

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일
2016년 4월 28일 (28.04.2016)



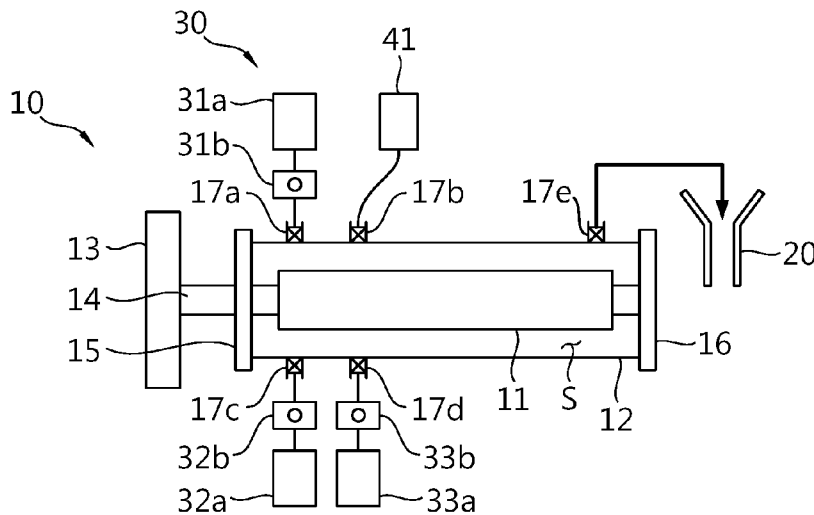
(10) 국제공개번호
WO 2016/064163 A2

- (51) 국제특허분류: *B01D 9/02* (2006.01) *B01D 35/00* (2006.01)
B01D 9/00 (2006.01)
- (21) 국제출원번호: PCT/KR2015/011075
- (22) 국제출원일: 2015년 10월 20일 (20.10.2015)
- (25) 출원언어: 한국어
- (26) 공개언어: 한국어
- (30) 우선권정보: 10-2014-0141555 2014년 10월 20일 (20.10.2014) KR
- (71) 출원인: 한국지질자원연구원 (KOREA INSTITUTE OF GEOSCIENCE AND MINERAL RESOURCES) [KR/KR]; 34132 대전시 유성구 과학로 124, Daejeon (KR).
- (72) 발명자: 손정수 (SOHN, Jeong Soo); 34140 대전시 유성구 어은로 57, 135-102, Daejeon (KR). 김수경 (KIM, Soo Kyung); 30130 세종시 누리로 59, 509-401, Sejong (KR). 양동효 (YANG, Dong Hyo); 30130 세종시 나라1로 16, 301-603, Sejong (KR). 이강인 (LHEE, Kang In); 34089 대전시 유성구 노은서로 124, 102-201, Daejeon (KR).
- (74) 대리인: 인비전 특허법인 (ENVISION PATENT & LAW FIRM); 06235 서울시 강남구 테헤란로 14길 5 (역삼동 삼흥역삼빌딩 2층), 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, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, 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).

[다음 쪽 계속]

(54) Title: METAL SEPARATION METHOD USING PRECIPITATION REACTION IN COUETTE-TAYLOR REACTOR AND METAL SEPARATION APPARATUS THEREFOR

(54) 발명의 명칭: 쿠에트-테일러 반응기에서의 침전반응을 이용한 금속 분리방법 및 이를 위한 분리장치



(57) Abstract: The present invention relates to a metal separation method and a metal separation apparatus therefor. The metal separation method according to the present invention is directed to a method for separating metals from a metal solution containing a first metal and a second metal, wherein the method comprises the steps of: carrying out a reaction of the metal solution using a Couette-Taylor reactor in the conditions in which metal hydroxide precipitation tendencies of the first and second metals are different; and solid-liquid separating an effluence from the Couette-Taylor reactor.

(57) 요약서: 본 발명은 금속 분리방법 및 이를 위한 분리장치에 관한 것이다. 본 발명에 따른 금속 분리방법은 제 1 금속과 제 2 금속을 포함하는 금속용액에서 금속을 분리하는 방법에 관한 것이며, 상기 제 1 금속과 상기 제 2 금속의 금속수산화물 침전 경향이 다른 조건에서 쿠에트-테일러 반응기를 이용하여 상기 금속용액을 반응시키는 단계와; 상기 쿠에트-테일러 반응기의 유출물을 고액분리하는 단계를 포함한다.

WO 2016/064163 A2

공개:

- 국제조사보고서 없이 공개하며 보고서 접수 후 이를 별도 공개함 (규칙 48.2(g))

명세서

발명의 명칭: 쿠에트-테일러 반응기에서의 침전반응을 이용한 금속 분리방법 및 이를 위한 분리장치

기술분야

- [1] 본 발명은 금속 분리방법 및 이를 위한 분리장치에 관한 것이다.

배경기술

- [2] 산업현장에서 용액 중에 혼합되어 있는 금속을 분리하여야 하는 공정이 많이 존재한다. 특히 철과 비철금속이 혼합되어 있는 금속용액에서 철과 비철금속을 분리해야 하는 공정이 많이 존재한다. 예를 들어, 비철금속의 제련공정에서 철과 비철금속의 분리가 필요하다.
- [3] 철과 비철금속의 경우 기존의 분리방법으로는 피타이트 침전법과 수산화철 침전법이 있다. 피타이트 침전법은 철을 산화시키고 철을 피타이트 형태로 침전시키는데, 반응온도가 80°C 정도로 높고 분리도가 높지 않은 단점이 있다. 수산화철 침전법은 상온에서 수행되고 분리도가 높으나, 침전물의 여과성이 좋지 않아 필터링이 어려운 문제가 있다.

발명의 상세한 설명

기술적 과제

- [4] 따라서 본 발명의 목적은 공정이 간단하고 분리도가 높은 금속의 분리방법 및 이를 위한 분리장치를 제공하는 것이다.

