



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년02월04일
 (11) 등록번호 10-1357165
 (24) 등록일자 2014년01월23일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01F 7/32 (2006.01) *C30B 29/46* (2006.01)
B01J 19/18 (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2013-0013727
 (22) 출원일자 2013년02월07일
 심사청구일자 2013년02월07일
 (56) 선행기술조사문헌
 JP10156103 A
 KR1020030007731 A
 KR1020030039375 A*
 US20110038781 A1
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
 한국지질자원연구원
 대전광역시 유성구 과학로 124 (가정동)
 (72) 발명자
장영남
 대전광역시 유성구 대덕대로541번길 68, 102-801 (도룡동, 현대아파트)
김광주
 대전광역시 유성구 어은로 57, 119-306 (어은동, 한빛아파트)
이명규
 대전광역시 유성구 배울2로 78, 609-1701 (관평동, 운암네오미아)
 (74) 대리인
박창희, 김종관, 권오식

전체 청구항 수 : 총 9 항

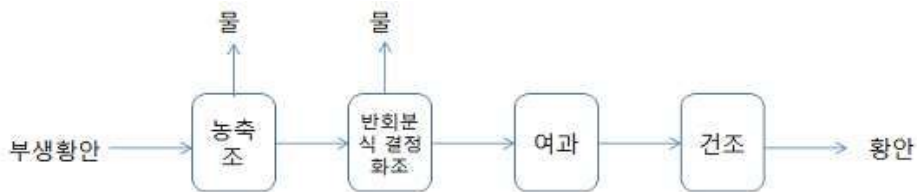
심사관 : 이승주

(54) 발명의 명칭 **황안 결정화 방법**

(57) 요약

본 발명은 황안 결정을 제조하는 방법에 관한 것으로, a) 황안을 포함하고 있는 황안 용액을 농축하여 제조되는 제 1농축액을 제조하는 단계; b) 상기 제 1농축액을 증발시키고 과포화를 형성시켜 황안 핵입자를 제조하는 단계; c) 상기 제조된 황안 핵입자에 황안 수용액을 농축한 제 2 농축액을 연속적으로 주입하여 반회분식 조작으로 황안 핵을 성장시켜 황안 결정을 제조하는 단계; d) 상기 황안 결정을 숙성시키는 단계; 를 포함하는 황안 결정화 방법에 관한 것이다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 GP2010-018

부처명 지식경제부

연구사업명 일반사업

연구과제명 산업부산물을 이용한 CO2 저감 및 자원실용화 기술개발

기 여 율 1/1

주관기관 한국지질자원연구원

연구기간 2010.01.01 ~ 2014.12.31

특허청구의 범위

청구항 1

- a) 황안을 포함하고 있는 황안 수용액을 농축하여 제조되는 제 1농축액을 제조하는 단계;
- b) 상기 제 1농축액을 증발에 의해 과포화시켜 황안 핵입자를 제조하는 단계;
- c) 상기 제조된 황안 핵입자에 황안 수용액을 농축한 제 2 농축액을 연속적으로 주입하여 반회분식 조작으로 황안 핵을 성장시켜 황안 결정을 제조하는 단계;
- d) 상기 황안 결정을 숙성시키는 단계; 를 포함하는 황안 결정화 방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 a) 단계에서 황안을 포함하고 있는 황안 수용액 농도가 0.1 ~ 40 g/L인 것인 황안 결정화 방법.

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 a)단계의 제 1농축액 및 c)단계의 제 2농축액의 농도가 40 ~ 50 g/L인 것인 황안 결정화 방법.

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 b)단계에서 과포화도는 0.0001 ~ 0.15 황안질량분율인 것인 황안 결정화 방법.

청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 b)단계에서 제 1 농축액을 증발하여 과포화 형성시 온도 55 ~ 100℃에서 수행되는 것인 황안 결정화 방법.

