

基于图像处理的矿石颗粒三维微观孔隙结构演化

杨保华^{1,2)}, 吴爱祥^{2,3)✉}, 缪秀秀^{2,3)}

1) 湖南涉外经济学院信号与信息处理研究所, 长沙 410205 2) 北京科技大学土木与环境工程学院, 北京 100083

3) 北京科技大学金属矿山高效开采与安全教育部重点实验室, 北京 100083

✉ 通信作者, E-mail: wuaixiang@126.com

摘要 采用高精度显微 CT 技术及三维图像分析方法研究氧化铜矿石颗粒在酸浸前后内部微观孔隙结构特征及其演变, 考察孔隙率、孔隙尺寸分布、孔隙连通度、孔隙分维等参数的变化规律。结果表明: 酸浸后矿石颗粒的孔隙率明显增加, 孔隙尺寸分布范围更广, 出现一定比例的大孔隙, 平均孔隙直径增加 2~3 倍; 孔隙连通度在酸浸前基本为零, 酸浸后明显增加, 并在各方向上呈现空间变异性; 孔隙分维数在浸出结束后也有所增大, 且在一定范围内与孔隙率及平均孔隙直径呈指数增长关系。借助三维图像分析可实现矿石浸出过程中内部微观孔隙结构的定量描述, 从而揭示矿石颗粒孔隙结构的演化规律。

关键词 铜矿处理; 颗粒; 浸出; 孔隙结构; CT 技术; 图像处理

分类号 TF803.21

3D micropore structure evolution of ore particles based on image processing

YANG Bao-hua^{1,2)}, WU Ai-xiang^{2,3)✉}, MIAO Xiu-xiu^{2,3)}

1) Institute of Signal and Information Processing, Hunan International Economics University, Changsha 410205, China

2) School of Civil and Environmental Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China

3) Key Laboratory of High-efficient Mining and Safety of Metal Mines (Ministry of Education), University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China

✉ Corresponding author, E-mail: wuaixiang@126.com

ABSTRACT The micropore structure and evolution of copper oxide ore particles before and after acid leaching were investigated by high resolution X-ray micro-computed tomography (micro-CT) and three-dimensional (3D) image analysis. The pore structure parameters, such as porosity, pore size distribution, pore connectivity and fractal dimension were statistically calculated. The results indicate that after acid leaching, the porosity increases obviously and the pore size distributes more widely. Some large pores appear and the mean pore diameter increases by 2 to 3 times. There is little pore connectivity before acid leaching, while the pore connectivity increases significantly after acid leaching, being inhomogeneous in three different directions. The fractal dimension of pores also increases after acid leaching, and the porosity and the mean pore diameter grows exponentially with the fractal dimension. 3-D image analysis is a powerful technique to quantitatively characterize the micro-scale pore structure of ore particles during acid leaching, so it facilitates to disclosure the evolution laws of pore structure.

KEY WORDS copper ore treatment; particles; leaching; pore structure; computed tomography; image processing

浸矿体系中矿岩散体的物理和化学性质在很大程度上受矿石颗粒内部微孔隙结构分布特征的影响。矿石颗粒内的微孔隙, 一方面影响颗粒的传质作用, 从而

导致浸矿特性的改变; 另一方面影响颗粒骨架的强度, 从而导致颗粒空间结构的改变。浸矿过程中溶浸液的渗流和运移是在微孔隙中进行的, 微孔隙不仅是溶浸

液储存的场所,也是已入渗的溶液通过扩散或渗透方式汇集的通道,微孔隙的形态、结构等特征参数直接影响溶液向矿石内部扩散和渗透,并最终影响到有用金属的浸出速度和浸出率。发育良好的微孔隙系统是矿石具有较好可浸性的主要条件。如果微孔裂隙系统发育不良,会严重影响矿石颗粒的浸出效果。因此,对矿石颗粒的微孔隙结构特征进行研究对于了解颗粒浸出规律具有重要意义,同时有利于从浸矿散体的微观结构入手对浸出率和渗透性的改善提出相应措施。

