

Colemanite 광물로부터 붕소화합물의 제조 : 붕산 제조에 있어서 마이크로파 적용 (II)

임형미[†] · 지미정 · 장재훈 · 백종후 · 이미재 · 최병현
요업기술원 전자부품·소재본부/복합재료팀
(2004년 6월 24일 접수; 2004년 9월 20일 승인)

Preparation of Boron Compounds from Colemanite Ore : Application of Microwave in Preparation of Boric Acid (II)

Hyung Mi Lim,[†] Mi-Jung Jee, Jae-Hun Jang, Jong-Hoo Paik, Mi-Jai Lee, and Byung-Hyun Choi

Composite Materials Lab. Electronic Components and Materials Division, Korea Institute of
Ceramic Engineering and Technology, Seoul 153-801, Korea
(Received June 24, 2004; Accepted September 20, 2004)

초 록

본 연구는 colemanite 원광을 출발원료로 하여 붕산을 추출하는 공정에서 마이크로파 적용에 대한 연구로, 황산을 첨가하고 가열하여 colemanite의 칼슘 성분을 황산칼슘으로 분리하여 내고, 액상에 존재하는 붕소 성분은 붕산으로 재결정화하여 제조하였다. Colemanite에 황산을 첨가해 가열하는 공정에 마이크로파를 적용하면, 일반 가열원을 사용하였을 때와 비교하여 적은 양의 황산을 사용하여 추출이 가능하고, 가열시간을 단축하는 것이 가능하였다. 생성된 붕산의 순도는 일반 가열원을 사용하였을 때와 동등한 수준이고 열 특성 또한 동일하였으나, 입자의 크기는 작아졌다.

ABSTRACT

We have studied microwave extraction process of boric acid from one of calcium borate ores, colemanite. Calcium and boron have separated by addition of sulfuric acid, and calcium has been separated out as calcium sulfate. It was possible to extract boron with the smaller amount of sulfuric acid and with short heating time in microwave heating compared to conventional heating process. The products of boric acid was the same purity and thermal characteristic, but smaller in particle size.

Key words : Colemanite, Boric acid, Microwave, Extract

1. 서 론

붕산은 유리, 유리섬유, 방부제, 화장품, 세제, 살충제, 섬유 첨가제로 널리 사용되는 물질로, 붕소 함량에 따라 제조되는 물질의 물성에 많은 영향을 미치게 된다.¹⁾ 이러한 붕산은 각종 붕산염 천연원광으로부터 추출 공정을 거쳐 제조하게 되는데, colemanite나 howlite와 같은 원광에서 붕소화합물을 얻는 다양한 방법 즉, monocalcium phosphate, double superphosphate, 인산, 등의 산처리로 붕산을 분리하는 공정은 이미 잘 알려져 있다. 특히 황산을 이용하여 추출하고, 결정화하여 붕산을 제조하는 방법은 가장 일반적인 붕산추출 방법으로 이에 대한 연구가 끊임없이 이루어져 공정의 개선이 이루어지고 있다.²⁾

그러나 황산을 이용하여 붕산을 추출할 경우 폐수에 의한 환경문제와 사용하는 장치들의 부식이 매우 심각하며, 조업 중 인체에 악영향을 줄 수 있다. 그래서 붕산 추출 관련 공정에서는 전체 추출 공정의 1/3 정도의 전력을 사용하여 위의 언급한 문제점을 해결하는데, 이로 인하여 생산 단가의 상승을 초래하고 있다.³⁾ 따라서 생산비 절감은 물론 인체에 미치는 악영향을 해결할 수 있는 환경친화적인 공정 개발의 한 방법으로 마이크로파를 적용하는 것이 가능하다.

마이크로파는 주로 가열 목적으로 사용할 때 900 MHz 와 2.45 GHz 주파수가 사용되고 있다.⁴⁾ 주파수에 따라 마이크로파가 통과하는 깊이가 달라지는 특성 때문에 많은 연구자들이 각 분야에 적용하기 위하여 많은 연구를 행하고 있다.⁵⁾ 물질의 추출 및 합성 공정에서 마이크로파를 조사하면 모든 저분자량의 극성 용매는 마이크로파의 주파수에 해당하는 속도만큼의 분자회전 혹은 재배치에 의한 마찰력으로 가열된다. 따라서 용매를 이용하여 이루어

[†]Corresponding author : Hyung Mi Lim
E-mail : lim@kicet.re.kr
Tel : +82-2-3282-2448 Fax : +82-2-3282-7773

지는 많은 화학반응에 적용이 가능하고, 유기 합성의 경우 우수한 반응속도 및 수득율, 선택성이 있는 반응에 대한 많은 보고가 이루어지고 있다.⁵⁾

다양한 무기물의 합성에도 마이크로파가 적용된 사례가 많은데, 마이크로파 적용으로 반응을 빠르고, 간단하고, 효율적이게 할 수 있는 것으로 알려져 있다.⁶⁻⁸⁾ 화학 반응에서 마이크로파의 효과는 물질에 의한 마이크로파의 흡수로 설명될 수 있고, 흡수 메커니즘은 쌍극자 재배열(dipole reorientation), 공간전하현상(space charge phenomena), ferrimagnetic resonance, 등으로 설명되고 있다.⁹⁾ 하지만, 반응 중에 일어나는 마이크로파와 반응물 간의 정확한 작용은 아직까지도 다소 불분명하다.

