基于 Design Expert 的煤系高岭土离心增白试验

杜鹏涛1,赵世永1,梁 效2

(1.西安科技大学化学与化工学院,陕西西安 710000;2.西安西北有色地质研究院有限公司,陕西西安 710000)

摘 要:黑岱沟矿区矸石的高岭土质量分数高达 70%。从煤系资源综合利用的角度出发,利用离心 选矿法脱除以铁钛类为主的高密度致色杂质,提高煤系高岭土的煅烧白度。采用 Design Expert 进行 四因素三水平的 Box-Behnken 正交试验设计;探究离心转速、入料速度、入料浓度和入料时间对煅烧 白度及精矿产率的影响,拟合二次方程关系模型;给出煅烧白度及精矿产率与显著因素之间的响应曲 面图,发现煅烧白度主要受离心转速影响,随离心转速的增加,煅烧白度先升高后降低,而精矿产率主 要受入料时间影响,随入料时间的延长,精矿产率线性增加;最终结合 Design Expert 模拟结果,探究最 佳离心增白试验条件,即离心转速为 800 r/min,入料速度为 8.4 L/min,入料浓度 20%,入料时间 100 s 时,得到最佳高岭土煅烧白度(78.80%)和精矿产率(86.31%)。

关键词:Design Expert;煤系高岭土;提纯增白;离心分选;Soln 离心机

中图分类号:TD922 文献标志码:A 文章编号:1006-6772(2023)05-0124-09

Experimental study on centrifugal separation and calcination of coal-derived kaolin by Design Expert

DU Pengtao¹, ZHAO Shiyong¹, LIANG Xiao²

(1. School of Chemistry and Chemical Engineering, Xi'an University of Science and Technology, Xi'an 710000, China;

2. Xi'an Northwest Research Institute of Non-ferrous Geology Co., Ltd., Xi'an 710000, China)

Abstract: The kaolin content of gangue in the Heidaigou ming area is as high as 70%. Herein, from the perspective of comprehensive utilization of coal resources, in order to improve the calcination whiteness of coal-derived kaolin, a method of centrifugal for separation was used to remove the chromogenic impurities with high-density. To achieve this, this work performed orthogonal design by Design Expert and adopted the Box-Behnken model. Consequently, the influence of centrifugal speed, feeding rate, feeding concentration and feeding time on the calcination whiteness and concentrate yield was explored and the quadratic equation relationship model was fitted. Further, the response surface plots of calcination whiteness and concentrate yield with significant factors were given. It was found that the whiteness of calcination first increased and then decreased. The yield of concentrate was mainly affected by the centrifugal speed. With the simulation results of Design Expert, the optimal centrifugal separation conditions were analyzed and explored. When the centrifugal speed is 800 r/min, feeding rate is 8.4 L/min, feeding concentration is 20%, and feeding time is 100 s, the optimal calcination whiteness (78.80%) and concentrate yield (86.31%) of kaolin can be obtained.

Key words: Design Expert; coal-derived kaolin; purification whitening; centrifugal separation; SLon centrifugal separators

0 引 言

内蒙古准格尔黑岱沟矿区中的矸石,其高岭土

质量分数高达70%,如不回收会造成巨大的资源浪费和环境破坏。煤系高岭土中包含的黄铁矿、赤铁矿、钛铁矿、有机碳等致色杂质是限制其工业用途和

作者简介:杜鹏涛(1995—),男,陕西西安人,硕士研究生。E-mail:744408526@qq.com

DU Pengtao, ZHAO Shiyong, LIANG Xiao. Experimental study on premixed ammonia/air swirl combustion assisted by dielectric barrier discharge[J]. Clean Coal Technology, 2023, 29(5):124-132.



基金项目:陕西省教育厅服务地方专项计划资助项目(16JF018);陕西省自然科学基础研究计划资助项目(2019JLM-12)

通讯作者:赵世永(1973—),男,陕西咸阳人,副教授,博士。E-mail:3117611830@qq.com

引用格式:杜鹏涛,赵世永,梁效. 基于 Design Expert 的煤系高岭土离心增白试验[J].洁净煤技术,2023,29(5):124-132.

经济价值的主要因素^[1-2]。煤系高岭土提纯增白是 将与其比重相差较大的致色杂质剔除并煅烧脱 碳^[3-4]。近年来众多学者对煤系高岭土的提纯增白 进行了诸多研究。

高岭土中的铁、钛类矿物大部分呈现较弱的磁 性,采用高梯度磁选对磁性矿物进行脱除,可提高煤 系高岭土的煅烧白度[5-6];常规浮选法也可除去煤 系高岭土中的致色杂质,诸如黄铁矿、明矾石、云母 等矿物质[7-8]。离心选矿在诸多矿物的分选研究中 应用广泛,但鲜有利用离心选矿法提纯煤系高岭土 的研究。离心选矿机相较于浮选具有污染小、分选 成本低等优点,是细粒矿物重选的有效方式^[9-10]。 陶有俊等^[11]利用 Falcon 离心重选机对某细粒煤进 行脱硫,结果表明, Falcon 离心机对粒度大于 0.045 mm细粒煤的脱硫效果较好,脱硫率和成本均 优于泡沫浮选,细粒煤粒度小于 0.045 mm 脱硫效果 较差。武俊杰^[12]对原矿品位为 1.92 g/t 的某金矿 进行了金矿可选性试验,经过 Knelson 离心重选机 的分选回收,得到了 233.3 g/t 的金精矿品位和 87.38%的精矿产率。同样,入料粒度较小时,精矿 品位和产率均明显降低。Falcon 和 Knelson 离心重 选机具有良好的分选效果和经济效益,但其对入料 粒度下限存在较高要求,在微细颗粒的选别方面存 在不足。