矿石颗粒是一种非连续、非均质和各向异性体,矿石颗粒原始结构的差异造成其内部孔隙类型及大小的不同。近年来,国内外学者虽然在堆浸孔隙演化机理方面做了许多探索性工作,但浸出环境中矿石颗粒内部微孔隙响应机制还不清楚。由于矿石颗粒中微孔裂隙结构分布的复杂性和随机性,已超出普通光学显微镜的探测能力,因而长期以来未受到足够的重视。国内外研究并不多。近几年,随着显微 CT (computed tomography, CT) 技术在诸多研究领域的广泛使用^[1-6],国外有部分学者逐步开展了堆浸体系内单颗粒矿石微观孔裂隙的研究,并取得一定进展^[7-12],但总体而言还不够全面和深入。存在的主要问题之一是部分研究采用的显微 CT 精度不够高,问题之二是孔隙结构参数量化程度不够高,问题之三是矿石浸出过程微观孔隙演化规律探讨不多。Kodali 等^[7]基于显微 CT 对氧化铜矿和硫化铜矿颗粒内部的微观裂隙进行研究,但是该研究采用的显微 CT 只能识别尺寸大于 $40 \mu\text{m}$ 的裂隙; Ghorbani 等^[8]利用 HMXST 高精度显微 CT (扫描精度为 $3 \mu\text{m}$) 对闪锌矿颗粒内部裂隙空间分布特性以及矿物分布情况进行分析,但是没有对孔裂隙尺寸等参数进行量化; Nosrati 等^[9]只是利用显微 CT 扫描待浸出的镍矿制粒矿石内部结构,但没有进行进一步的孔隙结构分析。因此,该领域内很多方面都有待开展深入的研究。

本文采用高精度显微 CT 对酸溶液浸出作用下氧化铜矿试件内部孔隙结构进行阶段性扫描,在三维数字图像分析的基础上计算出氧化铜试件在浸出前后三维孔隙率、孔隙尺寸、孔隙连通性及孔隙分维的变化,从而揭示矿石颗粒内部孔隙结构的动态演化规律。

1 实验材料及方法

1.1 矿样

实验矿样来自云南省某铜矿的氧化铜矿,其中金属硫化矿物有黄铜矿和黄铁矿,金属氧化矿物主要为褐铁矿,铜碳酸盐矿物为孔雀石 ($\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2$),铜硅酸盐矿物为硅孔雀石 ($\text{CuSiO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),脉石矿物主要有石英、方解石、绢云母等,另外还有极少量的自然铜。经化学元素分析及物相分析,其化学成分及化学

物相如表 1 及表 2 所示。

表 1 矿样主要化学成分(质量分数)

Table 1 Major chemical elements of the ore samples %

Cu	Fe	Fe_2O_3	Al_2O_3	SiO_2	CaO	MgO
1.46	19.37	27.67	10.02	41.96	7.64	0.99

表 2 矿样中铜的化学物相

Table 2 Chemical phases of Cu in the ore samples

铜物相	铜质量分数/%	铜占有率/%
结合氧化铜	0.600	41.18
孔雀石	0.705	48.39
硅孔雀石	0.095	6.52
硫化铜	0.057	3.91
总计	1.457	100.0

矿物中易溶的孔雀石和硅孔雀石的铜占有率为 55% 左右,难溶的硫化铜和褐铁矿中铜将无法回收,采用酸浸法回收铜最高浸出率为 55%。

1.2 CT 扫描装置

矿石样本内部微观孔隙结构图像采集设备为太原理工大学 $\mu\text{CT}225\text{kVFCB}$ 型高精度显微 CT 实验系统,见图 1。该系统可以实现对各种金属及非金属材料的三维 CT 扫描分析,放大倍数为 1~400 倍,试件尺寸为 $\phi 1 \sim 50 \text{ mm}$,最大空间分辨率可达 $0.485 \mu\text{m}$ 。实验系统在各性能指标上都达到了国内最好水平,能为岩石力学以及材料力学等领域的微观研究提供更好的条件。

1.3 实验方法

本研究加工了两个圆柱形矿样,取自于同一个矿石中,样本均为 $\phi 3 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$ 。在酸浸实验之前,先采用显微 CT 系统对矿样进行扫描,通过反复调试系统参数最终确定实验放大倍数为 73 倍,扫描单元分辨率为 $2.66 \mu\text{m}$,因此可以分辨宽度在 $2.7 \mu\text{m}$ 以上孔隙,每个样本沿矿样轴心方向扫描 1500 层,每层厚度为一个像素宽,也即 $2.66 \mu\text{m}$,扫描长度为 4 mm 左右。首次扫描结束后将样本分别放入装有稀硫酸溶液的烧瓶中进行浸泡,共浸出 30 d,实验过程中每隔 1 d 用 pH 计测量溶液的 pH 值,保证 pH 值稳定在 2 左右。浸泡结束后,为了实时地反映浸出环境下孔隙结构特征,样本从溶液中取出后直接以相同参数和相同方位再次进行显微 CT 扫描。最后基于显微 CT 系统自带的重构软件可以获取各样本的二维断层图像,每张图像的大小为 2041×2041 像素。图 2 为适当裁剪后的原始断面图。从图 2 中可以直观地发现浸出后矿石颗粒表面及内部均产生严重腐蚀,出现较大孔隙网络。由于矿样孔隙内的液相气相与固相密度相差很大,在获取的 CT 图像中液相和气相灰度值相差很小,但两者与固相的灰度值相

