



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2011년07월21일
(11) 등록번호 10-1051207
(24) 등록일자 2011년07월15일

(51) Int. Cl.
B24C 11/00 (2006.01) *B24B 57/00* (2006.01)
C09K 3/14 (2006.01) *B24B 9/10* (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2011-0011467
 (22) 출원일자 2011년02월09일
 심사청구일자 2011년02월09일
 (56) 선행기술조사문헌
 JP2007276055 A*
 KR1020080036816 A*
 JP2010222519 A
 JP2001009722 A
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
윤종훈
 대구광역시 달서구 도원동 롯데캐슬레이크 108동 1601호
 (72) 발명자
윤종훈
 대구광역시 달서구 도원동 롯데캐슬레이크 108동 1601호
 (74) 대리인
특허법인 대아

전체 청구항 수 : 총 2 항

심사관 : 이현동

(54) 회토류 금속 산화물을 기반으로 하는 LCD 및 PDP 유리패널용 재생 무기 연마재 및 이를 제조하기 위한 무기 연마재 폐슬러지 재생 방법

(57) 요약

본 발명은 회토류 금속 산화물을 기반으로 하는 LCD 및 PDP 유리패널용 재생 무기 연마재 및 이를 제조하기 위한 무기 연마재 폐슬러지 재생 방법에 관한 것으로, 무기 연마재 폐슬러지와 증류수를 혼합한 혼합물을 형성하는 단계와, 16 ~ 150 메쉬(Mesh)의 체거름 공정으로 상기 혼합물 내에 포함된 세럼 연마패드 찌꺼기, 파손된 유리 조각 및 15 메쉬 이하의 크기를 가진 입경이 큰 불용성 불순물을 제거하는 단계와, 무기 불순물 제거를 위한 혼합산을 제조하는 단계와, 상기 혼합물에 상기 혼합산을 첨가하고, 2.0 ~ 3.5 pH를 유지하면서 교반(Stirring)하는 단계와, 상기 혼합물을 고액분리하여, 고형물과 액체 성분을 분리하는 단계와, 증류수 또는 탈이온수(DI water)에 원심 분리된 상기 고형물을 세척하는 단계와, 세척된 상기 고형물을 열처리 하여 건조시키고, 건조된 고형물을 분쇄 및 하소하는 단계를 제공함으로써, CeO₂ 및 LaOF를 포함하며, 기본 물성 및 성분 변화가 없는 LCD 및 PDP 유리패널용 재생 무기 연마재를 제공하도록 하는 발명에 관한 것이다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

- (a) 희토류 금속 산화물을 기반으로 하는 LCD 및 PDP 유리패널용 무기 연마재 페슬러지와 증류수를 혼합한 혼합물을 형성하는 단계;
 - (b) 16 ~ 150 메쉬(Mesh)의 체거름 공정으로 상기 혼합물 내에 포함된 세립 연마패드 찌꺼기, 파손된 유리 조각 및 입경이 큰 불용성 불순물을 제거하는 단계;
 - (c) 무기 불순물 제거를 위하여, 불산(HF) 대 강산을 부피비로 1 : 4 ~ 1 : 10의 범위로 혼합하여 혼합산을 제조하는 단계;
 - (d) 상기 (b) 단계가 완료된 상기 혼합물에 상기 혼합산을 첨가하고, 2.0 ~ 3.5 pH를 유지하면서 교반(Stirring)하는 단계;
 - (e) 상기 (d) 단계가 완료된 상기 혼합물을 4,500 ~ 6,000 rpm의 원심분리법을 이용하여 고액분리하여, 고형물과 액체 성분을 분리하는 단계;
 - (f) 증류수 또는 탈이온수(DI water)에 고액분리된 상기 고형물을 첨가하는 단계;
 - (g) 상기 고형물이 혼합된 증류수 또는 탈이온수(DI water)를 교반(Stirring)하여, 상기 고형물을 세척하는 단계;
 - (h) 상기 (e) 단계의 고액분리부터 상기 (g) 단계의 세척까지 과정을 한 사이클(cycle)로 1 ~ 4회 추가로 반복 수행하여, 상기 고형물이 혼합된 증류수 또는 탈이온수(DI water)의 pH가 중성이 되도록 총 세척 단계를 2 ~ 5회 수행하는 단계;
 - (i) 상기 증류수 또는 탈이온수(DI water)를 제거하고, 상기 고형물을 100 ~ 120℃에서 열처리하여 건조시키는 단계;
 - (j) 건조된 상기 고형물을 분쇄하는 단계;
 - (k) 산소(O₂) 분위기의 전기로에서 450 ~ 550℃ 온도 조건으로 100 ~ 150분간 상기 분쇄된 고형물을 하소하여, 상기 고형물에 포함된 유기물을 제거하는 하소 단계; 및
 - (l) 하소된 상기 고형물을 분급하는 단계;를 포함하고,
- 상기 (d) 교반하는 단계는
- 상기 혼합산은 0.5 ~ 10.0 mol% 범위의 농도로 증류수에 희석하여 사용하고,
- 상기 혼합산, 페슬러지 및 증류수의 무게 비율 범위가 1 : 1 : 1 ~ 1 : 3 : 3인 범위 내에서 수행하며, 2.0 ~ 3.5 pH를 유지하면서 2 ~ 3일 동안 진행하는 것을 특징으로 하는 유리패널용 무기 연마재 페슬러지 재생 방법.