选取针对微细粒矿物的 Slon 离心重选机提纯 煤系高岭土,探索微细粒离心选矿分选机理,并应用 Design Expert 12.0 设计正交试验方案,优化操作参 数,获得最优煤系高岭土煅烧白度和精矿产率。

1 试 验

1.1 煤样分析

将黑岱沟矿区的矸石利用两段颚式破碎机破碎 至 3 mm 以下,以三溴甲烷和丙酮配置浮沉重液,进 行全粒级浮沉试验,并对各密度级产物进一步细磨 和煅烧试验,测试其白度变化和 Al₂O₃、Fe₂O₃、TiO₂ 含量,其中氧化铁含量为影响白度的主要因 素^[13-15],测试结果见表1。

由表1可知,煅烧前后,白度变化明显,且密度 小于2.6 g/cm³的样品,随密度级增加,白度逐渐提 高,说明原样中煤系高岭土受碳质侵染严重,煅烧可 有效提升白度。而密度级大于2.6 g/cm³产物煅烧 白度降低明显,氧化铁含量增高。因此,脱除原样中 密度大于2.6 g/cm³的物料,理论上可有效提升煅烧 白度,证明了煤系高岭土离心重选增白的可 行性^[16]。

表 1 各密度级白度变化和主要金属元素质量分数 Table 1 Changes of whiteness and the mass fraction of main metal elements at different density levels

☆ 声勿 /	白馬	葚/%	元素质量分数(未煅烧)/%			
密度级/ - (g・cm ⁻³)	级/ m ⁻³) 未煅烧 950 ℃		Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	
原样	4.90	74.57	35.02	0.87	1.07	
≤1.6	1.70	72.80	5.56	0.86	0.88	
1.6~≤1.8	2.20	79.73	14.25	0.83	0.88	
1.8~≤2.0	2.50	81.40	16.38	0.80	0.90	
2.0~≤2.2	4.50	84.90	28.70	0.77	0.86	
2.2~≤2.4	8.33	85.50	34.37	0.75	0.85	
2.4~≤2.6	14.20	86.40	36.81	0.66	0.86	
>2.6	15.10	67.20	36.40	1.12	0.93	

1.2 试验装置

试验采用由赣州金环磁选设备有限公司研制的 Slon 离心选矿机,主要运用于微细粒铁矿的分选,其结构如图1所示。



图 1 Slon 离心选矿机^[10]

Fig.1 Slon continuous centrifugal separator^[10]

利用矿物原料的密度差异,在离心分层和流膜 搬运的作用下,高密度物料快速沉积在转鼓内壁,由 往复喷射的水束流冲洗至精矿排料装置;而低密度 物料由于无法到达流膜底层,沿转鼓轴向坡降排出, 从而实现轻重物料的分离^[17-18]。本试验采用 Slon 400离心分选机剔除原料中的高密度致色杂 质,其主要性能参数见表2。

1.3 原料制备与试验指标检测

Slon 离心选矿机对微细粒回收效率高,有效回 收粒度为74~10 μm^[19]。将煤矸石样品进一步磨矿 至<74 μm,作为 Slon 离心选矿机的入料。对离心选 矿机的轻产物称重,以轻产物与入料的质量之比进 行精矿产率计算,并进行煅烧白度试验,样品白度利 用数字白度仪进行检测;煅烧白度测试按照 GB/T

表 2 Slon 400 离心分选机主要性能参数

 Table 2
 Main performance parameters of Slon 400 centrifugal separator

参数	数值
转股直径/mm	400
转股转速/(r・min ⁻¹)	0~1 000
入料粒度/mm	-0.074
入料浓度/%	5~20
干矿处理量/(t・h ⁻¹)	0.01 ~0.02
电机功率/kW	1.5
冲洗水压力/MPa	0.2 ~0.3
空压机压力/MPa	—
耗水量/(m ³ ・h ⁻¹)	0.3~0.5
主机质量/t	0.45

14563—2008《高岭土及其试验方法》进行。

2 Box-Behnken 正交试验

2.1 正交试验设计

对于 Slon 离心分选机, 人料稳定性对分选效果 影响明显。因此综合考虑设备操作参数影响, 将离 心转速、人料速度、人料浓度和入料时间作为主要影 响因素, 分别定义为因素 A、B、C 以及 D。为提高正 交试验的效率及准确性, 进行单因素试验, 探究各因 素对主要致色杂质 Fe₂O₃、TiO₂含量和精矿煅烧白度 变化的影响, 结果见表 3。

