



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108458961 A

(43)申请公布日 2018.08.28

(21)申请号 201810267005.9

(22)申请日 2018.03.28

(71)申请人 江西理工大学

地址 330013 江西省赣州市章贡区红旗大道86号

(72)发明人 郭钟群 金解放 赵奎 王观石

(74)专利代理机构 北京国坤专利代理事务所
(普通合伙) 11491

代理人 赵红霞

(51)Int.Cl.

G01N 15/08(2006.01)

G01N 13/04(2006.01)

G01N 1/28(2006.01)

G01N 1/34(2006.01)

G01N 1/38(2006.01)

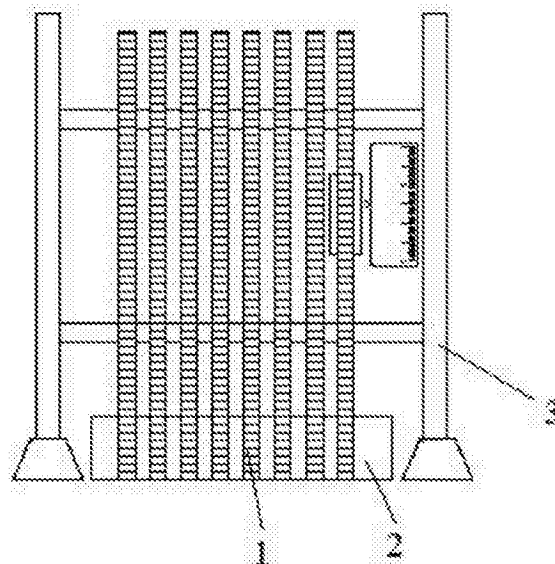
权利要求书1页 说明书7页 附图4页

(54)发明名称

一种离子型稀土溶浸液毛细上升试验系统及实验方法

(57)摘要

本发明属于离子型稀土溶浸采矿技术领域，公开了一种离子型稀土溶浸液毛细上升试验系统及实验方法，离子型稀土溶浸液毛细上升试验系统设置有铁架台，所述铁架台内安装有多个主管，所述主管的下端放置在水槽内；所述主管底端绑扎有滤布，所述主管的外壁上设置有毫米级刻度尺；所述水槽两端预留直径为10mm的圆孔。离子型稀土发生毛细上升时，毛细上升高度随着时间增长的变化趋势一致，先是快速上升，然后缓慢上升，再趋于稳定，即单位时间内水分上升高度的变化是随着时间增长而减小的，毛细上升速率快速达到最大速率，然后迅速减小，再缓慢减小，最后趋于稳定。



1. 一种离子型稀土溶浸液毛细上升试验系统,其特征在于,所述离子型稀土溶浸液毛细上升试验系统设置有铁架台,所述铁架台内安装有多个主管,所述主管的下端放置在水槽内;

所述主管底端绑扎有滤布,所述主管的外壁上设置有毫米级刻度尺;所述水槽两端预留直径为10mm的圆孔。

2. 如权利要求1所述的离子型稀土溶浸液毛细上升试验系统,其特征在于,所述主管的外径为25mm,主管的内径为20mm,主管的长度为2000mm。

3. 如权利要求1所述的离子型稀土溶浸液毛细上升试验系统,其特征在于,所述主管采用有机玻璃管。

4. 一种如权利要求1所述的离子型稀土溶浸液毛细上升试验系统的实验方法,其特征在于,该实验方法包括以下步骤:

将土样碾碎过4.75mm的筛分仪筛除大颗粒土,置室内恒温环境风干后拌匀;

按粒径 $d \leq 4.75\text{mm}$ 、 $d \leq 1.18\text{mm}$ 、 $d \leq 0.6\text{mm}$ 、 $d \leq 0.3\text{mm}$ 筛选分组;

将土样均匀装入有机玻璃管中,通过原位矿样密度和有机玻璃管体积,计算装入有机玻璃管中的质量(质量=体积*密度),并压实以保持与原位矿样密实度一致;

准备完毕,通过供水管向水槽通入清水,保证充足供水,即试验过程中管中土样不会把水吸干,水槽中的水由于土体的基质吸力,从管底部缓慢上升,以此模拟原地浸工艺中的毛细上升现象;

当水接触土柱底端的瞬间开始计时,根据毛细上升速率快慢的变化情况,数据记录的频率先密后疏,即试验前5天,每2小时或4小时记录1次毛细上升高度;试验5天以后,每12或24小时记录1次毛细上升高度。

毛细上升高度是根据毛细水上升过程中土体含水率变化引起土柱色差来读取,湿润峰前锋未被水分浸润,颜色较浅;湿润峰后面,由于被水分浸润,颜色较深;湿润峰位置距离有机玻璃管底部的高度,即毛细水上升高度;

四组土样同时进行试验和统一读取试验数据,在主管中重新装土、固定土柱;