差却很大,所以通过图像处理很容易实现固相与孔隙的区分。

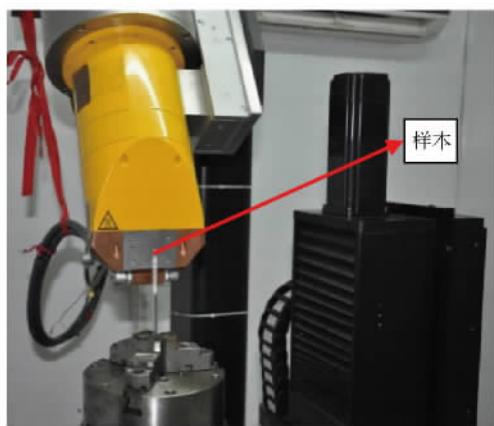


图1 μ CT225kVFCB型高精度显微CT实验系统

Fig. 1 μ CT225kVFCB type high-resolution micro-CT experimental system

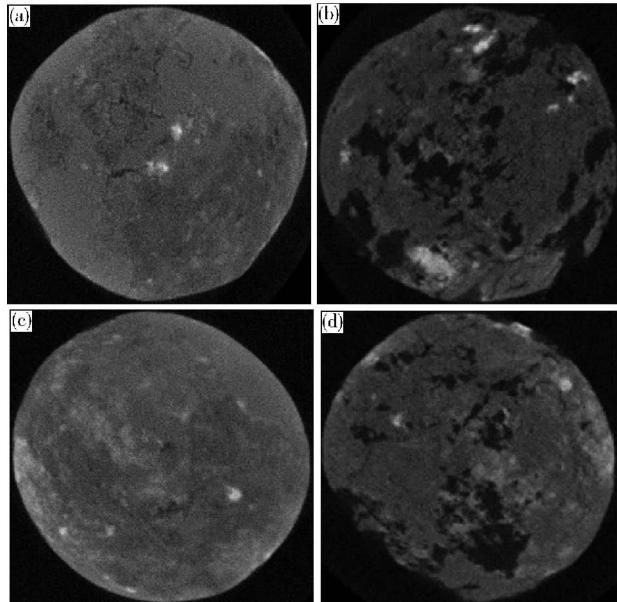


图2 矿石样本二维断面图。(a) 样本1浸出前;(b) 样本1浸出后;(c) 样本2浸出前;(d) 样本2浸出后

Fig. 2 2D sectional image of ore samples: (a) Sample 1 before leaching; (b) Sample 1 after leaching; (c) Sample 2 before leaching; (d) Sample 2 after leaching

2 结果与讨论

2.1 图像预处理及三维重构

在CT图像的获取过程中,影像设备中各电子器件的随机扰动不可避免地会带来噪声,因此必须对所获得的CT图像进行预处理。预处理的目的就是对其进行滤波或平滑,以实现抑制噪声,增强图像特征,提高信噪比,并在此基础上进行图像的分割。具体包含以下几个步骤:(1)图像剪切。从原始CT图像中选择一矩形区域,大小为 600×600 像素,生成一新图像。

(2)图像增强。对剪切后的图像进行滤波,以突出有效的图像信息,消除或减少噪声的干扰,便于图像的后续处理。(3)图像分割。利用全局阈值法中的Otsu方法计算阈值,在该阈值的基础上进行适当调整,对比不同阈值的分割效果,最终选取一个最合适的阈值对序列图像进行二值化处理,把图像分割成孔隙和矿岩颗粒两相介质。原始CT图像预处理过程见图3。本文原始图像预处理过程均采用Matlab软件编程实现。从图3中可以看出,滤波后的图像明显去掉不少噪音,这样更利于实现图像的准确分割,经过预处理最终得到的二值化图像,图像中只有黑色和白色两种颜色(黑色为孔隙,白色为矿石骨架)。

