

Shadow Mask DRS 공정의 Extractor 설계

이창윤, 조문신, 이기홍, 이문용*,
 영남대학교 공과대학 응용화학공학부
 (mynlee@yu.ac.kr*)

Extractor Design of the Shadow Mask DRS Process

Lee Changyoun, Jo Moonsin, Lee Kihong, Lee Moonyong*
 School of Chemical Eng. & Tech. Yeungnam Univ.
 (mynlee@yu.ac.kr*)

서론

CRT 제조공정에서의 Shadow Mask 생산량이 증가함에 따라 염화 제 2철 식각용액의 사용량도 증대되고 있다. 이러한 식각 용액의 사용량 증가는 폐액 배출량의 증가도 야기시켜 폐액 처리량의 증대라는 경제적, 환경적 문제를 발생시킨다. 영남대학교에서 1997년부터 연구하여 구액의 산화공정을 통한 신액의 사용량을 획기적으로 줄여주는 GRS (Green Recycle System)을 개발하여 식각용액 소모량이 획기적인 감소를 얻었다. 하지만, 식각공정 중에서 Ni의 농축이 일어난다. 이 Ni이온 농도가 일정 농도 이상 식각 용액에 존재하는 경우 제품에 악형향을 미칠 수 있으므로 Ni의 농도를 적절히 관리해야 하는 문제를 안고 있다. 식각폐액으로부터 Ni 이온을 효과적으로 제거하고 증액없이 식각 용액을 재생하는 기술을 개발하여 적용함으로써 폐액 방출량과 신액 사용량을 획기적으로 감소시킬수 있는 청정생산기술인 DRS(DeNi Recycle System)공정을 개발하였다. 개발에 사용된 기술은 환경적 측면이나 원가적 측면에서 가장 유리한 용매추출법을 사용하였다.

본 논문에서는 DRS공정에서 추출법을 사용할 때에 Extractor 선정 방법과 설계 원리, Pilot 실험과 상용화를 위한 Scale up 인자들에 대해서 연구하였다.

본론

추출 하고자 하는 시스템에 따라 최적의 Extractor Type이 달라지는데 이러한

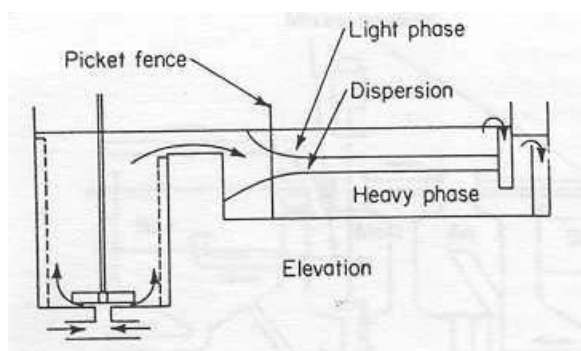


그림 1. General Mills Mixer-Settler

부류에서도 각개의 공정 상황에 따라 다양한 세부 모델들이 사용되고 있다. 여러 가지 설계조건을 고려하여 DRS 공정에 가장 적합한 Mixer-Settler Model로서 Mixer에서 Pump와 Mixing을 함께 할 수 있게 Mixer와 Flat Turbine이 같

Extractor Type의 선정은 많은 설계변수들이 관여된다. DRS 공정에서의 Extractor는 최대 처리량이 $6.7 \text{ m}^3/\text{h}$ 이고, 용질과 용매의 비(Phase Ratio)가 0.4 : 1이며, 체류시간과 단수의 제약이 없으며, 밀도차가 0.4 정도를 크고, 최소 접촉시간이 필요하지 않으므로 그림 2에 의해서 Mixer-Settler Type이 최적임을 확인하였다. 이 Mixer-Settler Extractor는 처리량에 비해 적은 자본이 필요하는 등이 여러 가지 장점이 있고 특히, 금속이온

