



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0025421
(43) 공개일자 2017년03월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B03C 1/30 (2006.01) B03C 1/005 (2006.01)
(52) CPC특허분류
B03C 1/30 (2013.01)
B03C 1/005 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2015-0121838
(22) 출원일자 2015년08월28일
심사청구일자 2015년08월28일

(71) 출원인
주식회사 한국분체
전라남도 해남군 황산면 부곡길 279
조선대학교산학협력단
광주광역시 동구 필문대로 309 (서석동)
(72) 발명자
정준철
서울특별시 송파구 충민로6길 14, 605동 302호 (장지동, 송파파인타운6단지)
김봉주
전라남도 해남군 옥천면 해강로 20
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
서만규, 서경민

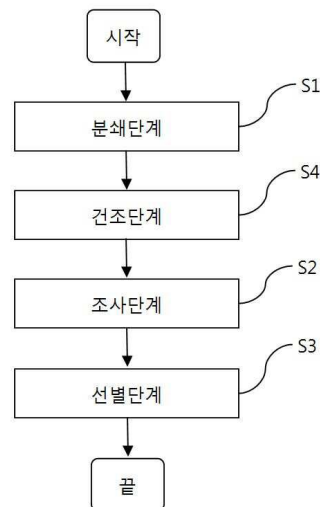
전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 비금속광물의 불순물 제거 방법

(57) 요약

본 발명은 납석과 같은 비금속광물에서 불순물로 존재하는 철(Fe) 성분을 제거하는 방법에 관한 것으로, 비금속광물에 마이크로웨이브를 조사하는 조사단계와, 상기 비금속광물을 자력선별하는 선별단계를 포함할 수 있다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

조강희

광주광역시 북구 유림로 175, 103동 304호 (동림동, 삼익아파트)

박천영

광주광역시 동구 증심천로89번길 16, 103동1402호(학동, 현대아파트)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1485012481

부처명 환경부

연구관리전문기관 한국환경산업기술원

연구사업명 환경산업선진화기술개발사업

연구과제명 비금속 광물을 이용한 세라믹 막 제조 실증 기술 개발

기 여 율 1/1

주관기관 (주)칸세라

연구기간 2014.12.01 ~ 2015.09.30

명세서

청구범위

청구항 1

비금속광물에 마이크로웨이브를 조사하는 조사단계와,
상기 비금속광물을 자력선별하는 선별단계를 포함하는 비금속광물의 불순물 제거 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,
상기 선별단계 이전에 상기 비금속광물을 분쇄하는 분쇄단계를 더 포함하는 비금속광물의 불순물 제거 방법.

청구항 3

제2항에 있어서,
상기 분쇄단계는 상기 비금속광물을 300메시 이하의 입도로 분쇄하는 비금속광물의 불순물 제거 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,
상기 조사단계 이전에 상기 비금속광물을 건조시키는 건조단계를 더 포함하는 비금속광물의 불순물 제거 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,
상기 조사단계는 상기 비금속광물 100g에 대해 2,450Mhz, 3kW의 마이크로웨이브를 30분간 조사하는 비금속광물의 불순물 제거 방법.

청구항 6

제1항에 있어서,
상기 선별단계는 4,000G 이상의 자속밀도로 선별하는 비금속 광물의 불순물 제거 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 비금속광물의 불순물 제거 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 납석과 같은 비금속광물에서 불순물로 존재하는 철(Fe) 성분을 제거하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 광물자원 중에서 석탄, 석유, 금속광물이 아닌 것을 통틀어 비금속광물이라 한다. 비금속광물은 정련이 필요 없

으면서도 여러 가지 산업분야에 널리 활용된다. 특히 부존자원이 부족한 국내에서도 석탄이나 금속광물에 비해 매장량이 풍부하고, 품질이 좋은 비금속광물의 산업적 활용가치가 증대되고 있다.

[0004] 비금속광물의 일례로서 납석은 유리섬유, 화장품, 코팅제, 절연제, 내화제는 물론 복합재료의 소재로서 각광받고 있는데, 특히 전라남도 노화도광산에서 생산되는 납석은 세계 납석 가격의 표준이 될 정도로 높은 품질을 보유하고 있다.

[0005] 납석 원석은 불순물이 많아서 그 자체로서는 소재 가치가 높지 않으나, 예컨대 납석으로부터 제조한 유리섬유의 부가가치는 납석 원석의 수십 배에 이르며, 수처리 분야에서 막분리 공정에 사용되는 세라믹 분리막을 납석으로 제조한다면, 그 부가가치는 더욱더 증대된다. 이런 고부가가치 창출을 위해서는 분리/정제, 분쇄화, 광물합성 등과 관련된 기술이 필요하며, 그 중에서도 불순물을 제거하기 위한 분리/정제 기술이 기본이 되어야 한다.