试验溶液换成浓度为3%、5%硫酸铵溶液,依次进行。

一种离子型稀土溶浸液毛细上升试验系统及实验方法

技术领域

[0001] 本发明属于离子型稀土溶浸采矿技术领域,尤其涉及一种离子型稀土溶浸液毛细上升试验系统及实验方法。

背景技术

[0002] 目前,业内常用的现有技术是这样的:我国稀土资源丰富,其中以赣南为主要产区的离子吸附型稀土矿是一种独具特色的稀土矿床,简称离子型稀土。在该类矿床中,稀土以水合阳离子或羟基水合阳离子形式吸附在黏土矿物上,具有配分齐全、富含中重稀土、放射性比度低、开采工艺简单、综合利用价值大等特点。工业生产中通常采用原地浸矿工艺,即注入盐类溶浸液渗透到黏土矿物中,通过离子交换过程将稀土离子交换于溶液中,再通过沉淀剂进行沉淀回收。原地浸矿过程中伴随着溶浸液入渗,存在严重的毛细上升现象,从而影响到稀土浸出速率和浸出率。

[0003] 国内外学者对于土中毛细作用方面取得了许多重要的研究成果,Bruce等利用水平吸渗试验测试了等温水分扩散系数,Laplace等根据势能理论推导双曲率模型,建立了基质吸力与交界几何形状关系的方程,汤洵忠等通过室内试验和现场观测分析了离子型稀土原地浸矿时溶液毛细上升现象造成的稀土资源和电解质药剂的损失;张志军等探讨了金属矿山尾矿的毛细上升规律;董斌等分析了颗粒粗细和装填密实度等对毛细作用的影响;金解放等分析离子型稀土入渗的饱和导水率和基质吸力;苗强强等建立了预测不同粗细土料毛细水上升最大高度的回归方程式,吴爱祥等探讨了离子型矿物颗粒表面结合水的形成机理及其对溶浸液渗流规律的影响,但对于稀土渗流中的毛细作用研究还不完善。

[0004] 综上所述,现有技术存在的问题是:工业生产中通常采用原地浸矿工艺,即注入盐类溶浸液渗透到黏土矿物中,通过离子交换过程将稀土离子交换于溶液中,再通过沉淀剂进行沉淀回收。原地浸矿过程中伴随着溶浸液入渗,存在严重的毛细上升现象,毛细作用使得溶浸液入渗量存在一定损失,导致入渗速率降低,从而影响到稀土浸出速率和浸出率。如果不能有效估算毛细上升的溶浸液,则对于资源浸取率评价的准确性和稀土开采设计的合理性都带来了问题。

[0005] 解决上述技术问题的难度和意义:毛细作用使得溶浸液入渗量存在一定损失,导致入渗速率降低,从而影响到稀土浸出速率和浸出率。

发明内容

[0006] 针对现有技术存在的问题,本发明提供了一种离子型稀土溶浸液毛细上升试验系统及实验方法。

[0007] 本发明是这样实现的,离子型稀土原地浸矿开采方法是:直接在山体表面打若干注液井,注入硫酸铵浸取剂溶液,随着浸取液下渗过程,其铵根离子与稀土离子发生交换反应,浸出液通过山脚处的积液沟或收液巷道汇集到母液池,再经过水冶车间的除杂,最后用碳酸氢铵沉淀母液中的稀土,从而把稀土离子收集起来,实现资源回收的目的。在浸矿过程

中,存在严重的毛细现象,造成评价资源浸取率存在很大的不确定,需要通过一种实验方法确定离子型稀土的毛细上升规律及毛细上升速率。从而为离子型稀土开采设计时,计算注液强度提供理论依据。

[0008] 一种离子型稀土溶浸液毛细上升试验系统,离子型稀土溶浸液毛细上升试验系统设置有铁架台,所述铁架台内安装有多个主管,所述主管的下端放置在水槽内;

[0009] 所述主管底端绑扎有滤布,所述主管的外壁上设置有毫米级刻度尺;所述水槽两端预留直径为10mm的圆孔。

[0010] 进一步,所述主管的外径为25mm,主管的内径为20mm,主管的长度为2000mm。

[0011] 进一步,所述主管采用有机玻璃管。

[0012] 通过本技术方案,可以有效计算和预测不同粒径的离子型稀土的毛细上升速率,从而在离子型稀土开采设计时候,合理计算浸矿的注液强度,保证在一定时间内,溶浸液减除毛细上升的损失后,仍然可以浸润到设计范围内的稀土,从而提高资源的浸取率。

[0013] 一种离子型稀土溶浸液毛细上升试验方法,该实验方法包括以下步骤:

[0014] 将土样碾碎过4.75mm的筛分仪筛除大颗粒土,置室内恒温环境风干后拌匀;

[0015] 按粒径 $d \leq 4.75\text{mm}$ 、 $d \leq 1.18\text{mm}$ 、 $d \leq 0.6\text{mm}$ 、 $d \leq 0.3\text{mm}$ 筛选分组;

[0016] 将土样均匀装入有机玻璃管中,通过原位矿样密度和有机玻璃管体积,计算装入有机玻璃管中的质量(质量=体积*密度),并压实以保持与原位矿样密实度一致;

[0017] 准备完毕,通过供水管向水槽通入清水,保证充足供水,即试验过程中管中土样不会把水吸干,水槽中的水由于土体的基质吸力,从管底部缓慢上升,以此模拟原地浸工艺中的毛细上升现象;