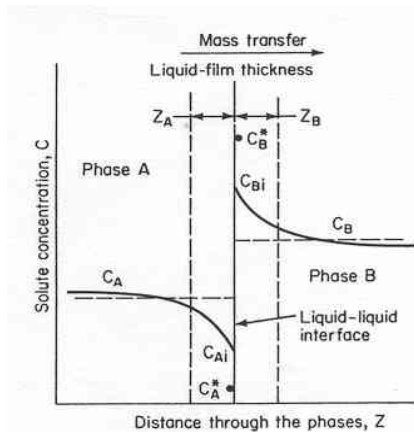
의 추출공정에 널리 사용된다. 그리고 같은 상용급 Mixer-Settler 부류에서도 각개의 공정 상황에 따라 다양한 세부 모델들이 사용되고 있다. 여러 가지 설계조건을 고려하여 DRS 공정에 가장 적합한 Mixer-Settler Model로서 Mixer에서 Pump와 Mixing을 함께 할 수 있게 Mixer와 Flat Turbine이 같

이 되어 있고 정체를 최소화 할 수 있게 얇은 직사각형의 Settler를 사용하는 General Mills 형의 Mixer-Settler를 선정하였다. (그림 1)

Design requirements	Gravity-separated extractors (category no.)																			
	Discontinuous contact										Centrifugally separated									
	Continuous contact		Without interstate settling, mechanical		With settling						Mixer-settlers		Centrifugally separated							
	Nonmechanical	Mechanical									Horizontal	Vertical	Continuous contact	Mixer settler						
	A1 spray column	A2 baffle plate column	A3 packed column	B1 pulsed packed column	B2 raining bucket contactor	C1 rotary agitated column	C2 reciprocating plate column	C3 pulsed plate column	D1 perforated plate column	E1 Scheibel column	E2 ARDC column	E3 rotary film contactor	F1 pump-settler	F2 agitated mixer-settler	G1 pump-settler	G2 agitated mixer-settler	H1 perforated plate	H2 film flow type (de Laval)	J1 LUWESTA	J2 ROBATEL
Total throughput																				
< 0.25 m ³ /hr	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	1	0	1	0	1	3	1	0	0
0.25-2.5 m ³ /hr	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	1	3	3	1	3	3	3	1	1
2.5-25 m ³ /hr	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
25-250 m ³ /hr	3	1	3	3	1	3	1	1	3	1	1	1	3	3	3	1	0 ^a	0 ^a	0 ^a	0 ^a
> 250 m ³ /hr	1	0	1	1	0	1	0	1	1	0	0	1	5	5	1	1	0 ^a	0 ^a	0 ^a	0 ^a
NTS																				
< 1.0	5 ^b	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
1-5	1 ^c ; 0	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
5-10	0	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	1 ^d	1	0 ^a	0 ^a
10-15	0	1	1	3	1	1	3	3	1	3	1	1	3	3	1	1	0 ^a	0 ^a	0 ^a	0 ^a
> 15	0	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	0	3	3	1	1	0 ^a	0 ^a	0 ^a	0 ^a
Physical properties ^e																				
(σ/Δρg) ^{1/2} > 0.60	1	1	1	3	1	3	3	3	1	3	3	3	3	3	3	3	5	5	5	5
Density difference	3	3	3	0	3	0	0	0	1	0	1	3	1	1	1	1	5	5	5	5
0.05 > (Δρ) > 0.03 g/cm ³																				
Viscosity ^f	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
μ _v and/or μ _L > 20 cP																				
Slow heterogeneous reaction:	0	1	1	3	1	3	3	3	1	3	3	0	0	3	0	3	3	3	3	3
k _L < 4 × 10 ⁻³ m/s																				
Slow homogeneous reaction:	1	1	1	1	3	1	1	1	3	1	1	1	3	5	3	3	0	0	1	1
t _{1/2} = 0.5-5 min	0	0	0	0	1	0	0	0	1	0	0	0	3	5	3	3	0	0	0	0
> 5 min																				
Extreme phase ratio	1	1	1	1	3	1	1	1	3	1	1	3	1	5 ^g	1	5 ^g	3	3	3	3
F _D /F _c < 0.2 or > 5	0	0	0	1	0	1	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	5	5	3	3
Short residence time																				
Ability to handle solids																				
Trace (< 0-0.1% in feed)	3	3	1	1	5	3	3	3	1	1	1	5	3	3	3	3	1	1	1	1
Appreciable (0.1-1% in feed)	1	1	1	1	3	3	3	3	0	0	0	5	1	1	1	1	1	1	1	1
Heavy (> 1% in feed)	1	1	0	0	1	1	1	1	0	0	0	5	1 ^h	1 ^h	1 ^h	1 ^h	0	0	1	1
Tendency to emulsify																				
Slight	3	3	1	1	3	1	1	1	3	1	1	3	1	1	1	1	5	5	5	5
Marked	1	1	1	0	1	0	0	0	1	0	0	1	0	0	0	0	3	3	3	3
Limited space available																				
Height	0	1	1	1	5	1	1	1	1	1	1	3	5	5	0	0	5	5	5	5
Floor	5	5	5	5	0	5	5	5	5	5	5	0	0	0	5	5	5	5	5	5
Special materials required																				
Metals (stainless steel, Ti, etc.)	5	3	5	5	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	5	5	5	5
Nonmetals	5	3	5	1	1	0	0	1	1	0	0	1	1	5	1	1	0	0	0	0
Radioactivity present																				
Weak (mainly α, β)	5	5	5	3	1	1	1	3	3	1	1	1	3	5	3	1	1	1	1	1
Strong γ	5	5	5	3	0	0	0	3	3	0	0	0	3	5	1	0	0	0	0	0
Ease of cleaning	5	3	1	1	3	3	3	3	1	1	3	5	3	3	3	3	1	3	3	1
Low maintenance	5	5	5	3	3	3	3	3	5	3	3	3	3	3	3	3	1	1	1	1