[0006] 납석에 존재하는 불순물의 대표적인 예가 철화합물이다. 철화합물은 납석 내에서 황철석 또는 적철석의 형태로 존재하며, 이들의 비율이 높으면 유리섬유 제조과정에서 단선을 유발하거나, 내화물이 변색되는 등의 불량을 유발한다.

[0007] 납석으로부터 철화합물을 제거하기 위한 종래 기술들은 크게 물리적 제거 기술과 화학적 제거 기술로 나눌 수 있다. 물리적 제거 기술은 주로 자력선별을 통해 철화합물을 분리, 제거하는 것이고, 화학적 제거 기술은 유기산 또는 무기산을 용매로 하여 철화합물을 분해, 용출시키는 것이다. 물리적 제거 기술의 경우 불순물 제거율을 높이기 위해서는 높은 수준의 자력이 필요하므로 에너지 효율이 낮으며, 충분한 자력을 확보하더라도 순도를 높이는 데에 한계가 있다는 문제가 있다. 화학적 제거 기술의 경우에는 철화합물을 제거할 뿐만 아니라 알루미늄이나 실리콘과 같은 목적 원소의 품질까지 떨어뜨리는 문제가 있다. 어느 기술이든 철화합물의 제거에 소요되는 시간이 길고, 공정 비용이 상승한다는 문제도 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 상기한 문제를 해결하기 위하여 본 발명은 납석과 같은 비금속광물로부터 짧은 시간 내에 철화합물을 제거하면서도 높은 순도의 광물을 얻어낼 수 있는 비금속광물의 불순물 제거 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0010] 본 발명의 다른 목적은 고순도의 광물을 보다 낮은 비용으로 얻어낼 수 있는 비금속광물의 불순물 제거 방법을 제공하는 데에 있다.

[0011] 본 발명의 그 밖의 목적, 특정한 장점들 및 신규한 특징들은 첨부된 도면들과 연관된 이하의 상세한 설명과 바람직한 실시예들로부터 더욱 분명해질 것이다.

과제의 해결 수단

[0013] 상기한 목적을 달성하기 위하여 본 발명에 따른 비금속광물의 불순물 제거 방법은, 비금속광물에 마이크로웨이브를 조사하는 조사단계와, 상기 비금속광물을 자력선별하는 선별단계를 포함할 수 있다.

[0014] 본 발명에 따른 비금속광물의 불순물 제거 방법은, 상기 선별단계 이전에 상기 비금속광물을 분쇄하는 분쇄단계를 더 포함할 수 있다. 이때 상기 분쇄단계는 상기 비금속광물을 300메시 이하의 입도로 분쇄할 수 있다.

[0015] 본 발명에 따른 비금속광물의 불순물 제거 방법은, 상기 조사단계 이전에 상기 비금속광물을 건조시키는 건조단계를 더 포함할 수 있다.

[0016] 본 발명에 따른 비금속광물의 불순물 제거 방법에 있어서, 상기 조사단계는 상기 비금속광물 100g에 대해 2,450Mhz, 3kW의 마이크로웨이브를 30분간 조사할 수 있다. 또한 상기 선별단계는 4,000G 이상의 자속밀도로 선별할 수 있다.

