(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0123689
(43) 공개일자 2013년11월13일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C22B 23/00 (2006.01) *C22B 7/00* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2012-0047006
(22) 출원일자 2012년05월03일
심사청구일자 2012년05월03일

(71) 출원인
한국기계연구원
대전광역시 유성구 가정북로 156 (장동)
(72) 발명자
이동원
경상남도 창원시 성주동 프리빌리지아파트 106-902
윤중열
경상남도 창원시 성주동 프리빌리지아파트 107-1103
이혜문
경상남도 창원시 반림동 노블파크 120동 506호
(74) 대리인
이원희

전체 청구항 수 : 총 13 항

(54) 발명의 명칭 **철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법 및 이에 사용되는 장치**

(57) 요 약

본 발명의 목적은 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법과 이에 사용되는 장치을 제공하는 데 있다. 이를 위하여 본 발명은 철-니켈 합금 스크랩을 불활성 분위기에서 가열된 마그네슘 용탕에 주입하는 단계(단계 1); 상기 용탕 내에서 철-니켈 합금 스크랩의 니켈 성분을 용해시키는 단계(단계 2); 남은 고체상 철을 제거하는 단계(단계 3); 및 니켈이 녹아있는 마그네슘 용탕으로부터 마그네슘을 기화시키는 단계(단계 4); 를 포함하는 것을 특징으로 하는 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법을 제공한다. 또한, 본 발명은 반응기; 상기 반응기 내부의 하단부에 위치하며 용탕을 담지하기 위한 용탕용기; 상기 반응기 내부에 위치하고, 반응기 내에서 상하방향으로 이동가능하며, 표면에 복수의 구멍을 포함하는 스크랩용기; 상기 반응기 하단부의 외주면에 구비되는 가열부; 상기 반응기 중단부의 외주면에 구비되는 냉각부; 상기 반응기 상부 일면에 구비되는 불활성기체 공급부; 및 상기 반응기 상부 일면에 구비되는 진공관;을 포함하는 것을 특징으로 하는 상기의 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법을 수행하기 위한 장치를 제공한다. 이로부터, 철-니켈 합금 스크랩으로부터 고순도의 니켈을 분리해 낼 수 있다.

대 표 도 - 도2



특허청구의 범위

청구항 1

철-니켈 합금 스크랩을 불활성 분위기에서 가열된 마그네슘 용탕에 주입하는 단계(단계 1);

상기 용탕 내에서 철-니켈 합금 스크랩의 니켈 성분을 용해시키는 단계(단계 2);

남은 고체상 철을 제거하는 단계(단계 3); 및

니켈이 녹아있는 마그네슘 용탕으로부터 마그네슘을 기화시키는 단계(단계 4);

를 포함하는 것을 특징으로 하는 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 상기 단계 1에서 마그네슘 용탕은 700 ~ 850 ℃로 가열되는 것을 특징으로 하는 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서, 상기 단계 2는 5 ~ 30 시간 동안 수행하는 것을 특징으로 하는 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서, 상기 단계 1 내지 단계 3은 1.1 ~ 1.5 atm의 압력범위에서 수행되는 것을 특징으로 하는 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서, 상기 단계 4는 900 ~ 1100 ℃의 온도범위에서 수행되는 것을 특징으로 하는 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서, 상기 단계 4는 10^{-6} ~ 10^{-1} torr의 압력범위에서 수행되는 것을 특징으로 하는 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서, 상기 단계 4는 5 ~ 30 시간 동안 수행하는 것을 특징으로 하는 철-니켈 스크랩으로부터 니켈 회수방법.

청구항 8

제 1 항에 있어서, 상기 단계 4에서 기화된 마그네슘을 냉각하여 응축하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 철-니켈 스크랩으로부터 니켈 회수방법.

청구항 9

반응기;

상기 반응기 내부의 하단부에 위치하며 용탕을 담지하기 위한 용탕용기;

상기 반응기 내부에 위치하고, 반응기 내에서 상하방향으로 이동가능하며, 표면에 복수의 구멍을 포함하는 스크랩용기;

상기 반응기 하단부의 외주면에 구비되는 가열부;

상기 반응기 중단부의 외주면에 구비되는 냉각부;

상기 반응기 상부 일면에 구비되는 불활성기체 공급부; 및

상기 반응기 상부 일면에 구비되는 진공관;

을 포함하는 것을 특징으로 하는 제 1 항의 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법을 수행하기 위한 장치.

청구항 10

제 9 항에 있어서, 상기 반응기 재질은 SUS-304인 것을 특징으로 하는 제 1 항의 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법을 수행하기 위한 장치.

청구항 11

제 9 항에 있어서, 상기 용탕용기 재질은 티타늄인 것을 특징으로 하는 제 1 항의 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법을 수행하기 위한 장치.

청구항 12

제 8 항에 있어서, 상기 스크랩용기는 티타늄으로 제조하는 것을 특징으로 하는 제 1 항의 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법을 수행하기 위한 장치.

청구항 13

제 9 항에 있어서, 상기 장치는 상기 반응기의 상부로부터 반응기 내부로 관통되고, 상기 스크랩용기의 일면과 결합된 스크랩용기 이동수단을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 제 1 항의 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법을 수행하기 위한 장치.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법 및 이에 사용되는 장치에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 국내에서 소비되는 니켈은 전량 수입에 의존하고 있으며 연간 수입량은 약 13만 톤에 이른다. 이에 폐기물을 적절히 처리하여 재활용하는 청정기술이 도입되는 추세이다. 고급 TV 브라운관의 섀도우 마스크로 철-니켈 페라이트가 주로 사용되고 있으며, 섀도우 마스크 화면 생성을 위하여 천공공정이 필요하게 되어, 각각의 공정에서는 니켈 페라이트 폐기물이 반드시 발생하게 된다. 또한 이의 생산공정에서 발생하는 니켈 페라이트 불량품, 스크

랩이나 천공시에 발생하는 니켈페라이트 폐기물은 산업폐기물로서 발생하고 있으나 이것은 니켈의 중요한 자원이 될 수 있다.

