

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국



(10) 국제공개번호

(43) 국제공개일
2018년 9월 7일 (07.09.2018)

WIPO | PCT

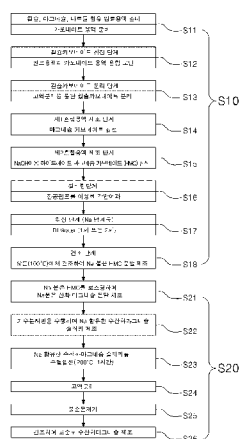
WO 2018/159986 A1

- (51) 국제특허분류:
C01F 5/16 (2006.01) C01F 5/06 (2006.01)
C01F 5/14 (2006.01)
- (21) 국제출원번호: PCT/KR2018/002408
- (22) 국제출원일: 2018년 2월 27일 (27.02.2018)
- (25) 출원언어: 한국어
- (26) 공개언어: 한국어
- (30) 우선권정보:
10-2017-0026075 2017년 2월 28일 (28.02.2017) KR
10-2018-0022712 2018년 2월 26일 (26.02.2018) KR
- (71) 출원인: 전남대학교산학협력단 (INDUSTRY FOUNDATION OF CHONNAM NATIONAL UNIVERSITY) [KR/KR]; 61186 광주광역시 북구 용봉로 77, Gwangju (KR).
- (72) 발명자: 김명준 (KIM, Myong Jun); 61064 광주광역시 북구 서하로94번길 10, 101동 1505호, Gwangju (KR). 트란탐 (TRAN, Tam); 61186 광주광역시 북구 용봉로 77 전남대학교 생활관7 201B, Gwangju (KR).
- (74) 대리인: 특허법인 아이엠 (IAM PATENT & LAW FIRM); 06135 서울시 강남구 봉은사로 224, 402호 (역삼동, 혜전빌딩), 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, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KW, 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, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(54) Title: METHOD FOR PREPARING HIGH-PURITY MAGNESIUM HYDROXIDE

(54) 발명의 명칭: 고순도 수산화마그네슘의 제조방법



(57) Abstract: The present invention relates to a method for preparing high-purity magnesium hydroxide ($Mg(OH)_2$) and, more specifically, to a method for preparing high-purity magnesium hydroxide together with the preparation of hydrated magnesium carbonate (HMC) from a raw material solution containing calcium, magnesium, and sodium. According to the present invention, magnesium hydroxide with a high purity of 99.5% or higher, together with the preparation of hydrated magnesium carbonate, can be prepared from a raw material solution containing magnesium and sodium, thereby creating high-added values of resources.

(57) 요약서: 본 발명은 고순도 수산화마그네슘의 제조방법의 제조방법에 대한 것으로, 보다 구체적으로는 칼슘, 마그네슘 및 나트륨을 함유하는 원료 용액으로부터 하이드레이트 마그네슘 카보네이트(HMC: Hydrated Magnesium Carbonate)를 제조함과 함께, 고순도의 수산화마그네슘($Mg(OH)_2$)을 제조하는 방법에 관한 것이다. 본 발명에 의하면 본 발명에 의하면 마그네슘 및 나트륨을 함유하는 원료 용액으로부터 하이드레이트 마그네슘 카보네이트를 제조함과 함께, 99.5% 이상의 고순도의 수산화마그네슘을 제조할 수 있으므로 자원의 고부가가치를 창출할 수 있는 효과가 있다.

- S11 ... Prepare calcium-, magnesium-, and sodium-containing raw material solution/ Prepare carbonate solution
S12 ... Calcium carbonate precipitation step/ Mix and agitate raw material solution and carbonate solution
S13 ... Calcium carbonate separation step/ Separate calcium carbonate through solid-liquid separation
S14 ... First mixture solution preparation step/ Precipitate magnesium carbonate
S15 ... Second mixture solution preparation step/ Precipitate hydrated magnesium carbonate (HMC) using NaOH
S16 ... Filtering step/ Filter under reduced pressure using vacuum pump
S17 ... Washing step (Na left)/ DI Water (once or twice)
S18 ... Drying step/ Dry in oven (100°C) to prepare HMC powder with Na attached thereto
S21 ... React HMC with Na attached thereto to prepare magnesium oxide powder with Na attached thereto
S22 ... Perform hydrolysis reaction to prepare magnesium hydroxide slurry containing Na
S23 ... Perform hydrothermal synthesis on magnesium hydroxide slurry containing Na (200°C, 1 hour)
S24 ... Solid-liquid separation
S25 ... Impurity removal
S26 ... Prepare high-purity magnesium hydroxide through drying

[다음 쪽 계속]

WO 2018/159986 A1

공개:

- 국제조사보고서와 함께 (조약 제21조(3))
- 청구범위 보정 기한 만료 전의 공개이며, 보정서를 접수하는 경우 그에 관하여 별도 공개함 (규칙 48.2(h))

명세서

발명의 명칭: 고순도 수산화마그네슘의 제조방법

기술분야

- [1] 본 발명은 고순도 수산화마그네슘의 제조방법의 제조방법에 대한 것으로, 보다 구체적으로는 칼슘, 마그네슘 및 나트륨을 함유하는 원료 용액으로부터 하이드레이트 마그네슘 카보네이트(HMC: Hydrated Magnesium Carbonate)를 제조함과 함께, 고순도의 수산화마그네슘($\text{Mg}(\text{OH})_2$)을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

- [2] 마그네슘(Mg)과 그 화합물은 단열 및 건축자재, 농산물, 화학 및 기타 산업에 응용되어 사용되어 왔다. 전 세계의 마그네슘 생산량은 자동차산업에서 마그네슘 합금수요의 증가로 429,000tpa를 뛰어넘어 매년 증가하고 있는 추세이다. 마그네슘을 포함한 광물은 마그네사이트, 백운석, 블루사이트, 사문석 등으로 이용할 수 있는데, 이것들은 주로 내화물 또는 농산물로 가공되어 사용되어 진다.
- [3] 고순도 마그네슘 제품은 해수와 간수 및 염수로부터 가공될 수 있다. 해수는 약 1~1.3g/L의 마그네슘을 포함하고 있고, 전 세계의 염수 및 간수에 존재하는 마그네슘베어링의 원료는 수십억톤으로 추정된다. 고순도 산화마그네슘(MgO)는 특히 식품 및 의약품에 사용되어지고, 수산화마그네슘($\text{Mg}(\text{OH})_2$)와 하이드레이트마그네슘카보네이트(Hydrated Magnesium Carbonate)는 가장 좋은 화재 진압제 중 하나로 여겨진다. 특히, 상기 수산화마그네슘은 화학적 특징을 이용한 제산제, 염화비닐의 안정제, 완화제, 배연 탈황제, 산화마그네슘 비료, 식품첨가물 등으로 사용될 수 있으며, 물리적 특징을 살린 수지의 난연제 등으로도 사용될 수 있다.
- [4] 마그네사이트와 같은 마그네슘 광물은 충분히 오랜 시간동안 하소하거나 녹여서 주로 내화제로 쓰이는 마그네시아나 산화마그네슘을 생산하기 위해 처리되고, 화재진압제의 첨가물, 의약품, 식품 첨가제에 사용되는 마그네슘 클로라이드와 하이드록옥사이드는 대부분 염수와 간수로부터 생산된다.
- [5] 돌로마이트 및 마그네사이트로부터 산화마그네슘을 제조하는 방법으로는 돌로마이트 및 마그네사이트를 산화마그네슘과 산화칼슘으로 배소 후 해수 및 염산을 이용하여 염화마그네슘을 제조 후 결정수 제거를 하는 방법이 있다. 상기 방법은 염화마그네슘 제조 중 산화칼슘의 선택적 분리가 이루어지지 않으며, 결정수 제거와 같은 공정이 필요하여 경제성이 떨어지는 문제점이 있다.
- [6] 수산화마그네슘을 제조하는 방법으로는 슬러리 형태의 수산화마그네슘에 반응첨가물을 첨가한 후 수열처리하여 제조하는 방법이 있다. 이러한 수산화마그네슘 슬러리는 탄산마그네슘(MgCO_3) 광석을 소성하고 분쇄하여

얻은 산화마그네슘 분말에 다량의 물과 수화촉진제 등을 혼합하고 교반하여 산화마그네슘을 수화시킴으로써 얻을 수 있다. 하지만 상기 방법 역시 산화마그네슘 분말 및 수산화마그네슘 슬러리를 얻어냄에 있어 고에너지가 필요하여 경제성이 떨어지는 문제점이 있다.

- [7] 따라서 저비용의 공정으로 고부가가치를 창출할 수 있는 고순도의 마그네슘 화합물의 제조방법에 대한 연구가 요구되고 있는 실정이다.