과제 해결 수단

- [5] 상기 본 발명의 목적은 철과 비철금속을 포함하는 금속용액에서 철과 비철금속을 분리하는 방법에 있어서, 상기 금속용액 내의 철의 적어도 일부를 2가에서 3가로 산화시키는 단계와; 철이 산화된 금속용액을 쿠에트-테일러 반응기에서 반응시키는 단계와; 쿠에트-테일러 반응기로부터의 유출물을 고액분리하는 단계를 포함하는 것에 의해 달성된다.
- [6] 상기 반응단계에서의 pH는 3 내지 5일 수 있다.
- [7] 상기 산화단계는 쿠에트-테일러 반응기 내에서 이루어질 수 있다.
- [8] 상기 반응은 연속공정을 이루어지며 상기 쿠에트-테일러 반응기에는 pH조절제와 산화제가 연속으로 투입될 수 있다.
- [9] 상기 비철금속은 상기 반응단계의 pH 조건에서 3가이온의 철보다 금속수산화물 침전 경향이 작을 수 있다.
- [10] 상기 비철금속은 수산화물이 생성되는 pH가 3가 이온의 철보다 3이상 높을 수 있다.
- [11] 상기 비철금속은 알루미늄, 니켈, 코발트, 아연, 구리 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있다.
- [12] 상기 고액분리는 필터링 방법을 통해 수행될 수 있다.

- [13] 상기 반응 단계는 상온에서 수행될 수 있다.
- [14] 상기 본 발명의 목적은 철과 비철금속을 포함하는 금속용액에서 철과 비철금속을 분리하는 방법에 있어서, 쿠에트-테일러 반응기에서 상기 금속용액을 반응시켜 상기 철을 결정형의 FeOOH 로 침전시키는 단계와; 상기 쿠에트-테일러 반응기로부터의 유출물을 고액분리하는 단계를 포함하는 것에 의해 달성된다.
- [15] 상기 침전단계는 철의 금속수산화물 침전 경향이 상기 비철금속의 금속수산화물 침전 경향보다 큰 조건에서 수행될 수 있다.
- [16] 상기 침전단계의 pH는 3 내지 5일 수 있다.
- [17] 상기 침전단계는 상온에서 수행될 수 있다.
- [18] 상기 철을 2가에서 3가로 산화시키는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [19] 상기 침전단계는 연속공정을 이루어지며 상기 쿠에트-테일러 반응기에는 pH조절제와 산화제가 연속으로 투입될 수 있다.
- [20] 상기 비철금속은 수산화물이 생성되는 pH가 3가 이온의 철보다 3이상 높을 수 있다.
- [21] 상기 비철금속은 알루미늄, 니켈, 코발트, 아연, 구리 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있다.
- [22] 상기 고액분리는 필터링 방법을 통해 수행될 수 있다.
- [23] 상기 본 발명의 목적은 제1금속과 제2금속을 포함하는 금속용액에서 금속을 분리하는 방법에 있어서, 상기 제1금속과 상기 제2금속의 금속수산화물 침전 경향이 다른 조건에서 쿠에트-테일러 반응기를 이용하여 상기 금속용액을 반응시키는 단계와; 상기 쿠에트-테일러 반응기의 유출물을 고액분리하는 단계를 포함하는 것에 의해 달성된다.
- [24] 상기 침전 경향이 다른 조건은 pH 조건을 포함할 수 있다.
- [25] 상기 제1금속과 상기 제2금속 중 적어도 하나에 대하여 pH에 따른 금속수산화물 침전 경향을 변경하도록 이온 상태를 변경하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [26] 상기 이온 상태 변경에 의해 제1금속과 제2금속의 수산화물 형성 pH는 3이상 차이가 날 수 있다.
- [27] 상기 반응은 상온에서 수행되며, 상기 고액분리는 필터링 방법으로 수행될 수 있다.
- [28] 상기 본 발명의 다른 목적은 내부에 반응공간을 포함하는 쿠에트-테일러 반응기 본체와; 상기 반응공간에 pH 조절제를 공급하는 pH 조절제 공급부와; 상기 반응공간에 산화제를 공급하는 산화제 공급부와; 상기 반응공간에 철과 비철금속을 포함하는 반응용액을 공급하는 반응용액 공급부와; 상기 반응공간에서 유출된 유출물을 고액분리하는 필터링부를 포함하는 철과 비철금속의 분리 장치에 의해 달성될 수 있다.
- [29] 상기 반응공간의 pH를 측정하는 pH 측정부와; 상기 pH 측정부의 측정결과를

기초로 상기 pH 조절제 공급부의 공급량을 제어하는 제어부를 더 포함할 수 있다.

발명의 효과

- [30] 본 발명에 따르면 공정이 간단하고 분리도가 높은 금속의 분리방법 및 이를 위한 분리장치가 제공된다.

도면의 간단한 설명

- [31] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 분리장치를 나타낸 것이고,
 [32] 도 2는 본 발명의 실시예에 따른 분리장치에서 반응 제어를 나타낸 것이고,
 [33] 도 3은 분리대상 금속의 수산화물 침전 경향을 나타낸 것이고,
 [34] 도 4는 본 발명의 실시예에 따른 분리방법을 나타낸 것이고,
 [35] 도 5는 본 발명의 다른 실시예에 따른 분리방법을 나타낸 것이고,
 [36] 도 6은 본 발명의 제1실험예에서 철과 코발트의 침전율을 나타낸 것이고,
 [37] 도 7은 본 발명의 제2실험예에서 철과 코발트의 침전율을 나타낸 것이고,
 [38] 도 8은 본 발명의 제2실험예에서 얻은 철 침전물의 XRD 그래프이다.

발명의 실시를 위한 형태

- [39] 이하 도면을 참조하여 본 발명을 더욱 상세히 설명한다.
- [40] 첨부된 도면은 본 발명의 기술적 사상을 더욱 구체적으로 설명하기 위하여 도시한 일 예에 불과하므로 본 발명의 사상이 첨부된 도면에 한정되는 것은 아니다.
- [41] 이하의 설명에서는 철과 비철금속의 분리를 주로 예시하여 설명한다. 그러나 본 발명은 이에 한정되지 않고 2개 이상의 금속을 분리하는데 적용될 수 있다.
- [42]
- [43] 도 1은 본 발명에 따른 철과 비철금속의 분리장치이다.
- [44] 분리장치는 반응기(10), 필터링부(20), 반응물 공급부(30), pH 측정부(41) 및 제어부(50)로 이루어져 있다.
- [45] 본 발명의 반응기(10)는 쿠에트-테일러 반응기이다. 쿠에트-테일러 반응기에서는 내부원통(11)과 외부원통(12) 사이가 반응공간(S)이 된다. 내부원통(11)이 고속으로 회전함에 따라 반응공간(S)에 와류(테일러 와류)가 형성된다. 반응물은 반응공간(S)의 좌측에서 우측으로 흘러가면서 형성된 와류에 의해 반응이 촉진된다.
- [46] 내부원통(11)의 회전을 위한 회전수단(13)과 회전축(14)이 마련되어 있으며, 반응공간(S)의 좌우에는 밀봉부(15, 16)가 마련되어 있다.
- [47] 외부원통(11)에는 복수의 연통공(17a 내지 17e)이 형성되어 있다. 이들 중 일부 연통공(17a, 17c, 17d)을 통해 외부에서 반응용액 등이 반응공간(S)으로 공급되고, 다른 연통공(17b)을 통해서 반응공간(S)의 반응상황을 체크하게 된다. 반응한 후의 반응물은 연통공(17e)을 통해 외부로 유출된다.
- [48] 필터링부(20)는 반응기(10)로부터의 유출물을 고액분리한다. 실시예에서는

