(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일
2021 년 3 월 11 일 (11.03.2021)

WIPO | PCT

(10) 국제공개번호
WO 2021/045489 A1

(51) 국제특허분류:
C22B 3/06 (2006.01) *C22B 3/22* (2006.01)

(21) 국제출원번호: PCT/KR2020/011718

(22) 국제출원일: 2020 년 9 월 1 일 (01.09.2020)

(25) 출원언어: 한국어

(26) 공개언어: 한국어

(30) 우선권정보:
10-2019-0110189 2019 년 9 월 5 일 (05.09.2019) KR

(71) 출원인: 조선대학교산학협력단 (**INDUSTRY-ACADEMIC COOPERATION FOUNDATION, CHOSUN UNIVERSITY**) [KR/KR]; 61452 광주시 동구 필문대로 309, Gwangju (KR).

(72) 발명자: 박천영 (**PARK, Cheon Young**); 61461 광주시 동구 증심천로89번길 16, 103동 1402호, Gwangju (KR).

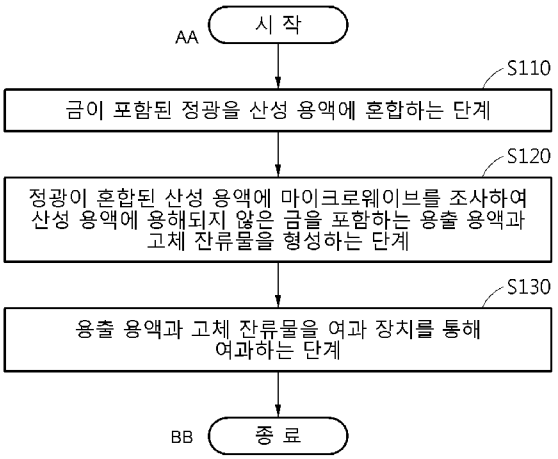
이종주 (**LEE, Jong Ju**); 61986 광주시 서구 월드컵4강로112번길 10, 1동 404호, Gwangju (KR).

(74) 대리인: 김연권 (**KIM, Youn Gwon**); 05836 서울시 송파구 법원로 127 문정대명벨리온 15층 1501호 및 1502호, Seoul (KR).

(81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(54) **Title:** GOLD RECOVERY METHOD USING MICROWAVES

(54) **발명의 명칭:** 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법



S110 ... Step of mixing, into acidic solution, concentrates comprising gold
S120 ... Step of irradiating, with microwaves, concentrates-mixed acidic solution, thereby forming solid residue and eluate containing gold, which is not dissolved in acidic solution
S130 ... Step of filtering out eluate and solid residue through filtering device
AA ... Start
BB ... End

(57) **Abstract:** A gold recovery method using microwaves is disclosed. A gold recovery method using microwaves, according to an embodiment of the present invention, comprises the steps of: mixing, into an acidic solution, concentrates comprising gold; irradiating, with microwaves, the concentrates-mixed acidic solution, thereby forming a solid residue and an eluate containing gold, which is not dissolved in the acidic solution; and filtering out the eluate and the solid residue through a filtering device.

(57) **요약서:** 본 발명은 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법을 개시한다. 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법은 금이 포함된 정광을 산성 용액에 혼합하는 단계; 상기 정광이 혼합된 산성 용액에 마이크로웨이브를 조사하여 상기 산성 용액에 용해되지 않은 금을 포함하는 용출 용액과 고체 잔류물을 형성하는 단계; 및 상기 용출 용액과 상기 고체 잔류물을 여과 장치를 통해 여과하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

WO 2021/045489 A1

[다음 쪽 계속]

(84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

공개:

— 국제조사보고서와 함께 (조약 제21조(3))

— 청구범위 보정 기한 만료 전의 공개이며, 보정서를 접수하는 경우 그에 관하여 별도 공개함 (규칙 48.2(h))

명세서

발명의 명칭: 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법

기술분야

[1] 본 발명은 마이크로웨이브를 이용하여 정광으로부터 금을 회수하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

[2] 비 가시성 금을 함유하는 황철석이나 황비철석을 금 정광으로 회수되기 때문에 과거부터 관심의 대상이 되어 왔다.

[3] 특히 비소(As)를 고 함량으로 함유하고 있으면서 동시에 금을 비 가시성 형태로 포함하고 있는 황철석, 즉 아르세니안 황철광(arsenian pyrite)에 관심이 집중되었다.

[4] 사이먼 등(Simon et al.(1999))이 금을 함유하는 아르세니안 황철광을 EXAFS(Extended X-ray absorption fine structure)로 조사한 결과 금이 고용체 상태로 혹은 나노 크기의 금 입자 상태로 도입되어 있는 것을 규명하였다(Reich et al., 2005; Sung et al., 2009; Hough et al., 2011; Deditius et al., 2014; Morishita et al., 2018).

[5] 우리나라 해남-진도 지역의 천열수광상(epithermal deposit)에서 산출되는 금은 아르세니안 황철광에 자연금(native gold) 상태로 존재하는 것으로 보고되었다(Kim and Choi, 2009).

[6] 특히 함금석영맥으로 산출되는 아르세니안 황철광은 비소를 함유한 아르세니안 황철광으로 산출되고 동시에 금이 비 가시성 상태로 산출된다.

[7] 이런 상태의 아르세니안 황철광을 파쇄하여 부유 선별(flotation)하기 때문에 금 정광에는 항상 상당한 양의 비소가 함유되어 있다.

[8] 현재, 우리나라 소규모 광산에서, 비소를 함유하는 황철석인 아르세니안 황철광으로 구성된 금 정광을 제련소로 납품하고 있다.

[9] 이때 수십 혹은 수백 톤의 금 정광을 먼 거리의 제련소까지 운반하다 보니 운반 경비가 막대하게 소요된다.

[10] 또한 아르세니안 황철광 금 정광에는 항상 비소가 고 함량으로 포함되어 있기 때문에 페널티(penalty)가 부과되고 있다(Tongamp et al., 2009; Celep et al., 2011; Awe et al., 2013; Lane et al., 2016).

[11] 이와 같은 저항성 금 광석 혹은 금 정광(concentrate)으로부터 비 가시성 금을 효과적으로 회수하기 위해서는 소성(roasting), 고압 산화(high-pressure oxidation), 미생물 산화(bio-oxidation) 등의 전처리 과정이 도입되기도 하였다(Swash and Ellis, 1986; Maycock et al., 1990).

[12] 비-가시성 금과 비소를 함유하는 정광으로부터 효과적으로 금을 회수하기 위해서 일반적으로 소성 처리(roasting treatment) 한다. 특히 전기로(electric

furnace)와 같은 전통적 가열방법보다 마이크로웨이브 오븐(microwave oven)에서 가열하면 소성 효율이 증가된다. 금 정광을 마이크로웨이브 오븐에서 가열하면 S와 As는 각각 SO_2와 As_2O_3로 휘발-제거된다.

[13] 소성과정에서 휘발된 As가 산화되어 As_2O_3를 거쳐 As_2O_5로 변환되고 As_2O_5는 적철석과 결합하여 치밀한 비산제이철인 $FeAsO_4$를 형성한다.

[14] 이때 금이 치밀한 $FeAsO_4$에 포획되기 때문에 시안이나 비-시안 용매에 용출되기 어렵게 된다(Marsden and House, 1992; Thomas and Cole, 2005; Aylmore and Jaffer, 2012).

[15] 또한 마이크로웨이브 오븐에서 건식으로 정광을 소성시키면 부분적으로 용융(melting)되는 현상이 발생된다(Kingman et al., 1999; Amankwah and Pickles, 2009).

[16] 정광이 용융되는 원인은 마이크로웨이브 에너지가 시료의 특정지역에 집중되어 핫 스팟(hot spot) 현상으로 나타나기 때문이다(Yoshikawa et al., 2012).

[17] 핫 스팟 현상, 즉 정광 시료가 부분적으로 용융되면 다공성 철산화물의 구조가 붕괴되어 금 입자가 봉합(encapsulating)되는 현상이다.

[18] 이로 인하여 금 회수율이 50% 이상이나 감소되는 신터링 현상이 발생하는 문제점이 있다. (Marsden and House, 1992; Amankwah and Pickles, 2009)

발명의 상세한 설명

기술적 과제

[19] 본 발명의 실시예는 금이 포함된 정광과 산성 용액을 혼합한 후 마이크로웨이브를 조사한 후 여과 과정을 통해 간단한 방법으로 금을 회수할 수 있어 회수 시간이 짧은 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법을 제공하고자 한다.

[20] 본 발명의 실시예는 산성 용액에 정광을 혼합하여 불순물만을 용해시키고 금은 용해시키지 않아, 용해되지 않은 금을 여과지를 이용하여 회수할 수 있는 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법을 제공하고자 한다.

[21] 본 발명의 실시예는 정광 및 산성 용액에 마이크로웨이브를 조사하여 정광 및 산성 용액을 동시에 가열시킴으로써 금의 회수 효율을 향상시키고 고체 잔류물에 남아있는 금을 여과지로 회수할 수 있는 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법을 제공하고자 한다.

[22] 본 발명의 실시예는 마이크로웨이브 및 여과 장치를 통해 정광으로부터 금을 쉽게 회수할 수 있어 회수 비용이 낮게 소요될 수 있는 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법을 제공하고자 한다.

[23] 본 발명의 실시예는 산성 용액의 농도가 증가함에 따라 정광에 포함된 불순물의 용해 농도가 증가하여, 순도가 높은 금을 회수할 수 있는 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법을 제공하고자 한다.

과제 해결 수단

[24] 본 발명에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법은 금이 포함된 정광을 산성 용액에 혼합하는 단계; 상기 정광이 혼합된 산성 용액에 마이크로웨이브를 조사하여 상기 산성 용액에 용해되지 않은 금을 포함하는 용출 용액과 고체 잔류물을 형성하는 단계; 및 상기 용출 용액과 상기 고체 잔류물을 여과 장치를 통해 여과하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[25] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법에 따르면, 상기 정광은 불순물을 더 포함하고, 상기 금이 포함된 정광을 산성 용액에 혼합하는 단계에서, 상기 불순물은 상기 산성 용액에 용해되며, 상기 정광이 혼합된 산성 용액에 마이크로웨이브를 조사하여 상기 산성 용액에 용해되지 않은 금을 포함하는 용출 용액과 고체 잔류물을 형성하는 단계에서, 상기 금은 상기 용출 용액에 나노 입자 상태로 분산될 수 있다.

[26] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법에 따르면, 상기 산성 용액은 질산(HNO_3)일 수 있다.

[27] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법에 따르면, 상기 산성 용액의 농도는 1M 내지 6M일 수 있다.

[28] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법에 따르면, 상기 정광이 혼합된 산성 용액에 700초 내지 720초 동안 마이크로웨이브를 조사할 수 있다.

[29] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법에 따르면, 상기 마이크로웨이브의 주파수는 2.4GHz 내지 2.5GHz일 수 있다.

[30] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법에 따르면, 상기 여과 장치는 여과지를 포함하고, 상기 여과지의 기공 크기는 1μm 내지 2μm일 수 있다.

[31] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법에 따르면, 상기 여과 장치는 5,000Pa 내지 5,500Pa의 압력으로 여과를 수행할 수 있다.

[32] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법에 따르면, 상기 금은 상기 여과지의 표면 또는 상기 기공의 벽면에 흡착될 수 있다.

발명의 효과

[33] 본 발명의 실시예에 따르면, 금이 포함된 정광과 산성 용액을 혼합한 후 마이크로웨이브를 조사한 후 여과 과정을 통해 간단한 방법으로 금을 회수할 수 있어 회수 시간이 짧다.

[34] 본 발명의 실시예에 따르면, 산성 용액에 정광을 혼합하여 불순물만을 용해시키고 금은 용해시키지 않아, 용해되지 않은 금을 여과지로 간단히 회수할 수 있다.

[35] 본 발명의 실시예에 따르면, 정광 및 산성 용액에 마이크로웨이브를 조사하여 정광 및 산성 용액을 동시에 가열시킴으로써 금의 회수 효율을 향상시키고 고체 잔류물에 남아있는 금을 여과지로 간단히 회수할 수 있다.

[36] 본 발명의 실시예에 따르면, 마이크로웨이브 및 여과 장치를 통해 정광으로부터 금을 쉽게 회수할 수 있어 회수 비용이 낮게 소요될 수 있다.

[37] 본 발명의 실시예에 따르면, 산성 용액의 농도가 증가함에 따라 정광에 포함된 불순물의 용해 농도가 증가하여, 순도가 높은 금을 회수할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[38] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법을 도시한 순서도이다.

[39] 도 2a는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액을 여과하기 전 여과지의 모습을 도시한 이미지이고, 도 2b는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액을 여과한 후 첫번째 여과지의 모습을 도시한 이미지이며, 도 2c는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액을 여과한 후 두번째 여과지의 모습을 도시한 이미지이다.

[40] 도 3은 본 발명의 실시예에 따른 정광이 혼합된 산성 용액에 마이크로웨이브를 조사한 후 고체 잔류물의 무게 감소율을 산성 용액의 농도 별로 나타낸 그래프이다.

[41] 도 4는 본 발명의 실시예에 따른 산성 용액의 농도 별로 고체 잔류물의 XRD(x-ray diffraction) 패턴을 도시한 그래프이다.

[42] 도 5a는 여과가 수행되지 않은 여과지의 모습을 도시한 SEM(scanning electron microscopy) 이미지이고, 도 5b는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 2M일 때 첫번째 여과한 후 여과지의 모습을 도시한 SEM 이미지이며, 도 5c는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 4M일 때 첫번째 여과한 후 여과지의 모습을 도시한 SEM 이미지이고, 도 5d는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 6M일 때 첫번째 여과한 후 여과지의 모습을 도시한 SEM 이미지이다.

[43] 도 6a는 여과가 수행되지 않은 여과지의 모습을 도시한 단면 SEM(scanning electron microscopy) 이미지이고, 도 6b는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 2M일 때 첫번째 여과한 후 여과지의 모습을 도시한 단면 SEM 이미지이며, 도 5c는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 4M일 때 첫번째 여과한 후 여과지의 모습을 도시한 단면 SEM 이미지이고, 도 5d는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 6M일 때 첫번째 여과한 후 여과지의 모습을 도시한 단면 SEM 이미지이다.

[44] 도 7a는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 2M일 때 첫번째 여과지에 여과된 고체 잔류물의 모습을 도시한 입체 현미경 이미지이고, 도 7b는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 2M일 때 두번째 여과지에 흡착된 금 입자의 모습을 도시한

입체 현미경 이미지이며, 도 7c는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 2M일 때 세번째 여과지에 흡착된 금 입자의 모습을 도시한 입체 현미경 이미지이다.

[45] 도 8a는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 4M일 때 첫번째 여과지에 흡착된 금 입자의 모습을 도시한 입체 현미경 이미지이고, 도 8b는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 4M일 때 두번째 여과지에 흡착된 금 입자의 모습을 도시한 입체 현미경 이미지이며, 도 8c는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 4M일 때 세번째 여과지에 흡착된 금 입자의 모습을 도시한 입체 현미경 이미지이다.

[46] 도 9a는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 6M일 때 첫번째 여과 후 여과지에 흡착된 금 입자의 모습을 도시한 입체 현미경 이미지이고, 도 9b는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 6M일 때 두번째 여과 후 여과지에 흡착된 금 입자의 모습을 도시한 입체 현미경 이미지이며, 도 9c는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 6M일 때 세번째 여과 후 여과지에 흡착된 금 입자의 모습을 도시한 입체 현미경 이미지이다.

발명의 실시를 위한 형태

[47] 이하 첨부 도면들 및 첨부 도면들에 기재된 내용들을 참조하여 본 발명의 실시예를 상세하게 설명하지만, 본 발명이 실시예에 의해 제한되거나 한정되는 것은 아니다.