<그림 2. Extractor 선정 기준 및 지침표>
 이상적인 상용 Extractor는 (1) 높은 처리량과 낮은 HETS(Height Equivalent to a Theoretical Stage)또는 HTU(Height of a Transfer Unit), (2) 낮은 투자비 (3) 낮은 운전, 유지비를 충족시켜야 한다. 이런 Extractor 설계에 필요한 기본 설계데이터는 (1) 평형단수, 원하는 분리에서의 Transfer Units (2) 단효율 - HTU, HETS (3) 총괄 처리량, 부피유량 이다.

Extractor 내에서 일어나는 물질전달속도는 두 액상 사이에어서의 용질의 물질전달 메커니즘인 Two Film 이론으로 설명된다.(그림3.참조) 그리고 물질전달 메커니즘은 간단한 접촉보다 훨씬 더 복잡하며 계면에서의 Turbulence, droplet coalescence와 Redispersion, 온도 교반의 크기와 형태 물질의 계면 장력 분배계수등의 복잡한 유체역학의 영향을 크게 받는다. 이 물질전달 속도는 Extractor의 성능을 결정짓는 중요한 인자이므로 Sclae-up할 때 반드시 일관성을 유지할 수 있도록 설계를 하여야 한다. 그리고 Mixer에

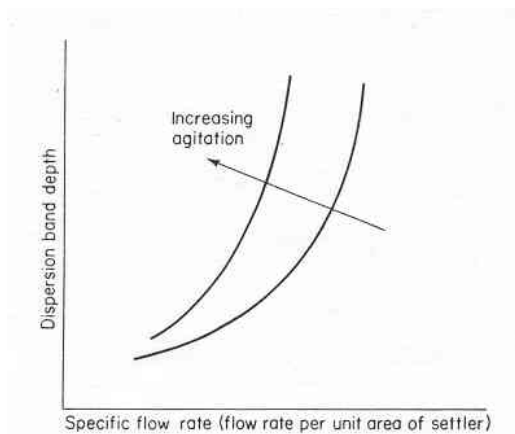


<그림 3. 계면에서이 농도구배>

용매-용질의 비, 평형데이터(요구되는 분리 정도의 확인), 등의 Scale-up정보들을 얻어야한다. Pilot-Test와 Scale-up한 공정은 유사한 구조물, 같은 조건의 Feed와 용매를 사용해야하며 Extraction Parameter 측정과 sampling은 충분한 정상상태에 도달한 후에 수행해야하며 Pilot-Test는 되도록 넓은 범위의 유량과 분리상 영역에 대해 수행한다. 용매 Recycle은 Extractor의 성능에 상당한 영향을 줄 수 있기 때문에 침적물의 축적이 성능에 영향을 주지 않는다는 것을 확실히 확인 할수 있을 만큼 충분한 기간동안 실험해야한다.

Mixer의 Scale-up에서 추출 속도는 단위 부피당의 Power에 의존한다. Mixer로 들어가는 Power는 Power와 Reynolds No.의 Rushton상관관계에 의해 계산한다. 이것은 Baffle의 설치 유무에 관계없이 200 : 1 까지 Scale-up이 가능하다.

Settler의 Scale-up에서는 분리계면에서의 Dispersion Band의 두께는 Flooding에 어



<그림4. Specific flowrate & D.B. depth>

