



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년10월21일
 (11) 등록번호 10-1450658
 (24) 등록일자 2014년10월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 C22B 59/00 (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2012-0131744
 (22) 출원일자 2012년11월20일
 심사청구일자 2012년11월20일
 (65) 공개번호 10-2014-0064426
 (43) 공개일자 2014년05월28일
 (56) 선행기술조사문헌
 JP07300331 A*
 KR1020070043316 A*
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
 한국지질자원연구원
 대전광역시 유성구 과학로 124 (가정동)
 (72) 발명자
 남철우
 대전광역시 서구 둔산북로 215(둔산동, 가람아파트) 1동 802호
 김성돈
 대전 유성구 어은로 57, 102동 1206호 (어은동, 한빛아파트)
 (뒷면에 계속)
 (74) 대리인
 특허법인 대아

전체 청구항 수 : 총 9 항

심사관 : 김준규

(54) 발명의 명칭 **용융 환원법을 이용한 희토류 농축 방법**

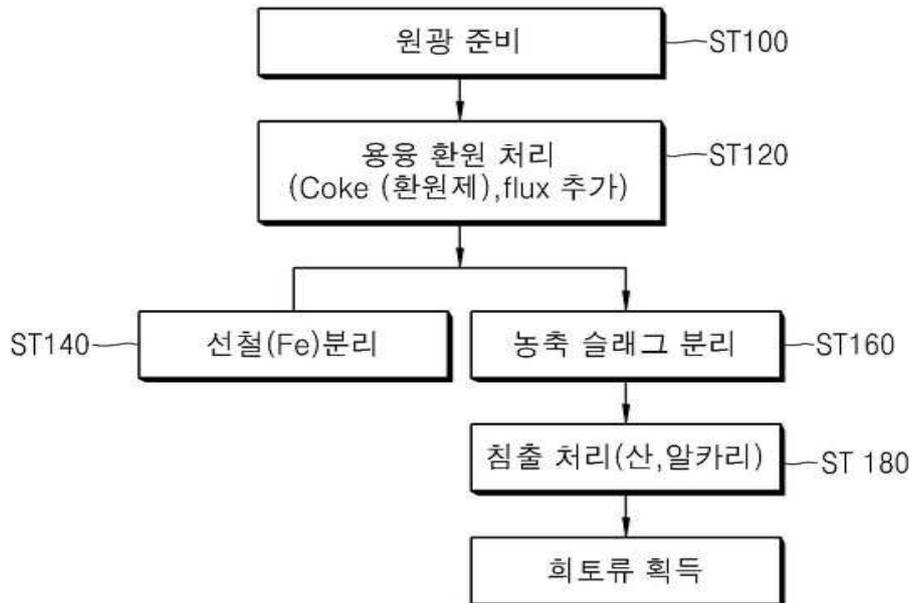
(57) 요약

용융 환원법을 이용한 희토류의 농축 방법이 개시된다.

본 발명에 따른, 용융 환원법을 이용한 희토류의 농축 방법은, 희토류 원광을 준비하는 단계; 용융 환원법을 이용하여 상기 희토류 원광을 용융 환원 처리하는 단계; 용융 환원 처리된 선철을 분리하는 단계; 및 선철이 분리

(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



되어 회토류가 농축된 슬래그를 분리하는 단계를 포함한다.

여기서, 상기 회토류 원광은, 철(Fe) 성분이 다량으로 포함되어 있는 원광인 것이 바람직하다.

또한, 상기 용융 환원법은, 철 산화물 + 탄소 → 철(Fe) + CO의 반응식과 철 산화물 + CO → 철(Fe) + CO₂의 반응식에 따라서 진행될 수 있다.

상기 용융 환원 처리는, 환원 분위기에서 행하는 것이 바람직하다.

또한, 용융 환원 처리시, 탄소질 환원제로서의 코크스 또는 용제(flux)를 더 첨가할 수 있으며, 코크스는 원광 중 철 환원에 필요한 이론치 대비 1.5 배, 용제는 원광 대비 30 중량부 이하로 첨가되는 것이 바람직하다.