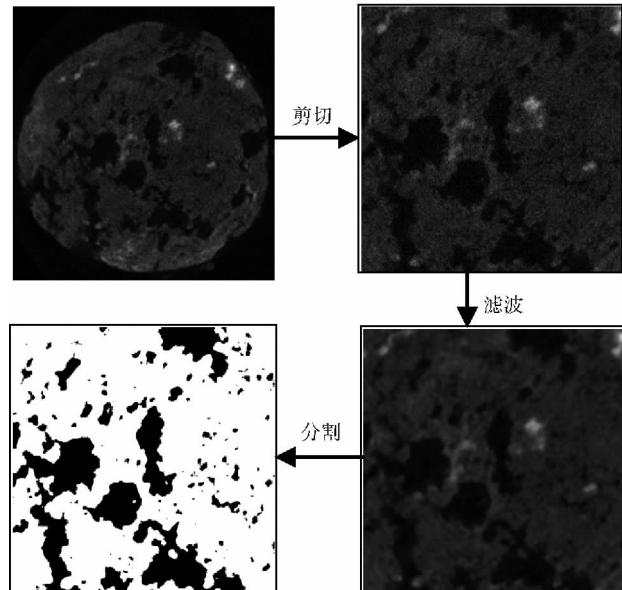


图3 原始CT图像预处理过程

Fig. 3 Pre-processing procedure of original CT images

在图像预处理的基础上,通过Matlab软件编程实现序列图像的三维重构^[13]。图4显示样本1和样本2浸出前后所选区域的三维重构体,大小均为 $600 \times 600 \times 600$ 像素,实际大小为 $1.60 \text{ mm} \times 1.60 \text{ mm} \times 1.60 \text{ mm}$ 。基于此三维重构体数据,利用自编的Matlab程序便可以实现孔隙率、孔隙尺寸分布和孔隙连通性的计算^[14],以及孔隙分维的计算和分析。

2.2 浸出前后三维孔隙率分析

三维孔隙率为三维重构体中孔隙体素值与总体素值的比值。三维孔隙率的计算结果见表3。由表可知,浸出后,两个单颗粒矿石样本的孔隙率都明显增加,试样1的孔隙率增加10倍,试样2的孔隙率增加6倍以上。

