

基于正交试验的硫化矿石结块影响因素分析

李孜军, 邓艳星, 舒爱霞

中南大学资源与安全工程学院, 长沙 410083

摘要 采用正交试验设计的方法, 在已有研究成果的基础上, 对采自某矿山的硫化矿石按照 4 因素 3 水平的正交表进行实验, 通过直观分析计算各因素的极差, 确定各主要因素对硫化矿石结块影响的显著性。实验结果表明, 各因素对结块影响程度大小的顺序为: 温度 > 含水量 > 湿度 > 粒度。通过趋势图分析易知硫化矿石的结块率随各因素数值的变化而呈现的趋势, 并通过单因素实验, 进一步分析温度、湿度、含水量及粒度对硫化矿石结块的影响机制, 对各因素与结块率的关系曲线进行拟合, 得到定量的表达式, 初步判断实验室条件下改变各因素对硫化矿石结块程度的影响, 验证正交试验的可行性。单因素实验表明, 环境温度、湿度以及硫化矿石的含水量、粒度对硫化矿石的结块均有促进作用。

关键词 正交试验; 硫化矿石; 结块率; 影响因素

中图分类号 TD985

文献标识码 A

doi 10.3981/j.issn.1000-7857.2011.14.005

Analysis of Caking Factors of Sulfide Ores Based on the Orthogonal Experiments

LI Zijun, DENG Yanxing, SHU Aixia

School of Resource and Safety Engineering, Central South University, Changsha 410083, China

Abstract Based on the current knowledge of sulfide ores, an orthogonal experiment design is made to conduct experiments on the sulfide ore samples obtained from a certain mine. An orthogonal array with four factors and three levels is adopted. The importance of factors that affect the caking of sulfide ores is determined through a direct analysis on range. It is shown that different factors have diverse effects on the caking degree. The caking state of the sulfide ores can be significantly changed by changing these factors. The influences of different factors on caking are in the following order: temperature > water content > humidity > particle size. According to the trend analysis, the variation of the caking ratio against each factor is obtained. On the basis of orthogonal experiments, single factor experiments are carried out to further qualitatively analyze the relations between temperature, humidity, water content, particle size and caking ratio. Finally fitting curves of these factors versus caking ratio are obtained. The feasibility of orthogonal experiments is confirmed. Single factor experiments demonstrate that the temperature, humidity, water content, particle size are closely related with the caking of sulfide ores.

Keywords orthogonal experiment; sulfide ores; caking ratio; influencing factors

0 引言

硫化矿石结块是硫化矿山开采过程中存在的主要问题之一。硫化矿山的安全问题关系到整个硫化矿山企业生产的正常运行。含硫矿石在开采过程中的氧化反应复杂多变, 使得这类矿山危险性高、资源利用率低下。高硫矿石长时间堆

放有结块的倾向; 同时, 结块也会降低资源利用率, 对国家矿产资源造成极大的浪费。目前中国约有 30% 的有色金属矿山、10% 的铁矿山 (主要是硫铁矿)、10% 的非金属建材矿山存在矿石结块问题。矿石结块对于储藏矿石、装卸、运输等生产环节造成困难, 甚至影响某些采矿方法的使用。种种迹象表

收稿日期: 2010-09-27; 修回日期: 2011-04-10

基金项目: 国家自然科学基金项目 (51074181)

