

# 硅藻土濾過助劑製造 Process 의 開發

尹 錫 昊\*

## 序 言

硅藻土란 지금으로부터 約 6,000 萬年前으로 推算되는 第3期時代에 起源하며 Diatom 이라는 硅藻類 卽 一種의 水棲性微生物이 大量群棲하였다가 마침내 堆積殘骸層으로 胚胎되어있는 一種의 化石이다.

우리나라에선 東海岸地域, 特히 慶北의 陽北面, 清河, 曲江地域, 三陟地域等地에 多量으로 埋藏되어있으며 主로 第3期地層인 魚日層의 上部에 堆積起源으로 胚胎하고있음을 알수있다.

原礦의 特性과 그 組成은 產出地에 따라 差異가 있으나 大體로 85~90%量이 微細氣孔性인 硅素質( $\text{SiO}_2$ )로 構成되어있고 若干의 無機不純物과 水分이 包含되어있다. (表1 參照)

原礦의 가장 重要한 特性中的 하나는 所謂 氣孔을 形成하고있는 殼(Shell)의 構造이다. 顯微鏡에 依한 擴大觀察에 依하면 硅藻土는 各狀의 組織, 卽 針狀, 板狀, 或은 球狀의 混合體로 構成되어 있고 이 構成分子속에 前記 殼이 配列되어있는 것이다. 따라서 filter aid 製造原料로서는 大型의 孢子群(cells), 卽 蜂巢型孢자를 많이 含有하는 原礦을 理想的인 優秀礦이라고 評價한다. 그 理由는 可及的 原礦속에 많은 孢子群을 保有하고 있어야 粉碎, 加工, 精製製品化했을때 濾過助劑로서 가장 適合한 役割을 하는 “孢子”의 分離와 捕集이

容易하게 되기때문이다.

잘 加工製造된 濾過助劑의 Bulk density는 대단히 가벼우며 (0.32) 其他의 物理, 化學的 特性은 다음과 같다. (表II 參照),

表 II. 硅藻土 濾過助劑 特性表

### a) 粒度分布值

粒度範圍	分布率
+40 $\mu$	5~10%
20~40 $\mu$	5~12%
10~20 $\mu$	10~15%
6~10 $\mu$	15~35%
-6 $\mu$	15~45%

### b) physical & chemical properties of Diatom filter aid.

$\text{SiO}_2$	91~93%
$\text{Al}_2\text{O}_3$	2.5~4.6%
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	1.0~1.9%
CaO	1.0~1.4%
MgO	0.4~
Ig-loss	0.3~
moisture	0.5~
Specific gravity	2.2~2.3
P.H.	6~8
Retained on 325 mesh Screen %	0~12%

### c) Filtration Test (P=2 kg/cm<sup>2</sup>, T=150°C sp, gr=60) Be Sugare lig filtrate Volume 3L filter aid added 18 gr, act. c-9 g

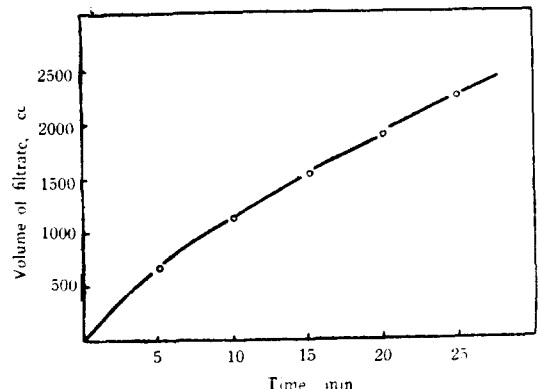


表 I 硅藻土 分析表

原產地 慶北 月城郡 陽北面

	資料(I)	資料(II)	
$\text{SiO}_2$	85.90	㉔ 83.17	㉕ 85.47
$\text{Al}_2\text{O}_3$	2.95	3.82	8.46
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0.89	0.88	0.73
CaO	0.69	0.24	—
MgO	0.25	0.37	—