[48] 본 명세서에서 사용된 용어는 실시예들을 설명하기 위한 것이며 본 발명을 제한하고자 하는 것은 아니다. 본 명세서에서, 단수형은 문구에서 특별히 언급하지 않는 한 복수형도 포함한다. 명세서에서 사용되는 "포함한다(comprises)" 및/또는 "포함하는(comprising)"은 언급된 구성요소, 단계는 하나 이상의 다른 구성요소, 단계의 존재 또는 추가를 배제하지 않는다.

[49] 본 명세서에서 사용되는 "실시예", "예", "측면", "예시" 등은 기술된 임의의 양상(aspect) 또는 설계가 다른 양상 또는 설계들보다 양호하다거나, 이점이 있는 것으로 해석되어야 하는 것은 아니다.

[50] 또한, '또는'이라는 용어는 배타적 논리합 'exclusive or'이기보다는 포함적인 논리합 'inclusive or'를 의미한다. 즉, 달리 언급되지 않는 한 또는 문맥으로부터 명확하지 않는 한, 'x가 a 또는 b를 이용한다'라는 표현은 포함적인 자연 순열들(natural inclusive permutations) 중 어느 하나를 의미한다.

[51] 또한, 본 명세서 및 청구항들에서 사용되는 단수 표현("a" 또는 "an")은, 달리 언급하지 않는 한 또는 단수 형태에 관한 것이라고 문맥으로부터 명확하지 않는 한, 일반적으로 "하나 이상"을 의미하는 것으로 해석되어야 한다.

[52] 아래 설명에서 사용되는 용어는, 연관되는 기술 분야에서 일반적이고 보편적인

것으로 선택되었으나, 기술의 발달 및/또는 변화, 관례, 기술자의 선호 등에 따라 다른 용어가 있을 수 있다. 따라서, 아래 설명에서 사용되는 용어는 기술적 사상을 한정하는 것으로 이해되어서는 안 되며, 실시예들을 설명하기 위한 예시적 용어로 이해되어야 한다.

[53] 또한, 특정한 경우는 출원인이 임의로 선정한 용어도 있으며, 이 경우 해당되는 설명 부분에서 상세한 그 의미를 기재할 것이다. 따라서 아래 설명에서 사용되는 용어는 단순한 용어의 명칭이 아닌 그 용어가 가지는 의미와 명세서 전반에 걸친 내용을 토대로 이해되어야 한다.

[54] 다른 정의가 없다면, 본 명세서에서 사용되는 모든 용어(기술 및 과학적 용어를 포함)는 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 공통적으로 이해될 수 있는 의미로 사용될 수 있을 것이다. 또 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 용어들은 명백하게 특별히 정의되어 있지 않는 한 이상적으로 또는 과도하게 해석되지 않는다.

[55] 한편, 본 발명의 설명함에 있어서, 관련된 공지 기능 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는, 그 상세한 설명을 생략할 것이다. 그리고, 본 명세서에서 사용되는 용어(terminology)들은 본 발명의 실시예를 적절히 표현하기 위해 사용된 용어들로서, 이는 사용자, 운용자의 의도 또는 본 발명이 속하는 분야의 관례 등에 따라 달라질 수 있다. 따라서, 본 용어들에 대한 정의는 본 명세서 전반에 걸친 내용을 토대로 내려져야 할 것이다.

[56] 본 발명에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법은 금을 포함하는 정광을 산성 용액에 혼합한 후 마이크로웨이브를 조사하여 정광으로부터 금을 회수하는 방법에 관한 것이다.

[57] 본 발명에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법은 마이크로웨이브 조사를 통해 금을 포함하는 정광과 산성 용액을 동시에 가열시킬 수 있어 산성 용액에 의해 정광에 포함된 불순물만 용해되고 금은 용해되지 않아 금 회수 효율이 향상될 수 있으며, 종래의 방법에 비하여 회수 시간이 단축되고 회수 경비가 매우 낮다는 효과를 제공한다.

[58] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법을 도시한 순서도이다.

[59] 도 1을 참조하면, 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법은 금이 포함된 정광을 산성 용액에 혼합하는 단계(S110), 상기 정광이 혼합된 산성 용액에 마이크로웨이브를 조사하여 상기 산성 용액에 용해되지 않은 금을 포함하는 용출 용액과 고체 잔류물을 형성하는 단계(S120) 및 상기 용출 용액과 상기 고체 잔류물을 여과 장치를 통해 여과하는 단계(S130)를 포함한다.

[60] 단계 S110에서 상기 정광은 금과 불순물을 포함하는 것으로서, 실시예에 따라서 금을 포함하는 황철석, 황비철석 중 적어도 어느 하나가 될 수 있다.

[61] 상기 금은 비가시성 금일 수 있으며, 정광 내에 포함되어 있어도 광학 현미경이나 전자 현미경으로 확인되지 않는 금일 수 있다. 즉, 상기 금은 현미경을 통해 존재가 확인되지 않지만 화학 분석을 통해 존재 여부가 파악될 수 있는 비가시성 금일 수 있다.

[62] 상기 불순물은 산성 용액에 용해되거나 산성 용액에 용해되지 않는 물질로 이루어질 수 있다.

[63] 이에 따라, 상기 정광이 산성 용액과 혼합되어 상기 정광에 포함된 불순물이 산성 용액에 용해될 수 있으며, 산성 용액에 용해되지 않은 불순물은 고형의 잔류물로 존재할 수 있다.

[64] 상기 정광에 포함된 불순물은 금을 제외한 물질로서, 황(S), 구리(Cu), 아연(Zn), 텔루륨(Te), 납(Pb), 비소(As), 비스무스(Bi) 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있으며, 상기 물질에 제한되는 것은 아니다.

[65] 실시예에 따라서, 상기 산성 용액은 질산(HNO_3)일 수 있으며, 상기 물질에 제한되는 것은 아니다.

[66] 이하, 본 발명의 설명에서는 설명의 편의상 산성 용액을 질산 용액으로 가정하여 설명하도록 한다.

[67] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법은 상기 질산 용액의 농도를 조절하여 정광으로부터 금을 효율적으로 회수할 수 있다.

[68] 실시예에 따라서, 상기 질산 용액의 농도는 1M 내지 6M일 수 있다.

[69] 질산 용액의 농도가 1M 미만이면 정광 내 불순물이 충분히 용해되지 않아 정광으로부터 금을 회수하는 효율이 낮아질 수 있다.

[70] 질산 용액의 농도가 6M일 때 회수되는 금의 함량이 최대이므로, 질산 용액의 농도가 6M를 초과하면 회수 비용의 경제성이 낮아지게 된다.

[71] 상기 정광은 채취된 광산마다 구성성분이 상이하므로, 상기 정광 및 상기 질산 용액의 혼합 비율은 상기 정광의 구성성분에 따라 상이하게 설정될 수 있다.

[72] 단계 S120은 마이크로웨이브 조사를 통해 정광이 혼합된 질산 용액을 가열시키고 질산 용액에 의해 정광에 포함된 불순물만 용해되고 정광에 포함된 금은 용해되지 않는다.

[73] 단계 S120에서 상기 금은 질산 용액에 용해되지 않는 성질을 가지기 때문에, 마이크로웨이브 조사로 인해 질산 용액에 의해 용해되지 않은 금이 질산 용액 내에서 나노 입자의 크기로 분산될 수 있다.

[74] 이에 따라, 단계 S120을 통해 질산 용액에 용해되지 않은 금과 질산 용액에 용해된 불순물을 포함하는 용출 용액을 형성할 수 있다.

[75] 상기 질산 용액에 용해되지 않는 불순물은 질산 용액 내에서 고형의 잔류물로 존재할 수 있는데, 상기 금은 상기 질산 용액에 용해되지 않는 불순물과 혼합되어 고체 잔류물로 형성될 수 있다.

[76] 즉, 단계 S120에서 상기 질산 용액에 용해되지 않은 금은 상기 용출 용액 및 상기 고체 잔류물에 모두 포함될 수 있다.

[77] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법은 정광이 혼합된 질산 용액에 마이크로웨이브를 조사할 시 가열되는 상기 정광이 혼합된 질산 용액의 온도에 따라 금의 회수 효율이 달라질 수 있다.

[78] 또한, 단계 S120은 마이크로웨이브 조사 시간 또는 마이크로웨이브의 주파수를 조절하여 상기 정광이 혼합된 질산 용액이 가열되는 온도를 조절할 수 있으며, 이에 따라 금의 회수 효율이 달라질 수 있다.

[79] 실시예에 따라서, 단계 S120에서 상기 정광이 혼합된 질산 용액에 700초 내지 720초 동안 마이크로웨이브를 조사하여 가열시킬 수 있으며, 바람직하게는 720초 동안 정광이 혼합된 질산 용액에 마이크로웨이브를 조사하여 최대의 금 회수 효율을 가질 수 있다.

[80] 실시예에 따라서, 단계 S120에서 상기 마이크로웨이브의 주파수는 2.4GHz 내지 2.5GHz일 수 있으며, 바람직하게는 2.45GHz의 주파수를 가지는 마이크로웨이브를 조사하여 최대의 금 회수 효율을 가질 수 있다.

[81] 단계 S130은 상기 용출 용액 및 상기 고체 잔류물로부터 금을 회수하기 위해, 여과 장치를 이용하여 상기 용출 용액 및 상기 고체 잔류물을 여과하여 금을 회수하는 과정이다.

[82] 상기 여과 장치는 여과지 및 진공 펌프를 포함할 수 있으며, 상기 여과지를 상기 진공펌프와 연결하여 여과지에 압력을 가함으로써 여과가 수행될 수 있다.

[83] 상기 용출 용액 및 상기 고체 잔류물을 여과 장치를 이용하여 여과할 시 고체 잔류물은 여과지에 남고 용출 용액은 여과지를 통과하게 된다.

[84] 그러나, 상기 용출 용액 및 상기 고체 잔류물에 포함된 금은 비가시성 금으로 눈에 보이지 않을 뿐 아니라 현미경으로도 관찰하기 어려울 정도로 매우 작은 나노미터 단위의 크기를 가진다.

[85] 매우 작은 크기를 가지는 상기 금은 여과 장치를 쉽게 통과할 수 있으므로, 상기 고체 잔류물로부터 금을 회수하기 위해서 상기 여과지는 고체 잔류물의 크기보다 작은 기공을 가져 최대한 용출 용액으로부터 고체 잔류물을 여과할 수 있도록 하고 고체 잔류물로부터 금을 분리할 수 있는 것이 바람직하다.

[86] 실시예에 따라서, 고체 잔류물 및 금을 최대한 걸러낼 수 있도록 가장 작은 기공 크기를 가지는 여과지를 이용할 수 있으며, 예를 들어 상기 여과지의 기공 크기는 1μm 내지 2μm일 수 있다.

[87] 단계 S130에서 상기 여과 장치는 5,000Pa 내지 5,500Pa의 압력으로 여과를 수행할 수 있으며, 바람직하게는 5,300Pa의 압력으로 여과를 수행할 수 있다.

[88] 실시예에 따라서, 상기 여과 장치는 진공 상태에서 여과가 수행될 수 있다.

[89] 실시예에 따라서, 상기 여과지는 적어도 1개가 구비될 수 있으며, 실시예에 따라 3개가 구비되어 고체 잔류물로부터 금을 회수하는 효율을 향상시킬 수 있다.

[90] 상기 용출 용액 및 상기 고체 잔류물에 포함된 금은 매우 작은 크기를 가져 여과지의 기공을 통과하고, 상기 고체 잔류물 중 상기 여과지의 기공 크기보다

작은 일부 고체 잔류물 역시 여과지의 기공을 통과할 수 있다.

[91] 이때, 상기 금 및 상기 여과지의 기공 크기보다 작은 크기를 가지는 고체 잔류물이 여과지의 기공을 통과하면서 금의 일부 또는 고체 잔류물 일부가 여과지의 기공 벽면 또는 상기 여과지의 표면에 흡착될 수 있다.

[92] 즉, 단계 S130은 상기 여과지를 통과한 용출 용액 및 고체 잔류물로부터 금을 회수하는 것이 아닌, 상기 용출 용액이 여과지를 통과하면서 여과지의 기공 벽면에 흡착된 금과 상기 여과 장치에 여과되어 잔류하는 고체 잔류물에 포함된 금을 회수하는 과정이라고 할 수 있다.

[93] 이때, 상기 금은 상기 용출 용액 내에서 용해되지 않고 분산되어 있으므로, 여과지에 고체상 입자로 회수가 가능하다.

[94] 단계 S130은 상기 용출 용액 및 상기 고체 잔류물을 상기 여과지에 계속 여과 및 통과하면서, 상기 여과지의 기공 크기보다 작은 크기를 가지는 고체 잔류물과 상기 금에 여과지의 기공 벽면에 누적 흡착되어 내부 파울링을 형성할 수 있다.

[95] 이와 동시에, 상기 여과지의 기공 크기보다 큰 크기를 가지는 고체 잔류물이 상기 여과지의 기공을 막아 표면 파울링을 형성할 수 있다.

[96] 상기 단계 S130의 여과 시간이 지속되면 상기 여과지 표면에 표면 파울링이 누적된 케이크층이 형성될 수 있다.

[97] 상기 케이크층은 단계 S130에서 상기 여과지에 압력이 지속적으로 인가되면 형상이 변형되는데, 케이크층의 변형으로 인해 케이크층의 공극율이 현저히 감소하게 된다.

[98] 따라서, 단계 S130을 지속적으로 수행하면 여과지 표면에 형성된 케이크층의 공극율 감소로 인해 상기 용출 용액의 여과율이 감소될 수 있다.

[99] 그러나, 상기 용출 용액 및 상기 고체 잔류물에 포함된 금은 입자의 크기가 매우 작아 공극율이 감소된 케이크층을 여전히 통과할 수 있으며, 상기 내부 파울링이 형성된 여과지 공극 역시 여전히 통과할 수 있다. 이에 따라, 상기 금은 내부 파울링에 흡착될 수도 있다.

[100] 따라서, 단계 S130이 지속적으로 수행되어도 상기 금은 케이크층 및 여과지를 통과하여 케이크층의 표면, 케이크층의 공극 표면, 내부 파울링의 표면, 내부 파울링의 공극 표면, 여과지의 표면 또는 여과지의 기공 벽면에 흡착될 수 있다.

[101] 정리하자면, 단계 S130 초반에는 상기 용출 용액 및 상기 고체 잔류물에 포함된 금의 일부가 여과지의 표면 또는 여과지의 기공 벽면에 흡착되다가, 단계 S130 후반에는 표면 파울링의 누적에 따라 형성된 케이크층의 표면, 케이크층의 공극 표면, 내부 파울링의 표면, 내부 파울링의 공극 표면, 여과지의 표면 또는 여과지의 기공 벽면에까지 흡착되어 금 회수 효율을 향상시킬 수 있다.

[102] 이에 따라, 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법은 마이크로웨이브를 조사하여 금의 회수 효율을 향상시켜 금 회수 가능성을 높일 수 있을 뿐 아니라, 금이 여과 장치에 흡착되는 원리를 이용하여 금의 회수 효율을 높일 수 있다.

[103] 이하, 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법의 효과를 입증하기 위해 실시예 및 특성 평가를 실시하였다.

[104] **[실시예 1]**

[105] 정광 50.0g을 5.0L의 삼각 플라스크에 넣은 후 1M 질산 용액 1,000mL를 첨가하여 산업용 마이크로웨이브 오븐(capacity=126.75L, 주파수=2.45GHz, 3kW)에 넣었다.

[106] 상기 삼각 플라스크는 응축기에 연결하고 20℃의 물을 순환시켰다.

[107] 이후, 마이크로웨이브 오븐을 작동시켜 질산 용액에 용해되지 않은 금을 포함하는 용출 용액 및 고체 잔류물을 형성하였다.

[108] 발생된 NO 가스는 응축기, 각각 20L의 부피를 가지는 4개의 가스 워싱 보틀(washing bottle), 활성탄 흡착 장치 및 덕트를 통해 배출시켰다.