作者简介: 李孜军, 副教授, 研究方向为矿山安全与环境保护, 电子信箱: zijunli@mail.csu.edu.cn



明,硫化矿石结块不仅影响矿山的开采进程,还造成资源浪费,损害矿山效益^[1-5]。美国矿山局在 20 世纪 70 年代曾专门调查了全美矿山含硫矿石氧化自燃的问题,分析了有关硫化矿石自燃的危害、发生机制和控制工艺。澳大利亚、加拿大、俄罗斯等国也有一些高硫矿床的矿石发生过自燃火灾,这些国家的研究者重点是研究矿石自燃的防灭火工艺技术,也积累了一定的防灭火经验。国内关于硫化矿石结块的研究主要集中在中南大学,中南大学数十年来一直坚持开展硫化矿石氧化结块与自燃火灾防治理论与技术方面的基础研究和应用开发,取得了一系列的重要成果。在防治硫化矿石氧化结块与自燃措施上,除推行“强出、强采、强充”减少矿石损失、加强监测管理等措施外,还采用黄泥灌浆、阻化剂喷洒、加强通风、充填采空区、密闭采空区、挖除火源等多种手段联合。吴超等^[6]的“聚丙烯酸钠作为硫化矿石防结块剂应用的方法”主要是为了解决硫化矿石结块问题。其他学者主要从自燃机制、自燃倾向性、自燃预防关键技术以及氧化性自燃等方面开展研究,如刘辉等^[2]的“硫化矿石氧化性的分形表征”,通过 R/S 分析法对硫化矿石吸氧速度常数呈现出的不规则周期性变化特征进行分析;吴超等^[3]的“硫化矿石自燃的化学热力学机制研究”等。

影响硫化矿石结块的因素^[7-9]众多,在测定硫化矿石结块影响因素的试验过程中,做多个因子的完全试验有实际的困难,其要求试验次数太多,无法实现。本文应用正交试验^[9-11]设计并探讨了硫化矿石结块的影响因素,在试验前借助于正交表,科学地挑选试验条件,合理地分析试验结果,从而可以只用较少的试验次数,即可分清各因素对试验结果(指标)的影响,按其影响大小,找出主次关系并确定影响最大的方案或工艺条件;并辅以单因素试验做出各影响因素与结块率的拟合关系曲线,定量地表示它们之间的关系。这一研究结果对硫化矿石的开采与防结块措施制定具有一定的指导意义。

1 正交试验

1.1 正交表的设计与分析

通过查阅相关资料和对硫化矿石结块进行事故树分析^[1-7]可知,环境温度、空气湿度、矿石堆放时间、矿石块度、含水量、压力等因素在硫化矿石结块过程中起着重要作用,但由于试验条件所限,不可能全面考虑各因素。实验室结合已有的研究成果^[1,6-7,12],在经过初步筛选后,实验选定环境温度、湿度、矿样粒度和含水量 4 个因素,以采自某矿山含硫量 18.55%、含铁量 38.43%的矿样为研究对象,以实验周期为 60d 的硫化矿样结块率为评价指标,选用 4 因素 3 水平的正交表进行实验。

将结块测试的样品按一定的粒度要求筛分后,将一定量(初始量)的筛下样品置于实验条件下,经测试周期后再次按同条件筛分,计算筛分后与初始量的百分比,即结块率。结块率的计算式为

$$\eta=\frac{m}{M}\times 100\% \quad (1)$$

式中, η 为结块率,%; m 为已结块矿石的质量,kg; M 为总质量,kg。结块率是体现结块程度最直接的方法,可以定量地表示结块程度。

将正交试验的各因素水平列于表 1。

表 1 各影响因素及水平
Table 1 Factors and levels

水平	因素			
	温度(X_1)/℃	湿度(X_2)/%	粒度(X_3)/mm	含水量(X_4)/%
1	45	90	<0.8	5
2	30	60	<0.45	3
3	55	80	<0.28	7