발명의 상세한 설명

기술적 과제

- [8] 본 발명자들은 이러한 문제점을 해결하기 위하여 연구 노력한 결과 하이드레이트 마그네슘 카보네이트(HMC: Hydrated Magnesium Carbonate)으로부터 고순도 수산화마그네슘을 제조하는 방법을 개발함으로써 본 발명을 완성하였다.
- [9] 따라서, 본 발명의 목적은 칼슘, 마그네슘 및 나트륨을 함유하는 원료 용액으로부터 하이드레이트 마그네슘 카보네이트를 제조함과 함께, 별도의 반응 첨가물 없이 수열합성을 이용하여 99.9% 이상의 고순도의 수산화마그네슘을 제조할 수 있는 제조방법을 제공하는 것이다.
- [10] 또한 본 발명의 다른 목적은 수열합성 과정에서 산화마그네슘 분말에 별도의 반응첨가물을 첨가하지 않고 수산화마그네슘의 육각판상 결정성을 크게 향상시킬 수 있는 저비용의 고순도 수산화마그네슘 제조방법을 제공하는 것이다.
- [11] 본 발명의 목적은 이상에서 언급한 목적으로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 목적들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제 해결 수단

- [12] 상술된 본 발명의 목적을 달성하기 위해 본 발명은 칼슘, 마그네슘 및 나트륨 함유 원료 용액과 카보네이트 용액을 준비하는 용액준비단계와, 상기 원료 용액과 상기 카보네이트용액을 혼합하고 교반하여 칼슘카보네이트 및 마그네슘카보네이트를 침전시키는 칼슘카보네이트침전단계와, 침전된 상기 칼슘카보네이트 및 상기 마그네슘카보네이트를 제거하는 칼슘카보네이트분리단계와, 상기 칼슘카보네이트가 제거된 원료 용액과 카보네이트용액을 혼합하고 교반하여 마그네슘카보네이트를 침전시키는 제1혼합용액제조단계와, 상기 제1혼합용액에 수산화물용액을 혼합하고 교반하여 나트륨이 붙어 있는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트(HMC: Hydrated Magnesium Carbonate)를 침전시키는 제2혼합용액제조단계와, 상기 제2혼합용액을 필터링하여 침전물을 분리하는 필터링단계와, 분리된 침전물에 붙은 불순물 중 나트륨을 제외한 불순물을 제거하기 위해 워싱(washing)하는 워싱단계와, 워싱된 침전물을 오븐에서 건조하여 나트륨이 붙어 있는

하이드레이트 마그네슘 카보네이트($4(\text{MgCO}_3)\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) 분말을 제조하는 건조단계와, 상기 하이드레이트 마그네슘 카보네이트 분말을 450 내지 600°C 범위의 일정 온도에서 로스팅하여 나트륨이 붙어 있는 산화마그네슘(MgO) 분말을 제조하는 산화마그네슘분말 제조단계와, 상기 나트륨이 붙어 있는 산화마그네슘 분말에 물을 첨가하고 가수분해반응을 수행하여 나트륨을 함유하는 수산화마그네슘($\text{Mg}(\text{OH})_2$) 슬러리를 제조하는 수산화마그네슘슬러리 제조단계와, 상기 나트륨을 함유하는 수산화마그네슘 슬러리를 수열합성하는 수열합성단계와, 수열합성된 상기 수산화마그네슘을 분리하는 고액분리단계와, 분리된 상기 수산화마그네슘에 붙은 불순물을 제거하기 위해 세척하는 불순물제거단계 및 불순물이 제거된 상기 수산화마그네슘을 건조하여 고순도 수산화마그네슘을 제조하는 수산화마그네슘건조단계를 포함하며, 상기 수열합성단계에서는 별도의 반응첨가물을 첨가하지 않으며, 상기 수산화마그네슘 슬러리에 함유된 나트륨에 의해 육각판상 결정성이 향상되는 것을 특징으로 하는 고순도 수산화마그네슘의 제조방법을 제공한다.

- [13] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 워싱단계는 분리된 침전물을 DI워터로 1 또는 2회 워싱한다.
- [14] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 수열합성단계는 100 내지 250°C 범위의 일정 온도에서 0.5 내지 2시간 동안 수열합성한다.
- [15] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 카보네이트용액은 소듐카보네이트(Na_2CO_3)가 용해된 것을 사용한다.
- [16] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 카보네이트용액은 상기 원료용액에 함유된 마그네슘과 탄산이온의 몰비가 1:0.6~1:1.0이 되도록 첨가된다.
- [17] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 수산화물용액은 수산화나트륨(NaOH)이 용해된 것을 사용한다.
- [18] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 수산화물용액은 상기 원료용액에 함유된 마그네슘과 수산화이온의 몰비가 1:0.1~1:0.3이 되도록 첨가된다.
- [19] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 제2혼합용액제조단계는 상기 제2혼합용액의 pH를 8보다 크고 10보다 작은 범위에서 유지한다.
- [20] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 산화마그네슘분말 제조단계는 500°C의 온도에서 로스팅한다.
- [21] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 산화마그네슘분말 제조단계를 통해 제조되는 산화마그네슘은 60 내지 100m²/g의 비표면적을 가지며, 카보네이트 성분이 제거된다.
- [22] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 수산화마그네슘건조단계는 50 내지 150°C 범위의 일정 온도에서 건조한다.
- [23] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 건조단계에서 제조되는 상기 하이드레이트 마그네슘 카보네이트 분말은 마그네슘을 97.0 내지 97.5% 함유하고, 나트륨을 2.5 내지 3.0% 함유하는 것을 특징으로 한다.

- [24] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 산화마그네슘분말 제조단계에서 제조되는 상기 산화마그네슘 분말은 탄산마그네슘(MgCO_3) 결정상이 존재하지 않으며, 나트륨을 2.5% 내지 3.0% 함유하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

- [25] 본 발명은 다음과 같은 우수한 효과를 갖는다.
- [26] 본 발명에 의하면 칼슘, 마그네슘 및 나트륨을 함유하는 원료 용액으로부터 하이드레이트 마그네슘 카보네이트를 제조함과 함께, 99.5% 이상의 고순도의 수산화마그네슘을 제조할 수 있으므로 자원의 고부가가치를 창출할 수 있는 효과가 있다.
- [27] 또한 본 발명에 의하면 수열합성 과정에서 별도의 반응첨가물을 첨가하지 않더라도 하이드레이트 마그네슘 카보네이트 분말 및 산화마그네슘 분말에 불순물로 붙어 있는 나트륨에 의해 육각판상의 결정성을 크게 향상시킬 수 있어 저비용으로 고순도의 수산화마그네슘을 제조할 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

- [28] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따라 고순도 수산화마그네슘의 제조방법을 설명하는 공정도이다.
- [29] 도 2는 나트륨이 붙어 있는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트 분말의 성분분석표이다.
- [30] 도 3은 나트륨이 붙어 있는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트 분말의 XRD 분석결과이다.
- [31] 도 4는 로스팅과정을 거친 산화마그네슘분말의 XRD 분석결과이다.
- [32] 도 5는 다양한 온도에서 로스팅과정을 거친 산화마그네슘분말의 입도를 보여주는 결과이다.
- [33] 도 6은 수열합성된 수산화마그네슘의 결정상태를 보여주는 SEM 사진이다.
- [34] 도 7은 200°C 온도에서 수열합성된 수산화마그네슘의 XRD 분석결과이다.
- [35] 도 8은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 고순도 수산화마그네슘의 성분분석표이다.
- [36] 도 9는 발명의 일 실시예에 따라 제조된 고순도 수산화마그네슘의 입도 결과를 보여주는 도면이다.

발명의 실시를 위한 최선의 형태

- [37] 본 발명에서 사용되는 용어는 가능한 현재 널리 사용되는 일반적인 용어를 선택하였으나, 특정한 경우는 출원인이 임의로 선정한 용어도 있는데 이 경우에는 단순한 용어의 명칭이 아닌 발명의 상세한 설명 부분에 기재되거나 사용된 의미를 고려하여 그 의미가 파악되어야 할 것이다.
- [38] 이하, 첨부한 도면 및 바람직한 실시예들을 참조하여 본 발명의 기술적 구성을 상세하게 설명한다.
- [39] 그러나, 본 발명은 여기서 설명되는 실시예에 한정되지 않고 다른 형태로

구체화 될 수도 있다. 명세서 전체에 걸쳐 본 발명을 설명하기 위해 사용되는 동일한 참조번호는 동일한 구성요소를 나타낸다.

- [40] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따라 고순도 수산화마그네슘의 제조방법을 설명하는 공정도이다.
- [41] 본 발명의 기술적 특징은 칼슘, 마그네슘 및 나트륨을 함유하는 원료 용액으로부터 하이드레이트 마그네슘 카보네이트를 제조함과 함께, 99.5% 이상의 고순도의 수산화마그네슘을 제조할 수 있는 방법에 있다.
- [42] 따라서, 본 발명의 일 실시예에 따른 고순도 수산화마그네슘의 제조방법은 크게 나트륨이 붙어 있는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트($4(\text{MgCO}_3)\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) 분말을 제조하는 단계(S10)와 산화마그네슘 분말을 이용하여 수산화마그네슘을 제조하는 단계(S20)를 포함한다.
- [43] 도 1을 참조하면, 상기 나트륨이 붙어 있는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트 분말을 제조하는 단계(S10)는 용액준비단계(S11)와, 칼슘카보네이트침전단계(S12), 칼슘카보네이트분리단계(S13), 제1혼합용액제조단계(S14)와, 제2혼합용액제조단계(S15)와, 필터링단계(S16), 워싱단계(S17) 및 건조단계(S18)를 포함하며, 상기 산화마그네슘 분말을 이용하여 수산화마그네슘을 제조하는 단계(S20)는 산화마그네슘분말 제조단계(S21), 수산화마그네슘슬러리 제조단계(S22), 수열합성단계(S23), 고액분리단계(S24), 불순물제거단계(S25) 및 수산화마그네슘건조단계(S26)를 포함한다.
- [44] 먼저, 원료용액과 카보네이트용액을 준비한다(S11). 여기서, 칼슘, 마그네슘 및 나트륨 함유 원료용액은 해수, 돌로마이트 또는 마그네사이트의 배소 후 침출액, 해수담수화 과정에서 발생하는 고농축 해수를 포함하여 칼슘이온, 마그네슘이온 및 나트륨이온이 동시에 공존하는 용액일 수 있으며, 해수인 경우 pH가 통상 6-7이다.
- [45] 본 발명에서 사용한 칼슘, 마그네슘 및 나트륨 함유 원료용액은 호주의 Rio Tino사의 Dempier Bittern용액으로서, Na(84.09g/kg), Mg(9.59g/kg), Ca(0.24g/kg), K(2.91g/kg) 등의 원소가 포함된 용액을 준비하였다. 즉, 본 발명의 실시예에서는 마그네슘(Mg)의 양이 칼슘(Ca)의 양보다 약 40배 정도 많이 함유된 용액을 사용하여 하이드레이트 마그네슘 카보네이트(HMC: Hydrated Magnesium Carbonate)를 제조하였다.
- [46] 상기 카보네이트용액은 탄산이온을 생성하는 물질을 사용하는데, 예를 들어 소듐카보네이트(Na_2CO_3) 등 탄산(CO_3^{2-})기를 포함한 시약을 준비할 수 있다. 이때, 상기 카보네이트용액은 상기 원료용액에 함유된 마그네슘과 탄산이온의 몰비가 1:0.6~1:1.0가 되도록 첨가되는데, 몰비가 1:0.8인 것이 바람직하다. 한편, 상기 원료용액에 함유된 마그네슘과 탄산이온의 몰비가 1:1.0가 되도록 상기 소듐카보네이트(Na_2CO_3)를 첨가하면 마그네슘이 모두 MgCO_3 로 변하게 된다.
- [47] 준비된 상기 원료 용액과 상기 카보네이트용액을 혼합하고 교반하여