表 3 单因素试验结果 Table 3 Results of single factor experiment

				0	-	
		各因素7	k平		····(E: 0.)/	
单因素	$\frac{A/(\mathbf{r} \cdot \mathbf{min}^{-1})}{\mathbf{min}^{-1}}$	$B/(L \cdot min^{-1})$	C/%	D∕s	煅烧日 度/%	$w(\operatorname{Fe}_2\operatorname{O}_3)/w(\operatorname{TiO}_2)$
	700	8.0	20	60	74.53	0.73/0.85
4	800	8.0	20	60	76.80	0.60/0.78
А	900	8.0	20	60	76.60	0.64/0.77
	1000	8.0	20	60	77.23	0.62/0.75
	800	7.2	20	60	74.77	0.85/0.83
D	800	8.0	20	60	76.80	0.62/0.78
Б	800	8.8	20	60	75.60	0.80/0.91
	800	9.6	20	60	76.67	0.65/0.88
	800	8.8	15	60	75.73	0.83/0.88
С	800	8.8	20	60	76.53	0.80/0.91
	800	8.8	25	60	75.60	0.82/0.93
	800	8.8	20	40	74.87	0.87/0.78
D	800	8.8	20	60	76.53	0.80/0.91
D	800	8.8	20	80	77.23	0.77/0.85
	800	8.8	20	100	77.33	0.75/0.86

从单因素试验结果来看,当转筒转速

800 r/min, 入料速度 8.0 L/min, 入料浓度 20%, 入料时间 100 s 左右时, 可得到各因素最优响应值, 因此根据单因素试验结果确定合适水平, 见表 4。

表 4 试验影响因素及水平

Table 4 Influencing factors and levels of experiment

		各因素取值				
水平	A/	B/	C /01-	D/04		
	$(\mathbf{r} \boldsymbol{\cdot} \min^{-1})$	$(L \cdot min^{-1})$	6/%	D/ %		
1	780	7.6	18	80		
2	800	8.0	20	90		
3	820	8.4	22	100		

同时利用 Design Expert 12.0 进行四因素三水 平 Box-Behnken 正交试验。以精矿产率和煅烧白度 作为试验响应值, Box-Behnken 正交方案^[20]及正交 试验结果见表 5。

表 5 正交试验方案及结果

Table 5 Results of orthogonal experiment

		各因素	豪水平					
编号	$A/(\mathbf{r} \cdot \mathbf{min}^{-1})$	$B/(L \cdot min^{-1})$	C/%	D/%	看矿产 率/%	煅烧日 度/%		
1	780	8.0	20	80	91.37	75.66		
2	800	8.0	22	100	78.31	78.56		
3	800	8.4	20	80	74.66	79.26		
4	800	8.0	22	80	77.13	78.40		
5	820	8.0	22	90	90.18	76.73		
6	800	8.4	22	90	88.08	77.76		
7	800	8.0	20	90	77.29	78.63		
8	800	8.0	18	100	85.42	78.06		
9	800	8.0	18	80	84.61	78.16		
10	800	7.6	22	90	86.20	78.03		
11	820	8.0	20	100	89.06	77.43		
12	800	7.6	20	80	74.14	79.33		
13	800	8.4	18	90	90.67	77.83		
14	820	8.0	20	80	82.26	77.53		
15	800	8.0	20	90	75.05	78.46		
16	800	8.0	20	90	76.34	78.50		
17	780	8.0	18	90	91.60	75.20		
18	780	8.0	22	90	93.62	75.80		
19	820	8.4	20	90	88.69	76.93		
20	800	7.6	20	100	85.54	78.13		
21	800	8.4	20	100	86.31	78.80		
22	780	8.4	20	90	91.06	75.73		
23	780	8.0	20	100	89.60	76.26		
24	820	8.0	18	90	89.82	76.43		
25	780	7.6	20	90	90.53	75.36		
26	820	7.6	20	90	88.16	76.83		
27	800	7.6	18	90	87.92	77.33		

杜鹏涛等:基于 Design Expert 的煤系高岭土离心增白试验

在正交试验中,若一个因素水平选取的好坏与 另一个因素水平选取的好坏相互依赖,则可判断 2 个因素间存在交互作用。

对比 19、26 和 22、25 两组数据发现,当因素 A 处于 780 或 800 r/min,因素 B 水平的变化对响应值 精矿产率及煅烧白度均无影响。同理可知,因素 B 水平的选取与因素 A 对响应值的影响无关。即因 素 A 与 B 对各响应值的影响均无交互作用;对比 6、 10 和 13、27 两组数据发现,因素 B 或 C 水平的选取 对因素 C 或 B 对响应值精矿产率的影响无关;但也 可明显观察到,当因素 B 或 C 水平选取发生变化 时,因素 C 或 B 对响应值煅烧白度的影响产生明显 差异。即因素 B 与 C 对响应值精矿产率无交互作 用,对响应值煅烧白度存在交互作用;对比 1、23 和 11、14 两组数据发现,因素 A 或 D 水平的选取对因 素 D 或 A 对响应值精矿产率的影响较弱,对响应值 煅烧白度的影响差异明显。即因素 A 与 D 对响应 值精矿产率交互作用较弱,对响应值煅烧白度交互 作用较强;同理可以观察到 AC、BD 以及 CD 对响应 值的交互作用。因此,有必要对各因素间交互作用 进一步研究。