자연하중을 이용하여 필터링하게 되어 있으나, 다른 실시예에서는 가압 및/또는 진공 등을 이용하여 필터링할 수도 있다.

[49] 반응물 공급부(30)는 pH 조절제 공급부(31a, 31b), 산화제 공급부(32a, 32b) 및 반응용액 공급부(33a, 33b)를 포함한다. pH 조절제 공급부(31a, 31b)는 pH 조절제 탱크(31a)와 펌프(31b)를 포함하고, 산화제 공급부(32a, 32b)는 산화제 탱크(32a)와 펌프(32b)를 포함하고, 반응용액 공급부(33a, 33b)는 반응용액 탱크(33a)와 펌프(33b)를 포함한다.

[50] 반응물 공급부(30)를 통해 pH 조절제, 산화제 및 반응용액이 연속하여 공급되고 연통공(17e)를 통해 반응물이 연속적으로 유출되어 전체 반응이 연속반응으로 이루어질 수 있다.

[51] pH 측정부(41)는 연통공(17b)을 통해 반응공간(S)의 pH를 측정한다.

[52]

[53] 도 2는 본 발명에 따른 분리장치의 제어부를 도시한 것이다.

[54] 제어부(50)는 pH 측정부(41)에서 반응공간(S)의 pH를 입력받고, 원하는 pH를 얻기 위해 pH 조절제 펌프(31b)의 유량을 제어한다. 또한 제어부(50)는 산화제 펌프(32b) 및 반응용액 펌프(33b)를 제어하여 일정한 반응이 이루어지도록 한다.

[55] 다른 실시예에서 반응기(10)는 반응공간(S)의 온도측정부와 온도조절부를 더 포함하고 제어부(50)는 측정된 온도를 기초로 온도조절부를 제어할 수 있다. 온도조절부는 외부 원통(12)을 감싸는 재킷타입으로 이루어지거나 반응용액 탱크(33a)의 온도를 조절하도록 마련될 수 있다.

[56]

[57] 이하 본 발명에 따른 분리방법을 설명한다.

[58] 본 발명은 pH와 금속이온 상태에 따라 금속 별로 금속수산화물 침전 경향이 다른 점과 쿠에트-테일러 반응에 의해 결정형의 수산화물을 얻을 수 있는 것을 이용한다.

[59] 도 3은 25°C에서의 금속 별 금속수산화물 침전 경향을 나타낸 것이다(E.

Jackson, Hydrometallurgical Extraction and Reclamation, Ellis Horwood출판 등에서 확인가능함). 철(Fe)를 보면 2가 상태에서는 pH가 7 내지 8보다 높아야 수산화물 침전 경향이 높으나 3가 상태에서는 pH 2 정도보다 높으면 수산화물 침전 경향이 높음을 알 수 있다 또한 pH가 7 내지 8보다 높으면 니켈, 코발트, 은, 망간, 아연 등이 수산화물 침전 경향도 높음을 알 수 있다.

[60] 따라서 철을 3가로 변환하고 pH를 2와 7사이에서 유지하면 철과 다른 비철금속의 수산화물 침전 경향에 차이를 줄 수 있다. 즉 이 pH조건에서는 철이 다른 비철금속에 비해 선택적으로 많이 수산화물로 침전된다는 것이며, 이를 통해 철과 비철금속을 분리할 수 있게 된다.

[61] 이와 같이 양 금속의 수산화물 침전 경향이 차이가 있는 pH 조건에서 수산화 반응을 시키면 하나의 금속은 수산화물로 침전되고 다른 금속은 용액 중에 남게 되어 분리가 가능해진다.

- [62] 쿠에트-테일러 반응기는 테일러 난류 내에서 반응이 일어나기 때문에 생성되는 고체상이 결정형으로 유도된다. 용액 중의 Fe^{3+} 은 괴타이트($FeOOH$) 형태로 침전되며, 괴타이트는 결정형이 된다. 본 명세서에서 철이 괴타이트 형태로 침전된다는 것은 침전되는 철의 대부분, 예를 들어 80% 이상, 또는 90% 이상 또는 95% 이상 또는 99% 이상이 결정형 괴타이트 형태로 침전되는 것을 의미한다.
- [63] 결정형 괴타이트는 수산화철에 비해 필터링이 용이하다. 따라서 자중에 의한 필터링도 상당히 짧은 시간 내에 수행될 수 있다.
- [64] 또한 쿠에트-테일러 반응기를 이용하면 상온에서 결정형 괴타이트를 얻을 수 있다. 상온에서 반응되기 때문에 반응기 구조가 간단해질 수 있고, 운전 비용도 절감된다.
- [65]
- [66] 도 4를 참조하여 본 발명에 따른 분리방법을 설명한다.
- [67] 먼저 반응용액을 반응기에 주입한다(S101). 반응용액에는 2가지 이상의 금속이 포함되어 있으며, 철과 비철금속일 수 있다. 반응용액은, 이에 한정되지 않으나 비철금속제조과정이나 폐전지 재활용 과정에서 얻어질 수 있다.
- [68] 비철금속 제조과정에서는 소량의 철을 비철금속과 완전히 분리하는 것이 중요하며, 본원 발명을 이용하여 철을 제거할 수 있다.
- [69] 폐전지 재활용에서는 폐전지의 양극활물질을 포함하는 반응용액을 얻을 수 있다. 이 때 반응용액은 철, 망간, 니켈, 코발트 및 리튬 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있다.
- [70] 폐전지 재활용에서는 (1) 폐배터리팩을 폐배터리 모듈로 분리 (2) 폐배터리 모듈을 분리하여 폐배터리셀을 얻고 (3) 폐배터리셀로부터 양극 및 음극활물질을 얻고 (4) 양극 및 음극활물질을 방전 및 건조하여 양극을 얻은 후 (5) 양극을 분쇄하고 입도분리한 후 황산침출을 거치고 (6) 침전물 여과를 통해 알루미늄과 구리를 제거하고 반응용액을 얻을 수 있다.
- [71] 반응용액은 2개 성분(철과 코발트 등), 3개 성분(철, 코발트 및 망간 등), 4개 성분(철, 코발트, 망간 및 니켈 등) 등 다양하게 마련될 수 있다.
- [72]
- [73] 다음으로 철을 2가에서 3가로 산화시킨다(S102). 이는 pH에 따라 철과 비철금속의 수산화물 침전 경향을 다르게 만들기 위함이다. 3가로 산화된 철은 pH 2 이상에서 수산화물 침전 경향이 높은 반면 대부분의 다른 비철금속은 pH 2보다 높은 pH 이상에서 수산화물 침전 경향이 높다.
- [74] 철의 산화는 산화제를 반응공간에 주입하여 수행될 수 있다. 산화제는, 이에 한정되지 않으나, 과산화수소를 사용할 수 있다.
- [75]
- [76] 다음으로 3가 철을 괴타이트로 침전시킨다(S103). 이 과정은 pH를 일정하게 유지시키고 수행될 수 있다.