칼슘카보네이트를 침전시키고(S12), 침전된 상기 칼슘카보네이트를 고액분리를 통해 분리시킨다(S13). 이때, 침전된 칼슘카보네이트와 동시에 마그네슘카보네이트도 침전되게 되는데 고액분리를 통해 소량의 마그네슘카보네이트도 함께 분리하게 되어 마그네슘의 손실이 일어나게 된다. 그러나 상기 과정을 통해 하이드레이트 마그네슘 카보네이트의 불순물로 작용하는 칼슘의 대부분을 제거할 수 있으며, 마그네슘의 손실은 고순도 하이드레이트 마그네슘의 순도에 작은 영향만을 미치게 되므로 칼슘제거과정을 거치는 것이 바람직하다. 이는 최초 원료용액에서 상기와 같은 칼슘제거과정을 거친 후의 원료용액의 구성이 Na(82.25g/kg), Mg(8.62g/kg), Ca(0.09g/kg), K(2.62g/kg) 등의 원소가 포함된 용액임을 실험을 통해 확인할 수 있었다.

- [48] 칼슘카보네이트가 제거된 상기 원료 용액과 상기 카보네이트용액을 혼합하고 교반하여 제1혼합용액을 제조한다(S14). 상기 원료 용액과 상기 카보네이트용액은 혼합과 동시에 침전물이 생성되는데, 생성되는 침전물은 마그네슘카보네이트이며 용액의 pH는 8.6~8.8이다.
- [49] 일정 시간 경과 후, 상기 수산화물용액을 준비하여 상기 제1혼합용액에 혼합하고 교반하여 제2혼합용액을 제조한다(S15). 상기 제1혼합용액과 상기 수산화물용액은 혼합과 동시에 침전물이 생성되는데, 생성되는 침전물은 나트륨이 붙어 있는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트(HMC)이다.
- [50] 이때, 상기 수산화물용액은 제2혼합용액의 pH가 8~10을 유지하도록 조절되는데, pH가 10을 넘지 않도록 유지하는 것이 보다 바람직하다. pH가 10을 넘게 되면 생성되는 침전물이 하이드레이트 마그네슘 카보네이트가 아니라 마그네슘카보네이트(MgCO_3)와 수산화마그네슘($\text{Mg}(\text{OH})_2$)이 단독으로 생성되기 때문이다.
- [51] 한편, 상기 수산화물용액은 수산화이온을 생성하는 물질을 사용하는데, 예를 들어 수산화나트륨(NaOH) 등 수산화(OH)기를 포함한 시약을 준비할 수 있다. 이 때, 상기 수산화물용액은 상기 원료용액에 함유된 마그네슘과 수산화이온의 몰비가 1:0.1~1:0.3가 되도록 첨가되는데, 몰비가 1:0.2인 것이 바람직하다.
- [52] 제2혼합용액제조단계에서 침전된 나트륨이 붙어 있는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트(HMC)는 이후 필터링단계(S16)를 통해 분리되며, 침전물에 붙어 있는 나트륨 이외의 불순물을 제거하기 위해 워싱단계(S17)를 실시한 후, 오븐에서의 건조단계(S18)를 실시하면 나트륨이 붙어 있는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트(HMC)가 생성된다.
- [53] 침전된 상기 하이드레이트 마그네슘 카보네이트에는 Na, K, Ca, Cl, SO_4^{2-} 등의 불순물이 붙어 있다. 초고순도의 하이드레이트 마그네슘 카보네이트를 제조하기 위해서는 모든 불순물을 제거하여야 하나, 본 발명의 실시예에서는 고순도의 하이드레이트 마그네슘 카보네이트를 제조하면서도, 저비용으로 수산화마그네슘을 제조하기 위해서 나트륨을 제거하지 않고 남겨둔다. 즉, DI워터에 1회 또는 2회 정도 워싱을 실시하면 나트륨(Na) 성분을 어느 정도

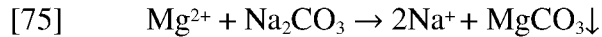
남겨두면서 나머지 불순물을 제거할 수 있다. 제거되지 않고 하이드레이트 마그네슘 카보네이트에 붙어 있는 나트륨 성분은 후공정인 수열합성단계(S23)에서 수산화마그네슘의 육각판상의 결정성을 향상시키는 촉매로서 역할을 한다.

- [54] 생성되는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트(HMC)는 $4(\text{MgCO}_3)\text{Mg}(\text{OH})_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 의 경질 하이드레이트 마그네슘 카보네이트나 $4(\text{MgCO}_3)\text{Mg}(\text{OH})_2\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 와 $4(\text{MgCO}_3)\text{Mg}(\text{OH})_2\cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 의 중질 하이드레이트 마그네슘 카보네이트일 수 있는데, 상기 건조과정에서의 온도범위를 조절함에 따라 조절할 수 있다.
- [55] 상기 건조단계(S18)에서 제조되는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트 분말은 마그네슘을 97.0 내지 97.5% 함유하고, 나트륨을 2.5 내지 3.0% 함유한다.
- [56] 한편, 생성된 하이드레이트 마그네슘 카보네이트(HMC)를 800 내지 1000°C의 고온에서 로스팅(roasting)하여 고순도의 산화마그네슘(MgO)을 얻어낼 수도 있다.
- [57] 계속해서, 상기 산화마그네슘분말 제조단계(S21)에서는 제조된 나트륨이 붙어 있는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트(HMC)를 로스팅하여 제조한다.
- [58] 상기 하이드레이트 마그네슘 카보네이트(HMC)를 로스팅하면 로스팅 과정 중 H_2O 와 CO_2 가 사라지게 되고 산화마그네슘(MgO)이 남게 되는데, 고순도의 산화마그네슘 분말을 얻어낼 수 있다.
- [59] 여기서, 로스팅 과정은 450 내지 600°C 범위의 일정 온도에서 약 1시간 정도 수행하는 것이 바람직하다. 450°C 이하에서 로스팅할 경우 카보네이트성분(CO_3)이 제거되지 않아 가수분해가 어려우며, 600°C 이상에서 로스팅할 경우 비표면이 닫힌 상태로 존재하여 가수분해가 어렵기 때문이다. 500°C의 온도에서 약 1시간 정도 로스팅할 경우 카보네이트성분(CO_3)이 제거될 뿐만 아니라 비표면적이 60 내지 100 m^2/g 정도로 넓어 가수분해 반응이 잘 이루어지므로 가장 바람직하다.
- [60] 상기 산화마그네슘분말 제조단계(S21)에서 제조되는 상기 산화마그네슘 분말은 탄산마그네슘(MgCO_3) 결정상이 존재하지 않고 산화마그네슘(MgO) 결정상만 존재하며, 나트륨을 2.5% 내지 3.0% 정도 함유하고 있다.
- [61] 이어서, 상기 수산화마그네슘슬러리 제조단계(S22)에서는 상기 나트륨이 붙어 있는 산화마그네슘 분말에 물을 첨가하고 가수분해반응을 수행하여 나트륨이 붙어 있는 수산화마그네슘($\text{Mg}(\text{OH})_2$) 슬러리를 제조한다. 본 발명의 실시예에서는 가수분해반응을 수행함에 있어 물 이외의 가수분해 촉진제와 같은 물질을 필요로 하지 않는다.
- [62] 이어서, 상기 수열합성단계(S23)에서는 상기 나트륨이 붙어 있는 수산화마그네슘 슬러리를 수열합성하여 육각판상의 결정성을 향상시킨다. 상기 수열합성단계(S23)는 100 내지 250°C 범위의 일정 온도에서 0.5 내지 2시간 동안 수행하는 것이 바람직하며, 제조되는 수산화마그네슘은 육각판상 형태의 결정구조를 갖게 된다.

