(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2021-0130006
(43) 공개일자 2021년10월29일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C22B 3/00 (2006.01) *C22B 3/22* (2006.01)
C22B 9/22 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C22B 11/04 (2021.05)
C22B 3/065 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2020-0048243
(22) 출원일자 2020년04월21일
심사청구일자 2020년04월21일

(71) 출원인
조선대학교산학협력단
광주광역시 동구 필문대로 309 (서석동)
(72) 발명자
박천영
광주광역시 동구 증심천로89번길 16, 103동 1402호(학동, 현대아파트)
이종주
광주광역시 서구 월드컵4강로112번길 10, 1동 404호(화정동, 대륙아파트)
(74) 대리인
특허법인아이엠

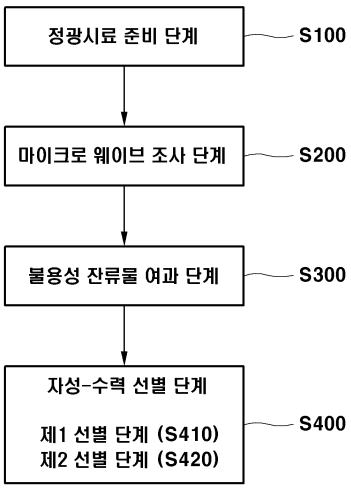
전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 발명의 명칭 **마이크로웨이브 및 자력-수력 선별을 이용한 금 회수 방법**

(57) 요 약

본 발명은 금 회수 방법에 관한 것으로, 보다 구체적으로는 정광시료와 산성 용액의 혼합물을 마이크로 웨이브로 조사한 다음, 수득된 불용성 잔류물을 이용하여 자력-수력 선별을 통해 금, 자철석, 석영으로 분리해냄으로써, 간단한 방법으로 금의 회수 효율을 향상시킬 수 있으며, 동시에 자철석과 석영을 회수할 수 있는 마이크로웨이브 및 자력-수력 선별을 이용한 금 회수 방법에 관한 것이다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
C22B 3/22 (2021.05)
C22B 9/225 (2013.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

정광시료를 준비하는 정광시료 준비단계;

준비된 정광시료와 산성 용액을 혼합한 혼합물을 마이크로웨이브로 조사하여, 용출용액과 불용성잔류물을 형성하는 마이크로웨이브 조사단계;

상기 용출용액과 상기 불용성잔류물을 여과하여, 상기 불용성 잔류물을 분리해내는 불용성 잔류물 여과단계;

상기 불용성 잔류물로부터 자력과 비중을 이용하여 금을 분리해내는 자력-수력 선별단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 금 회수 방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 산성 용액은 질산(HNO_3)이 이용되는 것을 특징으로 하는 금 회수 방법.

청구항 3

제 2항에 있어서,

상기 질산의 농도는 2M 내지 6M인 것을 특징으로 하는 금 회수 방법.

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 마이크로웨이브 조사단계에서,

상기 마이크로웨이브의 조사는 9분 내지 15분 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 금 회수 방법.

청구항 5

제 4항에 있어서,

상기 마이크로웨이브 조사단계에서,

상기 마이크로웨이브의 주파수는 2.4GHz 내지 2.5GHz인 것을 특징으로 하는 금 회수 방법.

청구항 6

제 1항에 있어서,

상기 불용성 잔류물 여과단계는 여과지를 이용하여 상기 용출용액과 상기 불용성 잔류물이 분리되며,

상기 여과지의 기공크기는 1㎛ 내지 2㎛인 것을 특징으로 하는 금 회수 방법.

청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 자력-수력 선별단계는 상기 불용성 잔류물로부터 자성광물과 비자성광물을 분리해내는 제1 선별단계; 및

상기 비자성광물로부터 금을 포함하는 중광물과 석영을 포함하는 경광물을 분리해내는 제2 선별단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 금 회수 방법.

청구항 8

제 7항에 있어서,

상기 자력-수력 선별단계는

측방향으로 형성되는 제1 유로와, 상기 제1 유로의 일단에서 상부방향으로 일체로 연장형성되는 제2 유로를 포함하고, 양단이 개방된 L자형 유리관;

상기 L자형 유리관의 일단을 통해 증류수 및 불용성 잔류물을 공급하는 유량계;

상기 L자형 유리관의 하부면에 착탈가능하게 구비되는 영구자석;을 포함하는 자력-수력 선별장치에 의해 수행되는 것을 특징으로 하는 금 회수 방법.

청구항 9

제 8항에 있어서,

상기 영구자석은 다수개가 다단형태로 결합되어 구비되는 것을 특징으로 하는 금 회수 방법.

청구항 10

제 8항에 있어서,

상기 제1 선별단계는 상기 L자형 유리관의 일단을 통해 증류수 및 불용성 잔류물이 내부로 유입되고, 상기 영구자석에 의해 자철석을 포함하는 자성광물이 분리되어, 타단을 통해 비자성광물이 배출되게 하고,

상기 제2 선별단계는 상기 제1 선별단계를 통해 배출되는 비자성광물과 증류수를 상기 L자형 유리관의 일단을 통해 유입시켜, 금을 포함하는 중광물은 상기 L자형 유리관에 잔존되게 하고, 석영을 포함하는 경광물은 타단을 통해 배출되게 하는 것을 특징으로 하는 금 회수 방법.

청구항 11

제 10항에 있어서,

상기 제1 선별단계에서 상기 유량계는 380ml/min를 초과하도록 제어하는 것을 특징으로 하는 금 회수 방법.

청구항 12

제 11항에 있어서,

상기 제2 선별단계에서 상기 유량계는 365ml/min 내지 370ml/min으로 제어하는 것을 특징으로 하는 금 회수 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 금 회수 방법에 관한 것으로, 보다 구체적으로는 정광시료와 산성 용액의 혼합물을 마이크로 웨이브로 조사한 다음, 수득된 불용성 잔류물을 이용하여 자력-수력 선별을 통해 금, 자철석, 석영으로 분리해냄으로써, 간단한 방법으로 금의 회수 효율을 향상시킬 수 있으며, 동시에 자철석과 석영을 회수할 수 있는 마이크로웨이브 및 자력-수력 선별을 이용한 금 회수 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 금은 주로 황철석과 황비철석에 수반되며, 이들 황화광물에서 수반되는 금은 가시성 금(visible gold)과 비가시성 금(invisible gold)으로 구분된다.

[0003] 가시성 금은 광학현미경이나 주사전자현미경(SEM)으로 관찰이 가능하지만, 비가시성 금은 이들 현미경으로 관찰하기 매우 어렵다.

[0004] 관찰하기 어려운 이유는 비가시성 금이 광학현미경의 검출한계인 1㎛이하로, 혹은 주사전자현미경의 검출한계인 0.1㎛ 이하로 극미립자상태 또는 고용체(solid solution) 상태로 황철석이나 황비철석에 포획되어 있기 때문이다(Fleet and Mumin, 1997; Ashley et al., 2000; Reich et al., 2005; Hough et al., 2011).

[0005] 한편, 종래의 금 용출 방법은 금을 포획하고 있는 황화물 정광에 시안(cyanide)이나 비-시안(non-cyanide) 용매를 첨가하여 금을 이온 상태로 용해시켜 회수한다.

[0006] 하지만, 종래의 금 용출 방법은 비가시성 금이 극미립자로 황화광물에 포획되어 있거나, 고용체를 형성하고 있기 때문에 금이 잘 용해되지 않는 문제점이 있었다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명은 이러한 문제점을 해결하기 위해 안출된 것으로, 본 발명의 목적은 금을 포함하는 정광시료로부터 금을 간단하면서도 높은 회수율로 회수할 수 있는 마이크로웨이브 및 자력-수력 선별을 이용한 금 회수 방법을 제공하기 위한 것이다.

[0009] 또한, 본 발명의 다른 목적은 정광시료에 함유되는 석영과 황철석을 금과 함께 용이하게 회수할 수 있는 마이크로웨이브 및 자력-수력 선별을 이용한 금 회수 방법을 제공하기 위한 것이다.

[0010] 본 발명의 목적들은 이상에서 언급한 목적들로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 목적들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

[0011] 상기의 목적을 달성하기 위하여 본 발명은 정광시료를 준비하는 정광시료 준비단계; 준비된 정광시료와 산성 용액을 혼합한 혼합물을 마이크로웨이브로 조사하여, 용출용액과 불용성잔류물을 형성하는 마이크로웨이브 조사단계; 상기 용출용액과 상기 불용성잔류물을 여과하여, 상기 불용성 잔류물을 분리해내는 불용성 잔류물 여과단계; 상기 불용성 잔류물로부터 자력과 비중을 이용하여 금을 분리해내는 자력-수력 선별단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 금 회수 방법을 제공한다.

[0012] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 산성 용액은 질산(HNO_3)이 이용된다.

[0013] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 질산의 농도는 2M 내지 6M이다.

[0014] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 마이크로웨이브 조사단계에서, 상기 마이크로웨이브의 조사는 9분 내지 15분 동안 수행된다.

[0015] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 마이크로웨이브 조사단계에서, 상기 마이크로웨이브의 주파수는 2.4GHz 내지

2.5GHz이다.

[0016] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 불용성 잔류물 여과단계는 여과지를 이용하여 상기 용출용액과 상기 불용성 잔류물이 분리되며, 상기 여과지의 기공크기는 1㎛ 내지 2㎛이다.

[0017] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 자력-수력 선별단계는 상기 불용성 잔류물로부터 자성광물과 비자성광물을 분리해내는 제1 선별단계; 및 상기 비자성광물로부터 금을 포함하는 중광물과 석영을 포함하는 경광물을 분리해내는 제2 선별단계;를 포함한다.

[0018] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 자력-수력 선별단계는 측방향으로 형성되는 제1 유로와, 상기 제1 유로의 일단에서 상부방향으로 일체로 연장형성되는 제2 유로를 포함하고, 양단이 개방된 L자형 유리관; 상기 L자형 유리관의 일단을 통해 증류수 및 불용성 잔류물을 공급하는 유량계; 상기 L자형 유리관의 하부면에 착탈가능하게 구비되는 영구자석;을 포함하는 자력-수력 선별장치에 의해 수행된다.

[0019] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 영구자석은 다수개가 다단형태로 결합되어 구비된다.

[0020] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 제1 선별단계는 상기 L자형 유리관의 일단을 통해 증류수 및 불용성 잔류물이 내부로 유입되고, 상기 영구자석에 의해 자철석을 포함하는 자성광물이 분리되어, 타단을 통해 비자성광물이 배출되게 하고, 상기 제2 선별단계는 상기 제1 선별단계를 통해 배출되는 비자성광물과 증류수를 상기 L자형 유리관의 일단을 통해 유입시켜, 금을 포함하는 중광물은 상기 L자형 유리관에 잔존되게 하고, 석영을 포함하는 경광물은 타단을 통해 배출되게 한다.

[0021] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 제1 선별단계에서 상기 유량계는 380ml/min를 초과하도록 제어한다.

[0022] 바람직한 실시예에 있어서, 상기 제2 선별단계에서 상기 유량계는 365ml/min 내지 370ml/min으로 제어한다.

발명의 효과

[0023] 본 발명은 다음과 같은 우수한 효과를 가진다.

[0024] 본 발명의 마이크로웨이브 및 자력-수력 선별을 이용한 금 회수 방법에 의하면, 정광시료와 질산 용액의 혼합물을 마이크로웨이브로 조사하여, 금이 맥석광물(석영)로부터 완전히 분리된 불용성 잔류물이 생성되게 하고, 자력과 비중을 이용한 자력-수력 선별을 통해 금을 간단하면서도 높은 회수율로 회수할 수 있는 효과가 있다.

[0025] 또한, 본 발명의 마이크로웨이브 및 자력-수력 선별을 이용한 금 회수 방법에 의하면, 정광시료에 함유되는 불순물들은 산성 용액에 의해 용출됨으로써, 순도가 높은 금을 회수할 수 있는 장점을 지닌다.

[0026] 또한, 본 발명의 마이크로웨이브 및 자력-수력 선별을 이용한 금 회수 방법에 의하면, 금과 함께 정광시료에 함유된 석영과 황철석을 용이하게 회수할 수 있는 장점을 지닌다.

도면의 간단한 설명

[0028] 도 1은 본 발명에 따른 금 회수 방법을 설명하기 위한 단계도이다.

도 2는 본 발명에 따른 금 회수 방법에 이용되는 자력-수력 선별장치를 설명하기 위한 도면이다.

도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 정광시료의 XRD(X-Ray Diffracion) 분석 결과를 보여주는 도면으로, A : adularia, C : calcite, F : fluorite, P : pyrite, Q : quartz이다.

도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 정광시료의 입도 분석 결과를 보여주는 도면으로, 실선은 잔류물 분포곡선, 점선은 누적분포 곡선을 의미한다.

도 5는 본 발명의 일 실시예에 따른 질산 용액의 농도별로 수득된 불용성잔류물의 XRD(X-Ray Diffracion) 분석 결과를 보여주는 도면으로, A : adularia, Ch : chalcopyrite, F : fluorite, Gy : gypsum, M : muscovite, P : pyrite, Q : quartz이다.