[0018] 当水接触土柱底端的瞬间开始计时,根据毛细上升速率快慢的变化情况,数据记录的频率先密后疏,即试验前5天,每2小时或4小时记录1次毛细上升高度;试验5天以后,每12或24小时记录1次毛细上升高度。

[0019] 毛细上升高度是根据毛细水上升过程中土体含水率变化引起土柱色差来读取,湿润峰前锋未被水分浸润,颜色较浅;湿润峰后面,由于被水分浸润,颜色较深;湿润峰位置距离有机玻璃管底部的高度,即毛细水上升高度;

[0020] 四组土样同时进行试验和统一读取试验数据,在主管中重新装土、固定土柱;

[0021] 试验溶液换成浓度为3%、5%硫酸铵溶液,依次进行。

[0022] 综上所述,本发明的优点及积极效果为:

[0023] (1) 离子型稀土发生毛细上升时,毛细上升高度随着时间增长的变化趋势一致,先是快速上升,然后缓慢上升,再趋于稳定,即单位时间内水分上升高度的变化是随着时间增长而减小的,毛细上升速率快速达到最大速率,然后迅速减小,再缓慢减小,最后趋于稳定。

[0024] (2) 土样粒径不同时,毛细上升高度不同,粒径越大,毛细上升高度越小;相比清水溶液,硫酸铵溶液中的溶质势对毛细现象有促进作用,溶质势随着溶液浓度增大而增大,即硫酸铵浓度为5%时的最大毛细上升高度比3%时的大。从减小原地浸工艺毛细损失的角度,建议选取3%硫酸铵溶液。

[0025] (3) 最大毛细上升高度随土柱最大粒径的增大而减小,二者呈幂函数关系,毛细渗透系数随土样最大粒径的增大而增大,二者呈指数关系;最大毛细上升高度与毛细渗透系数呈负相关性。通过实验获得的函数关系,可以预测离子型稀土原地浸矿过程中毛细损失,

从而通过优化注液井网设计,进一步提高稀土开采率,提升生产的经济合理性。

附图说明

- [0026] 图1是本发明实施例提供的稀土原矿的颗粒级配曲线图;
- [0027] 图2是本发明实施例提供的毛细水上升试验装置图;
- [0028] 图3是本发明实施例提供的不同条件下浸润峰位置图;
- [0029] 图4是本发明实施例提供的毛细上升高度与时间关系图;
- [0030] 图5是本发明实施例提供的不同溶液中毛细上升高度与时间关系图;
- [0031] 图6是本发明实施例提供的不同粒径的土柱毛细上升速率与时间关系图;
- [0032] 图7是本发明实施例提供的预测毛细上升高度的几何模型图;
- [0033] 图8是本发明实施例提供的粒径与毛细渗透系数和最大毛细上升高度组合曲线图;
- [0034] 图中:1、主管;2、水槽;3、铁架台。

具体实施方式

- [0035] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。
- [0036] 针对离子型稀土原地浸开采的实际,通过室内试验,分别得到不同工况下的毛细上升湿润锋随时间的变化关系,研究了离子型稀土粒径大小以及溶浸液浓度对毛细上升的影响规律;在太沙基模型的基础上,建立了预测最大毛细上升高度的回归方程;建立了粒径与毛细上升高度与毛细渗透系数的定量关系。研究结果为高效利用离子型稀土资源提供理论基础,有助于原地浸矿工艺科学化的实施。
- [0037] 基于毛细水作用机理,由固、水、气三相构成的非饱和多孔介质中随机分布、杂乱无序的空隙是溶液迁移通道和滞留场所。固相基质的矿物组成、化学成分、颗粒大小、级配等决定着空隙大小、连通性和毛细水上升高度等性质和特征。
- [0038] 进行了钻孔取样,获得了试验所用的稀土样本。对所取试样进行基本的颗粒分析试验,由于稀土矿颗粒粒径均小于10mm,按照规范取粒径小于10mm的土300~900g,取粒径小于2mm土样100~300g,分别过孔径为5、2、1、0.5、0.25、0.1和0.075mm的标准筛,进行多组试验,筛分试验结果见表1。
- [0039] 表1各粒径范围的含量

	Particle group / mm	Mass fraction / %
	≥5	—
	2-5	15.3
	1-2	21.9
[0040]	0.5-1	14.2
	0.25-0.5	9.1
	0.1-0.25	18.6
	0.075-0.1	11.5
	<0.075	9.4

[0041] 由表1可绘制颗粒级配累计曲线,如图1所示。

[0042] 进行土工试验测得该稀土试样的部分原位三相比例指标,结果见表2。

[0043] 表2土样的主要物理性质指标

	Gravity density/($\text{kN}\cdot\text{m}^{-3}$)	Water content / %	Void ratio
[0044]	15.57	6.43	0.71

[0045] 实验室自制毛细管试验仪包括:主管、水槽、铁架台组成,如图2所示。主管外径为25mm,内径20mm,长2000mm。为避免试验时土样漏入水槽,同时不影响水的毛细作用,主管底端用400目的滤布绑扎。为准确读取毛细上升高度,沿管壁轴线方向贴有精度为1mm的刻度尺。水槽两端预留直径为10mm的圆孔,以保证试验水头的恒定。铁架台用于固定主管。为了探索溶质势对毛细水的影响,水槽中分别注入清水和浓度为3%、5%的硫酸铵溶液进行对比试验。