[0003] 고체 폐기물은 건식법처리 또는 습식법처리로 재생할 수 있는데, 건식법 처리는 다양한 금속 종류의 금속을 한번에 처리할 수 있으나 이 방법은 분진발생에 의한 대기오염을 유발하는 등 환경적 측면에서 습식법과 비교하여 단점이 있다. 이에 일반적으로 용액으로부터 니켈을 분리, 회수하는 방법으로서는 전해 석출법, 착물생성법 침전법, 환원 석출법, 결정 석출법 등이 알려져 있다.

[0004] 대한민국등록특허 제 10-0355155 호에 따르면, 철 및 니켈을 포함하는 슬러지, 합금계 주괴 등을 염산 수용액 또는 혼산 수용액에 용해시킨 다음 용매 추출법의 적용에 의해 수용액 중의 철 이온 및 니켈 이온을 각각 고순도로 분리· 회수하는 방법이 기재되어있다. 이는 상호 혼합되지 않는 2 종의 용매가 접촉할 때 특정 용질이 한쪽의 상에 녹아 평형상태가 되는 현상을 이용한 것으로, 특정 용질의 분리, 회수율이 우수한 방법이다. 그러나 이 방식은 추출 용매가 고가이고, 이것이 수용액에 일부 용해됨으로써 폐수 처리시 비용이 많이 든다는 문제점이 있다.

[0005] 미국등록특허 US 005571308 A에 따르면, Ni-Fe-Mg와 같은 마그네슘 라테라이트 광석을 황산, 염산 및 질산 등의 산에서 95℃정도의 가열상태로 용해하여 니켈을 침출시켜 분리하는 방법이 기재되어있다. 이는 상기 침출물의 일부를 재순환시키고, 남은 부분은 열가수분해하여 산화마그네슘(MgO)과 산화철(Fe_2O_3)을 생성하는데 사용하여 그 효율을 높이는 방식이다.

[0006] 논문 「함니켈 폐기물로부터 Ni의 분리·회수」에 따르면, 니켈페라이트를 알칼리 침출하고, 폐전지를 염산으로 산침출하여 침출액으로부터 용매추출법과 침전회수법을 사용하여 니켈을 회수하는 방법이 기재되어있다. 이는 용액의 pH를 조정하여 용액 내의 철 이온을 수산화철로 침전, 분리하는 방식이다.

[0007] 그러나 pH 조정에 의한 추출방법은 수산화철의 침전시 니켈 염화물도 일부 수산화철에 응집되어 침전함에 따라 고순도의 수산화철을 제조하기 어렵다는 문제점이 있다. 따라서 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈을 회수하는 방법에 대한 연구가 여전히 요구되고 있다.

[0008] 이에 본 발명의 발명자들은 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈을 회수하는 방법을 연구하던 중, 마그네슘 용탕 내에서 니켈만을 녹여낸 후 철을 제거하고 마그네슘을 기화시켜 니켈을 회수하는 방법을 개발하여 본 발명을 완성하였다.

선행기술문헌

특허문헌

[0009] (특허문헌 0001) 대한민국등록특허 제 10-0355155 호 (등록일 2002.9.19)

(특허문헌 0002) 미국등록특허 US 05571308 A (등록일 1996.11.5)

비특허문헌

[0010] (비특허문헌 0001) 김종화, 남기열, 김균,「함니켈 폐기물로부터 Ni의 분리·회수」,『화학공학의 이론과 응용』 한국화학공학회 학술발표회 논문집, 5(2)(1999),p3913

발명의 내용

해결하려는 과제

[0011] 본 발명의 목적은 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법과 이에 사용되는 장치을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0012] 이를 위하여 본 발명은 철-니켈 합금 스크랩을 불활성 분위기에서 가열된 마그네슘 용탕에 주입하는 단계(단계 1); 상기 용탕 내에서 철-니켈 합금 스크랩의 니켈 성분을 용해시키는 단계(단계 2); 남은 고체상 철을 제거하는 단계(단계 3); 및 니켈이 녹아있는 마그네슘 용탕으로부터 마그네슘을 기화시키는 단계(단계 4); 를 포함하는 것을 특징으로 하는 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법을 제공한다. 또한, 본 발명은 반응기; 상기 반응기 내부의 하단부에 위치하며 용탕을 담지하기 위한 용탕용기; 상기 반응기 내부에 위치하고, 반응기 내에서 상하방향으로 이동가능하며, 표면에 복수의 구멍을 포함하는 스크랩용기; 상기 반응기 하단부의 외주면에 구비되는 가열부; 상기 반응기 중단부의 외주면에 구비되는 냉각부; 상기 반응기 상부 일면에 구비되는 불활성기체 공급부; 및 상기 반응기 상부 일면에 구비되는 진공관;을 포함하는 것을 특징으로 하는 상기의 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법을 수행하기 위한 장치를 제공한다.