Material형태의 Coalescer를 넣는 것이 좋다. Pilot-Scale의 Property는 신액의 총 처리량이 0.112 m³/min 이고 용액의 밀도는 1.453 ton/m³ 이다. 용액 : 용매는 0.4 : 1, Mixer와 Settler의 vol.은 각각 6.8 ℓ(D:H = 0.19:0.24), 22.8 ℓ(X:Y:Z = 0.8:0.19:0.15)(액이차는부분) 이며 체류시간은 각각 4.9, 16.3 min이다. 교반 RPM은 실험에 의해서 700RPM이며 선속도는 0.049 m/min이고 Specific flow Rate(Q/A)는 0.0092 m/min이다. 유입되는 Vol. flow rate는 신액 0.4와 용매 1 ℓ를 합해 1.4 ℓ이다. Dispersion Band 는 장치상의 한계 때문에 Pilot-Test에서 정확하게 측정할 수 없었으나 대략적으로 Settler H의 약 50%로 산정하였으며 일반적 Settler의 높이는 Dispersion Band 두께가 Settler H의 10% 미만이 되도록 설계하기 때문에 주요 선속도가 Pilot에서의 값과 같은 값으로 일정하게 유지된다면 상용급

서의 교반과 같은 기계적 에너지에 의한 두상의 Interdispersion 또한 물질전달속도를 결정짓는 중요한 설계인자이다. 교반에 의한 영향은 어떤 최적점을 가지고 최적점을 넘는 과도한 교반은 droplet사이의 상호작용의 감소로 역효과를 가져오기때문에 Pilot-Test를 통한 실험이 필요하다. DRS공정에서의 Pilot-Test는 700RPM 이상의 교반 시 적절한 물질전달속도를 얻을 수 있었다.

Extractor는 물질전달에 관계된 Factor들이 극단적으로 복잡하기 때문에 추정이 불가능하여 새로운 상용 Scale Extractor는 Pilot-Test를 통하여 총괄처리량, 교반Speed, HETS, HTU, 단효율, 유체역학적 조건,

용매-용질의 비, 평형데이터(요구되는 분리 정도의 확인), 등의 Scale-up정보들을 얻어야한다. Pilot-Test와 Scale-up한 공정은 유사한 구조물, 같은 조건의 Feed와 용매를 사용해야하며 Extraction Parameter 측정과 sampling은 충분한 정상상태에 도달한 후에 수행해야하며 Pilot-Test는 되도록 넓은 범위의 유량과 분리상 영역에 대해 수행한다. 용매 Recycle은 Extractor의 성능에 상당한 영향을 줄 수 있기 때문에 침적물의 축적이 성능에 영향을 주지 않는다는 것을 확실히 확인 할수 있을 만큼 충분한 기간동안 실험해야한다.

Mixer로 들어가는 Power는 Power와 Reynolds No.의 Rushton상관관계에 의해 계산한다. 이것은 Baffle의 설치 유무에 관계없이 200 : 1 까지 Scale-up이 가능하다.