[109] 워싱 보틀 중 첫번째 보틀은 비어있고, 2개의 보틀은 각각 증류수 1.0L를 충진하였으며, 나머지 보틀은 비어있는 상태로 사용하였다.

[110] 삼각 플라스크에 들어있는 용출 용액 및 고체 잔류물은 여과 장치에 모두 옮겨 담은 후, 진공 펌프를 가동하여 여과하였다.

[111] 여과 장치는 여과지(현대마이크로제지 No 53, pore size=1-2㎛, diameter=30cm, depth=0.2mm) 3장을 겹쳐 놓고 진공펌프(Welch 2014C-02, Germany)를 연결하여 제조하였다.

[112] 여과 종료 후, 여과지 3장을 모두를 동시에 40℃건조기에서 6시간 건조하여 금을 회수하였다.

[113] **[실시예 2]**

[114] 2M 농도의 질산 용액을 사용한 것을 제외하고는, [실시예 1]과 동일한 방법으로 정광으로부터 금을 회수하였다.

[115] **[실시예 3]**

[116] 3M 농도의 질산 용액을 사용한 것을 제외하고는, [실시예 1]과 동일한 방법으로 정광으로부터 금을 회수하였다.

[117] **[실시예 4]**

[118] 4M 농도의 질산 용액을 사용한 것을 제외하고는, [실시예 1]과 동일한 방법으로 정광으로부터 금을 회수하였다.

[119] **[실시예 5]**

[120] 5M 농도의 질산 용액을 사용한 것을 제외하고는, [실시예 1]과 동일한 방법으로 정광으로부터 금을 회수하였다.

[121] **[실시예 6]**

[122] 6M 농도의 질산 용액을 사용한 것을 제외하고는, [실시예 1]과 동일한 방법으로 정광으로부터 금을 회수하였다.

[123] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법을 공정 조건별로 요약하면 아래의 표 1과 같다.

[124] [표 1]

[125]

구분	질산 용액의 농도	여과지 개수
실시예 1	1M	3개
실시예 2	2M	
실시예 3	3M	
실시예 4	4M	
실시예 5	5M	
실시예 6	6M	

[126] 도 2a는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액을 여과하기 전 여과지의 모습을 도시한 이미지이고, 도 2b는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액을 여과한 후 첫번째 여과지의 모습을 도시한 이미지이며, 도 2c는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액을 여과한 후 두번째 여과지의 모습을 도시한 이미지이다.

[127] 이때, 첫번째 여과지는 마이크로웨이브가 조사되어 형성된 용출 용액 및 고체 잔류물이 여과 장치에 옮겨질 때 처음으로 접촉되는 여과지를 의미하며(이하, 첫번째 여과지), 두번째 여과지는 첫번째 여과지가 용출 용액 및 고체 잔류물과 처음 접촉되는 면의 타측면과 맞닿도록 위치하고(이하, 두번째 여과지), 세번째 여과지는 두번째 여과지가 첫번째 여과지와 맞닿는 면의 타측면과 맞닿도록 위치한다(이하, 세번째 여과지).

[128] 도 2a 내지 도 2d를 참조하면, 여과지 3장을 겹친 후 실시예 1 내지 실시예 6의 용출 용액 및 고체 잔류물을 여과하면 첫번째 여과지에 고체 잔류물이 여과되어 남는 것을 확인할 수 있다.

[129] 두번째 여과지 및 세번째 여과지는 첫번째 여과지만큼 육안으로 고체 잔류물이 잘 보이지 않으나, 여과지의 표면 또는 기공 벽면에 고체 잔류물이 남아있는 것을 알 수 있다.

[130] 상기 실시예 1 내지 실시예 6에 사용된 정광의 화학적 성분을 원자흡광분광기(atomic absorption spectrometry; AAS) 및 시금법(fire assay; FA)을 이용하여 분석한 결과, 아래의 표 2와 같다.

[131] [표 2]

[132]

Fe	Cu	Pb	Zn	As	Bi	Au(FA)	Ag(FA)
15.99%	0.86%	0.38%	0.18%	0.025%	-	1,765.50g/t	780.00g/t

[133] 상기 실시예 1 내지 실시예 6에 사용된 정광에 포함된 불순물 성분을 분석하기 위해 원자흡광분광기를 이용하였으며, 그 결과 철(Fe), 구리(Cu), 납(Pb), 아연(Zn), 비소(As)가 관찰되었으며 비스무스(Bi)는 측정되지 않았다.

[134] 또한, 상기 실시예 1 내지 실시예 6에 사용된 정광에 포함된 금과 은 유무를

알기 위해 시금법을 이용하였으며, 그 결과 금(Au)은 1,765.50g/t, 은(Ag)은 780.00g/t이 정광에 포함된 것을 확인할 수 있다.

[135] 특성 평가

[136] **1. 용출 용액 성분 분석**

[137] 상기 실시예 1 내지 실시예 6에서 정광이 혼합된 질산 용액에 마이크로웨이브를 12분 동안 조사한 후, 형성된 용출 용액의 온도를 측정하고 AAS를 이용하여 용출 용액의 성분을 분석한 결과를 요약하면 아래의 표 3과 같다.

[138] [표 3]

[139]

	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6
용출 용액의 온도(℃)	65.10	72.80	84.10	84.00	86.50	79.40
Pb 용출율(%)	44	100	98	93	96	100
Zn 용출율(%)	6	35	60	76	95	100
Fe 용출율(%)	18	100	100	100	100	100
용출 용액 내 Au 함량(mg/L)	검출 X	검출 X	검출 X	검출 X	검출 X	검출 X

[140] 상기 표 3을 참조하면, 상기 실시예 1의 용출 용액의 온도는 65.10℃, 상기 실시예 2의 용출 용액의 온도는 72.80℃, 상기 실시예 3의 용출 용액의 온도는 84.10℃, 상기 실시예 4의 용출 용액의 온도는 84℃, 상기 실시예 5의 용출 용액의 온도는 86.50℃, 상기 실시예 6의 용출 용액의 온도는 79.40℃로 나타났다.

[141] 또한, 상기 실시예 2의 용출 용액에 대하여 정광으로부터 철(Fe)가 100% 용출된 것을 확인할 수 있다.

[142] 또한, 상기 실시예 6의 용출 용액에 대하여 정광으로부터 납(Pb)과 아연(Zn)이 100% 용출된 것을 확인할 수 있다.

[143] 그러나, 금(Au)은 상기 실시예 1 내지 실시예 6의 용출 용액에서 모두 검출되지 않은 것을 확인할 수 있다.

[144] 따라서, 본 발명의 실시예에 따른 정광에 포함된 금은 질산 용액에서 용해되지 않는 것을 확인할 수 있다.

[145] **2. 고체 잔류물의 무게 감소율 분석**

[146] 상기 실시예 1 내지 실시예 6에서 정광이 혼합된 질산 용액에 마이크로웨이브를 12분 동안 조사한 후, 기공 크기 0.45μm의 여과지에 여과된 고체 잔류물의 무게를 측정하였다.

[147] 도 3은 본 발명의 실시예에 따른 정광이 혼합된 산성 용액에 마이크로웨이브를 조사한 후 고체 잔류물의 무게 감소율을 산성 용액의 농도 별로 나타낸 그래프이다.

[148] 도 3을 참조하면, 정광에 대한 고체-잔류물의 무게를 무게 감소율로 나타낸 결과 상기 실시예 1의 고체 잔류물은 18%, 상기 실시예 2의 고체 잔류물은 40%,

상기 실시예 3의 고체 잔류물은 46%, 상기 실시예 4의 고체 잔류물은 45%, 상기 실시예 5의 고체 잔류물은 49%, 상기 실시예 6의 고체 잔류물은 52%의 무게 감소율을 가진 것을 확인할 수 있다.

[149] 즉, 본 발명의 실시예에 따른 산성 용액인 질산 용액의 농도가 클수록 정광에 포함된 불순물을 많이 용해하여 그만큼 고체 잔류물의 무게가 감소하게 되는 것을 알 수 있다.

[150] **3. 고체 잔류물의 XRD 분석**

[151] 상기 실시예 1 내지 실시예 6에서 정광이 혼합된 질산 용액에 마이크로웨이브를 12분 동안 조사한 후, 형성된 고체 잔류물의 XRD를 분석하였다.

[152] 도 4는 본 발명의 실시예에 따른 산성 용액의 농도 별로 고체 잔류물의 XRD(x-ray diffraction) 패턴을 도시한 그래프이다.

[153] 이때, 도 4에 도시된 A는 빙장석(adularia), Ch는 황동광(chalcopyrite), F는 형석(fluorite), G는 석고(gypsum), M은 백운모(muscovite), Q는 석영(quartz)를 의미한다.

[154] 도 4를 참조하면, 상기 실시예 1의 고체 잔류물에서 황철석(FeS_2)이 다량 함유된 것을 확인할 수 있다.

[155] 이는 상기 실시예 1의 질산 용액의 농도에서는 황철석이 완전 용해되지 않는 것을 보여주는 것이다.

[156] 그러나, 상기 실시예 2 내지 실시예 6의 고체 잔류물에서 모두 황철석이 완전히 사라진 것을 확인할 수 있다.

[157] 이는 상기 실시예 2 내지 실시예 6의 질산 용액의 농도에서 황철석이 완전히 용해될 수 있다는 것을 보여준다.

[158] 또한, 상기 실시예 2 내지 실시예 6의 고체 잔류물에 모두 석고가 포함된 것을 확인할 수 있다.

[159] 상기 실시예 2 내지 실시예 6의 고체 잔류물에 석고가 포함되는 이유는 정광에 포함되어 있던 방해석과 황철석이 마이크로웨이브에 의해 아래의 반응식 1 내지 반응식 4와 같은 반응이 일어났기 때문이다. (Ibrahim and El-Hussaini, 2007; Gao et al., 2009)

[160] [반응식 1]

[161] $CaCO_3+2HNO_3 \leftrightarrow Ca(NO_3)_2+H_2O+CO_2(g)$

[162] [반응식 2]

[163] $FeS_2+4HNO_3 \leftrightarrow Fe(NO_3)_3+NO(g)+2S^0+2H_2O$

[164] [반응식 3]

[165] $2HNO_3+S^0 \rightarrow {}_2SO_4+2NO(g)$

[166] [반응식 4]

[167] $Ca^{2+}+SO_4^{2-}+2H_2O \leftrightarrow CaSO_4 \cdot 2H_2O$

[168] 또는, 정광에 포함된 불순물 중 하나인 형석이 아래의 반응식 5와 같은 반응에

의하여 석고가 생성될 수 있다. (Ibrahim and El-Hussaini, 2007)

[169] [반응식 5]

[170] $CaF_2+H_2SO_4+2H_2O\leftrightarrow CaSO_4\cdot 2H_2O+2HF(g)$

[171] 따라서, 본 발명의 실시예에 따른 산성 용액인 질산 용액은 정광에 포함된 금을 용해시키지 않아 금을 쉽게 회수할 수 있는 것을 알 수 있다.

[172] **4. 여과지의 SEM 및 EDS 분석**

[173] 질산 용액에 용해되지 않은 금이 용출 용액에 고체 상으로 존재한다면, 비록 여과지의 기공 크기보다 작은 크기를 가지나 여과지의 표면, 여과지의 기공 벽면, 내부 파울링 및 케이크층의 표면과 공극 표면에 흡착되어 여과지 상에 남아있을 수 있다.

[174] 여과지 상에 흡착된 금을 확인하기 위해, 상기 실시예 2, 실시예 4 및 실시예 6에 따른 용출 용액 및 고체 잔류물을 여과지로 여과한 후, 여과지의 표면 및 단면에 대하여 SEM 및 EDS 분석을 수행하였다.

[175] 도 5a는 여과가 수행되지 않은 여과지의 모습을 도시한 SEM(scanning electron microscopy) 이미지이고, 도 5b는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 2M일 때 첫번째 여과한 후 여과지의 모습을 도시한 SEM 이미지이며, 도 5c는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 4M일 때 첫번째 여과한 후 여과지의 모습을 도시한 SEM 이미지이고, 도 5d는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 6M일 때 첫번째 여과한 후 여과지의 모습을 도시한 SEM 이미지이다.

[176] 도 5a를 참조하면, 여과가 수행되지 않은 여과지의 표면은 섬유상이 관찰되는 것을 확인할 수 있다.

[177] 도 5b 내지 도 5d를 참조하면, 여과지 표면에 대하여 미립자들이 흡착된 것을 확인할 수 있다.

[178] 여과가 수행되지 않은 여과지와 상기 실시예 2, 실시예 4 및 실시예 6에 따른 첫번째 여과지의 표면을 동일 면적에 대하여 EDS 분석한 결과를 요약하면 아래의 표 4와 같다.

[179] [표 4]

[180]

여과 수행X 여과지		실시예 2		실시예 4		실시예 6	
성분	중량%	성분	중량%	성분	중량%	성분	중량%
C	39.51	O	57.81	O	63.26	O	62.91
O	60.49	Al	4.30	Al	4.64	Al	4.22
		Si	15.56	Si	16.20	Si	15.58
		S	7.17	S	8.01	S	7.42
		K	2.29	K	2.38	K	2.04
		Ca	2.29	Ca	2.16	Ca	4.64
		Fe	8.48	Au	3.34	Au	3.18
		Au	2.10				

[181] 상기 표 4를 참조하면, 상기 실시예 2, 실시예 4 및 실시예 6에 따른 첫번째 여과지 내지 세번째 여과지에서 모두 금(Au)이 검출된 것을 확인할 수 있다.

[182] 상기 실시예 2, 실시예 4 및 실시예 6에 따른 첫번째 여과지에서 금 이외에 알루미늄(Al), 규소(Si), 황(S), 칼륨(K), 칼슘(Ca), 철(Fe) 등도 검출된 것을 확인할 수 있다.

[183] 따라서 본 발명의 용출 용액 및 고체 잔류물을 여과지에 여과할 시 첫번째 여과지 내지 세번째 여과지 표면에 금이 흡착되어 여과되는 것을 확인할 수 있다.

[184] 용출 용액 내에서 고체 상으로 존재하는 금이 용출 용액과 함께 여과지를 통과한다면 여과지 기공 벽면에 흡착되어 내부 파울링을 형성한다.

[185] 따라서, 이를 확인하기 위하여 사용하지 않은 여과지 단면 및 상기 실시예 2, 실시예 4, 실시예 6에 따른 여과지의 단면에 대하여 EDS 분석한 결과 아래의 표 5와 같다.

[186] [표 5]

[187]

여과 수행X 여과지		실시예 2		실시예 4		실시예 6	
성분	중량%	성분	중량%	성분	중량%	성분	중량%
C	39.51	O	77.05	O	83.00	O	84.18
O	60.49	Al	3.22	Si	3.02	Si	5.23
		Si	5.72	S	4.75	S	4.53
		S	2.55	Ca	5.43	Ca	3.70
		Fe	6.67	Au	3.80	Au	2.36
		Au	4.79				

[188] 상기 표 5를 참조하면, 여과가 수행되지 않은 여과지 단면은 탄소(C)와 산소(O)만 검출된 것을 확인할 수 있다.

[189] 그러나, 상기 실시예 2, 실시예 4, 실시예 6의 여과지 단면 모두에서 금(Au)이 검출된 것을 확인할 수 있다.

[190] 물론 상기 실시예 2, 실시예 4, 실시예 6의 여과지 단면에는 금 이외에 알루미늄(Al), 규소(Si), 황(S), 철(Fe) 등도 검출된 것을 확인할 수 있다.

[191] 따라서 본 발명의 용출 용액 및 고체 잔류물에 포함된 금은 여과지에 의해 여과가 수행될 시 여과지 단면에 흡착되어 남아 있는 것을 알 수 있다.

