



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0041816
(43) 공개일자 2020년04월22일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01D 15/08 (2006.01) C01D 15/04 (2006.01)
C22B 26/12 (2006.01) C22B 3/20 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C01D 15/08 (2013.01)
C01D 15/04 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-0126726
(22) 출원일자 2019년10월14일
심사청구일자 2019년10월14일
(30) 우선권주장
1020180121591 2018년10월12일 대한민국(KR)

(71) 출원인
세종대학교산학협력단
서울특별시 광진구 능동로 209 (군자동, 세종대학교)
(72) 발명자
명승택
서울특별시 광진구 능동로 209 세종대학교 광개토관 626호
조창흠
서울특별시 광진구 능동로 209 세종대학교 광개토관 706호
(74) 대리인
특허법인이상

전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 리튬이온시브 및 이를 이용한 리튬이온 추출법

(57) 요약

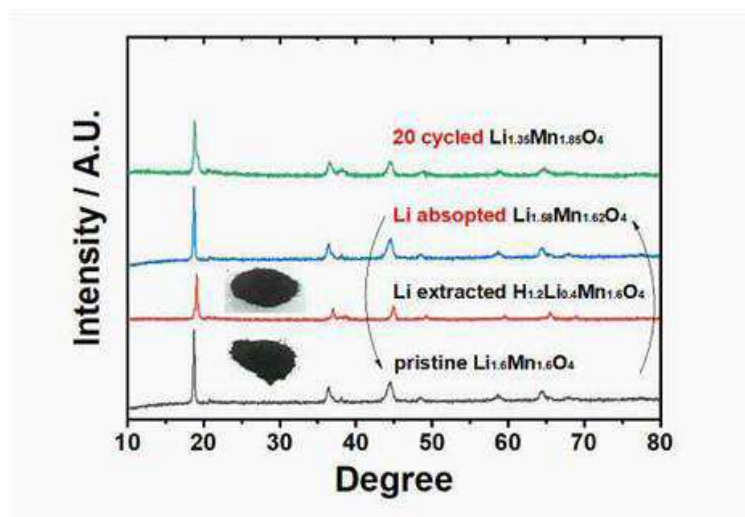
리튬이온시브 및 이를 이용한 리튬이온 추출법을 제공한다. 상기 리튬이온시브는 하기 화학식 1로 나타내어지는 리튬이온시브이다.

[화학식 1]



(상기 화학식 1에서, x는 0 내지 0.3이다.)

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C22B 26/12 (2013.01)

C22B 3/0098 (2013.01)

C01P 2006/80 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1711065342

부처명 과학기술정보통신부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 미래소재디스커버리지원

연구과제명 휴리스틱스 전산기반 탈리튬 전극소재 개발 연구

기 여 율 1/1

주관기관 세종대학교

연구기간 2018.02.01 ~ 2019.02.03

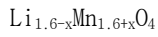
명세서

청구범위

청구항 1

하기 화학식 1로 나타내어지는 리튬이온시브.

[화학식 1]



(상기 화학식 1에서, x는 0 내지 0.3이다.)

청구항 2

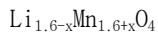
제1항에 있어서, 상기 리튬이온시브는 층상 암염 구조를 갖는 것을 특징으로 하는 리튬이온시브.

청구항 3

LiOH와 Mn_2O_3 를 불활성 기체 분위기에서 가열하여 LiMnO_2 를 제조하는 단계; 및

상기 LiMnO_2 를 산소분위기에서 열처리하여 하기 화학식 1로 나타내어지는 리튬이온시브를 합성하는 단계를 포함하는 하기 화학식 1로 나타내어지는 리튬이온시브 제조방법.

[화학식 1]



(상기 화학식 1에서, x는 0 내지 0.3이다.)

청구항 4

제3항에 있어서,

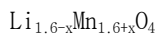
상기 리튬이온시브를 합성하는 단계에서 열처리 온도는 550~650도인 것을 특징으로 하는 리튬이온시브 제조방법.

청구항 5

광물을 산성 용액에 용해시켜 광물 용해액을 제조하는 광물 용해액 제조 단계;

하기 화학식 1로 나타내어지고 층상 암염 구조를 갖는 리튬이온시브를 산성용액에서 교반하여 리튬이온시브의 리튬이온을 수소이온으로 교환시키는 수소이온 교환 단계;

[화학식 1]



(상기 화학식 1에서, x는 0 내지 0.3이다.)