청구항 6

제 1항에 있어서,

상기 b)단계에서 제 1농축액을 증발시킬 때 증발속도가 $0.1 \sim 15 \text{ kg/m}^2 \text{ min}$ 인 것인 황안 결정화 방법.

청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 b)단계에서 제조되는 황안 핵입자의 크기가 0.1 ~ 1 mm인 것인 황안 결정화 방법.

청구항 8

제 1항에 있어서,

상기 제조되는 황안 결정이 1 ~ 3mm인 것인 황안 결정화 방법.

청구항 9

제 8항에 있어서,

상기 황안 결정 입자의 성장속도가 $10^{-6} \sim 10^{-8} \text{ m/s}$ 인 것인 황안 결정화 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 반회분식을 이용한 황안 결정화 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 폐석고는 일반적으로 화학석고라고 부르며 이수석고 형태인데 현재 우리나라에서 황산을 사용하거나 황산을 폐기물로 발생시키는 산업체에서 수년간 약 400만톤을 배출하고 있다. 석고의 재활용 여부는 석고의 순도에 달려 있으며 현재 94% 이상의 순도를 갖는 석고의 경우 석고보드, 플라스터 등에 사용될 수 있지만 현재 생산되는 고급 석고는 석고산업의 수요를 이미 넘어서고 있다. 이러한 문제점을 타개할 수 있는 방안의 하나는 폐석고를 이용하여 황안비료와 방해석을 만들어서 폐자원을 재활용하고 자원화 하는 것이다.

[0003] 황안(황산암모늄, ammonium sulfate)은 식물에 필요한 질소와 황 성분을 공급해주는 유용한 물질이며 주로 배기가스로부터 공급되었다. 그러나 공기 중의 유황화합물의 침전이 점차 고갈되므로 식물을 위한 영양소로서 황산염(sulfate) 형태의 유황의 수요가 점차 증가하고 있다.

[0004] 석고와 암모니아를 이용하여 황안을 제조하는 방법은 소위 Mersberg process라고 부르며 19세기 초에 최초로 제안되었다. 반응식은 다음과 같다:



[0006] 위의 반응식으로 만들어진 황안 수용액의 농도는 15-30% 정도이며 이 수용액을 증발, 농축시켜 결정화 시킨다.

[0007] 한편 대부분의 황안은 결정화 벌크 생성물로 시판되는 다른 공정의 부산물이다. 황안 결정 생산과정에서 크기 및 품질은 매우 중요한 요소인데, 황안의 물리적 형태는 이의 유용성을 결정하는데 매우 중요하다. 일반적으로 알갱이가 굵고 균일한 형태가 바람직하며, 알갱이가 작고 비균일적 또는 길쭉하거나 비늘 형태의 결정은 여과와 건조 같은 공정에서 문제가 있으므로 바람직하지 않다. 또한 균일하면서 입자가 큰 결정은 마찰에 대한 저항이나 취급 시 충격이 적으므로 다루기가 편리하며 비료로 사용되었을 때 분무기 등의 장치에 주입 사용이 용이하다. 다른 중요한 이유로는 크게 잘 발달된 능사면체형의 황산암모늄은 가교되거나 덩어리로 뭉쳐지는 성질이 상대적으로 매우 작으므로 취급 또는 저장이 용이한 장점이 있다.

[0008] 일반적으로 황안의 결정화는 연속식 및 외부순환 및 분급 등의 복잡한 공정을 이용하고 있으며 조업 변수의 조절이 매우 어려운 단점을 가지고 있다. 또한 하루 10톤이하 생산공정에 효과적인 방법이 필요하다.