따라서 본 연구에서는 calcium borate 성분을 함유하고 있는 원광 중에 하나인 colemanite를 출발물질로 하여 붕산을 추출하는 공정에 용매로 황산을 사용하게 되는데 그에 따라 발생하는 폐수의 양을 줄이고 반응속도를 효과적으로 빠르게 함으로써 사용되는 황산량을 감소시킬 수 있는 방법의 하나로, 마이크로파를 도입하여 합성인자의 공정 조건을 최적화하고, 합성된 붕산의 특성을 검토하고, 조건에 따라 순도, 결정상, 입자형상, 입자크기, 열적 특성이 어떻게 변화되는가를 평가하였다.

2. 실험 방법

2.1. 붕산의 추출

천연원광으로부터 붕산을 추출하고자 사용한 원료는 러시아산으로 칼슘함유 붕산염인 colemanite계 천연 원광이었으며, 성분은 Table 1에 나타난 바와 같이 B_2O_3 양이 전체 고상의 약 55%이었다. 결정상 및 편광현미경 관찰 결과 colemanite($Ca_2B_6O_{11} \cdot 5H_2O$)와 $CaCO_3$ 결정상으로 구성되어 있는 광물이었다.²⁾ Calcium borate 천연원광(colemanite)을 이용하여 붕산을 제조하기 위한 공정은 'Colemanite 광물로부터 붕소화합물의 제조에 관한 연구 : 붕산제조 및 반응기구'에 대한 연구²⁾의 실험에 언급한 바와 같이 하였다. 이때 마이크로파 적용은 $15 \mu m$ 로 분쇄된 원광과 황산 희석액을 혼합한 후 테프론 반응기에 혼합물을 넣고, 마이크로오븐에 넣은 다음 설정된 온도에서 일정시간 동안 colemanite를 용해하였다. 850 W 마그네트론이 6개 장착된 5 kW 용량의 마이크로파 오븐을 사용하여 마이크로파를 조사하였고, K-type 열전대를 사용하여 온도를 감지하고, 설정된 온도를 유지하도록 ON/OFF 방식으로 마이크로파를 반응물에 조사하였다. 주요한 변수로 출발물질에 존재하는 Ca과 반응에 화학량론적으로 필요한 황산량에 대해 실제 반응에 들어간 황산량의 몰비(이하 황산 희석액의 첨가량)와 추출 온도 및 시간의 변화에 따라 붕산 생성에 미치는 결과를 관찰하였다. 농축 공정은 여액 약 15%만 남도록 vacuum evaporator를 이용하여 $95^\circ C$ 에서 1

시간 동안 하였고 나머지 공정은 제 1보에서 언급한대로 하였다. 이때 가열원으로 일반적인 heating mantle를 사용한 경우와 마이크로파를 조사한 경우를 비교하였다.

2.2. 추출된 붕산의 특성 분석

Colemanite 원광 및 제조된 붕산의 결정상과 결정구조를 분석하기 위하여 XRD장치(AXPHF, Mac. Science, USA)를 사용하였으며, 측정조건은 $CuK\alpha$ target, 40 kV, 30 mA, 스캔속도는 $5^\circ/min$ 이며, 측정범위 $2\theta=5-80^\circ$ 에서 측정하였다. 미세구조는 주사전자현미경(SM-300, TOPCON, Japan)을 이용하여 관찰하였고, 입도분포 측정장치(Master-sizes, Malvern Instruments, USA)로 레이저산란법을 이용하여 생성물을 에탄올 분산매로 초음파 분산기에 충분히 분산시킨 후, 입도를 측정하였다. 성분 분석은 ICP분석기(Optima 4300, Perkin Elmer, USA)를 이용하여 성분 별 함량을 측정하였다. 제조된 붕산의 열특성을 평가하기 위해 TG-DSC(STA409C/3F, Netzsch)을 사용하였고, $5^\circ C/min$ 의 승온속도로 $500^\circ C$ 까지 승온하여 거동을 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. Colemanite 분석

본 연구에서 출발물질로 사용한 colemanite는 물에는 매우 천천히 용해되었지만 산에 쉽게 용해되는 성질을 갖고 있다. 물의 경우 $25^\circ C$ 에서 용해도는 0.18 wt%이고, $100^\circ C$ 에서는 0.38 wt%이었고 산, 특히 황산을 사용하는 경우 colemanite의 붕산과 칼슘을 분해·용해시키고, 그 중 칼슘은 반응하여 불용성 침전으로 분리되었다. 따라서 calcium borate 광물인 colemanite로부터 황산을 사용하여 Ca 성분을 분리해내고 붕산을 제조할 수 있었다.