상기 광물 용해액을 염기성으로 변환하는 염기화 단계;

상기 염기화를 거친 광물 용해액 내에 상기 수소이온 교환 단계를 거친 리튬이온시브를 투입하여 광물에 포함된 리튬이온을 리튬이온시브에 결합시키는 단계; 및

상기 결합된 리튬이온을 리튬이온시브로부터 방출시키는 리튬이온 방출단계를 포함하는 리튬이온 추출법.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 광물은 스포두민 및 페탈 라이트로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상인 것을 특징으로 하는 리튬이온 추출법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 광물에 존재하는 리튬이온을 추출하기 위한 리튬이온 시브에 관한 것으로, 더욱 자세하게는 리튬이온 시브 및 이를 이용한 리튬이온 추출법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 리튬자원의 주요 공급원은 염호(brine)와 리튬광산 (ore mine)이 있다. 염호의 경우, 남미에 한정적으로 존재하는 염호를 제외하면, 개발 중인 곳 및 생산량이 매우 적기 때문에 염호 이외에서 리튬자원을 효율적으로 친환경적으로 얻는 방법이 매우 중요하다. 이에 따라, 염호보다 자원의 공급량이 매우 풍부한 리튬광산에서의 리튬추출법은 매우 중요도가 크다

[0003] 리튬광산에서 리튬을 추출하는 기존의 방법들은 매우 환경적이지 못하며, 불산의 사용 및 염소가스의 사용 등, 환경에 악영향을 미치는 공정들로 구성되어 있으며, 개발되고 있는 친환경공정들은 효율성 및 경제성이 떨어져 도입이 지연되고 있다.

[0004] 한편, 광물에 존재하는 리튬이온을 추출하는 방법에 대한 종래 기술로 대한민국 공개특허공보 제10-2019-0059196호에서는 리튬 알루미늄 실리케이트 광석으로부터 탄산 리튬을 추출하는 방법에 관한 것으로서, 보다 구체적으로는 스포두민(α -spodumene), 즉 리튬 알루미늄 실리케이트 ($\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$) 또는 페탈 라이트 ($\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$)와 같은 광석을 고순도의 탄소 분말과 혼합하여 환원분위기에서 회수 공정을 진행함으로써, 리튬 알루미늄 실리케이트에 포함된 탄산 리튬을 고순도로 추출할 수 있는 리튬 알루미늄 실리케이트 광석으로부터 탄산 리튬을 추출하는 방법이 개시되어 있으나, 리튬이온시브에 대해서는 개시가 없다.

[0005] 아직까지 스포두민, 페탈 라이트 등의 광물에 존재하는 리튬이온을 추출하기 위한 환경적, 경제적, 효율적인 리튬이온시브에 관한 기술은 전무한 실정이다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허공보 제10-2019-0059196호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는, 스포두민, 페탈 라이트 등의 광물에서의 리튬추출공정에 리튬이온시브 기술을 도입하여 공정의 환경적, 경제적, 효율적인 이슈들을 개선하고자 하는 것에 있다.

과제의 해결 수단

[0008] 상기 과제를 이루기 위하여 본 발명의 일 측면은 리튬이온시브를 제공한다. 상기 리튬이온시브는 하기 화학식 1로 나타내어지는 리튬이온시브이다.

[0009] [화학식 1]

[0010] $\text{Li}_{1.6-x}\text{Mn}_{1.6+x}\text{O}_4$

[0011] (상기 화학식 1에서, x는 0 내지 0.3이다.)

[0012] 상기 리튬이온시브는 층상 암염 구조를 가질 수 있다.

[0013] 상기 과제를 이루기 위하여 본 발명의 다른 일 측면은 상기 화학식 1로 나타내어지는 리튬이온시브 제조방법을

제공한다. 먼저, LiOH 와 Mn_2O_3 를 불활성 기체 분위기에서 가열하여 LiMnO_2 를 제조한다. 상기 LiMnO_2 를 산소분위
기에서 열처리하여 상기 화학식 1로 나타내어지는 리튬이온시브를 합성한다.

[0014] 상기 리튬이온시브를 합성하는 단계에서 열처리 온도는 550~650도일 수 있다.

[0015] 상기 과제를 이루기 위하여 본 발명의 또 다른 일 측면은 리튬이온시브를 이용한 광물에서의 리튬이온 추출법을
제공한다. 먼저, 광물을 산성 용액에 용해시켜 광물 용해액을 제조하는 광물 용해액 제조한다. 상기 화학식 1로
나타내어지고 층상 압입 구조를 갖는 리튬이온시브를 산성용액에서 교반하여 리튬이온시브의 리튬이온을 수소이
온으로 교환시킨다. 상기 광물 용해액을 염기성으로 변환하는 염기화 단계를 거친다. 상기 염기화를 거친 광물
용해액 내에 상기 수소이온으로 교환시킨 리튬이온시브를 투입하여 광물에 포함된 리튬이온을 리튬이온시브에
결합시킨다. 상기 결합된 리튬이온을 리튬이온시브로부터 방출시킨다.