도 6은 본 발명의 일 실시예에 따른 질산 용액의 농도별로 수득된 불용성잔류물의 BSE 영상분석 결과를 보여주는 도면으로, 도 6a는 질산용액 1M, 도 6b는 질산용액 2M, 도 6c는 질산용액 3M, 도 6d는 질산용액 4M, 도 6e는 질산용액 5M, 도 6f는 질산용액 6M로 처리된 결과이다.

도 7은 본 발명의 일 실시예에 따른 마이크로웨이브 조사단계의 반응 시간별로 불용성잔류물의 XRD(X-Ray Diffracion) 분석 결과를 보여주는 도면으로, A : adularia, C : chalcopyrite, K : kaolinite, P : pyrite, S : sulfur Q : quartz이다.

도 8은 본 발명의 일 실시예에 따른 마이크로웨이브 조사단계의 반응 시간별로 불용성잔류물의 제거율과 금함량을 보여주는 도면으로, ▲은 정광시료의 금 함량 (77.10 g / t)을 의미한다.

도 9는 본 발명의 일 실시예에 따른 자력-수력 선별단계 이후 수득된 자성광물의 XRD(X-Ray Diffracion) 분석 결과를 보여주는 도면으로, 1MB는 1개의 영구자석이용, 2MB는 2개의 영구자석, 3MB는 3개의 영구자석을 의미하며, A : adularia, Ch : chalcopyrite, Gy : gypsum, F : fluorite, Mt : magnetite, S : sulfur, Q : quartz 이다.

도 10은 본 발명의 일 실시예에 따른 자력-수력 선별단계 이후 수득된 중광물의 XRD(X-Ray Diffracion) 분석 결과를 보여주는 도면으로, 1MB는 1개의 영구자석이용, 2MB는 2개의 영구자석, 3MB는 3개의 영구자석을 의미하며, A : adularia, Ch : chalcopyrite, Gy : gypsum, F : fluorite, Mt : magnetite, S : sulfur, Q : quartz이다.

도 11은 본 발명의 일 실시예에 따른 자력-수력 선별단계 이후 수득된 중광물의 20-90° (2Θ)구간의 XRD(X-Ray Diffracion) 분석 결과를 보여주는 도면으로, 1MB는 1개의 영구자석이용, 2MB는 2개의 영구자석, 3MB는 3개의 영구자석을 의미하며, G : gold, Gy : gypsum, F : fluorite, Mz : monazite, Mt : magnetite이다.

도 12는 본 발명의 일 실시예에 따른 자력-수력 선별단계(1개의 영구자석 이용) 이후 수득된 자성광물의 BSE 영상분석 및 EDS 분석 결과를 보여주는 도면으로, 도 12a는 100㎛, 도 12b 내지 도 12d는 50㎛ 스케일 바가 적용되었다.

도 13는 본 발명의 일 실시예에 따른 자력-수력 선별단계(2개의 영구자석 이용) 이후 수득된 자성광물의 BSE 영상분석 및 EDS 분석 결과를 보여주는 도면으로, 도 13a는 100㎛, 도 12b는 40㎛ 스케일 바가 적용되었다.

도 14는 본 발명의 일 실시예에 따른 자력-수력 선별단계(3개의 영구자석 이용) 이후 수득된 자성광물의 BSE 영상분석 및 EDS 분석 결과를 보여주는 도면으로, 도 14a는 50㎛, 도 14b 및 도 14c는 40㎛, 도 14d는 20㎛ 스케일 바가 적용되었다.

도 15는 본 발명의 일 실시예에 따른 제1 선별단계(1개의 영구자석 이용) 및 제2 선별단계 이후 수득된 금의 BSE 영상분석 및 EDS 분석 결과를 보여주는 도면으로, 도 15a는 400㎛, 도 15b, 도 15d, 도 15f는 100㎛, 도 15c는 50㎛, 도 15e는 40㎛ 스케일 바가 적용되었다.

도 16은 본 발명의 일 실시예에 따른 제1 선별단계(2개의 영구자석 이용) 및 제2 선별단계 이후 수득된 금의 BSE 영상분석 및 EDS 분석 결과를 보여주는 도면으로, 도 16a는 500㎛, 도 16e, 도 16f는 100㎛, 도 16b, 도 16c, 도 16d는 50㎛ 스케일 바가 적용되었다.

도 17은 본 발명의 일 실시예에 따른 제1 선별단계(3개의 영구자석 이용) 및 제2 선별단계 이후 수득된 금의 BSE 영상분석 및 EDS 분석 결과를 보여주는 도면으로, 도 17a는 400㎛, 도 17b, 도 17c, 도 17e, 도 17f는 100㎛, 도 17d는 50㎛ 스케일 바가 적용되었다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0029] 본 발명에서 사용되는 용어는 가능한 현재 널리 사용되는 일반적인 용어를 선택하였으나, 특정한 경우는 출원인이 임의로 선정한 용어도 있는데 이 경우에는 단순한 용어의 명칭이 아닌 발명의 상세한 설명 부분에 기재되거나 사용된 의미를 고려하여 그 의미가 파악되어야 할 것이다.

[0030] 이하, 첨부한 도면에 도시된 바람직한 실시예들을 참조하여 본 발명의 기술적 구성을 상세하게 설명한다.

[0031] 그러나, 본 발명은 여기서 설명되는 실시예에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화 될 수도 있다. 명세서 전체에 걸쳐 동일한 참조번호는 동일한 구성요소를 나타낸다.

[0033] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 마이크로웨이브 및 자력-수력 선별을 이용한 금 회수 방법을 설명하기 위한 단계도이다.

[0034] 도 1을 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 마이크로웨이브 및 자력-수력 선별을 이용한 금 회수 방법은 정광시료와 질산 용액의 혼합물을 마이크로웨이브로 조사하여, 금이 맥석광물(석영)로부터 완전히 분리된 불용성 잔류물이 생성되게 하고, 자력과 비중을 이용한 자력-수력 선별을 통해 금을 간단하면서도 높은 회수율로 회수할 수 있는 금 회수 방법으로, 먼저, 정광시료를 준비하는 정광시료 준비단계(S100)가 수행된다.

[0035] 여기서, 상기 정광시료는 금을 포함하는 정광으로, 황철석 또는 황비철석이 이용될 수 있다.

[0036] 또한, 상기 정광시료에는 비가시성 금을 포함하는 금과 함께 불순물이 포함될 수 있다.

[0037] 다음, 준비된 정광시료와 산성용액을 혼합한 혼합물을 마이크로웨이브로 조사하여, 용출용액과 불용성잔류물을 생성하는 마이크로웨이브 조사단계(S200)가 수행된다.

[0038] 여기서, 상기 산성용액은 질산(HNO_3)이 이용될 수 있으며, 이에 제한되는 바는 아니다.

[0039] 또한, 상기 질산의 농도를 조절하여, 상기 정광시료로부터 금을 효율적으로 회수할 수 있는데, 이를 위해 상기 질산의 농도는 2M 내지 6M이 이용될 수 있다.

[0040] 그 이유는 상기 질산의 농도가 2M 미만일 경우, 정광 내 불순물이 충분히 용해되지 않고, 금이 맥석광물(석영)로부터 완전히 단체분리되지 못하여, 정광으로부터 금을 회수하는 효율이 낮아지며, 상기 질산의 농도가 6M로 이용될 경우, 회수되는 금의 함량이 최대이므로, 상기 질산의 농도가 6M을 초과할 경우, 회수 비용의 경제성이 낮아지기 때문이다.

[0041] 한편, 상기 정광 시료는 채취된 광산마다 구성성분이 상이하므로, 상기 정광 및 상기 질산의 혼합 비율은 상기 정광의 구성성분에 따라 상이하게 조절될 수 있다.

[0042] 또한, 상기 마이크로웨이브 조사단계(S200)에서, 상기 마이크로웨이브의 조사 시간은 9분 내지 15분 동안 수행되는 것이 바람직하다.

[0043] 그 이유는 상기 마이크로웨이브 조사시간이 9분 내지 15분 동안 수행되게 함으로써, 최대의 금 회수 효율을 얻을 수 있기 때문이다.

[0044] 이때, 상기 마이크로웨이브의 주파수는 2.4GHz 내지 2.5GHz일 수 있으며, 바람직하게는 2.45GHz의 주파수를 가지는 마이크로웨이브를 조사하여 최대의 금 회수 효율을 가질 수 있다.

[0045] 즉, 상기 마이크로웨이브 조사단계(S200)를 통해, 불순물이 질산용액에 용해된 용출용액과 자성광물 및 비자성광물(금 함유)을 포함하는 불용성잔류물이 형성되는 것이다.

[0046] 다음, 상기 용출용액과 상기 불용성 잔류물을 여과하여, 상기 불용성 잔류물을 분리해내는 불용성 잔류물 여과단계(S300)가 수행된다.

[0047] 상기 불용성 잔류물 여과단계(S300)에서는 상기 용출용액과 상기 불용성 잔류물을 분리해내기 위하여 여과지가 이용될 수 있으며, 상기 여과지의 기공크기는 1㎛ 내지 2㎛일 수 있다.

[0048] 또한, 상기 여과지는 복수개로 구비되어, 상기 불용성 잔류물의 회수 효율을 보다 향상시킬 수 있다.

[0049] 다음, 상기 불용성 잔류물로부터 자성과 비중을 이용하여 금을 분리해내는 자력-수력 선별단계(S400)가 수행된다.

[0050] 여기서, 상기 자력-수력 선별단계(S400)는 제1 선별단계(S410)와 제2 선별단계(S420)가 순차적으로 수행될 수 있다.

[0051] 상기 제1 선별단계(S410)는 상기 불용성 잔류물로부터 자성광물과 비자성광물을 분리해내는 공정이고, 상기 제2 선별단계(S420)는 분리된 상기 비자성광물로부터 금을 포함하는 중광물과, 석영을 포함하는 경광물을 분리해는 공정이다.

[0052] 이를 위해, 상기 자력-수력 선별단계(S400)는 자력-수력 선별장치에 의해 수행될 수 있다.

[0053] 도 2는 본 발명에 따른 금 회수 방법에 이용되는 자력-수력 선별장치를 설명하기 위한 도면이다.

[0054] 도 2에 도시된 바와 같이, 상기 자력-수력 선별장치는 L자형 유리관(110), 유량(120) 및 영구자석(130)을 포함하여 이루어질 수 있다.

[0055] 상기 L자형 유리관(110)은 측방향으로 형성되는 제1 유로(111)와 상기 제1 유로(111)의 일단에서 상부방향으로

일체로 연장형성되는 상하방향의 제2 유로(112)가 구비된다.

[0056] 상기 유량계(120)는 상기 L자형 유리관(110)의 일단을 통해 증류수 및 상기 불용성 잔류물을 공급하는 역할을 한다.

[0057] 상기 영구자석(130)은 상기 L자형 유리관(110)의 하부면에 착탈가능하게 구비된다.

[0058] 또한, 상기 영구자석(130)은 다수개가 다단형태로 결합되어 구비될 수 있다.

[0059] 즉, 상기 제1 선별단계(S410)는 상기 L자형 유리관(110)의 일단을 통해 증류수 및 불용성 잔류물이 내부로 유입되고, 상기 영구자석(130)에 의해 자철석을 포함하는 자성광물이 결합되어, 타단을 통해 비자성광물이 배출되게 한다.

[0060] 상기 제1 선별단계(S410)에서 유량계(130)는 상기 불용성 잔류물과 상기 증류수에 의한 유속이 380ml/min를 초과하도록 제어되는 것이 바람직하다.

[0061] 또한, 상기 제2 선별단계(S420)에서는 상기 제1 선별단계(S410)를 통해 배출된 비자성광물과 증류수를 상기 L자형 유리관(110)의 일단을 통해 유입시켜, 금을 포함하는 중광물은 상기 L자형 유리관에 잔존되게 하고, 석영을 포함하는 경광물은 타단을 통해 배출되게 한다.

[0062] 상기 제2 선별단계(S420)에서의 상기 유량계(130)는 상기 비자성광물과 상기 증류수에 의한 유속이 365ml/min 내지 370ml/min으로 제어되는 것이 바람직하다.

[0065] (실시예 1)

[0066] 정광시료 준비 단계

[0067] 진산광산(충남 금산군 진산면 석막리)에서 정광시료를 제공받았으며, 상기 정광시료는 흑색 shale의 폐석을 요동 테이블(shaking table)로 중력선별하여 준비하였다.

[0068] 마이크로웨이브 조사단계

[0069] 준비된 100.0g의 정광시료를 삼각 플라스크(5.0L)에 넣고, 삼각 플라스크를 산업용 마이크로웨이브 오븐(industrial microwave oven, capacity=126.75L, 2.45GHz, 3kW)에 장착하였다.

[0070] 삼각 플라스크는 응축기(길이=51cm)-분별깔때기(길이=51cm)-응축기(길이=51cm)-가스 배출구 순서로 연결하였다. 1000ml 질산용액 1M을 분별 깔때기에 주입하여 삼각 플라스크로 유입되도록 하였다. 질산용액이 삼각 플라스크에 유입되는 즉시 마이크로 웨이브 오븐을 15분 동안 작동시켜 용출실험을 진행하였다.

