

수산화마그네시움에서 칼시움의 분리

송창진, 정철종

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《과학자, 기술자들은 인민경제를 과학화하는데서 나서는 과학기술적문제를 풀기 위한 과학연구사업을 심화시켜 모든 부문의 생산과 경영활동을 새로운 과학적로대우에 올려세워야 하겠습니다.》(《김정일선집》 증보판 제13권 416페이지)

금속공업과 건재공업에서 고순도수산화마그네시움에 대한 수요가 높아짐에 따라 바다물로부터 그것을 제조하기 위한 연구가 활발히 진행되고있다. 고순도수산화마그네시움은 전기화학적방법, 이온교환법, 재결정화방법 등 여러가지 방법[1-3]으로 제조하고있다. 그러나 EDTA를 리용하여 수산화마그네시움의 순도를 높인 연구결과는 발표된것이 없다.

우리는 수산화마그네시움에서 칼시움을 분리하여 수산화마그네시움의 순도를 높였다.

실험 방법

기구로는 불길광도계(《FLAPHO4》), 메스실린더, 피펫, 비커, 메스플라스크(500mL), 자석교반기, 분석저울을, 시약으로는 탄산칼시움(분석순), EDTA용액(0.010mol/L, 분석순), 증류수, 수산화마그네시움(바다물로부터 제조한것, 98.5%)을 리용하였다.

일정한 농도의 EDTA용액과 고체NaOH(분석순)로 각이한 pH를 가진 용액들을 제조하고 여기에 적당한 량의 시료를 각각 넣었다. 다음 용액들을 자석교반기로 일정한 시간동안 교반시킨 후 리과하였다. 불길광도계로 리액에서 칼시움을 분석하였다.

실험결과 및 해석

수산화마그네시움속에서 칼시움은 탄산칼시움형태로 존재하며 탄산칼시움의 용해에 미치는 인자들은 고액비, 교반시간, 온도, 립도, EDTA용액의 농도 등이다.

먼저 수산화마그네시움에 들어있는 칼시움의 량을 결정하였다. 수산화마그네시움 1g을 분석저울로 평량하고 플라스크에 넣은 다음 염산 50mL를 넣어 분해시켰다. 반응액을 리과한 다음 불길광도법으로 리액에서 칼시움의 함량을 결정하였다.(표 1)

표 1에서 보는바와 같이 수산화마그네시움에 산화칼시움이 (0.879±0.006)% 들어있다는것을 알수 있다.

고액비의 영향 pH 13, EDTA의 농도 0.005mol/L(시료속에 있는 칼시움을 충분히 풀수 있는 량)일

표 1. 수산화마그네시움에서 CaO의 함량

No.	함량/(10 ⁻⁴ %)	시료에서 함량/%
1	176	0.879
2	176	0.879
3	175	0.874
4	174	0.869
5	177	0.884
평균값	176	0.879
표준편차		0.006 12
변동계수/%		0.694

때 고액비에 따르는 칼시움의 분리률변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 고액비가 커질수록 수산화마그네시움에서 칼시움이 더 많이 분리된다. 즉 고액비를 1 : 30으로 하는것이 좋다.

온도의 영향 pH 13, EDTA의 농도 0.005mol/L, 고액비 1 : 30, 교반시간 1h일 때 온도에 따르는 칼시움의 분리률변화는 그림 2와 같다.

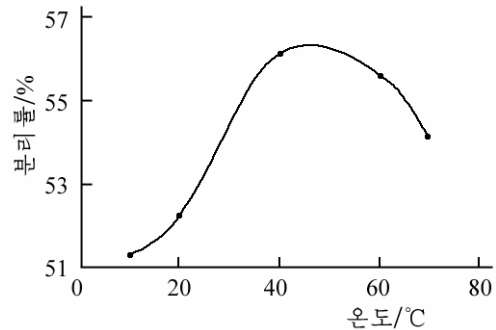
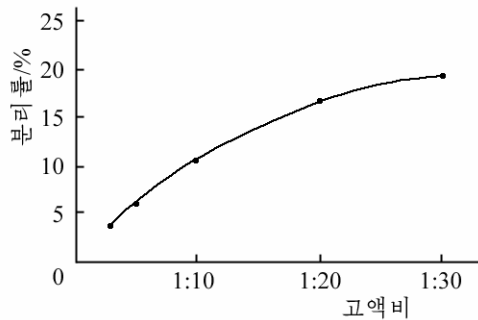


그림 1. 고액비에 따르는 칼시움의 분리률변화 그림 2. 온도에 따르는 칼시움의 분리률변화

그림 2에서 보는바와 같이 칼시움의 분리률은 온도가 40°C정도일 때 제일 높다.