将因素放入正交表 $L_9(3^4)$ 的相应列,水平对号入座,列出实验方案如表 2 所示。按表 1 中规定的方案进行试验,将结块率的测定结果记入表 2。

表 2 实验方案与计算分析
Table 2 Experimental scheme and calculation analysis

试验号	因素				结块率/%
	X_1	X_2	X_3	X_4	
1	1	1	1	1	94.4546
2	1	2	2	2	65.7633
3	1	3	3	3	98.7538
4	2	1	2	3	33.7088
5	2	2	3	1	21.6473
6	2	3	1	2	26.1338
7	3	1	3	2	51.6532
8	3	2	1	3	83.7725
9	3	3	2	1	48.6479
k_{1j}	258.9717	187.7829	187.3003	164.7498	
k_{2j}	72.3956	171.1831	156.0863	126.4897	
k_{3j}	184.0736	156.4749	172.0543	224.2014	
$\overline{k_{1j}}$	86.3239	62.5943	62.4334	54.9166	
$\overline{k_{2j}}$	24.1319	57.0610	52.0288	42.1632	
$\overline{k_{3j}}$	61.3579	52.1583	57.3514	74.7338	
R	62.192	10.436	10.4046	32.5706	

其中, k_{ij} 为第 j 列中对应水平 i 的试验指标之和。

$$\overline{k_{ij}}=\frac{k_{ij}}{3} \quad (2)$$

采用直观分析法^[13]计算各因子在相应于同一水平下的实验指标之和及平均试验指标,计算各列的极差 R 。

$$R=\max_i \overline{k_{ij}}-\min_i \overline{k_{ij}} \quad (3)$$



极差越大,表明此列因素的数值在实验范围内的改变引起的矿石结块率的变化越大。因此,极差最大的列,是影响实验结果最大的因素,即为最主要的因素。

由表 2 中的极差可知,温度对该种矿石结块的影响最大,含水量次之,湿度再次之,粒度的影响最小。因此,各因素对结块影响程度大小的顺序为: $X_1>X_4>X_2>X_3$ 。得到造成结块程度最大的因素组合方案为 $X_{11}X_{21}X_{31}X_{43}$,即条件为 X_1 为 45℃、 X_2 为 90%、 $X_3<0.8\text{mm}$ 、 X_4 为 7%。

1.2 结块率的趋势图

上述最大因素组合方案是通过直观分析得到的,是在给定的因素和水平条件下得到的,为了直观起见,可以将因素水平作为横坐标,以它的实验指标的平均值 $\bar{k}_{ij}$ 为纵坐标,画出因素与结块率的关系图——趋势图,通过趋势图(图 1)进一步说明。

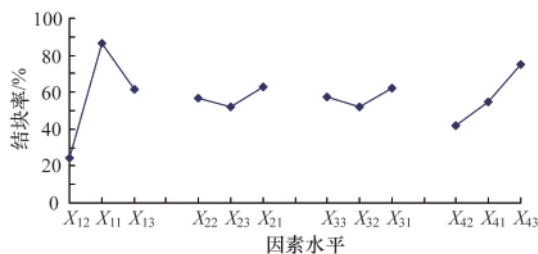


图 1 因素与结块率的关系

Fig. 1 Relationship between factors and caking ratio

在画趋势图时,对于温度、湿度、粒度和含水量等数量因素,横坐标上的点不能按水平号顺序排列,而应按水平的实际大小顺序排列,并将各坐标点连成折线图,即可很容易地看出结块率随因素数值增大时的变化趋势。

由趋势图可以看出:① 当环境温度为 45℃,湿度为 90%,粒度 $<0.8\text{mm}$,含水量为 9%时硫化矿石的结块率最大;② 温度越高,结块率越大;③ 结块率随湿度的变化呈现不同的趋势,当湿度小于 80%时,结块率随湿度的减小而减小,而大于 80%时随湿度的增大而增大;④ 粒度分布范围越宽,越容易结块;⑤ 含水量越高,矿石的结块率越大,含水量对结块程度的影响仅次于温度对结块程度的影响。

因此,可根据趋势图对一些重要的因素水平再做适当的调整,选取新的水平,再安排一批新的实验,新的实验可只考虑一些主要因素,次要因素则可固定在某个较好的水平上。

2 单因素实验

以上结论仅是确定各因素对结块影响的重要程度,为了进一步定量地分析各因素对硫化矿石结块的影响,以下部分重点分析各因素与结块率的关系,并对做出的曲线进行拟合,得到曲线方程^[4]。