[0071] 용출실험이 진행되는 동안, 발생된 질산 가스는 응축기, 4개의 가스 세정 용기(각각 볼륨=20L), 활성탄 흡착 장치(3kg의 활성탄 충진), 배출 덕트(직경 = 100mm)를 통해 옥상으로 배출시켰다. 용출실험이 종류된 즉시 삼각 플라스크의 표면 온도를 적외선 온도계(testo 835-T1, Germany, ±1.0℃)로 측정하였다.

[0072] 불용성 잔류물 여과단계

[0073] 마이크로웨이브 조사단계가 수행된 후, 용출용액과 불용성잔류물을 여과시스템(diameter=30 cm, height=26 cm)에 모두 부었다. 상기 여과시스템에는 여과지(현대마이크로제지 No 53, pore size=1-2 ㎛, diameter=30 cm, thickness=0.2 mm, weight=7.2g) 3장을 겹쳐 놓았다.

[0074] 진공펌프(Welch 2014C-02, Germany)를 가동하여 여과시스템에 들어 있는 용출용액과 불용성잔류물을 여과하였다. 여과지(3장) 위의 불용성잔류물을 40℃ 건조기에서 6 시간 동안 건조시켰다. 건조 된 불용성잔류물은 자력/수력선별에 사용하였다.

[0075] 한편, 여과하기 전, 질산용출용액 10.0 ml를 채취하여 실린지(syringe) 필터(pore size=0.45 ㎛)로 여과하여 금속이온 함량을 AAS로 분석하였다.

[0076] 자력-수력 선별 단계

[0077] 불용성잔류물에 포함된 자성광물(magnetic fraction)과 비자성광물(non-magnetic fraction)을 자력/수력선별하

였다.

[0078] 초강력 네오디움 막대 자석(neodymium magnet, KSIC-0731, 3000 Gauss, Korea, width×height×length=1×0.1×5cm)을 L자 유리관(inner diameter=0.6 mm)의 수평 유리관(length=26cm)에 부착하고 불용성잔류물을 수평 유리관에 충진하였다.

[0079] L자 유리관을 수직(vertical glass height=3 cm)으로 세우고 증류수를 주입하여 비자성광물을 배출시켰다. 그러면 자연금과 석영과 같은 비자성광물은 배출되고 자철석과 같은 자성광물은 유리관에 남는다.

[0080] 이후, 배출된 비자성광물을 막대 자석이 제거된 L자 유리관에 충진하였다. 유량계(flow meter, FLM-3, PUREwaterTECH, Korea)를 통하여 증류수의 유량을 조정하여 수직 유리관에 주입하였다 그러면 이 유량에 의하여 석영과 같은 경광물(light fraction)은 배출되고 반면에 자연금과 같은 중광물(heavy fraction)은 유리관에 남겨지도록 하였다.

[0081] 자성, 비자성 및 중광물은 40℃에서 건조한 후 각각의 무게를 미량화학저울(chemical balance, Sartorius BP211D, Germany)을 이용하여 정밀(0.00000g) 측정하였다.

[0082] (실시예 2)

[0083] 2M 농도의 질산 용액을 사용한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 정광으로부터 금을 회수하였다.

[0084] (실시예 3)

[0085] 3M 농도의 질산 용액을 사용한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 정광으로부터 금을 회수하였다.

[0086] (실시예 4)

[0087] 4M 농도의 질산 용액을 사용한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 정광으로부터 금을 회수하였다.

[0088] (실시예 5)

[0089] 5M 농도의 질산 용액을 사용한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 정광으로부터 금을 회수하였다.

[0090] (실시예 6)

[0091] 6M 농도의 질산 용액을 사용한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 정광으로부터 금을 회수하였다.

[0093] 실험예 1 : 정광시료에 대한 입도 분석 및 XRD 분석

[0094] 정광 시료에 대한 입도 분석 및 XRD 분석을 수행하였으며, 그 결과를 도 3 및 도 4에 각각 도시하였다.

[0095] 한편, 입도분석(Mastersizer-3000E)은 5회 반복 측정하였고, 이를 평균하여 입도 size로 나타냈으며, XRD(X'Pert Pro MRD(MRD), PANalytical, Netherlands) 분석의 조건은 Cu-Kα 선을 이용하여 가속전압 40 kV, 전류 30 mA, 주사속도 2° /min.으로 3° ~70° 의 2Θ 구간을 분석하였다.

[0096] 도 3에 도시된 바와 같이, 정광 시료에 대한 XRD 분석 결과, 빙장석, 방해석, 형석, 황철석, 석영 등이 확인되었으며, 도 4에 도시된 바와 같이, 입도 분석 결과, D_{10}=40.3㎛, D_{50}=133㎛, D_{90}=312㎛로 나타났다.

[0097] 또한, 정광 시료에 대하여 화학 분석한 결과, 아래 표 1에 나타낸 바와 같이, Fe가 22.84 wt%, Cu가 0.97wt%, Zn은 0.23wt%, 그리고 Ag와 Au 함량은 각각 839.71mg/kg, 1684.59mg/kg으로 나타났다.

표 1

[0098]

Fe(wt.%)	Cu(wt.%)	Pb(wt.%)	Zn(wt.%)	Ag(mg/kg)	Au(mg/kg)
22.84	0.97	0.47	0.23	839.71	1684.59

[0100] 실험예 2 : 용출용액의 용출율

[0101] 실시예 1 내지 실시예 6에 의해 수득된 용출용액의 용출함량과 용출율을 확인하여 아래 표 2에 나타내었다.

표 2

[0102]

	Fe		Cu		Pb		Zn		Ag		Au	
	wt%	LR%	wt%	LR%	wt%	LR%	wt%	LR%	wt%	LR%	wt%	LR%
1M	8.22	36	0.53	55	0.014	3	0.069	30	62.38	7	nd.	0
2M	21.44	94	0.89	92	0.019	4	0.15	62	48.10	6	nd.	0
3M	33.38	100	1.06	100	0.023	5	0.19	80	51.16	6	nd.	0
4M	38.12	100	1.13	100	0.030	7	0.20	86	35.85	4	nd.	0
5M	43.54	100	1.22	100	0.049	10	0.21	91	27.71	3	nd.	0
6M	46.49	100	1.30	100	0.091	20	0.21	89	31.77	4	nd.	0

[0103] 표 2에 나타난 바와 같이, Fe와 Cu는 3M에서 완전용출(100%) 되었으며, Zn은 최대 용출율(91%)로 나타나는 질산농도는 5M이였고, Pb는 6M(20%), Ag는 1M(7%)에서 였다. Au는 1M 내지 6M 모두에서 불검출로 나타났다.

[0104] 즉, 질산용액의 강력한 산화 능력에도 불구하고 또한 황철석에 강력하게 분해영향을 주는 마이크로웨이브 에너지에도 불구하고도 Au는 전혀 용해되지 않은 것으로 확인되었다.

[0106] 실험예 3 : 불용성 잔류물의 XRD 분석

[0107] 실시예 1 내지 실시예 6에 의해 수득된 불용성 잔류물의 XRD 분석을 수행하였으며, 그 결과를 도 5에 도시하였다.

[0108] 도 5에 도시된 바와 같이, 1M 내지 6 M 모두에서 석영, 형석, 석고 등이 나타났다.

[0109] 또한, 1M에서 황철석이 나타났지만, 2M 이상에서는 나타나지 않았다.

[0110] 2-6 M에서 황철석이 나타나지 않은 것은 강력한 마이크로웨이브-질산용출에 의하여 황철석이 분해되었기 때문이다.

[0111] 2 M에서 황이 나타나고 1-6 M 모두에서 석고가 나타나는 원인은, 즉 정광에 없던 석고와 황이 나타나는 원인은, 정광에 포함되어 있던 방해석과 황철석이 반응식 1 내지 반응식 4와 같은 질산반응들에 의하여 황과 석고가 생성되었기 때문이다.

[0112] (반응식 1) $CaCO_3+2HNO_3=Ca(NO_3)_2+H_2O+CO_{2(g)}$

[0113] (반응식 2) $FeS_2+4HNO_3=Fe(NO_3)_3+NO_{(g)}+2S^0+2H_2O$

[0114] (반응식 3) $2HNO_3+S^0 \rightarrow H_2SO_4+2NO_{(g)}$

[0115] (반응식 4) $Ca^{2+}+SO_4^{2-}+2H_2O=CaSO_4 \cdot 2H_2O$

[0116] 또는 정광에 포함되어 있던 형석이 반응식 5와 같이 질산과 반응하였기 때문에 석고가 생성된 것으로 해석된다.

[0117] (반응식 5) $CaF_2+H_2SO_4+2H_2O=CaSO_4 \cdot 2H_2O+2HF_{(g)}$

[0119] 실험예 4 : 불용성 잔류물의 BSE 영상 분석

[0120] 실시예 1 내지 실시예 6에 의해 수득된 불용성 잔류물을 이용하여, BSE 영상 분석을 수행하였다.

[0121] 수득된 불용성 잔류물은 각각 carbon 재질의 양면 테이프(double tape)에 부착하였다. 이 양면 테이프는 알루미나 시료 holder에 부착시켜 coating 기기(Turbo Evaporator, K950X, EMITECH, United Kingdom)에 넣고 9×10^{-3}mbar 진공, 25 V, 그리고 3,000 ms의 evaporate time으로 6 회 반복하여 platinum coating하였다.

[0122] FE-SEM(Field emission scanning electron microscope, Japan, Hitachi, S4800) 영상과 BSE(Electron

Backscatter Diffraction, Japan, Hitachi, C960593) 영상은 15 kV 전압과 10 mA 전류 조건으로 가동하였고, 동일 시료에 대한 SEM 및 BSE 영상을 동시에 확보하였으며, 그 결과를 도 6에 도시하였다.

[0123] 자연금이 혼합되어 있는 불용성-잔류물에 대한 BSE 영상을 비교 분석하면 자연금의 단체분리를 쉽게 확인할 수 있다. 왜냐하면 금의 평균원자번호(79)가 불용성잔류물, 즉 맥석광물의 평균원자번호 보다 훨씬 높기 때문에 자연금의 BSE 영상은 밝은 명암(white or bright)으로 나타나고 반면에 규산염광물(맥석광물)로 이루어진 불용성-잔류물은 검은 회색(grey or black)으로 나타난다).

[0124] 도 6a를 참조하면, 1 M의 불용성잔류물에 대한 BSE 영상에서 회색의 황철석과 밝은 명암의 자연금이 쉽게 구별된다. 입방체(cubic)의 황철석에 대하여 EDS분석 한 결과 O, S, Fe, Au 등이 검출되고 판상의 자연금은 O, Si, S, Cl, Ca, Fe, Ag, Au, Pb 등이 검출된다.

[0125] 또한, 도 6b에 도시된 바와 같이, 2 M의 불용성잔류물에서, 자연금은 맥석광물로부터 완전히 단체분리 되지 못하고 반쯤 노출되어 나타난다. 자연금에 대하여 EDS분석 한 결과 O, Ag, Au가 검출된다

[0126] 그러나, 도 6c에 도시된 바와 같이, 3 M에서는 자연금이 맥석광물과 완전히 단체분리 되었지만 자연금(EDS=O, Al, Si, Ca, Ag, Au) 표면에 규산염광물(EDS=O, Al, Si, S, Ca)이 아직 부착되어 나타난다

[0127] 또한, 도 6d, 도 6e 및 도 6f를 참조하면, 4 M, 5 M 및 6 M의 불용성잔류물에 대한 BSE 영상에서, 자연금들은 맥석광물들과 완전히 단체분리 되어 독립적인 입자를 형성하고 또한 자연금 입자 표면도 맥석광물이 거의 부착되지 않고 순수한 밝은 명암으로 나타난다

[0129] 실험예 5: 마이크로웨이브 조사단계의 반응 시간별 효과

[0130] 마이크로웨이브 조사단계에서 6M 농도의 질산 용액을 사용하였으며, 반응 시간을 3분 내지 18분의 범위로 설정하여 각각 수득된 불용성 잔류물을 이용하여, XRD 분석을 수행하였고, 불용성잔류물의 제거율과 금함량을 확인하였다.

[0131] 한편, 질산 용액이 6M로 설정된 이유는 6 M의 용출율에서 Fe가 완전용출(100%)되었고, 6 M의 불용성잔류물에서 황철석이 나타나지 않았으며, 6 M의 불용성잔류물에 대한 BSE 영상에서 자연금들이 맥석광물들과 단체분리가 완전히 이루어졌기 때문이다.

[0132] 그 결과, 마이크로웨이브 가열 시간이 증가할수록 질산용출용액의 온도가 증가하는 것으로 확인되었다.

[0133] 보다 구체적으로는 가열시간이 3분이었을 때 용출용액의 가열온도는 29℃, 6분일 때 78℃, 9분일 때 81℃, 12분일 때 88℃, 15분일 때 93℃ 그리고 18분일 때 98℃로 나타났다.