발명의 효과

[0013] 본 발명에 따르면 철-니켈 합금 스크랩을 마그네슘 용탕에 담지하여 니켈만을 선택적으로 녹여낸 후 니켈-마그네슘 용탕에서 마그네슘을 기화시켜 니켈을 분리해 내는 전 공정과 이에 사용되는 장치를 고안하여 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈을 분리해 내는 공정을 효율적으로 일체화하고, 마그네슘 용탕의 온도, 니켈의 용해시간, 마그네슘의 기화 온도, 압력 및 시간에 대한 공정조건을 설정하여 분리되는 니켈의 순도를 최대화할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0014] 도 1은 니켈 회수 반응기 및 공정 개념도이고;

도 2는 Fe-36Ni 합금 스크랩 외관의 이미지이고;

도 3은 본 발명의 실시예 1에서 회수된 니켈 외관의 이미지이고;

도 4는 본 발명의 실시예 10, 실시예 11 및 실시예 14에 따라 분리된 니켈의 x-선 회절 분석 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0015] 본 발명의 목적은 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법과 이에 사용되는 장치을 제공하는 데 있다. 이를 위하여 본 발명은 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법과 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법을 수행하기 위한 장치를 제공한다.

[0016] 본 발명에 따른 니켈 회수방법은 철-니켈 합금 스크랩을 불활성 분위기에서 가열된 마그네슘 용탕에 주입하는 단계(단계 1); 상기 용탕 내에서 철-니켈 합금 스크랩의 니켈 성분을 용해시키는 단계(단계 2); 남은 고체상 철을 제거하는 단계(단계 3); 및 니켈이 녹아있는 마그네슘 용탕으로부터 마그네슘을 기화시키는 단계(단계 4);을 포함하는 것을 특징으로 하는 니켈 회수방법을 제공한다.

[0017] 이하, 본 발명을 단계별로 상세히 설명한다.

[0018] 본 발명에 따른 니켈 회수방법에 있어서, 상기 단계 1은 철-니켈 합금 스크랩을 불활성 분위기에서 가열된 마그네슘 용탕에 주입하는 단계이다. 800 ~ 900 ℃ 부근의 액상 마그네슘으로의 니켈의 용해도는 60 ~ 70 중량퍼센트이며, 철의 용해도는 약 0.1 중량퍼센트이므로 니켈만 마그네슘 용탕에 선택적으로 녹일 수 있어서 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈과 철을 분리할 수 있다. 이때, 고온의 반응기 내에서 반응기 내부의 마그네슘 용탕 및 철-니켈 스크랩이 산화되는 것을 방지하기 위하여 불활성 분위기에서 가열한다.

[0019] 본 발명에 따른 니켈 회수방법에 있어서, 상기 단계 1에서 마그네슘 용탕은 700 ~ 850 ℃로 가열되는 것이 바람직하다. 가열 온도가 700 ℃ 미만인 경우 낮은 가열온도로 인하여 마그네슘 용탕에 니켈의 용해가 충분히 이루어지지 않는다는 문제점이 있고, 850 ℃를 초과하는 경우 용융상태의 마그네슘이 기화하여 상기단계의 조업이 어렵다는 문제점이 있다.

[0020] 본 발명에 따른 니켈 회수방법에 있어서, 상기 단계 2는 상기 용탕 내에서 철-니켈 합금 스크랩의 니켈 성분을 용해시키는 단계이다. 상기한 바와 같이 마그네슘 용탕으로 니켈의 선택적 용해성에 의하여 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈성분만이 용해된다.

[0021] 본 발명에 따른 니켈 회수방법에 있어서, 상기 단계 2는 5 ~ 30 시간 동안 수행하는 것이 바람직하다. 니켈 성분의 용해가 5 시간 미만으로 수행되는 경우 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈의 용해가 충분히 이루어지지 않아 스크랩에서의 니켈 회수량이 떨어지는 문제점이 있고, 30 시간을 초과하여 수행되는 경우 과잉 열처리에 따른 에너지가 소모된다는 문제점이 있다.

[0022] 본 발명에 따른 니켈 회수방법에 있어서, 상기 단계 3은 상기 스크랩 중 니켈성분이 용해되고 남은 고체상 철을 제거하는 단계이다. 마그네슘 용탕에서 니켈만이 선택적으로 용해되어 니켈-마그네슘 용탕이 형성되고, 상기 스크랩에서 철만 남아 니켈과 철이 분리된다. 니켈과 분리된 철은 스크랩용기를 용탕 내로부터 반응기 내 상단부로 이동시킨 후 제거할 수 있다.

[0023] 본 발명에 따른 니켈 회수방법에 있어서, 상기 단계 1 내지 단계 3은 1.1 ~ 1.5 atm의 압력범위에서 수행되는 것이 바람직하다. 상기 단계들에서 반응기 내의 압력을 1기압보다 약간 높은 범위로 가압을 하는 까닭은 반응기의 조립부분을 통해 외부의 공기가 유입되어 마그네슘 용탕 및 수거된 니켈에 불순물이 침투하는 것을 방지하고, 유입된 공기로부터 반응기 내부의 마그네슘 용탕 및 철-니켈 스크랩이 산화되는 것을 방지하기 위함이다. 압력범위가 1.1 atm 미만인 경우 반응기 내부로 외부 공기의 유입 가능성이 있다는 문제점이 있고, 1.5 atm을 초과하는 경우 높은 내부압에 의해 고온에서 반응기 변형 혹은 가스 누수의 위험 문제점이 있다.

[0024] 본 발명에 따른 니켈 회수방법에 있어서, 상기 단계 4는 니켈이 녹아있는 마그네슘 용탕으로부터 마그네슘을 기화시키는 단계이다. 니켈-마그네슘 용탕에서 마그네슘을 기화시키면 용탕용기 내부에는 니켈만 남아 최종적으로 니켈만을 분리해 낼 수 있다.

[0025] 본 발명에 따른 니켈 회수방법에 있어서, 상기 단계 4는 900 ~ 1100 ℃의 온도범위에서 수행되는 것이 바람직하다. 온도가 900 ℃ 미만인 경우 마그네슘의 기화속도가 너무 낮아 축출효율이 떨어진다는 문제점이 있고, 1100 ℃를 초과하는 경우 반응기가 반응기 자체에서 연화 및 변형이 나타날 수도 있다는 문제점이 있다.