Fig. 1은 출발물질의 XRD 결과로 광물의 주결정상이

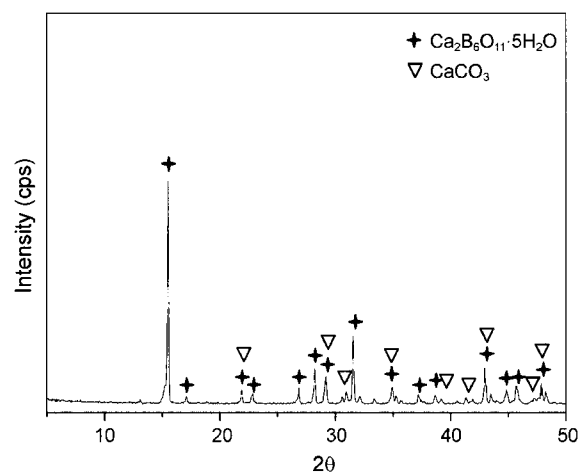


Fig. 1. XRD pattern of starting material, which is confirmed to colemanite.

Table 1. Chemical Composition of Colemanite

Chem. comp.	SiO ₂	B ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	TiO ₂	K ₂ O	Na ₂ O	CaO	MgO	Ig. loss
wt%	1.36	42.3	0.08	0.20	0.01	0.04	0.22	31.5	0.28	23.9

Table 2. Experimental Factor at Various Reaction Condition

Sample	T (°C)	t _D (min)	W _H	pH
A0	95	30	1.3	7.0
A1	95	30	1.1	7.0
A2	95	5	1.3	7.0
A3	95	60	1.1	7.0
MW-1	95	1	1.3	7.0
MW-2	95	3	1.3	7.0
MW-3	95	5	1.3	7.0
MW-4	95	30	1.3	7.0
MW-5	75	5	1.3	7.0
MW-6	75	30	1.3	7.0
MW-7	55	5	1.3	7.0
MW-8	55	30	1.3	7.0
MW-9	95	5	1.3	4.0
MW-10	95	5	1.3	10.0
MW-11	95	5	1.0	7.0
MW-12	95	5	0.8	7.0
MW-13	95	5	0.2	7.0

colemanite로 확인되었다. 또한 Table 1에서 보는 바와 같이 성분적으로는 CaO와 B₂O₃가 주성분이었으며, 그 외에 불순물이 약 2.25% 함유되어 있었고 1000°C까지의 강열 감량은 23.9%이었다.

3.2. 합성인자에 의한 영향

3.2.1. 일반 가열원에서의 황산양

Colemanite를 분해할 때 Table 2에서 A series는 기존의 heating mantle로 가열한 것이고, MW series는 마이크로파를 적용하여 가열한 것이다.

기존의 가열원을 사용하여 가열분해온도를 95°C로 고정하고 가열분해시간, 황산 희석액의 첨가량(WH) 변화에 따라 최종생성물의 결정상이 어떻게 변화되는가를 분석하여 Fig. 2에 나타내었다. 첨가된 황산의 양과 열처리 시간에 따라 전체적으로 생성물의 결정상 및 결정화도가 다르게 나타났다. 즉 황산 희석액의 첨가량이 1.3으로 일정하고 추출시간이 30분이었을 때와 5분인, 즉 A0, A2를 비교했을 때, 30분 처리한 경우에는 최종생성물에서 H₃BO₃가 주생성물로 관찰되었으나, 추출시간이 5분인 경우에는 H₃B₃O₆가 주생성물이고 상대적인 XRD 피이크의 강도도 낮아 첨가된 황산량이 충분하더라도 원하는 결정상을 얻기에는 5분 정도의 시간은 너무 짧다는 것을 알 수 있었다.

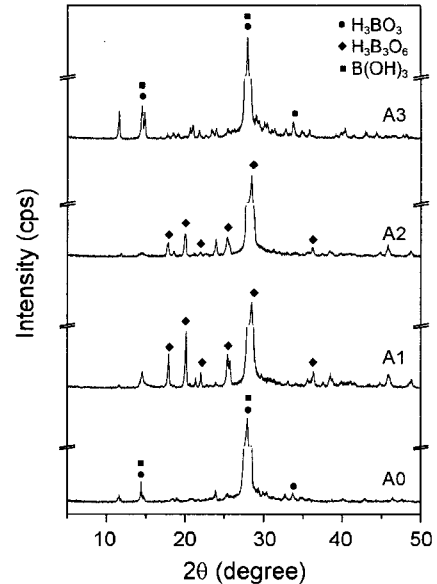


Fig. 2. XRD patterns of final products prepared with different amount of sulfuric acid and reaction time by conventional heating.

또한 황산 첨가량을 변화시킨 시료 A0, A1을 비교해 보면 황산 희석액의 첨가량이 상대적으로 적은 A1의 경우 H₃B₃O₆만 주결정상으로 생성되었으나 같은 조건에서 추출시간을 더 길게 처리한 A3은 산의 양이 상대적으로 적어도 처리시간을 60분으로 길게 한 경우로, H₃BO₃이 주결정상으로 나타났고 미미하게 B(OH)₃가 생성되었다. XRD 결과로는 H₃BO₃와 B(OH)₃ 결정상의 주피이크 위치가 overlap되어 구분이 명확하지 않으나, 주피이크의 위치 27.95°로 볼 때, H₃BO₃가 대부분이며 소량의 B(OH)₃가 공존하는 것으로 추측된다. Fig. 3은 일반 가열원을 적용하여 분산을 추출할 때 추출시간과 황산양에 따라 미세구조 변화를 관찰한 것이다. Fig. 2의 결정상 생성과 일치하고 있으며 주결정상이 H₃B₃O₆인 경우인 A1과 A2, 결정상이 H₃BO₃인 A0와 A3가 서로 다른 결정 형상이 확인되었다.