[0134] 도 7은 본 발명의 일 실시예에 따른 마이크로웨이브 조사단계의 반응 시간별로 불용성잔류물의 XRD(X-Ray Diffracion) 분석 결과를 보여주는 도면으로, A : adularia, C : chalcopyrite, K : kaolinite, P : pyrite, S : sulfur Q : quartz이며, 도 8은 본 발명의 일 실시예에 따른 마이크로웨이브 조사단계의 반응 시간별로 불용성잔류물의 제거율과 금함량을 보여주는 도면으로, ▲은 정광시료의 금 함량 (77.10 g / t)을 의미한다.

[0135] 도 7을 참조하면, XRD 분석 결과, 마이크로 웨이브 조사단계의 가열시간이 증가할수록 황철석이 점점 사라지고, 대신 원소 황과 anglesite가 증가하였다. 황철석은 가열시간 18분에서 완전히 사라진 것으로 확인되었다. 그리고 3분~9분 시료에서 확인되지 않았던 명반석이 12분부터 나타나기 시작하여 18분에서는 최대로 나타났다. 이와 같은 현상은 마이크로웨이브 조사단계가 진행될수록 정광시료에 포함되어 있던 황철석이 점점 용해 제거되고, 대신 질산용출에 불용성인 명반석이 증가하여 XRD 분석에 검출된 것으로 사료된다.

[0136] 또한, 도 8에 도시된 바와 같이, 불용성잔류물의 무게 감소율은 가열시간 3분과 6분 사이에 크게 증가하였다. 하지만 6분과 18분 사이의 무게 감소율은 소량으로 증가하였다.

[0137] 또한, 불용성잔류물에 대한 금 함량을 납-시금법으로 측정한 결과, 대체적으로 마이크로 웨이브 조사단계의 반응시간이 증가할 수록 비례하여 금 함량이 증가하는 경향으로 나타났다.

[0138] 보다 구체적으로, 마이크로웨이브 조사단계가 3분 동안 수행될을 때, 금 함량이 164.10g/t, 12분일 때 190.70g/t, 15분일 때 220.10g/t, 그리고 18분일때 198.50g/t으로 나타났다.

[0139] 즉, 최대 금 함량이 나타나는 시간은 15분일 때인 것으로 확인되었으며, 이들 금 입자 크기는 마이크로웨이브 조사단계의 반응시간이 증가할수록 증가하는 경향으로 나타났으며, 시각적으로 금 입자 크기가 가장 크게 나타

나는 마이크로 웨이브 조사단계의 반응시간은 역시 15분인 것으로 확인되었다.

[0141] 실험예 6 : 자성광물과 비자성광물의 선별효율

[0142] 실시예 6에 의한 수득된 불용성 잔류물을 이용하여, 자력-수력 선별단계를 수행하였다.

[0143] 실시예 6에 의해 수득된 불용성잔류물 0.5g을 증류수에 혼합 한 후 스포이드(spoid)로 증류수과 함께 잔류물을 수평 유리관에 충진하였다. 유량계를 통하여 380 ml/min 이상으로 증류수를 수직 유리관에 주입하였다. 그러면 비자성광물은 배출되고 자성광물은 수평 유리관(1개 내지 3개의 막대자석이 각각 부착) 내부에 부착되어 남게 된다.

[0144] 배출된 비자성광물과 부착된 자성광물을 각각 회수하여 무게를 정밀 측정하였고(4회 실험), 그에 따른 회수량과 손실량은 평균±표준편차로 정리하여, 아래 표3에 나타내었다.

표 3

[0145]

Bar magnet	Input sample(g) n=4	Magnetic fraction (g)	Non-magnetic fraction(g)	Loss (g)	Separation rate of magnetic fraction(%)	Separation rate of non-magnetic fraction(%)
1ea	0.5	0.02±0.01	0.45±0.004	0.03±0.016	5.0	89.50
2ea	0.5	0.03±0.01	0.44±0.007	0.025±0.005	6.5	88.50
3ea	0.5	0.03±0.004	0.44±0.006	0.02±0.009	6.5	88.00

[0146] 표 3에 나타난 바와 같이, 하나의 막대자석을 사용했을 때 자성광물의 선별효율은 평균 5% 비자성광물의 선별효율은 89%, 두 개의 막대자석을 사용했을 때 자성광물의 선별효율은 평균 6.5% 비자성광물의 선별효율은 88.5% 그리고 세 개의 막대자석을 사용했을 때 자성광물의 선별효율은 평균 6.5% 비자성광물의 선별효율은 88%로 나타났다.

[0148] 실험예 7 : 경광물과 중광물의 선별효율

[0149] 실험예 6에 의해 수득된 비자성광물 0.4 g을 스포이드로 수평 유리관에 충진하고 유량계를 통하여 약 368 ml/min 범위의 증류수를 수직 유리관에 주입하였다. 그러면 석고, 형석 및 석영과 같은 경광물은 배출되고 자연금과 같은 중광물은 수평 유리관에 남게 된다.

[0150] 배출된 경광물과 수평 유리관에 남은 중광물을 각각 회수하여 무게를 정밀 측정(4회 실험)하였으며, 4회 실험했을 때 회수된 중광물은 총 무게로 그리고 4회 평균 회수량은 평균±표준편차로 정리하여 아래 표 4에 나타내었다.

표 4

[0151]

Non-magnetic fraction	Input sample (g)[a]	Heavy fraction (g)[b]	Light fraction (g)[c]	Loss (g)[d]	Separation rate of heavy fraction(%)[e]	Separation rate of light fraction(%)[f]
1	0.4	0.00059	0.37009	0.0294	0.15	92.50
		0.00216	0.35932	0.0378	0.54	90.00
		0.00072	0.34006	0.0593	0.18	85.00
		0.00108	0.37324	0.0289	0.27	92.50
		total=0.00455 0.001137±0.0007			0.2850±0.18	
2	0.4	0.00075	0.33542	0.0593	0.19	85.00
		0.00162	0.36002	0.0384	0.41	90.00
		0.00075	0.37987	0.0193	0.19	95.00
		0.00067	0.35800	0.0393	0.17	90.00
		total=0.00379 0.0009475±0.0004			0.2400±0.11	

3	0.4	0.00155	0.33272	0.0685	0.39	82.50
		0.00070	0.33801	0.0593	0.18	85.00
		0.00055	0.36864	0.0295	0.14	92.50
		0.00216	0.35045	0.0478	0.54	87.50
		total=0.00496 0.00124±0.0008			0.3125±0.19	

[0152] 여기서, d = a-(b+c), e=100-(a-b)/a*100, f=100-(a-c)/a*100으로 산출되었다.

[0153] 표 4에 나타난 바와 같이, 하나의 막대자석을 사용해서 얻어진 비자성광물을 자석 없이 4회 수력선별하여 회수된 중광물의 총 무게는 0.0045g, 평균은 0.00114g, 선별효율은 평균 0.29%로 나타났다. 두 개의 막대자석을 사용해서 얻어진 비장성광물을 자석 없이 4회 수력선별하여 회수된 중광물의 총 무게는 0.0038g, 평균 0.00095g, 선별효율은 평균 0.24%이였다. 세 개의 막대자석을 사용해서 얻어진 비자성광물을 자석 없이 4회 수력선별하여 회수된 중광물의 총 무게는 0.005g, 평균 0.001g이였고 선별효율은 평균 0.31%로 나타났다.

[0155] 실험예 8 : 자성광물의 XRD 분석

[0156] 실험예 6에 의해 수득된 자성광물을 XRD 분석하였으며, 그 결과를 도 9에 도시하였다.

[0157] 도 9에 도시한 바와 같이, 자성광물에 대하여 XRD 분석한 결과, 빙장석, 황동석, 석고, 형석, 자철석, 황 및 석영이 확인되었다.

[0158] 또한, 막대자석의 개수가 증가할수록 자철석의 XRD 회절선 크기(height)와 강도(intensity)가 증가하여 나타나고 있었다. 이러한 결과는 불용성잔류물에 더 많은 자철석이 선별되었음을 의미한다.

[0159]

[0160] 실험예 9 : 중광물의 XRD 분석

[0161] 실험예 6에 의해 수득된 비자성광물을 4회 수력선별하여 회수된 중광물을 모두 합하면 하나의 막대자석에서 0.0045g, 두 개의 막대자석에서 0.0038g 그리고 세 개의 막대자석에서 0.005g이 얻어졌다. 이들 시료 각각을 3-70° 의 2Θ 구간을 XRD분석하였으며, 그 결과를 도 10에 도시하였다.

[0162] 도 10에 도시된 바와 같이, 금, 석고, 형석 및 모나자이트가 확인되었다.

[0163] 또한, 금의 회절선은 38.18°(2Θ)에서 처음 나타나기 때문에 다시 20-90°(2Θ) 구간을 더 추가하여 XRD분석하였으며, 그 결과를 도 11에 도시하였다.

[0164] 도 11에 도시된 바와 같이, 금의 회절선들이 3-70° 와 20-90° 의 2Θ 구간 모두에서 38.18°(2Θ, 2.355Å, [111]), 44.39°(2.039Å, [200]), 64.57°(1.442Å, [220]) 등이 동일하게 나타났고, 20-90°(2Θ) 구간에서는 70° 이상에서 77.54°(1.230Å, [311])와 81.72°(1.177Å, [222]) 회절선이 더 추가적으로 확인되었다.

[0165] 이와 같은 현상은 1개, 2개 및 3개의 막대자석 모두에서 동일하게 나타났으며, 금의 회절선들의 강도는 막대자석의 개수가 감소할수록 증가하여 나타났다.

[0166] 특히 금의 회절선의 강도는 하나의 막대자석에서의 강도가 두 개와 세 개의 막대자석에서 얻은 강도보다 3배 이상으로 크게 나타나고 있다. 모나자이트의 회절선과 강도 역시 막대자석이 증가할수록 감소하고 있다.

[0168] 실험예 10 : 자성광물의 BSE 영상과 EDS 분석

[0169] 실험예 6을 통해 수득된 자성광물(하나의 막대자석에서 회수)을 이용하여, BSE 영상과 EDS분석을 수행하였으며, 그 결과를 도 12에 도시하였다.

[0170] 한편, EDS(energy dispersive analyzer, Japan, Jeol, ISIS310) 정성분석은 가속전압 15 kV, 전류 10 nA, 전자빔 직경은 0.1 ㎛ 조건으로 가동하였다. BSE 영상에서 밝은 명암으로 나타나는 광물 표면에 대하여 EDS 점(point) 혹은 면(area)분석하였다.

[0171] 그 결과, 도 12a에 도시된 바와 같이, 구체 형태의 광물들이 나타났고,도 12b, 도 12c 및 도 12d에 도시된 바와

같이, 이들을 확대한 결과 구체 표면에 수지상(dendritic patterns), 격자상 혹은 망상구조(network patterns)가 혼합되어 나타나고 있다. 또한, 구체 표면에 대하여 EDS분석 한 결과 O, Cr, Fe, S 등이 검출되었다.

[0172] 실험예 6을 통해 수득된 자성광물(두개의 막대자석에서 회수)을 이용하여, BSE 영상과 EDS분석을 수행하였으며, 그 결과를 도 13에 도시하였다.

[0173] 도 13a에 나타난 바와 같이, 두개의 막대자석에서 회수된 자성광물들도 구체로 나타났으며, 도 13b를 참조하면, EDS 분석 결과 O, Cr, Fe, Co 등이 검출되었다.

[0174] 실험예 6을 통해 수득된 자성광물(세개의 막대자석에서 회수)을 이용하여, BSE 영상과 EDS분석을 수행하였으며, 그 결과를 도 14에 도시하였다.

[0175] 그 결과, 세 개의 막대자석에서 회수된 자성광물 역시 구체로 나타나고, 이들 표면에 대하여 EDS 면(area) 한 결과 도 14a의 구체는 O, Si, S, Cr, Fe, Au가 검출되고, 도 14b의 구체는 O, S, Ti, Fe 등이, 도 14c의 구체는 O, Si, Fe, S 등이 그리고 도 14d의 구체는 O, S, Fe 등이 검출되었다. 특히 도 14a와 도 14b의 구체 표면이 파손되어 내부가 비어 있는 모습으로 나타난다.

[0177] 실험예 11 : 금의 BSE 영상과 EDS 분석

[0178] 실험예 9에서 사용했던 중광물을 회수하여, SEM/BSE 영상과 EDS분석에 사용하였다.

[0179] 즉, 실험예 9에서 하나, 비자성광물을 수력선별하여 회수된 중광물 0.0045g, 0.0038g 및 0.005g을 각각 SEM/BSE 영상과 EDS분석에 사용하였으며, 도 15 내지 도 17에 각각 도시하였다.

[0180] 도 15에 도시한 바와 같이, 비자성광물을 수력선별하여 회수된 중광물에 대하여 BSE 영상과 EDS분석 한 결과 명암이 밝은 광물들은 모두 자연금으로 나타났다.