청구항 2

제1항에 기재된 재생 방법으로 제조되어, CeO₂ 및 LaOF를 포함하는 것을 특징으로 하는 LCD 및 PDP 유리패널용 재생 무기 연마재.

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 회토류 금속 산화물을 기반으로 하는 LCD 및 PDP 유리패널용 재생 무기 연마재 및 이를 제조하기 위한 무기 연마재 페슬러지 재생 방법에 관한 것으로, LCD 및 PDP용 유리패널을 포함하는 유리패널의 연마 후에 발생하는 연마재 페슬러지에 포함된 무기 불순물(유리 성분, 침전 유도제 성분 등)을 용이하고, 안전하게 제거하고, 분리된 연마재를 분쇄 분급하여 재사용 가능하도록 하는 기술에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 유리패널은 60년대부터 계산기 및 손목시계용으로 제품화되기 시작하여 현재 가정용 TV 및 PC 모니터 및 최근 자동차 내비게이션 시스템, 노트북 등의 정보 표시장치와 태양전지의 커버용 및 기타 많은 용도로 널리 사용되고 있다.

[0003] 하지만 유리패널의 제작 공정의 특징상 고르지 못한 제품의 평면도는 정보 표시 장치 및 기타 용도로 사용함에 있어 유리 패널의 특성을 저하시키는 요인이 된다.

[0004] 상기 문제점들을 해결하기 위하여 많은 방법들을 연구 중에 있으나 제품의 특성에 영향을 주는 평면도를 향상시키기 위하여 회토류 금속 산화물을 기반으로 하는 무기 연마재를 사용해 유리 패널의 단면 또는 양면을 연마하는 방식이 가장 널리 사용되고 있다.

[0005] 한편, 유리패널용 무기 연마재는 사용횟수가 증가하게 되면 피연마체인 유리 성분의 무기 불순물 증가로 인해 연마성이 저하되어 폐기하게 되는데 그 과정에서 슬러지가 발생하게 된다.

[0006] 이때, 대부분의 페슬러지는 폐기물 업체에 위탁하여 공해상에 버리거나 일부는 시멘트의 부원료로 사용되고 있는 실정이다.

[0007] 또한, 국내에서는 무기 연마재 미분의 생산 및 재생에 대한 기술력이 부족하여 대부분 외국에서 연마재를 수입하여 사용하고 있으며, 수입 감소를 위해서는 연마재의 재생이 필수적이나, 연마재 페슬러지의 재생을 위한 유리 성분의 제거 기술이 부족한 실정이다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명은 LCD 및 PDP용 유리패널을 포함하는 기타 유리패널의 연마 후에 발생하는 연마재 페슬러지에 포함된 무기 불순물(유리 성분, 침전 유도제 성분 등)을 안정적으로 제거하고, 분리된 연마재를 분쇄 분급하여 효율적인 재사용이 가능하도록 하는 연마재 페슬러지의 재생 방법을 제공하는 것을 그 목적으로 한다.

[0009] 아울러, 본 발명은 상기 재생 방법을 이용하여 폐슬러지를 원래 사용 목적에 맞는 기본 물성을 갖고, 성분의 변화가 없으며, 재생품에 대하여 추가적인 가공 또는 처리 조제 없이 재생된 무기 연마재를 제공하는 것을 그 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0010] 본 발명의 일 실시예에 따른 유리패널용 무기 연마재 폐슬러지 재생 방법은 (a) 희토류 금속 산화물을 기반으로 하는 LCD 및 PDP 유리패널용 무기 연마재 폐슬러지와 증류수를 혼합한 혼합물을 형성하는 단계와, (b) 16 ~ 150 메쉬(Mesh)의 체거름 공정으로 상기 혼합물 내에 포함된 세립 연마패드 찌꺼기, 파손된 유리 조각 및 입경이 큰 불용성 불순물을 제거하는 단계와, (c) 무기 불순물 제거를 위한 혼합산을 제조하는 단계와, (d) 상기 (b) 단계가 완료된 상기 혼합물에 상기 혼합산을 첨가하고, 2.0 ~ 3.5 pH를 유지하면서 교반(Stirring)하는 단계와, (e) 상기 (d) 단계가 완료된 상기 혼합물을 고액분리하여, 고형물과 액체 성분을 분리하는 단계와, (f) 증류수 또는 탈이온수(DI water)에 고액분리된 상기 고형물을 첨가하는 단계와, (g) 상기 고형물이 혼합된 증류수 또는 탈이온수(DI water)를 교반(Stirring)하여, 상기 고형물을 세척하는 단계와, (h) 상기 (e) 단계의 고액분리부터 상기 (g) 단계의 세척까지 과정을 한 사이클(cycle)로 1 ~ 4회 추가로 반복 수행하여, 상기 고형물이 혼합된 증류수 또는 탈이온수(DI water)의 pH가 중성이 되도록 총 세척 단계를 2 ~ 5회 수행하는 단계와, (i) 상기 증류수 또는 탈이온수(DI water)를 제거하고, 상기 고형물을 열처리 하여 건조시키는 단계와, (j) 건조된 상기 고형물을 분쇄하는 단계와, (k) 분쇄된 상기 고형물에 포함된 유기물을 제거하는 하소 단계 및 (l) 하소된 상기 고형물을 분급하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0011] 아울러, 본 발명에 LCD 및 PDP 유리패널용 재생 무기 연마재는 상술한 방법으로 제조되어, CeO₂ 및 LaOF를 포함하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0012] 본 발명은 LCD 및 PDP용 유리패널을 포함하는 기타 유리패널을 연마한 후에 발생하는 연마재 폐슬러지에 대하여 안전성이 확보된 매우 효율적인 공정으로 재생할 수 있는 효과를 제공한다.