[192] 도 6a는 여과가 수행되지 않은 여과지의 모습을 도시한 단면 SEM(scanning electron microscopy) 이미지이고, 도 6b는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 2M일 때 첫번째 여과한 후 여과지의 모습을 도시한 단면 SEM 이미지이며, 도 5c는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 4M일 때 첫번째 여과한 후 여과지의 모습을 도시한 단면 SEM 이미지이고, 도 5d는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 6M일 때 첫번째 여과한 후 여과지의 모습을 도시한 단면 SEM 이미지이다.

[193] 도 6a 내지 도 6d를 참조하면, 여과를 수행하지 않은 여과지의 단면은 섬유상 조직이 여러 층으로 겹쳐져 있고, EDS분석 결과 C와 O만 검출되는 것을 알 수 있다.

[194] 그러나, 실시예 2, 실시예 4 및 실시예 6의 여과지 역시 섬유상 조직이 여러 층으로 겹쳐져 있기는 하나, 단면에 대한 EDS 면 분석 결과 모두 Au가 검출되는 것을 알 수 있다.

[195] **5. 납-시금법을 이용한 금 회수 관찰**

[196] 상기 도 5a 내지 도 5d, 표 4 및 표 5를 통해 상기 실시예 2, 실시예 4, 실시예 6에 따른 여과지 표면과 단면에 대한 SEM/EDS 분석 결과 금이 여과지 표면 및 여과지 단면에 흡착되어 여과되는 것을 확인할 수 있었다.

[197] 상기 금이 여과지 표면 및 여과지 단면에 흡착됨에 따라, 납-시금법을 이용하여 여과지로부터 금을 회수하였다.

[198] 도 7a는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 2M일 때 첫번째 여과지에 여과된 고체 잔류물을 도시한 입체 현미경 이미지이고, 도 7b는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 2M일 때 두번째 여과지에 흡착된 금 입자의 모습을 도시한 입체 현미경 이미지이며, 도 7c는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 2M일 때 세번째 여과지에 흡착된 금 입자의 모습을 도시한 입체 현미경 이미지이다.

[199] 도 7a 내지 도 7c를 참조하면, 상기 실시예 2에 대하여 세 개의 여과지에 흡착된 금을 회수한 결과, 첫번째 여과지에는 3,339.60g/t, 두번째 여과지에는 673.81g/t, 세번째 여과지에는 136.59g/t의 금이 회수된 것을 확인할 수 있다.

[200] 도 8a는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 4M일 때 첫번째 여과지에 흡착된 금 입자의 모습을 도시한 입체 현미경 이미지이고, 도 8b는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 4M일 때 두번째 여과지에 흡착된 금 입자의 모습을 도시한 입체 현미경 이미지이며, 도 8c는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 4M일 때 세번째 여과지에 흡착된 금 입자의 모습을 도시한 입체 현미경 이미지이다.

[201] 도 8a 내지 도 8c를 참조하면, 상기 실시예 4에 대하여 세 개의 여과지에 흡착된 금을 회수한 결과, 첫번째 여과지에는 2,526.10g/t, 두번째 여과지에는 31.36g/t, 세번째 여과지에는 25.25g/t의 금이 회수된 것을 확인할 수 있다.

[202] 도 9a는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 6M일 때 첫번째 여과 후 여과지에 흡착된 금 입자의 모습을 도시한 입체 현미경 이미지이고, 도 9b는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 6M일 때 두번째 여과 후 여과지에 흡착된 금 입자의 모습을 도시한 입체 현미경 이미지이며, 도 9c는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브가 조사된 산성 용액의 농도가 6M일 때 세번째 여과 후 여과지에 흡착된 금 입자의 모습을 도시한 입체 현미경 이미지이다.

[203] 도 9a 내지 도 9c를 참조하면, 상기 실시예 6에 대하여 세 개의 여과지에 흡착된 금을 회수한 결과, 첫번째 여과지에는 7,355.50g/t, 두번째 여과지에는 159.26g/t, 세번째 여과지에는 147.06g/t의 금이 회수된 것을 확인할 수 있다.

[204] 즉, 질산 용액의 농도가 2M보다 4M일 때 회수되는 금의 양이 더 적다가 다시 6M일 때 금 회수 양이 증가하는 경향을 보이는데, 이는 정광에 포함되는 금이 매우 낮은 함량으로 나타나 금 입자끼리 서로 뭉치는 너겟 현상(nugget effect)에 의한 것이다.

[205] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법은 마이크로웨이브를 조사하여 금의 회수 효율을 향상시켜 금 회수 가능성을 높일

수 있을 뿐 아니라, 금이 여과 장치에 흡착되는 원리를 이용하여 금의 회수 효율을 높일 수 있다.

[206] 이상과 같이 본 발명은 비록 한정된 실시예와 도면에 의해 설명되었으나, 본 발명은 상기의 실시예에 한정되는 것은 아니며, 본 발명이 속하는 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이러한 기재로부터 다양한 수정 및 변형이 가능하다. 그러므로, 본 발명의 범위는 설명된 실시예에 국한되어 정해져서는 아니 되며, 후술하는 특허청구범위뿐 아니라 이 특허청구범위와 균등한 것들에 의해 정해져야 한다.

청구범위

[청구항 1] 금이 포함된 정광을 산성 용액에 혼합하는 단계;
상기 정광이 혼합된 산성 용액에 마이크로웨이브를 조사하여 상기 산성 용액에 용해되지 않은 금을 포함하는 용출 용액과 고체 잔류물을 형성하는 단계; 및
상기 용출 용액과 상기 고체 잔류물을 여과 장치를 통해 여과하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법.

[청구항 2] 제1항에 있어서,
상기 정광은 불순물을 더 포함하고,
상기 금이 포함된 정광을 산성 용액에 혼합하는 단계에서, 상기 불순물은 상기 산성 용액에 용해되며,
상기 정광이 혼합된 산성 용액에 마이크로웨이브를 조사하여 상기 산성 용액에 용해되지 않은 금을 포함하는 용출 용액과 고체 잔류물을 형성하는 단계에서, 상기 산성 용액에 용해되지 않은 금은 상기 용출 용액에 나노 입자 상태로 분산된 것을 특징으로 하는 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법.

[청구항 3] 제1항에 있어서,
상기 산성 용액은 질산(HNO_3)인 것을 특징으로 하는 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법.

[청구항 4] 제1항에 있어서,
상기 산성 용액의 농도는 1M 내지 6M인 것을 특징으로 하는 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법.

[청구항 5] 제1항에 있어서,
상기 정광이 혼합된 산성 용액에 700초 내지 720초 동안 마이크로웨이브를 조사하는 것을 특징으로 하는 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법.

[청구항 6] 제1항에 있어서,
상기 마이크로웨이브의 주파수는 2.4GHz 내지 2.5GHz인 것을 특징으로 하는 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법.

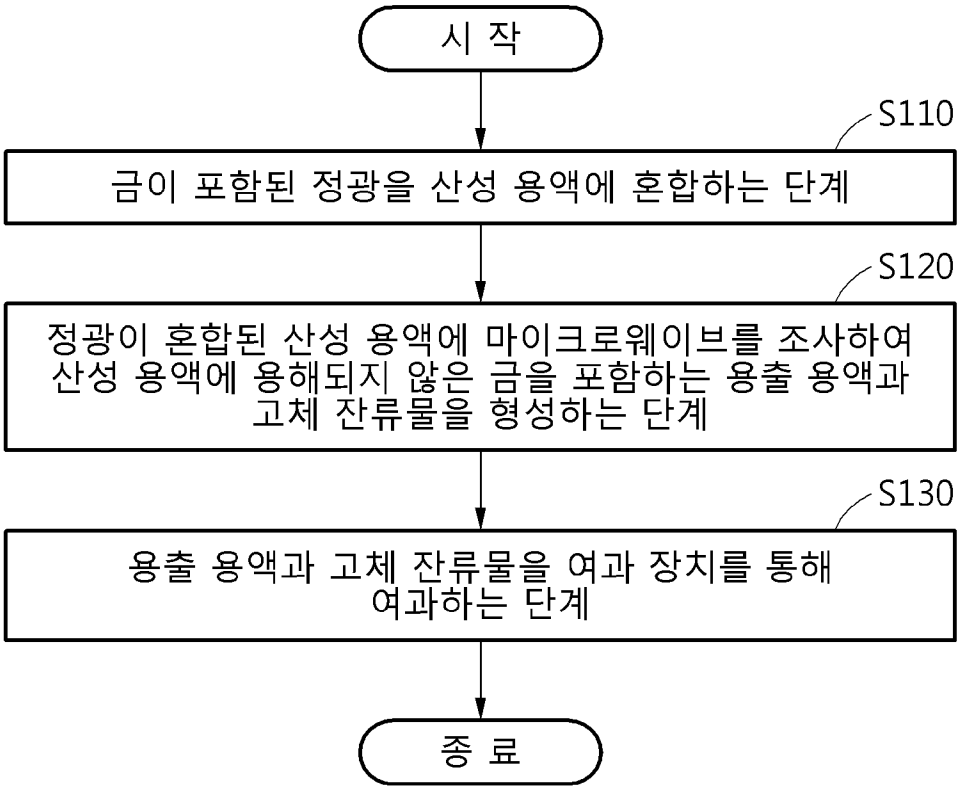
[청구항 7] 제1항에 있어서,
상기 여과 장치는 여과지를 포함하고,
상기 여과지의 기공 크기는 1μm 내지 2μm인 것을 특징으로 하는 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법.

[청구항 8] 제1항에 있어서,
상기 여과 장치는 5,000Pa 내지 5,500Pa의 압력으로 여과를 수행하는 것을 특징으로 하는 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법.

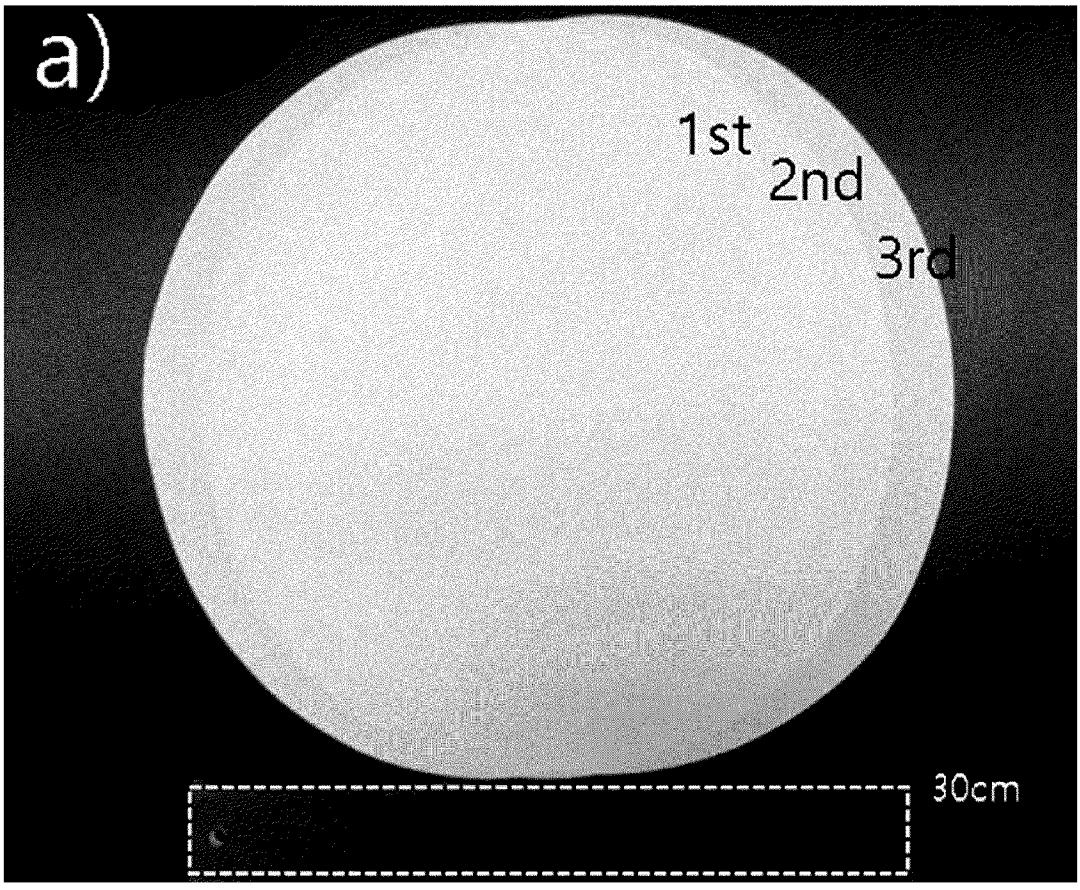
[청구항 9] 제7항에 있어서,

상기 금은 상기 여과지의 표면 또는 상기 기공의 벽면에 흡착되는 것을 특징으로 하는 마이크로웨이브를 이용한 금 회수 방법.

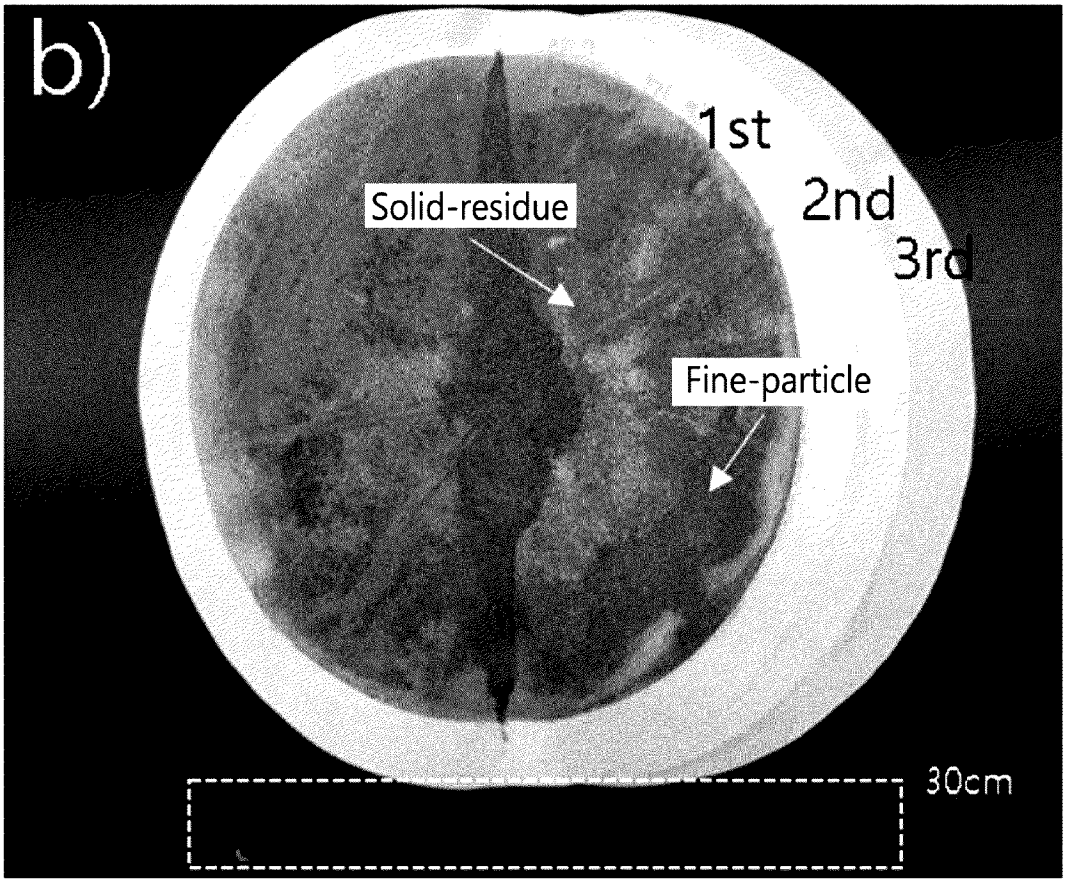
[도1]


시 작
S110
금이 포함된 정광을 산성 용액에 혼합하는 단계
S120
정광이 혼합된 산성 용액에 마이크로웨이브를 조사하여 산성 용액에 용해되지 않은 금을 포함하는 용출 용액과 고체 잔류물을 형성하는 단계
S130
용출 용액과 고체 잔류물을 여과 장치를 통해 여과하는 단계
종 료