2.3 三维孔隙尺寸分析

三维孔隙尺寸为孔隙当量直径,也即各孔隙最大内切球的直径。图5显示2个样本浸出前后孔隙尺寸分布。由图5可知:样本1在浸出前最大孔隙直径为

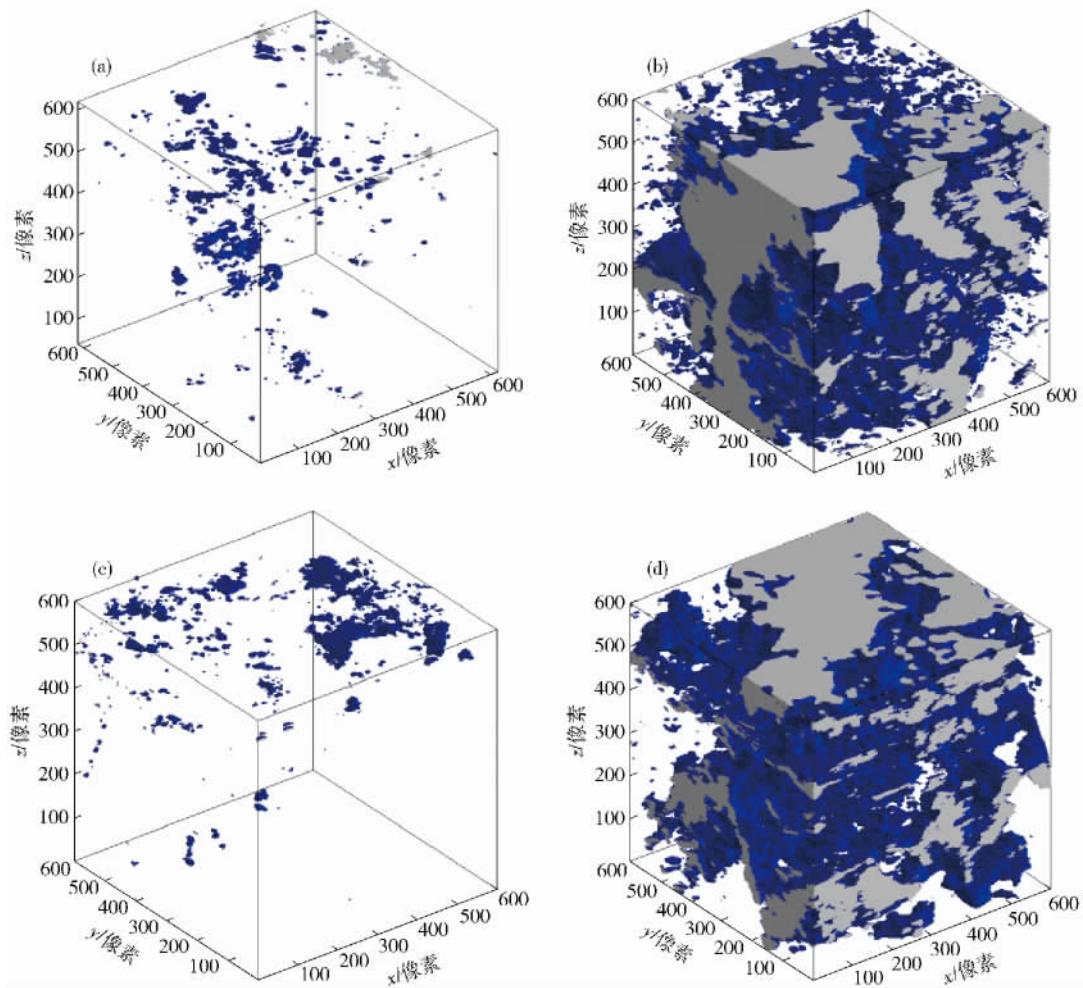


图 4 矿样孔隙结构三维重构体. (a) 样本 1 浸出前; (b) 样本 1 浸出后; (c) 样本 2 浸出前; (d) 样本 2 浸出后

Fig. 4 3D volumetric reconstruction of ore samples: (a) Sample 1 before leaching; (b) Sample 1 after leaching; (c) Sample 2 before leaching; (d) Sample 2 after leaching

表 3 浸出前后孔隙率对比

Table 3 Comparison of porosity before and after leaching

样本	浸矿时间	孔隙率/%
1	浸出前	2.91
	浸出后	29.42
2	浸出前	3.62
	浸出后	22.62

74.48 μm , 占比最大的孔隙直径为 37.24 μm , 约 60% 的孔隙直径小于 37.24 μm ; 浸出后占比最大的孔隙直径为 202.16 μm , 最大孔隙直径为 516.04 μm , 占 4.22%。样本 2 在浸出前最大孔隙直径同样为 74.48 μm , 占比最大的孔隙直径为 53.2 μm , 约 65% 的孔隙直径小于 53.2 μm ; 浸出后占比最大的孔隙直径为 143.64 μm , 最大孔隙直径为 250.04 μm , 占 1.97%。综合分析 2 组数据可以知道, 单颗粒矿石内部的孔隙尺寸随着浸出过程的进行明显增大, 同时出现一定比例的大孔隙, 孔隙尺寸分布范围更广。

通过回归分析, 可以得到两个样本在浸出前后的平均孔隙直径, 见表 4。由表 4 可以得知, 单颗粒矿石内部孔隙的平均直径在浸出后明显增大, 增大幅度达 2~3 倍。

表 4 样本浸出前后平均孔隙直径对比

Table 4 Mean pore diameter of two samples before and after acid leaching

样本	浸矿时间	平均孔隙直径/ μm
试样 1	浸出前	36.38
	浸出后	121.37
试样 2	浸出前	49.14
	浸出后	98.49

2.4 三维孔隙连通性分析

三维孔隙连通度定义为贯穿上界面和下界面的孔隙通道体素值占总孔隙体素值的比值。矿石颗粒孔隙连通性的分析不能像孔隙率和孔隙尺寸一样, 以整个区域作为计算对象, 因为两样本的三维重构体在全尺

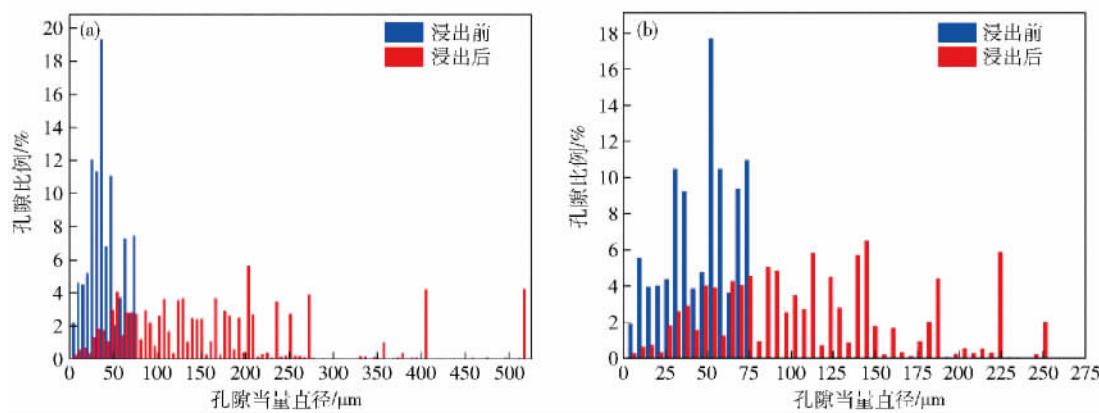


图5 样本浸出前后孔隙尺寸分布对比. (a) 样本1; (b) 样本2

Fig. 5 Pore size distribution of two samples before and after acid leaching: (a) Sample 1; (b) Sample 2