2.1 温度的影响

温度对硫化矿石的结块率影响最大,为了确定温度对结

块率的影响,在此对温度单独分析,将试样置于恒温恒湿箱内,调节控温,保证其他因素恒定不变。本实验主要选取 30,35,45,55,60℃恒温进行测定。

将含水量为 5%,粒度 $<0.8\text{mm}$ 矿样称取 80g 装入培养皿内,置于恒温恒湿箱内,在其中控制和改变所需干球温度,调节湿球温度,使恒温恒湿箱中的湿度保持在 90%,放置 10d 后,将测得的数据转化为曲线图表示结块率与温度之间的关系,如图 2 所示。

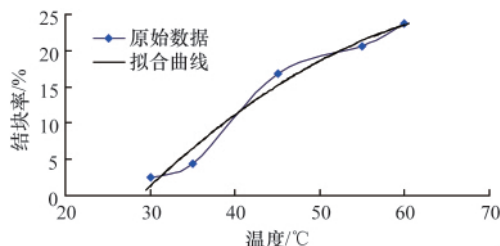


图 2 结块率与温度的关系图

Fig. 2 Relationship between caking ratio and temperature

由图 2 可以看出,在其他条件恒定不变的情况下,随着温度的升高,硫化矿石的结块率也随之升高,其关系近似呈抛物线。经拟合,得结块率与温度关系曲线方程为:

$$\eta = -0.0122X_1^2 + 1.8354X_1 - 42.792 \quad (4)$$

$$R^2 = 0.9739$$

式中, R^2 为趋势线拟合程度的指标, R^2 越大,表明拟合程度越高,趋势线的可靠性越高。 R 平方值是取值范围在 0—1 之间的数值,当趋势线的 R 平方值等于 1 或接近 1 时,其可靠性最高,反之则可靠性较低。 R 平方值也称为决定系数。

由图 2 的趋势线可知,矿样在 75℃时可达矿石结块率的最大值。此时的条件组合为温度 75℃、湿度 90%、粒度 $<0.8\text{mm}$ 、含水量 5%。温度在化学反应中直接影响反应速率,温度越高,氧化速率越快,硫化矿石越容易结块。温度的影响体现在两方面,一是采场温度,温度越高越易结块,主要是因为温度越高,环境中的水汽越多,空气湿度大,造成矿石中残存的水分较多;二是储运温度,温度过高,硫化矿石的临界相对湿度将降低,吸湿性增强,易发生结块;在潮湿的情况下,环境温度的变化会导致溶解——结晶重复发生,促使晶桥生成,最终形成团块。温度变化还会引起某些物质的物理化学作用,如晶型转变^[15]。

2.2 湿度的影响

湿度是硫化矿石结块的重要影响因素之一,出矿后矿石所处的环境温度较之前低,部分水汽就会凝结在矿石表面,造成矿石间接接触的部分溶解结晶。如果矿石存储的周围环境湿度大,则会引起矿石吸湿,在内部也易结块。实验选取粒度 $<0.8\text{mm}$ 的矿样,温度设定为 55℃,湿度分别为 50%、60%、70%、80%、90%进行试验,放置 13d 后,将测得的结块率数据用曲线图表示,并拟合结果如图 3 所示。在其他条件恒定的