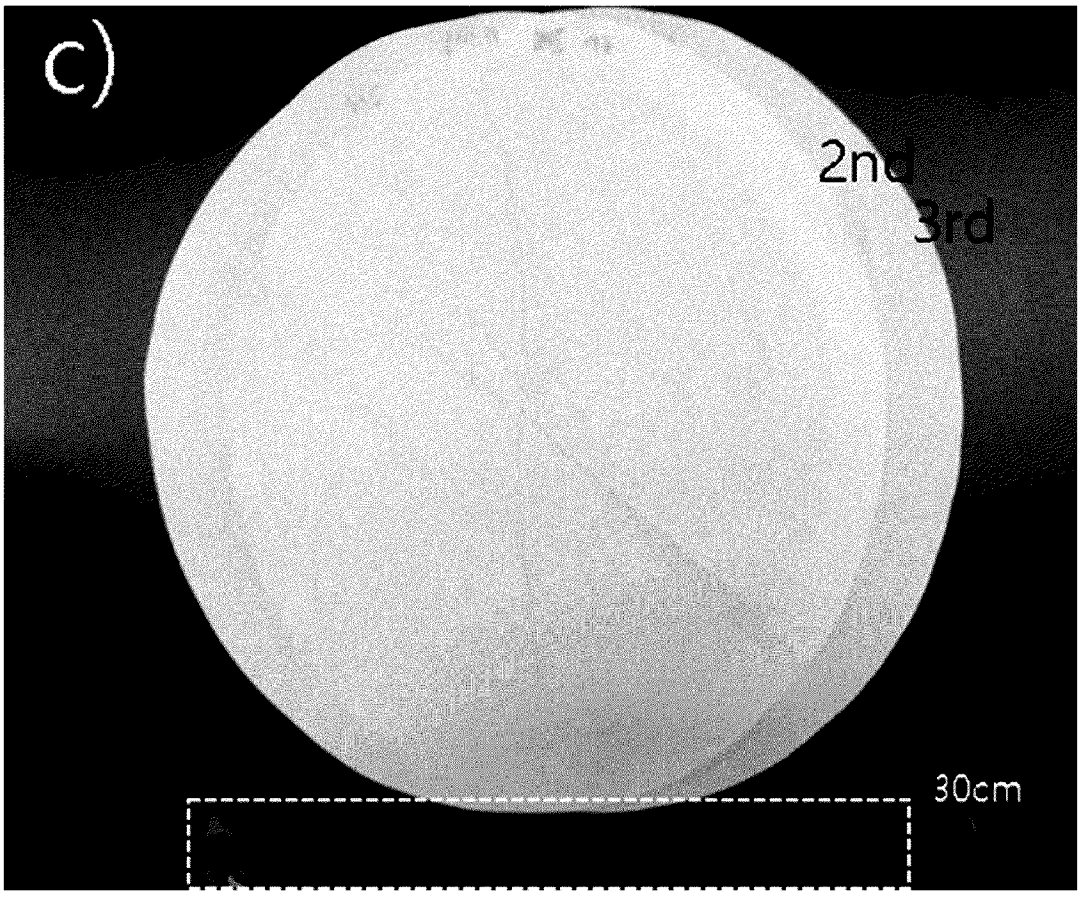
[도2a]


a)
1st
2nd
3rd
30cm

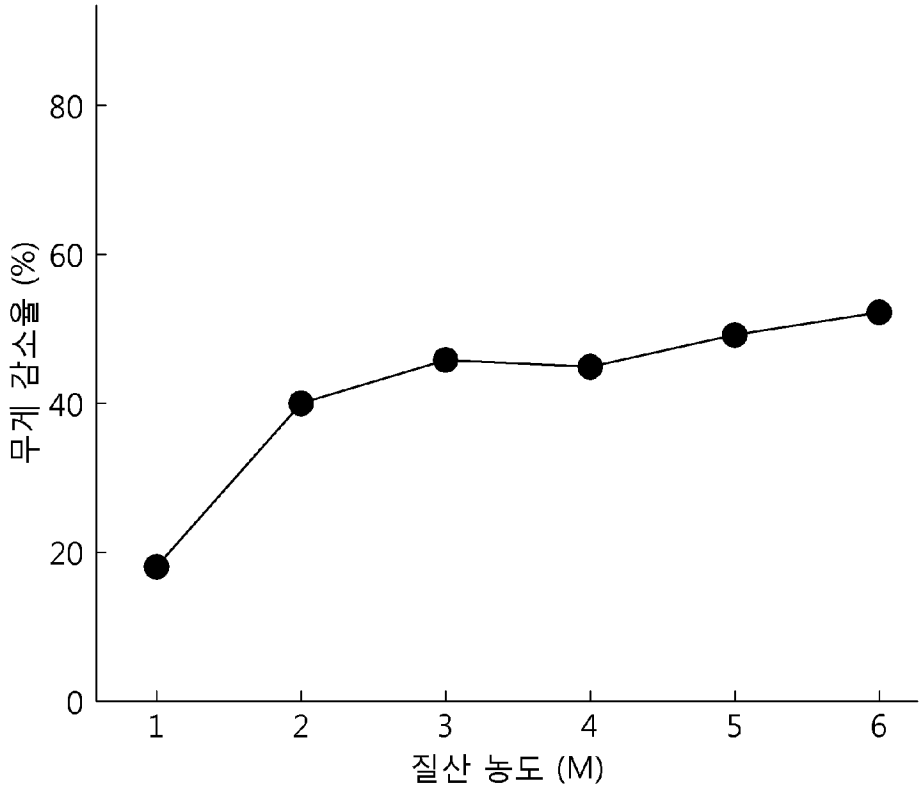
[도2b]



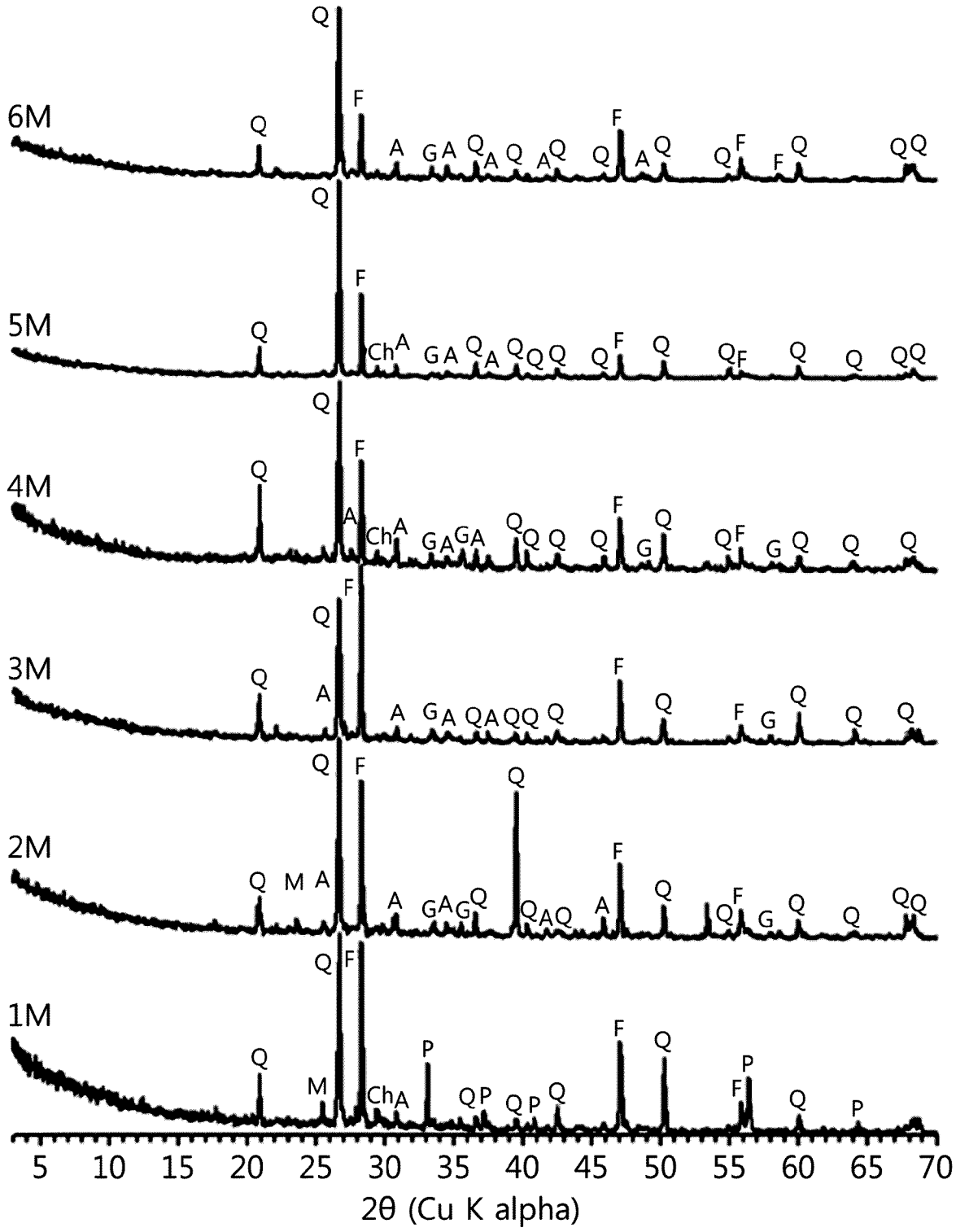
[도2c]



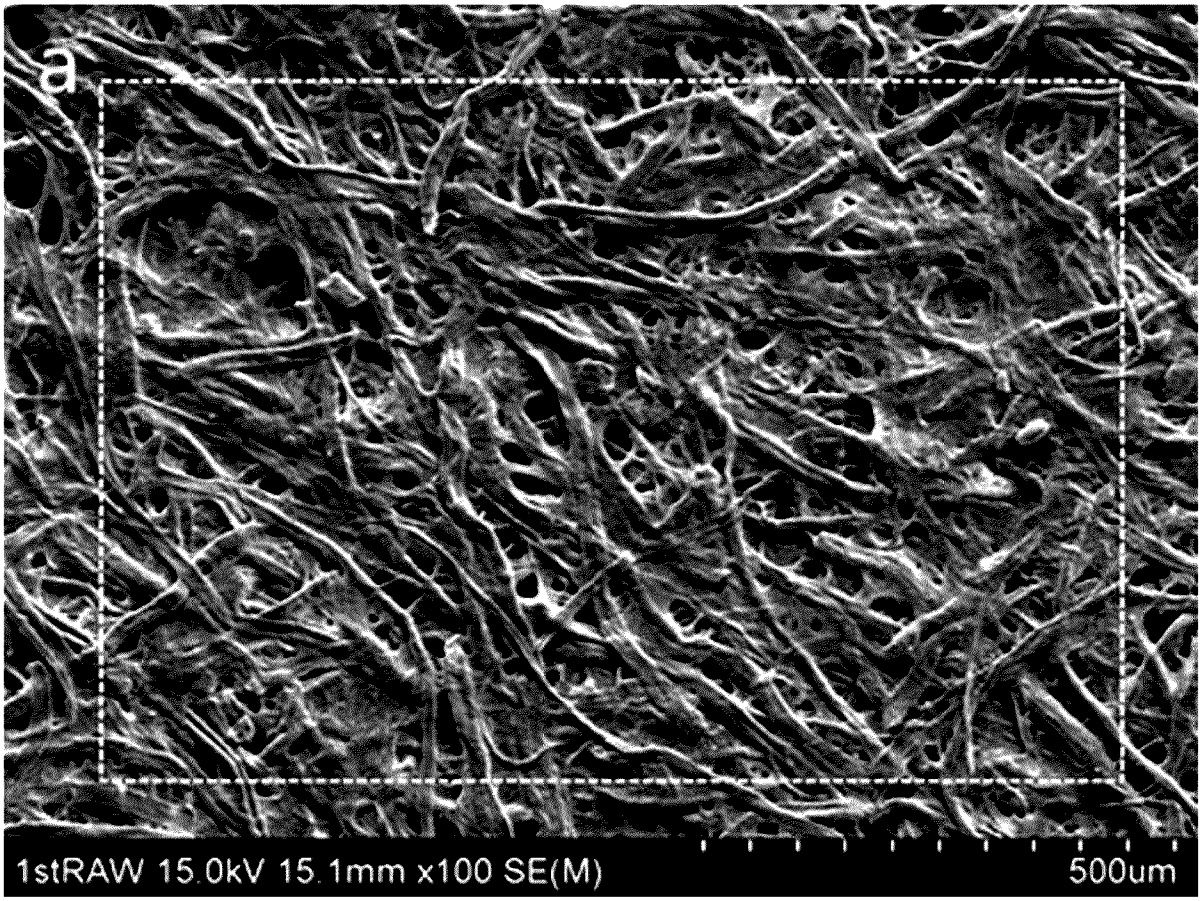
[도3]



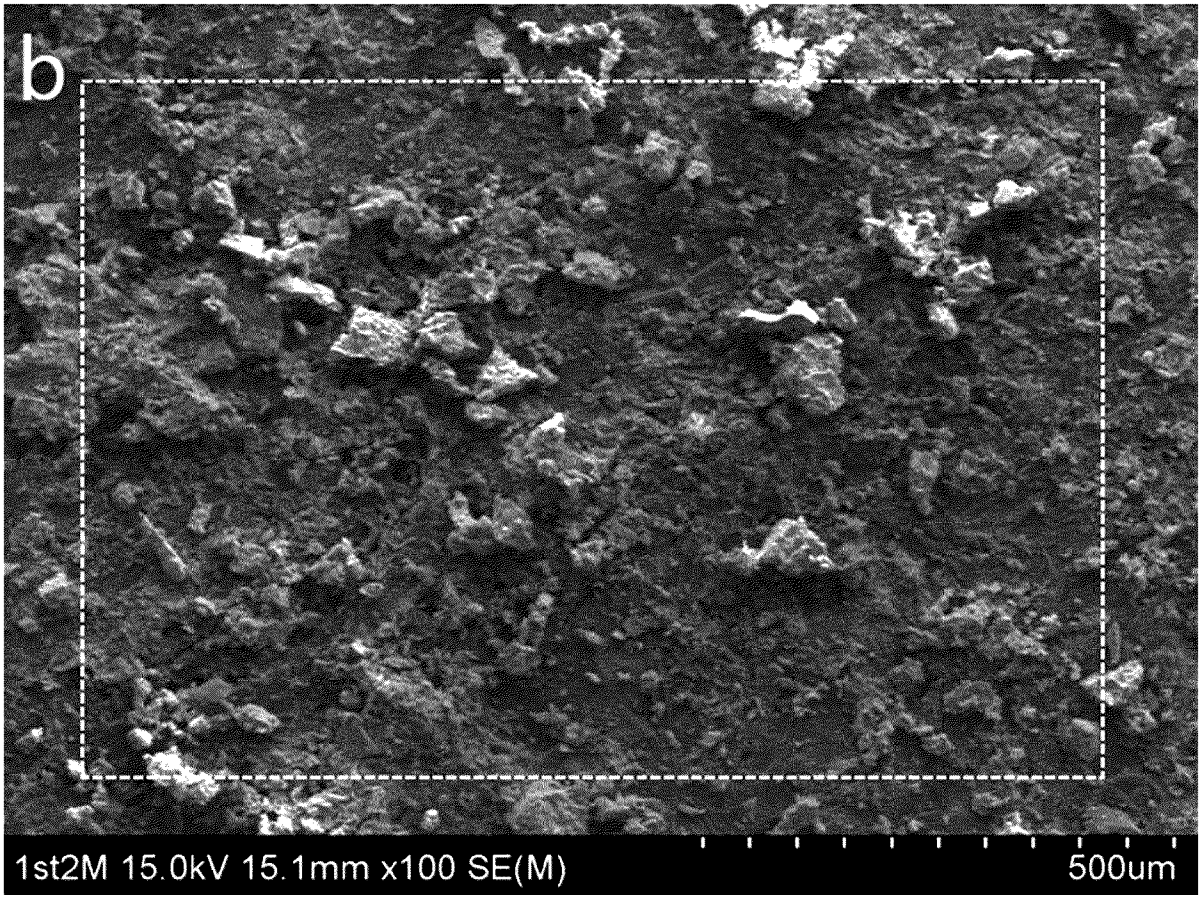
[도4]