[0009] 이에 한국공개특허 제 10-1996-0000289호 ‘산화황의 흡수와 황산암모늄의 동시 제조 방법’에 관한 것으로, 구체적으로 고온의 산화황 함유 기체를 포화 황산암모늄 수용액과 접촉시켜 황산암모늄(황안) 결정을 제조하는 방법에 관한 것이다. 그러나, 상기 선행발명의 방법으로 제조되는 황안의 결정의 입자를 제조할 수 있는 구체적인 조건에 관해서는 기재되어 있지 않을뿐더러, 그 공정이 복잡한 단점이 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0010] (특허문헌 0001) 한국공개특허 제 10-1996-0000289호 (1996.01.25)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0011] 본 발명은 반회분식을 이용한 황안 결정화 방법에 관한 것으로, 구체적으로 석고탄산화 과정에서 생성된 황산암모늄 용액의 침전 및 결정화에 대한 연구를 통하여 입자의 크기를 제어 할 수 있으며, 그 순도 또한 향상된 황안 결정화 방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

과제의 해결 수단

- [0012] 상기의 목적을 달성하기 위한 본 발명은,
- [0013] a) 황안을 포함하고 있는 황안 수용액을 농축하여 제조되는 제 1농축액을 제조하는 단계;
- [0014] b) 상기 제 1농축액을 증발시키고 과포화를 형성시켜 황안 핵입자를 제조하는 단계;
- [0015] c) 상기 제조된 황안 핵입자에 황안 수용액을 농축한 제 2 농축액을 연속적으로 주입하여 반회분식 조작으로 황안 핵을 성장시켜 황안 결정을 제조하는 단계;
- [0016] d) 상기 황안 결정을 숙성시키는 단계; 를 포함하는 황안 결정화 방법에 관한 것이다.
- [0017] 또한 본 발명은 상기 a) 단계에서 황안을 포함하고 있는 황안 수용액 농도가 0.1 ~ 40 g/L인 것인 황안 결정화 방법에 관한 것이다.
- [0018] 또한 본 발명은 상기 a)단계의 제 1농축액 및 c)단계의 제 2농축액의 농도가 40 ~ 50 g/L인 것인 황안 결정화 방법에 관한 것이다.
- [0019] 또한 본 발명은 상기 b)단계에서 과포화도가 0.0001 ~ 0.15 황안질량분율인 것인 황안 결정화 방법에 관한 것이다.
- [0020] 또한 본 발명은 상기 b)단계에서 제 1농축액을 증발하여 과포화 형성시 온도 55 ~ 100℃에서 수행되는 것인 황안 결정화 방법에 관한 것이다.
- [0021] 또한 본 발명은 상기 b)단계에서 제 1농축액을 증발시킬 때 증발속도가 0.1 ~ 15 kg/m² min인 것인 황안 결정화 방법에 관한 것이다.
- [0022] 또한 본 발명은 상기 b)단계에서 제조되는 황안 핵입자의 크기가 0.1 ~ 1 mm인 것인 황안 결정화 방법에 관한 것이다.
- [0023] 또한 본 발명은 상기 제조되는 황안 결정이 1 ~ 3mm인 것인 황안 결정화 방법에 관한 것이다.
- [0024] 또한 본 발명은 상기 황안 결정 입자의 성장속도가 10⁻⁶ ~ 10⁻⁸ m/s인 것인 황안 결정화 방법에 관한 것이다.
- [0025] 본 발명에 따라 제조되는 황안 결정 입자는 초기 과포화를 제어하여 제조되는 황안 결정의 크기를 조절이 가능하고, 바람직하게는 1 ~ 3mm의 황안 결정을 제조할 수 있다. 또한 반회분식 방법에 따라 입도분포가 균일한 입자를 얻을 수 있으며, 순도가 99.9%이상의 고순도의 황안 결정을 제조할 수 있는 장점이 있다.
- [0026] 이하 본 발명의 각 구성에 대하여 구체적으로 설명한다.
- [0027] 본 발명은 석고탄산화 과정에서 생성된 황산암모늄 용액으로부터 황안 결정화하는 방법에 관한 것으로, 황안 결정의 크기 및 순도는 초기 포화농도, 증발속도, 온도 및 과포도등에 영향을 받는다. 이에 본 발명인은 황안 결정의 입자 크기를 조절할 수 있으며 순도가 99.9%이상의 황안 결정을 제조할 수 있는 기반을 구축하였다.
- [0028] 본 발명은 증발에 의한 반회분식 결정화에 의한 황안 결정화 방법에 관한 것으로, 분급, 외부열교환등을 이용하지 않고 황안의 결정의 크기 또는 균일도를 조절할 수 있으며, 이에 따라 황안의 결정을 제조하는 제조공정이 단순해지는 장점이 있다.
- [0029] 더욱 구체적으로 본 발명은,
- [0030] a) 황안을 포함하고 있는 황안 수용액을 농축하여 제조되는 제 1농축액을 제조하는 단계;
- [0031] b) 상기 제 1농축액을 증발시키고 과포화를 형성시켜 황안 핵입자를 제조하는 단계;
- [0032] c) 상기 제조된 황안 핵입자에 황안 수용액을 농축한 제 2 농축액을 연속적으로 주입하여 반회분식 조작으로 황안 핵을 성장시켜 황안 결정을 제조하는 단계;
- [0033] d) 상기 황안 결정을 숙성시키는 단계; 를 포함하는 황안 결정화 방법에 관한 것이다.
- [0034] 상기 a)단계는 황안을 포함하고 있는 황안 수용액을 농축하여 제 1 농축액을 제조하는 단계로, 용액을 증발시켜 포화영역 이하의 안정영역에서 농축을 수행되도록 하는 것이 바람직하며, 결정이 석출되지 않도록 제어하는 것이 중요하다. 따라서 상기 황안을 포함하고 있는 황안 수용액의 농도가 0.1 ~ 40 g/L인 것이 바람직하며, 더욱