[0046] 按照相关规范,将土样碾碎过4.75mm的筛分仪筛除大颗粒土,置室内恒温环境风干后拌匀,按粒径 $d\leq 4.75\text{mm}$ 、 $d\leq 1.18\text{mm}$ 、 $d\leq 0.6\text{mm}$ 、 $d\leq 0.3\text{mm}$ 筛选分组。将土样均匀装入有机玻璃管中,并压实以保持与原位矿样密实度一致。为了研究粒径对毛细作用的影响,主管中分别装有最大粒径为0.3mm、0.6mm、1.18mm、4.75mm的4种稀土试样,分别记为试样1~试样4。为减少随机性,每种试样做2根主管进行对照。准备完毕,向水槽通入清水,充足供水,以此模拟原地浸工艺中的毛细上升现象。水样接触土柱底端的瞬间开始计时,根据毛细上升速率快慢的变化情况,数据记录的频率先密后疏。根据毛细水上升过程中土体含水率变化引起土柱色差来判断水分迁移的距离,读取湿润峰位置,即毛细水上升高度,如图3所示。四组土样同时进行试验和统一读取试验数据。此后,在主管中重新装土、固定土柱。试验溶液换成浓度为3%、5%硫酸铵溶液,依次进行。

[0047] 试验结果分析

[0048] 粒径对毛细水上升高度的影响

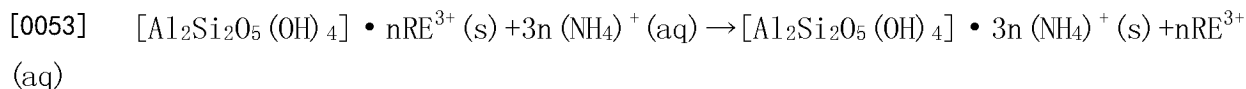
[0049] 在清水和硫酸铵溶液中,不同粒径稀土样的毛细水上升高度随时间变化趋势一致,先是快速上升,然后缓慢上升,最后趋于稳定。清水中毛细水上升高度与时间关系曲线如图4所示。分析认为,毛细上升初始阶段,毛细作用力远大于毛细水重力作用,土体间隙被水浸润迅速达到饱和,随后毛细水的重力作用随毛细高度增大而不断增大,重力大于毛细作用力,上升速率减缓直到重力与毛细作用力持衡,此时的势能转换结束并处于平衡状态。

[0050] 土样粒径不同时,相同溶液在稀土中的毛细上升高度随时间的变化轨迹不同。相同时刻,土体粒径越大,清水在土柱中毛细上升高度越小,这表明土样粒径大小对毛细上升现象有重要的影响,粒径越小,清水的毛细上升作用越大,粒径越大的,清水的毛细上升作用反而越小。

[0051] 溶质势对毛细水上升高度的影响

[0052] 图5为在不同溶液中毛细上升高度与时间的关系。可以看出,不同溶质对毛细上升也有较大的影响,清水在土柱发生毛细上升现象,未发生离子交换作用,毛细水在基质势的驱动下克服重力势向上运动,体现了土样性状与水分迁移之间的基本关系。溶浸液在土柱

中发生毛细现象,由于离子交换作用和浸矿液浓度的变化,除了非饱和土水势中的重力势、压力势、基质势以外[16],也存在溶质势影响,其过程有别于前者。以高岭石为例,在毛细上升过程中,铵根离子和稀土离子发生了离子交换反应的化学方程式可表示为:



[0054] 式中,s表示固相,aq表示液相。

[0055] 由图5(a)和(b)可知,当土样粒径较小时,清水比硫酸铵溶液中的毛细上升高度更大,且5%硫酸铵溶液比3%硫酸铵溶液中的毛细上升高度更小,因为此时上升的动力是重力势和基质势、溶质势的综合作用,且重力势起到了较大作用,溶液浓度更大,重力作用更大,其毛细上升动力更小;由图5(c)和(d)可知,当土样粒径较大时,情况相反,硫酸铵溶液比清水中的毛细上升高度更大,说明此时溶质势的作用更为明显,已经超过了重力势的作用,使其毛细上升动力更大。

[0056] 毛细上升速度与时间关系

[0057] 不同浓度溶液中各粒径土柱毛细上升速度随时间的变化关系如图6所示,其变化趋势基本一致。在土柱接触溶液初期,毛细上升速度快速上升,其速度可达6~11cm/h,但随着时间的增长,急剧减小变缓,再趋于稳定,最后360h的平均上升速度仅为0.1~0.2cm/h。相同溶液中,不同粒径土样的毛细上升速率区别不大,数据非常接近,尤其在试验后期,速率差异小,总体而言无明显的快慢之分。根据试验过程以及前文毛细上升高度分析,在试验初期,由于表面张力要远大于上升土柱的重力,因此上升速度较快,随着时间增加,其重力值逐渐增加并接近表面张力,导致上升速度逐渐变缓慢,该趋势外在表现即为毛细上升高度先快速上升,然后缓慢上升,再趋于稳定。