발명의 효과

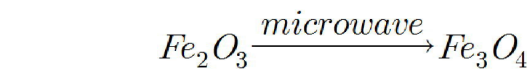
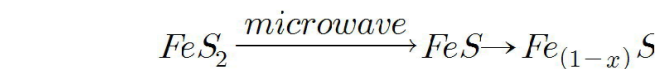
- [0018] 본 발명에 따르면, 조사단계에서 마이크로웨이브가 비금속광물을 가열함으로써 황철석과 적철석이 각각 자성이 더 강한 자황철석과 자철석으로 변화도록 하며, 이후 자력선별을 통해 철화합물의 제거율을 높일 수 있다.
- [0019] 아울러 비금속광물의 가열이 마이크로웨이브에 의해 이루어지므로 빠른 시간 내에 충분히 가열할 수 있으면서도 높은 에너지 효율을 얻을 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0021] 도 1은 본 발명에 따른 비금속광물의 불순물 제거 방법의 일실시예의 순서도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0022] 이하에서는 첨부된 도면을 참조로 본 발명에 따른 비금속광물의 불순물 제거방법의 바람직한 실시예를 상세히 설명한다.
- [0023] 도 1은 본 발명에 따른 비금속광물의 불순물 제거 방법의 일실시예의 순서도이다.
- [0024] 먼저, 불순물 제거 대상인 비금속광물을 분쇄한다(분쇄단계, S1). 비금속광물을 분쇄함으로써 이어질 조사단계(S2), 선별단계(S3)의 효율을 높일 수 있다. 분쇄의 구체적인 방식은 건식분쇄, 습식분쇄 등 알려져 있는 방식을 활용할 수 있다. 어느 경우이든 분쇄된 비금속광물의 입도는 300메시 이하인 것이 바람직하다. 입도가 300메시보다 클 경우 특히 자력선별의 효율이 떨어져서 목표하는 비금속광물의 순도를 높이는 데에 한계가 따른다.
- [0025] 다음으로, 분쇄된 비금속광물에 마이크로웨이브를 조사한다(조사단계, S2). 마이크로웨이브를 조사하면 비금속광물의 특히 극성인 부분이 가열되는데, 이 과정에서 황철석(화학식 FeS_2)이 자황철석(화학식 $Fe_{(1-x)}S$)으로 바뀐다. 아울러 적철석(화학식 Fe_2O_3) 또한 자철석(화학식 Fe_3O_4)으로 변환된다. 이 과정을 화학식으로 표현하면 다음과 같다.



- [0028] 이렇게 생성된 자황철석과 자철석은 황철석 및 적철석에 비해 각각 자성이 훨씬 강하다. 이에 따라 이어지는 선별단계(S3)가 더욱 유용해지는 것이다.
- [0029] 선별단계(S3)에서는 자력선별을 통해 주로 자황철석 및 자철석을 분리해낸다. 비금속광물 중 철화합물의 비율은 실질적으로 이 단계에서 줄어든다.
- [0030] 한편, 분쇄단계(S1)는 도 1에 예시된 바와 같이 일반적으로 조사단계(S2) 이전에 진행하는 것이 바람직하지만, 필요에 따라서는 조사단계(S2) 이후, 선별단계(S3) 이전에 진행할 수도 있다. 비금속광물의 분쇄는 자력선별을 위해 필요한 것이므로, 선별단계(S3) 이전에만 진행되면 족하다.
- [0031] 만일, 분쇄단계(S1)가 습식분쇄의 방식으로 진행되거나, 기타 사정에 따라 비금속광물을 건조시키는 건조단계(S4)가 추가될 수 있다. 이 건조단계(S4)를 거친 비금속광물은 수분함유량이 줄어들기 때문에, 조사단계(S2)에서의 에너지 손실을 줄일 수 있다. 따라서 건조단계(S4)는 조사단계(S2) 이전에만 진행되면 충분하며, 도시된 것과는 달리 분쇄단계(S1)와의 선후관계는 필수적인 것이 아니다.
- [0032] 이하에서는 이상과 같은 기본적인 단계들을 포함하되, 각 단계에 적용되는 구체적인 공정 조건을 예시한 실험예를 설명한다.

[0034] <실험예 1>

- [0035] 비금속광물 원석을 325메시 이하로 건식분쇄하여 얻은 4개의 시료 a, b, c, d 각각에 대해 XRF를 통해 분석한 구성성분비를 wt% 단위로 나타내면 다음의 표 1과 같다.

표 1

시료	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	LOI	계
a	73.64	19.70	0.37	0.10	0.30	0.09	0.81	0.04	1.42	0.08	3.40	99.94
b	62.15	33.22	0.24	0.01	0.04	0.09	0	0.48	0.59	0.08	3.01	99.91
c	76.56	16.85	0.39	0.09	0.03	0.11	0.19	0.65	1.08	0.00	3.32	99.27
d	57.32	32.77	0.82	0.10	0.15	0.06	0.52	0.17	1.79	0.22	5.45	99.37

여기서 'Fe₂O₃'으로 표기된 항목은 비단 산화제이철만을 의미하는 것이 아니라 기타 다른 종류의 산화철은 물론 황화철도 포함하여, 철화합물 전체를 대표하는 것이다.

이와 같은 시료 a, b, c, d에 대해 2,450MHz, 3kW인 마이크로웨이브를 10분간 조사하면 그 성분비는 각각 다음의 표 2와 같이 바뀐다.