(72) 발명자

최영운

대전 유성구 신성로61번안길 3, (신성동)

이후인

대전 서구 청사서로 70, 104동 905호 (월평동, 무궁화아파트)

신선명

대전 유성구 신성로72번길 48, (신성동)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 GP2012-023

부처명 지식경제부

연구관리전문기관 산업기술연구회

연구사업명 주요사업-기관고유임무형-기본

연구과제명 용융환원법을 이용한 저품위 전략금속(REE, V, Mo) 광물의 용복합 제련 기반기술 개발

기여율 1/1

주관기관 한국지질자원연구원

연구기간 2012.01.01 ~ 2014.12.31

특허청구의 범위

청구항 1

희토류 원광인 자철광을 준비하는 단계;

상기 자철광에 코크스(coke)를 자철광에 대해 0.14 중량부로 혼합하고 용융 환원법을 이용하여 상기 자철광에 포함된 철 산화물(Fe_2O_3)을 환원시키는 단계;

환원 처리된 선철을 분리하는 단계; 및

선철이 분리되어 희토류가 농축된 슬래그를 분리하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는, 용융 환원법을 이용한 희토류 농축 방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 용융 환원법은,

하기의 반응식 1 및 반응식 2에 따라서 진행되는 것을 특징으로 하는, 용융 환원법을 이용한 희토류 농축 방법.

[반응식 1]

철 산화물 + 탄소 \rightarrow 철(Fe) + CO.

[반응식 2]

철 산화물 + CO \rightarrow 철(Fe) + CO_2 .

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 희토류가 농축된 슬래그는,

과분쇄가 용이한 것을 특징으로 하는, 용융 환원법을 이용한 희토류 농축 방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

용융 환원 처리는,

환원 분위기에서 행하는 것을 특징으로 하는, 용융 환원법을 이용한 희토류 농축 방법.

청구항 6

삭제

청구항 7

제 1 항에 있어서,

슬래그 생성 촉진제로서 용제(flux)를 더 첨가하는 것을 특징으로 하는, 용융 환원법을 이용한 희토류 농축 방법.

청구항 8

제 1 항에 있어서,

용융 환원 처리는,

1250 ~ 1600 ℃의 온도에서 행해지는 것을 특징으로 하는, 용융 환원법을 이용한 희토류 농축 방법.

청구항 9

제 1 항에 있어서,

용융 환원 처리는,

유도로에서 행해지는 것을 특징으로 하는, 용융 환원법을 이용한 희토류 농축 방법.

청구항 10

제 1 항에 있어서,

용융 환원 처리는,

아크로에서 행해지는 것을 특징으로 하는, 용융 환원법을 이용한 희토류 농축 방법.

청구항 11

삭제

청구항 12

제 7 항에 있어서,

상기 용제는,

원광 대비 30 중량부 이하 첨가되는 것을 특징으로 하는, 용융 환원법을 이용한 희토류 농축 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 희토류의 농축 방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 용융 환원법을 이용하여 원광 내의 희토류의 농도를 높이는 농축 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 희토류는 그 매장량이 다른 일반적인 금속 광물에 비해서 매우 적을 뿐만 아니라, 원광으로부터의 분리도 매우 어렵기 때문에 얻기 어려운 광물이며, 대부분 매우 고가임은 주지의 사실이다.

[0003] 반면, 희토류에 대한 수요는 각종 전자 기기 등에서의 수요 폭발로 인해서 날이 갈수록 높아지고 있다.

- [0004] 따라서, 원광으로부터 저렴하게 희토류를 추출하는 방법에 대한 요구가 있었다.
- [0005] 기존의 희토류를 획득하는 방법으로는, 희토류가 포함된 원광을 분쇄하고, 이 분쇄된 원광에 대해서 비중 선별 등 선광 공정을 거친 다음, 총희토류(T-REO, total rare earth oxide)가 20 % 전후인 정광으로 만들고, 습식 침출 공정을 통하여 용매 추출 등의 방법으로 각 원소별로 분리하여 원하는 희토류를 회수하는 방법이 있다.
- [0006] 이와 같은 종래 방식의 희토류 획득 방법에 따르면, 선광을 위해서 희토류를 함유한 광물질 입자를 단체 분리할 수 있는 미세한 수준까지 분쇄하여 분체를 얻어야 하며, 이렇게 얻은 분체를 선광하여 얻은 정광을 산, 알칼리 침출 공정을 통하여 용해시켜야 하는데, 희토류 함유 광석 특성상 그 용해 조건이 까다로운 것은 널리 알려져 있다.
- [0007] 또한, 침출 공정의 경제성을 고려하여 선광 과정을 통하여 정광 중 희토류의 품위가 일정 % 이상(예를 들면, 20 %)이 되도록 농축하여야 하기 때문에 선광 수율이 낮았으며, 따라서 희토류의 손실을 피할 수 없었다.
- [0008] 더욱이, 일부 희토류 광물의 경우, 분쇄에 시간 및/또는 에너지가 너무 많이 소요된다든가 분쇄 이후의 선광 과정에서 정광의 형성이 어려운 경우도 있었다.
- [0009] 본 발명에 관련된 종래 기술로는 대한민국 등록특허 제10-0141539호(1998.03.23. 등록)가 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0010] 따라서, 본 발명은 희토류를 함유한 광석 중, 특성상 선광이 곤란하거나 간단한 조작으로 쉽게 품위를 높일 수 있는 최소한의 선광을 거친 광석을 대상으로 희토류 등 유가 금속을 회수함으로써 선광 비용의 절감 및 고농축 정광 생산 과정에서 발생하는 희토류 손실을 방지하여 고 회수율을 얻는 것을 목적으로 하고 있다.
- [0011] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 이상에서 언급한 과제(들)로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 과제(들)는 이하의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