[0058] 根据在太沙基提出一维土柱毛细上升预测模型,假设饱和入渗的达西定理同样适合非饱和毛细作用,水力梯度表示为最大毛细上升高度和湿润锋的差与湿润锋高度的比值,水力梯度*i*可表示如下:

[0059]

$$i = \frac{h_c - z}{z} \quad (1)$$

[0060] 式中:*z*为湿润锋上升高度(见图7),*h_c*为最大毛细上升高度,代表了土体孔隙中气-水界面上的压力水头的下降值。

[0061] 根据达西定律

[0062]

$$q = \frac{dQ}{dt} = k_s \times \frac{h_c - z}{z} = n \frac{dz}{dt} \quad (2)$$

[0063] 式中:*q*为流速,*k_s*为饱和渗透系数,*n*为孔隙率。

[0064] 初始条件即*t*=0时,对应的毛细上升高度为0,对公式(1)、(2)进行联合求解,得毛细湿润峰的位置*z*是时间*t*的固有函数:

[0065]

$$t = \frac{nh_c}{k_s} \left(\ln \frac{h_c}{h_c - z} - \frac{z}{h_c} \right) \quad (3)$$

[0066] 引入毛细渗透系数 $X=n/k_s$,把上式重新整理得:

[0067]

$$t = Xh_c \left(\ln \frac{h_c}{h_c - z} - \frac{z}{h_c} \right) \quad (4)$$

[0068] 毛细上升是由无数个不间断的土中溶液迁移过程组成,取小段土柱 dz ,湿润峰 z 是 t 的函数,对式(2)微分可得:

[0069]

$$\frac{dz}{dt} = \frac{h_c - z}{X \times z} \quad (5)$$

[0070] 通过试验数据和以上函数关系拟合毛细渗透系数 X 、最大毛细上升高度 h_c .,结果见表3。

[0071] 表3参数拟合结果

[0072]

sample	solution	$X/(\text{cm/h})^{-1}$	h_c/cm	R^2
sample 4	water	7.012	324.72	0.9966
	3% ammonium sulfate solution	6.812	335.609	0.9999
	5% ammonium sulfate solution	6.919	334.488	0.9997
sample 3	water	7.804	372.97	0.9974
	3% ammonium sulfate solution	6.072	351.465	0.9998
	5% ammonium sulfate solution	8.969	406.868	0.9991
sample 2	water	9.463	449.51	0.9983
	3% ammonium sulfate solution	9.727	416.059	0.9994
	5% ammonium sulfate solution	22.643	745.862	0.9994
sample 1	water	17.693	826.41	0.9996
	3% ammonium sulfate solution	13.903	552.541	0.9996
	5% ammonium sulfate solution	24.803	887.952	0.9995

[0073] 粒径与最大毛细上升高度经验关系

[0074] 同一溶液条件下,毛细上升高度与粒径大小显著相关。不同硫酸铵浓度时各粒径土的毛细渗透系数 X 和最大毛细上升高度 h_c 组合曲线如图8所示。

[0075] 由此可知,最大毛细上升高度与毛细渗透系数呈负相关变化,即毛细渗透系数越大,最大毛细上升高度越小。事实上,毛细渗透系数较大时,表明土体的连通性和渗透性较好,但是土体良好的连通加上毛细水的流动通削弱土体颗粒间的联结,导致细颗粒土迁移阻塞毛细管道使速度变化幅度大,衰减快,如最大粒径4.75mm、1.18mm的土样。而最大粒径为0.3mm的土样,颗粒分散性极大而表面能较高,导致土中的水多为土粒强烈束缚,使土颗粒间空隙过小,增大了毛细阻力,毛细渗透系数小,表现出细颗粒中湿润锋迁移速度较粗颗粒小的多的结果,但是土柱保水性好而毛细作用持续时间长,最大毛细上升高度比最大粒径4.75mm、1.18mm、0.6mm大。所以,也认为土的粒径是决定最大毛细上升高度重要原因之一。

[0076] 最大毛细上升高度随最大粒径的增大而减小,二者之间呈幂函数关系,其经验关系可表示为:

$$[0077] \quad h_c = A + B \cdot C^d \quad (6)$$

[0078] 其中, h_c 为最大毛细上升高度, d 为土样最大粒径, A 、 B 、 C 为参数变量。

[0079] 毛细渗透系数随最大粒径的增大而增大,二者呈指数关系,其经验关系可表示为:

$$[0080] \quad X = D \times (1 - e^{E \times d}) \quad (7)$$

[0081] 其中, X 为毛细渗透系数, D 、 E 为参数变量。

[0082] 溶液中硫酸铵浓度的变化不影响三者之间的关系变化。简单而言,硫酸铵浓度决定了毛细上升高度,实际上,硫酸铵浓度引起土体结构变化,进而决定毛细上升高度和毛细渗透系数。