6M
5M
4M
3M
2M
1M
Q
F
A
G
Ch
M
P
5 10 15 20 25 30 35 40 45 50 55 60 65 70
2θ (Cu K alpha)

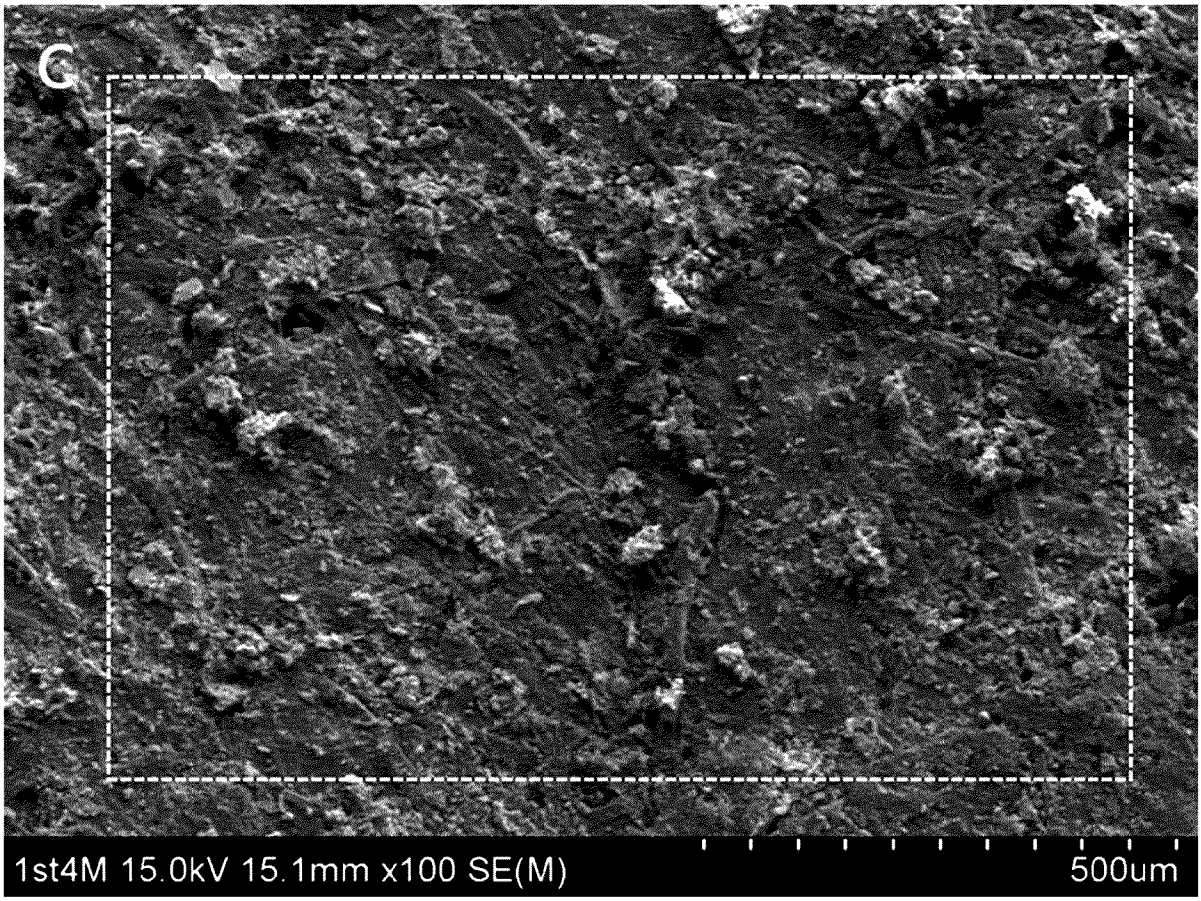
[도5a]


a
1stRAW 15.0kV 15.1mm x100 SE(M)
500um

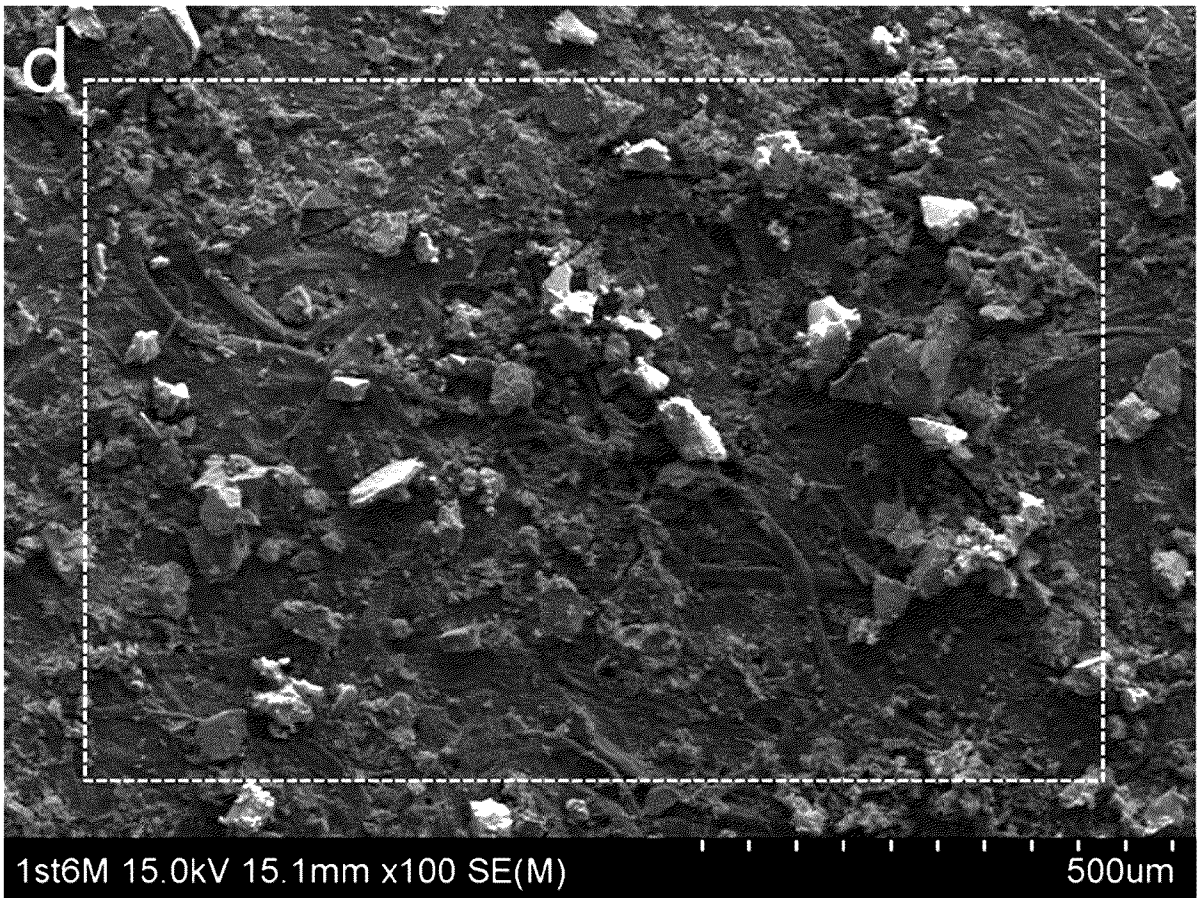
[도5b]


b
1st2M 15.0kV 15.1mm x100 SE(M)
500um

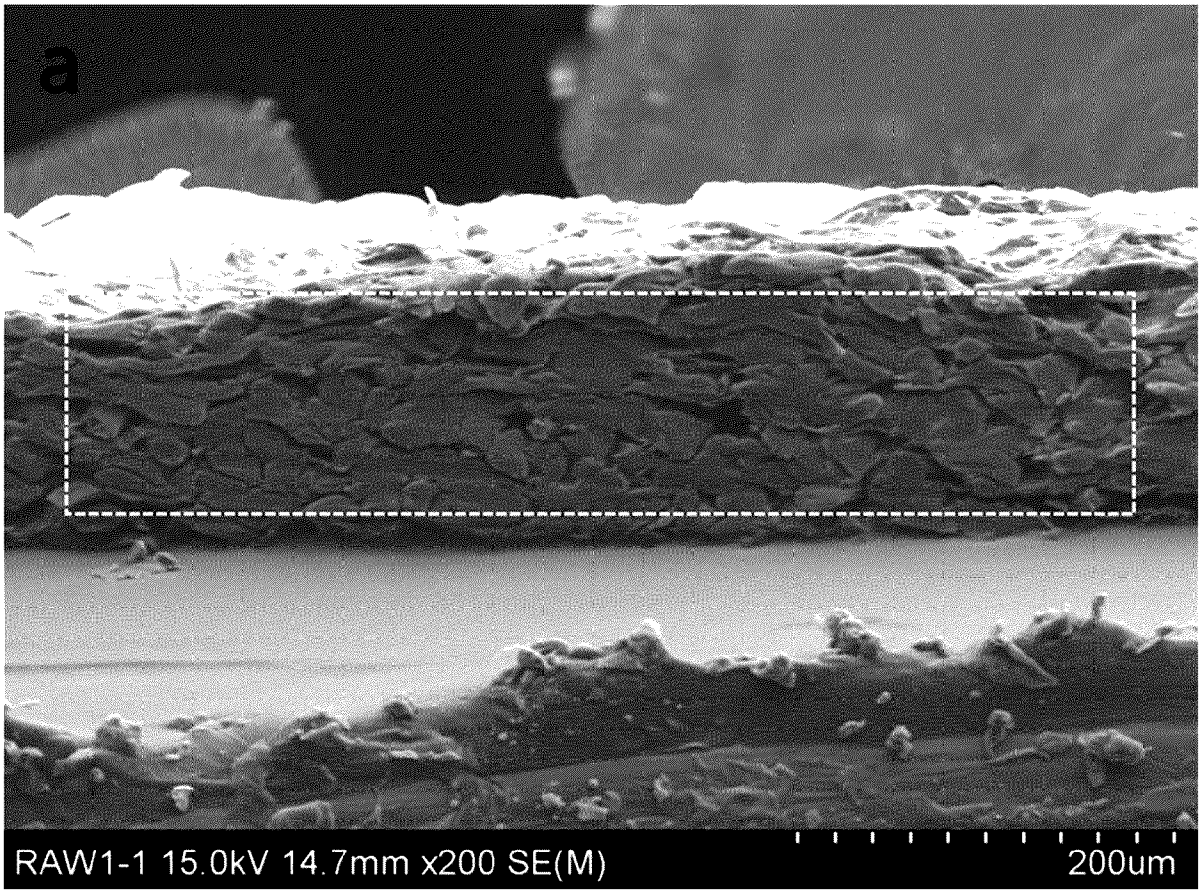
[도5c]


c
1st4M 15.0kV 15.1mm x100 SE(M)
500um

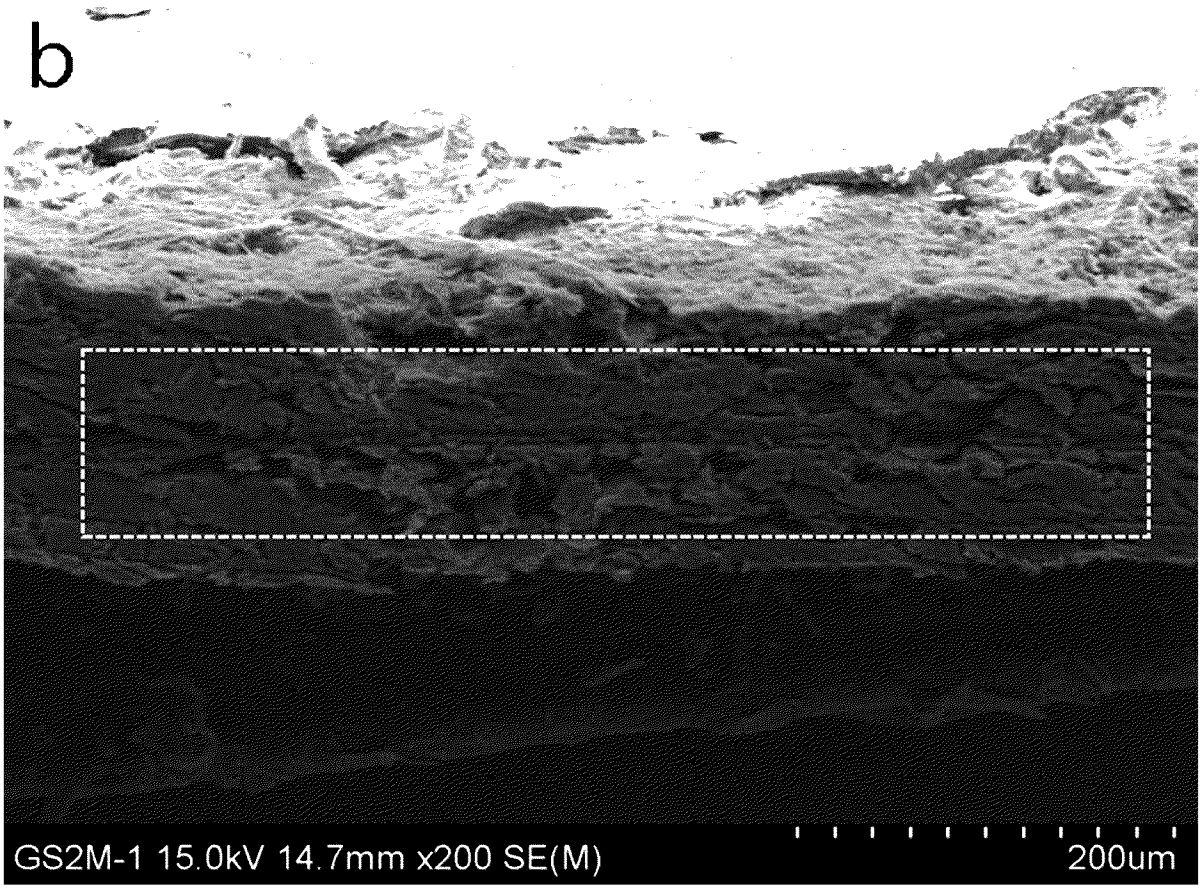
[도5d]


