

실험계획법을 이용한 ZnO의 NH₄Cl 침출에 대한 연구

김민석*, 이재천**, 김병수*, 유재민*, 최영윤*, 박진태*
한국지질자원연구원 자원활용소재연구부** 금속회수연구실*

1. 서론

최근 들어 환경오염의 규제 강화와 자원의 효율적 사용이라는 측면이 강조되면서 산업폐기물로부터 유가자원의 회수에 대한 연구가 중요해지고 있다. 본 연구는 대표적인 유해 산업폐기물인 제강분진으로부터 유가금속인 아연을 회수하기 위한 연구의 일환으로 수행되었다. 제강분진의 건식처리과정에서 얻어진 조산화아연으로부터 전해회수에 의해 금속아연을 얻기 위한 선행연구로서 NH₄Cl 용액에 의한 ZnO 침출을 실험계획법을 이용하여 조사하였다.

2. 실험 방법

입도분포 1~10 μ m 사이의 시약급 ZnO 분말(Junsei 99.9%)을 사용하여 NH₄Cl 침출 실험을 하였다. 정해진 농도의 NH₄Cl 용액이 든 침출조를 용액 온도 조절 및 교반이 가능한 항온조에 설치하여 침출 온도로 유지시킨 다음 ZnO분말을 투입하고 침출 실험을 시작하였다. 정해진 시간동안 침출 반응을 유지시킨 후 용해되지 않고 남은 ZnO를 여과 후 건조, 무게 측정 등을 통해 침출율 ([(투입 ZnO 무게 - 침출 반응후 ZnO 무게)/투입 ZnO 무게] × 100) 을 구하였다.

실험 계획법을 적용하기 위해 NH₄Cl 농도, 고/액 비, 침출 온도, 침출 시간 등을 변수로 사용하였고 중심점을 포함한 2수준 4인자 요인배치법을 실시하였다. 실험 계획은 다음과 같다.

Study Type : Factorial / Experiments : 20 / Initial Design : 2 Level Factorial

Blocks : No Blocks / Center Points : 4 / Design Model : 4FI

Factor	Name	Units	Type	LowActual	HighActual	LowCoded	HighCoded
A	NH ₄ Cl 농도	M	Numeric	2.0	4.0	-1.0	1.0
B	S/L ratio		Numeric	0.05	0.1	-1.0	1.0
C	침출온도	℃	Numeric	70	90	-1.0	1.0
D	침출시간	hr	Numeric	2.0	4.0	-1.0	1.0

3. 실험결과 및 고찰

ZnO의 NH₄Cl 침출 반응은 다음의 식 (1)과 같이 알려져 있다.[1]



상기 방법은 제강분진 내에 대량으로 존재하는 Fe 산화물의 침출 반응이 일어나지 않는 장점을 가지고 있다. 표 1은 실험 결과를 나타낸 표이다. 그림 2는 표 1의 실험 계획법에 의한 침출 실험 결과로부터 얻은 Normal Probability 분석 결과이다. 변수의 조작이 효과가 없을 경우 침출 결과가 확률적으로 일어날 수 있는 정규분포를 따른다고 했을 때, 이로부터 벌어지는 정도가 클수록 변수의 조작이 효과가 있고 침출 반응에 주는 영향력이 큰 것을 의미한다.

Table. 1 Experimental results of NH₄Cl leaching.

Std	Run	NH ₄ Cl conc.	S/L ratio	Temp.	Hour	Leaching Percentage
		M		°C		hr
3	1	2	0.1	70	2	13.9
5	2	2	0.05	90	2	44.8
18	3	3	0.08	80	3	53.8
17	4	3	0.08	80	3	54.9
12	5	4	0.1	70	4	42.4
4	6	4	0.1	70	2	32.9
10	7	4	0.05	70	4	99.2
11	8	2	0.1	70	4	15.6
9	9	2	0.05	70	4	38.0
13	10	2	0.05	90	4	46.3
7	11	2	0.1	90	2	22.4
16	12	4	0.1	90	4	98.1
20	13	3	0.08	80	3	53.5
6	14	4	0.05	90	2	100.0
2	15	4	0.05	70	2	99.3
19	16	3	0.08	80	3	54.3
1	17	2	0.05	70	2	34.9
15	18	2	0.1	90	4	24.5
8	19	4	0.1	90	2	81.6
14	20	4	0.05	90	4	98.9