[0026] 본 발명에 따른 니켈 회수방법에 있어서, 상기 단계 4는 10^{-6} ~ 10^{-1} torr의 압력범위에서 수행되는 것이 바람직

하다. 기존의 범용 확산펌프와 기계식 펌프가 낼 수 있는 일반적인 진공도가 10^{-6} ~ 10^{-1}이므로 압력범위가 10^{-6} torr 미만인 경우 고가의 고성능 진공장치를 설치하여야 하는 문제점이 있고, 10^{-1} torr 이상인 경우 기계식 펌프의 진공도를 억제하기 위한 추가 장치가 필요하다는 문제점이 있다.

[0027] 본 발명에 따른 니켈 회수방법에 있어서, 상기 단계 4는 5 ~ 30 시간 동안 수행하는 것이 바람직하다. 마그네슘의 기화가 5 시간 미만으로 수행되는 경우 니켈-마그네슘 용탕에서 마그네슘이 기화하여 니켈을 분리해 내는 과정이 충분히 이루어지지 않아 니켈 회수량이 떨어지는 문제점이 있고, 30 시간을 초과하여 수행되는 경우 불필요한 에너지가 소모된다는 문제점이 있다.

[0028] 본 발명에 따른 니켈 회수방법은 상기 단계 4에서 기화된 마그네슘을 냉각하여 응축하는 단계를 더 포함하는 것이 바람직하다. 기화된 마그네슘은 반응기 외주면의 냉각부에 의해 냉각된 반응기 내주면의 중단부에서 응축하므로 니켈-마그네슘 용탕에서 마그네슘을 분리할 수 있다. 이를 통하여 니켈뿐만 아니라 고순도의 마그네슘을 얻을 수 있으므로, 분리한 고순도의 마그네슘은 이후에 마그네슘 용탕을 제조하는 공정에서 재사용될 수 있어 공정운행 상 경제적이다.

[0029] 또한, 본 발명은

[0030] 반응기;

[0031] 상기 반응기 내부의 하단부에 위치하며 용탕을 담지하기 위한 용탕용기;

[0032] 상기 반응기 내부에 위치하고, 반응기 내에서 상하방향으로 이동가능하며, 표면에 복수의 구멍을 포함하는 스크랩용기;

[0033] 상기 반응기 하단부의 외주면에 구비되는 가열부; 상기 반응기 중단부의 외주면에 구비되는 냉각부;

[0034] 상기 반응기 상부 일면에 구비되는 불활성기체 공급부; 및 상기 반응기 상부 일면에 구비되는 진공관;을 포함하는 것을 특징으로 하는 니켈 회수방법을 수행하기 위한 장치를 제공한다.

[0035] 본 발명에 따른 철-니켈 합금 스크랩으로부터 니켈 회수방법을 수행하기 위한 장치는 도 1을 통해 상세히 설명한다.

[0036] 도 1을 참조하면, 본 발명에 따른 장치는 내부에서 마그네슘 용탕을 가열하여 니켈만을 선택적으로 용해한 후 마그네슘을 기화시켜 니켈을 분리해낼 수 있는 반응기(1)를 포함한다. 이때, 상기 반응기 재질은 SUS-304인 것이 바람직하다. SUS-304는 스테인레스 소재로, 가장 널리 사용되는 강종이고 니켈이 함유되어 크롬계보다 한층 뛰어난 내식성, 내열성 및 저온에서 강한 특징이 있으며, 기계적 성질이 양호하고 가공성이 좋다. 또한, 열처리를 통해 경화되거나 자성을 띠지 않으므로 반응기를 SUS-304 재질로 제조하는 것이 바람직하다.

[0037] 본 발명에 따른 장치는 상기 반응기 상부 일면에 불활성기체를 공급할 수 있는 가스관(7)과 공급한 가스를 제거하는 진공관(8)을 포함한다. 상기 가스관(7)과 진공관(8)을 통해 불활성기체의 공급과 진공을 번갈아가며 제공하여 반응기 내부의 불순물을 제거하고, 최종적으로 불활성기체를 주입하여 공정과정에서의 압력을 1.1 ~ 1.5 atm으로 유지함으로써 반응기의 조립부분을 통해 외부의 공기가 유입되는 것을 방지할 수 있다.

[0038] 본 발명에 따른 장치는 반응기 내부에 하단부에 마그네슘 용탕을 담지하기 위한 용탕용기(3)를 구비하고, 반응기(1) 내에서 마그네슘 용탕용기(3) 내부로부터 반응기의 상단부까지 상하방향으로 이동가능하며, 표면에 복수의 구멍을 포함하는 스크랩용기(5)를 포함한다. 이때, 상기 용탕용기의 재질은 티타늄인 것이 바람직하다. 용탕용기를 철강소재로 취할 경우 마그네슘 용탕 내로 미량의 불순물이 혼입될 가능성이 높다. 티타늄과 마그네슘

간의 상호 용해도는 0.01 중량퍼센트 이하로 극히 낮아서, 반응기 하단부 내부에 티타늄 소재의 용탕용기를 이용하여 마그네슘을 용해함으로써 용기 소재로부터 불순물 혼입되어 마그네슘 용탕이 오염될 가능성을 최소화할 수 있다. 용탕용기를 철강소재로 취할 경우, 보통의 연강 및 스테인레스 소재에는 탄소, 규소 크롬 혹은 망간 등의 성분이 함유되어있고 이들의 액상 마그네슘으로의 용해도는 800 ~ 1000 ℃ 온도범위에서 수 중량퍼센트까지 이르므로, 마그내슘 용탕 내로 미량의 불순물이 혼입될 가능성이 크다는 문제점이 있다.