情况下,矿石的结块率在湿度为 50%时仅为 10%,而湿度为 90%时已达 68%。其中湿度为 50%与 60%之间的结块率递增速率较大。

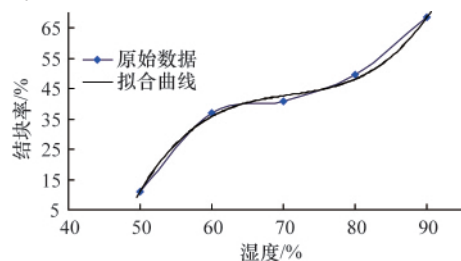


图 3 结块率与湿度的关系图

Fig. 3 Relationship between caking ratio and humidity

结块率与湿度的关系曲线拟合方程为:

$$\eta=0.0027X_2^3-0.5796X_2^2+41.389X_2-950.19 \quad (5)$$

$$R^2=0.9959$$

由图 3 可以看出,湿度对于硫化矿石的结块有很大影响,当湿度较低时,结块率较小,随着湿度的增大,结块率会迅速增大。虽然曲线的极值难以预测,但矿石结块率随湿度的增大而增大的趋势是肯定的。井下硫化矿石破碎后,其比表面积急剧增大,由于地下水、岩凿用水和湿空气的作用,崩落的矿石本体具有一定的含水量,并且不可避免地处于一个高湿度和富氧的环境中,常温下不同含水量的硫化矿石的吸氧速度变化不大,但对于相同的耗氧量,矿石潮湿时的反应热比干燥时的反应热大一些,所以在常温潮湿时,矿石氧化放出的热量比常温干燥时大,即此时水起一定的催化作用,而且矿石氧化反应的模式相对复杂。但如果有过量的水,水的吸热、降温、隔氧等物理作用又可抑制硫化矿石的氧化。因此在硫化矿石开采及储运过程中,控制环境湿度可以有效控制结块率,目前最有效的手段就是通过加强通风,来改变采场的温湿度。

2.3 粒度的影响

虽然粒度相对于其他三种因素来说,对结块的影响较小,但也是影响硫化矿石结块率的一个重要因素。粒度小的颗粒可以进入大颗粒之间的空隙,大大增加了颗粒间的接触面积,使结块率增大。实验选用粒度<0.8mm、<0.45mm、<0.28mm、<0.2mm和<0.154mm的矿样,置于温度为45℃、湿度为90%的环境中,放置60d后,将测得的结块率数据转化成曲线表示如图4所示。

从图4中可以看出,粒度分布范围较宽的矿样结块率较其他四组大,间接表明了比表面的大小对结块程度的影响。在相同的实验条件下,通过0.8mm筛子后的矿样比通过0.45mm、0.28mm的结块率都要大。小颗粒与空气的接触面积大,易发生氧化结块,进而与周围较大的颗粒黏结,形成更大的块体。结块率与硫化矿石粒度的关系曲线拟合方程为:

$$\eta=139.35X_3^3-438.07X_3^2+428.45X_3-39.064 \quad (6)$$

$$R^2=0.9728$$

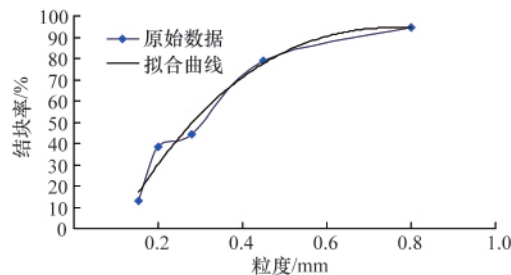


图 4 结块率与粒度的关系

Fig. 4 Relationship between caking ratio and particle size

图4显示,粒度分布范围越宽,结块程度越大,这与前文所述的粒度分布对矿石结块的影响方式一致。硫化矿石块度越小,其总表面积就越大,暴露在空气中就越易吸潮并结块。矿石块度增大,比表面积减小,临近颗粒间的吸引力和接触点减少,结块趋势降低。如果矿石块度不均、小块度过多,在储运工程中小块填满大块之间的空隙,块体间的接触点与接触面积增加,更易造成矿石结块。

2.4 含水量的影响

含水量在储运中对结块的影响仅次于温度,含水量越大,硫化矿中的液相量也越高,矿石间溶解再结晶过程越易进行,矿石结块越严重。取粒度<0.8mm、含水量为0、3%、5%、7%、9%设计5组实验,置于温度为45℃、湿度90%的环境中,60d后,将测得的结块率数据用曲线表示,如图5。