3.2.2. 마이크로파 조사에서의 추출온도

마이크로파를 조사한 조건에서의 결과는 추출온도와 시간의 변화에 따라 생성되는 결정상을 관찰하고, 그 결과를 Fig. 4에 나타내었다. 추출온도를 55, 75, 95°C로 하여 각각 5분 동안 마이크로파를 조사한 것과 일반 가열원으로 95°C에서 30분 동안 분해한 시료 A0과 비교해 보면, 동일 온도에서 마이크로파를 5분 조사한 것과 일반 가열원에서 30분 동안 조사한 것이 동일한 H₃BO₃의 결정상을 대부분 나타내었고, 결정도도 비슷하였다. 그러나 추

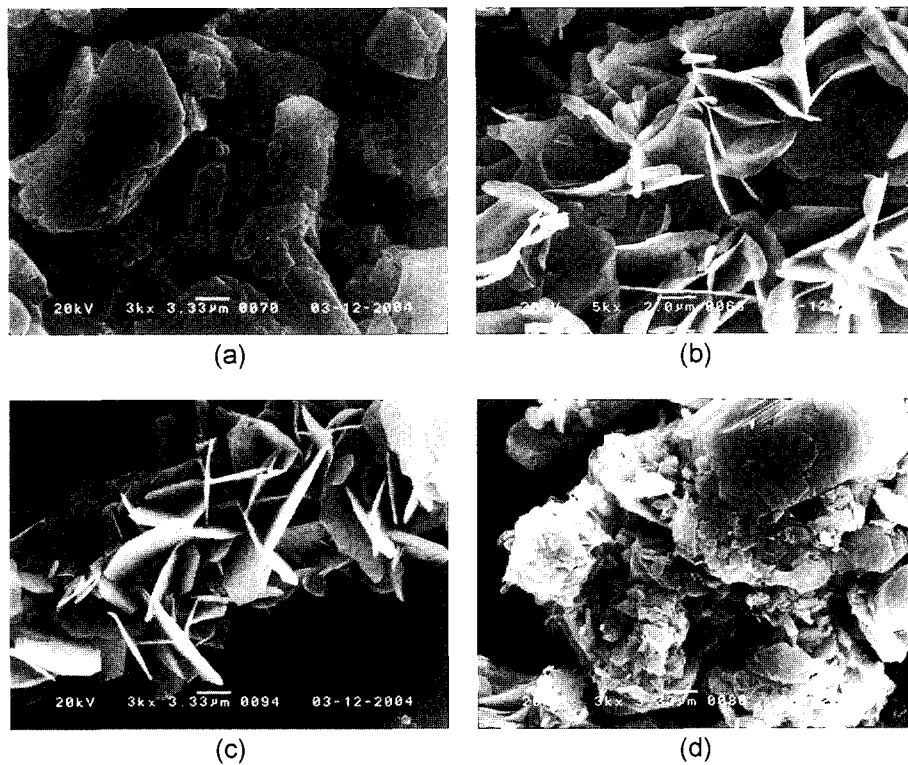


Fig. 3. SEM morphologies of final product of (a) A0, (b) A1, (c) A2, and (d) A3.

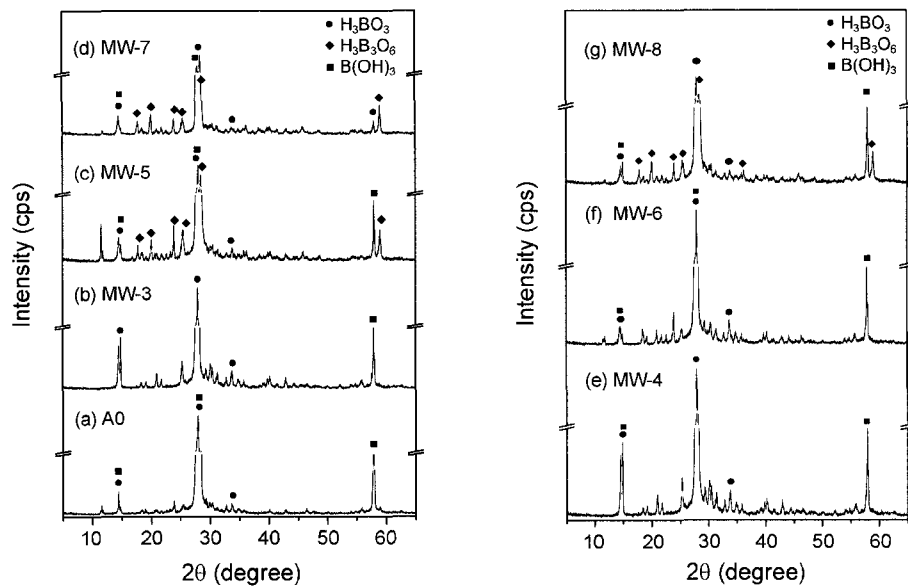


Fig. 4. XRD patterns of final products by (a) conventional heating at 95°C for 30 min. and by microwave heating for 5 min. at (b) 95°C, (c) 75°C, (d) 55°C, and for 30 min. at (e) 95°C, (f) 75°C, and (g) 55°C.