寸范围内从上至下连通的可能性很小,通过计算也发现连通度均为零,也就表明所选区域没有贯穿上界面和下界面的孔隙通道,但是作为单颗粒矿石,其内部孔裂隙在三个方向(x, y, z)上一定深度范围内连通,则对溶液的渗透以及有用金属的浸出都有着不可或缺的积极作用.因此,本文孔隙连通度的计算是分层分区域完成,也即把整个结构体分成6层,每一层的高度为100像素,另外每一层又分成36个 $100 \times 100 \times 100$ 像素的子区域,对每个子区域的连通度单独进行计算,获取每个子区域的连通度数据,以此构建一个 $6 \times 6 \times 6$ 的连通度三维数据集,最后再基于三维数据集从3个方向分析平均连通度的变化.通过计算发现,在浸出前2个矿石样本没有连通的子区域,也即各子区域的连通度均为零.浸出后样本1和样本2整个计算区域平均连通度分别为0.5852和0.2714,较浸出前2个样本的连通度明显增加.这主要因为大孔隙尺寸及数量的增加,使孔隙曲折度相应减小,从而连通度得以增加.图6显示两个样本浸出后连通度在3个方向上的变化规律.由图可见,两样本连通度在3个方向上存在空间变异性,这也从另外的角度说明矿石内部结构

在浸出过程中受本身初始结构的影响呈现不规则变化.

2.5 三维孔隙分维分析

孔隙分维计算方法有很多种,其中以图像作为分析对象而被广泛应用的是计盒维数方法^[15-17],也就是基于不同尺度下的覆盖数来计算分形维数.对于二维图像,采用正方形格子进行覆盖来开展计算^[18],而对于三维孔隙结构体,则需利用立方体覆盖法来完成计算^[19-20].本文通过对文献[18]中二维分形维数的计算算法进行改进优化,利用Matlab编程实现三维孔隙分维的计算算法,并完成两样本浸出前后的三维孔隙结构体的分维计算,计算得到的立方体盒子边长 r 和相应的覆盖数 $N(r)$ 的双对数图及线性拟合结果见图7.由图可知两样本浸出前后数据在双对数坐标上呈明显的线性关系,其线性拟合相关系数均达到0.99以上,说明矿石样本孔隙结构具有分形特征.两样本分维数结果见表5.由表可知两个单颗粒矿石样本的孔隙分维数在浸出结束后都有所增大,孔隙分维增大,表示矿石随着浸出时间的增加,在硫酸作用下不断发生溶解、吸附解吸、氧化还原等物理化学反应,有用组

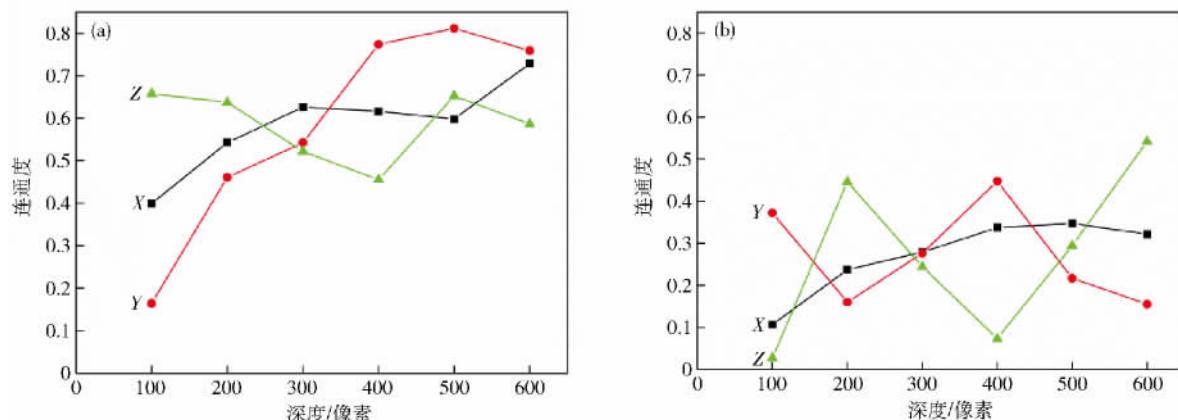
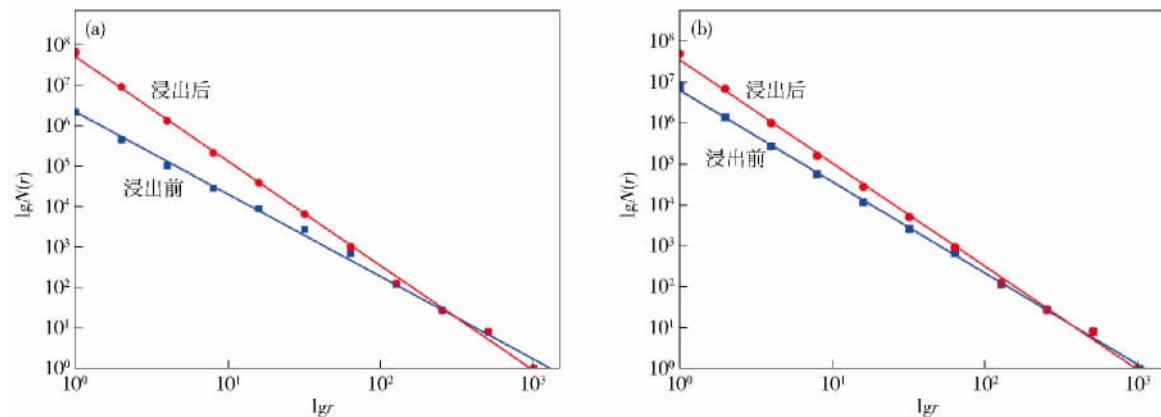