- [0012] 상기 과제를 해결하기 위해서, 본 발명의 용융 환원법을 이용한 희토류 농축 방법은, 희토류 원광을 준비하는 단계; 용융 환원법을 이용하여 상기 희토류 원광을 용융 환원 처리하는 단계; 용융 환원 처리된 선철을 분리하는 단계; 및 선철이 분리되어 희토류가 농축된 슬래그를 분리하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0013] 여기에서, 상기 희토류 원광은, 철(Fe) 성분이 다량으로 포함되어 있는 희토류 원광인 것이 바람직하다.
- [0014] 또한, 상기 용융 환원법은, 하기의 반응식 1 및 반응식 2에 따라서 진행된다.
- [0015] [반응식 1]
- [0016] 철 산화물 + 탄소 → 철(Fe) + CO.
- [0017] [반응식 2]
- [0018] 철 산화물 + CO → 철(Fe) + CO₂.
- [0019] 또한, 상기 희토류가 농축된 슬래그는, 파분쇄가 용이할 수 있다.
- [0020] 또한, 상기 용융 환원 처리는, 환원 분위기에서 행해질 수 있다.

- [0021] 또한, 본 발명의 용융 환원법을 이용한 회토류 농축 방법에서는 탄소질 환원제로서의 코크스를 더 첨가하는 것이 바람직하다.
- [0022] 여기에서, 필요에 따라서, 슬래그 생성 촉진제로서 용제(flux)를 더 첨가할 수도 있다.
- [0023] 또한, 상기 용융 환원 처리는, 1250 ~ 1600 °C의 온도에서 행해지는 것이 바람직하다.
- [0024] 상기 용융 환원 처리는, 유도로에서 행해지거나, 다르게는 아크로에서 행해질 수도 있다.
- [0025] 본 발명의 용융 환원법을 이용한 회토류 농축 방법에서 상기 코크스는, 원광 중 철 환원에 필요한 이론치 대비 1.5 배 첨가되는 것이 바람직하다.
- [0026] 또한, 상기 용제는, 원광 대비 30 중량부 이하 첨가되는 것이 특히 바람직하다.
- [0027] 기타 실시예들의 구체적인 사항들은 상세한 설명 및 첨부 도면들에 포함되어 있다.
- [0028] 본 발명의 이점 및/또는 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예를 참조하면 명확해질 것이다.
- [0029] 그러나, 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예는 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 본 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다.
- [0030] 명세서 전체에 걸쳐 동일 참조 부호는 동일 구성 요소를 지칭하며, 발명을 구성하는 각 구성 요소의 크기, 위치, 결합 관계 등은 명세서의 명확성을 위하여 과장되어 기술되어 있을 수 있음을 알아야 한다.

발명의 효과

- [0031] 이상과 같은 본 발명의 용융 환원법을 이용한 회토류 농축 방법에 따르면, 선광 과정을 거치지 않을 뿐만 아니라 회토류의 농축시에 발생하는 회토류의 손실을 방지할 수 있으며, 회토류의 회수율 또한 높다는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

- [0032] 도 1은, 본 발명의 바람직한 실시예에 따른, 용융 환원법을 이용한 회토류 농축 방법의 개략적인 순서를 나타낸 순서도이다.
 도 2는, 본 발명의 바람직한 실시예에 따른, 용융 환원법을 이용한 회토류 농축 방법에서 사용하는, 용해로를 개략적으로 나타낸 단면도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0033] 이하에서는 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시예들을 상세히 설명하기로 한다.
- [0034] 먼저, 종래 기술과 비교하여, 본 발명에 도달하게 된 개념에 대해서 설명하기로 한다.
- [0035] 본 발명의 발명자는 회토류광(원광) 중에 회토류 이외에 철과 같은 유가 금속의 함유량이 높은 경우, 이 원광에 탄소질 환원제를 첨가하여 철을 미리 용융 환원시킴으로써 탄소로 환원되는 철 등의 유가 금속을 합금상(相)으로 먼저 회수하고, 회토류 등과 같이 탄소로 환원이 곤란한 성분은 용융 환원시에 생성되는 슬래그에 농축시켜 두게 되면, 이후의 침출 공정을 통하여 회토류를 용이하게 회수할 수 있다는 생각에 도달하게 되었다.
- [0036] 이때, 금속(철)은 미리 환원되어 회수되었으며 또한 광석 중의 결정수 등이 제거되었기 때문에 슬래그의 중량 감소가 이루어지게 되며, 따라서 회토류 등 탄소로 환원이 불가능한 유가 금속은 상대적으로 농축이 이루어지게