資料(I) 光一生産技術研究所

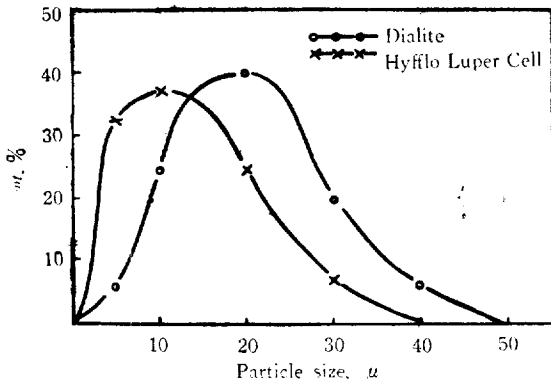
“ (II) 朝鮮鑛床調査要報(4 卷 2)

㉔大阪工業試験所分析値

㉕朝鮮總督府中央試驗所

\* 光一生産技術研究所 所長

d) Particle size distribution graph.



化學工業에 있어 硅藻土濾過助劑가 廣範圍하게 使用되는 理由는 前記한 바와 같이 (1) Low bulk density 이어서 Slurry 에 混合하면 오랜동안 Suspending 하고 있고 (2) 表面엔 吸着的 親和力을 갖고있는 porosity 가 큰 Non-Compressible Particle 이기 때문에 濾過過程에서 Cake Filter 의 役割을 하여 濾過速度, 濾過率을 높이기 때문이다.

이 以外에도 硅藻土濾過助劑는 化學的으로 完全하여서 filtrate 에 變質을 일으키지 않는다든지 比較的 價格이 低廉하여서 求得하기 쉽다든지 等の 長點도 있으나 前記한 Blinding effect 의 防止現狀이 단 filter aid 에 比해서 가장 優秀하게 또 가장 效果의으로 나타난다는 것이 이 filter aid 를 가장 많이쓰는 原因의 하나가 되는 것이다.

다음으로 便宜上 製造 Process 를 3 段階로 分類하여 說明하고자한다.

첫째 Crude ore Preparation Part,

둘째 Drying & Calcination Part,

셋째 Finished Products Classifying Part.

이 分類는 Pilot Plant Test 當時의 便宜上의 分類에 基準한 것이며 다음의 Process description & evaluation data 도 이에 準하여 順序別로 記述하였다.

### 硅藻土 濾過助劑의 製造 Process 說明

#### 1) Crude ore preparation part

a) process flow diagram 을 略述하면 圖 1 과 같다.

b) process 의 概要說明

첫째 鑛山山源에서 採鑛된 原鑛을 大體로 lump size 2"~12" 内外의 塊鑛이며 水分이 30~50% 包含되어있다. 大端히 吸濕性이 强해서 鑛床地層안에서 이미 水

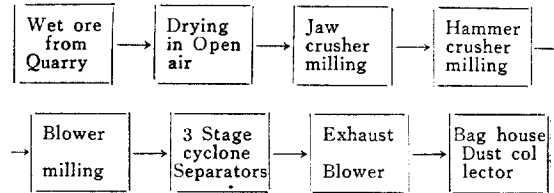


圖 1. Process flow diagram of crude ore preparation plant

분은 atmospheric saturate 되어있다. 採鑛된 鑛塊의 Drying 에 있어선 (1) Critical moisture content(5~15% 内外)에 到達할 때까지 Open air 속에서 drying 시키는 方法과 (2) 熱風循環으로 乾燥시키는 두가지 方法이 있다. 大體로 wet ore 의 moist drying rate vs. moisture content 關係는 다음과 같다.

A~B Warming up period B~C constant rate period  
C~D falling rate period

但 이때 c 點을 critical moisture content 點이라고한다.