[0016] 상기 광물은 스포두민 및 페탈 라이트로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상일 수 있다.

발명의 효과

[0017] 본 발명에 따르면, 스포두민, 페탈 라이트 등의 광물에서의 리튬추출공정에 리튬이온시브 기술을 도입하여 공정
의 환경적, 경제적, 효율적인 이슈들을 개선할 수 있다.

[0018] 종래의 스피넬 구조를 갖는 리튬이온시브는 스피넬 구조로 구조적 안정성은 있지만, 리튬의 확산에 다소 저항이
있으나, 본 발명의 층상 압입 구조를 갖는 리튬이온시브는 층상 압입 구조로 리튬이온의 원활한 확산이 가능하
여 리튬이온의 흡착과 탈착이 용이하여 수회의 걸친 사용이 가능하다.

[0019] 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

[0020] 도 1은 리튬이온시브의 리튬 흡수, 추출에 따른 X선 회절분석(XRD) 그래프이다.

도 2은 본 발명의 층상 압입 구조를 갖는 리튬이온시브와 종래의 스피넬 구조를 갖는 리튬이온시브의 X선 회절
분석(XRD) 그래프이다.

도 3는 본 발명의 리튬이온시브 기초물성을 나타내는 X선 회절분석(XRD) 그래프와 주사전자현미경(SEM) 이미지
이다.

도 4은 본 발명의 일 실시예에 따른 리튬이온시브의 제조방법의 모식도이다.

도 5는 광물용해결과를 나타낸 X선 회절분석(XRD) 그래프이다.

도 6는 광물 및 광물용해용액의 유도결합플라즈마-원자방출분광기(ICP-AES)를 이용한 분석 결과이다.

도 7는 리튬이온시브의 리튬이온 추출법을 모식적으로 나타낸 것이다.

도 8은 추출된 리튬화합물의 X선 회절분석(XRD) 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0021] 이하, 첨부된 도면을 참고하여 본 발명에 의한 실시예를 상세히 설명하면 다음과 같다.

[0022] 본 발명이 여러 가지 수정 및 변형을 허용하면서도, 그 특정 실시예들이 도면들로 예시되어 나타내어지며, 이하
에서 상세히 설명될 것이다. 그러나 본 발명을 개시된 특별한 형태로 한정하려는 의도는 아니며, 오히려 본 발
명은 청구항들에 의해 정의된 본 발명의 사상과 합치되는 모든 수정, 균등 및 대용을 포함한다.

[0023] 층, 영역 또는 기관과 같은 요소가 다른 구성요소 "상(on)"에 존재하는 것으로 언급될 때, 이것은 직접적으로
다른 요소 상에 존재하거나 또는 그 사이에 중간 요소가 존재할 수도 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다.

[0024] 비록 제1, 제2 등의 용어가 여러 가지 요소들, 성분들, 영역들, 층들 및/또는 지역들을 설명하기 위해 사용될
수 있지만, 이러한 요소들, 성분들, 영역들, 층들 및/또는 지역들은 이러한 용어에 의해 한정되어서는 안 된다
는 것을 이해할 것이다.

[0025] 본 발명에서는, 광물에서의 리튬추출공정의 환경적인 문제 및 효율성과 경제성을 고려한 개선된 신규공정을 제

안하고자 한다. 광물을 용해하는 공정은 기존의 공정들과 매우 유사하지만, 광물이 용해된 용액에서 리튬을 추출하는 공정단계에서 리튬이온시브(lithium ion sieve) 기술을 도입하여 기존의 문제점들을 개선하고자 한다.

[0026] 리튬이온시브는 리튬이온을 선택적으로 구조내로 흡수하고 반복적으로 방출할 수 있는 소재로 리튬이온이 다른 이온들과 함께 존재할 경우에 매우 유용하게 사용된다. 리튬이온시브 기술은 본래 해수에서 리튬을 추출하기 위해 고안된 방법으로 해수에 극히 미량 존재하는 리튬을 효율적으로 추출하는 방법으로 알려져 있다.

[0027] 이하, 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기 위하여 본 발명에 따른 바람직한 실험예를 첨부된 도면을 참조하여 보다 상세하게 설명한다. 그러나, 본 발명은 여기서 설명되어지는 실시예에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화될 수도 있다.