출온도가 낮은 55°C와 75°C에서는 결정상이 H_3BO_3 와 $B(OH)_3$ 결정상 외에도 $H_3B_3O_6$ 결정상이 상당량 공존하는 것으로 관찰되었다. 또한 처리온도가 낮을수록 결정도도 낮게 나타났다. 한편, 95°C에서 30분간 마이크로파를 조사한 시료 MW-4, 6 및 8을 5분간 조사한 MW-3, MW-

5, MW-7 샘플과 비교해 보면 95°C 조건에서는 마이크로파를 30분 조사한 것(MW-4)은 5분 조사한 것과 별다른 차이가 없는 반면, 55°C, 75°C에서 30분 반응한 샘플(MW-6, MW-8)은 $H_3B_3O_6$ 결정상이 현저히 줄어든 것으로 보이고, 특히 75°C에서는 거의 관찰되지 않았다.

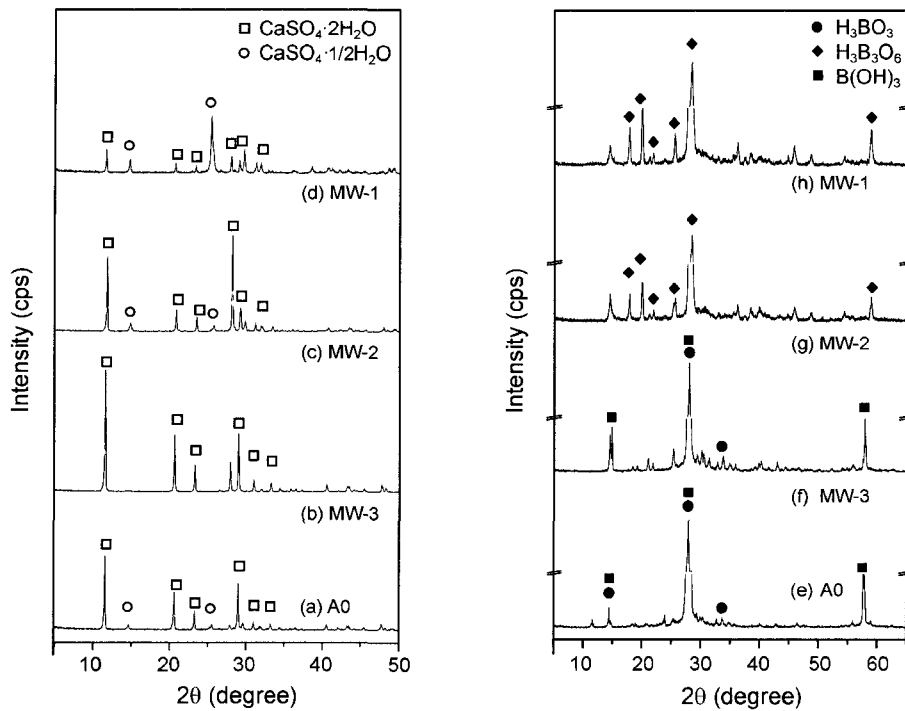


Fig. 5. XRD patterns of 1st cakes and final products by (a), (e) conventional heating at 95°C for 30 min and by microwave heating at 95°C for (b), (f) 5 min, (c), (g) 3 min, and (d), (h) 1 min.

3.2.3. 마이크로파 조사에서의 추출시간

Fig. 5는 마이크로파 가열온도를 95°C로, 황산 회석액의 첨가량(WH)은 1.3으로 고정하고 마이크로파 가열시간에 따른 1차 cake 및 생성물의 결정상을 확인한 XRD pattern이다. 1차 cake상에 대한 결과에서 일반 가열원을 사용한 시료 A0와 마이크로파를 조사한 시료 MW-3, MW-2 및 MW-1을 비교해 보면, 일반 가열원에서 30분 동안 분해한 것과 마이크로파로 5분 동안 가열한 것의 생성물은 주로 $\text{CaSO}_4 \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$ 로 유사하였으며, 3분 혹은 1분 동안 마이크로파를 조사하는 경우는 $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2(\text{H}_2\text{O})$ 도 혼재하는 것으로 관찰되었으며, 출발물질의 XRD 피크는 거의 관찰되지 않는 것으로 보아 1~5분 미만의 짧은 시간만 마이크로파를 조사하더라도 colemanite가 거의 분해되는 것으로 보인다. 그러나, 최종생성물의 XRD pattern 결과를 보면 마이크로파 조사시간이 5분 미만인 경우는 결정상이 5분과는 다르게 $\text{H}_3\text{B}_3\text{O}_6$ 였으며, 생성물의 결정도도 매우 낮게 나타났다. 따라서 5분 정도는 마이크로파를 조사하여야 일반 가열원에서 30분 이상 반응하였을 때 얻은 결과와 유사한, 원하는 수준의 결정상을 얻을 수 있는 것으로 보인다. 이러한 반응시간의 단축은 마이크로파 가열 특성에 기인한 것으로 생각된다. 기존의 가열방법은 시료 외부로부터 열전달이 이루어지면서 내부 반응물이 가열하는 방식이지만, 마이크로파의 경우 테프론 반응기를 투과하고 지나, 용매인 물에 고르게 전달되어 반응기 내부까지 균일한 가열이 단시간에 일어나도록 하는 것이 가능하고,

마이크로파가 물분자의 쌍극자 모멘트를 진동시켜 가열되는 메커니즘으로 단시간에 균일한 용해가 가능하게 된다.