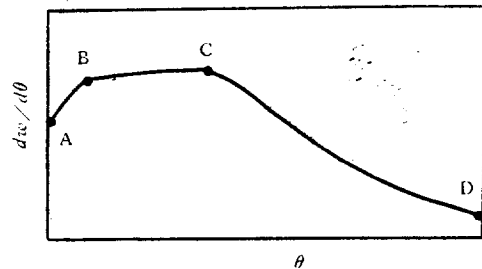


表 Ⅲ 原鑛乾燥特性曲線

一次乾燥된 硅藻土鑛塊는 Jaw crusher 에서 1 1/2" mesh 에 100% 通過할만한 size 로 粗粉碎된다. 다음에 곧 Hammer mill 에서 1/4" mesh 99% 通過 size 로 二次粉碎되고 最後로 milling blower 에서 325 mesh 에 80% 通過 size 로 最終 選擇의인 粉碎를 完了한다. 이와 같이 3 次에 걸쳐 段階的인 粉碎를 實施하고 特히 325 mesh 를 中心한 粒經의 選擇의인 分布를 特히 主力하는것은 ① 粒經 43μ (325 mesh 該當)基準의 粒度 分布를 가진 微粉이 filter aid 로서 가장 適合한 size Diameter 이기 때문이며 ② 3 段階를 거쳐 選擇의인 粉碎方法을 取한것은, 特히 最終에 milling Blower 를 使用한것은, 氣孔을 形成하는 殼即 Diatom 의 individual fossils 를 最大限으로 保全, 分離하는 效果를 期待함에 있다. 反對로 Ball mill 과 같은 粉碎方法으로 粉碎한다면 粉碎率로만 본다면 오히려 이것이 더 效果의일린지는 모르나 實은 이런 粉碎方法을 使用하면 前記한 殼은 거의 完全히 破碎되고 말아 아무리 다음 工程에서

잘 손을써도 좋은 濾過助劑를 만들수는 없는것이다.

잘 調整된 狀態에서 milling Blower 를 通過한 微粉 鑛의 粒度組成은 다음과 같다, (表 IV)

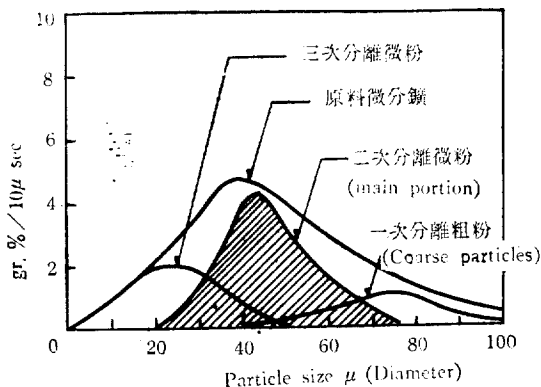
200 mesh pass	90%
325 mesh pass	80%
20 $\mu$ pass	40%

即 以上과 같은 粒度分布를 가진 微粉鑛을 (表 IV) 選擇의로 3 分級하려는 것이 다음의 cyclone 分離 工程이다.

第 1 次 cyclone 에서 Sand 類를 包含하는 Coarse particle 을 分離하고 第 2 次로 Main portion 인 43  $\mu$  standard 의 微粉을 分離하고 나머지를 3 次 Cyclone 과 Baghouse 에서 捕集된다.

이를 分級結果의 表示曲線으로 表示하면 다음과 같다, (表 V)

表 V. 分級結果表示曲線圖



粉末 Separator 로 使用한 이 Cyclone 의 特徵으로는 ① Secondary air 를 넣는 Back wash type 를 使用했다는 點과 ② 全 Process 를 Negative pressure operation 을 하였고 ③ Solid to air ratio 의 Control ④ 各 Air rate 의 control, ⑤ Cyclone 内部의 Tangential & Radius Velocity ( $V_t$ ,  $V_r$ )와 ⑥ Vortexes Adjustment ⑦ 其他 Optimum Cut size diameter 를 調整하는데 必要한 factors 等을 可變調節할수있도록 裝置하였다는 點들이다. Cyclone Separator 에 있어서 Minimum cut size diameter 를 有效하게 調整할수있는 가장 重要한 factor 는 gas velocity ( $V_c$ )가 Carrying Velocity ( $V_c$ ,  $v$ ) 보다 2 倍 或은 그 以上の 調節에 餘裕가 있어야 한다는 點과 Cyclone 内部에 있어서의 2 種의 Vortexes 即 下降하는 Portion 과 또 上昇하는 portion, 두개의 Spiraling Velocity 의 實驗的인 調整이 Cyclone 의 規格과 構造에 마쳐 同時에 가장 理想的으로 調節되어야

한다는 點 等이다.