된다.

[0037] 또한, 상기 슬래그는 일반 광석에 비해 과분쇄가 용이하며, 슬래그 중에 농축되어 함유된 희토류 등 유가 금속이 산화물의 형태로 전환되어 있으므로, 약산성(약알칼리성)의 용액을 사용하더라도 용이하게 회수할 수 있게 된다.

[0038] 본 발명의 발명자는 이상과 같은 기본적인 개념을 염두에 두고 본 발명을 완성하게 되었다.

[0039] 도 1은, 본 발명의 바람직한 실시예에 따른, 용융 환원법을 이용한 희토류 농축 방법의 개략적인 순서를 나타낸 순서도이다.

[0040] 도 1을 참조하면, 본 발명에 따른 용융 환원법을 이용한 희토류 농축 방법은, 원광 준비 단계(ST100), 상기 원광을 용융 환원 처리하는 단계(ST120), 상기 용융 환원 처리된 원광으로부터 선철(Fe)을 분리하는 단계(ST140), 상기 용융 환원 처리된 원광으로부터 농축 슬래그를 분리하는 단계(ST160), 및 상기 농축 슬래그를 침출 처리하는 단계(ST180)로 이루어진다.

[0041] 원광 준비

[0042] 원광 준비 단계(ST100)에서는, 본 발명에 따른 희토류 농축 방법을 구현하기 위해서, 다량의 철(Fe) 성분을 포함하고 있으면서 희토류 성분 또한 비교적 풍부하게 포함하고 있는 원광으로서, 우리 나라의 홍천 지방에서 쉽게 구할 수 있는 홍천 자철광을 준비하였다.

[0043] 하기 표 1에 홍천 자철광의 성분을 분석한 결과를 나타내었다.

표 1

구 분	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	SrO	P	T-REO (%)
원 광 (홍천 자철광)	9.0	38.2	11.4	7.4	0.7	7.0	2.46	2.95

[0044]

[0045] 표 1로부터 알 수 있는 바와 같이, 홍천 자철광에는 T-REO가 2.95 % 정도 포함되어 있는 것을 확인하였다.

[0046] 또한, 홍천 자철광에는 철로서 38.2 %의 Fe₂O₃가 포함되어 있음을 알 수 있다.

[0047] 참고로, 상기 표 1의 기재에서 본 발명의 특징적인 구성과 무관하다고 간주되는 일부 성분들은 제외하였다. 따라서, 상기 각 성분의 합은 100을 만족하지 않음에 주의하여야 한다.

[0048] 용융 환원 처리

[0049] 용융 환원 처리하는 단계(ST120)는, 상술한 바와 같이 준비한 홍천 자철광을 유도로 또는 아크로에서 용융 환원 처리하는 단계이다.

[0050] 원광의 양이 적은 경우에는, 취급이 용이한 유도로를 사용하는 것이 바람직하다.

[0051] 이때, 홍천 자철광 원광에 대해서 철분 환원에 필요한 이론치 대비 1.5 배 상당의 코크스(coke)를 혼합하여 유

도로에 장입하고, 1500 ℃ 이상의 온도로 가열하여 용융시킨 후 일정 시간 유지하여 반응을 진행시키고 냉각하였다.

[0052] 또한, 슬래그의 생성 용점을 낮추면서 슬래그의 생성을 활발하게 하도록 하기 위하여, 삼원계 상태도를 참고하여, 적당량의 SiO₂, CaO, Al₂O₃, MgO 등을 용제(flux)로 첨가하는 것이 더욱 바람직하다.

[0053] 상기 용제는 원광을 용해할 때 슬래그의 물성을 향상시켜서 환원 반응이 원활하게 일어나도록 하기 위해서 첨가하는 것으로, 이후 농축된 회토류를 침출 처리할 때, 효과적으로 회토류를 침출시키는 효과를 발휘한다.