2.2 方差分析与多模型拟合

将所得数据进行全模型拟合分析。首先分析 了煅烧白度和各因素之间的关系模型,表6和表7 分别为煅烧白度和不同参数之间的全模型方差 分析。

表6 全模型方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F	概率>F	结果
平均模型 vs 总计	162 000	1	162 000			
线性模型 vs 平均模型	5.83	4	1.460	0.990	0.432 5	
双因素 vs 线性模型	0.47	6	0.078	0.039	0.999 7	
二次方程 vs 双因素	30.82	4	7.700	88.100	< 0.000 1	建议模型
三次方程 vs 二次方程	0.78	8	0.097	1.420	0.389 6	混淆模型
剩余方差	0.27	4	0.068			
总计	162 000	27	5 999.800			

表7 R²综合分析

Table 7	Summary of	of R^2	model	analysis	for	box-	-behnken	design
---------	------------	----------	-------	----------	-----	------	----------	--------

类型	标准偏差	R^2	R ² 校正值	R ² 预测值	预测残差平方和	结果
线性模型	1.21	0.152 8	-0.001 2	-0.290 1	49.23	
双因素	1.41	0.165 0	-0.356 9	-1.588 3	98.78	
二次方程	0.30	0.972 5	0.940 4	0.843 1	5.99	建议模型
三次方程	0.26	0.992 8	0.953 4	0.026 7	37.15	混淆模型

在表6全模型方差分析中,F越大,P越小,结 果越可靠^[21]。由表6可知二次方程模型的拟合效 果最佳;表7对多项式模型进行标准偏差、复相关系 数以及偏差平方和进行比较,其中 R²校正值和 R²预 测值越接近,模型越合理^[22]。二次方程模型拟合程 度最高,说明离心转速、入料速度、入料浓度和入料 时间与煅烧白度为二次方程模型关系;根据模型方 差分析和 R²综合分析也可得出各因素和精矿产率 之间也为二次方程关系。

2.3 二次方程模型方差分析和置信度分析

利用 Design Expert 中的 Box Behnken 对表 6 和 表 7 方差分析结果进行进一步分析,对离心转速 A、 入料速度 B、入料浓度 C、入料时间 D 四个因素建立 二次方程关系模型并分析各因素对响应值的影响。 2.3.1 各试验参数对煅烧白度的影响

为判断对煅烧白度的主要影响因素,进行了二次方程模型方差分析和置信度分析,结果见表 8 和表 9。

由表8可知,利用P值判断因素对响应值影响的显著性^[23]。对于单因素和交互作用,当P>0.05时,影响不显著;当P≤0.05时,影响显著;当P≤0.01时,影响高度显著;对于各因素二次项,P>0.1000时,因素二次方程关系不显著;总体来讲,P 值越小,影响越显著。

在表9中,参数估计值用来判断各因素对响应 的影响程度,确定代码方程各项系数,其绝对值越 大,对响应值的影响越显著;显著因素值越大影响 越显著,通常不超过10。

)

		to calcination whiteness	
Table 8	Var	iance analysis of quadratic equation	model
	表 8	煅烧白度二次方程模型方差分析	

古主本派	亚古和	白山庙	松古	F	D
力 左 不 祢 植 刑	37 120	日田反	2 650	30.310	<0.000.1
A A	5 160	1	5 160	59 020	<0.000 1
B	0.141	1	0.141	1.610	0.228 5
C	0.429	1	0.429	4.910	0.046 8
D	0.101	1	0.101	1.150	0.304 0
AB	0.018	1	0.018	0.208	0.656 2
AC	0.022	1	0.022	0.257	0.621 2
AD	0.122	1	0.122	1.400	0.259 5
BC	0.148	1	0.148	1.690	0.217 4
BD	0.137	1	0.137	1.570	0.234 7
CD	0.017	1	0.017	0.193	0.668 0
A^2	23.360	1	23.360	267.140	< 0.000 1
B^2	0.144	1	0.144	1.640	0.224 0
C^2	1.570	1	1.570	17.980	0.001 1
D^2	0.724	1	0.724	8.270	0.013 9
残差	1.050	12	0.088		
缺乏拟合	1.030	10	0.103	13.080	0.073 0
纯误差	0.016	2	0.008		
总离差	38.160	26			

表 9 り	段烧白度二次方程模型置信度分析
-------	-----------------

 Table 9 Reliability analysis of quadratic equation model to calcination whiteness

因素	参数 估计	自由度	标准 偏差	置信 区间	置信 区间	显著 因素
取值	78.530 0	1	0.170 7	78.160 0	78.900 0	
A	0.655 8	1	0.085 4	0.469 8	0.841 8	1.000 0
В	0.108 3	1	0.085 4	-0.077 7	0.294 3	1.000 0
С	0.189 2	1	0.085 4	0.003 2	0.375 2	1.000 0
D	-0.091 7	1	0.085 4	-0.277 7	0.094 3	1.000 0
AB	-0.067 5	1	0.147 9	-0.389 7	0.254 7	1.000 0
AC	-0.075 0	1	0.147 9	-0.397 2	0.247 2	1.000 0
AD	-0.175 0	1	0.147 9	-0.497 2	0.147 2	1.000 0
BC	-0.192 5	1	0.147 9	-0.514 7	0.129 7	1.000 0
BD	0.185 0	1	0.147 9	-0.137 2	0.507 2	1.000 0
CD	0.065 0	1	0.147 9	-0.257 2	0.387 2	1.000 0
A^2	-2.090 0	1	0.128 1	-2.370 0	-1.810 0	1.250 0
B^2	-0.164 2	1	0.128 1	-0.443 2	0.114 8	1.250 0
C^2	-0.542 9	1	0.128 1	-0.821 9	-0.263 9	1.250 0
D^2	0.368 3	1	0.128 1	78.160 0	0.647 3	1.250 0