여러面으로 보아 Cyclone 의 操作은 아직도 많은 部門에 工學上의 問題가 많으며 同時에 實驗的인 調整을 많이 要求하는 art 類에 屬하는 것을 여러번 體驗한다.

따라서 各種의 報告文에 나와있는 empirical expression 들은 모두가 Cyclone design 에 있어서, 一部の 參考는 될수있으나 各自의 必要에 따른 設計에는 亦是 pilot plant 를 거쳐 Scale up 하는 類의 體制있는 方法이 좋은 結果를 가져오리라고 生覺한다.

3 個의 Stage 의 Cyclone Separator 를 거쳐가면 그 동안에 5  $\mu$  内外까지의 粉末은 大部分 이 Cyclone groups 에서 捕集이 完了되나 그 以下の 超微粉은 아직도 upward Vortex 속에서 混合되어 있다가 排出 gas 와 같이 떨어져나와 最後의 Dust collector 裝置에서 完全히 分離된다.

硅藻土類의 Dust Collection 에는 Cloth Bag filter type 를 使用하여 좋은 成果를 얻을수가 있다.

Exhaust Blower 는 所要한 air 量과 air Velocity 를 充分히 낼수 있어야하며 特히 1st cyclone 과 같이 Coarse Portion 을 分離하는 役割을 하는 Classifier 類에 屬하는 Cyclone 을 稼動시키기 爲하여서는 普通 75 ft/sec 或은 그 以上の cyclone inlet Velocity ( $V_c$ )를 낼수 있는만큼의 Blower 選擇에 豫備知識이 미리 머리 속에 앞서져야하며 特히 이點에 注意를 要한다.

各 Cyclone Separator 에서 分離된 各級의 微粉은 運搬, 貯藏工程을 거쳐 다음의 Calcination 工程에 運送된다. 大體로 運搬은 Pneumatic 와 bucket elevator System 을 많이쓰나 水分含量이 15% 或은 그 以上을 超過할時は Bucket elevator 稼動엔 여러 點에서 많은 障礙가 오며 貯藏, Discharge Valve (Rotary valve)의 調節에도 豫期치 않은 不便이 따라 水分含量은 15% 以下の 維持가 特히 考慮되어야 한다.

## II) Drying & calcination part. 의 說明

a) process flow diagram 는 다음과 같다. (圖 2)

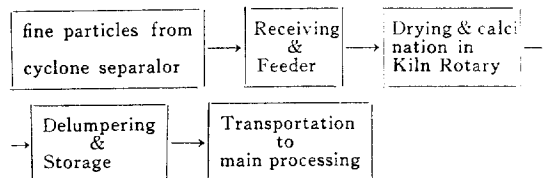


圖 2. Process flow diagram of fine ore drying & calcination plant

b) Process 의 概要

2nd Cyclone Separator 에에 Classifying 된 部門

品, 即 filter aid 의 main 原料가 될 Main portion 의 Partical size 는 325 mesh 에 85~90% 通過基準으로서 이는 fine portion ( $10\mu$  或은 그 以下)과 Coarse Particles ( $100\mu$  或은 그 以上)가 各各 分離된 相當히 精選分級된 粒度分布를 가지고 있다. (表 1 參照), 이 操作分級の 充實如否는 다음의 工程에서의 濾過助劑의 收率(yield)에 直接關係되어 calcination 에 있어서도 여러面에서 많은 影響을 가져온다. calcination 操作은 첫째 重量比率 約 3% 該當의 fluxing agent ( $\text{NaCl}$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  等)를 添加 混合한 後 一般 Storage Bin 에서 貯藏시킨後 Rotary valve 로서 量이 調節되는 Feed chute 를 通하여 Rotary Kiln 에 粉末狀態로 注入된다.