[0054] 선철(Fe) 분리

[0055] 선철(Fe)을 분리하는 단계(ST140)는, 상기 냉각시킨 원광으로부터 선철만을 회수하는 단계이다.

[0056] 본 단계에 따르면, 원광 중의 상당량을 차지하고 있었던 철(Fe) 성분의 함량이 대폭적으로 낮아지게 되면서, 상대적으로 슬래그의 농도는 높아지게 된다.

[0057] 농축 슬래그 분리

[0058] 농축 슬래그를 분리하는 단계(ST160)는, 농축된 슬래그를 상기 냉각시킨 원광으로부터 회수하는 단계이다.

[0059] 침출 처리

[0060] 농축 슬래그를 침출 처리하는 단계(ST180)는, 산이나 알칼리를 이용하여 농축 슬래그를 침출 처리하는 단계이다.

[0061] 본 발명에 따라서 회토류가 농축된 슬래그의 경우, 약산성 또는 약알칼리성 용액을 사용하여도 용이하게 회토류를 획득할 수 있다.

[0062] 실시예

[0063] 이하, 본 발명의 바람직한 실시예를 통해 본 발명의 구성 및 작용을 더욱 상세히 설명하기로 한다.

[0064] 다만, 이는 본 발명의 바람직한 예시로 제시된 것이며 어떠한 의미로도 이에 의해 본 발명이 제한되는 것으로 해석될 수는 없다.

[0065] 여기에 기재되지 않은 내용은 이 기술 분야에서 숙련된 자이면 충분히 기술적으로 유추할 수 있는 것이므로 그 설명을 생략하기로 한다.

[0066] 원광 준비

[0067] 상술한 바와 같이, 본 발명에서 사용한 회토류광은 우리 나라의 홍천 지방에서 쉽게 얻을 수 있는 홍천 자철광을 준비하였다.

[0068] 본 발명의 실시예에서 사용한 원광은, 1 kg을 준비하였다.

[0069] 용융 환원 처리

- [0070] 상술한 바와 같이 준비한 원광과 슬래그 생성 촉진제로서의 규석(SiO_2), 및 환원제를, 도 2에 나타난 용해로에서 용융 환원시켰다.
- [0071] 이때, 슬래그 촉진제와 환원제는 용융 환원시의 화학 반응을 고려하여, 슬래그 생성 및 원광 내의 철분 환원에 필요한 충분한 양을 사용하였다.
- [0072] 구체적으로는, 원광 1 kg에 대해서 슬래그 생성 촉진제로서의 규석 20.4 g, 환원제로서의 코크스 140 g을 장입하였다.
- [0073] 이때, 유도로의 온도는 1500 °C 정도의 온도로 유지하였으며, 3 시간 정도 반응을 유지하고 냉각하였다.
- [0074] 여기서, 도 2를 참조하여, 본 실시예에서 사용한 용해로의 구성에 대해서 설명하기로 한다.
- [0075] 도면에 도시한 용해로는 유도로로서, U 형상의 도가니(200)를 포함하고 있으며, 상기 도가니(200)의 내부에 원광(홍천 자철광), 탄소질 환원제로서의 코크스(coke), 및 슬래그 생성 촉진제로서의 용제(flux)가 첨가된다.
- [0076] 상기 도가니(200)의 외측에는 유도 코일(220)이 설치되어 있으며, 이 유도 코일(220)의 동작은 제어부(260)에 의해서 제어된다. 유도로의 구성에 대해서는 본 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자들에게는 명확한 것이라 판단되므로, 이에 대한 더 이상의 설명은 생략한다. 마찬가지로, 아크로의 구성에 대해서도 동일하게 그 설명은 생략한다.
- [0077] 한편, 상기 도가니(200)의 온도 조절은 도가니(200)에 설치된 온도계(240) 및 상기 제어부(260)에 의해서 조절된다.
- [0078] 이때, 도가니(200)의 용융 온도는 1250 ~ 1600 °C로 설정하였으며, 승온은 15 분간, 상기 용융 온도의 유지 시간은 30 분 정도로 제어하였다.
- [0079] 여기서, 상기 도가니(200)의 용융 온도가 1250 °C 미만이면, 원광의 용융이 불충분해지며, 상기 도가니(200)의 용융 온도가 1600 °C를 초과하게 되면, 도가니(200) 자체의 부식이 발생할 수 있으므로 원광의 용융에 부정적인 영향을 미치게 된다.
- [0080] 또한, 아크로를 사용한 경우, 원광 30 kg, 규석 3.3 kg, 코크스 4.2 kg를 투입하여 용융 환원한 결과, 상(相) 분리가 완전하기 이루어지지는 않았지만, 금속상은 5.98 kg, 슬래그는 20.5 kg을 얻었다.
- [0081] 본 발명의 실시예에 따라서 얻은, 농축된 슬래그 중의 T-REO의 양에 대해서는 표 2를 참조하여 후술한다.
- [0082] 상기 용융 환원 반응에서 발생하는 화학 반응 메커니즘은 다음과 같다.
- [0083] 먼저, 환원제로 첨가된 코크스 등에 의해서, 금속 산화물(본 실시예에서는 원광 내의 Fe_2O_3)이 금속(본 실시예에서는 Fe)과 CO 가스로 환원된다.
- [0084] [반응식 1]
- [0085] 금속 산화물 + 탄소 → 금속(Fe) + CO.
- [0086] 또한, 이와 거의 동시에 또는 동시적으로, 하기와 같은, 금속 산화물과 일산화탄소(CO)의 환원 반응이 발생한다.