- [77] 철과 비철금속의 분리를 위해 pH는 2 내지 7, 2 내지 6, 2 내지 5, 2 내지 4, 2 내지 3, 3 내지 6, 3 내지 5, 3 내지 4, 4 내지 6 또는 4 내지 5 등 다양하게 조절될 수 있다. 구체적으로는 pH를 3, 4, 5 또는 6에 맞추고 실시할 수 있다. pH는 비철금속 성분에 따라 달라질 수 있다.
- [78] pH 조절은 pH 조절제를 반응공간에 주입하여 수행될 수 있다. pH 조절제는 반응용액의 pH와 원하는 pH에 따라 달라질 수 있다. 반응용액이 황산용액으로 pH가 5보다 낮고 원하는 pH가 5라면 pH조절제로는 NaOH와 같은 염기성 용액이 사용될 수 있다. pH 조절제의 투입량은 반응공간의 pH를 모니터링하면서 조절될 수 있다.
- [79]
- [80] 이상 설명한 반응용액 주입(S101), 철 산화(S102) 및 FeOOH 형성(S103)은 모두 쿠에트-테일러 반응기의 단일 반응공간 내에서 이루어질 수 있으며, 이 경우 이들 반응은 실질적으로 동시에 이루어 질 수 있다.
- [81] 한편, 쿠에트-테일러 반응기를 이용한 분리반응은 상온에서 수행될 수 있으며, 반응은 연속반응으로 진행될 수 있다.
- [82] 다음으로 반응기에서 유출된 유출물을 필터링한다. 철은 피타이트 결정형으로 침전되어 고상으로 존재하며 다른 비철금속은 이온상태로 용액 중에 존재한다. 따라서 유출물을 필터링하면 철과 비철금속을 분리할 수 있다.
- [83]
- [84] 본 발명은 철의 분리에 한정되지 않고 금속 용액에서의 금속 분리에도 적용될 수 있는데 이를 도 5를 참조하여 설명한다.
- [85] 먼저, 제1금속 및 제2금속을 포함하는 반응용액을 마련한다(S201), 제1금속과 제2금속은 모두 철이 아닐 수 있다.
- [86] 다음으로 제1금속과 제2금속의 침전 조건을 변화시킨다(S202). 이는 침전 조건이 상이한 상태에서 침전반응하여 제1금속과 제2금속 중 어느 하나만을 선택적으로 침전시키기 위함이다. 침전반응율은 예를 들어 제1금속은 80% 이상, 90%이상, 95%이상 또는 99%이상이고 제2금속은 20%이하, 10%이하, 5%이하 또는 1%이하일 수 있다. 또는 제1금속의 침전율이 제2금속의 침전율보다 10배, 20배, 30배, 50배 또는 100배 높을 수 있다.
- [87] 침전 조건은 pH일 수 있으나, 이에 한정되지 않고 온도나 반응기 rpm 등 다양하게 선택될 수 있다. 이미 제1금속과 제2금속의 침전 조건이 상이하다면 본 단계는 생략될 수 있다.
- [88] 이는 제1금속과 제2금속 중 어느 하나의 이온상태를 변화하여 침전이 이루어지는 pH를 조절하는 방식으로 수행될 수 있다. 이에 의해 침전이 이루어지는 양 금속의 pH의 차이가 6, 5, 4, 3 또는 2 이상 나도록 조절할 수 있다.
- [89] 이후 침전조건이 상이한 상태에서 침전반응(S203)을 수행한다. 이 때 침전반응은 양 금속의 침전조건의 중간조건에서 이루어진다. 예를 들어 제1금속의 수산화물 생성 pH가 2이상이고, 제2금속의 수산화물 생성 pH가

7이상이면 침전반응은 pH를 2 내지 7 사이에서 유지하면서 이루어질 수 있다. 구체적으로는 pH를 2 내지 7, 2 내지 6, 2 내지 5, 2 내지 4, 2 내지 3, 3 내지 6, 3 내지 5, 3 내지 4, 4 내지 6 또는 4 내지 5로 조절하면서 침전반응을 수행할 수 있다. 더 구체적으로는 pH를 3, 4, 5 또는 6으로 맞추면서 침전반응이 수행될 수 있다.