표 2

시료	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	LOI	계
a	72.3	22.8	0.83	0.1	0.3	0.09	0.81	0.04	1.42	0.08	0.31	99.08
b	60.44	37.25	0.88	0.01	0.04	0.09	0	0.48	0.59	0.08	0.34	100.20
c	77.34	18.96	0.88	0.09	0.03	0.11	0.19	0.65	1.08	0	0.36	99.69
d	59.6	36.45	1.32	0.1	0.15	0.06	0.52	0.17	1.79	0.22	0.33	100.71

표 2를 보면 각 시료들에서 공통적으로 철화합물(Fe₂O₃로 표기됨)의 구성비가 늘어난 것을 확인할 수 있다. 이것은 비금속광물 내에 철화합물의 중량비가 늘어난 것으로 해석할 수 있는데, 마이크로웨이브 조사에 의한 가열로 인해 철화합물 중에서도 자황철석 및 자철석의 비율이 늘어난 것으로 추정할 수 있다.

이에 대해 자력선별을 거치면 각 시료의 성분비는 다시 표 3과 같이 바뀐다.

표 3

시료	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	LOI	계
a	71.5	24.62	0.09	0.1	0.3	0.09	0.81	0.04	1.42	0.08	0.09	99.14
b	60.44	38.99	0.01	0.01	0.04	0.09	0	0.48	0.22	0.08	0.09	100.45
c	77.11	20.11	0.11	0.09	0.03	0.11	0.19	0.65	1.08	0	0.08	99.56
d	58.89	37.44	0.13	0.1	0.15	0.06	0.52	0.17	1.79	0.22	0.09	99.56

이를 표 1의 원석의 구성비와 대비하여 보면, 다음의 표 4와 같은 철화합물 제거율을 확인할 수 있다.

표 4

시료	제거율 %
a	76
b	96
c	72
d	84

이 결과는 자력선별을 통해 자황철석 및 자철석이 선별, 분리됨으로써 비금속광물 내에서 불순물인 철화합물이 높은 제거율로 제거되었음을 의미한다.

<실험예 2>

불순물 제거에서 마이크로웨이브를 조사하는 시간의 영향을 알아보기 위해 위 실험예 1과 동일한 시료 100g에 대해 2,450MHz, 3kW인 마이크로웨이브의 조사 시간을 달리하면서 그 구성성분의 변화를 살펴보면 다음의 표 5와

같다.

표 5

[0049]

조사 시간	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	LOI	계
0분	75.788	16.921	2.325	0.107	0.323	0.183	0.734	0.141	1.345	0.083	3.750	101.7
10분	74.224	17.287	2.156	0.116	0.324	0.192	0.717	0.143	1.360	0.085	3.710	100.3
20분	73.900	17.098	2.259	0.110	0.319	0.186	0.711	0.139	1.373	0.085	3.690	99.9
30분	72.058	17.012	2.559	0.119	0.335	0.327	0.714	0.144	1.446	0.087	3.690	98.5
40분	75.965	17.122	2.558	0.110	0.317	0.182	0.702	0.133	1.364	0.083	3.610	102.1
50분	75.640	17.098	2.557	0.106	0.327	0.199	0.701	0.145	1.429	0.088	3.720	102.0
60분	74.304	17.258	2.559	0.180	0.323	0.189	0.726	0.154	1.473	0.089	3.700	101.0

[0050]

표 5를 살펴보면 철화합물(Fe₂O₃로 표기됨)의 성분비는 마이크로웨이브 조사시간이 30분일 때 최대치에 이르며, 그 이후에는 철화합물의 성분비에 유의미한 변화가 없다는 것을 알 수 있다.

[0051]

이어서, 서로 다른 시간동안 마이크로웨이브가 조사된 시료를 자력선별 처리하여 철화합물을 제거하면 다음의 표 6과 같아진다.

표 6

[0052]

조사 시간	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	LOI	계
10분	75.965	15.541	0.09	0.110	0.317	0.182	0.702	0.133	1.364	0.083	3.610	98.4
20분	75.640	17.744	0.08	0.106	0.327	0.199	0.701	0.145	1.429	0.088	3.720	100.6
30분	74.304	17.323	0.05	0.180	0.323	0.189	0.726	0.154	1.473	0.089	3.700	99.1
40분	74.301	17.335	0.05	0.163	0.313	0.191	0.725	0.151	1.413	0.091	3.635	98.4
50분	74.302	17.668	0.05	0.162	0.311	0.192	0.716	0.143	1.435	0.095	3.451	98.5
60분	74.335	17.882	0.05	0.155	0.31	0.195	0.706	0.141	1.515	0.094	3.512	98.9

[0053]

표 6에 나타난 자력선별의 결과 역시 마이크로웨이브를 조사한 시간이 30분 이상이되면 철화합물의 제거율에 더 이상 변화가 없음을 알 수 있다.