Kiln 의 構造나 操作方法等은 大體로 널리 알려져 있는 Horizontal Type 의 portland Cement 工場의 그것과 大同小異하나 單只 規模가 極히 작고 ( $3' \times 26'$ ), Reaction & Soaking zone 의 Temperature 가  $200^\circ\text{F} \sim 500^\circ\text{F}$  程度 낮다는 差異가 있다.

Rotary Kiln 內에서 硅藻土粉은 먼저 Drying 되고 Heating 되어 中央部門에서부터 Reaction, Combustion, Slag formation 等이 일어난다. 特히 Aluminum Silicate 類의 Slag forming 現狀은 calcination 이 끝난 다음 工程인 Main product 를 classifying 시키는 1st cyclone 에서 熔融 凝固된 小粒의 形態로 完全分離되는 效果를 나타낸다.

맨 마지막으로 Soaking zone 附近에선 完全히 fluxing 現狀이 일어나고 一方 여기에서 filter aid 로서의 가장 重要한 特性인 Surface characteristics 가 最後로 決定된다.

硅藻土 粉末의 Calcination 操作의 結果 일어나는 主要한 效果를 別記하면 다음과 같다.

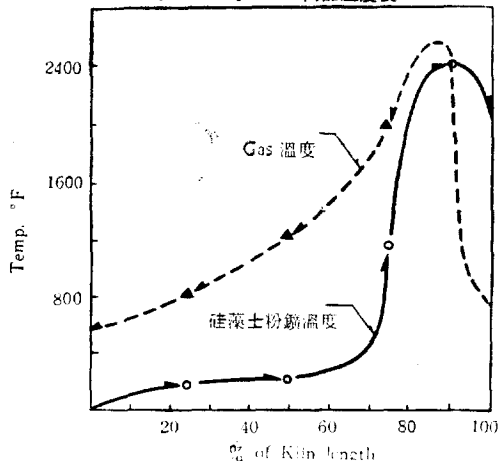
1. Surface area 가 增大되고 filter aid 로서 必要 하는 activities 가 여기에서 생긴다.
2. Al-Silicate 類를 fused slag 으로 만들어 cyclone 分離에서 coarse particle 과 같이 容易하게 分離할 수 있게한다.
3. Organic impurities 를 完全 Combustion 으로 除去할수있다.
4. Organic salt 類를 高溫反應으로 熔融發散 或은 凝固시켜 cyclone 分離를 容易하게한다.
5. Moisture 其他의 狹雜物 溶出物을 完全히 除去하여 化學的인 純度를 높인다.
6. 純碎한 白色度를 나타낸다.

Calcination 에서 最適操業條件을 찾기 爲한 가장 重要한 要因은 Reaction Soaking zone 에서의 溫度調節

과 charge 의 [通過時間의 調整이다. 따라서 Burner 裝置의 自動化와 R.P.M & Kiln slope 의 可變調節이 要望된다.

Fuel 로는 Heavy oil 을 使用하며 air 는 preheating 하여 供給하는것이 常例이다. Rotary Kiln 의 內部溫度를 略記하면 다음과 같다. (表 V)

表 V. Rotary kiln 內部溫度表



Rotary Kiln 에서 假燒된 粉鑛은 一部分은 가볍게 凝固된 Soft-lumps 를 形成하여 微粉과 같이 排出된다. 이 Softlump 를 Delumper 에서 가볍게 disintegration 하여 곧 main proces 로 Pneumatic transfer 하던 classification 이 始作된다.

### Ⅲ. Finished product classifying part 의 說明

a) process flow diagram 를 說明하면 다음과 같다.