[0028] 본 발명의 일 실시예에 따른 리튬이온시브는 하기 화학식 1로 나타내어지는 리튬이온시브이다.

[0029] [화학식 1]

[0030] $\text{Li}_{1.6-x}\text{Mn}_{1.6+x}\text{O}_4$

[0031] (상기 화학식 1에서, x는 0 내지 0.3이다.)

[0032] 도 1에서 관찰되는 바와 같이 리튬이온시브의 사용이 반복될수록 상기 화학식 1에서 x값이 증가하여 20번 사용 시 x값이 0.25로 증가하여 리튬이온의 추출 능력이 다소 감소함을 알 수 있다. 그러나 도 1 에서 관찰되는 바와 같이 본 발명의 리튬이온시브에서 리튬이온을 분리시킨 경우 $\text{H}_{1.2}\text{Li}_{0.4}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$ 이므로 여전히 리튬이온을 추출할 수 있는 능력이 있음을 알 수 있다.

[0033] 또한, 상기 리튬이온시브는 층상 암염 구조일 수 있다.

[0034] 도 2은 본 발명의 층상 암염 구조를 갖는 리튬이온시브와 종래의 스피넬 구조를 갖는 리튬이온시브의 X선 회절 분석 그래프를 나타낸 것으로 본 발명의 리튬이온시브의 X선 회절분석 그래프는 알려진 스피넬 구조(00-052-1841 (공간군 : Fd3m))에서의 피크와는 다른 층상 암염 구조(PDF 81-1953 (공간군 : C2/c))에서 나타나는 피크를 확인할 수 있다.

[0035] 종래의 스피넬 구조를 갖는 리튬이온시브는 400도에서 합성하나, 본 발명의 리튬이온시브는 600도에서 합성하여 층상 암염 구조를 갖게 된다.

[0036] 도 3은 본 발명의 리튬이온시브 기초물성을 나타내는 X선 회절분석(XRD) 그래프와 주사전자현미경(SEM) 이미지로 리튬이온시브의 직경이 10 μm 정도이고 표면이 거칠어 표면적이 넓다는 것을 알 수 있다.

[0037] 상기와 같은 층상 암염 구조를 갖게 된 이유는 후술할 리튬이온시브 제조방법에서 LiMnO_2 를 산소분위기에서 열처리 온도 550~650도에서 상기 화학식 1로 나타내어지는 리튬이온시브를 합성하기 때문이다.

[0038] 종래의 리튬이온시브는 400도의 온도에서 가열하여 LiMnO_2 를 제조하여 이로부터 제조된 리튬이온시브가 모두 스피넬 구조를 갖게 되었으나 본 발명에서는 산소분위기 하에서 LiMnO_2 를 550~650도의 온도로 가열하여 층상 암염 구조를 갖게 된 것이다.

[0039] 종래의 스피넬 구조를 갖는 리튬이온시브는 스피넬 구조로 구조적 안정성은 있지만, 리튬의 확산에 다소 저항이 있으나, 본 발명의 층상 암염 구조를 갖는 리튬이온시브는 층상 암염 구조로 리튬이온의 원활한 확산이 가능하여 리튬이온의 흡착과 탈착이 용이하여 수회의 걸친 사용이 가능한 장점이 있어 이러한 층상 암염 구조를 갖는 리튬이온시브에 의해 광물에 포함된 리튬이온을 환경적, 경제적, 효율적으로 추출할 수 있다.

[0040] 상기 과제를 이루기 위하여 본 발명의 다른 일 측면은 리튬이온시브 제조방법을 제공한다. 먼저, LiOH 와 Mn_2O_3 를 불활성 기체 분위기에서 650~750도의 온도로 가열하여 LiMnO_2 를 제조한다.

[0041] 아르곤, 질소(N_2) 등의 불활성 기체 분위기에서 가열하는 이유는 LiMnO_2 가 산소와 결합하는 것을 막기 위함이다.

[0042] 상기 LiMnO_2 를 산소분위기에서 열처리하여 상기 화학식 1로 나타내어지는 리튬이온시브를 합성한다.

[0043] 상기 리튬이온시브를 합성하는 단계에서 열처리 온도는 550~650도일 수 있다.

[0044] 가열 온도가 550도보다 낮은 경우 LiMnO_2 가 산소와 결합을 하지 않을 수 있으며 650도보다 높은 경우는 지나친

산화가 이루어져 원하는 분자식의 물질을 얻을 수 없다. 4시간보다 적게 가열하면 산소와 결합을 하지 않을 수 있으며 8시간보다 오래 가열하는 것은 더 이상의 산소 결합이 이루어지지 않아 무의미하다.