- [90] 침전반응(S203)에 의해 제1금속과 제2금속 중 어느 하나가 선택적으로 침전되어 고체상이 형성된다.
- [91] 이후 유출물을 고액분리(S204)하면 금속분리가 이루어진다.
- [92]
- [93] 이하 실험예를 이용하여 본 발명을 더 상세히 설명한다.
- [94] 실험에서는 철과 코발트를 포함하는 반응용액을 대상으로 수행했으며, 코발트는 $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 를 사용하고 철은 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 를 사용하였다. 코발트와 철을 물로 희석하고 일정량의 황산을 추가하여 pH를 낮추었다.
- [95] 쿠에트-테일러 반응기로는 LAMINAR, LCR-TERA 3100을 사용하였고, 금속분석을 위해서는 ICP-OES를 사용하였다. pH조절제로는 2M의 NaOH 수용액을 사용하고 산화제로는 34.5%의 과산화수소 수용액을 사용하였다. 반응기의 RPM은 600이고 25°C에서 반응을 수행하였다.
- [96] 처음 반응기를 증류수로 채우고 반응용액, pH조절제 및 산화제를 공급하면서 증류수를 치환하였다. 증류수가 모두 치환되고 pH가 5로 세팅된 이후 30분 간격으로 유출물을 샘플링하였다. 샘플링된 유출물을 필터링하고 액체성분에 대해 XRD 분석하여 각 성분의 침전율을 얻었다.
- [97]
- [98] 실험예 1
- [99] 금속성분의 농도는 코발트가 3g/L이고 철이 30g/L였다. 반응용액의 pH는 3.22였고, pH가 5를 유지하도록 NaOH를 투입했다.
- [100]
- [101] 실험결과는 아래 표 1과 도 6과 같다.
- [102]

[103] [표1]

시간(분)	ICP-OES; Co mg/L	ICP-OES Fe mg /L	Co 침전율(%)	Fe 침전율(%)
30	1490	0.31	3.43	99.9
60	1570	0.25	1.62	99.8
90	1650	1.80	6	99.8
120	1620	1.39	8.9	99.8
150	1470	1.04	4.8	99.9
180	1470	0.25	12.6	99.9

[104] 결과에서 보는 바와 같이 철은 99%이상 침전된 반면, 코발트는 대부분 10%이하로 침전되었다. 따라서 철과 코발트를 분리할 수 있음을 확인하였다.

[105] 한편, 필터링은 자중에 의하여 수행되었으며 일반적인 수산화철의 경우보다 필터링이 짧은 시간에 이루어짐을 확인하였다.

[106]

[107] 실험예 2

[108] 금속성분의 농도는 코발트가 90g/L이고 철이 9g/L였다. 반응용액의 pH는 1.91이었고, pH가 5를 유지하도록 NaOH를 투입했다.

[109]

[110] 실험결과는 아래 표 2와 도 7과 같다.

[111]

[112] [표2]

시간(분)	ICP-OES; Co mg /L	ICP-OES Fe mg/L	Co 침전율(%)	Fe 침전율(%)
30	44600	0.25	3.8	99.9
60	48900	0.25	5.51	99.9
90	50900	0.25	9.9	99.9
120	52900	0.25	14.1	99.9
150	50800	0.25	9.6	99.9
180	50400	0.25	8.8	99.9

[113] 결과에서 보는 바와 같이 철은 99%이상 침전된 반면, 코발트는 대부분 10%이하로 침전되었다. 따라서 철과 코발트를 분리할 수 있음을 확인하였다.

[114] 한편, 필터링은 자중에 의하여 수행되었으며 일반적인 수산화철의 경우보다 필터링이 짧은 시간에 이루어짐을 확인하였다.

[115] 도 8은 필터 후 고상 침전물에 대한 XRD 분석 결과이다. 결정형 FeOOH에 해당하는 피크가 발견되어, 철이 결정형 FeOOH로 침전되었음을 확인할 수 있다.

[116]

[117] 전술한 실시예들은 본 발명을 설명하기 위한 예시로서, 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니다. 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이로부터 다양하게 변형하여 본 발명을 실시하는 것이 가능할 것이므로, 본 발명의 기술적 보호범위는 첨부된 특허청구범위에 의해 정해져야 할 것이다.

산업상 이용가능성

[118] 본 발명은 금속 간의 분리에 사용될 수 있다.

청구범위

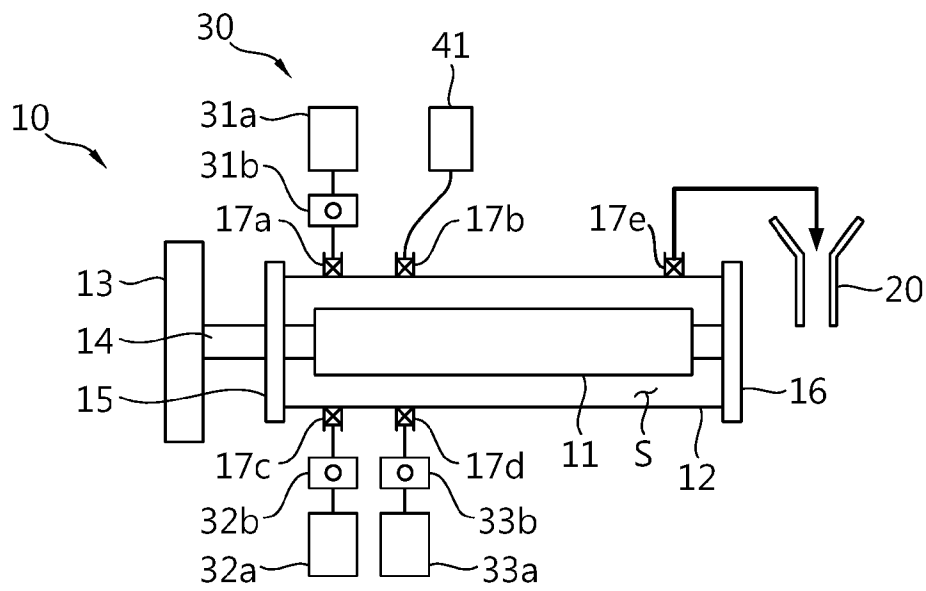
- [청구항 1] 철과 비철금속을 포함하는 금속용액에서 철과 비철금속을 분리하는 방법에 있어서,
상기 금속용액 내의 철의 적어도 일부를 2가에서 3가로 산화시키는 단계와;
철이 산화된 금속용액을 쿠에트-테일러 반응기에서 반응시키는 단계와;
쿠에트-테일러 반응기로부터의 유출물을 고액분리하는 단계를 포함하는 철과 비철금속의 분리방법.
- [청구항 2] 제1항에서,
상기 반응단계에서의 pH는 3 내지 5인 것을 특징으로 하는 철과 비철금속의 분리방법.
- [청구항 3] 제2항에서,
상기 산화단계는 쿠에트-테일러 반응기 내에서 이루어지는 것을 특징으로 하는 철과 비철금속의 분리방법.
- [청구항 4] 제3항에서,
상기 반응은 연속공정을 이루어지며 상기 쿠에트-테일러 반응기에는 pH조절제와 산화제가 연속으로 투입되는 것을 특징으로 하는 철과 비철금속의 분리방법.
- [청구항 5] 제1항에서,
상기 비철금속은 상기 반응단계의 pH 조건에서 3가이온의 철보다 금속수산화물 침전 경향이 작은 것을 특징으로 하는 철과 비철금속의 분리방법.
- [청구항 6] 제5항에서,
상기 비철금속은 수산화물이 생성되는 pH가 3가 이온의 철보다 3이상 높은 것을 특징으로 하는 철과 비철금속의 분리방법.
- [청구항 7] 제5항에서,
상기 비철금속은 알루미늄, 니켈, 코발트, 아연, 구리 중 적어도 어느 하나를 포함하는 것을 특징을 하는 철과 비철금속의 분리방법.
- [청구항 8] 제1항에서,
상기 고액분리는 필터링 방법을 통해 수행되는 것을 특징으로 하는 철과 비철금속의 분리방법.
- [청구항 9] 제1항에서,
상기 반응 단계는 상온에서 수행되는 것을 특징으로 하는 철과 비철금속의 분리방법.
- [청구항 10] 철과 비철금속을 포함하는 금속용액에서 철과 비철금속을 분리하는 방법에 있어서,
쿠에트-테일러 반응기에서 상기 금속용액을 반응시켜 상기 철을