[0013] 따라서, 본 발명은 기본 물성 및 성분의 변화가 없으며, 재생품에 대하여 추가적인 가공 또는 처리 조제의 추가 없이 재생을 가능하게 하는 효과를 제공한다.

도면의 간단한 설명

[0014] 도 1은 본 발명일 실시예에 따른 유리 패널용 무기 연마재 폐슬러지 재생 방법을 나타낸 공정 흐름도이다.
 도 2는 본 발명에 따라 재생된 희토류 금속 산화물을 기반으로 하는 LCD 및 PDP 유리패널용 무기 연마재의 XRD 패턴을 나타낸 그래프이다.
 도 3은 재생전 유리 패널용 무기 연마재 폐슬러지 시료의 XRD 패턴을 나타낸 그래프이다.
 도 4는 상용화된 LCD 및 PDP 유리패널용 무기 연마재 시료의 XRD 패턴을 나타낸 그래프이다.
 도 5는 상기 도 2와 도 3의 XRD 패턴을 비교하여 나타낸 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0015] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나, 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다. 명세서 전체에 걸쳐 동일 참조 부호는 동일 구성요소를 지칭한다.

- [0016] 이하 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 회토류 금속 산화물을 기반으로 하는 LCD 및 PDP 유리패널용 재생 무기 연마재 및 이를 제조하기 위한 무기 연마재 폐슬러지 재생 방법에 관하여 상세히 설명하면 다음과 같다.
- [0017] 디스플레이용 유리패널을 연마하기 위한 폐연마재로서, 일반적으로 세륨연마재를 사용하고 있으며, 재생의 경우 세륨연마재로부터 발생하는 폐슬러지로부터 회토류성분 또는 알루미늄을 분리 회수하는 방법을 사용하고 있다.
- [0018] 특히 본 발명은 연마재 폐슬러지에 포함된 무기 불순물의 제거 및 분리 공정 기술과, 무기 불순물 성분이 제거된 슬러지를 분쇄 및 분급하는 공정을 통하여 원래 목적으로 재사용 가능하도록 하는 연마재 폐슬러지의 재생방법을 제공한다.
- [0019] 먼저, 본 발명에 따른 회토류 금속 산화물을 기반으로 하는 무기 연마재는 유리패널의 연마를 위하여 물과 혼합 분산되어 연마기로 공급되어 일정 횟수를 연마기내에서 순환하며 사용된다.
- [0020] 이때, 연마 횟수의 증가에 따라 초기 고유했던 연마재 성분 내에 유리 (SiO₂) 성분의 함량이 증가하게 되면 연마 성능이 감소하고, 유리패널의 연마 표면에 미세 흠집이 발생할 수 있다.
- [0021] 따라서, 품질 문제 및 공정 효율을 감안하여 연마재를 주기적으로 교체하여야 하는데, 이 과정에서 연마재 폐슬러지가 발생하게 된다.
- [0022] 본 발명에서는 이와 같은 연마재 폐슬러지를 재생하여 연마기에 다시 공급될 수 있도록 한다.
- [0023] 이를 위한 본 발명의 기술은 증류수와 폐슬러지를 혼합하여 체 거름하여 기 제조된 혼합산을 섞어 일정 시간동안 혼합한 후 액상과 고상을 분리하여 상층액을 제거하고 분리된 고상을 세척, 건조, 분쇄, 분급의 과정을 통하여 최종적으로 연마재를 재생하는 공정 흐름을 가지며, 구체적으로는 다음과 같다.
- [0024] 도 1은 본 발명일 실시예에 따른 유리 패널용 무기 연마재 폐슬러지 재생 방법을 나타낸 공정 흐름도이다.
- [0025] 먼저 도 1을 참조하면, 폐슬러지 혼합물 제조 단계(S100)와, 불순물 제거 단계(S105)와, 혼합산을 제조하는 단계(S110)와, 교반하는 단계(S115)와, 원심분리 단계(S120)와, 상층액 제거 단계(S125)와, 고형물을 탈이온수에 혼합하는 단계(S130)와, 교반 및 세척 단계(S135)와, 세척 반복 수행 단계(S140)와, 고형물 열처리 단계(S145)와, 분쇄 및 불순물 제거 단계(S150)와, 하소 단계(S155)와, 분급 단계(S160)와, 검사 단계(S165) 및 제품화 단계(S170)를 거쳐서 수행된다.
- [0026] 여기서, 가장 우선적으로 증류수와 폐슬러지를 혼합한 시료에 대하여 연마재 폐슬러지에 포함되어 있는 세륨 연마패드 찌꺼기, 파손된 유리 조각 등과 그 외에 입경이 큰 크기를 가진 불용성 불순물을 제거한다.
- [0027] 이때, 16 ~ 150 메쉬(mesh)의 체를 겹쳐서 사용함으로써, 큰 입경을 갖는 불순물 들이 순차적으로 제거(sieving)될 수 있도록 한다.
- [0028] 다음으로, 유리 성분을 주성분으로 하는 무기 불순물을 제거 및 분리하기 위하여 혼합산을 제조한다.
- [0029] 이때, 혼합산은 불산(HF)을 기반으로 하여 질산(HNO₃), 염산(HCl) 및 황산(H₂SO₄) 중 1가지 이상을 포함하는 강산을 혼합한 산성 수용액이다.
- [0030] 본 발명에서 불산 및 기타 강산을 사용하는 이유는 폐슬러지 내에 포함된 유리성분을 용해하여 제거가 용이해지도록 하기 위한 것이다.
- [0031] 여기서, 불산은 폐슬러지에 포함된 유리 성분을 다음과 같은 반응식1에 의해 용해되게 된다.
- [0032] [반응식 1]