[0083] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

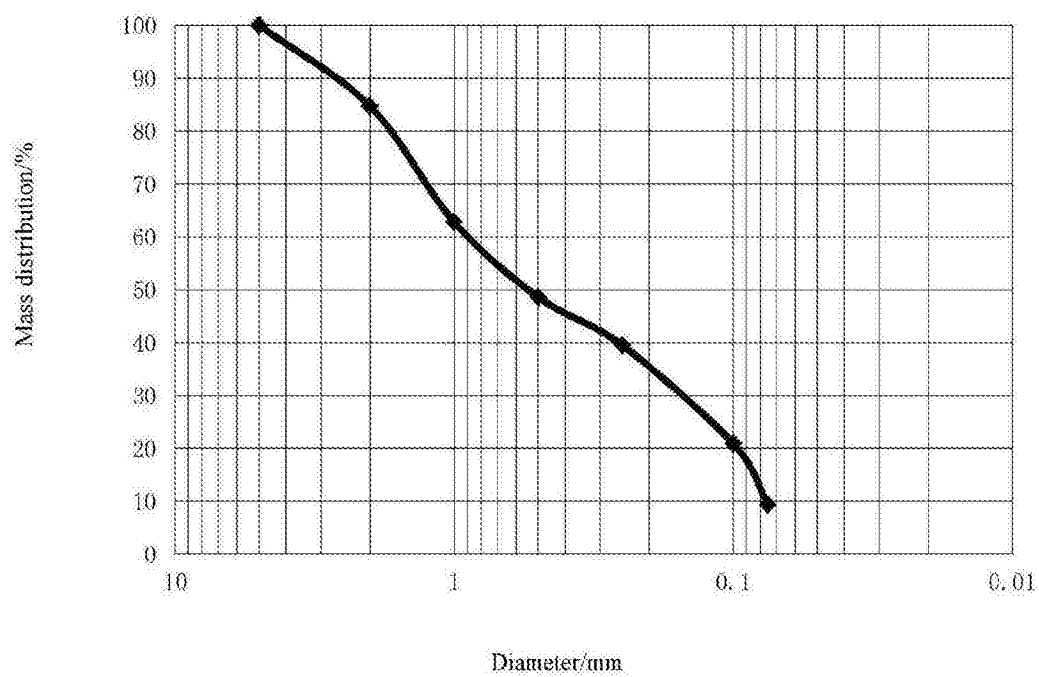


图1

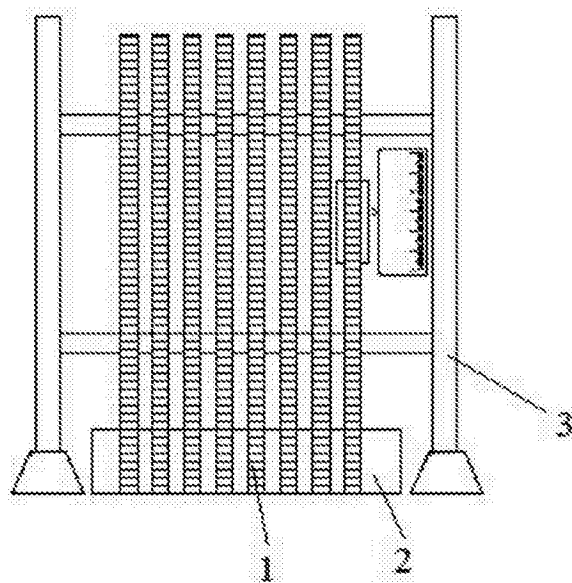
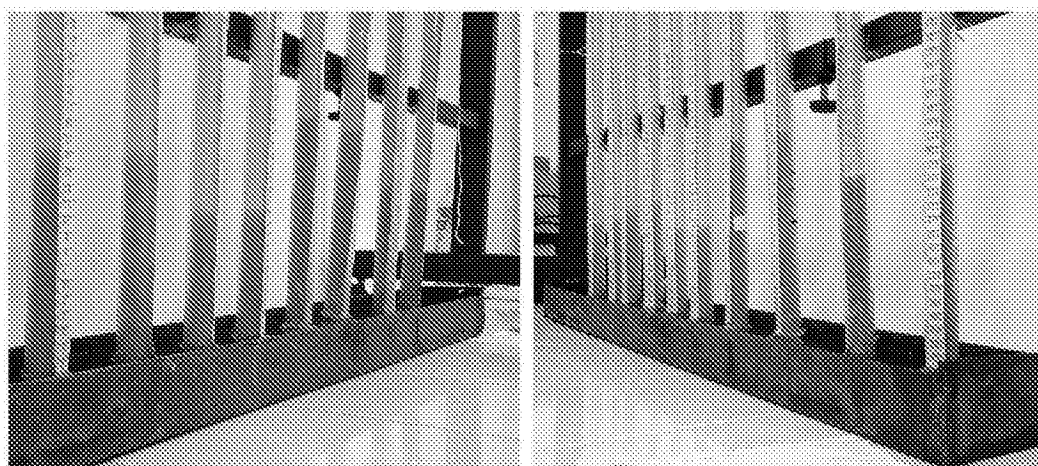