바람직하게는 5 ~ 40 g/L인 것이 결정이 석출되지 않을 수 있어 좋다.

[0035] 상기 b)단계는 a)단계에서 농축한 제 1농축액을 더욱 증발시켜 과포화를 형성시키고, 황안 핵 입자를 제조하는 단계로, 상기 제 1농축액 증발 시 55 ~ 100℃에서 증발속도가 0.1 ~ 15 kg/m² min이 되도록 증발시키는 것이 바람직하며, 또한 이때 과포화도는 0.0001 ~ 0.15 황안질량분율인 것이 바람직하다.

[0036] 상기의 온도 및 증발속도의 조건으로 과포화를 형성 시 과포화도 0.0001 ~ 0.15 황안질량분율으로 제조할 수 있는 것이며, 이렇게 제조되었을 때 본 발명에서 목적하는 황안 핵의 입자 크기가 0.1 ~ 1mm으로 제조될 수 있다. 또한 균일한 크기의 황안 핵의 입자를 제조할 수 있으며, 최종적으로 황안 결정의 크기를 균일 하게 제조할 수 있는 기반이 된다.

[0037] 또한 상기 b)단계에서 제 1농축액을 더욱 증발시켜 과포화를 형성 시 과포화도가 높아지면 황안 핵 입자의 크기가 작아지며, 과포화도가 낮으며 황안 핵 입자의 크기가 커짐에 따라, 본 발명에서 제시한 과포화도 과포화도 0.0001 ~ 0.15 황안질량분율이 황안 결정의 크기를 1 ~ 3mm으로 제조하고, 균일한 결정을 제조할 수 있는 중요한 요인이 된다.

[0038] 본 발명에서 황안의 핵 입자의 크기는 최종적으로 제조되는 황안 결정의 크기를 결정하는 중요한 요인으로, 상기 황안 핵 입자의 크기가 0.1 ~ 1mm으로 제조하는 것이 본 발명에서 원하는 황안 결정의 크기 1 ~ 3mm로 제조할 수 있어 바람직하다.