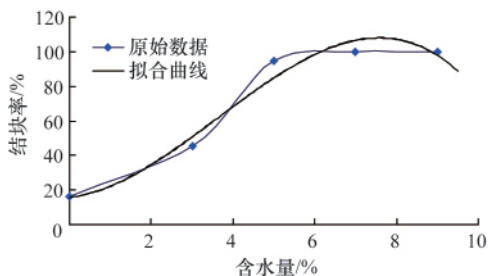


图 5 结块率与含水量的关系

Fig. 5 Relationship between caking ratio and water content

比较不同的含水量矿样实验结果发现,含水量为5%的比含水量为3%的结块率高出约49%,而其他相邻含水量间的结块率差距相对较小。

结块率与硫化矿石含水量的关系曲线拟合方程为:

$$\eta=-0.374X_4^3+4.0615X_4^2+2.897X_4+15.601 \quad (7)$$

$$R^2=0.9708$$

从图5中可以看出,当含水量较低时,该矿石的结块率较低,尤其是当含水量低于3%时,矿石的结块率较小,且随着含水量的增大矿石的结块率减小。当矿样的含水量增大时,结块率迅速增大,并且增长率也越来越大。从图中还可以看到,当矿样的含水量超过5%时,矿石的结块率很大;当含水量大于10%时,结块率反而下降。

水分的存在一方面会导致毛细黏合,产生晶桥;另一方

面会导致矿石颗粒软化,在堆积压力的作用下变形,导致相邻颗粒间接触面积增大,使颗粒间结合的强度增强。矿石的含水量大,对氧化的催化作用加快,湿矿石的氧化速度快于干矿石。如果矿石含水量高,部分易溶解的硫化矿物就在其表层形成饱和溶液。当硫化矿石被运输到地表时,由于自然冷却使其溶解度降低或由于干燥使溶剂减少矿物质便从饱和溶液中结晶析出。这些结晶物与其周围分散的矿物粒子黏结而结块。

3 结论

(1) 采用正交试验可以有效地减少多因素分析中的试验次数,能够直观地分析硫化矿石结块的影响因素,并确定所选因素对结块程度的影响大小,得到导致结块程度最大的因素组合。趋势图可以验证试验,作进一步的分析。

(2) 通过正交试验得到的硫化矿石结块影响因素及其影响程度为:温度>含水量>湿度>粒度。

(3) 通过单因素试验进一步定量地得出了温度、湿度、含水量、粒度与硫化矿石结块率的关系,验证了正交实验的可行性。

(4) 温度越高,结块率越大,湿度的影响亦是如此。当含水量低于 10%时,随着含水量的增加硫化矿石的结块程度减小。粒度分布范围越宽,矿石结块程度越大。

虽然上述各因素的影响程度不同,但都是影响硫化矿石结块的重要因素。在矿石的开采和储运过程中,均要考虑,并制定相应的防结块措施和结块应急预案,对未结块或已结块的矿石进行处理。

参考文献 (References)

- [1] 吴超, 孟廷让. 高硫矿井内因火灾防治理论与技术 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 1995.
Wu Chao, Meng Tingrang. Theory and technology for control of the mine spontaneous combustion of sulphide ores[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1995.
- [2] 刘辉, 吴超, 崔燕, 等. 硫化矿石氧化性的分形表征 [J]. 安全与环境学报, 2009, 9(3): 113-116.
Liu Hui, Wu Chao, Cui Yan, et al. Journal of Safety and Environment, 2009, 9(3): 113-116.
- [3] 吴超, 孟廷让, 王坪龙, 等. 硫化矿石自燃的化学热力学机理研究[J]. 中南矿冶学院学报: 自然科学版, 1994, 25(2): 156-161.
Wu Chao, Meng Tingrang, Wang Pinglong, et al. Journal of Central South Institute of Mining and Metallurgy: Natural Science Edition, 1994, 25(2):

156-161.