- [0045] 도 4은 본 발명의 일 실시예에 따른 리튬이온시브의 제조방법의 모식도이며, 도 5는 본 발명에 사용된 광물용해 결과를 나타낸 X선 회절분석(XRD) 그래프이다. 도 5에서 피크가 가열하고 산성화하면서 달라지는 것은 스포두민이 알파상에서 베타상으로 변화하는 것을 나타내는 것이다.
- [0046] 도 6는 광물 및 광물용해용액의 유도결합플라즈마-원자방출분광기(ICP-AES)를 이용한 분석 결과로 1100도에서의 가열로 상이 변화되고 황산을 통해 리튬이온의 비율이 상대적으로 증가함을 알 수 있다.
- [0047] 상기 과제를 이루기 위하여 본 발명의 또 다른 일 측면은 리튬이온시브를 이용한 광물에서의 리튬이온 추출법을 제공한다. 먼저, 광물을 산성 용액에 용해시켜 광물 용해액을 제조하는 광물 용해액 제조한다. 상기 화학식 1로 나타내어지고 층상 암염 구조를 갖는 리튬이온시브를 산성용액에서 교반하여 리튬이온시브의 리튬이온을 수소이온으로 교환시킨다. 상기 광물 용해액을 염기성으로 변환하는 염기화 단계를 거친다. 상기 염기화를 거친 광물 용해액 내에 상기 수소이온으로 교환시킨 리튬이온시브를 투입하여 광물에 포함된 리튬이온을 리튬이온시브에 결합시킨다. 상기 결합된 리튬이온을 리튬이온시브로부터 방출시킨다.
- [0048] 도 7은 리튬이온시브의 리튬이온 추출법을 모식적으로 나타낸 바와 같이 리튬이온시브는 재사용 가능하다. 도 8은 실제 추출된 리튬화합물의 X선 회절분석(XRD) 그래프이다.
- [0049] 상기 광물은 스포두민 및 페달 라이트로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상일 수 있다. 종래 리튬이온시브는 해수에서 리튬이온을 추출하기 위해 개발되었으나, 스피넬 구조로 인해 스포두민 및 페달 라이트 등의 광물로부터 리튬이온을 추출하기에는 한계가 있었으나, 본 발명의 층상 암염 구조의 리튬이온시브를 사용하는 경우 스포두민 및 페달 라이트 등의 광물로부터 리튬이온을 추출이 효율적으로 이루어진다.
- [0050] 상기 광물 용해액 제조하는 경우, 상기 광물을 900~1500도의 온도에서 1~3시간정도 열처리하고, 상기 열처리된 광물을 분쇄하고, 상기 분쇄된 광물을 황산용액과 1 : 0.5~2의 중량비로 혼합하여 혼합용액을 제조하고, 상기 혼합용액과 동일한 무게의 증류수를 넣어 50~70도에서 4~6시간동안 교반할 수 있다. 스포두민(spodumene)광물은 경도와 강도가 매우 높은 물질로 일반적인 상태에서는 분쇄 및 용해가 매우 어려운 알파상의 안정한 상태이기 때문에, 900~1500도의 온도에서 1~3시간정도 열처리하여 베타상의 스포두민으로 상을 전이(phase transition)시킨다. 900도보다 낮은 온도에서 열처리하는 경우는 베타상으로 상전이 하지 않을 수 있으며, 1500도보다 높은 온도에서 열처리하는 것은 더 이상 베타상으로 상전이가 이루어지지 않아 무의미하다.
- [0051] 이 경우, unit cell의 부피가 팽창하여 광물이 분쇄 및 용해가 매우 용이한 물질이 된다. 즉, 반응성이 매우 높은 물질로 전이시켜 공정에 용이성을 향상시킨다.
- [0052] 상기 염기화하는 경우, 상기 광물 용해액에 암모니아수를 광물 용해액 중량의 1~2배 투입할 수 있다. 광물이 용해된 용액은 pH 0.1~1사이의 강산이며, 이 경우에는 리튬이온시브가 리튬을 흡수하지 못하고 반대로 리튬을 방출시키는 조건이기 때문에 용액의 분위기를 염기성으로 조절해야한다.
- [0053] 상기 리튬이온 방출하는 경우, 상기 리튬이온을 흡수한 리튬이온시브를 HCl용액에 다시 투입하여 1~2시간동안 교반하는 교반하고, 상기 교반된 용액을 70~90도의 온도에서 건조하는 건조할 수 있다.
- [0054] 상기 교반 단계 후, 건조 단계 전에 교반된 용액에 Na_2CO_3 를 첨가할 수 있다. Na_2CO_3 를 첨가를 첨가하는 이유는 추가적인 정제를 위함이다.
- [0055] 실시예 1 <실험준비>
- [0056] (1) 리튬광물 확보 및 리튬이온시브 물질 합성
- [0057] 리튬광물자원은 산화리튬(Li_2O)이 약 4%포함되어 있는 스포두민(spodumene)을 사용하였다. 또한, 리튬이온시브는 $\text{Li}_{1.6}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$ 을 사용하였다.
- [0058] 실시예 2 <실험내용>
- [0059] (1) 광물 용해액 제조
- [0060] 스포두민(spodumene)광물은 경도와 강도가 매우 높은 물질로 일반적인 상태에서는 분쇄 및 용해가 매우 어려운 알파상의 안정한 상태이기 때문에, 1100도에서 2시간정도 열처리하여 베타상의 스포두민으로 상을 전이(phase