[0039] 상기 c)단계는 상기 b)단계에서 제조된 황안 핵입자에 황안 수용액을 농축한 제 2 농축액을 연속적으로 주입하여 반회분식 조작으로 황안 핵을 성장시켜 황안 결정을 제조하는 단계로, 제 2 농축액의 농도는 40 ~ 50 g/L인 것이 균일한 크기의 황안 결정을 제조할 수 있어 바람직하다. 또한 이때 황안 결정의 성장 속도가 10⁻⁶ ~ 10⁻⁸ m/s인 것이 균일한 입도를 가지는 황안 결정을 제조할 수 있기 때문에 바람직하다.

[0040] 본 발명에서 황안 결정의 크기는 황안 핵 입자의 생성 속도에 반비례하며, 성장 속도에 비례한다.

발명의 효과

[0041] 본 발명에 따라 크기가 1-3 mm 황안 결정을 얻을 수 있는 방법을 제공하고, 입도분포가 균일한 입자를 얻을 수 있는 장점이 있다. 또한 반회분식 증발법에 의해서 황안의 결정을 제조하는 제조공정이 단순해지는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0042] 도 1은 황안 결정화 공정의 개략도이고,
 도 2는 반회분식 결정화조의 개략도를 나타내며,
 도 3은 성장된 황안 결정의 광학현미경 사진을 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0043] 이하 첨부된 도면을 바탕으로 본 발명을 보다 구체적으로 설명한다. 다음에 소개되는 도면들은 당업자에게 본 발명의 사상이 충분히 전달될 수 있도록 하기 위해 예로서 제공되는 것이다. 따라서 본 발명은 이하 제시되는 도면들에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화될 수도 있으며, 이하 제시되는 도면들은 본 발명의 사상을 명확히 하기 위해 과장되어 도시될 수 있다. 또한 명세서 전체에 걸쳐서 동일한 참조번호들은 동일한 구성요소들을 나타낸다.

[0044] 이때, 사용되는 기술 용어 및 과학 용어에 있어서 다른 정의가 없다면, 이 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 통상적으로 이해하고 있는 의미를 가지며, 하기의 설명 및 첨부 도면에서 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있는 공지 기능 및 구성에 대한 설명은 생략한다.

[0045] 도 1은 본 발명의 바람직한 일예에 따른 황안결정 생성 공정을 개략적으로 도시한 것이다. 도 1의 부생황안은 주로 석고를 이용하여 이산화탄소를 저장하는 방법인 석고탄산화 과정에서 발생하는 황안을 뜻하며 카프로락탐 등을 제조할 때 발생하는 황안에 비해 물성이 뛰어나다. 상기 부생황안은 수용액 상태로 농축조에 투입하고 농축하여 제 1농축액을 제조한다. 그리고 제조된 제 1농축액을 반회분식 결정화조에 투입하고, 다시 농축하여 황안 결정을 생성할 수 있다. 이때 결정 생성 과정에 제 2농축액을 더 투입할 수 있다. 결정 생성이 끝나면 농축

액을 여과하여 황안 결정을 회수하고 건조하여 공정을 마무리할 수 있다.

- [0046] 도 2는 본 발명의 바람직한 일 예에 따른 반회분식 결정화조(100)를 도시한 것으로, 동력장치(101), 농축액 공급부(102), 온도지시계(103), 액위측정기(104), 스틱자켓(105), 교반기(106), 교반조(107)로 구성될 수 있다.
- [0047] 교반기(106)은 동력장치에 의해 회전속도를 조절할 수 있으며, 온도지시계(103)을 통해 교반조(107) 내부의 농축액 온도를 제어한다. 또한 농축액을 향한 상태로 유지하기 위하여 교반조 주변에 스틱자켓(105)을 설치할 수 있다.
- [0048] 상기 액위측정기(104)는 교반조 내부의 농축액 수위를 체크하며, 일정 높이 이하로 농축액이 증발하면 농축액 공급부를 통해 제 2농축액을 더 공급할 수 있다.
- [0049] 이하는 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기 위하여 구체적인 예를 들어 설명하며, 본 발명은 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.