对比表 8 和表 9 发现对于煅烧白度,离心转速 A 为高度显著影响因素,且更偏向于二次方程模型; 入料浓度 C 为显著因素,其二次项影响更高;入料 时间 D,一次项不显著,二次项显著;入料速度 B 为 不显著因素;且各因素交互作用均不显著。单因素 对煅烧白度影响程度按大小排序为:A > C > B > D; 四因素交互对煅烧白度影响程度按大小排序为:BC > BD > AD > AC> AB > CD。

同时,根据表 9 中的参数估计值,得出各因素与 煅烧白度 η 的代码因素方程(1):

$$\eta = 78.530 + 0.656A + 0.108B + 0.189C - 0.092D - 0.068AB - 0.075AC - 0.175AD - 0.192BC + 0.075AC + 0.175AD - 0.192BC + 0.075AC + 0.075$$

$$0.185BD + 0.065CD - 2.090A^2 - 0.164B^2 -$$

$$0.543C^2 + 0.368D^2_{\circ} \tag{1}$$

为使参数估计值适应各因素的原始单位, Design Expert 将其按比例缩放,得到各因素与煅烧 白度关系的实际因素方程:

 $\eta = -3536.077 + 8.588A + 24.088B + 8.656C - 0.407D - 0.008AB - 0.002AC - 0.001AD - 0.241BC + 0.046BD + 0.003CD - 0.005A^2 - 0.005A$

$$1.026B^2 - 0.136C^2 + 0.004D^2 \circ (2$$

2.3.2 各试验参数对精矿产率的影响

为判断对精矿产率的主要影响因素,进行二次 方程模型方差分析和置信度分析,结果见表 10 和 表 11。

表 10 精矿产率二次方程模型方差分析

Table 10 Variance analysis of quadratic equation model to yield

方差来源	平方和	自由度	均方	F	Р
模型	816.750	14	58.340	4.860	0.004 6
A	32.050	1	32.050	2.670	0.128 2
В	4.060	1	4.060	0.338	0.571 5
С	22.740	1	22.740	1.900	0.193 7
D	75.350	1	75.350	6.280	0.027 6
AB	0	1	0	0	1.000 0
AC	0.689	1	0.689	0.057	0.814 7
AD	18.360	1	18.360	1.530	0.239 7
BC	0.189	1	0.189	0.016	0.902 1
BD	0.016	1	0.016	0.001	0.971 8
CD	0.034	1	0.034	0.003	0.958 3
A^2	525.320	1	525.320	43.780	< 0.000 1
B^2	104.470	1	104.470	8.710	0.012 1
C^2	184.140	1	184.140	15.350	0.002 0
D^2	0.287	1	0.287	0.024	0.879 6
残差	143.990	12	12.000		
缺乏拟合	141.460	10	14.150	11.190	0.084 8
纯误差	2.530	2	1.260		
总离差	960.740	26			

	表	11	精矿产	「率二)	欠方	程模型	包置信	度分析	
Table	11	Reli	ability	analys	is of	f quad	ratic	equation	model

to yield									
因素	参数 估计	自由度	标准 偏差	置信 区间	置信 区间	显著 因素			
取值	76.230 0	1	2.00	71.87	80.58				
A	-1.630 0	1	1.00	-3.81	0.54	1.00			
В	0.581 7	1	1.00	-1.60	2.76	1.00			
С	-1.380 0	1	1.00	-3.56	0.80	1.00			
D	2.510 0	1	1.00	0.33	4.68	1.00			
AB	0	1	1.73	-3.77	3.77	1.00			
AC	-0.415 0	1	1.73	-4.19	3.36	1.00			
AD	2.140 0	1	1.73	-1.63	5.92	1.00			
BC	-0.217 5	1	1.73	-3.99	3.56	1.00			
BD	0.062 5	1	1.73	-3.71	3.84	1.00			
CD	0.092 5	1	1.73	-3.68	3.87	1.00			
A^2	9.920 0	1	1.50	6.66	13.19	1.25			
B^2	4.430 0	1	1.50	1.16	7.69	1.25			
C^2	5.880 0	1	1.50	2.61	9.14	1.25			
D^2	0.232 1	1	1.50	-3.04	3.50	1.25			

由表 10 和表 11 置信度分析可知,对于精矿产 率,入料时间 D 为显著影响因素,且更偏向于一次 线性模型;离心转速A、入料速度B和入料浓度C一 次项均不显著,二次项显著;且各因素交互作用均不 显著。单因素对精矿产率影响程度按大小排序为: D >A> C > B;四因素交互对精矿产率影响程度按大 小排序为:AD > AC > BC >CD> BD > AB。