(圖 3)

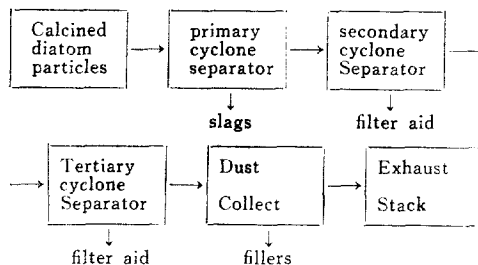


圖 3. Process flow diagram of main product separating part

b) process 의 概要

本 process 의 main part 를 構成하는 3 stage 로 되어있는 各 3個의 Cyclone 의 構造 및 規格視詳는 Part I 에서 記述했던 그것과 거의 비슷하다. (省略)

單只 이 工程에서는 Primary cyclone 에서는 Fused slags 와 Coarse particles 가 먼저 分離되는바 air velo

city와 secondary air, 그리고 solid to air ratio의 control로서 cut size에 맞추어 classifying되고 secondary cyclone에서는 main product인 filter aid “Class A”를分離하고 Tertiary Cyclone에서는 filter aid “Class B”를 각각分離하여製品化한다. 이 secondary cyclone에서分離한 filter aid “Class A”라는製品은 tertiary Cyclone에서分離하는 “Class B”에比해서平均粒度가約 10~15 $\mu$ 程度 Coarse한使이며製糖工業等 가장需要가 많은製品이다. 製品의品質, 粒度基準을美國製 Dialite의 그것에基準하고 있으며試驗結果도 거의同一한結果를 나타낸다. (表Ⅱ參照)

마지막으로 Exhaust gas에 따라排出되는超微粒粉末이 Bag house에서捕集되면 fine particles는 거의完全히分級되는셈이다. 이最後의裝置인 Dust collector에서捕集된 fine dust는平均粒度 5 $\mu$ 以下程度이며 이는 고무工業, 其他各種工業에서 filter 用으로 넓은用途가 있다. (構造其他省略). 正常的인稼動基準으로는 filter aid “A”, “B”, “filler”의生産收率의比를 5:3:2로 하고 있으며 이는 Bag house의 pressure drop의增大即 filter cloth의閉塞增加에 따라自然生産比率이 또한豫告없이變動하므로 Bag cleaning에는定期的인 그리고管理된點檢, 壓力 test 등이 꼭必要하다. 不然이면 filter aid의生産量뿐 아니라品質特性(粒度)管理에 많은 차질을招來할憂慮가 있는것이다. 各種의 硅藻土製品들과 마찬가지로 filter aid도一定한檢査過程을 거쳐 20 kg씩 5重紙袋속에包裝되며 封印檢査後 出荷하게된다. 需要의 가장強力한要求가濾過速度的增大에 있고低廉한價格으로均一한, 잘管理된製品을要求하는點을勘案할때 이러한顧客의要求를滿足시키고 더욱優秀한製品을生産

供給키爲해서는徹底한管理技術의普及이앞서야할것으로生覺한다.

## 結 言

以上으로 硅藻土濾過助劑製造 Process의開發에關聯된 몇가지事項에 대하여要約하였다.

結言컨데優秀한商品으로서의濾過助劑를大量生産普及하여需要者和生産者가同時에利益을볼수있는試行開拓過程은 일단 끝났다고 본다.

本製品製造에있어 가장重要的 具備與件의 하나인天然原鑛의構造와品質이世界의 어느品種에 못지 않은 좋은特性을 가지고 있고一方製造 Process, 特別粉碎, 分級, 化學處理 煨燒等の増作이基礎試驗 pilot試驗, 工業化計劃의順으로正規過程을 거쳐開發된關係上 앞으로 이以上製造工程上的隘路는크게나타나지 않을 것으로 생각한다. 國內需要特別製糖工業, 化學寒天工業用으로完全代替하여 좋은成果를 얻을것으로確信하며海外開發特別原鑛을美國으로부터輸入하여加하고있는日本地域에 대한 앞으로의輸出増大가크게期待된다. 끝으로一言코자하는것은本研究結果는 이미 commercial plant Scale up되어企業化되고있는바(慶州市)會社設立當時의契約條項의制限도 있고해서本稿展開에있어 Design procedure에關한 Engineering & Technical data가 거의公表되지 못하였음을 솔직히認定하며大端히不自然스럽게 생각한다. 이點은現在會社設立의初創期인關係上不可避하여充分한諒察있으시길祈願하며本研究遂行에 많은手苦와努力을 같이한同僚諸位에게 거듭感謝의말씀을드리며本稿를 끝맺는다.