결정형의 FeOOH로 침전시키는 단계와;
 상기 쿠에트-테일러 반응기로부터의 유출물을 고액분리하는 단계를
 포함하는 철과 비철금속의 분리방법.

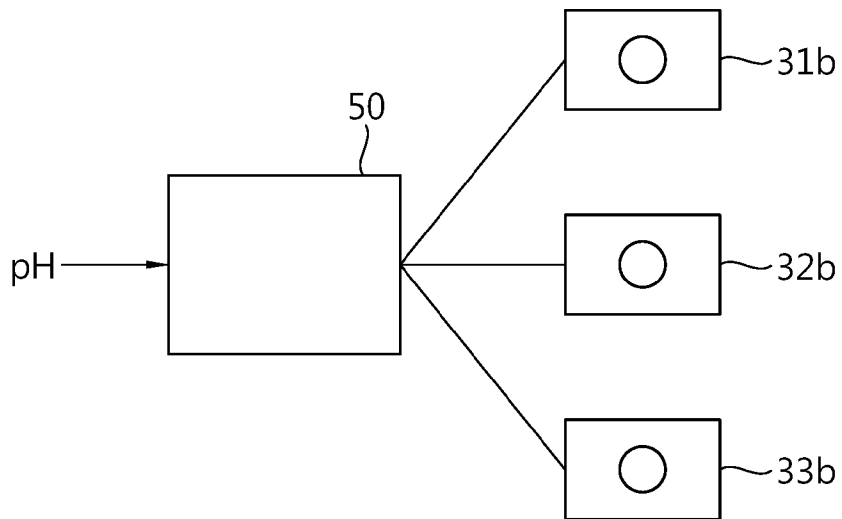
- [청구항 11] 제10항에서,
 상기 침전단계는 철의 금속수산화물 침전 경향이 상기 비철금속의
 금속수산화물 침전 경향보다 큰 조건에서 수행되는 것을 특징으로 하는
 철과 비철금속의 분리방법.
- [청구항 12] 제11항에서,
 상기 침전단계의 pH는 3 내지 5인 것을 특징으로 하는 철과 비철금속의
 분리방법.
- [청구항 13] 제11항에서,
 상기 침전단계는 상온에서 수행되는 것을 특징으로 하는 철과
 비철금속의 분리방법.
- [청구항 14] 제11항에서,
 상기 철을 2가에서 3가로 산화시키는 단계를 더 포함하는 철과
 비철금속의 분리방법.
- [청구항 15] 제14항에서,
 상기 침전단계는 연속공정을 이루어지며 상기 쿠에트-테일러 반응기에는
 pH조절제와 산화제가 연속으로 투입되는 것을 특징으로 하는 철과
 비철금속의 분리방법.
- [청구항 16] 제14항에서,
 상기 비철금속은 수산화물이 생성되는 pH가 3가 이온의 철보다 3이상
 높은 것을 특징으로 하는 철과 비철금속의 분리방법.
- [청구항 17] 제10항에서,
 상기 비철금속은 알루미늄, 니켈, 코발트, 아연, 구리 중 적어도 어느
 하나를 포함하는 것을 특징으로 하는 철과 비철금속의 분리방법.
- [청구항 18] 제10항에서,
 상기 고액분리는 필터링 방법을 통해 수행되는 것을 특징으로 하는 철과
 비철금속의 분리방법.
- [청구항 19] 제1금속과 제2금속을 포함하는 금속용액에서 금속을 분리하는 방법에
 있어서,
 상기 제1금속과 상기 제2금속의 금속수산화물 침전 경향이 다른
 조건에서 쿠에트-테일러 반응기를 이용하여 상기 금속용액을 반응시키는
 단계와;
 상기 쿠에트-테일러 반응기의 유출물을 고액분리하는 단계를 포함하는
 금속 분리 방법.
- [청구항 20] 제19항에서,
 상기 침전 경향이 다른 조건은 pH 조건을 포함하는 것을 특징으로 하는

- 금속 분리 방법.
- [청구항 21] 제20항에서,
상기 제1금속과 상기 제2금속 중 적어도 하나에 대하여 pH에 따른 금속수산화물 침전 경향을 변경하도록 이온 상태를 변경하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 금속 분리 방법.
- [청구항 22] 제21항에서,
상기 이온 상태 변경에 의해 제1금속과 제2금속의 수산화물 형성 pH는 3이상 차이가 나는 것을 특징으로 하는 금속 분리 방법.
- [청구항 23] 제19항에서,
상기 반응은 상온에서 수행되며,
상기 고액분리는 필터링 방법으로 수행되는 것을 특징으로 하는 금속 분리 방법.
- [청구항 24] 내부에 반응공간을 포함하는 쿼트-테일러 반응기 본체와;
상기 반응공간에 pH 조절제를 공급하는 pH 조절제 공급부와;
상기 반응공간에 산화제를 공급하는 산화제 공급부와;
상기 반응공간에 철과 비철금속을 포함하는 반응용액을 공급하는 반응용액 공급부와;
상기 반응공간에서 유출된 유출물을 고액분리하는 필터링부를 포함하는 철과 비철금속의 분리 장치.
- [청구항 25] 제24항에 있어서,
상기 반응공간의 pH를 측정하는 pH 측정부와;
상기 pH 측정부의 측정결과를 기초로 상기 pH 조절제 공급부의 공급량을 제어하는 제어부를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 철과 비철금속의 분리장치.