[0039] 본 발명에 따른 장치에 있어서, 상기 스크랩용기는 티타늄으로 제조하는 것이 바람직하다. 티타늄과 마그네슘 간의 상호 용해도는 0.01 중량퍼센트 이하로 극히 낮아서, 마그네슘 용탕 내로 장입되어야 하는 스크랩용기를 제조할 때 티타늄을 이용함으로써 스크랩용기 소재로부터 불순물 혼입에 의한 마그네슘 오염을 최소화할 수 있다. 스크랩용기를 철강소재로 취할 경우, 보통의 연강 및 스테인레스 소재에는 탄소, 규소 크롬 혹은 망간 등의 성분이 함유되어있고 이들의 액상 마그네슘으로의 용해도는 800 ~ 1000 ℃ 온도범위에서 수 중량퍼센트까지 이르므로, 마그네슘 용탕 내로 미량의 불순물이 혼입될 가능성이 크다는 문제점이 있다.

[0040] 본 발명에 따른 장치에 있어서, 상기 반응기의 상부로부터 반응기 내부로 관통되고, 상기 스크랩용기의 일면과 결합된 스크랩용기의 이동수단을 더 포함하는 것이 바람직하다. 상기 이동수단을 이용하여 철-니켈 합금 스크랩을 마그네슘 용탕에 담지하여 용탕 내에서 니켈을 용해하고, 스크랩용기(5)를 반응기 내부의 상단부로 이동시킴으로써 철-니켈 합금 스크랩에서 남은 고체상 철을 제거할 수 있다.

[0041] 본 발명에 따른 장치는 반응기 외주면의 하단부에 가열부(2)를 포함하고, 외주면의 중단부에 냉각수를 주입할 수 있는 주입구(11)와 냉각수를 배출할 수 있는 배출구(12)를 포함하는 냉각부가 구비된다. 반응기 외주면의 하단부에 구비된 가열부에서 발열체를 이용하여 반응기 하단부의 마그네슘 용탕을 가열하여 철-니켈 합금 스크랩에서 니켈을 용해시킨 후, 남은 고체상 철을 제거하면 마그네슘-니켈 혼합용탕이 생성된다. 가열부의 발열체는 슈퍼칸탈을 사용할 수 있다. 반응기 외주면의 중단부에 주입구(11)로 냉각수를 주입하면, 반응기 중단부의 냉각부에서 마그네슘-니켈 혼합 용탕에서 기화한 마그네슘이 냉각되어 응축하므로 마그네슘-니켈 혼합용탕에서 니켈을 분리해 낼 수 있다.

[0042] 이하 본 발명을 실시예를 통하여 더욱 구체적으로 설명한다. 단, 하기 실시예들은 본 발명의 설명을 위한 것일 뿐 본 발명의 범위가 하기 실시예에 의하여 한정되는 것은 아니다.

[0043] <실시예 1> Fe-36Ni 금속 스크랩으로부터 Ni의 회수 1

[0044] 단계 1: 실온에서 직경 100 ㎜, 높이 150 ㎜의 SUS-304 소재의 원통형 반응기의 상부 일면에 구비된 불활성기체 공급부와 반응기 상부 일면에 구비된 진공관을 통해 진공상태 조성과 아르곤가스주입을 5회에 걸쳐 번갈아 수행하고, 최종적으로 1.1 atm의 아르곤 분위기를 조성하였다. 이후 반응기 하단부의 외주면에 구비된 가열부의 수퍼칸탈을 이용하여 반응기 내부 하단에 티타늄소재의 용탕용기에 담긴 마그네슘 1kg을 700℃로 가열하여 용해한 후, Fe-36Ni 1kg을 티타늄소재의 스크랩용기에 담아 마그네슘 용탕 안으로 주입하였다. 상기 Fe-36Ni 합금 스크랩의 외관을 도 2에 나타내었다.

[0045] 단계 2: 1.1 atm의 아르곤 분위기에서 5시간동안 Fe-36Ni에 포함되는 니켈을 마그네슘 용탕에 용해시켰다.

[0046] 단계 3: 마그네슘이 용융된 용탕용기 내부에 장입되어있던 스크랩용기를 반응기 내부의 상단부로 이동시켜 니켈이 용해된 후 남은 고체상 철을 제거하였다.

[0047] 단계 4: 반응기를 1000 ℃로 승온하고, 10^{-5} torr로 감압하여 진공처리하여 10시간 동안 마그네슘을 기화시켰다. 이때, 반응기 중단부의 외주면에 구비된 냉각부에 상온의 냉각수를 흘려보내어 반응기 내부의 중단부를 냉각하여 기화된 마그네슘이 반응기 내부의 중단부에서 응축되었다. 상기와 같은 방법으로 마그네슘 용탕이 기화되어 니켈을 회수하였다. 상기 회수된 니켈의 외관을 도 3에 나타내었다.

[0048] <실시예 2-21> Fe-36Ni 금속 스크랩으로부터 Ni의 회수 2-21

[0049] 본 발명의 실시예 1에서 단계 1 내지 단계 2의 온도와 시간, 단계 4의 온도, 압력 및 시간을 하기 표 1과 같이 수행한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 니켈을 회수하였다.