[0181] 또한, 도 15b, 도 15d 및 도 15f를 참조하면, 도 15a에서 나타나는 밝은 명암 광물들을 BSE 영상으로 확대하고 EDS분석 한 결과 두 자연금으로 확인되었다. 자연금에 대한 BSE 영상은 모두 밝은 명암으로 나타난다. 이들 자연금 입자 표면의 밝은 명암 부분과 검은 색 부분을 EDS 점 및 면 분석 한 결과, 밝은 부분은 Ag와 Au가 검출되고 반면에 검은 색 부분은 O, Si 및 S가 검출되었다. 도 12c를 참조하면, 신장된 마름모 결정 형태의 광물은 BSE 영상이 검은 회색으로 그리고 EDS분석에서 O, Si 및 Ti가 검출되는 것으로 보아 티탄철석으로 판단된다. 도 12e를 참조하면, 입방체 광물도 BSE 영상이 검은 회색으로 나타나고 EDS분석에서 O, Al, Si, Ca, Fe 등이 검출되고 있어 규산염광물로 사료된다(Fig. 12e).

[0182] 도 16 및 도 17을 참조하면, 비자성광물을 수력선별하여 회수된 중광물에 대하여 BSE 영상과 EDS분석 한 결과 자연금으로 확인되었다.

[0183] 도 16a 및 도 17a에 나타나는 밝은 명암 광물들을 확대하고 각각 EDS분석 한 결과 모두 자연금으로 확인되었다. 또한 이들 자연금 입자 표면에는 공통적으로 검은 색의 석영이 결합되어 있다. 이 자연금 표면의 석영은 마이크로웨이브-질산용출에 분해되지 않고 남은 것이다.

[0185] 상술한 바와 같이, 본 발명에 따른 마이크로웨이브 및 자성-수력 선별을 이용한 금 회수 방법에 의하면, 정광시료를 최적의 질산 용액 농도로 가하고, 최적의 시간동안 마이크로웨이브로 조사하여, 금이 맥석광물(석영)로부터 완전히 분리된 불용성 잔류물이 생성되게 하고, 자력과 비중을 이용한 자력-수력 선별을 통해 금을 간단하면서도 높은 회수율로 회수할 수 있고, 정광시료에 함유되는 불순물들은 산성 용액에 의해 용출됨으로써, 순도가 높은 금을 회수할 수 있는 장점을 지닌다.

[0186] 더 나아가, 금과 함께 정광시료에 함유된 석영과 황철석을 용이하게 회수할 수 있는 장점을 지닌다.

[0187] 이상에서 살펴본 바와 같이 본 발명은 바람직한 실시예를 들어 도시하고 설명하였으나, 상기한 실시예에 한정되지 아니하며 본 발명의 정신을 벗어나지 않는 범위 내에서 당해 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 다양한 변경과 수정이 가능할 것이다.

부호의 설명

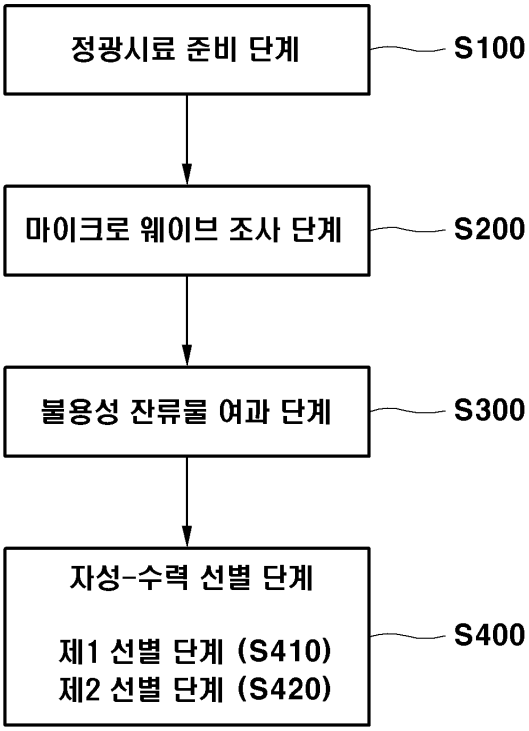
[0189] 110 : L자형 유리관

120 : 유량계

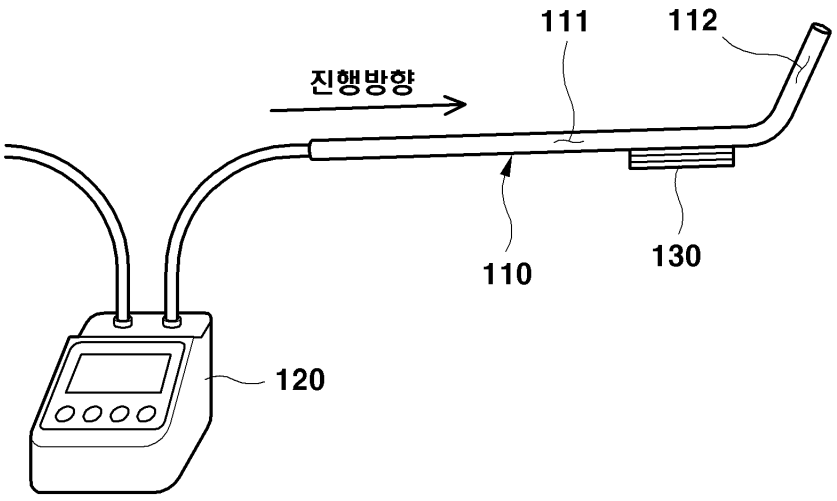
130 : 영구자석

도면

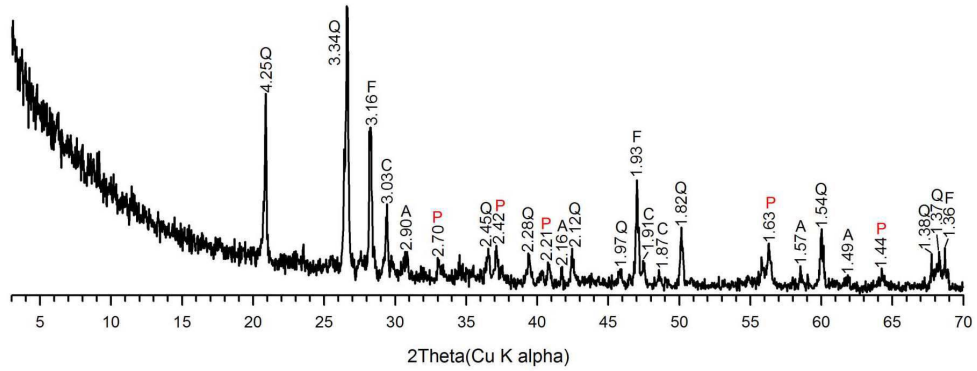
도면1



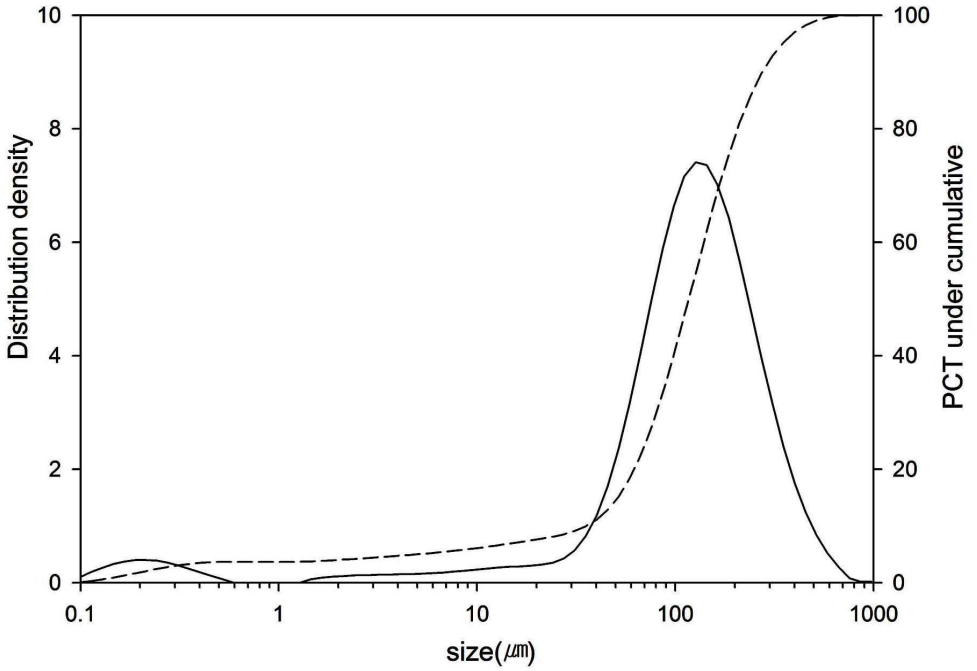
도면2



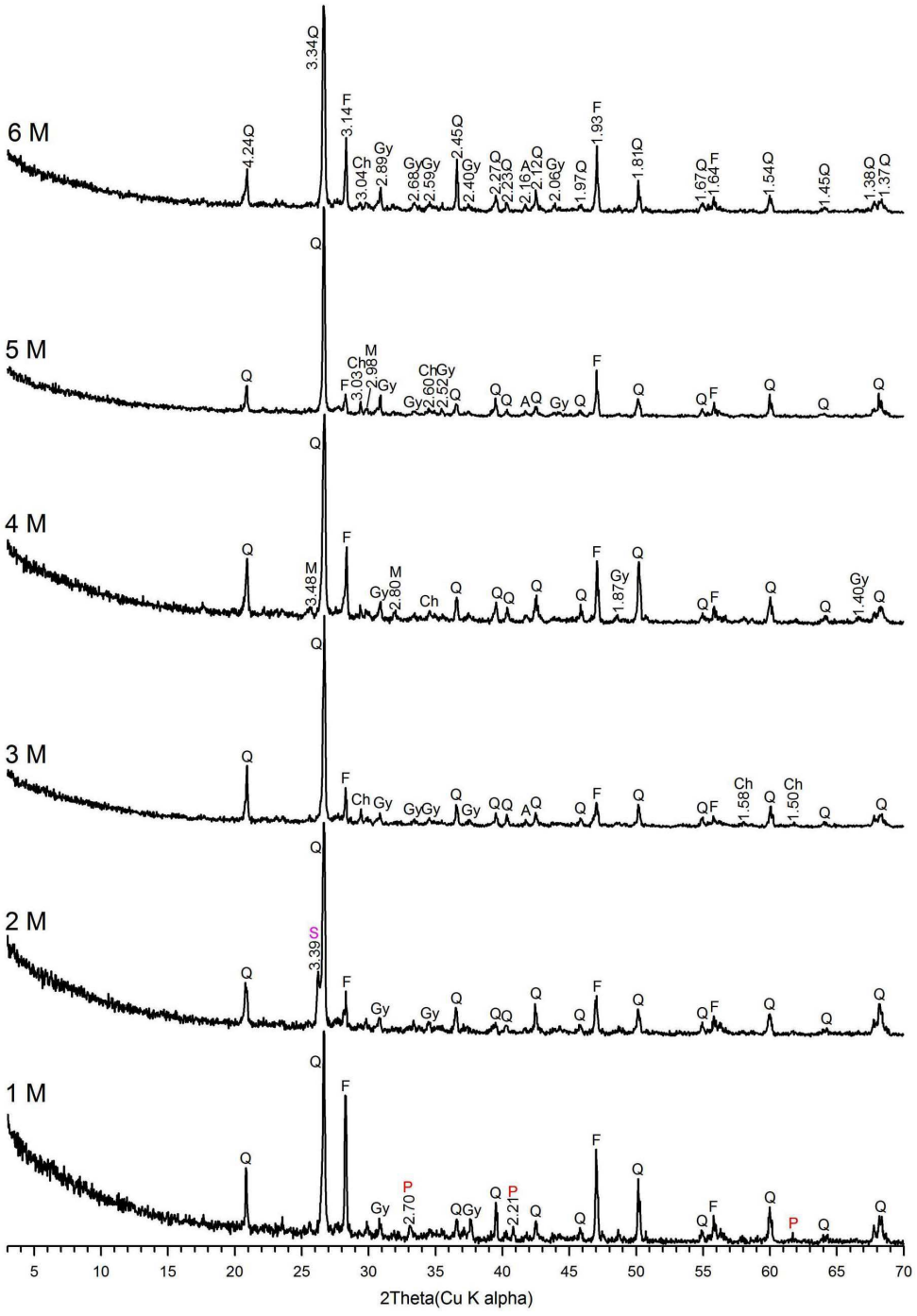
도면3


4.25Q
3.34Q
3.16F
3.03C
2.90A
2.70P
2.45Q
2.42P
2.28Q
2.21P
2.16A
2.12Q
1.97Q
1.93F
1.91C
1.87C
1.82Q
1.63P
1.57A
1.54Q
1.49A
1.44P
1.38Q
1.37Q
1.36F
5 10 15 20 25 30 35 40 45 50 55 60 65 70
2Theta(Cu K alpha)