- [0033] $\text{SiO}_2 + 6\text{HF} \rightarrow \text{SiF}_6^{2-} + 2\text{H}_3\text{O}^+$
- [0034] 또한, 본 발명에 따른 강산은 산의 농도를 높여 응집을 통하여 미세 분말의 빠른 침전을 유도하는 침전 유도제를 연마제 성분과 해리시켜 기타 유·무기 불순물을 반응시켜 제거하는 것을 용이하게 한다.
- [0035] 따라서, 본 발명에 따른 혼합산은 불산 : 강산의 1 : 4 ~ 1 : 10 범위의 부피비로 혼합하여 제조한다.
- [0036] 혼합산에서 불산을 기준으로 강산의 부피비가 1 : 4 미만일 경우에는 유리성분의 용해 또는 불순물 제거가 어려워 질 수 있다. 반대로, 혼합산에서 불산을 기준으로 강산의 부피비가 1 : 10을 초과할 경우에는 pH가 낮아져 연마제의 기본 물성 성분이 변형될 위험이 높다.
- [0037] 또한, 상기와 같은 영향을 고려하여 혼합산을 사용할 때 0.5 ~ 10.0 mol% 범위의 농도로 증류수에 희석하여 사용하는 것이 바람직하다.
- [0038] 이 경우에도 혼합산의 농도가 0.5 mol% 미만일 경우에는 유리성분의 용해가 잘 이루어지지 않고, 불순물 제거가 어려워 질 수 있다. 그리고, 혼합산의 농도가 10 mol%를 초과할 경우에는 pH가 낮아져 연마제의 기본 물성 성분이 변형될 위험이 높고 안정화된 재생 공정이 이루어 질 수 없다.
- [0039] 그 다음으로, 상기의 방법으로 제조한 혼합산을 불용성 불순물을 제거한 페슬러지와 증류수와의 혼합물에 가한 다음 일정 시간동안 교반(stirring)하여 페슬러지를 연마제 성분과 무기 불순물 성분으로 분리되도록 한다.
- [0040] 이때, 혼합산과 페슬러지 및 증류수의 비율은 무게 비율로 1 : 1 : 1 ~ 1 : 3 : 3의 비율 범위 내에서 혼합 처리하는 것이 바람직하다.
- [0041] 이는, 용액의 pH가 2.0 ~ 3.5 범위로 유지될 수 있도록 하는 최적의 비율이다. 상기 pH 범위는 재생 공정의 안정화를 위한 최적의 조건으로 pH 3.5 초과일 경우 불순물 제거가 미흡해지고, pH 2.0 미만일 경우에는 연마제의 기본 물성이 손상될 수 있다.
- [0042] 아울러, 상기 교반은 pH가 2.0 ~ 3.5 범위를 2 ~ 3일 동안 계속해서 일정하게 유지하는 것이 바람직하다. 교반 중 pH 조절이 필요할 경우, 혼합산 또는 증류수를 용액에 더 추가할 수 있다.
- [0043] 또한, 최적의 pH 조건에서도 교반 시간이 적절하지 못하면 재생 공정이 용이하게 수행 될 수 없는데, 2 ~ 3일 동안 교반을 수행한 결과 페슬러지에서 연마제 성분과 무기 불순물 성분이 충분히 분리되었다. 반면, 교반 시간이 2일 미만일 경우에는 충분한 불순물 제거가 이루어 질 수 없고, 교반 시간이 3일을 초과할 경우에는 연마제의 기본 물성이 저하되는 등 재생 공정의 안정성이 떨어질 수 있다.
- [0044] 한편, 교반 시 사용되는 도구의 일례로서 교반 물질이 소량일 때 마그네틱 바(magnetic bar)를 이용하는 것이 바람직하며, 다량일 때는 그 용량에 맞도록 제작된 임펠러(impeller)를 사용하는 것이 바람직하다.
- [0045] 또한, 처리 용기의 재질에 제한이 있는 것은 아니지만 불산에 용해되는 유리로 만들어진 용기는 피해야 한다.
- [0046] 그 다음으로, 상기와 같이 교반 처리된 혼합물에 대해 고액분리 공정을 실시한다. 이때, 고액분리 방법으로는 여과 분리(filtering), 원심 분리(centrifuge) 및 디켄테이션(decantation) 중 하나 이상의 방법이 사용될 수 있다.
- [0047] 여기서 본 발명에 따른 재생 공정의 안정화를 위해서는 원심 분리가 가장 적합하다. 그리고, 원심 분리를 이용하는 경우 4,500 ~ 6,000 rpm으로 수행하는 것이 바람직하다.
- [0048] 4,500 rpm 미만일 경우에는 고형물의 침전이 완전하게 이루어지지 않을 수 있으며, 6,000 rpm을 초과할 경우에는 분리 효율 대비 에너지 소모만 증가될 뿐이므로, 전체적인 재생 공정의 효율이 저하될 수 있다.