- [63] 본 발명의 실시예에서는 별도의 반응첨가물을 첨가하지 않고서도 수산화마그네슘의 수열합성이 가능하다. 그 이유는 수산화마그네슘 슬러리에는 약 2% 이상의 나트륨(Na)성분이 함유되어 있기 때문인데, 나트륨 성분이 촉매로서 역할을 수행하며 이온강도에 영향을 미쳐 육각판상의 결정성을 크게 향상시키는 것이다.
- [64] 계속해서, 상기 고액분리단계(S24)에서는 수열합성된 상기 수산화마그네슘을 분리하고, 상기 불순물제거단계(S25)에서는 분리된 상기 수산화마그네슘에 붙은 불순물을 제거하기 위해 세척한다.
- [65] 마지막으로, 상기 수산화마그네슘건조단계(S26)에서는 불순물이 제거된 상기 수산화마그네슘을 건조하여 고순도 수산화마그네슘을 제조한다. 상기 수산화마그네슘건조단계는 50 내지 150°C 범위의 일정 온도에서 건조하는 것이 바람직하다.
- [66] 상술한 본 발명의 일 실시예에 따른 고순도 수산화마그네슘의 제조방법에 의하면 마그네슘(Mg) 함량이 99.5% 이상인 고순도 수산화마그네슘을 제조할 수 있다.

발명의 실시를 위한 형태

- [67] 실시예 1
- [68] (S11) 원료용액 및 카보네이트용액 준비단계
- [69] 칼슘이온, 마그네슘이온 및 나트륨이온이 동시에 공존하는 원료용액과 카보네이트용액을 준비하는 단계로, 본 실시예에서는 카보네이트용액으로 소듐카보네이트(Na_2CO_3)를 사용하였다. 원료용액으로는 호주의 Rio Tinto사의 Dempier Bittern용액을 희석하여 사용하였는데, Na(84.09g/kg), Mg(9.59g/kg), Ca(0.24g/kg), K(2.91g/kg) 등의 원소가 포함된 용액 즉, 마그네슘(Mg)의 양이 칼슘(Ca)의 양보다 약 40배 정도 많이 함유된 용액을 사용하였다.
- [70] 마그네슘(Mg)이 9.6g/kg이 함유된 원료용액 500ml를 준비한다. 원료용액에 함유된 마그네슘과 탄산이온(CO_3^{2-})의 몰비가 1:0.8이 되도록 1.932M의 카보네이트용액을 만드는데, 소듐카보네이트(Na_2CO_3) 고상 시약 3.48g을 용해시켜 제조한다.
- [71] (S12) 칼슘카보네이트 침전단계
- [72] 칼슘이온, 마그네슘이온 및 나트륨이온이 동시에 공존하는 원료용액에 카보네이트용액을 첨가하여 칼슘카보네이트를 침전시키는 단계이다. 즉, 최종산물인 HMC의 불순물로 작용할 수 있는 칼슘(Ca)을 제거하기 위한 공정이다. 원료용액에 함유된 마그네슘과 탄산이온(CO_3^{2-})의 몰비가 1:0.8이 되도록 만든 카보네이트용액을 원료용액과 혼합하여 1시간 정도 교반하면 칼슘카보네이트가 침전하게 되는데, 이 때의 반응은 [반응식 1]과 같다.
- [73] [반응식 1]
- [74] $\text{Ca}^{2+} + \text{Na}_2\text{CO}_3 \rightarrow 2\text{Na}^+ + \text{CaCO}_3\downarrow$



[76]

[77] (S13) 칼슘카보네이트 분리단계

[78] S12단계에서 침전된 칼슘카보네이트는 고액분리를 통해 분리되는데, 진공펌프(Vacuum Pump)를 이용한 감압여과를 통해 분리된다.

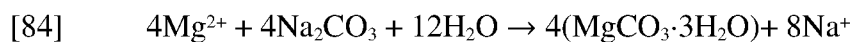
[79] 이때 원료용액과 카보네이트용액이 혼합된 용액에 남아있는 마그네슘과 칼슘의 양을 확인한 결과, Na(82.25g/kg), Mg(8.62g/kg), Ca(0.09g/kg), K(2.62g/kg) 등으로 구성되었다. 즉, 칼슘제거과정을 통해 마그네슘이 소량 제거되었으나 칼슘이 거의 제거됨으로써 고순도 HMC를 제조할 수 있는 이점이 있다.

[80]

[81] (S14) 제1혼합용액제조단계

[82] 칼슘카보네이트가 제거된 원료용액에 카보네이트용액을 첨가하여 마그네슘카보네이트를 침전시키는 단계이다. 원료용액에 함유된 마그네슘과 탄산이온(CO_3^{2-})의 몰비가 1:0.8이 되도록 만든 카보네이트용액을 원료용액과 혼합하여 2시간 정도 교반하면 마그네슘카보네이트가 침전하게 되는데, 이 때의 반응은 [반응식 2]와 같으며, 제1혼합용액의 pH는 8.6에서 8.8을 유지한다.

[83] [반응식 2]



[85]

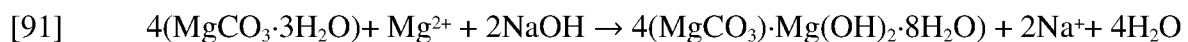
[86] (S15) 제2혼합용액제조단계(나트륨 함유 하이드레이트 카보네이트 침전)

[87] 제1혼합용액제조단계(S14)를 수행한 후, 나트륨이 붙어 있는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트를 얻기 위해 제1혼합용액에 수산화물용액을 첨가하여 제2혼합용액을 제조하는 단계이다. 본 실시예에서는 수산화물용액으로 수산화나트륨(NaOH)을 사용하였으며, 원료용액에 함유된 마그네슘과 수산화이온(OH^-)의 몰비가 1:0.2가 되도록 2.415M의 수산화물용액을 만든데, 수산화나트륨(NaOH) 고상 시약 135.25g을 1.4L 해수에 용해시켜 제조한다.

[88] 제1혼합용액과 수산화물용액을 혼합하여 4시간 정도 교반하면 하이드레이트 마그네슘카보네이트가 침전하게 되는데, 이 때의 반응은 [반응식 3]과 같으며, 제2혼합용액의 pH는 10을 넘지 않는 범위에서 유지한다.

[89]

[90] [반응식 3]



[92]

[93] (S16) 필터링 단계

[94] 나트륨이 붙어 있는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트가 침전된 제2혼합용액을 진공펌프(Vacuum Pump)를 이용해 감압여과를 통한 필터링을 수행하는 단계이다.

[95]

[96] (S17) 워싱(washing)단계

[97] 필터링 후 침전된 하이드레이트 마그네슘 카보네이트에 붙어 있는 불순물(Na, K, Ca, Cl, SO_4^{2-} 등) 중 나트륨을 제외한 불순물을 제거하기 위해 DI 워터에 1회 또는 2회 정도 워싱을 실시하는 단계이다.

[98]

[99] (S18) 건조단계

[100] 워싱단계를 거친 하이드레이트 마그네슘 카보네이트를 건조하는 단계로서, 오븐에서 약 100°C 정도의 온도에서 건조한다. 제조되는 상기 하이드레이트 마그네슘 카보네이트 분말은 마그네슘 97.16%, 나트륨 2.59% 함유하고 있다.

[101]

[102] 도 2는 나트륨이 붙어 있는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트 분말의 성분분석표이고, 도 3은 나트륨이 붙어 있는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트 분말의 XRD 분석결과이다.

[103] 도 2를 참조하면, 침전된 하이드레이트 마그네슘 카보네이트의 구성 성분을 알 수 있는데, 마그네슘(Mg)이 97.16%로서 고순도의 마그네슘을 함유하고 있으며, 나트륨(Na) 성분이 2.59% 함유되어 있음을 알 수 있다.

[104] 도 3을 참조하면, XRD 분석결과 하이드레이트 마그네슘 카보네이트(HMC)이 생성되었고, NaCl이 붙어 있음을 확인 할 수 있다.

[105]

[106] (S21) 나트륨이 붙어 있는 산화마그네슘분말 제조단계

[107] 건조단계를 거쳐 제조된 나트륨이 붙어 있는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트를 로스팅(Roasting)하는 단계로서, 500°C 에서 1시간 동안 로스팅하면 로스팅 과정 중 H_2O 와 CO_2 가 사라지고 최종적으로 산화마그네슘(MgO)이 남게 되는데, 나트륨이 붙어 있는 산화마그네슘을 얻어낼 수 있다. 이 때의 반응은 [반응식 4]와 같다.

[108] [반응식 4]

[109] $4(\text{MgCO}_3) \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O} + \text{Na}^+ \rightarrow 5\text{MgO} + 4\text{CO}_2\uparrow + (n+1)\text{H}_2\text{O}\uparrow + \text{Na}^+$

[110]

[111] 도 4는 로스팅과정을 거친 산화마그네슘분말의 XRD 분석결과이고, 도 5는 다양한 온도에서 로스팅과정을 거친 산화마그네슘분말의 입도를 보여주는 결과이다.

[112] 도 4를 참조하면, 건조과정을 거친 하이드레이트 마그네슘 카보네이트(HMC)를 500°C 에서 1시간 동안 로스팅하여 얻어진 산화마그네슘 산물을 확인 할 수 있는데, XRD 분석결과 MgCO_3 가 없는 100% MgO 결정상을 보여주고 있음을 확인할 수 있으며, NaCl 역시 붙어 있음을 확인 할 수 있다. 한편, 400°C 및 600°C 에서 각각 1시간 동안 로스팅하여 얻어진 산물의 경우에는 MgCO_3 와 MgO 의 결정상이 모두 존재함을 확인하였다.

[113]

[114] 도 5를 참조하면, 건조과정을 거친 하이드레이트 마그네슘 카보네이트를 500°C에서 1시간 동안 로스팅한 결과, 비표면적 값이 62m²/g로 측정되었음을 알 수 있다. 로스팅 과정에 있어서 온도별 비표면적 변화를 살펴보면, 450°C에서 MgCO₃가 분해되기 시작하면서 비표면적 값이 커지기 시작하였고, 500°C에서 비표면적의 최대값을 얻을 수 있음을 알 수 있으며, 650°C 이상의 온도에서는 카보네이트성분과 물분자가 빠져나가 기공이 닫히기 시작하면서 비표면적 값이 작아지는 것을 알 수 있다.