transition)시켰다. 이 경우, unit cell의 부피가 팽창하여 광물이 분쇄 및 용해가 매우 용이한 물질이 되었다. 즉, 반응성이 매우 높은 물질로 전이시켜 공정에 용이성을 향상시켰다.

[0061] 상전이(phase transition)된 스포두민 물질을 최대한 미세한 입자로 분쇄한 후, 황산용액과 1:1의 무게비로 혼합하고 그 혼합용액과 동일한 무게의 증류수를 넣어 60도에서 5시간동안 교반했다. 이 후, 용액을 필터링했다.

[0062] (2) 리튬이온시브 합성

[0063] 리튬이온시브는 $\text{Li}_{1.6}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$ 이며, LiOH 와 Mn_2O_3 를 아르곤분위기에서 700도의 온도에서 10시간 열처리하여 LiMnO_2 를 합성한 후, 산소분위기에서 600도의 온도에서 5시간 열처리하여 $\text{Li}_{1.6}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$ 물질을 합성했다. 리튬이온의 흡수를 위해 리튬이온시브에 존재하는 리튬을 인위적으로 제거해야 하며, 이는 HCl 1M용액에 1시간동안 교반하여 리튬이온시브의 리튬이온을 수소이온으로 교환시켰다.

[0064] (3) 용액에서의 리튬이온 추출

[0065] 광물이 용해된 용액은 pH 0.1-1사이의 강산이며, 이 경우에는 리튬이온시브가 리튬을 흡수하지 못하고 반대로 리튬을 방출시키는 조건이기 때문에 용액의 분위기를 염기성으로 조절해야 했다. 이에 따라, 암모니아수를 용액에 무게비로 약 1-2배 투입하여 pH 9이상의 용액 조건을 형성했다. 본 용액에 리튬이온시브를 투입하여 1시간동안 상온에서 교반하여 광물 용해액에 존재하는 리튬이온을 리튬이온시브에 결합시켰다.

[0066] (4) 리튬이온의 방출 및 리튬화합물의 정제

[0067] 리튬이온과 결합한 리튬이온시브를 HCl 용액에 다시 투입하여 1시간동안 교반하여 LiCl 의 형성을 유도했다. LiCl 이 포함된 용액은 80도에서 건조하여 파우더상태의 LiCl 를 얻었다. 추가적인 정제를 위해 LiCl 이 포함된 용액에 Na_2CO_3 를 비율에 맞추어 첨가하여 Li_2CO_3 와 NaCl 의 형성을 유도하여 고순도의 정제가 가능했다.