图2



(a) water

(b) ammonium sulfate solution

图3

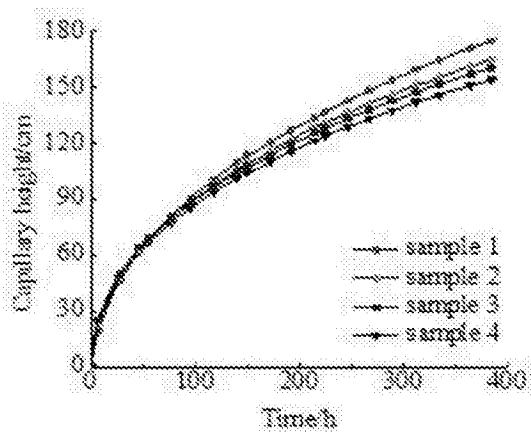


图4

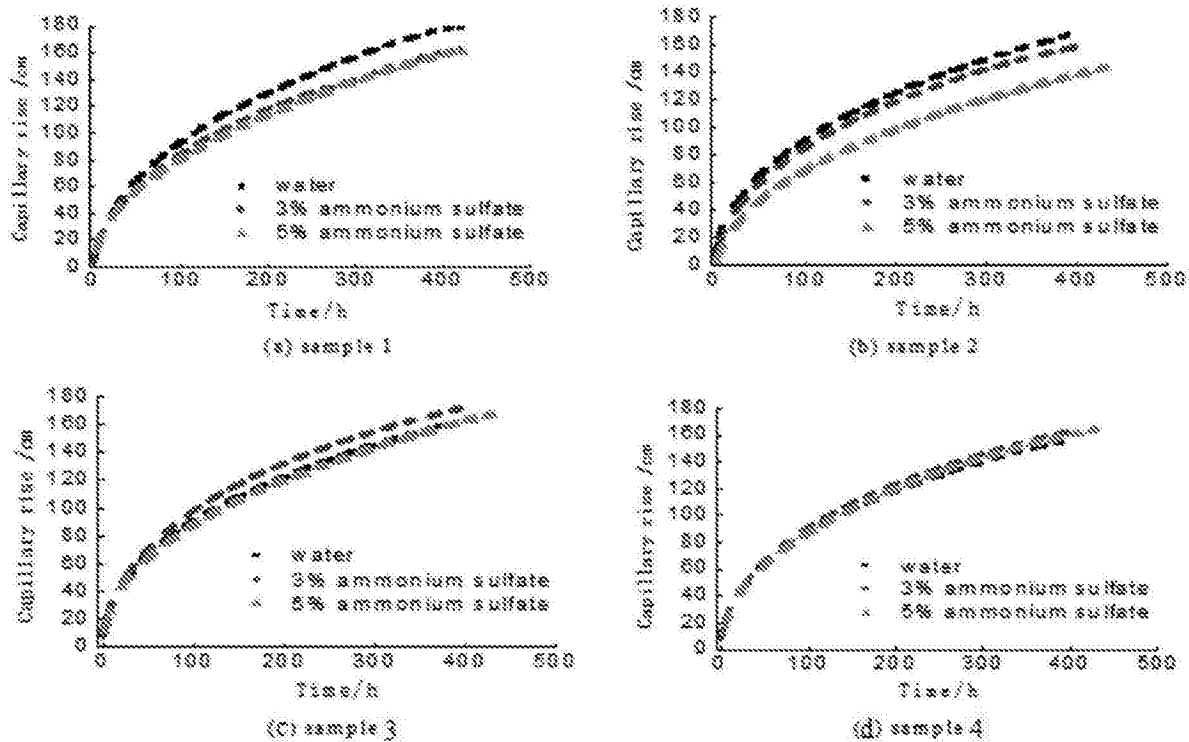