- [0087] [반응식 2]
- [0088] 금속 산화물 + CO → 금속(Fe) + CO₂.
- [0089] 여기에서, 본 발명의 용융 환원 공정은, 고온에서 탄소 또는 일산화탄소(CO)가 금속 산화물의 산소와 반응하여 CO 또는 CO₂를 생성하는 공정을 알아야 한다.
- [0090] 즉, 용융 환원 공정 중에 외기 중의 O₂가 유입되면, 이들 O₂가 먼저 환원제(및 CO)와 반응하게 되어 원광의 용융 환원 공정이 원활하지 못하게 되므로, 외기의 유입을 차단해 주는, 즉 환원 분위기를 유지하여 주는 것이 특히 바람직하다.
- [0091] 본 실시예에서는, 유도로와 아크로 모두 사용하여 실험하였으며, 용제(flux)를 첨가한 경우와 첨가하지 않은 경우에 대해서, 후술하는 표 2에 그 결과를 정리하여 나타내었다.
- [0092] 한편, 본 발명에서 사용한 용제(flux)의 용도에 대해서는 상술한 바 있지만, 회토류를 농축할 때, 용제는 넣지 않는 것이 가장 유리하다는 점을 알아야 한다.
- [0093] 하지만, 원광의 조성이 슬래그 생성에 문제가 없는 조성이라면 용제를 첨가할 필요가 없지만, 회토류를 포함하고 있는 대부분의 원광은 용융 환원시 일정량의 용제를 첨가하여야 한다.
- [0094] 본 실시예에서 사용한 용제는, 대표적으로 SiO₂이며, 기타 CaO, MgO 등을 사용할 수도 있다.
- [0095] 이때, 용제의 첨가량은 원광의 조성에 따라서 달라질 수 있으므로, 일률적으로 정할 수 없지만, 원광 대비 30 중량부 이상의 용제를 사용하는 것은, 본 발명에서 목적으로 하고 있는 회토류의 농축이라는 목적을 달성하는데 무의미하므로, 용제의 첨가 상한선은 원광 대비 30 중량부인 것이 바람직하다.
- [0096] 본 발명의 실시예에서는, 용제를 2 중량부 투입하였다.
- [0097] 선철(Fe) 분리
- [0098] 상술한 바와 같이, 도가니(200)에서 용융한 원광을 식히면서, 선철(Fe)을 먼저 분리하였다.
- [0099] 이렇게 선철이 먼저 분리되면, 회토류의 상대적인 농축이 이루어진다.
- [0100] 상기 선철은, 상기 용융 환원 반응시, 탄소질 환원제에 의해서 환원되면서 금속 산화물로부터 분리된 것이다.
- [0101] 이때, 탄소질 환원제의 의해서 환원되지 않은 성분, 즉 회토류 성분은 대부분 슬래그에 농축되어 남아있게 된다.
- [0102] 농축 슬래그 분리
- [0103] 상술한 바와 같이, 도가니(200)로부터 선철을 먼저 분리하면, 회토류가 농축된 슬래그가 남아있게 된다.
- [0104] 이때, 금속(철)은 미리 환원되어 회수되었고 또한 광석 중의 결정수 등이 제거되었기 때문에 슬래그의 중량 감소가 이루어졌으며, 따라서 회토류 등 탄소를 환원이 불가능한 유가 금속은 상대적으로 농축된 상태로 존재하게 된다.
- [0105] 이 슬래그는 일반 광석에 비해 과분쇄가 용이하며, 또한, 슬래그 중에 농축되어 함유된 회토류 등 유가 금속은 산화물의 형태로 전환되어 있기 때문에, 종래 원광에 대해서 강산성(강알칼리성)의 용액을 사용하는 것이 비해서 상대적으로 약산성(약알칼리성)의 용액을 사용하는 침출 처리 공정을 통해서 용이하게 회토류를 회수할 수

있다.