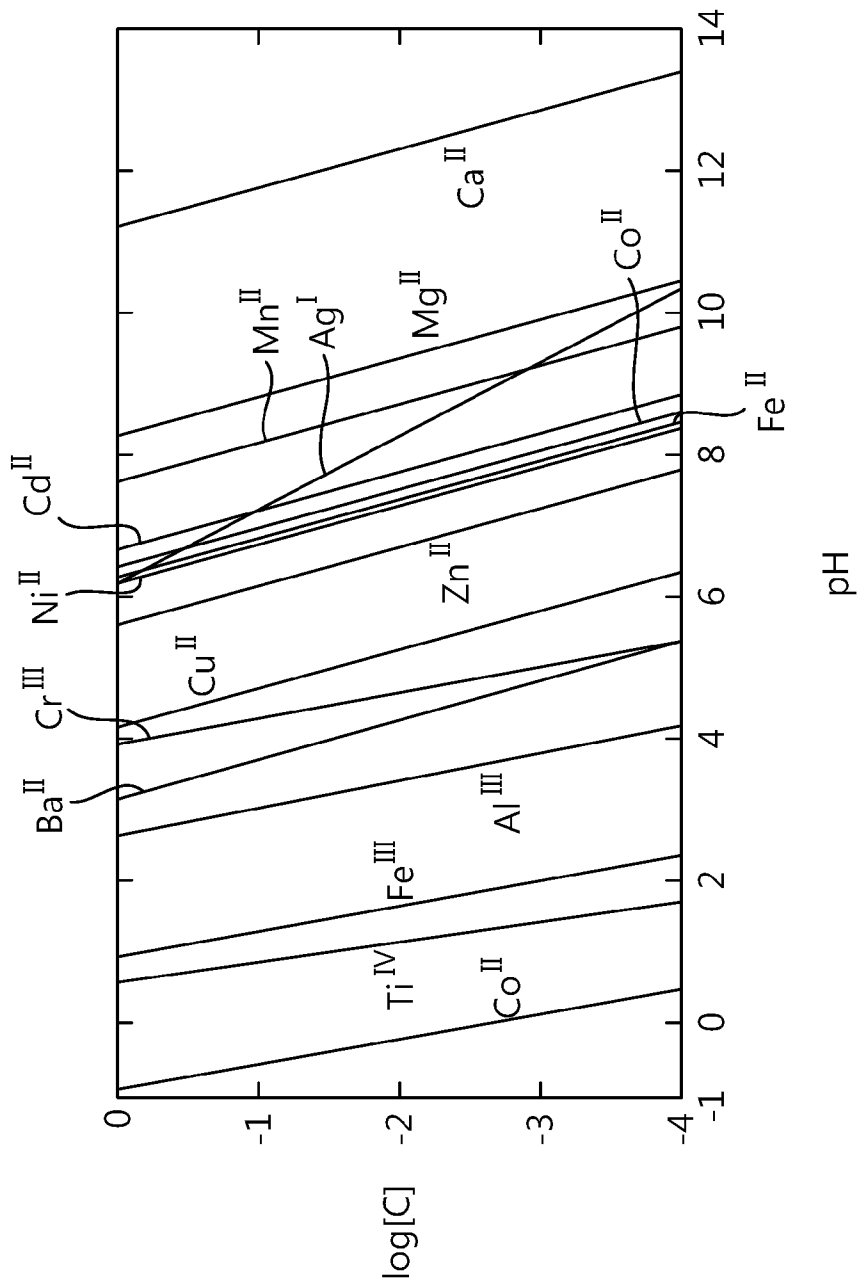
[도1]



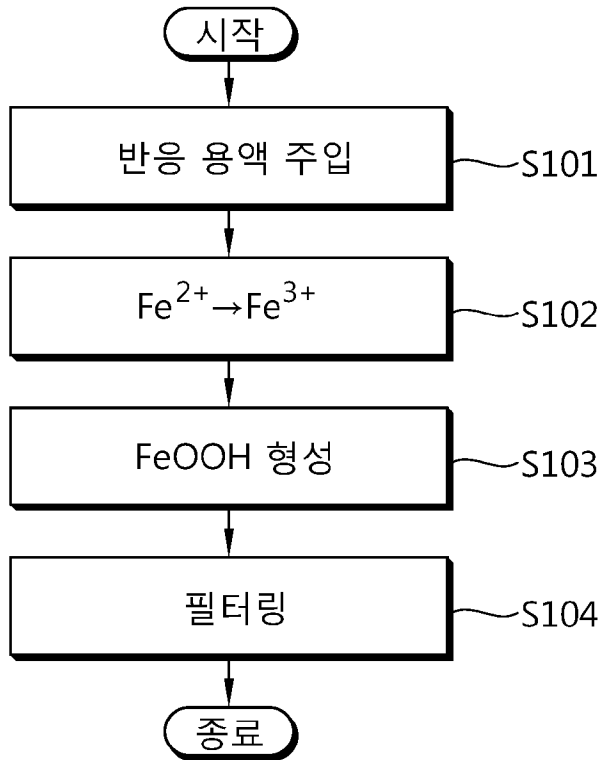
[도2]