- [0050] 이하 물성은 다음과 같은 방법으로 측정하였다.
- [0051] 1. 황안 결정의 형태 측정
- [0052] 황안결정을 여과에 의하여 모액으로부터 분리한 후 80 ℃에서 8시간 건조하고 건조된 황안 결정을 이미지 분석기가 장착된 현미경(Leica, Germany, MZ16A)에서 황안결정의 장축과 단축을 측정하여 평균값, 즉 (단축길이(mm)+장축길이(mm))/2로 계산하였다. 측정된 값을 바탕으로 단축길이와 장축길이의 차이가 10 % 이하인 경우 정육각형, 10% 이상인 경우 육각형으로 기재하였다.
- [0053] 2. 수율의 측정
- [0054] 수율은 결정이 형성된 황안의 질량(g)/주입된 황안의 질량(g)으로 계산하였다.
- [0055] 3. 결정의 유도시간 측정
- [0056] 유도시간은 결정화를 위하여 물을 증발시킬 때 포화농도를 지나 결정의 핵이 처음 발생하는 시간을 나타내는 것으로, 가열 직전의 시간으로부터 결정의 핵이 처음 발생하는 시간을 측정하였다. 핵이 발생하는 시점은 육안으로 확인한다.

- [0057] [실시예 1]
- [0058] 20g/L의 농도인 황안을 포함하고 있는 황안 수용액을 농축하여 농도 41g/L 인 제 1농축액을 제조하고 80 mmHg, 56 ℃에서 용액을 증발하여 과포화 하였다. 증발속도를 2 kg/m² min으로 일정하게 조절하여 반회분식으로 20g/L의 농도의 제 2농축액을 연속적으로 주입하면서 황안 결정화를 유도하였다. 결정화 유도시간은 50분이었으며, 제조된 황안 결정을 여과하였다. 생성된 결정의 형태는 정육각형이었고, 결정의 평균크기는 1.2 mm이었다. 결정화된 황안의 수율은 약 90 %이었다.
- [0059] [실시예 2 ~ 5]
- [0060] 제 1농축액을 증발 시 증발속도를 각각 15, 5, 0.3, 0.1 kg/m² min로 변화시켜 수행한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 황안 결정을 제조하였다. 이때 제조된 황안의 형태, 평균입도, 수율 및 유도시간을 측정하여 하기 표 1에 기재하였다.
- [0061] [실시예 6 ~ 9]
- [0062] 제 2농축액의 농도를 각각 42g/L, 43g/L, 44g/L, 45g/L으로 변화시켜 수행한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 황안 결정을 제조하였다,
- [0063] 이때 제조된 황안의 형태, 평균입도, 수율 및 유도시간을 측정하여 하기 표 1에 기재하였다.
- [0064] [실시예 10 ~ 13]
- [0065] 제 1농축액을 증발시 온도를 70℃, 80℃, 90℃, 100℃으로 변화시켜 수행한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 황안 결정을 제조하였다,