- [0049] 그 다음으로, 고액분리가 이루어진 시료로부터 상층액을 분리한 후, 잔류하는 고형물 시료에 증류수 또는 탈이온수(DI Water)를 혼합하고, 교반하여 세척이 이루어지도록 한다.
- [0050] 이때, 상기 고액분리 공정에서부터 세척까지의 과정을 기본 1회 수행하고 1 ~ 4회 정도 추가적으로 수행하여, 완전한 세척이 이루어지도록 하는 것이 바람직하다.
- [0051] 즉, 최종 세척 공정은 2 ~ 5회 반복되는데, 이 과정에서 무기 불순물을 제거하기 위해 투입된 혼합산 성분이 완전히 제거될 수 있도록 한다.
- [0052] 따라서, 혼합산이 완전히 제거되어 상층액의 pH가 7정도가 될 수 있도록 상기 최종 세척 공정 회수를 조절하는 것이 바람직하다.
- [0053] 또한, 연속적인 공정이 가능할 경우 후속의 건조, 분쇄 및 분급과정에서 잔류 혼합산의 제거가 가능하므로 세척 횟수를 2 ~ 3회 정도로 줄여도 무방하다.
- [0054] 그 다음으로, 상기 고액분리 공정에서 사용된 증류수 또는 탈이온수는 폐기 조치한다.
- [0055] 이때, 증류수 또는 탈이온수의 완전한 제거를 위해서 고형물을 100 ~ 120℃로 가열하는 열처리 공정을 수행하는 것이 바람직하다. 열처리 공정 시간은 특별히 한정되지 않으며, 증류수 또는 탈이온수의 양과 열처리 온도에 따라 다양하게 조절될 수 있다.
- [0056] 가열 온도가 100℃ 미만일 경우에는 수분 제거가 미흡해질 수 있으며, 120℃를 초과할 경우에는 수분 함량이 지나치게 감소되어서 후속 재생 과정이 원활하게 수행되지 못할 수 있다.
- [0057] 특히, 본 발명에서는 열처리 공정을 마친 상태의 고형물 수분 함유량이 10 ~ 45 중량% 사이에서 조절되도록 하는 것이 바람직하다.
- [0058] 이는, 다음 공정인 건조, 분쇄 및 분급 공정의 효율을 감안하여 적절한 수분 함유량을 가지도록 하기 위한 것인데, 필요에 따라서는 후속 공정을 고려하여 상기 열처리 공정을 생략 할 수도 있다.
- [0059] 그 다음으로, 고형물을 분쇄하고, 분쇄 과정에서 발생할 수 있는 불순물을 제거하는 체 거름 공정을 추가적으로 수행하는 것이 바람직하다.
- [0060] 이때, 분쇄 공정은 에어 제트 밀(air-jet mill), 볼 밀(ball mill), 비드 밀(bead mill) 및 컷팅 밀(cutting mill) 중 하나 이상을 사용할 수 있다.
- [0061] 여기서, 분쇄 크기는 각 LCD 또는 PDP에 사용되는 유리패널의 종류에 따라서 상이해 질 수 있으므로, 특별히 한정하지 않는 것으로 한다.
- [0062] 그 다음으로, 분쇄된 고형물에 최종적으로 잔류하는 유기물을 제거하기 위하여 산소(O₂) 분위기의 전기로에서 450 ~ 550℃ 조건으로 100 ~ 150분간 하소 공정을 수행한다.
- [0063] 이 경우에도 역시 하소 온도가 450℃ 미만이거나, 하소 시간이 100분 미만으로 수행될 경우에는 재생 연마재에 잔류할 수 있는 불순물 또는 유기물들이 완벽하게 제거 될 수 없다.
- [0064] 그리고, 반대로 하소 온도가 550℃를 초과하거나, 하소 시간이 150분을 초과하여 수행될 경우에는 최종 재생 연마재의 기본적인 물성이 변화될 수 있으므로, 적정 조건을 유지하는 것이 바람직하다.
- [0065] 여기서, 하소가 완료된 최종 연마재의 수분 함유량은 2 ~ 3 중량%가 되도록 하는 것이 바람직하다.
- [0066] 이때, 수분 함유량이 2 중량% 미만일 경우에는 스크루(screw)에 정상적으로 안착되지 못하고 계속 미끄러질 수 있기 때문에 이송 효율이 저하될 수 있다.
- [0067] 반대로 수분 함유량이 3 중량%를 초과할 경우에는 에어 분급(air classification)과 같은 공정이 정상적으로 이루어 질 수 없게 된다. 또한, 에어 분급을 위해서는 추가적인 건조 공정이 필요하게 되므로, 재생 공정의 효율이 저하될 수 있다.