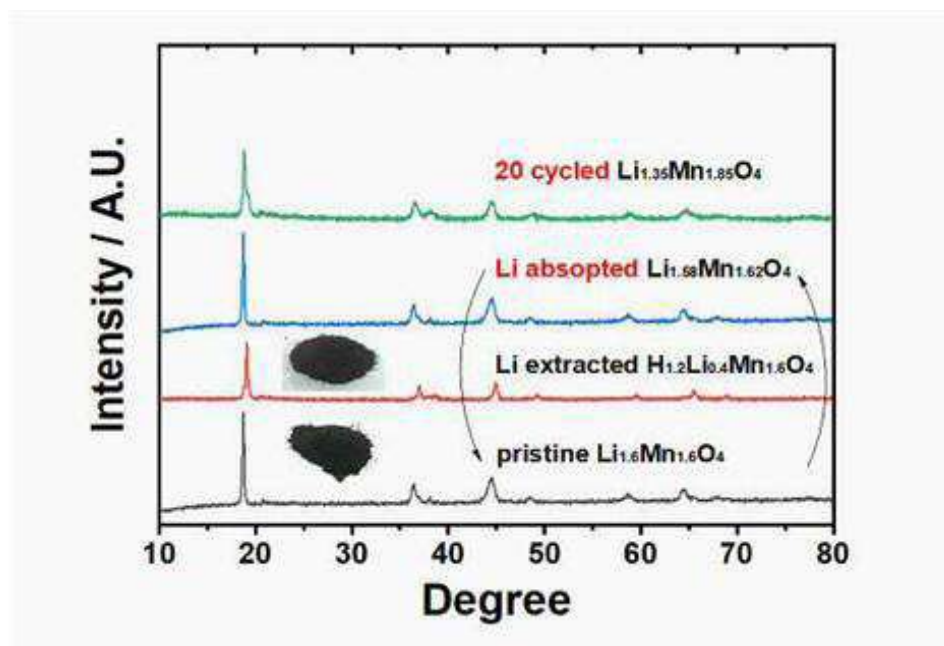
[0068] <결론>

[0069] 리튬이온시브를 활용한 광물에서의 리튬추출공정에 대한 가능성을 확인할 수 있었다.

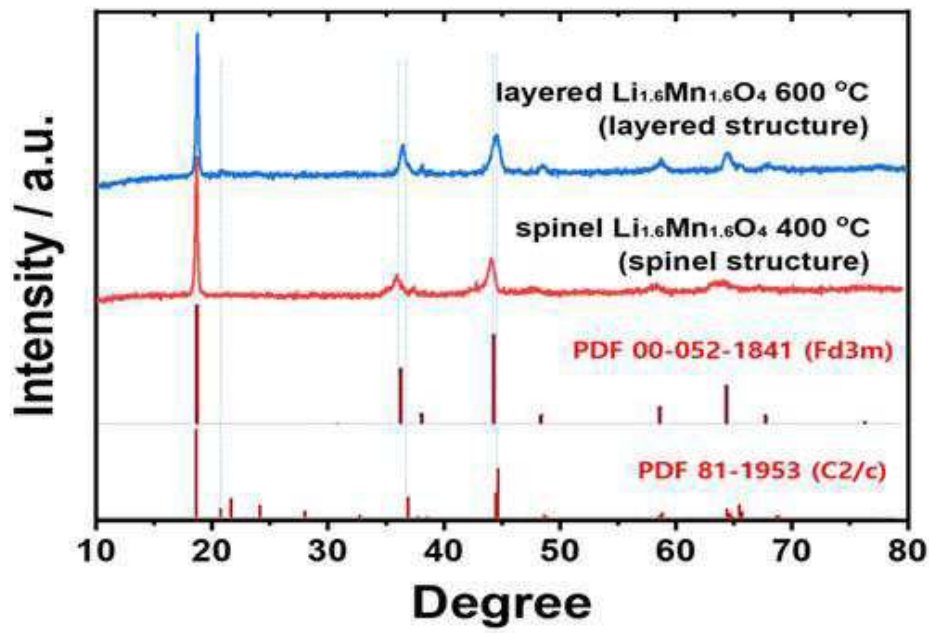
[0070] 한편, 본 명세서와 도면에 개시된 본 발명의 실시 예들은 이해를 돕기 위해 특정 예를 제시한 것에 지나지 않으며, 본 발명의 범위를 한정하고자 하는 것은 아니다. 여기에 개시된 실시 예들 이외에도 본 발명의 기술적 사상에 바탕을 둔 다른 변형 예들이 실시 가능하다는 것은, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 자명한 것이다.