[0106] 분석

[0107] 표 2에 본 발명의 용융 환원법을 이용한 회토류 농축 방법에 의해서 얻어진 슬래그를 분석하여 원광(홍천 자철광)과 대비하여 각 성분을 나타내었다.

표 2

구 분	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	SrO	P	T-REO (%)
원 광 (홍천 자철광)	9.0	38.2	11.4	7.4	0.7	7.0	2.46	2.95
Slag(유도로) (SiO ₂ 2 %, 3 Hr)	25.47	0.01	32.52	20.71	1.92	19.42	0.3	8.36
Slag(유도로) (SiO ₂ 2 %, 2 Hr)	22.50	0.0 3	28.31	18.3	1.72	17.12	0.1	7.36
Slag(아크로) (SiO ₂ 2 %, 2 Hr)	29.9	16.0	16.2	9.6	1.4	10.1	0.1	5.84

[0108]

[0109] 표 2로부터, 원광의 T-REO는 2.95 %였으나, 용제(flux)를 첨가한 유도로의 경우(용제로서 SiO₂ 2 중량부 첨가, 3 시간), 상술한 바와 같이, 원광 1 kg, 규석(SiO₂) 20.4 g, 코크스 140 g을 장입하여, 1500 °C에서 3 시간 정도 반응을 유지한 경우, 선철은 288.2 g이 회수되었으며, 슬래그는 416 g이었다.

[0110] 이 때의 슬래그 중의 T-REO는 8.36 %를 나타내고 있어서, 원광에서의 T-REO가 2.95 %인 것과 대비하여 3 배 정도 수준에 상당하는 회토류의 농축이 이루어졌음을 알 수 있다.

[0111] 또한, 아크로의 경우(용제로서 SiO₂ 2 중량부 첨가, 2 시간), 상술한 바와 같이, 원광 30 kg, 규석(SiO₂) 3.3 kg, 코크스 4.2 kg을 장입하여, 1500 °C에서 2 시간 정도 반응을 유지한 경우, 선철은 5.98 kg, 슬래그는 20.5 kg이었다.

[0112] 이 때의 슬래그 중의 T-REO는 5.84 %를 나타내고 있어서, 원광에서의 T-REO가 2.95 %인 것과 대비하며 2 배 정도 수준에 상당하는 회토류의 농축이 이루어졌음을 알 수 있다.

[0113] 이때, 상술한 바와 같이, 본 발명의 목적인 회토류를 농축하기 위해서는 슬래그 생성 촉진제로서의 용제의 첨가량을 최소화하는 것이 바람직하다.

[0114] 한편, 표 2로부터, 유도로의 경우 회토류의 농축율이 높음을 알 수 있는데, 이는 선철(Fe)의 환원율이 높기 때문이다.

[0115] 즉, 회토류의 경우 용융 환원 과정에서 환원되지 않고 전량 슬래그로 들어가게 되며, 이 과정에서 선철이 환원되어 회수되므로, 슬래그의 함량을 감소시키면 결과적으로 회토류가 농축되게 된다.