同样有各因素与精矿产率 φ 的代码因素方程 和实际因素方程:

 $\varphi = 76.230 - 1.63A + 0.582B - 1.380C + 2.510D + 0AB - 0.415AC + 2.140AD - 0.218BC + 0.062BD + 0.092CD + 9.920A^2 + 4.430B^2 + 5.880C^2 + 0.232D^2_{\circ}$

(3)

 $\varphi = 18 \ 958.598 - 40.537A - 437.098B - 49.388C - 8.955D - 0AB - 0.010AC + 0.011AD - 0.272BC + 0.016BD + 0.005CD + 0.025A^2 + 27.661B^2 + (1)$

$$1.469C^2 + 0.002D^2_{\circ} \tag{4}$$

3 试验结果讨论

3.1 煅烧白度模型验证及响应面分析

图 2 为煅烧白度外部学生化残差分布图,其表示二次方程模型对试验数据的拟合程度,拟合效果越好,图 2 中的点越接近直线,残差值就越小^[24]。 图 2 中 27 个点基本处于直线两侧,说明模型拟合结果可靠。

为突出显著因素对响应值的影响作用,图3对





Fig.2 Normal plot of residuals to calcination whiteness

比分析了煅烧白度的显著影响因素和不显著影响因素,取AB(离心转速、入料速度)的交互作用对煅烧 白度的影响进行说明。图 3 为入料浓度 C 取中间 值(20%)、入料时间 D 取中间值(90 s)时,离心转 速A、入料速度 B 交互作用与煅烧白度关系的响应 曲面图,可知随离心转速的升高,煅烧白度先增加, 在A = 802 r/min 时,煅烧白度达到最大值 (78.312%)后逐渐减小。



图 3 煅烧白度响应曲面图(AB)



随离心转速 A 的增加,高密度致色金属颗粒受 到的离心力变大,床层变得更加紧实^[25],低密度高 岭土颗粒受流膜扩散作用更强烈,分离更彻底,因此 随离心转速 A 的增加,响应值煅烧白度升高,并达 到最大值。又因为 Slon 离心机分选效果主要受离 心分层和流膜搬运 2 个作用影响,矿群的密度差异 是离心分层的根本原因,而离心转速是流膜搬运直 接原因。随离心转速 A 的进一步增加,低密度矿粒 大部分被流膜搬运,而部分中等密度矿粒浮于床层 表面,由于离心力进一步增加,其所受流膜搬运作用 更强,因此有部分中等密度矿粒进入低密度精矿群。 所以,离心转速超过 802 r/min 时,煅烧白度又逐渐 降低。

从煅烧白度响应面整体变化趋势来看,离心转 速对煅烧白度的影响远大于入料速度,说明煅烧白 度受离心转速的影响更为显著。

3.2 精矿产率模型验证及响应面分析

图 4 为精矿产率外部学生化残差分布,可以看 出 27 个点基本处于直线两侧,说明模型拟合结果 可靠。



图 4 精矿产率标准差正态分布 Fig.4 Normal plot of residuals to yield

图 5 表示离心转速 A 取中间值(800 r/min)、人 料浓度 C 取中间值(20%)时,人料速度 B、人料时间 D 交互作用与精矿产率关系的响应曲面图,可知随 入料速度升高,精矿产率先减小,在 B = 8.0 L/min 时,精矿产率达到最小值(73.972%)又逐渐增大。 随入料时间升高,精矿产率呈线性增加趋势,在 D= 100 s 时,精矿产率达到最大(82.686%)。

入料速度 B 不仅影响离心选矿的单位时间处 理量,还影响待分选物料的床面停留时间^[26]。因此 随入料速度 B 的增加导致部分轻产物未分选彻底, 从而其响应值精矿产率随之降低,并达到最小值。 随入料速度 B 进一步增加,由于入料速度过大,物 料在床层堆积,颗粒间相互碰撞几率增加,改变了物



图 5 BD 交互作用与精矿产率关系的响应曲面 Fig.5 Response surface plot of yield and BD

料正常分选的运动规律,导致少量重产物混入轻产物,又因为重产物密度大,因此由质量换算的精矿产率明显升高。当入料速度一定时,在单位分选时间内,随入料时间增加,离心分选机内的入料量线性增加,高密度颗粒更加团聚,床层更加紧实,高低密度物料间的界限更明显,更有利于离心分层;同时不断给入的物料流强化流膜搬运作用,因此在一个分选周期内,随入料时间的升高,精矿产率呈线性增长趋势。

由图 5 可知,精矿产率响应面的变化随入料时间增加更显著,说明入料时间对精矿产率的影响大于入料速度。

3.3 试验结果优化与验证

在煅烧白度和精矿产率与各因素关系的分析拟 合基础上,利用 Design Expert 12.0 对试验参数进一 步优化,寻找最优解,即煅烧白度和精矿产率同时取 最大值时,试验参数的最佳值。表 12 为煅烧白度和 精矿产率均取最大值时,试验参数的最优解。

表 12 煤系高岭土离心增白最优方案

Table 12Optimization	of centrifugal	separation a	nd calcination	of coal	-derived	kaolin
----------------------	----------------	--------------	----------------	---------	----------	--------