[115]

[116] (S22) 나트륨을 함유하는 수산화마그네슘슬러리 제조단계

[117] 나트륨이 붙어 있는 산화마그네슘 분말에 물을 첨가하고 가수분해반응을 수행하여 나트륨이 붙어 있는 수산화마그네슘(Mg(OH)₂) 슬러리를 제조한다. 이때의 반응은 [반응식 5]와 같다.

[118] [반응식 5]

[119] $\text{MgO} + \text{H}_2\text{O} + \text{Na}^+ \rightarrow \text{Mg(OH)}_2 + \text{Na}^+$

[120]

[121] (S23) 수열합성단계

[122] 가수분해반응을 통해 제조된 나트륨을 함유하는 수산화마그네슘 슬러리를 수열합성하여 육각판상의 결정성을 향상시키는 단계로서, 200°C 온도에서 약 1시간 동안 수열합성을 수행한다.

[123]

[124] 도 6은 수열합성된 수산화마그네슘의 결정상태를 보여주는 SEM 사진이고, 도 7은 200°C 온도에서 수열합성된 수산화마그네슘의 XRD 분석결과이다.

[125] 도 6(c)를 참조하면, 200°C 온도에서 약 1시간 동안 나트륨을 함유하는 수산화마그네슘 슬러리를 수열합성한 결과, 결정성이 크게 향상되어 육각 판상 형태의 결정구조를 보여주고 있음을 확인할 수 있다. 한편, 도 6(a) 및 6(b)는 나트륨을 함유하지 않은 수산화마그네슘 슬러리의 수열합성 결과를 보여주는 SEM사진으로서, 육각 판상 형태의 결정성을 보여 주지 못하고 있음을 확인할 수 있다.

[126]

[127] 도 7을 참조하면, 수열합성단계(S23)를 통해 얻어진 수산화마그네슘 산물을 확인 할 수 있는데, XRD 분석결과 수산화마그네슘(Mg(OH)₂)이 잘 형성되었음을 확인 할 수 있다.

[128]

[129] (S24) 고액분리단계

[130] 수산화마그네슘 슬러리를 진공펌프(Vacuum Pump)를이용해감압여과를 통한 고액분리를 수행하는 단계이다.

[131]

- [132] (S25) 불순물제거단계
- [133] 고액분리 후 침전된 수산화마그네슘에 붙어 있는 불순물(Na 등)을 제거하기 위해 DI 워터에 수 차례(3회 정도) 워싱을 실시하는 단계이다.
- [134]
- [135] (S26) 수산화마그네슘건조단계
- [136] 불순물이 제거된 수산화마그네슘을 건조하여 고순도 수산화마그네슘을 제조한다. 상기 수산화마그네슘건조단계는 100°C 내외의 온도에서 건조하는 단계이다.
- [137]
- [138] 도 8은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 고순도 수산화마그네슘의 성분분석표이고, 도 9는 발명의 일 실시예에 따라 제조된 고순도 수산화마그네슘의 입도 결과를 보여주는 도면이다.
- [139]
- [140] 도 8을 참조하면, 제조된 수산화마그네슘의 구성 성분을 알 수 있는데, 마그네슘(Mg)이 99.55%로서 고순도의 마그네슘을 함유하고 있음을 알 수 있다.
- [141]
- [142] 도 9를 참조하면, 하이드레이트 마그네슘 카보네이트(HMC) 제조 공정 중 Na_2CO_3 의 물 농도에 따라 합성된 HMC를 가수분해한 산물과, 수열합성(200°C, 1시간)하여 제조한 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 의 입도 분석결과를 확인할 수 있다. 입도 분석결과, HMC를 가수분해한 산물의 평균입도(a)는 각각 12.9 μm , 13.3 μm , 13.4 μm 를 나타냈으나, 수열합성하여 제조한 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 의 경우 평균입도(b)가 각각 1.5 μm , 1.7 μm , 4.6 μm 로서 초미립을 형성하고 있음을 알 수 있다. 이는 수열합성 공정 중 나노 크기의 HMC 입자가 분해 및 성장 과정을 거치면서 작아지는 것으로 사료된다.
- [143] 본 발명은 이상에서 살펴본 바와 같이 바람직한 실시 예를 들어 도시하고 설명하였으나, 상기한 실시 예에 한정되지 아니하며 본 발명의 정신을 벗어나지 않는 범위 내에서 당해 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 다양한 변경과 수정이 가능할 것이다.

산업상 이용가능성

- [144] 본 발명에 의하면 마그네슘 및 나트륨을 함유하는 원료 용액으로부터 하이드레이트 마그네슘 카보네이트를 제조함과 함께, 99.5% 이상의 고순도의 수산화마그네슘을 제조할 수 있으므로 자원의 고부가가치를 창출할 수 있는 효과가 있다.
- [145] 본 발명에 의해 제조된 고순도의 수산화마그네슘은 제산제, 염화비닐의 안정제, 완화제, 배연 탈황제, 산화마그네슘 비료, 식품첨가물, 수지의 난연제 등 다양한 산업에 유용하게 이용될 수 있다.

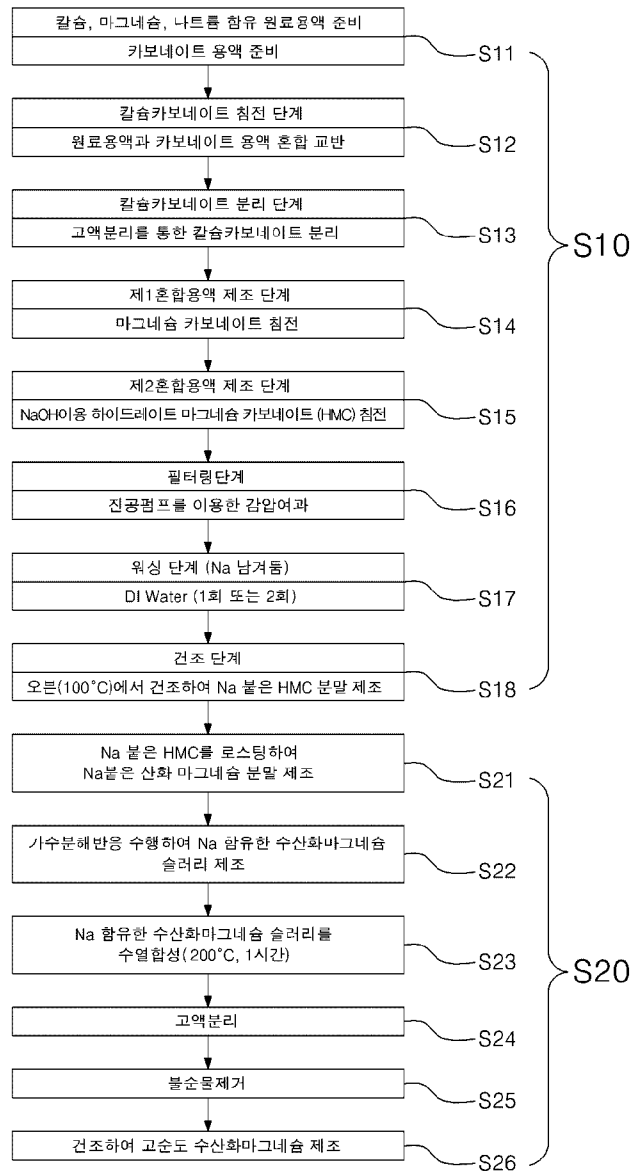
청구범위

- [청구항 1] 칼슘, 마그네슘 및 나트륨 함유 원료 용액과 카보네이트 용액을 준비하는 용액준비단계;
 상기 원료 용액과 상기 카보네이트용액을 혼합하고 교반하여 칼슘카보네이트 및 마그네슘카보네이트를 침전시키는 칼슘카보네이트침전단계;
 침전된 상기 칼슘카보네이트 및 상기 마그네슘카보네이트를 제거하는 칼슘카보네이트분리단계;
 상기 칼슘카보네이트가 제거된 원료 용액과 카보네이트용액을 혼합하고 교반하여 마그네슘카보네이트를 침전시키는 제1혼합용액제조단계;
 상기 제1혼합용액에 수산화물용액을 혼합하고 교반하여 나트륨이 붙어 있는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트(HMC: Hydrated Magnesium Carbonate)를 침전시키는 제2혼합용액제조단계;
 상기 제2혼합용액을 필터링하여 침전물을 분리하는 필터링단계;
 분리된 침전물에 붙은 불순물 중 나트륨을 제외한 불순물을 제거하기 위해 워싱(washing)하는 워싱단계;
 워싱된 침전물을 오븐에서 건조하여 나트륨이 붙어 있는 하이드레이트 마그네슘 카보네이트($4(\text{MgCO}_3)\text{Mg}(\text{OH})_2\text{nH}_2\text{O}$) 분말을 제조하는 건조단계;
 상기 하이드레이트 마그네슘 카보네이트 분말을 450 내지 600°C 범위의 일정 온도에서 로스팅하여 나트륨이 붙어 있는 산화마그네슘(MgO) 분말을 제조하는 산화마그네슘분말 제조단계;
 상기 나트륨이 붙어 있는 산화마그네슘 분말에 물을 첨가하고 가수분해반응을 수행하여 나트륨을 함유하는 수산화마그네슘($\text{Mg}(\text{OH})_2$) 슬러리를 제조하는 수산화마그네슘슬러리 제조단계;
 상기 나트륨을 함유하는 수산화마그네슘 슬러리를 수열합성하는 수열합성단계;
 수열합성된 상기 수산화마그네슘을 분리하는 고액분리단계;
 분리된 상기 수산화마그네슘에 붙은 불순물을 제거하기 위해 세척하는 불순물제거단계; 및
 불순물이 제거된 상기 수산화마그네슘을 건조하여 고순도 수산화마그네슘을 제조하는 수산화마그네슘건조단계;를 포함하며,
 상기 수열합성단계에서는 별도의 반응첨가물을 첨가하지 않으며, 상기 수산화마그네슘 슬러리에 함유된 나트륨에 의해 육각판상 결정성이 향상되는 것을 특징으로 하는 고순도 수산화마그네슘의 제조방법.
- [청구항 2] 제 1 항에 있어서,
 상기 워싱단계는 분리된 침전물을 DI워터로 1 또는 2회 워싱하는 것을