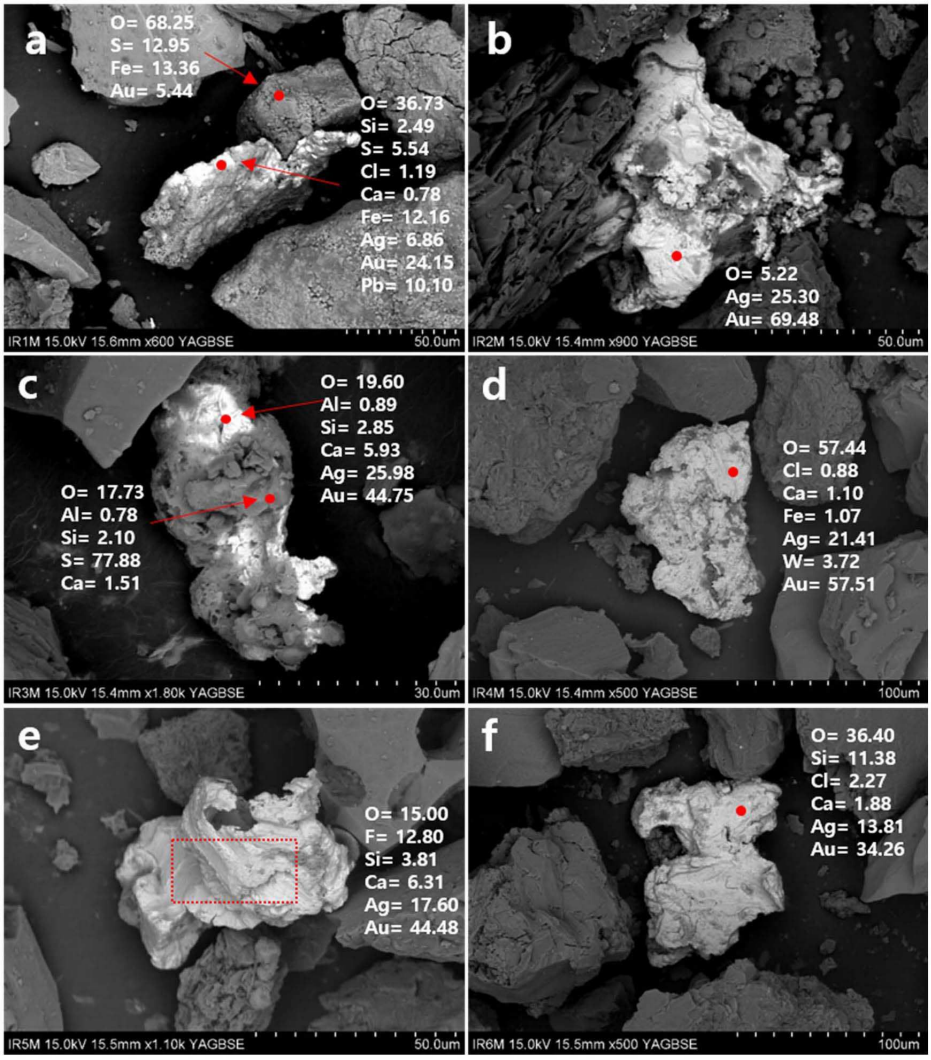
도면4


Distribution density
PCT under cumulative
0 2 4 6 8 10
0 20 40 60 80 100
0.1 1 10 100 1000
size(㎛)

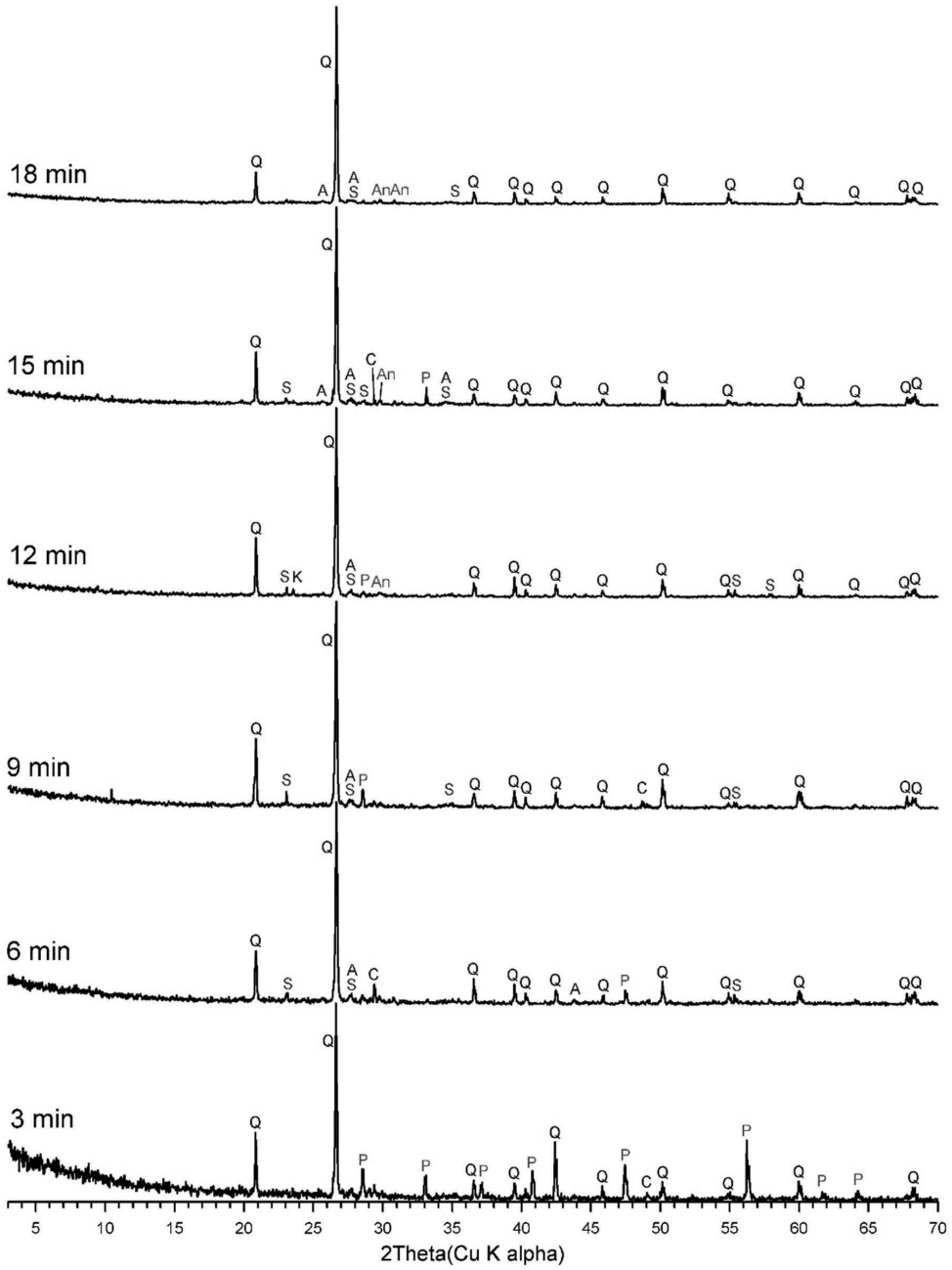
도면5



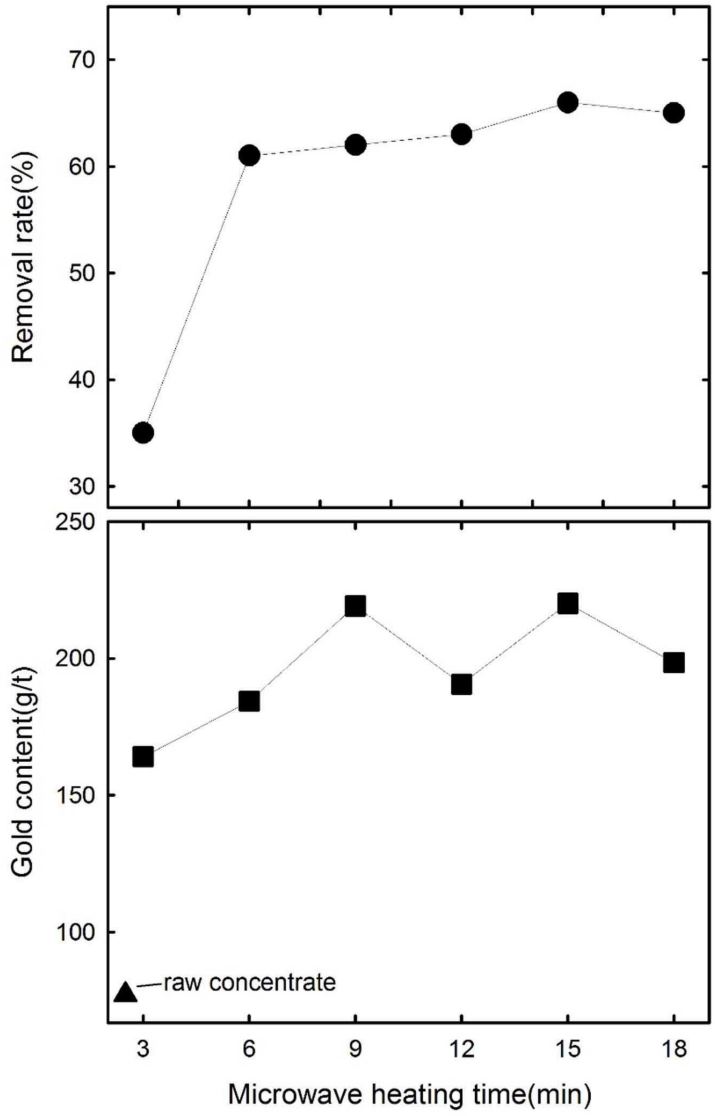
도면6


a
O= 68.25
S= 12.95
Fe= 13.36
Au= 5.44
O= 36.73
Si= 2.49
S= 5.54
Cl= 1.19
Ca= 0.78
Fe= 12.16
Ag= 6.86
Au= 24.15
Pb= 10.10
IR1M 15.0kV 15.6mm x600 YAGBSE
50.0um
b
O= 5.22
Ag= 25.30
Au= 69.48
IR2M 15.0kV 15.4mm x900 YAGBSE
50.0um
c
O= 19.60
Al= 0.89
Si= 2.85
Ca= 5.93
Ag= 25.98
Au= 44.75
O= 17.73
Al= 0.78
Si= 2.10
S= 77.88
Ca= 1.51
IR3M 15.0kV 15.4mm x1.80k YAGBSE
30.0um
d
O= 57.44
Cl= 0.88
Ca= 1.10
Fe= 1.07
Ag= 21.41
W= 3.72
Au= 57.51
IR4M 15.0kV 15.4mm x500 YAGBSE
100um
e
O= 15.00
F= 12.80
Si= 3.81
Ca= 6.31
Ag= 17.60
Au= 44.48
IR5M 15.0kV 15.5mm x1.10k YAGBSE
50.0um
f
O= 36.40
Si= 11.38
Cl= 2.27
Ca= 1.88
Ag= 13.81
Au= 34.26
IR6M 15.0kV 15.5mm x500 YAGBSE
100um

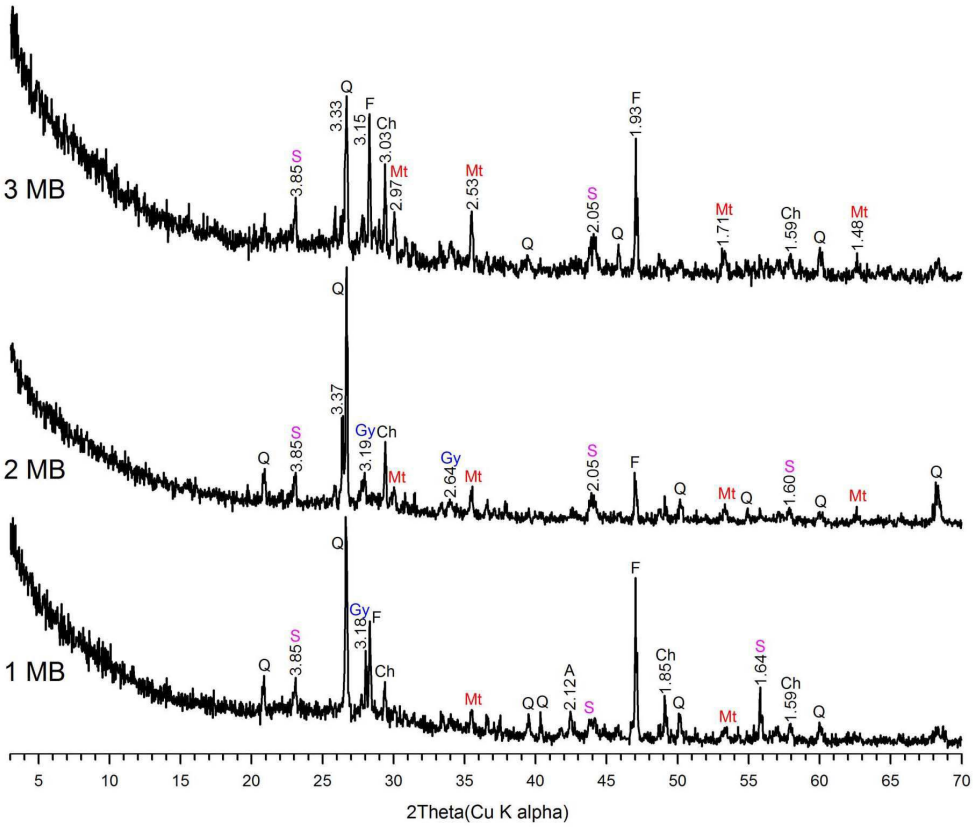
도면7


18 min
15 min
12 min
9 min
6 min
3 min
5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65
70
2Theta(Cu K alpha)