- [0066] 이때 제조된 황안의 형태, 평균입도, 수율 및 유도시간을 측정하여 하기 표 1에 기재하였다.
- [0067] [실시에 14 ~ 17]
- [0068] 300 μ m크기의 황안 핵 입자를 이용하여 0.1 g/L, 0.5 g/L, 1 g/L, 3 g/L의 농도를 가지는 제 2농축액을 연속적으로 주입하여 수행한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 황안 결정을 제조하였다,
- [0069] 이때 제조된 황안의 형태, 평균입도, 수율 및 유도시간을 측정하여 하기 표 1에 기재하였다.
- [0070] [비교예 1]
- [0071] 20g/L의 농도인 황안을 포함하고 있는 황안 수용액을 농축하여 농도 41g/L 인 제 1농축액을 제조하고 80 mmHg, 56 ℃에서 용액을 증발하여 과포화 하였다. 증발속도를 0.05 kg/m² min으로 일정하게 조절하여 반회분식으로 20g/L의 농도의 제 2농축액을 연속적으로 주입하면서 황안 결정을 제조하였다. 이때 제조된 황안의 형태, 평균입도, 수율 및 유도시간을 측정하여 하기 표 1에 기재하였다.
- [0072] [비교예 2]
- [0073] 20g/L의 농도인 황안을 포함하고 있는 황안 수용액을 농축하여 농도 41g/L 인 제 1농축액을 제조하고 80 mmHg, 56 ℃에서 용액을 증발하여 과포화 하였다. 증발속도를 20 kg/m² min으로 일정하게 조절하여 반회분식으로 20g/L의 농도의 제 2농축액을 연속적으로 주입하면서 황안 결정화를 제조하였다. 이때 제조된 황안의 형태, 평균입도, 수율 및 유도시간을 측정하여 하기 표 2에 기재하였다.
- [0074] [비교예 3]
- [0075] 제 2농축액의 농도를 35g/L로 수행한 것을 제외하고는 상기 비교예 1과 동일한 방법으로 황안 결정을 제조하였다,
- [0076] 이때 제조된 황안의 형태, 평균입도, 수율 및 유도시간을 측정하여 하기 표 2에 기재하였다.
- [0077] [비교예 4]
- [0078] 제 2농축액의 농도를 55g/L로 수행한 것을 제외하고는 상기 비교예 1과 동일한 방법으로 황안 결정을 제조하였다,
- [0079] 이때 제조된 황안의 형태, 평균입도, 수율 및 유도시간을 측정하여 하기 표 2에 기재하였다.
- [0080] [비교예 5]
- [0081] 제 1농축액을 증발 시 온도를 50℃으로 변화시켜 수행한 것을 제외하고는 상기 비교예 1과 동일한 방법으로 황안 결정을 제조하였다,
- [0082] 이때 제조된 황안의 형태, 평균입도, 수율 및 유도시간을 측정하여 하기 표 2에 기재하였다.
- [0083] [비교예 6]
- [0084] 제 1농축액을 증발 시 온도를 110℃으로 변화시켜 수행한 것을 제외하고는 상기 비교예 1과 동일한 방법으로 황안 결정을 제조하였다,
- [0085] 이때 제조된 황안의 형태, 평균입도, 수율 및 유도시간을 측정하여 하기 표 2에 기재하였다.

[0086] [표 1]

	유도 시간 (초)	평균 입도 (mm)	과포화도 (황안질량 분율)	수율 (%)	순도 (%)	황안 결정형태
실시예 1	3000	1.2	0.018	90	99.9	정육각형
실시예 2	1500	0.3	0.024	91.2	99.9	육각형
실시예 3	2700	1	0.020	90.8	99.9	육각형
실시예 4	35390	1.7	0.009	88.9	99.9	육각형
실시예 5	58900	2.6	0.006	89.2	99.9	정육각형
실시예 6	7500	1.1	0.019	92.1	99.9	육각형
실시예 7	7000	1.05	0.019	91.7	99.9	정육각형
실시예 8	6800	1.02	0.018	91.6	99.9	정육각형
실시예 9	6500	0.95	0.020	90.3	99.9	육각형
실시예 10	3520	1.05	0.018	89.1	99.9	정육각형
실시예 11	22680	1.35	0.009	90.2	99.9	정육각형
실시예 12	11989	1.67	0.008	86.6	99.9	육각형
실시예 13	14400	1.16	0.017	91.7	99.9	육각형
실시예 14	3100	1.2	0.018	89.5	99.9	정육각형
실시예 15	4300	1.5	0.012	90.3	99.9	정육각형
실시예 16	3790	1.2	0.018	90.9	99.9	육각형
실시예 17	2700	0.8	0.021	90.2	99.9	육각형