- 특징으로 하는 고순도 수산화마그네슘의 제조방법.
- [청구항 3] 제 2 항에 있어서,
상기 수열합성단계는 100 내지 250°C 범위의 일정 온도에서 0.5 내지 2시간 동안 수열합성하는 것을 특징으로 하는 고순도 수산화마그네슘의 제조방법.
- [청구항 4] 제 3 항에 있어서,
상기 카보네이트용액은 소듐카보네이트(Na_2CO_3)가 용해된 것을 특징으로 하는 고순도 수산화마그네슘의 제조방법.
- [청구항 5] 제 4 항에 있어서,
상기 카보네이트용액은 상기 원료용액에 함유된 마그네슘과 탄산이온의 몰비가 1:0.6~1:1.0이 되도록 첨가되는 것을 특징으로 하는 고순도 수산화마그네슘의 제조방법.
- [청구항 6] 제 4 항에 있어서,
상기 수산화물용액은 수산화나트륨(NaOH)이 용해된 것을 특징으로 하는 고순도 수산화마그네슘의 제조방법.
- [청구항 7] 제 6 항에 있어서,
상기 수산화물용액은 상기 원료용액에 함유된 마그네슘과 수산화이온의 몰비가 1:0.1~1:0.3이 되도록 첨가되는 것을 특징으로 하는 고순도 수산화마그네슘의 제조방법.
- [청구항 8] 제 6 항에 있어서,
상기 제2혼합용액제조단계는 상기 제2혼합용액의 pH를 8보다 크고 10보다 작은 범위에서 유지하는 것을 특징으로 하는 고순도 수산화마그네슘의 제조방법.
- [청구항 9] 제 1 항에 있어서,
상기 산화마그네슘분말 제조단계는 500°C의 온도에서 로스팅하는 것을 특징으로 하는 고순도 수산화마그네슘의 제조방법.
- [청구항 10] 제 9 항에 있어서,
상기 산화마그네슘분말 제조단계를 통해 제조되는 산화마그네슘은 60 내지 100 m^2/g 의 비표면적을 가지며, 카보네이트 성분이 제거되는 것을 특징으로 하는 고순도 수산화마그네슘의 제조방법.
- [청구항 11] 제 10 항에 있어서,
상기 수산화마그네슘건조단계는 50 내지 150°C 범위의 일정 온도에서 건조하는 것을 특징으로 하는 고순도 수산화마그네슘의 제조방법.
- [청구항 12] 제 1 항 내지 제 11 항 중 어느 한 항에 있어서,
상기 건조단계에서 제조되는 상기 하이드레이트 마그네슘 카보네이트 분말은 마그네슘을 97.0 내지 97.5% 함유하고, 나트륨을 2.5 내지 3.0% 함유하는 것을 특징으로 하는 고순도 수산화마그네슘의 제조방법.
- [청구항 13] 제 1 항 내지 제 11 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 산화마그네슘분말 제조단계에서 제조되는 상기 산화마그네슘 분말은 탄산마그네슘(MgCO_3) 결정상이 존재하지 않으며, 나트륨을 2.5% 내지 3.0% 함유하는 것을 특징으로 하는 고순도 수산화마그네슘의 제조방법.

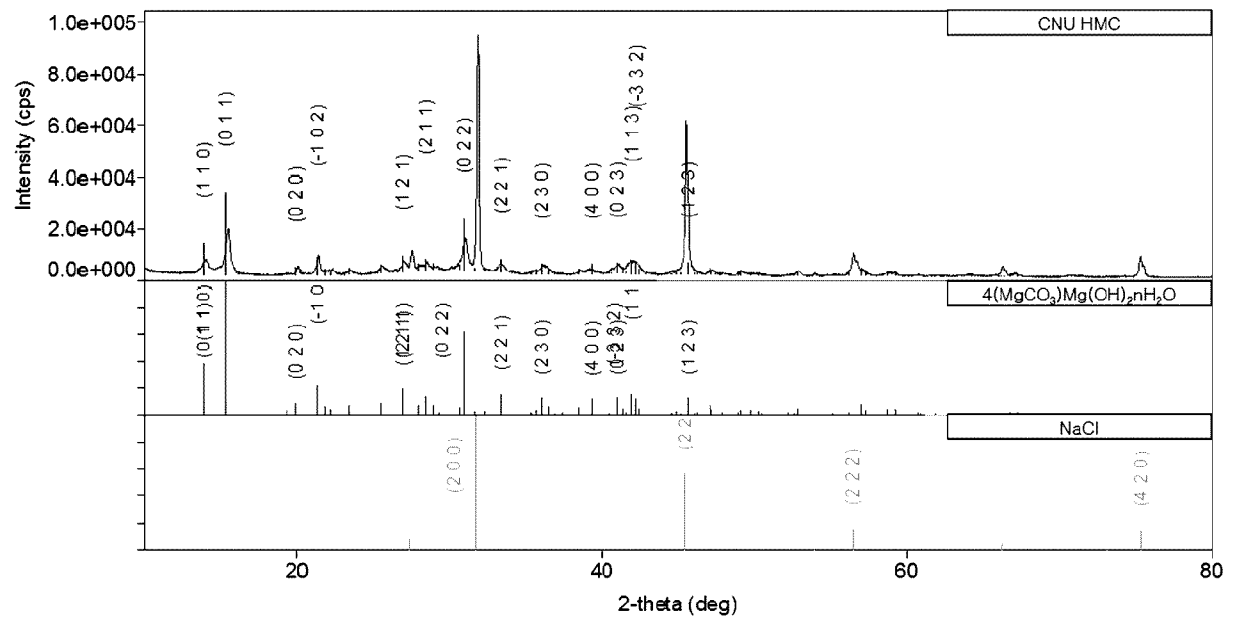
[도1]



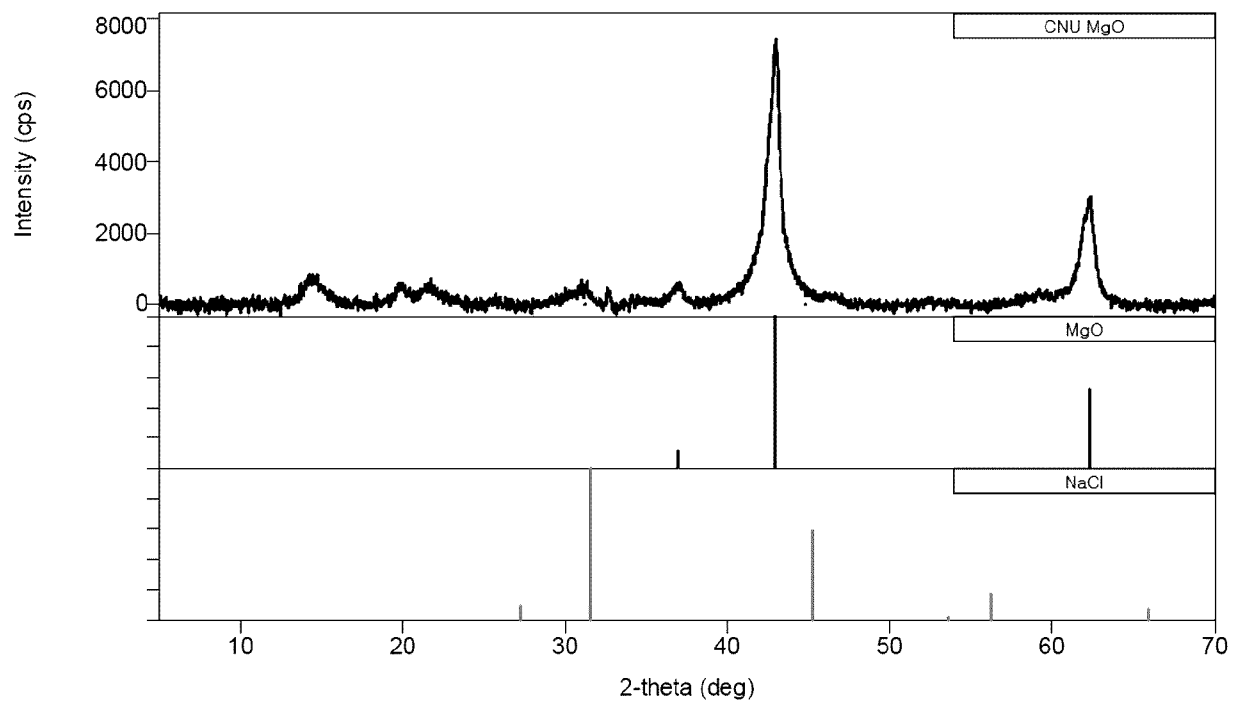
[도2]

성분분석(%)	
Na	2.59
K	0.16
Ca	0.02
As	0.00
Cd	0.00
Co	0.00
S	0.07
Fe	0.00
Pb	0.00
Mg	97.16