교반시간의 영향 pH 13, EDTA의 농도 0.005mol/L, 고액비 1 : 30, 온도 40°C일 때 교반시간에 따르는 칼시움의 분리률변화는 그림 3과 같다.

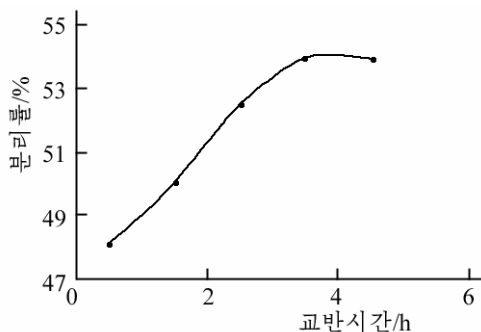


그림 3. 교반시간에 따르는 칼시움의 분리률변화

그림 3에서 보는바와 같이 교반시간이 길어짐에 따라 칼시움이 더 많이 분리되며 4h이상에서는 변화가 거의 없다. 따라서 교반시간을 4h로 하는것이 합리적이다.

또한 시료의 립도가 90 μ m일 때 EDTA의 농도 0.005mol/L, 고액비 1 : 30, 용해온도 40°C, 교반시간 4h의 조건에서 칼시움이 잘 분리되었다.

대상물분석결과 pH 13, 0.005mol/L EDTA용액 50mL에 고액비가 1 : 30 되게 수산화마그네시움을 첨가하였다. 반응액의 온도를 40°C로 보장하면서 4h 동안 교반시켰다. 반응액을 리과하고 침전물을 pH

가 13인 NaOH용액으로 세척하고 리지상태에서 염산 15mL에 분해시켜 총체적을 100.00mL로 맞추었다.

려액과 염산으로 분해한 용액을 불길광도계로 분석하여 칼시움의 함량을 결정한 결과는 표 2, 3과 같다.

표 2. 수산화마그네시움에서 칼시움의 분리률

실험회수	발광도	분리률/%
1	62.3	68.6
2	61.9	68.1
3	63.5	69.9
평균값		68.9
표준편차		0.917
변동계수/%		1.33

표 3. 수산화마그네시움에 남은 칼시움의 함량

실험회수	발광도	남은 함량/%
1	26.5	29.2
2	27.8	30.6
3	25.8	28.4
평균값		29.4
표준편차		1.11
변동계수/%		3.79

표 2, 3에서 보는바와 같이 수산화마그네슘에서 칼슘을 68.9%정도 분리할수 있다. 즉 수산화마그네슘의 순도를 99.6%로 높일수 있다. 또한 이 조작을 여러번 반복하면 수산화마그네슘의 순도를 더 높일수 있다.

맺 는 말

바다물로부터 제조한 수산화마그네슘에서 기본불순물인 칼슘을 분리하기 위한 합리적인 조건은 다음과 같다.

수산화마그네슘의 립도 $90\mu\text{m}$ 이하, 교액비 1 : 30, 반응온도 40°C , 교반시간 4h, pH 13, EDTA용액의 농도 0.005mol/L.

이 분리조건에서 칼슘을 68.9%정도 분리할수 있으며 수산화마그네슘의 순도를 99.6% 이상 높일수 있다.

참 고 문 헌

- [1] N. Takao et al.; EP 1819853A2, 2008.
- [2] Giancarlo Verri; USP 5626825, 1997.
- [3] D. W. Berisko et al.; USP 6214313B1, 2001.

주체105(2016)년 1월 5일 원고접수

Separation of Calcium in Magnesium Hydroxide

Song Chang Jin, Jong Chol Jong

The reasonable conditions for elimination of calcium, the main impurity, in magnesium hydroxide prepared from sea water are as follows: the grain size of magnesium hydroxide is below $90\mu\text{m}$, the ratio of solid and liquid is 1 : 30, the reaction temperature is 40°C , the stirring time is 4h, pH is 13 and the concentration of EDTA solution is 0.005mol/L.

Under these conditions we can eliminate calcium 68.9% and make the purity of magnesium hydroxide increase above 99.6%.

Key words: magnesium hydroxide, calcium, elimination