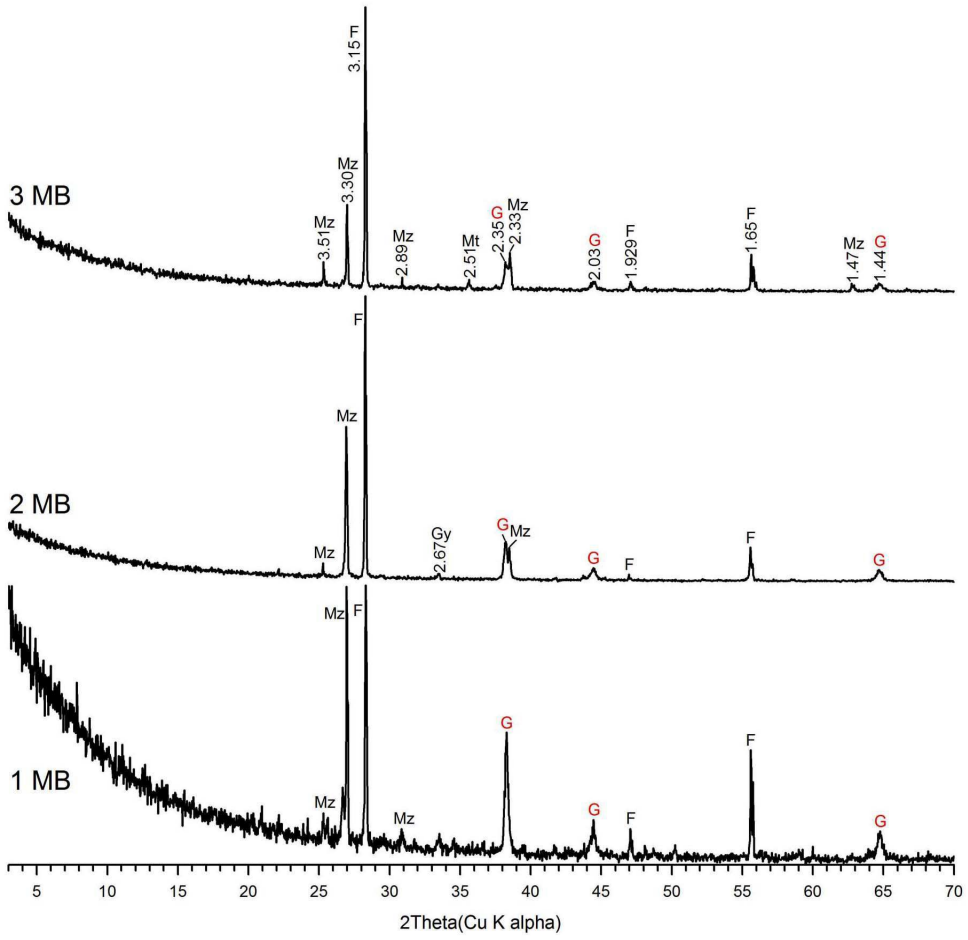
도면8


Removal rate(%)
70
60
50
40
30
Gold content(g/t)
250
200
150
100
raw concentrate
3
6
9
12
15
18
Microwave heating time(min)

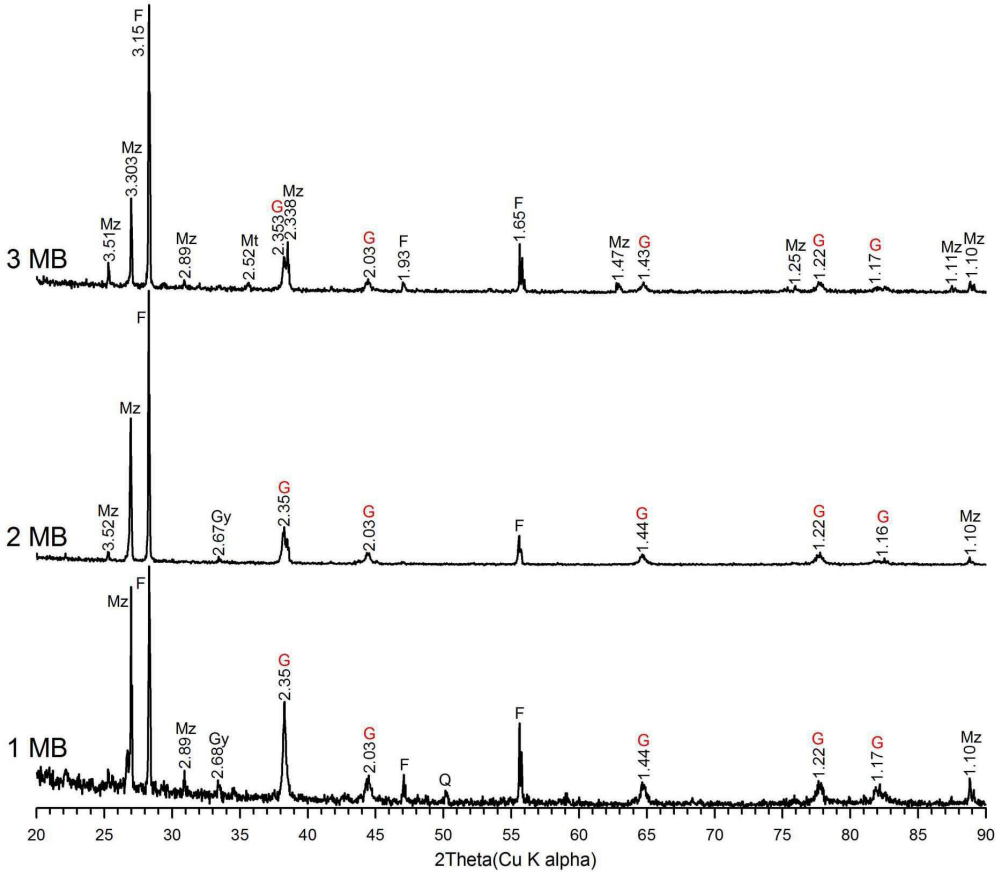
도면9


3 MB
2 MB
1 MB
Q
F
Ch
Mt
S
Gy
A
3.85
3.33
3.15
3.03
2.97
2.53
2.05
1.93
1.71
1.59
1.48
3.37
3.19
2.64
1.60
3.18
2.12
1.85
1.64
5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65
70
2Theta(Cu K alpha)

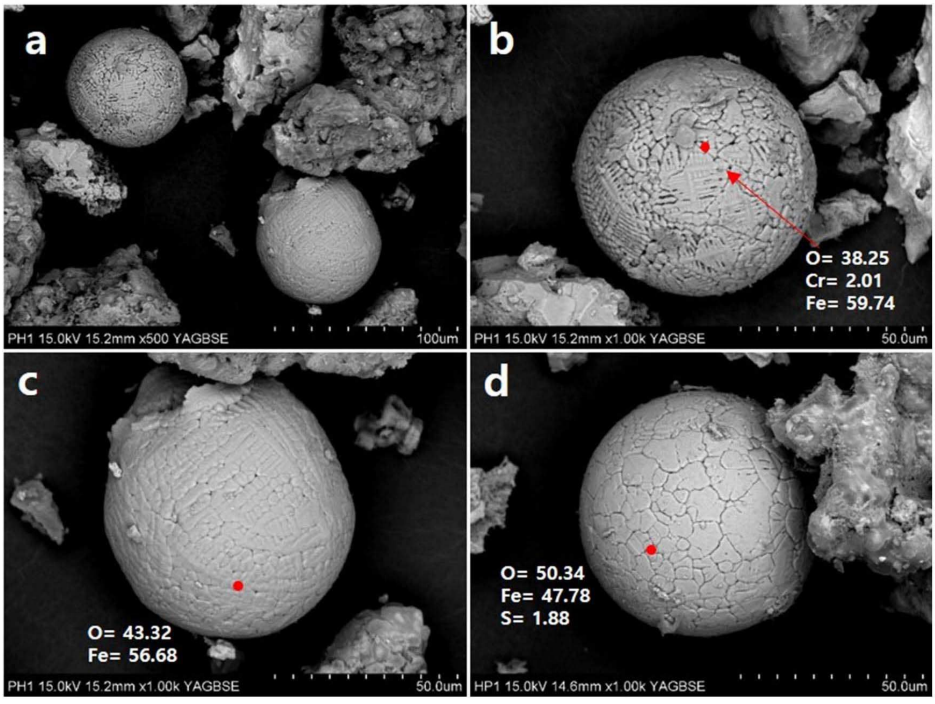
도면10


3 MB
2 MB
1 MB
3.15 F
3.30 Mz
3.51 Mz
2.89 Mz
2.51 Mt
2.35 G
2.33 Mz
2.03 G
1.929 F
1.65 F
1.47 Mz
1.44 G
2.67 Gy
5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65
70
2Theta(Cu K alpha)

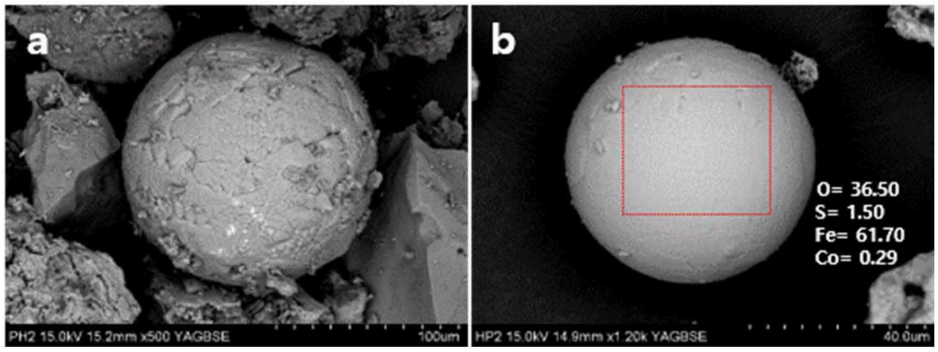
도면11


3 MB
2 MB
1 MB
F
Mz
G
Gy
Mt
Q
2Theta(Cu K alpha)

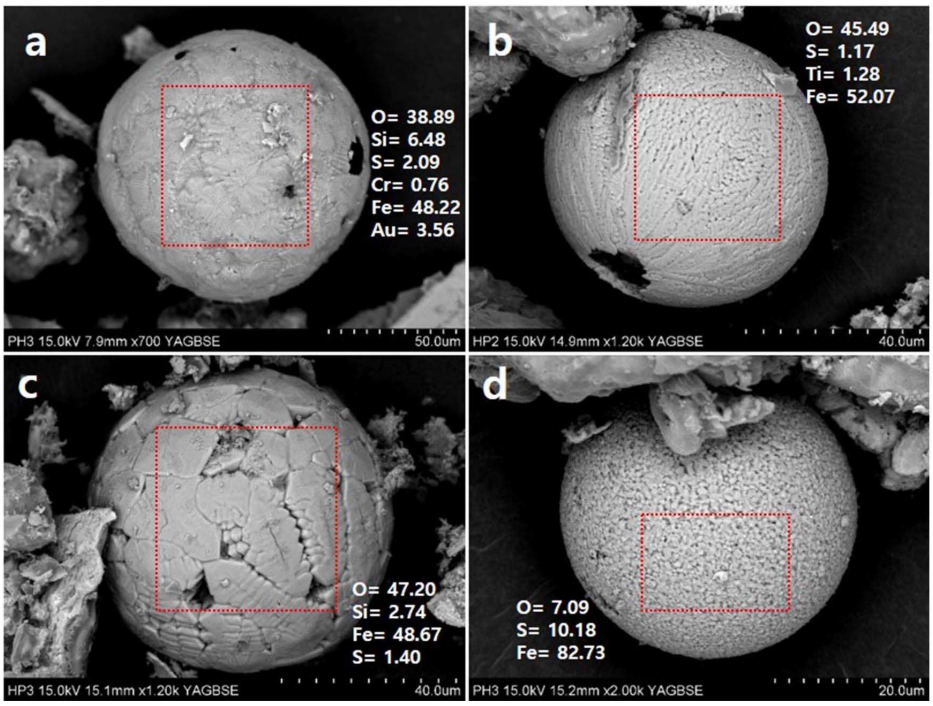
도면12


a
PH1 15.0kV 15.2mm x500 YAGBSE
100um
b
O= 38.25
Cr= 2.01
Fe= 59.74
PH1 15.0kV 15.2mm x1.00k YAGBSE
50.0um
c
O= 43.32
Fe= 56.68
PH1 15.0kV 15.2mm x1.00k YAGBSE
50.0um
d
O= 50.34
Fe= 47.78
S= 1.88
HP1 15.0kV 14.6mm x1.00k YAGBSE
50.0um