3.2.4. pH 변화에 따른 생성물

Colemanite에 황산 회석액을 첨가한 후 Ca 성분을 CaSO_4

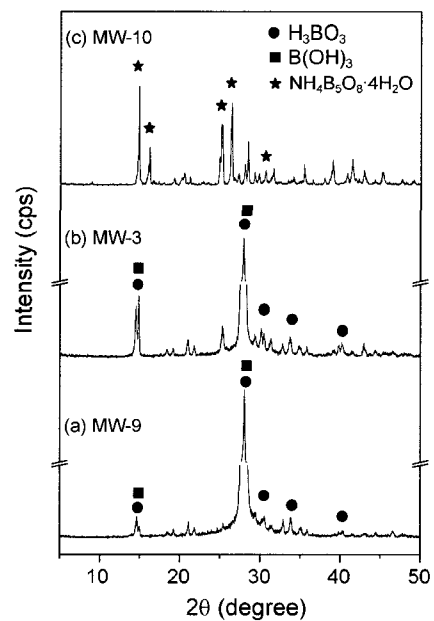


Fig. 6. XRD patterns of final products with different pH adjustment condition in the microwave extraction process : (a) pH=4.0, (b) pH=7.0, and (c) pH=10.0.

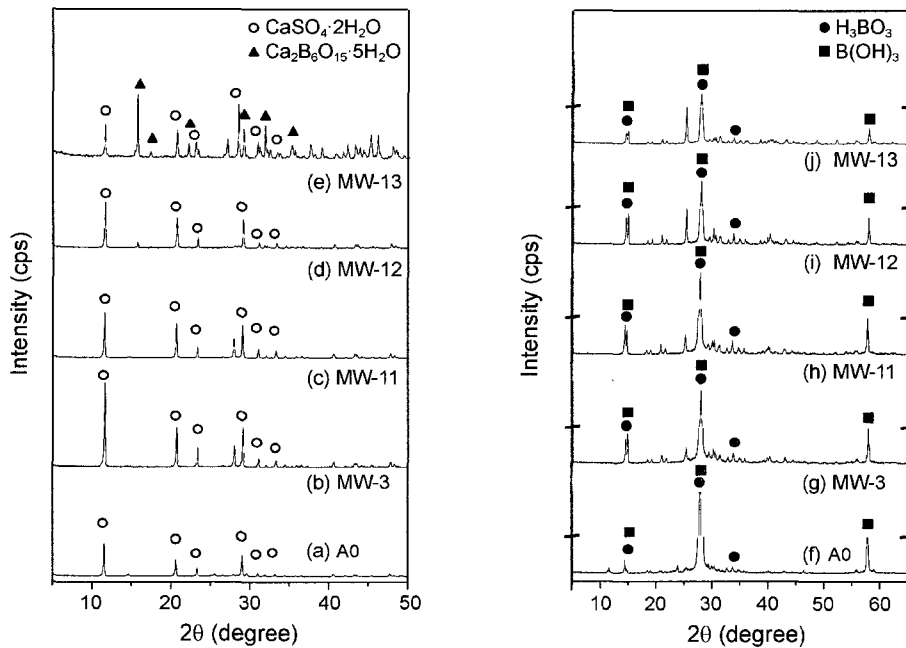


Fig. 7. XRD patterns of 1st cakes and final products by conventional heating and by microwave heating with variable amount of acid.

로 분리한 뒤에 pH 조정 단계에서 pH 변화에 따라 생성물의 변화를 관찰하여 Fig. 6에 나타내었다. pH가 산성 혹은 중성인 경우 거의 H_3BO_3 가 추출되었고, 또한 결정도가 매우 높지만, 알칼리인 경우(시료 MW-10) 용액 중의 붕소 성분은 일부 H_3BO_3 로 추출되었지만 대부분 암모늄보레이트($NH_4B_5O_8 \cdot 4H_2O$)로 남아 순수한 붕산으로의 추출 수율은 크게 저하됨을 알 수 있다.

3.2.5. 마이크로파 조사에서의 황산 첨가량

Fig. 7은 추출온도를 $95^\circ C$, 추출시간을 5분, 최종 pH를 7로 고정하고, 황산 희석액의 양을 0.22~1.3 비율로 변화시키면서 마이크로파를 조사한 경우 결정상 변화를 조사한 것이다. 마이크로파 적용 시에는 황산 희석액의 첨가량을 1.0 이상으로 하여 마이크로웨이브를 조사한 시료 MW-3, MW-11에서 일반가열원을 적용한 결과와 동일하게 1차 cake에서 $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ 결정이 주 peak였고 분해되지 않고 잔존하는 calcium borate는 거의 존재하지 않으며, 최종 생성물의 경우도 일반가열원을 적용하였을 때와 동일하게 주결정상이 H_3BO_3 였고 미미하게 $B(OH)_3$ 결정상이 존재하지만, 마이크로웨이브로 가열한 경우에 일반가열원을 적용하여 얻은 최종생성물보다 결정화도는 높게 나타났다. 마이크로웨이브가 적용될 때에는 황산 희석액의 첨가량이 정량적으로 반응하기 위해 필요한 양보다 적게 넣었을 때에도 즉, 0.22(MW-13), 0.8(MW-12) 비율로 첨가했을 때에도 colemanite가 잔존하지만, 일반가열원이 적용된 경우와 비교하여 매우 적은 양으로 대부분의 colemanite 분해에 효과적으로 적용되었음을 알 수 있었다. 다만, MW-13 샘플에서는 1차 cake는 출발물질에서와 동일한 위치에