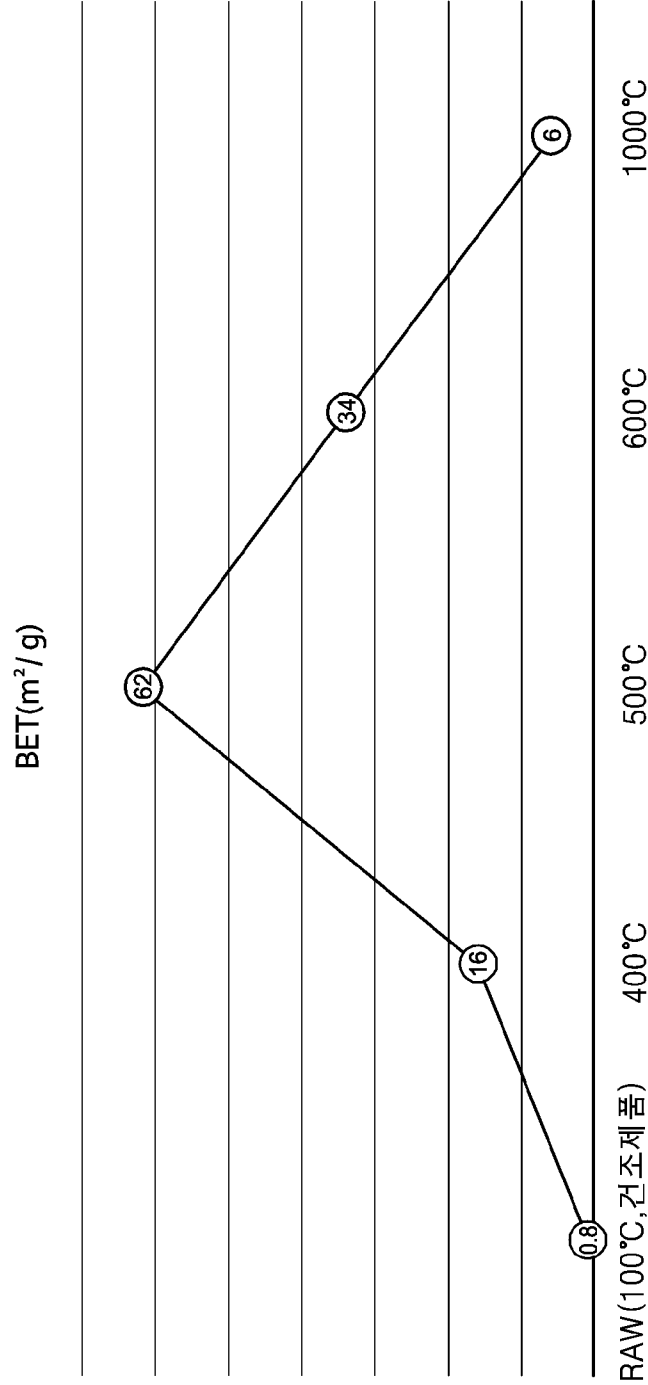
[도3]



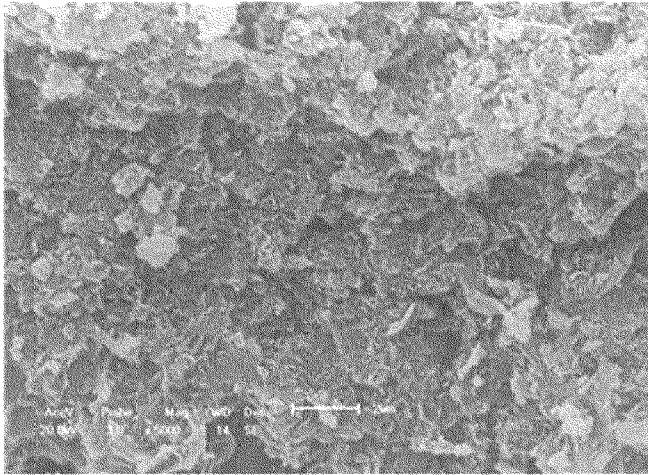
[도4]



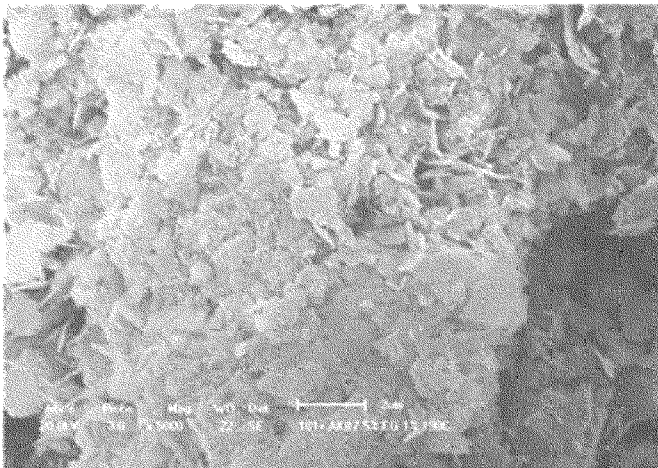
[도5]



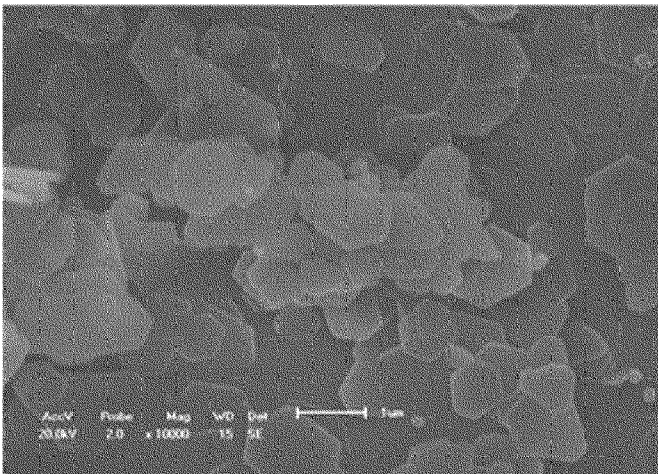
[도6]



(a)

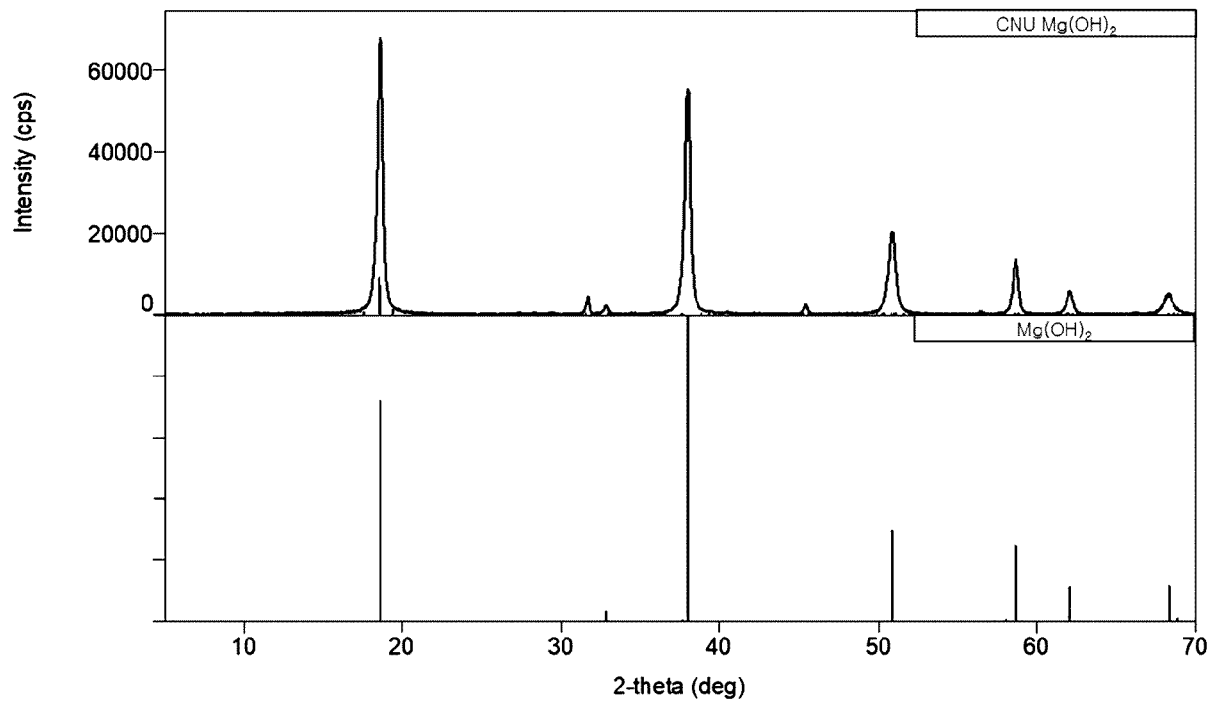


(b)



(c)

[도7]

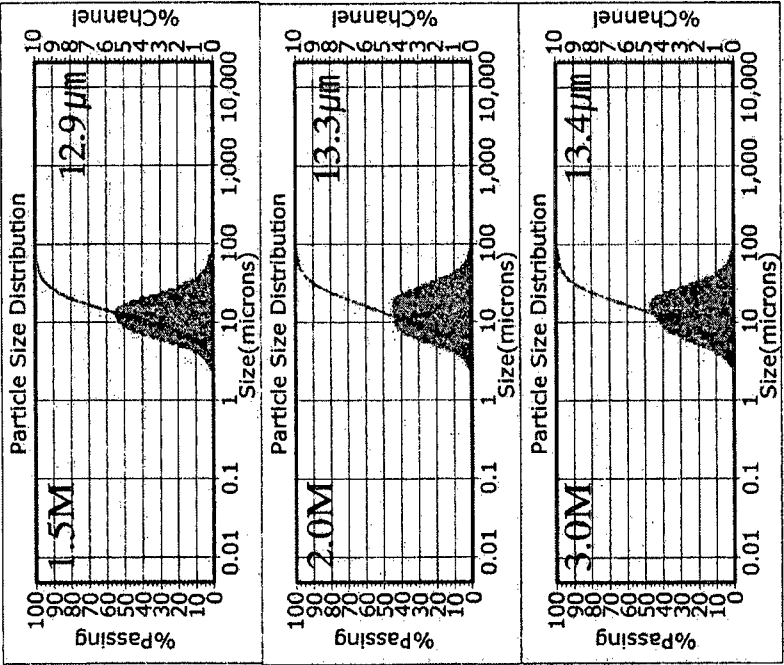


[도8]