- [0068] 따라서, 본 발명에 따른 최종 연마재의 경우 분쇄 및 분급의 효율을 고려하여 완전히 건조된 상태보다 2 ~ 3 중량% 정도의 수분을 함유도록 하는 것이 바람직하다.
- [0069] 마지막으로, 상기의 방법으로 처리된 본 발명의 연마재 고형물은 요구되는 입자 크기 또는 분포를 최종적으로 확인하고 XRD 등의 성분 검사를 거쳐서 최종 제품으로 재생된다.
- [0070] 하기에서는 본 발명의 실시예와 비교예를 통하여 상세하게 설명한다.
- [0071] **[실시예1]**
- [0072] 혼합산의 제조
- [0073] 불산과 질산을 1 : 5의 부피비로 혼합한 용액을 증류수 1ℓ에 혼합하여 2M 산농도의 혼합산을 제조하여 밀폐 용기에 보관한다.
- [0074]
- [0075] 혼합산에 의한 불순물의 제거
- [0076] 증류수와 페슬러지를 무게비로 1 : 3의 비율로 칭량하여 250ml 용량의 PP 재질의 용기에 혼합하고, 마그네틱 바를 이용하여 약 20분간 1차적으로 교반한다.
- [0077] 다음으로, 연마재 페슬러지에 함유되어 있는 연마패드 찌꺼기, 파손된 유리 조각 등과 같이 큰 크기를 가진 불용성 불순물을 16, 40, 150 메쉬의 체를 겹쳐서 제거한다.
- [0078] 그 다음으로, 크기가 큰 불순물이 제거된 혼합물에 상기 제조된 혼합산을 첨가하여 용액의 pH가 2.0 ~ 3.5 범위 내에서 안정 되도록 한다.
- [0079] 그 다음으로, 2.0 ~ 3.5 pH를 유지하면서 3일 동안 교반 공정을 수행한다.
- [0080] 혼합 시료의 고액분리, 세척, 분쇄, 분급을 통한 연마재 재생
- [0081] 유리 성분이 제거된 상기의 혼합 용액을 250ml 용량의 PP 재질의 용기에 담아 원심 분리기에 넣고 4,500rpm으로 고액분리 한 후 상층액을 제거하고 고형물을 회수한다.
- [0082] 다음으로, 투입된 혼합산을 완전히 제거하기 위하여 회수한 고형물에 증류수를 가한 다음 5시간동안 교반한 후, 다시 PP 재질의 용기에 담아 원심 분리기에 넣고 5,500rpm으로 고액분리한 후 상층액을 제거하고 다시 고형물을 회수한다.
- [0083] 이와 같은 고형물 회수 공정이 총 5회 반복되도록 한다. 이때, 최종 종료 시점은 상층액의 pH가 7이 되는 시점까지 수행한다.
- [0084] 그 다음으로, 얻어진 고형물 시료를 페이스트(paste)처럼 제조하기 위하여 수분 함량이 25% 수준이 되도록 100℃에서 열처리를 수행한다.
- [0085] 그 다음으로, 페이스트처럼 된 고형물 시료를 에어 건조 분쇄기 및 분급기를 이용하여 최종 재생 연마재를 얻는다.
- [0086] 이때, 분쇄 및 분급 과정 중에 500℃의 온도 범위에서 2시간 동안 하소 공정을 수행한다.
- [0087] 또한, 에어 분급 공정을 3 회 반복 수행한 후 잔류하는 찌꺼기는 폐기한다.
- [0088] **[비교예 1]**
- [0089] 상술한 실시예1의 재생 연마재 제조 방법 중 고액분리 및 세척 과정을 생략하고, 바로 분쇄 및 분급 공정을 수행하여 고형물 시료를 얻었다.

[0090] [비교예 2]

[0091] 불산과 질산을 1 : 12의 부피비로 혼합한 혼합산을 이용하되, 나머지 공정은 상술한 실시예1의 재생 연마제 제조 방법을 그대로 적용하여 고품질 시료를 얻었다.

[0092] 도 2는 본 발명에 따라 재생된 희토류 금속 산화물을 기반으로 하는 LCD 및 PDP 유리패널용 무기 연마제의 XRD 패턴을 나타낸 그래프이다.

[0093] 도 2는 상기 실시예1에 따른 재생 연마제의 성분을 분석한 그래프로 세륨 및 란타넘과 같은 희토류 금속을 포함하는 것을 알 수 있다.

[0094] 도 3은 재생전 유리 패널용 무기 연마제 페슬러지 시료의 XRD 패턴을 나타낸 그래프이다.

[0095] 도 3에서 보듯이 재생하기 전의 페슬러지 시료의 XRD 패턴을 보면 연마제의 주성분인 희토류 금속(세륨, 란타넘) 이외에 알 수 없는 불순물(?)이 포함되어 있음을 알 수 있다.

[0096] 도 4는 상용화된 LCD 및 PDP 유리패널용 무기 연마제 시료의 XRD 패턴을 나타낸 그래프이다.

[0097] 도 4는 상용화된 시장 제품의 XRD 패턴을 나타낸 것으로, 상기 도 2의 재생 연마제의 XRD 패턴과 거의 같게 나타남을 알 수 있다.