d
1st6M 15.0kV 15.1mm x100 SE(M)
500um

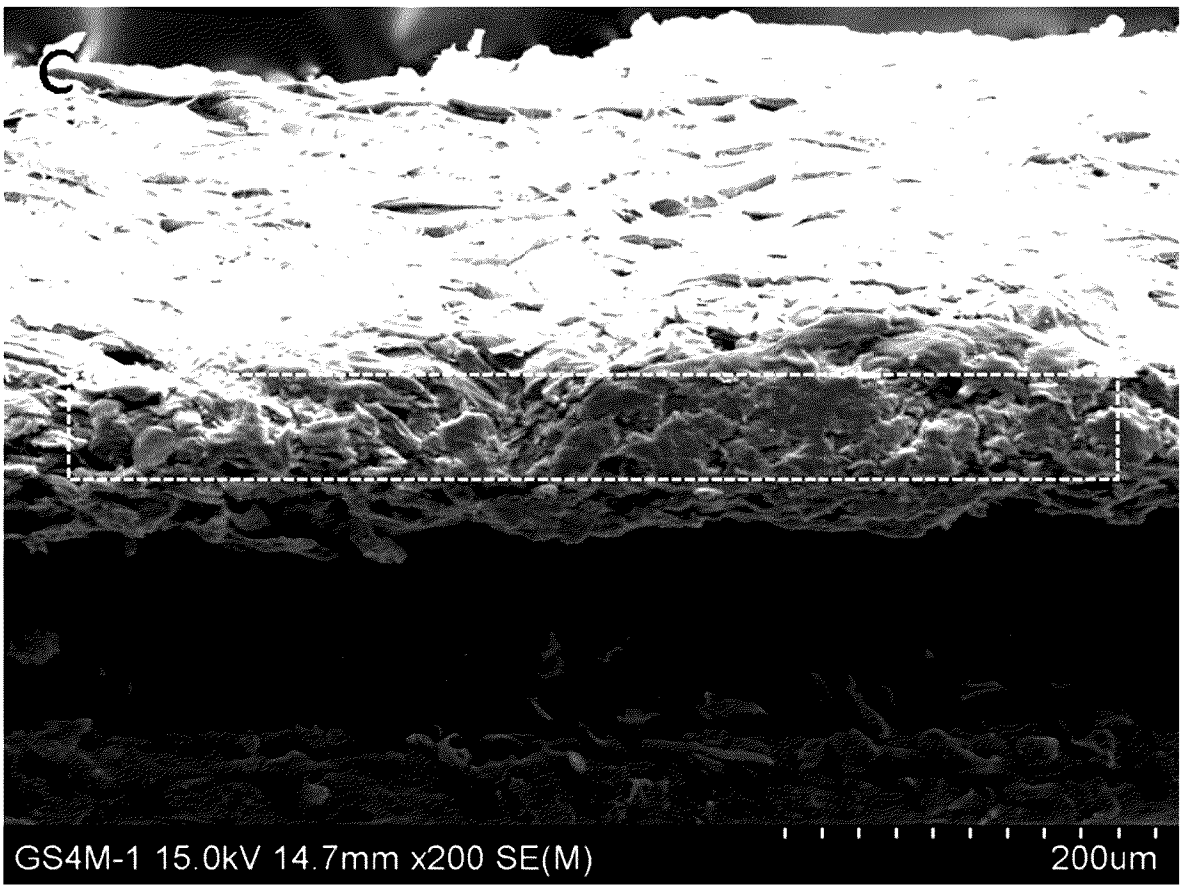
[도6a]


a
RAW1-1 15.0kV 14.7mm x200 SE(M)
200um

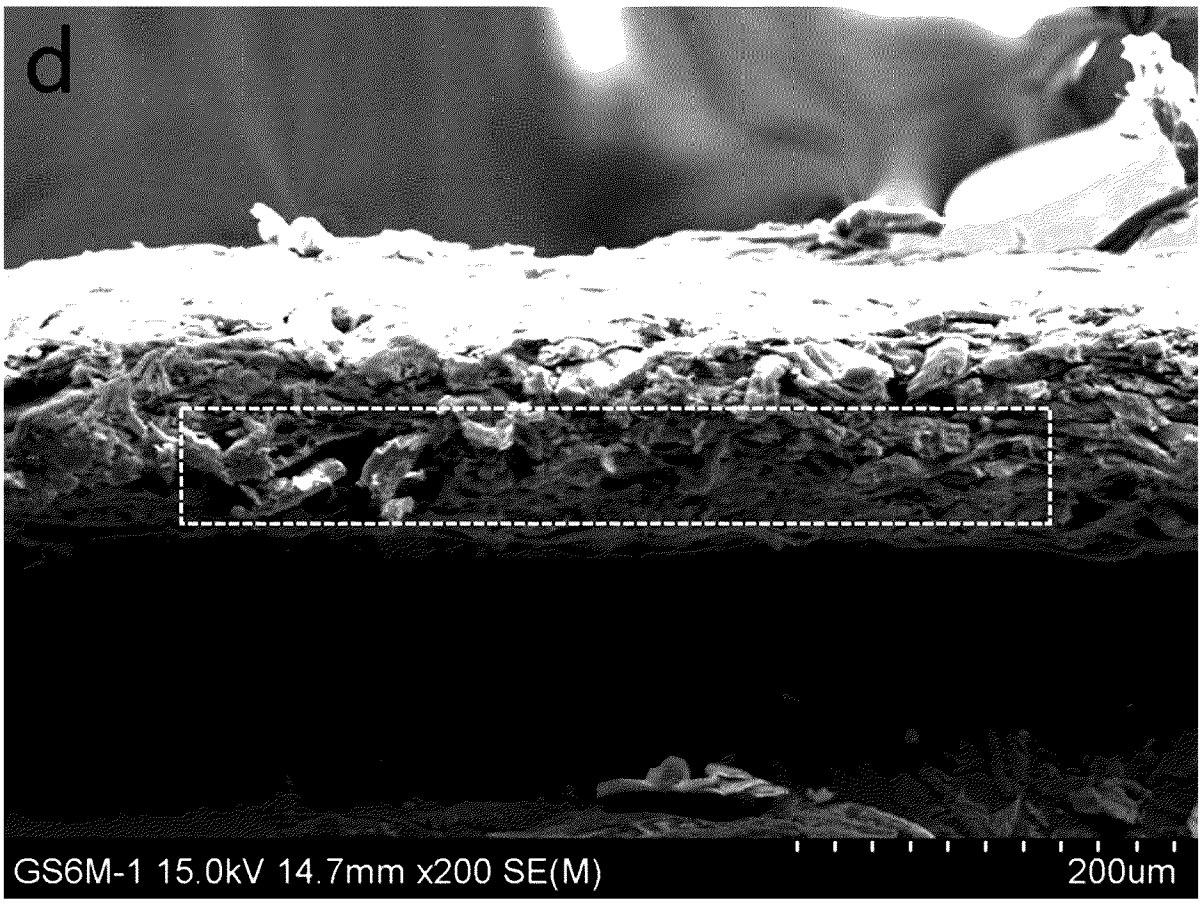
[도6b]


b
GS2M-1 15.0kV 14.7mm x200 SE(M)
200um

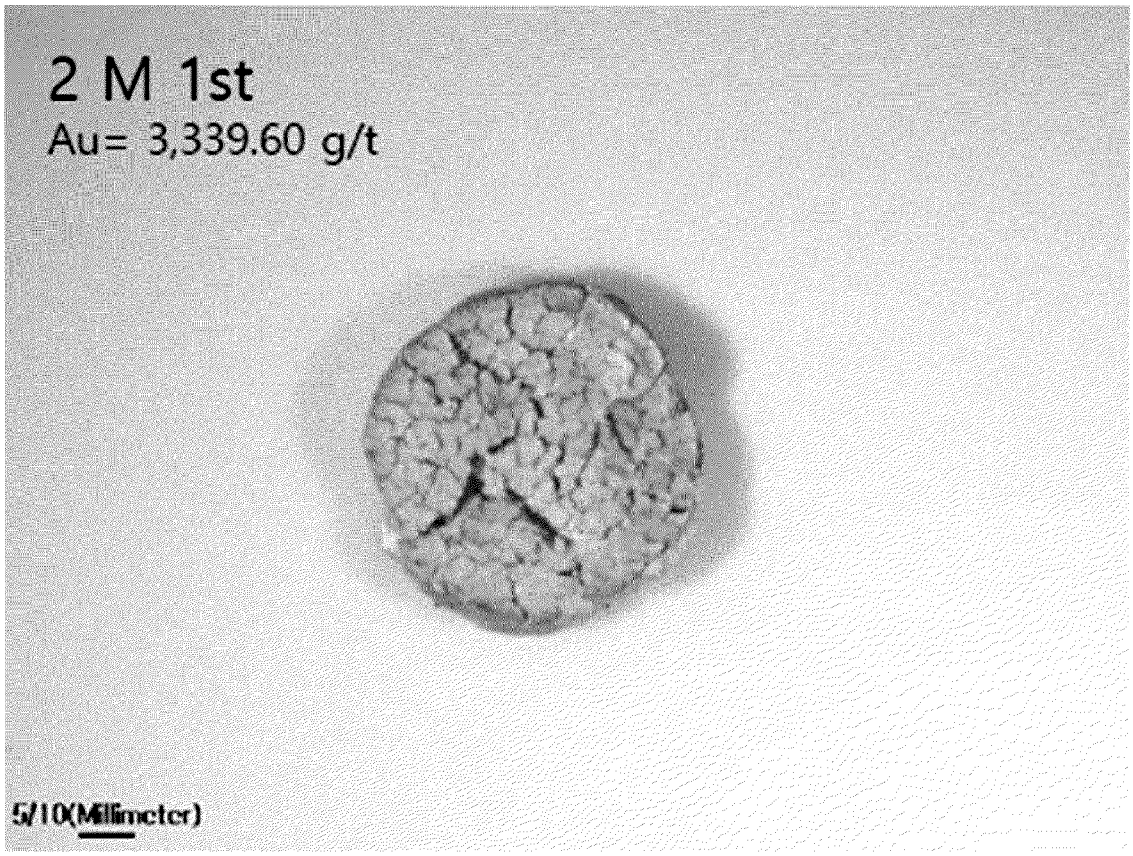
[도6c]


c
GS4M-1 15.0kV 14.7mm x200 SE(M)
200um

[도6d]


d
GS6M-1 15.0kV 14.7mm x200 SE(M)
200um

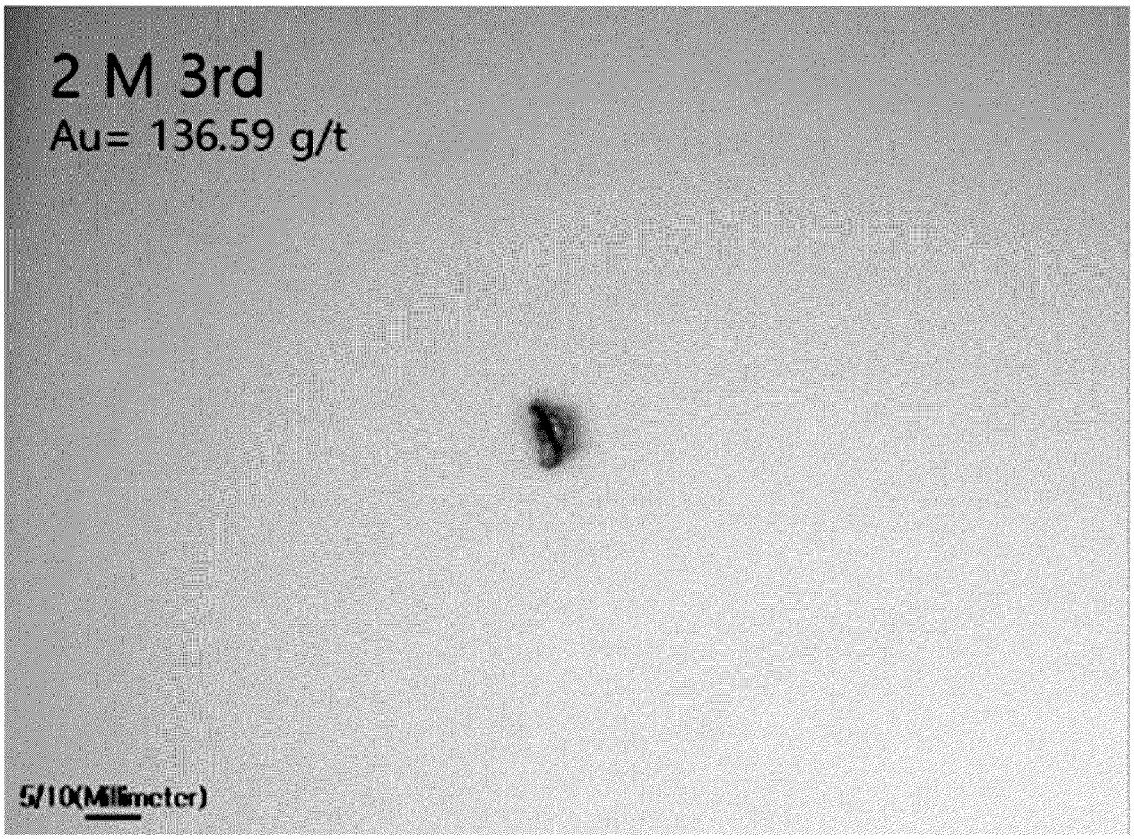
[도7a]


2 M 1st
Au= 3,339.60 g/t
5/10(Millimeter)

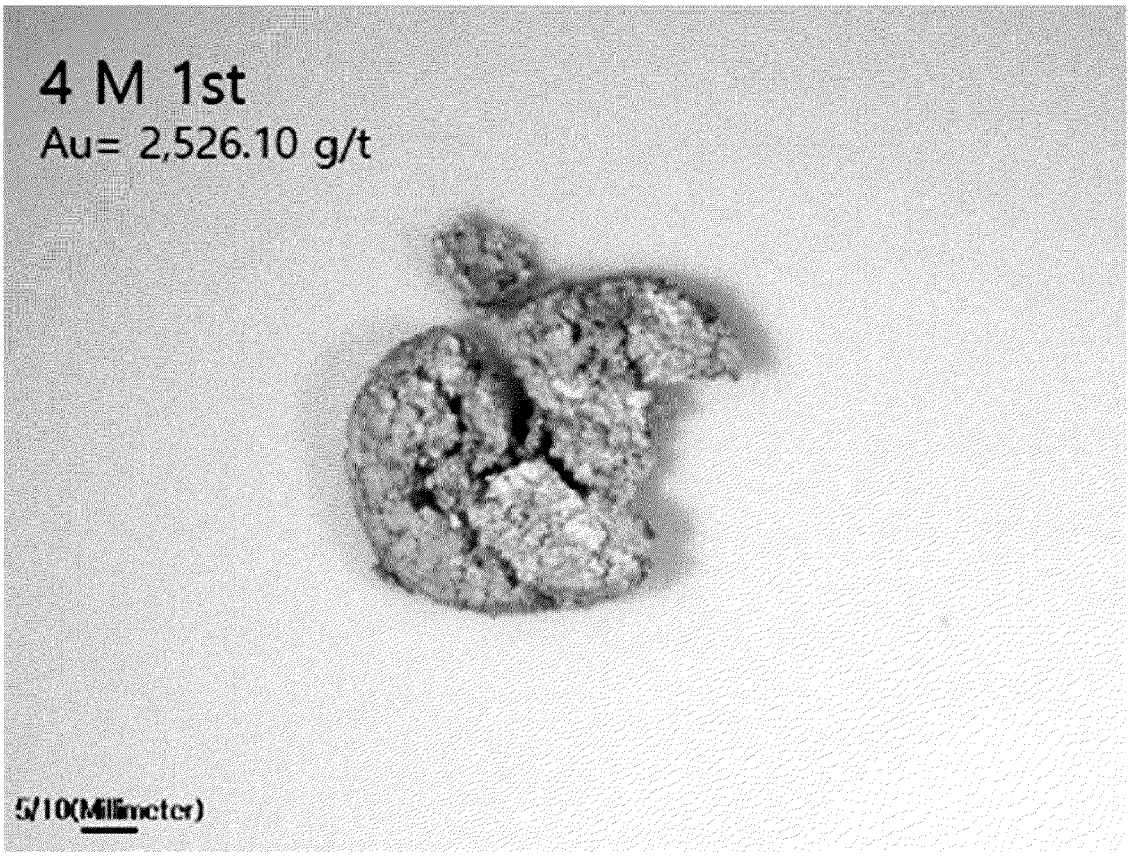
[도7b]