표 1

[0050]

	단계 1-2	단계 2	단계 4		
	온도(℃)	시간(hr)	온도(℃)	압력(torr)	시간(hr)
실시예 1	700	5	1000	10^{-5}	10
실시예 2	700	10	1000	10^{-5}	10
실시예 3	700	24	1000	10^{-5}	10
실시예 4	750	5	1000	10^{-5}	10
실시예 5	750	10	1000	10^{-5}	10
실시예 6	750	24	1000	10^{-5}	10
실시예 7	800	5	1000	10^{-5}	10
실시예 8	800	10	900	10^{-2}	10
실시예 9	800	10	900	10^{-5}	10
실시예 10	800	10	1000	10^{-2}	10
실시예 11	800	10	1000	10^{-2}	5
실시예 12	800	10	1000	10^{-2}	10
실시예 13	800	10	1000	10^{-5}	24
실시예 14	800	10	1000	10^{-5}	5
실시예 15	800	10	1000	10^{-5}	10
실시예 16	800	10	1100	10^{-2}	24
실시예 17	800	10	1100	10^{-5}	10
실시예 18	800	24	1000	10^{-5}	10
실시예 19	850	5	1000	10^{-5}	10
실시예 20	850	10	1000	10^{-5}	10
실시예 21	850	24	1000	10^{-5}	10

[0051] <실험예 1> 분리된 니켈 회수량 및 니켈 내의 잔류 마그네슘의 양 비교

[0052] 본 발명에 따른 실시예 1 내지 실시예 21에서 1 kg의 Fe-36Ni 합금 스크랩에대한 니켈 회수량을 알아보기 위하여 저울을 이용하여 분리된 니켈의 무게를 측정하였고, 합금 스크랩에 대한 니켈의 양을 중량퍼센트로 계산하였다. 또한, 분리된 니켈에서의 잔류 마그네슘량을 알아보기 위하여 주사전자현미경(SEM, JEOL, MT110JSM-5600LV)에서 니켈과 마그네슘의 성분비율을 분석하여, 분리된 니켈에서 마그네슘 함량을 조사하였고, 분리된 니켈에 대한 마그네슘의 양을 중량퍼센트로 계산하였고, 그 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

표 2

[0053]

	분리된 Ni에서의 잔류 Mg (중량%)	Fe-36Ni 합금 스크랩에서 Ni회수량(중량%)
실시예 1	0.7	74.3
실시예 2	0.4	80.5
실시예 3	0.4	86.2
실시예 4	0.3	80.7
실시예 5	0.6	85.3
실시예 6	0.4	88.4
실시예 7	1.2	93.6
실시예 8	9.0	98.9
실시예 9	1.3	98.9
실시예 10	8.1	99.0
실시예 11	3.2	99.2
실시예 12	1.5	99.0
실시예 13	1.2	99.3
실시예 14	0.5	99.1
실시예 15	0.2	99.3
실시예 16	0.5	99.1
실시예 17	0.2	99.3
실시예 18	0.1	99.0
실시예 19	0.5	99.7
실시예 20	0.3	99.4
실시예 21	0.1	99.6

[0054] <실험예 2> 용해공정에 따른 니켈 회수량 비교 1

[0055] 용해공정에서의 온도 증가에 따른 니켈 회수량에 대해 알아보기 위하여, 용해 온도를 제외하고는 동일한 용해조건에서 회수된 본 발명에 따른 실시예들의 니켈 회수량을 비교하였다.

[0056] 본 발명의 실시예 1, 실시예 4, 실시예 7, 실시예 19를 비교하면, 마그네슘 용탕에서 합금 스크랩의 용해가 5시간 동안 700, 750, 800, 850 ℃의 온도로 수행되는 것을 제외하고는 동일한 방법으로 니켈을 회수하였는데, 이때 니켈의 회수량이 74.3, 80.8, 93.6, 99.7 중량퍼센트로 증가하는 것을 확인할 수 있다.

[0057] 본 발명의 실시예 2, 실시예 5, 실시예 14, 실시예 20을 비교하면, 마그네슘 용탕에서 합금 스크랩의 용해가 10시간 동안 700, 750, 800, 850 ℃의 온도로 수행되는 것을 제외하고는 동일한 방법으로 니켈을 회수하였는데, 이때 니켈의 회수량이 80.5, 85.3, 99.1, 99.4 중량퍼센트로 증가하는 것을 확인할 수 있다.

[0058] 본 발명의 실시예 3, 실시예 6, 실시예 15, 실시예 21을 비교하면, 마그네슘 용탕에서 합금 스크랩의 용해가 24시간 동안 700, 750, 800, 850 ℃의 온도로 수행되는 것을 제외하고는 동일한 방법으로 니켈을 회수하였는데, 이때 니켈의 회수량이 86.2, 88.4, 99.3, 99.6 중량퍼센트로 증가하는 것을 확인할 수 있다.

[0059] 이를 통해, 마그네슘 용탕에 합금 스크랩을 용해하는 공정에서의 온도가 증가할수록 니켈의 회수량이 증가한다는 것을 알 수 있다. 또한, 용해시간이 길어질수록 니켈의 회수량이 증가하는 것을 알 수 있다.

[0060] <실험예 3> 용해공정에 따른 니켈 회수량 비교 2

[0061] 용해공정에서의 용해 시간 증가에 따른 니켈 회수량에 대해 알아보기 위하여, 용해 시간을 제외하고는 동일한 용해조건에서 회수된 본 발명에 따른 실시예들의 니켈 회수량을 비교하였다.

[0062] 본 발명의 실시예 1 내지 실시예 3을 비교하면, 마그네슘 용탕에서 합금 스크랩의 용해가 700 ℃에서 5, 10, 24시간으로 증가하는 것을 제외하고는 동일한 방법으로 니켈을 회수하였는데, 이때 니켈의 회수량이 74.3, 80.5, 86.2 중량퍼센트로 증가하는 것을 확인할 수 있다.