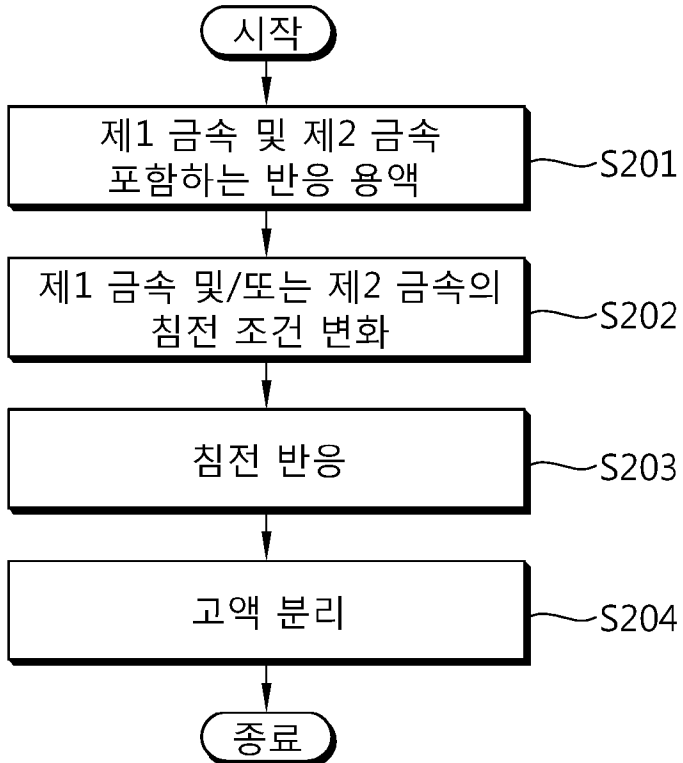
[도3]



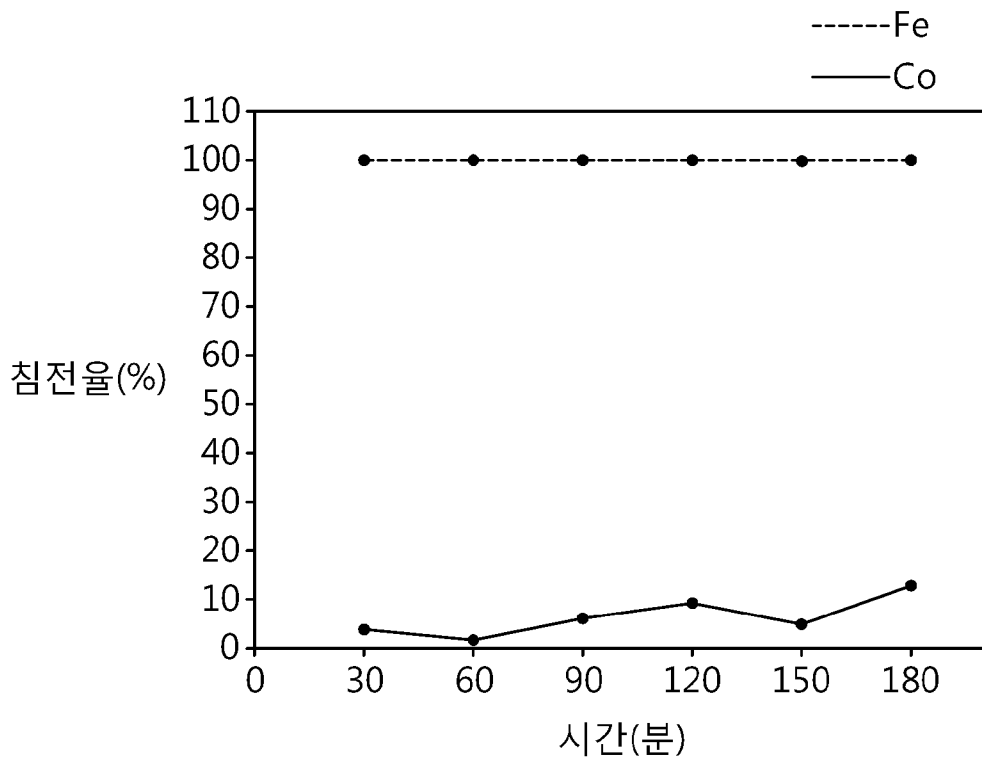
[도4]



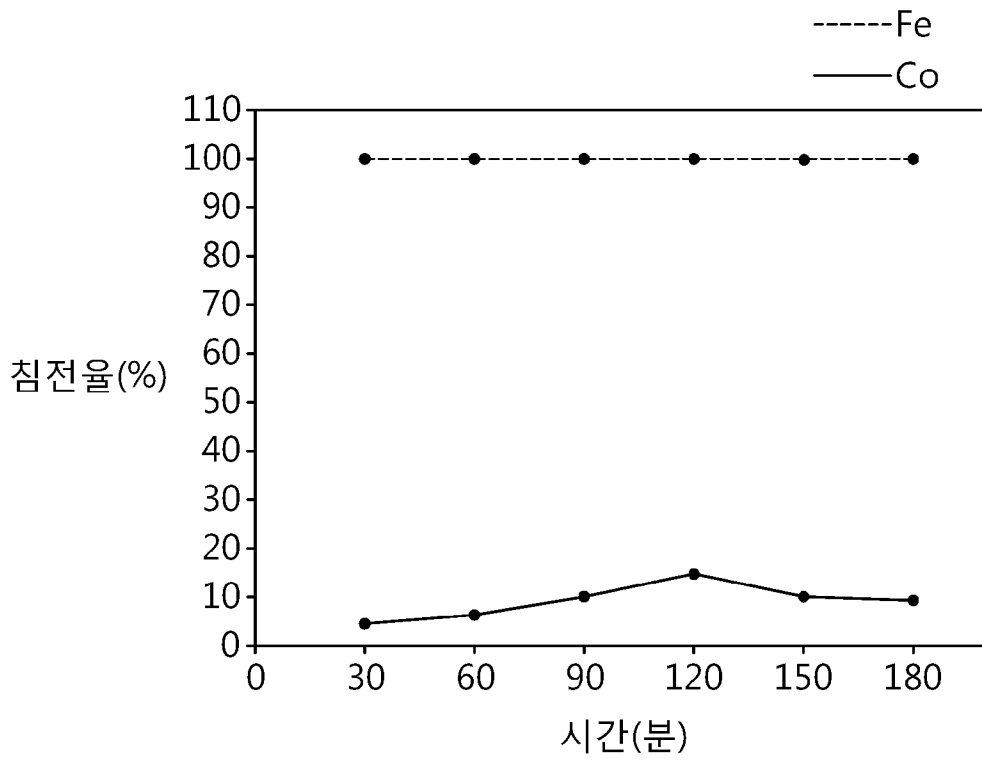
[도5]



[도6]



[도7]



[도8]