[0087]

[0088] [표 2]

	유도시간 (초)	평균 입도 (mm)	과포화도 (황안질량 분율)	수율 (%)	순도 (%)	황안 결정형태
비교예 1	2400	1.3	0.016	90	99.9	정육각형
비교예 2	900	0.4	0.026	90	99.9	육각형
비교예 3	2300	1.1	0.018	90	99.9	육각형
비교예 4	2300	0.9	0.017	90	99.9	육각형
비교예 5	1700	0.8	0.019	90	99.9	육각형
비교예 6	2300	1.4	0.016	90	99.9	육각형

[0089]

[0090] 상기 표 1 내지 2를 살펴보면 황안 결정을 1 ~ 3mm의 크기로 제조 시, 증발속도, 제 2농축액의 농도 및 제 1농축액을 증발 시 온도가 중요한 조건임을 확인 할 수 있다. 특히 비교예의 경우 과포화도가 높으며, 유도시간이 짧아 평균입도의 크기가 대체적으로 작은 것을 알 수 있으며, 입도가 큰 입자의 제조가 어려운 것을 알 수 있다.

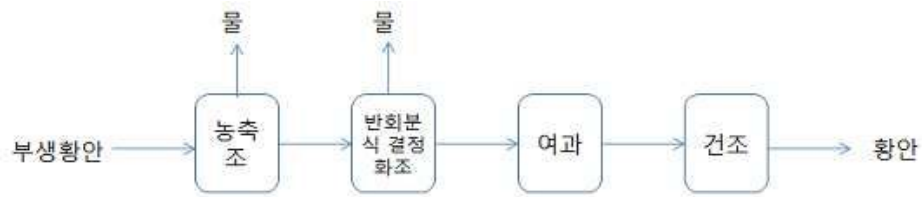
부호의 설명

[0091]

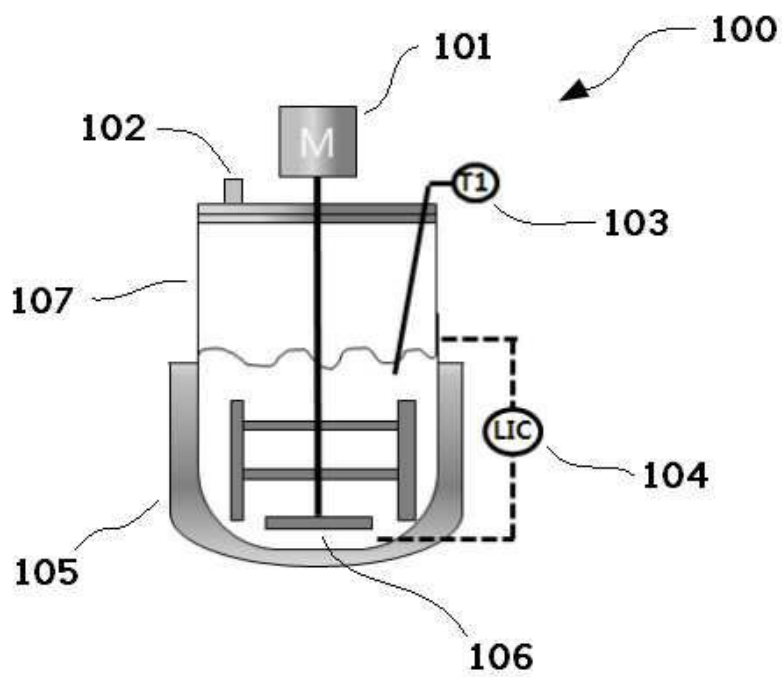
- 100 : 결정화조
- 101 : 동력장치
- 102 : 농축액 공급부
- 103 : 온도지시계
- 104 : 액위제어기
- 105 : 스팀자켓
- 106 : 교반기
- 107 : 교반조

도면

도면1



도면2



도면3