2 M 2nd
Au= 673.81 g/t
5/10(Millimeter)

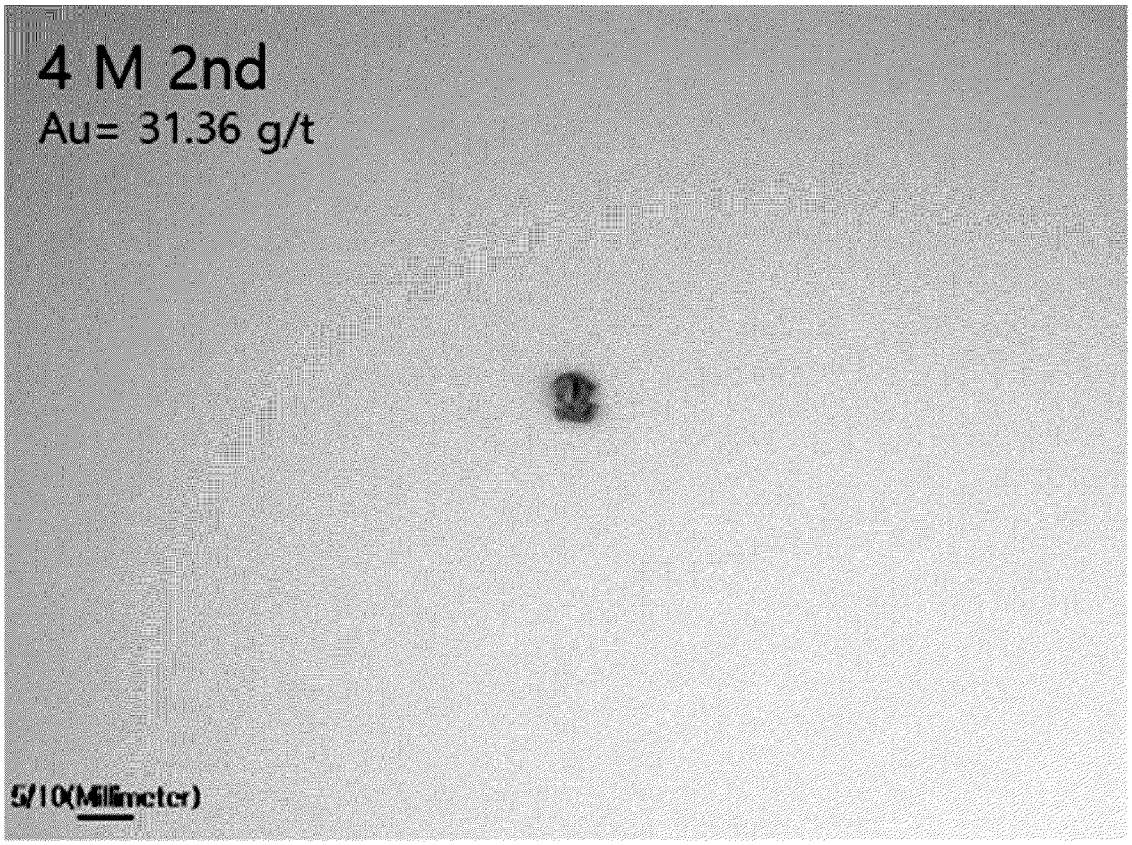
[도7c]


2 M 3rd
Au= 136.59 g/t
5/10(Millimeter)

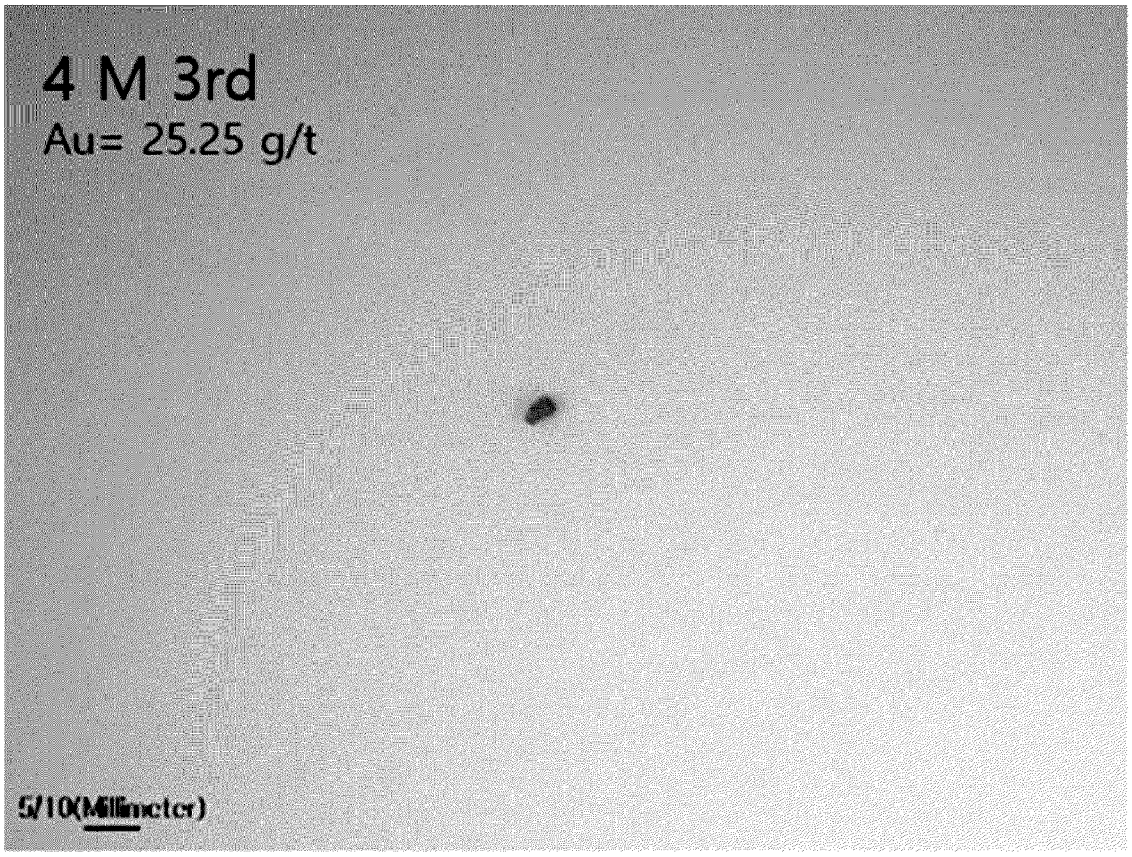
[도8a]


4 M 1st
Au= 2,526.10 g/t
5/10(Millimeter)

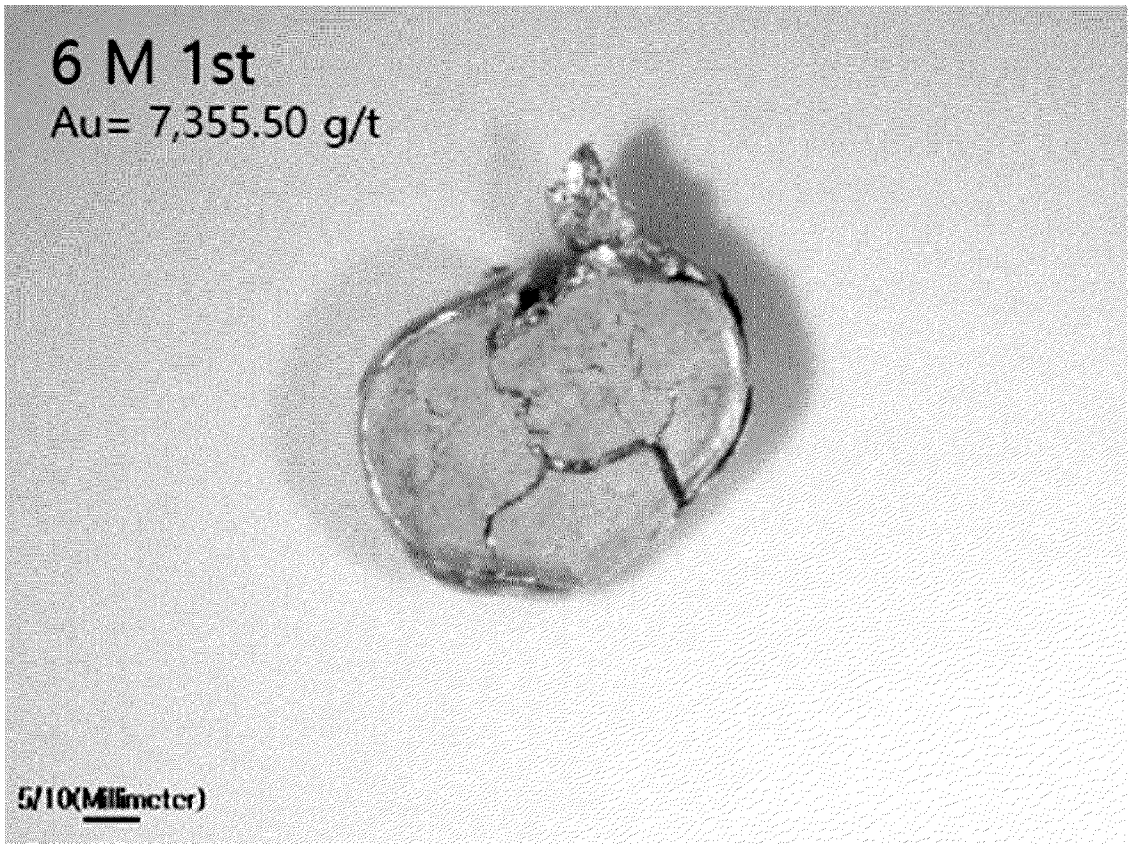
[도8b]


4 M 2nd
Au= 31.36 g/t
5/10(Millimeter)

[도8c]


4 M 3rd
Au= 25.25 g/t
5/10(Millimeter)

[도9a]


6 M 1st
Au= 7,355.50 g/t
5/10(Millimeter)

[도9b]

6 M 2nd
Au= 159.26 g/t
5/10(Millimeter)

[도9c]

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/KR2020/011718

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C22B 3/06(2006.01)i; **C22B 3/22**(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C22B 3/06(2006.01); C01B 35/02(2006.01); C01B 35/12(2006.01); C22B 11/00(2006.01); C22B 15/00(2006.01); C22B 3/00(2006.01); C22B 3/02(2006.01); C22B 30/04(2006.01); C22B 7/00(2006.01)

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Korean utility models and applications for utility models: IPC as above
Japanese utility models and applications for utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

eKOMPASS (KIPO internal) & keywords: 금(gold), 마이크로웨이브(microwave), 산성용액(acidic solution), 여과(filtration), 불순물(impurities)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	KR 10-1948527 B1 (SIM, Jae Hyun) 15 February 2019 (2019-02-15) See paragraph [0034]; and claims 1-2.	1-9
Y	KR 10-2013-0057490 A (SHENZHEN GEM HIGH-TECH CO., LTD.) 31 May 2013 (2013-05-31) See paragraph [0034]; and claims 1-2 and 6.	1-9
A	KR 10-2006-0018021 A (KOREA INSTITUTE OF CERAMIC ENGINEERING AND TECHNOLOGY) 28 February 2006 (2006-02-28) See claims 1-2.	1-9
A	JP 2015-196848 A (JX NIPPON MINING & METALS CORP.) 09 November 2015 (2015-11-09) See claims 1-5; and figures 1-3.	1-9
A	US 2009-0049954 A1 (SHORE et al.) 26 February 2009 (2009-02-26) See claims 1-11.	1-9

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☑ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"D" document cited by the applicant in the international application
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
12 January 2021	**12 January 2021**

Name and mailing address of the ISA/KR	Authorized officer
Korean Intellectual Property Office **Government Complex-Daejeon Building 4, 189 Cheongsa-ro, Seo-gu, Daejeon 35208**	
Facsimile No. **+82-42-481-8578**	Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/KR2020/011718

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
KR	10-1948527	B1	15 February 2019	None			
KR	10-2013-0057490	A	31 May 2013	CN	102441553	A	09 May 2012
				CN	102441553	B	02 July 2014
				EP	2628809	A1	21 August 2013
				EP	2628809	A4	09 August 2017
				EP	2628809	B1	29 May 2019
				JP	2013-544964	A	19 December 2013
				JP	5690409	B2	25 March 2015
				KR	10-1504193	B1	19 March 2015
				US	2013-0174694	A1	11 July 2013
				US	9328398	B2	03 May 2016
				WO	2012-048474	A1	19 April 2012
KR	10-2006-0018021	A	28 February 2006	KR	10-0621356	B1	13 September 2006
JP	2015-196848	A	09 November 2015	JP	6267042	B2	24 January 2018
US	2009-0049954	A1	26 February 2009	AU	2008-293739	A1	05 March 2009
				CA	2697367	A1	05 March 2009
				CA	2697367	C	28 March 2017
				EP	2191026	A1	02 June 2010
				JP	2016-006769	A	14 January 2016
				JP	5784307	B2	24 September 2015
				JP	6058074	B2	11 January 2017
				US	7635534	B2	22 December 2009
				WO	2009-029463	A1	05 March 2009

국 제 조 사 보 고 서

국제출원번호
PCT/KR2020/011718

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))

C22B 3/06(2006.01)i; **C22B 3/22**(2006.01)i

B. 조사된 분야

조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재)

C22B 3/06(2006.01); C01B 35/02(2006.01); C01B 35/12(2006.01); C22B 11/00(2006.01); C22B 15/00(2006.01); C22B 3/00(2006.01); C22B 3/02(2006.01); C22B 30/04(2006.01); C22B 7/00(2006.01)

조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌

한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC
일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우))

eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 금(gold), 마이크로웨이브(microwave), 산성용액(acidic solution), 여과(filtration), 불순물(impurities)

C. 관련 문헌

카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
Y	KR 10-1948527 B1 (심재현) 2019.02.15 단락 [0034]; 및 청구항 1-2	1-9
Y	KR 10-2013-0057490 A (센젠 젬 하이테크 컴퍼니 리미티드) 2013.05.31 단락 [0034]; 및 청구항 1-2, 6	1-9
A	KR 10-2006-0018021 A (요업기술원) 2006.02.28 청구항 1-2	1-9
A	JP 2015-196848 A (JX NIPPON MINING & METALS CORP.) 2015.11.09 청구항 1-5; 및 도면 1-3	1-9
A	US 2009-0049954 A1 (SHORE 등) 2009.02.26 청구항 1-11	1-9

☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다.

☑ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.

* 인용된 문헌의 특별 카테고리:

"A" 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌
"D" 본 국제출원에서 출원인이 인용한 문헌
"E" 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌
"L" 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌
"O" 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌
"P" 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌
"T" 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌
"X" 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다.
"Y" 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다.
"&" 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌

국제조사의 실제 완료일	국제조사보고서 발송일
2021년01월12일(12.01.2021)	**2021년01월12일(12.01.2021)**

ISA/KR의 명칭 및 우편주소

대한민국 특허청
(35208) 대전광역시 서구 청사로 189, 4동 (둔산동, 정부대전청사)

팩스 번호 **+82-42-481-8578**

심사관

방승훈

전화번호 **+82-42-481-5560**

국 제 조 사 보 고 서
대응특허에 관한 정보

국제출원번호
PCT/KR2020/011718

국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
KR 10-1948527 B1	2019/02/15	없음	
KR 10-2013-0057490 A	2013/05/31	CN 102441553 A	2012/05/09
		CN 102441553 B	2014/07/02
		EP 2628809 A1	2013/08/21
		EP 2628809 A4	2017/08/09
		EP 2628809 B1	2019/05/29
		JP 2013-544964 A	2013/12/19
		JP 5690409 B2	2015/03/25
		KR 10-1504193 B1	2015/03/19
		US 2013-0174694 A1	2013/07/11
		US 9328398 B2	2016/05/03
		WO 2012-048474 A1	2012/04/19
KR 10-2006-0018021 A	2006/02/28	KR 10-0621356 B1	2006/09/13
JP 2015-196848 A	2015/11/09	JP 6267042 B2	2018/01/24
US 2009-0049954 A1	2009/02/26	AU 2008-293739 A1	2009/03/05
		CA 2697367 A1	2009/03/05
		CA 2697367 C	2017/03/28
		EP 2191026 A1	2010/06/02
		JP 2016-006769 A	2016/01/14
		JP 5784307 B2	2015/09/24
		JP 6058074 B2	2017/01/11
		US 7635534 B2	2009/12/22
		WO 2009-029463 A1	2009/03/05