서 XRD 피크가 관찰되었다. MW-12 샘플의 경우에는 주결정상이 $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ 였고 아주 미미하게 출발물질이 남아있음을 알 수 있다. 최종 생성물의 경우 황산첨가량에 관계없이 결정상은 대부분 H_3BO_3 였으나 XRD의 강도로 보아 황산양이 적은 경우 결정도가 낮음을 알 수 있다. 그러므로 colemanite가 분해되더라도 고형분으로 분리해 내기 위해서 Ca과 반응하는 sulfate 이온이 충분하지 못하면 생성물의 산도가 낮아 생성된 붕산의 결정도가 낮고 수율도 낮아지므로 sulfate 이온이 충분히 존재하게끔 하여야한다. 따라서 황산 첨가량에 따른 분리된 cake상과 생성물의 결정상 변화를 종합적으로 고찰해보면, 일반 가열원을 적용하였을 때에는 과량의 황산이 들어가야 출발물질이 대부분 분해되었으나, 마이크로파로 가열했을 때에는 소량의 황산으로도 출발물질의 분해 효율이 매우 높았으며, colemanite에 존재하는 Ca을 분리해 낼 수 있는 황산의 화학양론적인 량만 첨가하여도 효율적으로 붕산을 제조할 수 있는 것으로 판단되었다. 마이크로파의 효율적인 분해 반응은 이미 잘 알려져서 분석 분야에서는 시료의 빠른 추출과 분해에 널리 적용되고 있다.¹⁰⁾ 본 연구에서도 이러한 마이크로파의 적용으로 더 적은 량의 산으로 빠른 시간 내에 colemanite를 분해하고 그로부터 붕산을 추출하는 것이 가능하였다.

3.3. 마이크로파 조사에 의해 추출된 붕산의 특성

일반 가열원과 마이크로파로 가열하여 추출한 붕산에 대해 TG-DTA curve를 Fig. 8에 나타내었다. 일반 가열원을 사용한 것과 마이크로파를 조사하여 제조한 경우 모

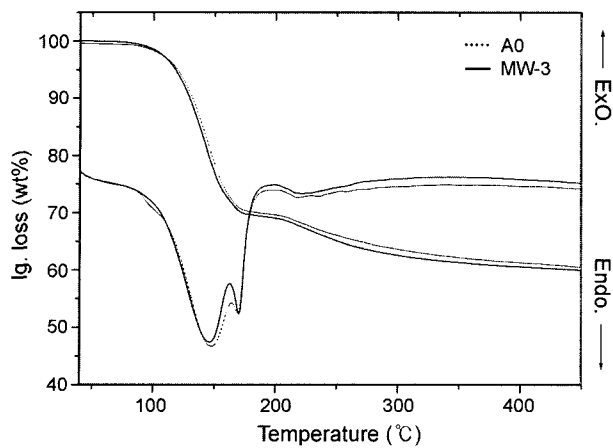


Fig. 8. TG-DTA of products prepared by conventional heating (A0) and microwave heating (MW-3).

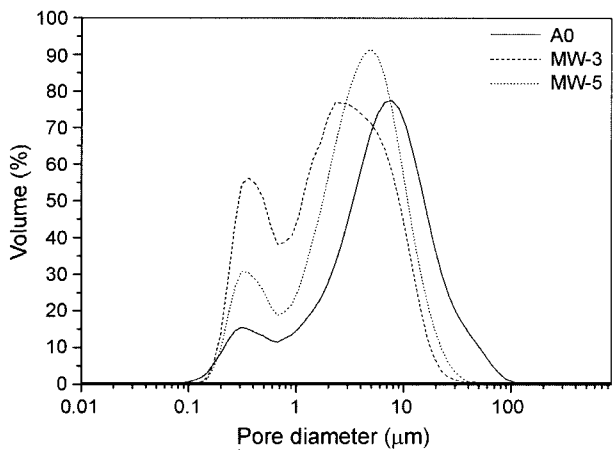


Fig. 9. Particle size analysis of boric acids prepared with different conditions.

두 동일한 경향을 나타내었다. DTA curve의 100~200°C에서의 흡열 피크는 붕산에서 무수붕산으로 전이되는 과정이며 TG에서 이를 뒷받침(강열감량 약 40%)해주고 있다. 이와 같은 결과는 제 1보에서 보고한 천연원광의 TG-DTA에서는 나타나지 않은 열적 특성이었다.