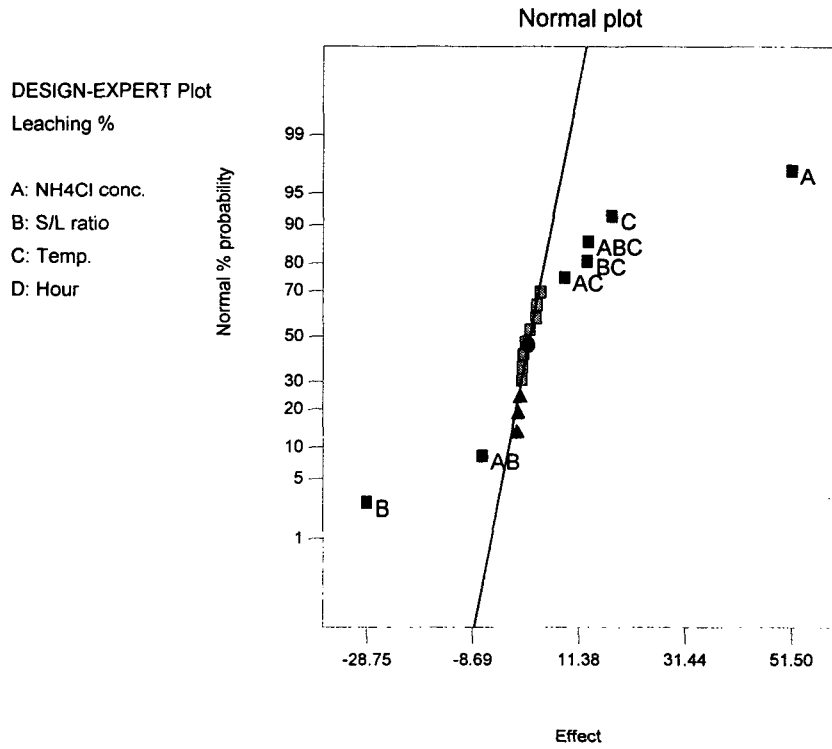


Fig. 2. Normal probability plot of experimental results of NH₄Cl leaching.

그림 2의 결과에 의하면 침출반응에 대한 변수들의 영향력은 NH₄Cl 농도, 고/액 비, 침출 온도, 그리고 변수들 간의 교호작용 순서로 나타났다. 특히 정규분포 곡선 왼쪽에 존재하는 고/액 비는 높아질수록 침출율이 감소함을 의미한다.

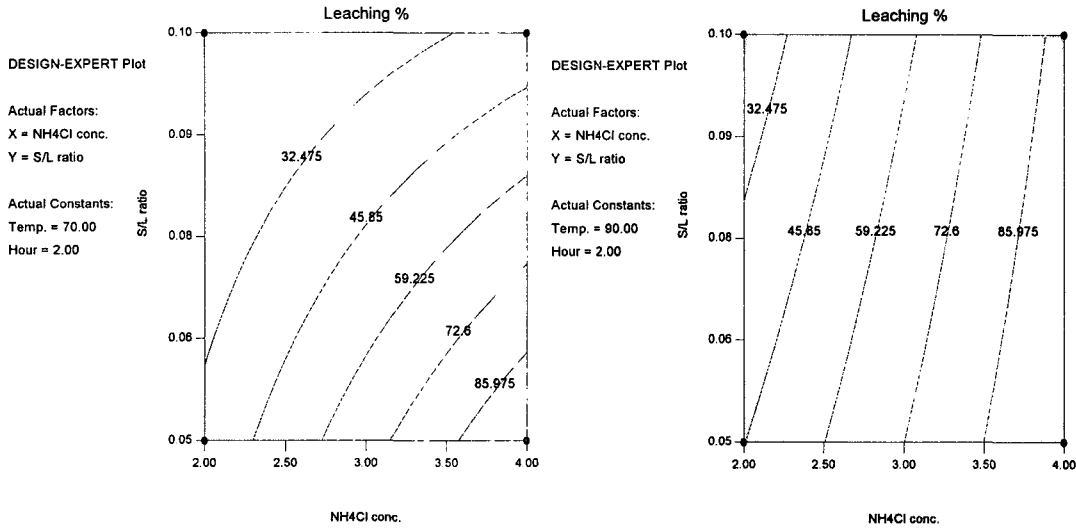


Fig. 3. Simulated results of NH₄Cl leaching.

그림 3은 실험 계획법에 의해 실시된 침출실험 결과로부터 얻은 실험 영역 내에서의 침출 예상 곡선이다. 상기의 분석으로부터 침출율은 NH₄Cl 농도가 높아짐에 따라 증가하고 동일 농도에서는 온도가 증가함에 따라 동일 침출율 영역이 높은 고/액 비로 확대됨을 알 수 있다. 이는 침출 반응이 식 (1)에서 보는 바와 같이 ZnO와 NH₄Cl의 화학 당량비로 일어나지만 효과적인 침출을 위해서는 온도의 증가에 의해 충분한 침출 반응 활성화 에너지를 공급하는 것이 중요함을 의미한다. 이상의 실험 결과로부터 얻어진 실험 영역내의 침출율 예상 식은 다음과 같다.

$$\text{Leaching \%} = -292.35 + 158.63 \cdot \text{NH}_4\text{Cl conc.} + 4060.0 \cdot \text{S/L ratio} + 3.54 \cdot \text{Temp.} - 2233.0 \cdot \text{NH}_4\text{Cl conc.} \cdot \text{S/L ratio} - 1.53 \cdot \text{NH}_4\text{Cl conc.} \cdot \text{Temp.} - 52.80 \cdot \text{S/L ratio} \cdot \text{Temp.} + 26.20 \cdot \text{NH}_4\text{Cl conc.} \cdot \text{S/L ratio} \cdot \text{Temp.}$$

4. 결론

NH₄Cl 용액에 의한 ZnO 침출을 실험계획법을 이용하여 조사하였다. 실험 계획법을 적용하기 위해 NH₄Cl 농도, 고/액 비, 침출 온도, 침출 시간 등을 변수로 사용하였고 중심점을 포함한 2수준 4인자 요인배치법을 실시하였다. 침출반응에 대한 변수들의 영향력은 NH₄Cl 농도, 고/액 비, 침출온도, 그리고 변수들 간의 교호작용 순서로 나타났다.

5. 참고문헌

- 1) M.K. Jha, V.Kumar, R.J. Singh, Resources, Conservation and Recycling 33 (2001) 1-22