- [4] 李孜军. 硫化矿石自燃机理及其预防关键技术研究 [D]. 长沙: 中南大学, 2007.
Li Zijun. Investigation on the mechanism of spontaneous combustion of sulphide ores and the key technologies for preventing fire [D]. Changsha: Central South University, 2007.
- [5] 李孜军, 古德生, 吴超. 高温高硫矿床矿石自燃危险性的评价[J]. 金属矿山, 2004(5): 57-60.
Li Zijun, Gu Desheng, Wu Chao. Metal Mine, 2004(5): 57-60.
- [6] 吴超, 李孜军. 聚丙烯酸钠作为硫化矿石防结块剂应用的方法: 中国, 200710034218[P]. 2008-07-16.
Wu Chao, Li Zijun. Application of sodium polyacrylate as anti-caking agent for sulfide ores: China Patent, 200710034218[P]. 2008-07-16.
- [7] 仇勇海, 陈白珍. 水在金属硫化矿体自燃中的作用 [J]. 中国有色金属学报, 1996, 6(3): 5-10.
Qiu Yonghai, Chen Baizhen. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 1996, 6(3): 5-10.
- [8] Rutland D W. Fertilizer caking: Mechanisms, influential factors, and methods of prevention[J]. Fertilizer Research, 1991, 30(1): 99-114.
- [9] 邱铁兵. 试验设计与数据处理 [M]. 合肥: 中国科学技术大学出版社, 2008.
Qiu Yibing. Experiment and data handle [M]. Hefei: Science and Technology University of China Press, 2008.
- [10] Chen Y, Zhang J F, Yang C J, et al. The workspace mapping with deficient-DOF space for the PUMA 560 robot and its exoskeleton arm by using orthogonal experiment design method [J]. Robotics and Computer-Integrated Manufacturing, 2007, 23(4): 478-487.
- [11] Liu G, Lin Z Q, Bao Y X. Improving dimensional accuracy of a u-shaped part through an orthogonal design experiment [J]. Finite Elements in Analysis and Design, 2002, 39(2): 107-118.
- [12] 李孜军, 邓艳星, 陈占锋, 等. 基于单轴测试法的硫化矿石结块特性检测[J]. 中南大学学报: 自然科学版, 2011, 42(2): 427-433.
Li Zijun, Deng Yanxing, Chen Zhanfeng, et al. Journal of Central South University: Science and Technology Edition, 2011, 42(2): 427-433.
- [13] 王国富, 王志忠. 应用统计[M]. 长沙: 中南大学出版社, 2003.
Wang Guofu, Wang Zhizhong. Statistical application [M]. Changsha: Central South University Press, 2003.
- [14] 侯翠红, 张宝林, 王世龙. 复混肥料结块因素实验研究 [J]. 化工矿物与加工, 2007, 36(2): 29-31.
Hou Cuihong, Zhang Baolin, Wang Shilong. Industrial Minerals and Processing, 2007, 36(2): 29-31.
- [15] 赵雨田, 黄梅丽, 曾宪文. 复混肥结块原因及防结块措施 [J]. 磷肥与复肥, 2000, 15(4): 46-51.
Zhao Yutian, Huang Meili, Zeng Xianwen. Phosphate & Compound Fertilizer, 2000, 15(4): 46-51.

(责任编辑 岳臣)



《科技导报》“书评”栏目征稿

“书评”栏目发表图书评论文章,被评论的图书以高级科普、学术专著及科学文化图书为主,兼顾科学精神、科学方法、科技哲学、科学人文、科学家传记、经典科学著作、科学通俗读物、科学道德等内容。欢迎投稿,择优刊登。每篇书评以 2100 字左右为宜,需配书影,并含书名、作者、出版单位、出版年份、定价等信息。栏目责任编辑:陈广仁,投稿信箱:chenguangren@cast.org.cn。