Fig. 9는 최종 생성물로 추출된 붕산에 대해 입자크기 및 분포를 측정하여 그 결과를 나타낸 것이다. 일반 가열원을 사용한 것보다 마이크로파를 조사하여 추출한 경우에 1차 입자크기·분포가 좁게 나타났으며 또한 평균입

자 크기도 작아졌다. 위와 같은 결과는 마이크로파를 사용한 경우 생성되는 입자가 작은 것은 마이크로파의 급속하고 균일한 가열로 핵의 생성이 입자 성장에 앞서 균일하게 이루어지기 때문이라 사료된다. 이는 마이크로파를 이용한 알루미나, BaTiO₃ 등의 합성에서 관찰된 바와도 일치하는 결과이다.^{6,8)}

일반 가열원과 마이크로파로 추출한 생성물에 대해 B₂O₃의 순도를 알아보려고 성분분석을 행하고 그 결과를 Table 3에 나타내었다. 일반 가열원으로 추출시간은 30분 한 것과 마이크로파로 5분 동안 행했을 때 B₂O₃ 순도가 97%로 거의 비슷하였다. 대부분의 불순물로는 CaO와 SiO₂였는데 이를 제거하기 위해서는 1차 cake을 분리해낸 후 액상상태에 황산을 첨가하여 Ca를 추출해 내는 공정을 추가로 거치면 될 것으로 사료된다.

4. 결 론

Colemanite를 출발물질로 붕산을 제조하는 공정에 마이크로파를 도입하여 추출과정 인자인 산의 첨가량, pH 조건, 가열온도 및 시간 등을 변화시켜 이들 조건이 붕산의 제조에 미치는 영향을 고찰하였다. 마이크로파의 조사로 colemanite에서 붕산을 추출하는 공정에 필요한 황산의 양을 감소시키는 것이 가능하였고, 95°C에서 가열시간도 30분에서 5분으로 단축하는 것이 가능하였다. 95°C, 5분 조건보다 처리온도가 낮을수록 H₃B₃O₆ 결정상이 H₃B₃O₆와 결정상보다 많이 생성되었지만, 처리 시간을 길게 하면 그 상대적인 양은 감소하였다. 제조된 붕산은 결정상, 순도, 열분석 결과 일반 가열원을 사용하여 제조된 것과 동등한 수준이며, 입도는 일반 가열원이 적용된 조건에서 만들어진 것보다 작았다.

REFERENCES

1. L. L. Y. Chan, "Borax and Borates," *Industrial Mineralogy(Materials, Processes and Uses)*, Prentice Hall, USA, 62-77 (2000).
2. B. H. Choi, H. M. Lim, M. J. Jee, J. H. Jang, J. H. Baek, and M. J. Lee, "Studies on Preparation of Boron Compounds from Calcium Borate, Colemanite : Preparation of Boric Acid and Reaction Mechanism (I)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **41**

Table 3. Chemical Compositions of Samples Produced from Colemanite (ICP)

Sample	Composition (wt%)											B ₂ O ₃ (%) (B ₂ O ₃ /Solids)	
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	NaO	TiO ₂	Cu	Ba	B ₂ O ₃		Ig. loss
A0	0.11		1.34	0.001	0.004	0.016	0.017	0.001	-	-		43.48	97.0
MW-3	0.22		1.73	-	0.004	0.004	0.008	0.001	-	-		36.82	97.0
MW-6	0.20		1.32	0.001	0.007	-	0.012	-	-	-		42.64	97.0

- [10] 756-65 (2004).
3. R. Tinto, "2000 Annual Report and Financial Statements," Rio Tinto plc, London, UK, 140-55 (2000).
 4. A. C. Metaxas and R. J. Meredith, "Industrial Microwave Heating," Peter Peregrinus Ltd., UK, 296 (1993).
 5. M. Kingston and S. J. Haswell, "Microwave Enhanced Chemistry," *Am. Chem. Soc.*, Washington DC, USA (1997).
 6. S. W. Kim, S. H. Lee, J. H. Park, K. H. Kim, S. S. Park, and H. C. Park, "Characteristics of Alumina Particles Synthesized by Microwave Heating," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **39** [10] 1007-10 (2002).
 7. Z. S. Ahn, "The Sialon Synthesis from Natural Silica and Al Powder Mixture by Using Home-Style Microwave Oven," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **34** [1] 1-6 (1997).
 8. H. S. Kim, G. J. Choi, S. K. Lee, Y. D. Kim, S. J. Sim, K. Woo, K. L. Lim, and Y. S. Cho, "Fabrication of Mono-Dispersed Ultrafine BaTiO₃ Powder Using Microwave," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **36** [4] 343-53 (1999).
 9. R. E. Newnham, S. J. Jang, M. Xu, and F. Jones, "Fundamental Interaction Mechanism between Microwaves and Matter," Ceramic Transactions, Microwaves : Theory and Application in Materials Processing," *Am. Ceram. Soc. Inc.*, Ohio, USA, **21** 51-67 (1991).
 10. J. A. Nobrega, L. C. Trevizan, G. C. L. Araujo, and A. R. A. Nogueira, "Focused-Microwave-Assisted Stragies for Sample Preparation," *Spectrochimica Acta Part B*, **57** 1855-76 (2002).