[0098] 따라서, 본 발명에 따라서 재생된 연마제는 시장제품과 비교하여 품질 면에서 전혀 손색이 없음을 알 수 있다.

[0099] 도 5는 상기 도 2와 도 3의 XRD 패턴을 비교하여 나타낸 그래프이다.

[0100] 도 5를 참조하면, 도 3에 나타나던 불순물(?)의 제거가 완벽하게 이루어졌음을 알 수 있다.

[0101] 이하 표 1은 상술한 실시예1, 비교예1 및 시장 제품에 대한 성분을 ICP로 분석한 결과를 조사한 것이다.

표 1

성분	비교예1	실시예1	시장 제품
C	2.71	4.83	4.84
O	36.87	11.49	15.62
F	2.59	3.09	7.87
Al	18.53	-	-
Si	2.65	-	-
La	11.88	25.98	25.54
Ce	24.77	54.61	46.13
Total	100.00	100.00	100.00

[0103] 상기 표 1을 참조하면, 비교예1의 페슬러지 시료에는 Si, Al 등의 무기 불순물이 다량 포함되어 있음을 알 수 있으며, 본 발명에 따른 실시예1의 재생 연마제 및 시장제품에서는 이러한 무기 불순물이 발견되지 않았다.

[0104] 또한 실시예1의 재생 연마제와 시장 제품의 성분을 비교해 보면 연마제 주요 성분인 란타넘 및 세륨의 함유율이 대동소이함을 알 수 있다.

[0105] 다음으로, 하기 표 2는 본 발명에 따른 실시예 및 비교예에 대한 재생 연마제의 입도 분포를 조사한 것이다.

표 2

구분	비교예1	실시예1	비교예2	시장 제품
평균 입도 (nm)	1,097.8	1,003.8	1,131.2	1,153.7
실험 조건	- 사용 장비 : M社 Zetasizer nano ZS - 분산 용매 : DI Water - 온도 : 25℃			

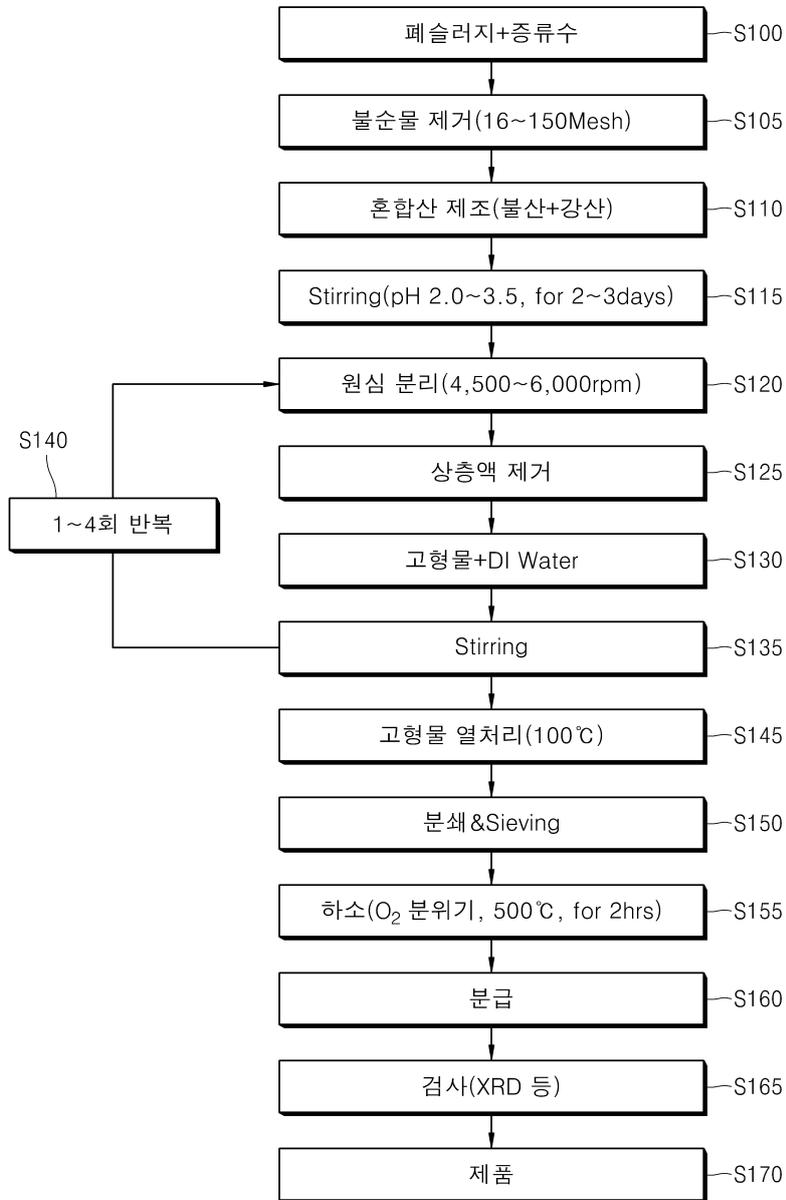
- [0106]
- [0107] 상기 표 2를 참조하면, 동일한 장비와 조건으로 측정된 결과에서 보듯이 모든 시료들이 현재 시장 제품의 요구 조건인 평균 입도 800 ~ 1,200nm 사이의 값을 만족시키는 것으로 나타났다.
- [0108] 그러나, 이 중에서 특히 본 발명에 따른 실시예1의 경우 시장 제품보다 더 미세하고 균일한 평균 입도를 제공하고 있다.
- [0109] 따라서, 본 발명에 따른 재생 연마재는 LCD 및 PDP용 유리패널을 포함하는 기타 유리패널을 연마하기 위한 것으로서, 후에 발생하는 연마재 페슬러지에 대하여 안전성이 확보된 매우 효율적인 공정으로 페슬러지를 재생시킬 수 있다.
- [0110] 또한, 원래 사용 목적에 맞도록 기본 물성 및 성분의 변화가 없으며, 재생품에 대하여 추가적인 가공 또는 처리 조제의 추가 없이 재생을 가능하게 하는 방법을 제공한다.
- [0111] 이상에서는 본 발명의 실시예를 중심으로 설명하였지만, 당업자의 수준에서 다양한 변경이나 변형을 가할 수 있다. 이러한 변경과 변형이 본 발명의 범위를 벗어나지 않는 한 본 발명에 속한다고 할 수 있다. 따라서 본 발명의 권리범위는 이하에 기재되는 청구범위에 의해 판단되어야 할 것이다.