图6 样本浸出后连通度各方向变化规律. (a) 样本1; (b) 样本2

Fig. 6 Degree of pore connectivity for two samples in three different directions: (a) Sample 1; (b) Sample 2

图 7 两样本孔隙结构分维计算的 $\lg N(r)$ — $\lg r$ 曲线. (a) 样本 1; (b) 样本 2Fig. 7 $\lg N(r)$ — $\lg r$ curves by fractal dimension computation of pore structure for two samples: (a) Sample 1; (b) Sample 2

分被溶蚀, 孔隙形态逐步发生演化, 内部的微孔隙分布变得更加复杂及不规则. 由此可见, 孔隙分维数可以很好地反应矿石颗粒浸出程度.

表 5 浸出前后孔隙分维对比

Table 5 Fractal dimensions of pore structure for two samples before and after leaching

样本	浸矿时间	分维数
试样 1	浸出前	2.1053
	浸出后	2.5948
试样 2	浸出前	2.2823
	浸出后	2.5553

将两样本浸出前后孔隙分维数据与其对应的孔隙率、平均孔隙直径数据进行综合对比及拟合分析, 发现在一定范围内单颗粒矿石孔隙分维与孔隙率及平均孔隙直径呈指数增长关系, 见图 8, 相关性系数分别为 0.9985 和 0.9956, 拟合程度非常高, 说明各孔隙结构参数之间存在复杂的正相关关系.

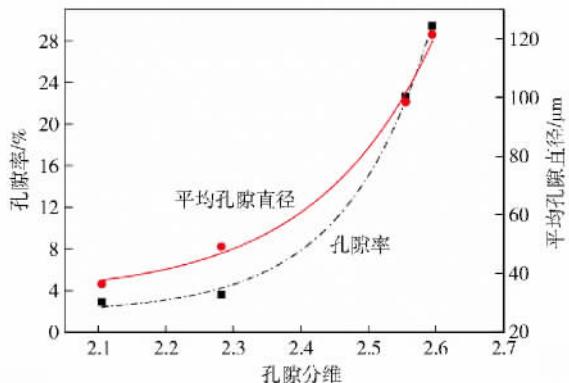


图 8 孔隙分维与孔隙率、平均孔隙尺寸之间的关系

Fig. 8 Relationships of porosity and mean pore diameter with pore fractal dimension

3 结论

(1) 高精度显微 CT 技术能够很好地采集浸出过

程中矿石颗粒内部孔隙图像, 三维图像分析能够实现孔隙结构的可视化及孔隙特征参数的定量描述, 两者结合是研究微观溶浸规律和机理的重要方法.

(2) 在酸浸作用下矿石颗粒内部微观孔隙结构逐渐演化, 孔隙率、平均孔隙直径和孔隙连通度均明显增大, 矿石内部出现一些大孔隙, 孔隙尺寸分布范围更广, 局部连通性变好, 但在不同方向上存在各向异性.

(3) 矿石颗粒的孔隙结构具有自相似性并符合分形规律, 浸出后孔隙分维较浸出前明显增大, 说明矿石颗粒随着浸出时间的增加, 其孔隙形态变得更加复杂及不规则. 拟合分析发现在一定范围内单颗粒矿石孔隙分维与孔隙率和平均孔隙直径呈指数增长关系, 显示结构参数之间存在复杂的正相关关系.