[0054]

요컨대, 에너지 효율, 처리 시간을 고려할 때 비금속광물 100g에 대해 2,450MHz, 3kW의 마이크로웨이브라면 30분간 조사하는 것이 최적의 방법이다.

[0056]

<실험예 3>

[0057]

다음으로, 앞선 실험예들과 동일한 비금속광물 시료에 대해 2,450MHz, 3kW의 마이크로웨이브를 30분간 조사하되, 1회 처리되는 비금속광물 시료의 무게를 달리하면서 자력선별을 하면 다음의 표 7과 같은 결과를 얻는다.

표 7

[0058]

시 료 무게	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	LOI	계
50g	73.774	22.458	0.030	0.056	0.316	0.325	0.723	0.156	1.519	0.077	0.060	0.060
100g	73.409	21.989	0.060	0.041	0.356	0.265	0.721	0.155	1.451	0.101	0.080	0.080
200g	73.448	21.669	0.080	0.041	0.316	0.189	0.716	0.151	1.335	0.079	0.110	0.110
300g	74.545	21.458	0.080	0.050	0.321	0.178	0.716	0.145	1.559	0.075	0.123	0.123
500g	73.351	20.154	0.090	0.069	0.320	0.176	0.716	0.141	1.472	0.077	0.120	0.120
1kg	73.625	22.456	0.125	0.045	0.321	0.177	0.719	0.140	1.535	0.079	0.150	0.150
2kg	73.737	19.814	0.195	0.048	0.331	0.223	0.732	0.155	1.335	0.076	3.774	3.774
4kg	73.200	19.884	0.198	0.051	0.334	0.226	0.730	0.156	1.389	0.078	3.959	3.959

[0059] 표 7의 결과를 보면 1회에 처리되는 시료의 무게에 대해 잔존하는 철화합물(Fe_2O_3 로 표기됨)의 구성비가 선형적으로 비례하지는 않는다는 것을 알 수 있다. 이 결과로부터 불순물 제거에 소요되는 시간 및 투입되는 에너지를 고려하되, 목표로 하는 불순물 제거율을 획득할 수 있는지까지 종합적으로 판단하여 1회 처리당 비금속광물의 무게를 결정할 필요가 있다. 위 전제와 같은 조건이라면 비금속광물의 최적의 무게는 1회 처리당 1kg이다.

[0061] <실험예 4>

[0062] 나머지 조건이 앞선 실험예 1과 동일할 때 자력선별 단계에서 비금속광물에 가하는 자속밀도를 달리하면 다음 표 8과 같은 결과를 얻는다.

표 8

[0063]

자속 밀도	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	MnO	MgO	CaO	Na_2O	K_2O	TiO_2	P_2O_5	LOI	계
1000	75.125	17.112	1.125	0.119	0.331	0.325	0.716	0.115	1.449	0.088	3.680	100.2
1500	75.154	17.119	0.856	0.136	0.321	0.311	0.719	0.144	1.451	0.088	3.666	100.0
2000	75.254	17.232	0.256	0.156	0.316	0.256	0.725	0.149	1.459	0.088	3.669	99.6
3000	75.125	17.285	0.102	0.166	0.332	0.224	0.725	0.151	1.465	0.087	3.661	99.3
4000	75.225	17.323	0.050	0.180	0.323	0.189	0.726	0.154	1.473	0.089	3.700	99.4
5000	75.655	17.323	0.050	0.176	0.321	0.186	0.725	0.151	1.454	0.088	3.644	99.8

[0064] 표 8에 따르면 자속밀도가 4,000G 이상일 때 충분한 불순물 제거율을 얻을 수 있다는 것을 알 수 있다.

[0066] 앞에서 설명되고, 도면에 도시된 본 발명의 실시예들은, 본 발명의 기술적 사상을 한정하는 것으로 해석되어서는 안된다. 본 발명의 보호범위는 청구범위에 기재된 사항에 의하여만 제한되고, 본 발명의 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명의 기술적 사상을 다양한 형태로 개량 변경하는 것이 가능하다. 따라서 이러한 개량 및 변경은 통상의 지식을 가진 자에게 자명한 것인 한 본 발명의 보호범위에 속하게 될 것이다.

도면

도면1