[0063] 본 발명의 실시예 4 내지 실시예 6을 비교하면, 마그네슘 용탕에서 합금 스크랩의 용해가 750 ℃에서 5, 10, 24시간으로 증가하는 것을 제외하고는 동일한 방법으로 니켈을 회수하였는데, 이때 니켈의 회수량이 80.8, 85.3,

88.4 중량퍼센트로 증가하는 것을 확인할 수 있다.

[0064] 본 발명의 실시예 7, 실시예 14 및 실시예 18을 비교하면, 마그네슘 용탕에서 합금 스크랩의 용해가 800 ℃에서 5, 10, 24 시간으로 증가하는 것을 제외하고는 동일한 방법으로 니켈을 회수하였는데, 이때 니켈의 회수량이 93.6, 99.1, 99.0 중량퍼센트로 변화하는 것을 확인할 수 있다.

[0065] 본 발명의 실시예 19 내지 실시예 21을 비교하면, 마그네슘 용탕에서 합금 스크랩의 용해가 850 ℃에서 5, 10, 24 시간으로 증가하는 것을 제외하고는 동일한 방법으로 니켈을 회수하였는데, 이때 니켈의 회수량이 99.7, 99.4, 99.6 중량퍼센트로 변화하는 것을 확인할 수 있다.

[0066] 이때, 용해 온도가 700℃ 또는 750 ℃인 경우에는 용해시간에 따라 니켈의 회수량이 증가하나, 용해 온도가 800 ℃ 또는 850 ℃인 경우에는 용해시간이 증가함에 따라 니켈의 회수량이 증가하지 않는 것을 알 수 있다. 이를 통해, 니켈의 회수량이 일정온도 이상에서는 용해 시간에 영향을 받지 않는다는 것을 확인할 수 있다.

[0067] <실험예 4> 분리된 니켈에서 잔류 마그네슘의 양 비교 1

[0068] 마그네슘 기화 공정에서의 압력에 따른 잔류 마그네슘의 양에 대해 알아보기 위하여, 마그네슘 기화 공정에서의 압력을 제외하고는 동일한 조건에서 회수된 니켈에서 잔류 마그네슘 양을 비교하였다.

[0069] 본 발명의 실시예 9와 실시예 10을 비교하면, 단계 4의 마그네슘의 기화가 900℃에서 10 시간 동안 10^{-2} torr와 10^{-5} torr의 압력에서 수행되는 것을 제외하고는 동일한 조건에서 니켈을 회수하였는데 이때 분리된 니켈에서 잔류 마그네슘의 양이 압력이 증가함에 따라 9.0에서 1.3 중량퍼센트로 감소하였다.

[0070] 본 발명의 실시예 11과 실시예 14를 비교하면, 단계 4의 마그네슘의 기화가 1000℃에서 10 시간 동안 10^{-2} torr와 10^{-5} torr의 압력에서 수행되는 것을 제외하고는 동일한 조건에서 니켈을 회수하였는데 이때 분리된 니켈에서 잔류 마그네슘의 양이 압력이 증가함에 따라 3.2에서 0.5 중량퍼센트로 감소하였다.

[0071] 본 발명의 실시예 11과 실시예 14를 비교하면, 단계 4의 마그네슘의 기화가 1100℃에서 10 시간 동안 10^{-2} torr와 10^{-5} torr의 압력에서 수행되는 것을 제외하고는 동일한 조건에서 니켈을 회수하였는데 이때 분리된 니켈에서 잔류 마그네슘의 양이 압력이 증가함에 따라 0.5에서 0.2 중량퍼센트로 감소하였다.

[0072] 이를 통해, 분리된 니켈에서 잔류 마그네슘의 양은 본 발명의 단계 4에서 마그네슘이 기화할 때 압력이 낮을수록 기화가 잘 일어나 분리된 니켈 내부의 잔류마그네슘 비율이 감소하는 것을 알 수 있다.

[0073] <실험예 5> 분리된 니켈에서 잔류 마그네슘의 양 비교 2

[0074] 마그네슘 기화 공정에서의 가열 온도에 따른 잔류 마그네슘의 양에 대해 알아보기 위하여, 마그네슘 기화 공정에서의 가열 온도를 제외하고는 동일한 조건에서 회수된 니켈에서 잔류 마그네슘 양을 비교하였다.

[0075] 본 발명의 실시예 8, 실시예 11 및 실시예 16을 비교하면, 단계 4의 마그네슘의 기화가 10^{-2} torr의 압력에서 10 시간 동안 900, 1000 및 1100 ℃의 온도로 수행되는 것을 제외하고는 동일한 조건에서 니켈을 회수하였는데, 이때 잔류 마그네슘의 양이 9.0, 3.2, 0.5로 감소하는 것을 확인할 수 있다.

[0076] 본 발명의 실시예 9, 실시예 14 및 실시예 17을 비교하면, 단계 4의 마그네슘의 기화가 10^{-5} torr의 압력에서 10 시간 동안 900, 1000 및 1100 ℃의 온도로 수행되는 것을 제외하고는 동일한 조건에서 니켈을 회수하였는데, 이때 잔류 마그네슘의 양이 1.3, 0.5, 0.2로 감소하는 것을 확인할 수 있다.

[0077] 이를 통해, 마그네슘이 기화할 때 온도가 높을수록 기화가 잘 일어나 분리된 니켈 내부의 잔류 마그네슘 비율이 감소하는 것을 알 수 있다.

[0078] <실험예 6> 분리된 니켈에서 잔류 마그네슘의 양 비교 3

[0079] 마그네슘 기화 공정에서의 가열 온도에 따른 잔류 마그네슘의 양에 대해 알아보기 위하여, 마그네슘 기화 공정

에서의 가열 온도를 제외하고는 동일한 조건에서 분리된 니켈에서 잔류 마그네슘 양을 비교하였다.