$A/(\mathbf{r} \cdot \mathbf{min}^{-1})$ B	$/(L \cdot min^{-1})$	C/%	D/s	精矿产率/%	煅烧白度/%	期望
801.995	8.386	19.804	99.920	84.03	78.94	1.000

将 Design Expert 12.0 预测结果取整,即当离心转速为 800 r/min,入料速度为 8.4 L/min,入料浓度为 20%,入料时间为 100 s 时,模拟精矿产率为 84.03%,煅烧白度为78.94%;将软件模拟结果进行试验验证,结果为:精矿产率 86.31%,煅烧白度为 78.80%;并利用误差计算公式(5)对模拟结果进行误差分析。

$$e = \frac{e_1 - e_2}{e_2},$$
 (5)

式中,e₁为响应值的实际值;e₂为响应值的预测值;e 为模拟值与实际值的误差。 根据计算结果,各响应值的模拟值与实际值误 差均未超过 5%^[27],因此通过 Design Expert 12.0 响 应面法优化试验参数可行且具有现实意义。

4 结 论

1) 从二次方程方差以及置信度分析可知,对于 煅烧白度来说,离心转速为主要影响因素,且更偏向 于二次方程模型。单因素对煅烧白度的影响顺序为 *A > C > B > D*;对于精矿产率来说,入料时间是主要 影响因素,且更偏向于一次线性模型。单因素对精 矿产率的影响顺序为 *D >A> C > B*。 2) 在正交试验所得大量数据的基础上, 利用 Design Expert 12.0 模拟得到了煅烧白度及精矿产率 与各试验参数关系的数学模型。

3) 通过 Design Expert 12.0 优化试验方案,得到 最佳试验参数,即离心转速为 800 r/min,入料速度 为 8.4 L/min,入料浓度为 20%,入料时间为 100 s, 并通过实际试验得到 86.31% 的最佳精矿产率和 78.80%的最佳煅烧白度。

参考文献(References):

- [1] 任瑞晨,陈康,李成龙,等.煤泥伴生高岭土提纯与增白试验研究[J].非金属矿,2017,40(2):55-58.
 REN Ruichen, CHEN Kang, LI Chenglong, et al. Experimental study on purifying and whitening of coal slime associated kaolin
- [J]. Non-Metallic Mines, 2017, 40(2): 55-58.
 [2] 任瑞晨,郑忠宇,赵靖宇,等.某煤系高岭土提纯增白试验研究
 [J].非金属矿,2018,41(5):54-56.
 REN Ruichen, ZHENG Zhongyu, ZHAO Jingyu, et al. Experimental study on purification and whitening of a coal series kaolin
 [J]. Non-Metallic Mines, 2018, 41 (5): 54-56.
- [3] 闫爽,刘世峰,王冬旭.煤系高岭土煅烧与微生物提质试验研究[J].硅酸盐通报,2020,39(4):1219-1223.
 YAN Shuang, LIU Shifeng, WANG Dongxu. Experimental study on calcination and microbial quality improvement of coal series kaolin[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2020, 39 (4): 1219-1223.
- [4] 汪灵,胡晓宙,王哲皓.矿物白度的影响因素与增白机理研究
 [J].岩石学报,2019,35(1):137-145.
 WANG Ling,HU Xiaoyu,WANG Zhehao. Study on the influential factors and whitening mechanism of mineral whiteness[J]. Acta Petrologica Sinica, 2019, 35 (1): 137-145.
- [5] 徐星佩. 高梯度磁分离技术在高岭土精制中的应用[J]. 矿冶 工程, 2004, 24(S1): 31-33.

XU Xingpei. Application of high gradient magnetic separation technology in Kaolin refining [J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2004, 24 (S1): 31–33.

 [6] 莫长录,韦献鹏. 北海高岭土超导磁选应用研究[J]. 非金属 矿,2009,32(S1):9-10.
 MO Changlu, WEI Xianpeng. Research on the application of

Beihai Kaolin superconducting magnetic separation [J]. Non-Metallic Mines, 2009, 32 (S1): 9-10.

- [7] LIU C, FENG A, GUO Z, et al. Flotation behavior of four dodecyl tertiary amines as collectors of diaspore and kaolinite[J]. International Journal of Mining Science and Technology, 2011, 21(2): 249-253.
- [8] ZHAO Shimin, WANG Dianzuo, HU Yuehua, et al. A series of aminoamides used for flotation of kaolinite[J]. 矿物冶金与材料 学报, 2005, 12(3): 208-212.
- [9] 孙志明. 硅藻土选矿及硅藻功能材料的制备与性能研究[D]. 北京:中国矿业大学(北京), 2014.
- [10] BATALOVIĆ V. Centrifugal separator, the new technical solu-

tion, application in mineral processing [J]. International Journal of Mineral Processing, 2011, 100(3): 86-95.