Settler의 Scale-up에서는 분리계면에서의 Dispersion Band의 두께는 Flooding에 어

느정도 근접해 있는가를 알수 있는 척도로서 Settler의 용량을 결정하는 중요한 기준 중의 하나이다. Dispersion Band의 두께는 분리계면 단위면적 당 흐름량의 함수이며(그림4참조) 그림에서 보듯이 약간의 변화에도 Flooding이 발생할 수 있는 최대 값이 존재한다.

Settler의 효율을 높이기 위해서는 Settler에서의 Turbulence흐름을 최소화하고, Mixer에서이 미세 drop을 최소화하며, Dispersion Band로부터 미세 drops이 끌여올려 지는 것을 최대한 억제해 줄 수 있는 낮은 값으로 흐름의 선속도가 유지 되도록 설계해야한다. Dispersion Band의 두께를 줄이는 방법은 둘로 나누거나 Settler에 Packing

Settler의 높이는 최소 0.75m이상이 되어야 할 것이다.

DRS공정에서의 Extractor의 최대 처리량은 6.7 m³/h 이며 용액 : 용매 비는 Pilot과 같게 (0.112 : 0.28)로 고정하였다. Mixer의 Scale-up은 Pilot과 Geometry(Mixing blade포함)를 동일하게 유지하면서 체류시간을 동일하게 설계하며 Motor용량은 단위부피당 유입 Power가 같도록 설계해 준다. Settler의 Scale-up은 체류시간뿐만 아니라 분리계면 단위면적당 흐름량(Q/A)과 흐름방향 선속도 (V_x)를 같게 설계를 하여야 한다. 이것을 무시하게 되면 분리계면 단위 면적을 통한 물질전달 속도가 달라져서 Extractor의 성능을 확보할 수 없게 된다.

결론

Mixer의 Scale-up은 Geometry를 동일하게 유지하면서 체류시간이 같게 설계하였다.

Settler의 경우에는 체류시간과 분리계면 단위면적당 흐름량(Q/A), 흐름방향 선속도(V_x)를 같게 하여야 한다. Q` = 0.392 m³/min을 이용하여 다음 식을 연립하여 계산할 수 있다.

(단위 : m,m³,min) V_x = 0.049 = Q`/yz

Q/A = 0.0092 = Q`/xy

체류시간*Q` = xyz

이식들을 풀면 x = 0.7987, y = 53.29, z = 0.15 가 된다.

z=0.15m가 flooding의 위험성이 크므로 Dispersion Band 두께를 Settler 높이의 10%이내로 유지하는 여러 가지 Settler 높이경우에 대해 Scale-up 하였다. 또한 1개의 Extractor를 하고자하면 장치 제작상의 현실적 문제와 과도한 체류시간 문제가 발생하여

Mixer				
Residence Time		4.9 min		
Volume		1.92 m ³		
Diameter		1.25 m		
Height		1.57 m		
Settler				
Z(Height)	Y(Width)	X(Length)	부피(Volume)	Residence Time
1	4.00	5.32	42.56	108.6
1.1	3.64	5.85	46.816	119.4
1.2	3.33	6.38	51.072	130.3
1.3	3.08	6.92	55.328	141.1
1.4	2.86	7.45	59.584	152.0
1.5	2.67	7.98	63.84	162.9

<표 1. Q/A 와 V_x 를 기준으로 한 Settler Scale-up Dimension> 2개의 Extractor로 나누어 설계하였다. (표 1.참조)

감사의 글

이 연구는 LG마이크론과 영남대학교의 산학과제의 지원으로 수행되었으며 지원에 감사드립니다.

참고문헌

[1] The C. Lo, "Handbook of Separation Techniques for Chemical Engineers - Section 1-10", 3rd, McGraw-Hill, 1997
 [2] william B.Hooper, "Handbook of Separation Techniques for Chemical Engineers - Section 1-11", 3rd, McGraw-Hill, 1997