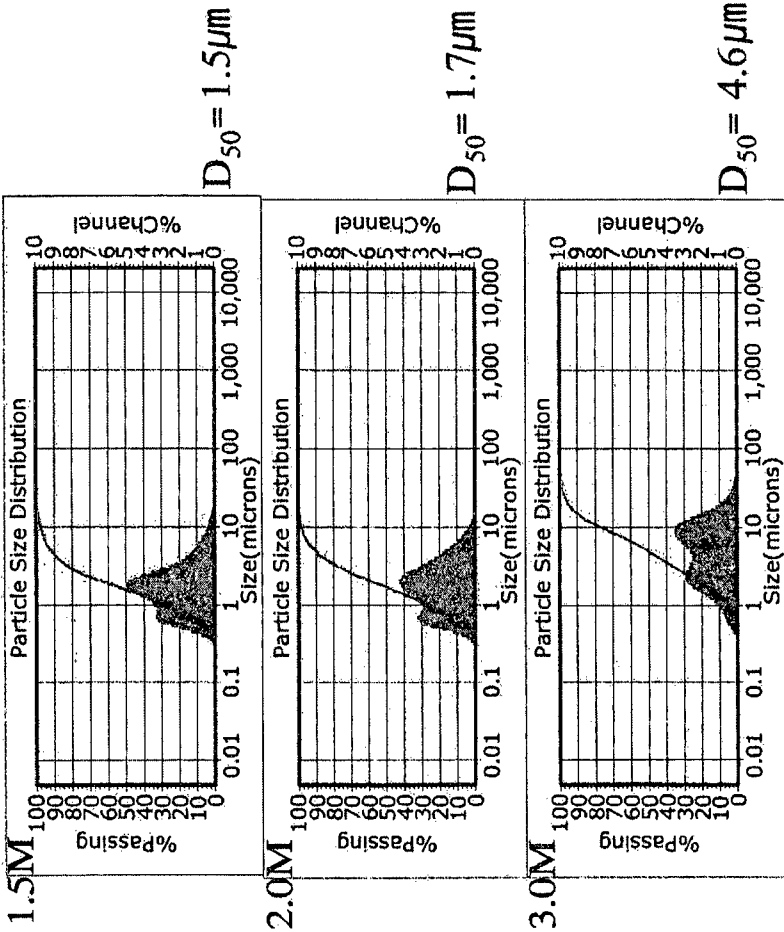
성분분석(%)	
Na	0.22
K	0.18
Ca	0.02
As	0.00
Cd	0.00
Co	0.00
S	0.13
Fe	0.00
Pb	0.00
Mg	99.55

[도9]

(a) HMC Particle Size



(b) Mg(OH)₂ Particle Size



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2018/002408

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C01F 5/16(2006.01)i, C01F 5/14(2006.01)i, C01F 5/06(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)

C01F 5/16; C01F 5/08; C01F 5/22; C01F 5/14; C01F 5/24; C01F 5/06

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: hydrated magnesium carbonate, magnesium oxide, hydrolysis, hydrothermal synthesis, washing, drying

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	KR 10-1663515 B1 (INDUSTRY FOUNDATION OF CHONNAM NATIONAL UNIVERSITY) 07 October 2016 See paragraphs [0034]-[0035], [0058]-[0071]; claims 1-7; and figures 1-6.	1-13
Y	JP 2000-233924 A (KYOWA CHEM IND CO., LTD.) 29 August 2000 See paragraphs [0023], [0044]-[0045]; and claims 1-13.	1-13
Y	HOLLINGBERY, L. A. et al., "The Thermal Decomposition of Huntite and Hydromag Nesite-A Review", <i>Thermochimica Acta</i> , 2010, vol. 509, nos. 1-2, pages 1-11 See abstract; and pages 1-11.	1-13
A	KR 10-2013-0081293 A (TATEHO CHEMICAL INDUSTRIES CO., LTD.) 16 July 2013 See abstract; and claims 1-15.	1-13
A	JP 3965270 B2 (UBE MATERIAL INDUSTRIES LTD.) 29 August 2007 See abstract; and claims 1-8.	1-13



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

28 JUNE 2018 (28.06.2018)

Date of mailing of the international search report

29 JUNE 2018 (29.06.2018)

Name and mailing address of the ISA/KR

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

Facsimile No. +82-42-481-8578

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2018/002408

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member	Publication date
KR 10-1663515 B1	07/10/2016	KR 10-2016-0085649 A US 2016-0200587 A1 WO 2016-111426 A1	18/07/2016 14/07/2016 14/07/2016
JP 2000-233924 A	29/08/2000	AU 2000-16852 A1 CA 2320133 A1 CN 1297423 A CN 1572726 A EP 1063199 A1 EP 1063199 B1 JP 2005-200300 A JP 2006-160603 A JP 4201276 B2 JP 4201280 B2 KR 10-0607429 B1 NO 20004068 A NO 326010 B1 US 2003-0235693 A1 US 6676920 B1 US 7060246 B2 WO 00-35808 A1	03/07/2000 22/06/2000 30/05/2001 02/02/2005 27/12/2000 28/03/2007 28/07/2005 22/06/2006 24/12/2008 24/12/2008 02/08/2006 03/10/2000 01/09/2008 25/12/2003 13/01/2004 13/06/2006 22/06/2000
KR 10-2013-0081293 A	16/07/2013	JP 2012-072004 A JP 5686563 B2 KR 10-1495777 B1 TW 201219307 A TW 1529133 B WO 2012-043564 A1	12/04/2012 18/03/2015 25/02/2015 16/05/2012 11/04/2016 05/04/2012
JP 3965270 B2	29/08/2007	JP 2001-302232 A	31/10/2001

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))

C01F 5/16(2006.01)i, C01F 5/14(2006.01)i, C01F 5/06(2006.01)i

B. 조사된 분야

조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재)

C01F 5/16; C01F 5/08; C01F 5/22; C01F 5/14; C01F 5/24; C01F 5/06

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: 하이드레이트 마그네슘 카보네이트, 산화마그네슘, 가수분해, 수열합성, 위상, 건조

C. 관련 문헌

카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
Y	KR 10-1663515 B1 (전남대학교산학협력단) 2016.10.07 단락 [0034]-[0035], [0058]-[0071]; 청구항 1-7; 및 도면 1-6 참조.	1-13
Y	JP 2000-233924 A (KYOWA CHEM IND CO., LTD.) 2000.08.29 단락 [0023],[0044]-[0045]; 및 청구항 1-13 참조.	1-13
Y	HOLLINGBERY, L.A. et al., "The thermal decomposition of huntite and hydromagnesite-A review", Thermochimica Acta, 2010, vol.509, no. 1-2, pages 1-11 요약; 및 페이지 1-11 참조.	1-13
A	KR 10-2013-0081293 A (다테호 가가쿠 고교 가부시카가이샤) 2013.07.16 요약; 및 청구항 1-15 참조.	1-13
A	JP 3965270 B2 (UBE MATERIAL INDUSTRIES LTD.) 2007.08.29 요약; 및 청구항 1-8 참조.	1-13

☐ 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

2018년 06월 28일 (28.06.2018)

국제조사보고서 발송일

2018년 06월 29일 (29.06.2018)

ISA/KR의 명칭 및 우편주소



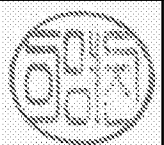
대한민국 특허청
(35208) 대전광역시 서구 청사로 189,
4동 (둔산동, 정부대전청사)

팩스 번호 +82-42-481-8578

심사관

이명진

전화번호 +82-42-481-8474



국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
KR 10-1663515 B1	2016/10/07	KR 10-2016-0085649 A US 2016-0200587 A1 WO 2016-111426 A1	2016/07/18 2016/07/14 2016/07/14
JP 2000-233924 A	2000/08/29	AU 2000-16852 A1 CA 2320133 A1 CN 1297423 A CN 1572726 A EP 1063199 A1 EP 1063199 B1 JP 2005-200300 A JP 2006-160603 A JP 4201276 B2 JP 4201280 B2 KR 10-0607429 B1 NO 20004068 A NO 326010 B1 US 2003-0235693 A1 US 6676920 B1 US 7060246 B2 WO 00-35808 A1	2000/07/03 2000/06/22 2001/05/30 2005/02/02 2000/12/27 2007/03/28 2005/07/28 2006/06/22 2008/12/24 2008/12/24 2006/08/02 2000/10/03 2008/09/01 2003/12/25 2004/01/13 2006/06/13 2000/06/22
KR 10-2013-0081293 A	2013/07/16	JP 2012-072004 A JP 5686563 B2 KR 10-1495777 B1 TW 201219307 A TW I529133 B WO 2012-043564 A1	2012/04/12 2015/03/18 2015/02/25 2012/05/16 2016/04/11 2012/04/05
JP 3965270 B2	2007/08/29	JP 2001-302232 A	2001/10/31