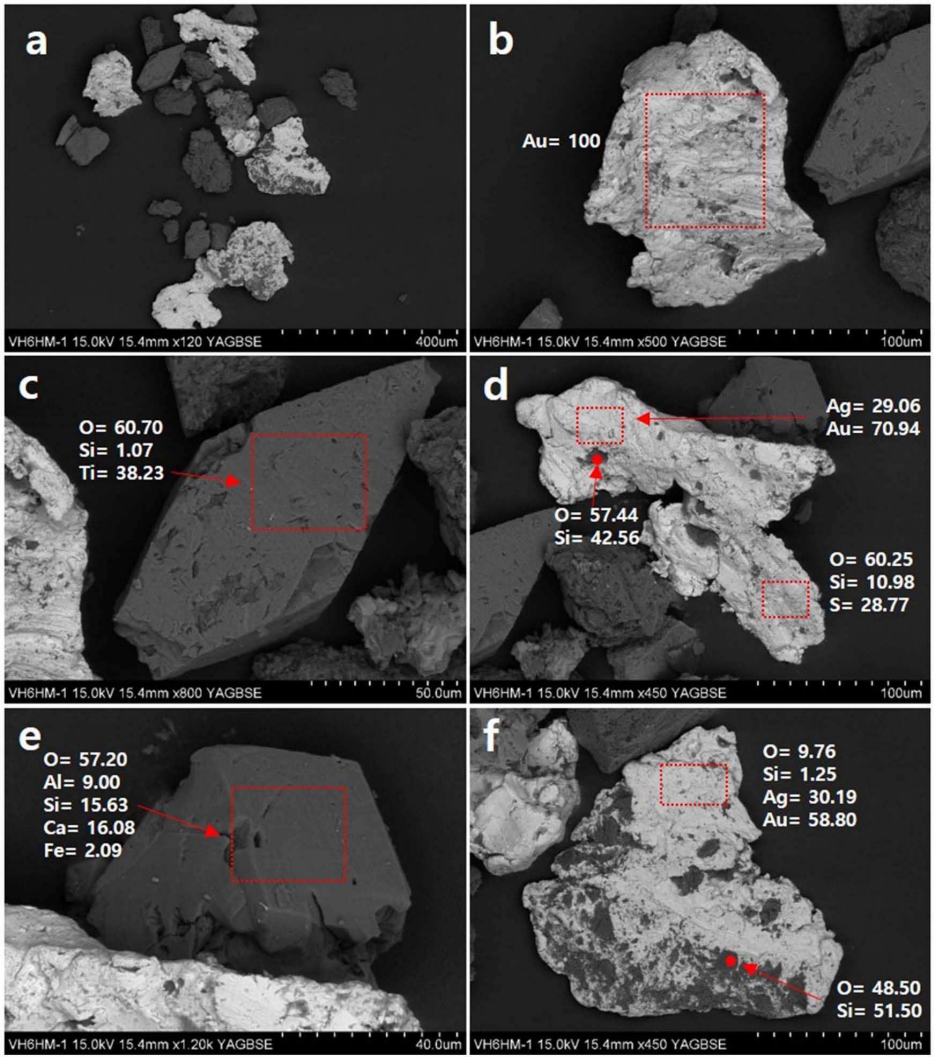
도면13


a
PH2 15.0kV 15.2mm x500 YAGBSE
100um
b
O= 36.50
S= 1.50
Fe= 61.70
Co= 0.29
HP2 15.0kV 14.9mm x1.20k YAGBSE
40.0um

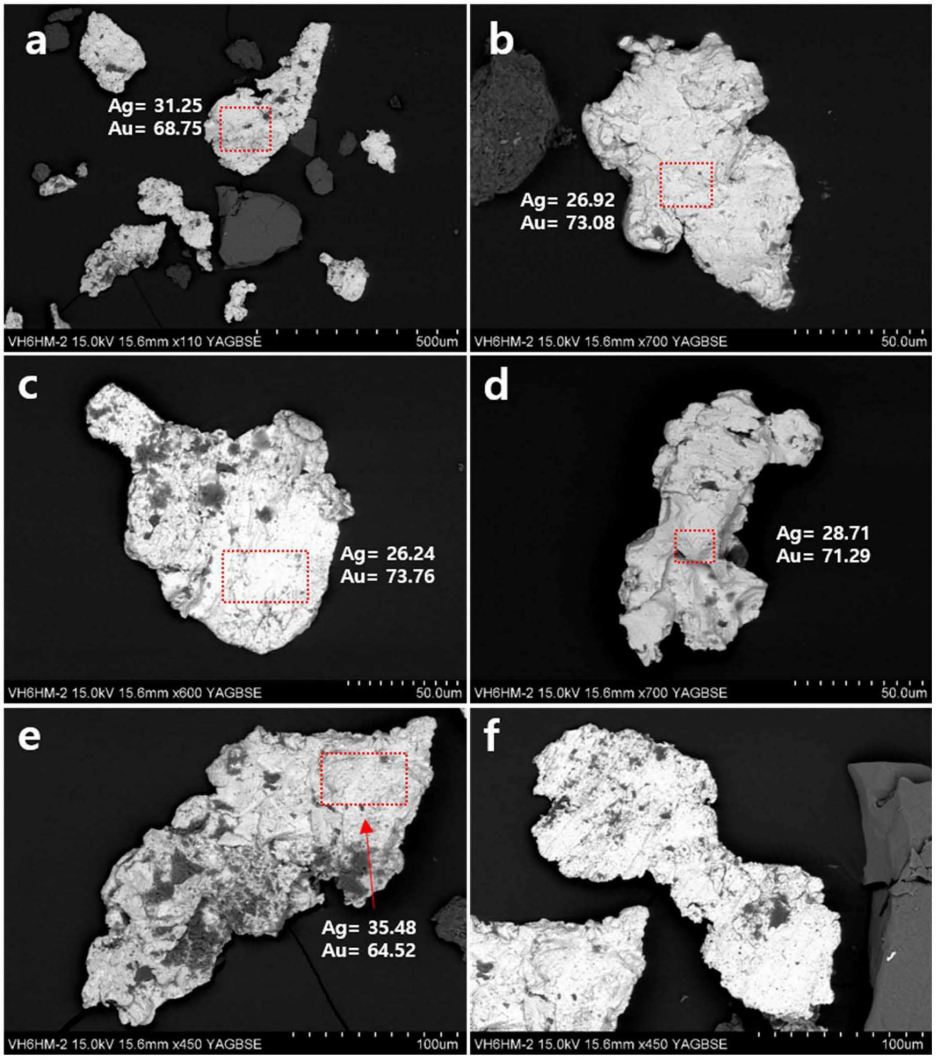
도면14


a
O= 38.89
Si= 6.48
S= 2.09
Cr= 0.76
Fe= 48.22
Au= 3.56
PH3 15.0kV 7.9mm x700 YAGBSE
50.0um
b
O= 45.49
S= 1.17
Ti= 1.28
Fe= 52.07
HP2 15.0kV 14.9mm x1.20k YAGBSE
40.0um
c
O= 47.20
Si= 2.74
Fe= 48.67
S= 1.40
HP3 15.0kV 15.1mm x1.20k YAGBSE
40.0um
d
O= 7.09
S= 10.18
Fe= 82.73
PH3 15.0kV 15.2mm x2.00k YAGBSE
20.0um

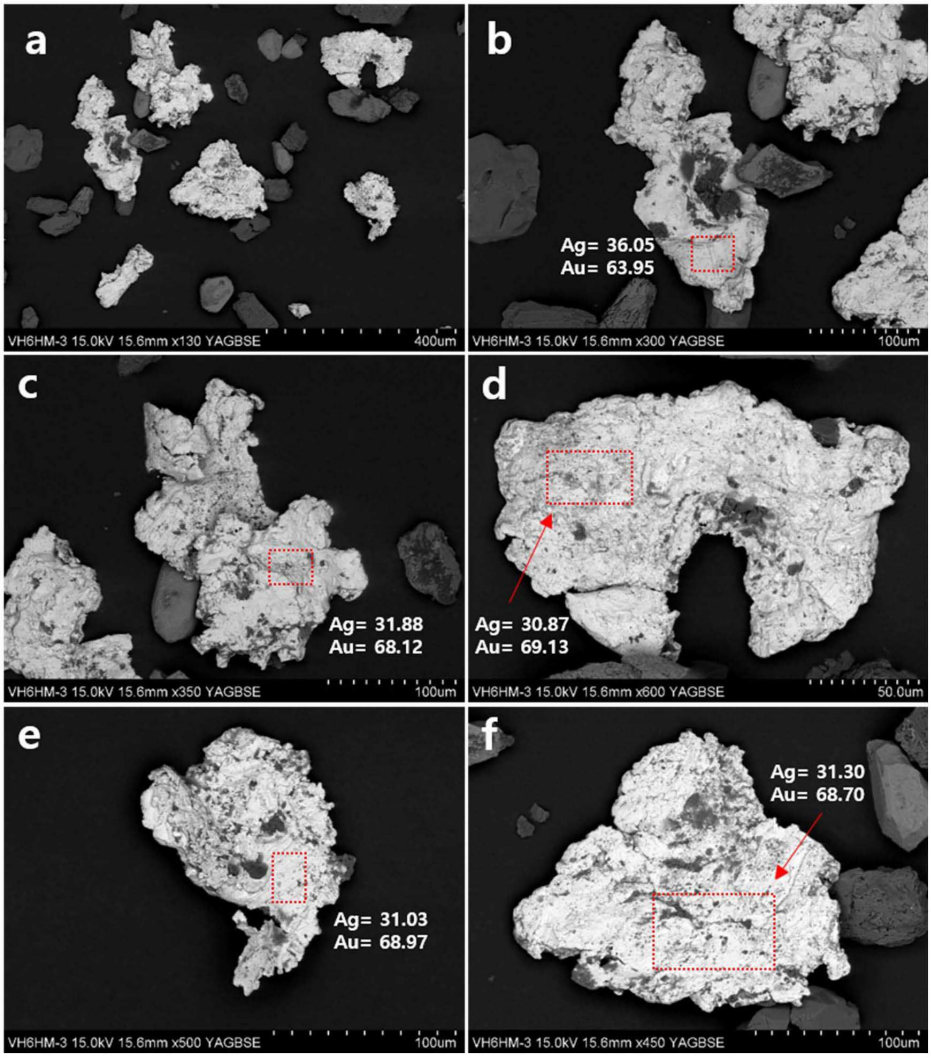
도면15


a
VH6HM-1 15.0kV 15.4mm x120 YAGBSE
400um
b
Au= 100
VH6HM-1 15.0kV 15.4mm x500 YAGBSE
100um
c
O= 60.70
Si= 1.07
Ti= 38.23
VH6HM-1 15.0kV 15.4mm x800 YAGBSE
50.0um
d
Ag= 29.06
Au= 70.94
O= 57.44
Si= 42.56
O= 60.25
Si= 10.98
S= 28.77
VH6HM-1 15.0kV 15.4mm x450 YAGBSE
100um
e
O= 57.20
Al= 9.00
Si= 15.63
Ca= 16.08
Fe= 2.09
VH6HM-1 15.0kV 15.4mm x1.20k YAGBSE
40.0um
f
O= 9.76
Si= 1.25
Ag= 30.19
Au= 58.80
O= 48.50
Si= 51.50
VH6HM-1 15.0kV 15.4mm x450 YAGBSE
100um

도면16


a
Ag= 31.25
Au= 68.75
VH6HM-2 15.0kV 15.6mm x110 YAGBSE
500um
b
Ag= 26.92
Au= 73.08
VH6HM-2 15.0kV 15.6mm x700 YAGBSE
50.0um
c
Ag= 26.24
Au= 73.76
VH6HM-2 15.0kV 15.6mm x600 YAGBSE
50.0um
d
Ag= 28.71
Au= 71.29
VH6HM-2 15.0kV 15.6mm x700 YAGBSE
50.0um
e
Ag= 35.48
Au= 64.52
VH6HM-2 15.0kV 15.6mm x450 YAGBSE
100um
f
VH6HM-2 15.0kV 15.6mm x450 YAGBSE
100um

도면17


a
VH6HM-3 15.0kV 15.6mm x130 YAGBSE
400um
b
Ag= 36.05
Au= 63.95
VH6HM-3 15.0kV 15.6mm x300 YAGBSE
100um
c
Ag= 31.88
Au= 68.12
VH6HM-3 15.0kV 15.6mm x350 YAGBSE
100um
d
Ag= 30.87
Au= 69.13
VH6HM-3 15.0kV 15.6mm x600 YAGBSE
50.0um
e
Ag= 31.03
Au= 68.97
VH6HM-3 15.0kV 15.6mm x500 YAGBSE
100um
f
Ag= 31.30
Au= 68.70
VH6HM-3 15.0kV 15.6mm x450 YAGBSE
100um