图5

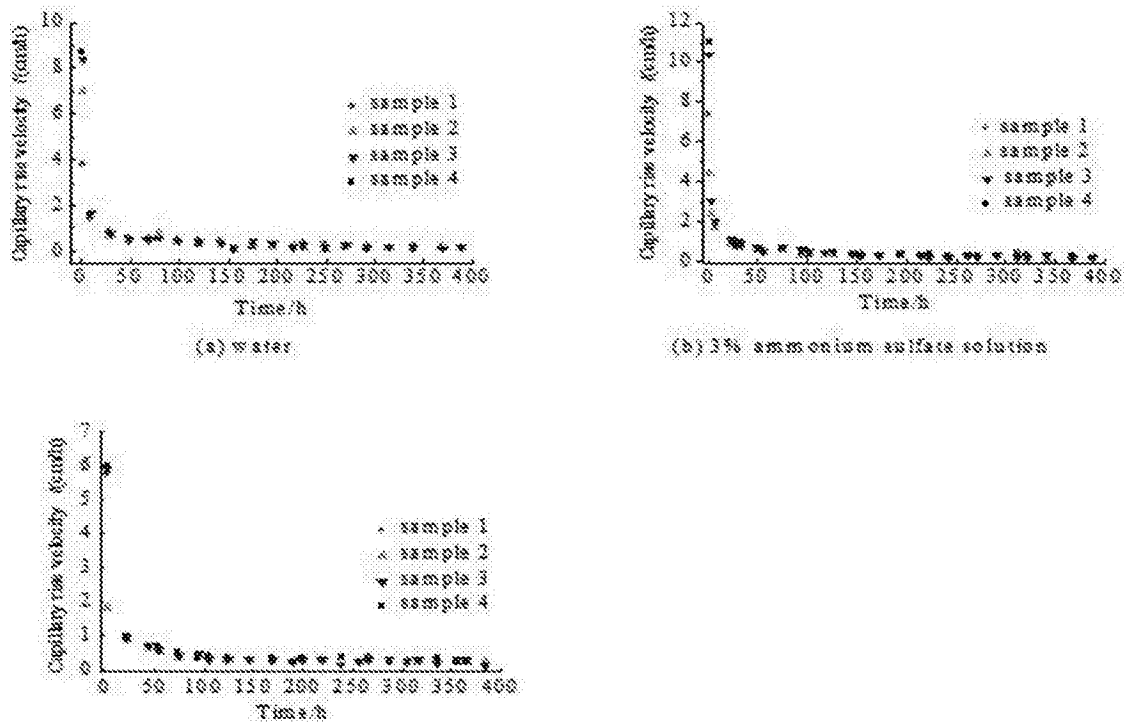


图6

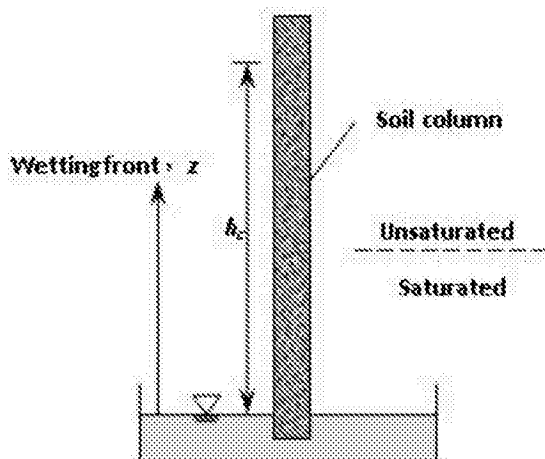


图7

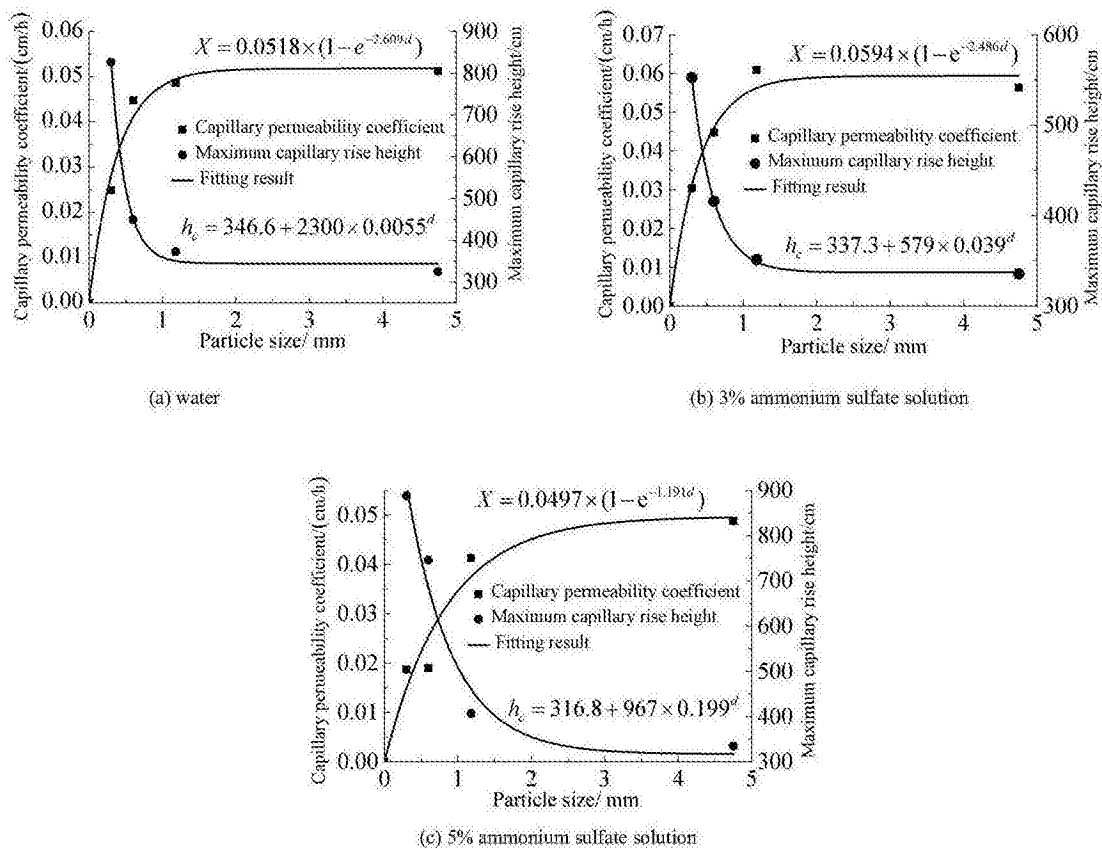


图8