[0080] 본 발명의 실시예 10, 실시예 11 및 실시예 14에 따라 분리된 니켈을 x-선 회절기를 이용하여 x-선 회절 분석을 수행하였으며, 그 결과를 도 4에 나타내었다.

[0081] 도 4에 따르면, 본 발명의 실시예 10의 경우 니켈과 함께 마그네슘의 결정이 미량 검출됨을 확인할 수 있고, 본 발명의 실시예 11의 경우 실시예 10의 경우보다 더 소량의 마그네슘의 결정이 검출됨을 확인할 수 있으며, 본 발명의 실시예 14의 경우 마그네슘 결정의 검출이 거의 없는 고순도의 니켈이 분리됨을 확인할 수 있다.

[0082] 이를 통해, 본 발명의 실시예 14와 같이 10^{-5} torr의 고 진공상태에서 10 시간 이상 동안 마그네슘을 기화하여야 마그네슘 결정의 검출이 거의 없는 고순도의 니켈을 분리할 수 있음을 알 수 있다.

부호의 설명

[0083] 1: 반응기

2: 발열체

3: 마그네슘 용탕 용기

4: 마그네슘 용탕 용기 내부의 마그네슘 용탕

5: 스크랩용기

6: 철-니켈 합금스크랩

7: 아르곤 가스관

8: 진공관

9: 마그네슘-니켈 합금 용탕

10: 철 스크랩

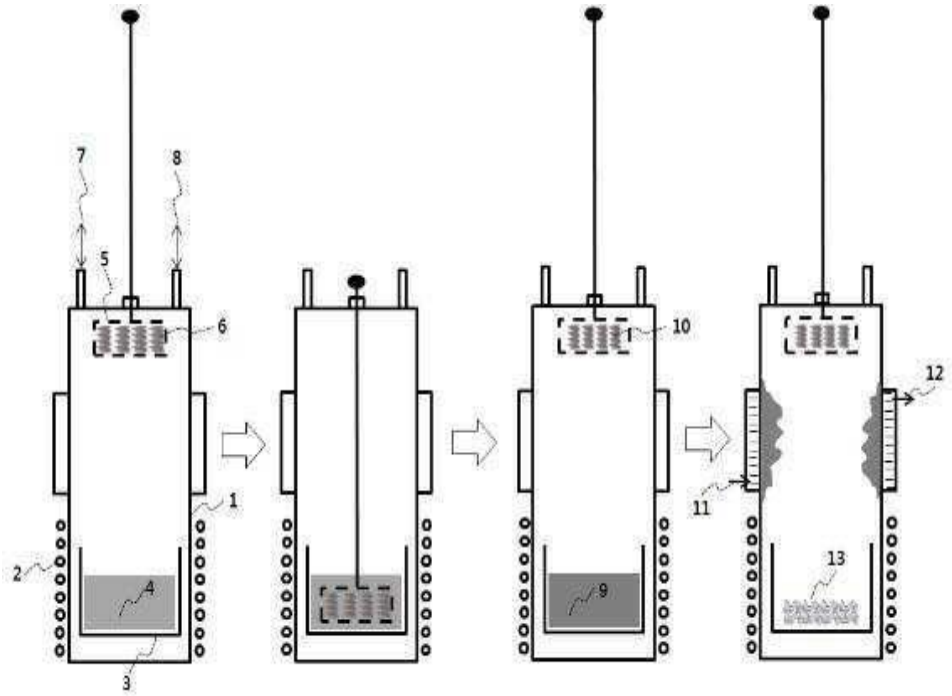
11: 냉각수 주입구

12: 냉각수 배출구

13: 분리된 니켈

도면

도면1



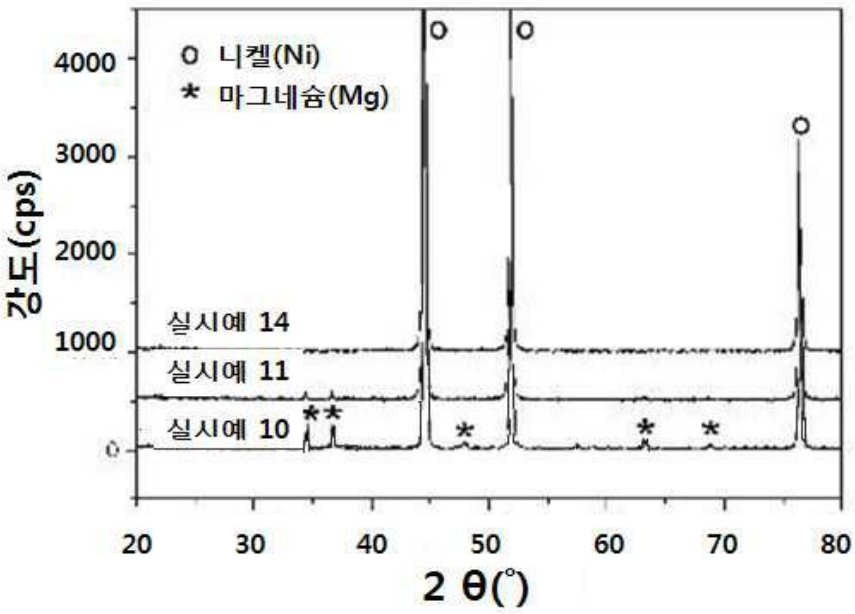
도면2



도면3



도면4


o 니켈(Ni)
* 마그네슘(Mg)
실시예 14
실시예 11
실시예 10
강도(cps)
4000
3000
2000
1000
0
20
30
40
50
60
70
80
2 θ(°)