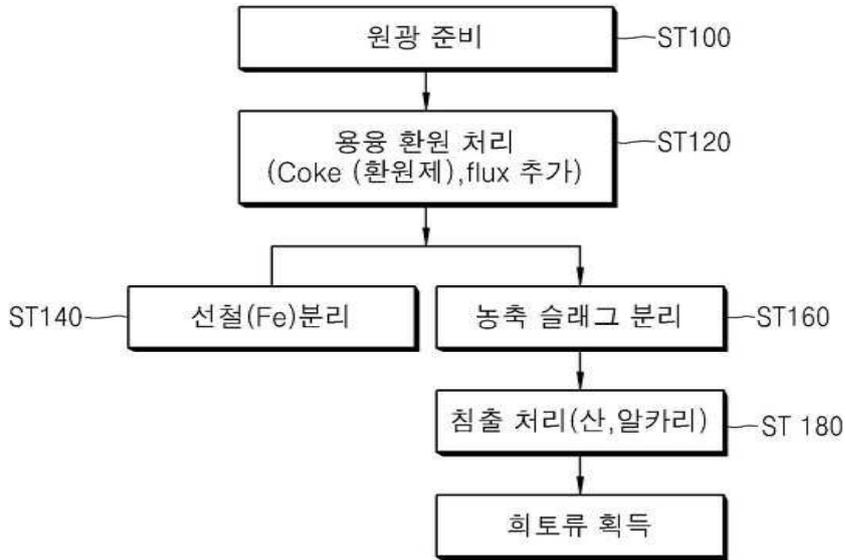
- [0116] 따라서, 용제의 첨가량이 증가하면 산출되는 슬래그의 양이 증가하게 되어 회토류의 농축 효과가 감소하므로 용제의 첨가량을 최소화하는 것이 바람직하다.
- [0117] 유도로의 경우, 고밀도 흑연 도가니에 원광과 환원제를 혼합하여 넣고 덮개를 덮어 밀폐한 상태로 반응이 진행이 되므로, 산소의 유입이 차단되고, CO 분압이 높아지는 등 도가니 내부의 환원 분위기가 유지된다.
- [0118] 그 결과, 철(Fe)의 환원율이 높아져서 슬래그의 중량이 감소하고, 회토류의 농축율이 증가함을 알 수 있다.
- [0119] 그러나, 아크로는 소형인 경우, 구조적으로 도가니 상부 밀폐가 어렵고 용융되지 않은 광석층이 얇기 때문에, 상술한 바와 같이, 용융 환원 공정 중에 도가니 내의 환원 분위기 유지가 곤란하다는 문제가 있다.
- [0120] 따라서, 선철(Fe)의 환원율이 상대적으로 감소하게 되고, 슬래그 내의 철분 함량이 높아지게 되므로, 회토류의 농축율이 상대적으로 낮아진다는 것을 알 수 있다.
- [0121] 그러므로, 본 발명의 용융 환원법을 이용한 회토류 농축 방법의 바람직한 실시예에서는 환원 분위기를 유지하기 용이한 유도로를 사용하는 것이 바람직하다.
- [0122] 다만, 유도로가 아니더라도 환원 분위기를 지속적으로 유지시킬 수 있는 용해로라면 아크로를 사용하여도 무방하다.
- [0123] 지금까지 본 발명에 따른 구체적인 실시예에 관하여 설명하였으나, 본 발명의 범위에서 벗어나지 않는 한도 내에서는 여러 가지 변형이 가능함은 물론이다.
- [0124] 그러므로, 본 발명의 범위는 설명된 실시예에 국한되어 정해져서는 안 되며, 후술하는 특허 청구의 범위뿐 아니라 이 특허 청구의 범위와 균등한 것들에 의해 정해져야 한다.
- [0125] 이상과 같이 본 발명은 비록 한정된 실시예와 도면에 의해 설명되었으나, 본 발명은 상기의 실시예에 한정되는 것은 아니며, 이는 본 발명이 속하는 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이러한 기재로부터 다양한 수정 및 변형이 가능하다.
- [0126] 따라서, 본 발명 사상은 아래에 기재된 특허청구범위에 의해서만 파악되어야 하고, 이의 균등 또는 등가적 변형 모두는 본 발명 사상의 범주에 속한다고 할 것이다.

부호의 설명

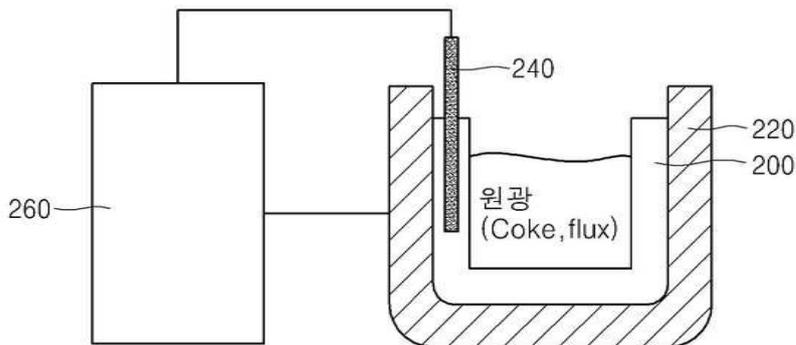
- [0127] 200 : 용해로
- 220 : 유도 코일
- 240 : 온도계
- 260 : 제어부
- ST100 : 원광 준비 단계
- ST120 : 용융 환원 처리 단계
- ST140 : 선철 분리 단계
- ST160 : 농축 슬래그 분리 단계
- ST180 : 침출 처리 단계

도면

도면1



도면2



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 제5,8-10항

【변경전】

상기 용융 환원 처리

【변경후】

용융 환원 처리

【식권보정 2】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 제1항

【변경전】

상기 환원 처리된 선철

【변경후】

환원 처리된 선철