

리튬운모의 류산가압침출액으로부터 카리명반의 분리

라인철, 황송림, 조경심

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《과학을 연구하고 발전시키는 목적은 혁명과 건설에서 나서는 과학기술적문제들을 해결하여 나라의 부강발전과 인민의 유족한 물질문화생활을 보장하는데 있습니다.》

(《김정일선집》 증보판 제15권 489페이지)

리튬운모는 리튬화합물과 금속리튬을 제조하는 기본원료의 하나로서 현재 류산 염법, 석회법으로 처리하여 탄산리튬을 생산하고있다.[1] 이 방법들은 에네르기소비가 큰 부족점이 있기때문에 최근에 류산가압침출법으로 리튬운모를 처리하기 위한 연구[3]가 시작되였다.

류산가압침출법에 의한 리튬운모의 처리에서는 광석의 기본성분의 하나인 알루미늄이 류산알루미늄염형태로 침출액에 풀려나오기때문에 알루미늄을 제거하는 문제가 중요하게 제기된다.[4] 리튬운모에 포함된 칼리움과 알루미늄성분은 류산가압침출과정에 카리명반을 형성하게 되며 카리명반을 처리하여 알루미늄과 류산칼리움을 얻을수 있다.[2]

본문에서는 류산가압침출액의 조성에 기초하여 알루미늄을 알루미늄칼리움명반형태로 분리함으로써 알루미늄의 제거 및 류산칼리움의 회수문제를 해결하기 위한 연구를 진행하였다.

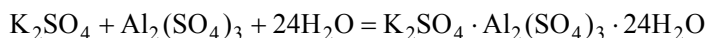
실험 방법

원료로는 리튬운모의 류산가압침출액을, 시약으로는 K_2SO_4 (분석순), EDTA적정용액(0.02mol/L), $ZnSO_4$ 적정용액(0.02mol/L), 크실레놀오렌지시약, 탈이온수를, 기구로는 랭동기($-5^{\circ}C$), 원자흡광분석기(《361MC》)를 리용하였다.

리튬운모의 류산가압침출액속의 Li^+ , Na^+ , K^+ 은 원자흡광분석법으로, Al^{3+} 은 EDTA적정법으로 정량한다.

카리명반을 형성시키기 위하여 침출액에서 칼리움과 알루미늄의 량을 분석하고 카리명반(류산칼리움과 류산알루미늄의 물질량비는 1:1)의 형성에 필요한 류산칼리움 또는 류산알루미늄의 량을 확정한다. 분석에 의하면 칼리움성분이 부족하므로 첨가하여야 할 K_2SO_4 의 량을 평량한다. 고체 K_2SO_4 을 탈이온수에 풀어 포화용액을 만들고 이 용액을 침출액에 첨가하고 교반한다.

낮은 온도에서 풀림도가 작은 카리명반의 성질을 리용하기 위하여 상온에서 $-5^{\circ}C$ 까지 온도를 변화시키면서 결정화반응을 진행시킨다. 결정화과정에 다음의 반응이 진행된다.



결정화모액에서 칼리움과 알루미늄의 함량을 분석하고 반응률을 결정한다.

실험결과 및 고찰

침출액의 조성 리튬운모를 류산가압법으로 처리하여 얻은 침출액의 화학조성은 다음과 같다.(표 1)

표 1. 침출액의 화학조성($\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)

화합물	Li_2SO_4	Na_2SO_4	K_2SO_4	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$
조성	34.1	24.0	22.9	222.0

침출액에서 $\text{K}:\text{Al}$ (물질량비)=1:5이므로 K_2SO_4 의량을 더 첨가하여 물질량비를 1:1로 맞추어야 명반을 형성시킬수 있다.

알루미늄칼리움명반의 형성 K_2SO_4 9.16g을 평량하여 탈이온수에 풀어 100mL로 맞추는 다음 침출액 100mL와 합치고 교반해준다. 이 용액을 4몫으로 등분하고 냉동기에서 온도에 따르는 명반의 생성과정을 고찰하였다.(표 2)

표 2. $\text{K}_2\text{SO}_4\cdot\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3\cdot 24\text{H}_2\text{O}$ 의 생성결과

온도/ $^{\circ}\text{C}$	10	5	0	-5
생성량/g	10.8	11.4	13.3	15.1
생성률/%	69.3	73.2	85.4	96.9

표 2에서 보는바와 같이 온도가 내려갈수록 알루미늄칼리움명반의 생성량이 많아진다. -5°C 에서 명반의 생성률은 96.9%로서 침출액에서 알루미늄의 대부분이 명반을 형성하면서 제거된다.

결정화모액의 조성 리튬운모의 류산가압침출액에 K_2SO_4 를 첨가하여 각이한 온도에서 알루미늄칼리움명반을 결정화시키고 분리한 모액에 대한 분석을 진행하였다.(표 3)

표 3. 결정화모액의 조성($\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)

성분	온도/ $^{\circ}\text{C}$			
	10	5	0	-5
Li_2SO_4	18.4	18.6	19.3	20.1
K_2SO_4	0.5	0.4	0.3	0.2
$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	4.5	4.0	3.3	2.7

표 3에서 보는바와 같이 온도가 낮을수록 결정화모액에서 K_2SO_4 과 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 의 농도는 작아지며 따라서 Li/Al (물질량비)는 점차 커진다. 초기침출액에서 Li/Al 의 값은 0.5이지만 -5°C 에서 얻은 결정화모액에서 Li/Al 값은 23.1이다. 위의 실험에서 얻은 알루미늄칼리움명반을 적당한 방법으로 처리할 때 초기에 첨가한 류산칼리움의량보다 더 많은 류산칼리움을 얻을수 있으므로 리튬운모의 가압침출액을 처리하는데서 류산칼리움은 첫 단계에서만 필요하다. 다시말하여 알루미늄칼리움명반을 알카리 또는 산으로 처리할 때 초기에 첨가한 류산칼리움의량보다 더 많은 류산칼리움을 얻을수 있으므로 리튬운모의 가압침출액을 처리하는데서 류산칼리움은 첫 단계에서만 필요하다.

맺 는 말

리티움운모의 류산가압침출액에 포함되어있는 알루미늄성분을 카리명반으로 분리해 낼수 있다. 온도가 내려갈수록 알루미늄칼리움명반의 생성률이 커지며 따라서 알루미늄의 제거효과가 커진다.

참 고 문 헌

- [1] J. Jandova et al.; Ceramics, 53, 2, 108, 2009.
- [2] L. Rosmala et al.; Chemical Engineering Journal, 175, 160, 2011.
- [3] 张勇 等; CN 102718234A, 2012.
- [4] 朱兵; CN 102225774A, 2011.

주체108(2019)년 1월 5일 원고접수

Separation of Potassium Alum from Leach Liquid of Lepidolite by Sulfuric Acid-Pressure Method

Ra In Chol, Hwang Song Rim and Jo Kyong Sim

Aluminium in leach liquid of lepidolite by sulfuric acid-pressure method can be separated as a type of potassium alum. The lower the temperature of formation reaction of potassium alum gets, the higher the removal efficiency of aluminium does.

Key words: lepidolite, potassium alum