도면

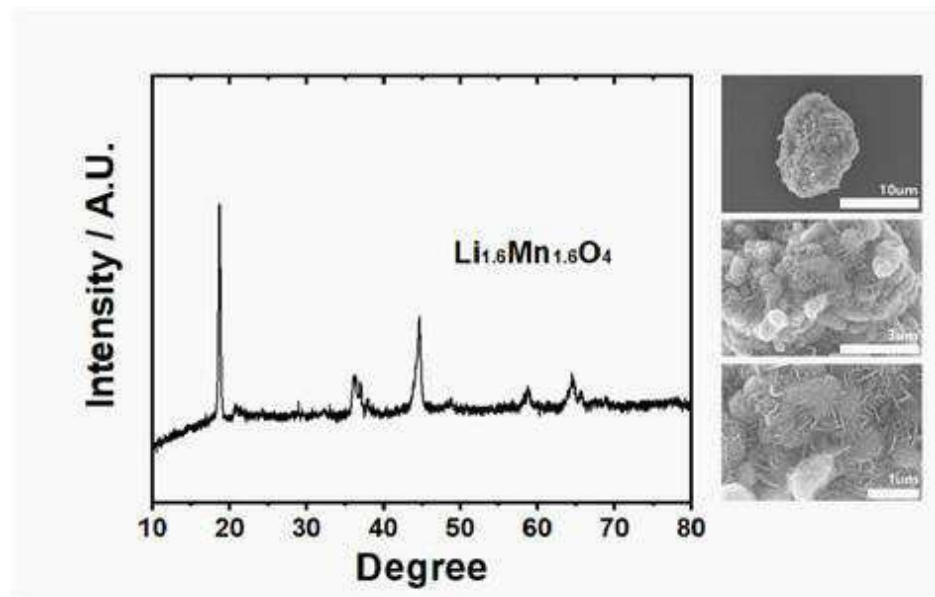
도면1



도면2



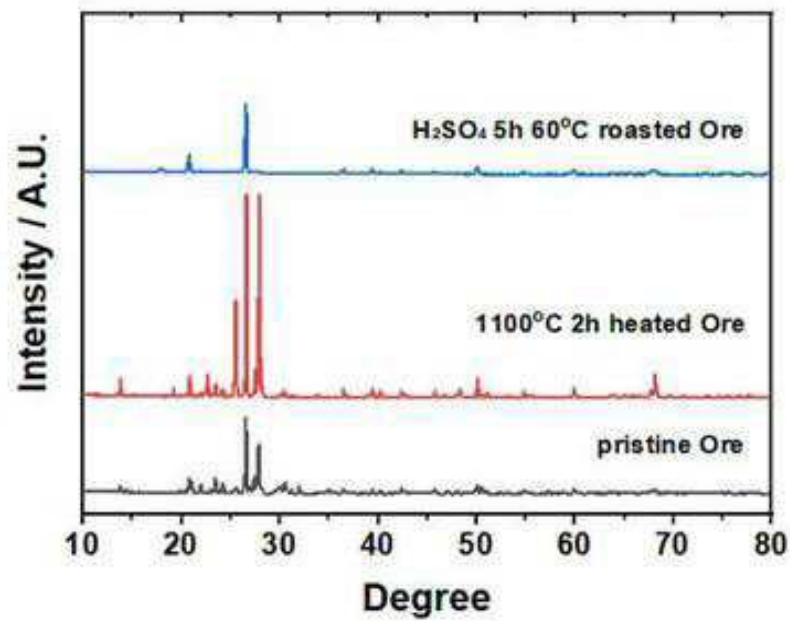
도면3



도면4



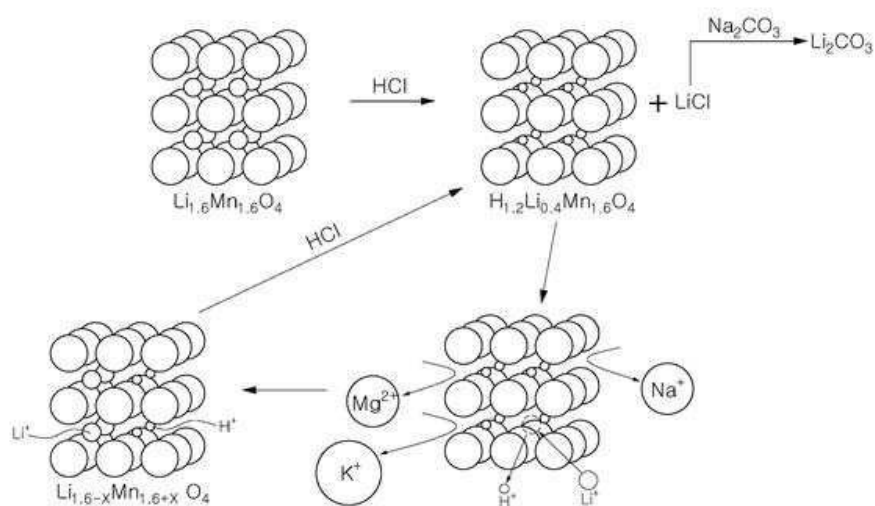
도면5



도면6

(단위: ppm)	Li	Na	K	Si	Al
pristine Ore	0.97	2.53	1.92	31.29	28.96
1100 °C heated Ore	0.94	2.48	1.87	31.27	28.80
H ₂ SO ₄ roasted Ore (filtered solution)	0.91	1.48	1.73	14.28	19.86

도면7



도면8

