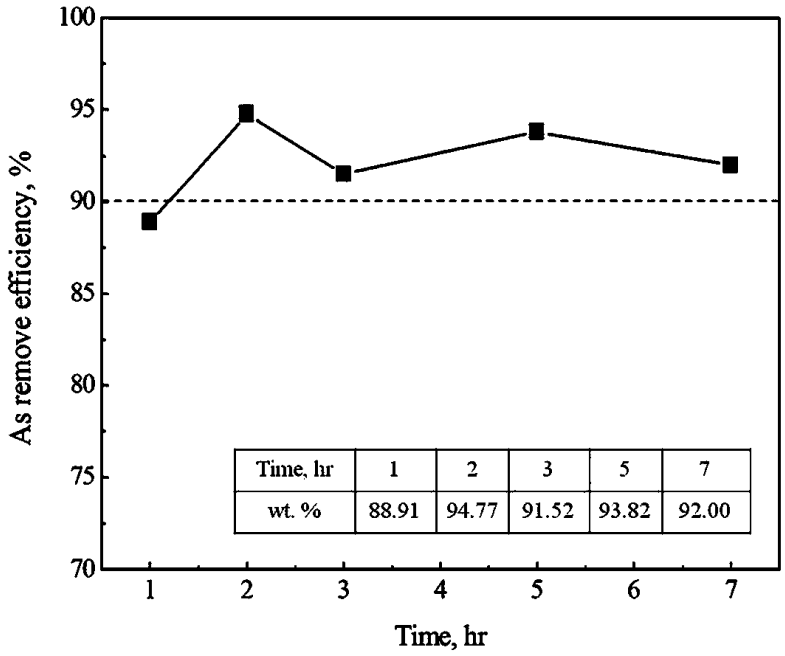
도면5


ZnS
FeS
FeAsS
Intensity (a.u.)
20
30
40
50
60
70
80
2θ

도면6

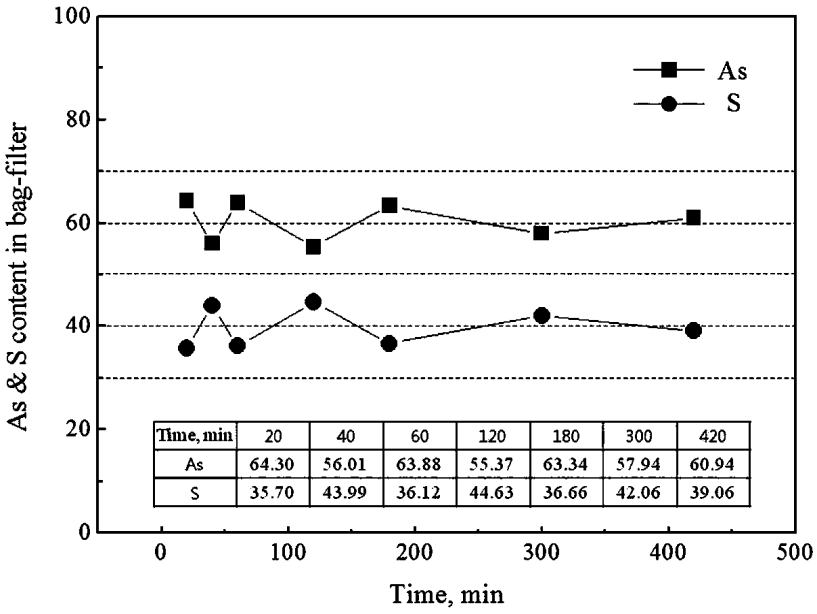

Time, hr | 1 | 2 | 3 | 5 | 7
wt. % | 1.40 | 0.66 | 1.07 | 0.78 | 1.01
Contnet of arsenic, wt.%
Time, hr
14
12
10
8
6
4
2
0
-1
0
1
2
3
4
5
6
7
8

도면7



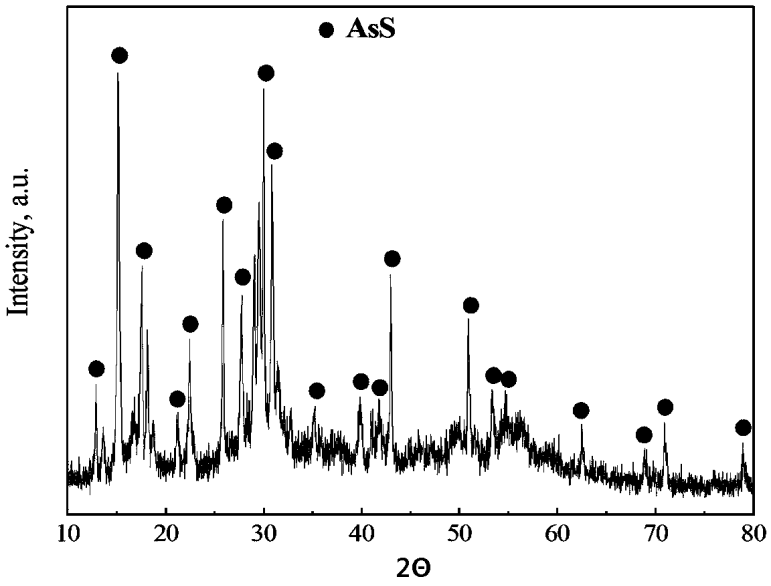
Time, hr	1	2	3	5	7
wt. %	88.91	94.77	91.52	93.82	92.00

도면8

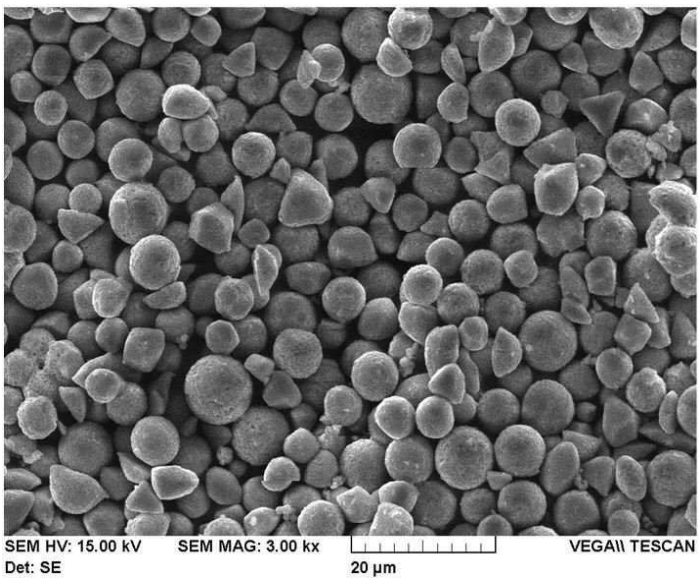


Time, min	20	40	60	120	180	300	420
As	64.30	56.01	63.88	55.37	63.34	57.94	60.94
S	35.70	43.99	36.12	44.63	36.66	42.06	39.06

도면9


AsS
Intensity, a.u.
10
20
30
40
50
60
70
80
2Θ

도면10


SEM HV: 15.00 kV
SEM MAG: 3.00 kx
VEGA\\ TESCAN
Det: SE
20 µm