부호의 설명

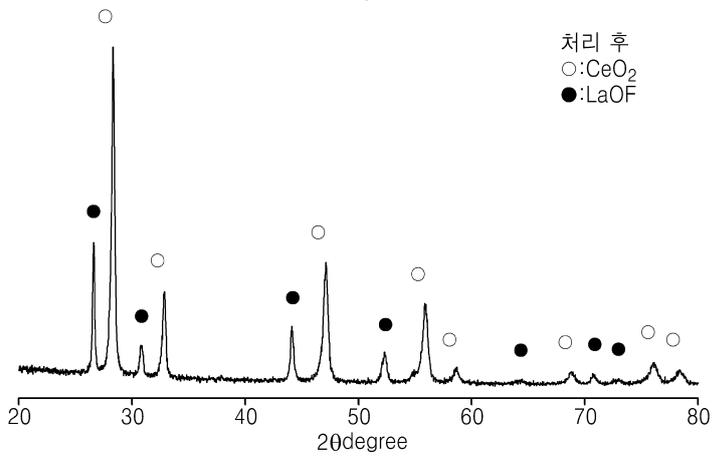
- [0112] S100 : 페슬러지 혼합물 제조 단계
- S105 : 불순물 제거 단계
- S110 : 혼합산 제조 단계
- S115 : 교반 단계
- S120 : 원심분리 단계
- S125 : 상층액 제거 단계
- S130 : 고형물을 탈이온수에 혼합하는 단계
- S135 : 교반 및 세척 단계
- S140 : 세척 반복 수행 단계
- S145 : 고형물 열처리 단계
- S150 : 분쇄 및 불순물 제거 단계
- S155 : 하소 단계
- S160 : 분급 단계
- S165 : 검사 단계
- S170 : 제품화 단계

도면

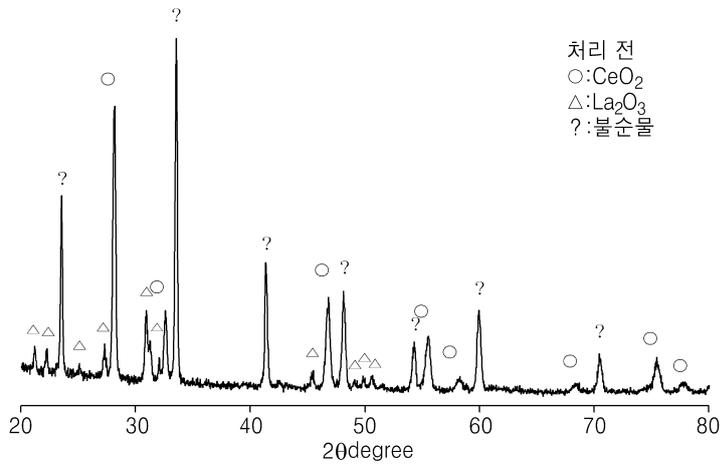
도면1



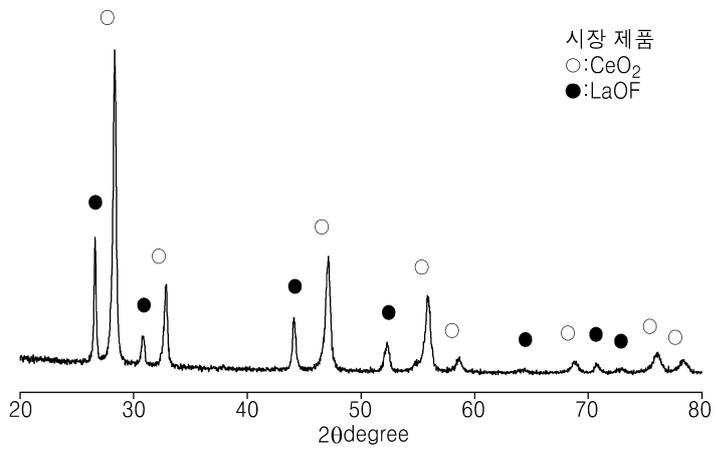
도면2



도면3



도면4



도면5