参 考 文 献

- Blunt M J, Bijeljic B, Hu D, et al. Pore-scale imaging and modelling. *Adv Water Resour*, 2013, 51(3): 197
- Kyle J R, Ketcham R A. Application of high resolution X-ray computed tomography to mineral deposit origin, evaluation, and processing. *Ore Geol Rev*, 2015, 65(4): 821
- Huber F, Enzmann F, Wenka A, et al. Natural micro-scale heterogeneity induced solute and nanoparticle retardation in fractured crystalline rock. *J Contam Hydrol*, 2012, 133(5): 40
- Tariq F, Haswell R, Lee P D, et al. Characterization of hierarchical pore structures in ceramics using multiscale tomography. *Acta Mater*, 2011, 59(5): 2109
- Munkholm L J, Heck R J, Deen B. Soil pore characteristics assessed from X-ray micro-CT derived images and correlations to soil friability. *Geoderma*, 2012, 181-182(7): 22
- Dewanckele J, De Kock T, Boone M A, et al. 4D imaging and quantification of pore structure modifications inside natural building stones by means of high resolution X-ray CT. *Sci Total Environ*, 2012, 416(2): 436
- Kodali P, Dhawan N, Depci T, et al. Particle damage and exposure analysis in HPGR crushing of selected copper ores for column leaching. *Miner Eng*, 2011, 24(13): 1478

- [8] Ghorbani Y , Becker M , Petersen J , et al. Use of X-ray computed tomography to investigate crack distribution and mineral dissemination in sphalerite ore particles. *Miner Eng* , 2011 , 24(12) : 1249
- [9] Nosrati A , Quast K , Xu D F , et al. Agglomeration and column leaching behaviour of nickel laterite ores: effect of ore mineralogy and particle size distribution. *Hydrometallurgy* , 2014 , 146(5) : 29
- [10] Garcia D , Lin C L , Miller J D . Quantitative analysis of grain boundary fracture in the breakage of single multiphase particles using X-ray microtomography procedures. *Miner Eng* , 2009 , 22 (3) : 236
- [11] Dhawan N , Safarzadeh M S , Miller J D , et al. Recent advances in the application of X-ray computed tomography in the analysis of heap leaching systems. *Miner Eng* , 2012 , 35(8) : 75
- [12] Ghorbani Y , Becker M , Mainza A , et al. Large particle effects in chemical/biochemical heap leach processes: a review. *Miner Eng* , 2011 , 24(11) : 1172
- [13] Yang B H , Wu A X , Wang Y M , et al. Three dimensional visualization of pore structure of ore granular media for heap leaching. *Min Metall Eng* , 2008 , 28(2) : 6
(杨保华 , 吴爱祥 , 王贻明 , 等. 堆浸中矿岩散体介质孔隙结构三维可视化. 矿冶工程 , 2008 , 28(2) : 6)
- [14] Yang B H , Wu A X , Miao X X , et al. 3D characterization and analysis of pore structure of packed ore particle beds based on computed tomography images. *Trans Nonferrous Met Soc China* , 2014 , 24(3) : 833
- [15] Dathe A , Tarquis A M , Perrier E. Multifractal analysis of the pore-and solid-phases in binary two-dimensional images of natural porous structures. *Geoderma* , 2006 , 134(3-4) : 318
- [16] Liu Y , Chen L Y , Wang H M , et al. An improved differential box-counting method to estimate fractal dimensions of gray-level images. *J Visual Commun Image Represent* , 2014 , 25(5) : 1102
- [17] Li J , Du Q , Sun C X. An improved box-counting method for image fractal dimension estimation. *Pattern Recognit* , 2009 , 42 (11) : 2460
- [18] Wu A X , Yang B H , Zhou X. Fractal analysis of granular ore media based on computed tomography image processing , Trans. *Nonferrous Met Soc China* , 2008 , 18(8) : 1523
- [19] Mao L T , Lian X Y , Hao L N. The fractal calculation of 3D cracks based on digital volumetric images and its application. *J China Univ Min Technol* , 2014 , 43(6) : 1134
(毛灵涛 , 连秀云 , 郝丽娜. 基于数字体图像三维裂隙的分形计算及应用. 中国矿业大学学报 , 2014 , 43(6) : 1134)
- [20] Yang Y C , Peng R D , Zhou H W. Computation method of fractal dimension for 3D digital image. *J China Univ Min Technol* , 2009 , 38(2) : 251
(杨彦从 , 彭瑞东 , 周宏伟. 三维空间数字图像的分形维数计算方法. 中国矿业大学学报 , 2009 , 38(2) : 251)