- [11] 陶有俊,陶东平,刘炯天,等. Falcon 离心分选机对细粒煤的 脱硫试验研究[J]. 金属矿山, 2004(2): 41-43.
 TAO Youjun, TAO Dongping, LIU Jiongtian, et al.Test research of fine coal desulfurization using falcon centrifugal separator
 [J]. Metal Mine, 2004(2): 41-43.
- [12] 武俊杰.陕西省某金矿尼尔森选金试验研究[J].贵金属, 2013(3):28-31.
 WU Junjie. Study on Knelsonbeneficiation of gold ore in Shanxi Province[J]. Precious Metals, 2013(3):28-31.
- [13] 文金磊. Knelson 离心机在金矿选矿中的应用[J]. 有色金属 科学与工程, 2016, 7(5): 98-103.
 WEN Jinlei. Application of Knelson concentrator to gold ore dressing[J]. Nonferrous Metals Science and Engineering, 2016, 7(5): 98-103.
- ZHU Peiwang, ZENG Weiqiang, XU Xiulin, et al. Influence of acid leaching and calcination on iron removal of coal kaolin [J]. International Journal of Minerals Metallurgy and Materials, 2014, 21(4):317-325.
- [15] LUIZ Carlos Bertolino, ALEXANDRE Malta Rossi, ROSA Bernstein Scorzelli, et al. Influence of iron on kaolin whiteness: An electron paramagnetic resonance study [J]. Applied Clay Science, 2010, 49(3):170-175.
- [16] 梁效.煤矸石中高岭土的分选及煅烧增白试验研究[D].西安:西安科技大学,2018.
- [17] 朱格来,张春浩,李枝茂.SLon 磁选机-离心选矿机在分选氧 化铁矿中的应用[J].矿业工程,2012,10(6):44-46.
 ZHU Gelai, ZHANG Chunhao, LI Zhimao. Slon magnetic separator - centrifugal separator applied to treat oxidized iron ore
 [J]. Mining Engineering, 2012, 10 (6): 44-46.
- [18] 罗仙平,闵世珍,缪建成.离心选矿装备技术研究进展[J].矿 山机械,2013,41(9):1-8.
 LUO Xianping, MIN Shizhen, LIAO Jiancheng. Study on progress in centrifugal concentration equipment and technology [J]. Mining & Processing Equipment, 2013, 41 (9): 1-8.
- [19] 朱宾,陆智,蔡振波,等.广西合浦某高岭土选矿工艺试验研究
 [J].中国矿业,2014,23(2):122-125.
 ZHU Bin, LU Zhi, CAI Zhenbo, et al. Experimental study on mineral processing technology of a kaolin in Hepu county, Guangxi[J]. China Mining Magazine, 2014, 23(2): 122-125.
- [20] 陶有俊,TAO Daniel,赵跃民,等.采用 Design-Expert 设计进行 优化 Falcon 分选试验[J].中国矿业大学学报,2005,34(3): 343-348.

TAO Youjun, TAO Daniel, ZHAO Yuemin, et al. Design and optimization of falcon separation test using Design – Expert software [J]. Journal of China University of Mining & Technology, 2005,34(3): 343–348.

[21] 任浩华,关杰,王芳杰,等.采用 Design-Expert 软件优化高频 气力分选机风量配合设计[J].环境污染与防治,2013,35 (7):27-30,35.

> REN Haohua, GUAN Jie, WANG Fangjie, et al. Optimal design of the air volumes of high-frequency vibration air separator by

Design-Expert [J]. Environmental Pollution & Control, 2013, 35(7): 27-30,35.

- [22] MELO-LÓPEZ A A, VELOZ-RODRÍGUEZ M A, REYES-CRUZ V E, et al. Electrochemical purification of kaolinitic for removing Fe and Ti oxides applying an ultrasonic pre-treatment [J]. Applied Clay Science, 2018, 162:461-468.
- [23] 孙婧,刘宏波,王宏,等.基于 Design-Expert 的铁尾矿活性粉 末混凝土配合比优化试验研究[J].硅酸盐通报,2020,39 (3):762-769.

SUN Jing, LIU Hongbo, WANG Hong, et al. Mix ratio optimization of reactive powder concrete with iron tailings based on Design-Expert[J]. Bulletin of The Chinese Ceramic Society, 2020, 39(3): 762-769.

- [24] 张盼盼. 脉动流化床对褐煤分选提质的试验研究[D].徐州: 中国矿业大学,2016.
- [25] 焦科诚.SLon 离心机在云南某锡矿含锡细泥选矿中的应用 [J].有色金属(选矿部分),2018(3):67-70,86.

JIAO Kecheng. Experiment research of a fine tailings containing cassiterite using SLON centrifugal separator [J]. Nonferrous Metals (Mineral Processing Section), 2018 (3): 67 – 70,86.

- [26] 任浩华,关杰,王芳杰,等.入料速度对高频气力分选机分选效 果的影响[J].环境科学与技术,2015,38(1):90-94,158.
 REN Haohua, GUAN Jie, WANG Fangjie, et al. Influence of feeding rate on the separation efficiency of high-frequency-vibration-air separator [J]. Environmental Science & Technology, 2015, 38(1):90-94,158.
- [27] 刘佳,张宏,石岩.基于 Design-Expert V7 设计的不锈钢激光 非熔透搭接焊工艺优化研究[J].机械工程学报,2011,47 (16):52-60.

LIU Jia, ZHANG Hong, SHI Yan. Technology optimizing research on laser nonpenetration lap welding of stainless steel based on Design-Expert V7[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2011, 47 (16): 52-60.