

# 基于交互正交试验的铁矿粉流态化还原影响因素研究<sup>①</sup>

朱国民<sup>1</sup>, 丁敬<sup>1,2</sup>, 黄金玉<sup>1</sup>, 胡明伟<sup>1</sup>, 万紫薇<sup>1</sup>, 徐其言<sup>1</sup>

(1.安徽工业大学冶金工程学院,安徽马鞍山243002; 2.马鞍山钢铁股份有限公司特钢公司,安徽马鞍山243003)

**摘要:**采用交互正交试验法,以铁矿粉流态化还原产物的金属化率为因变量,选取还原温度、还原时间、气体线速度和还原压力为自变量,通过极差和方差分析探究了各操作参数及其交互作用对铁矿粉流态化还原的影响。结果表明,4个因素以及因素间的交互作用对铁矿粉流态化还原产物金属化率影响的大小顺序为:还原温度>气体线速度>还原时间>还原压力>还原温度与气体线速度交互作用>还原温度与还原压力交互作用>还原时间与气体线速度的交互作用>还原压力与气体线速度交互作用>还原温度与还原时间的交互作用>还原压力与还原时间交互作用;较高的还原温度有助于晶须之间的结合、形成更致密的结构;较高的气体线速度改善了流态化还原反应的动力学条件,有助于铁矿粉流态化还原。

**关键词:**铁矿粉;流态化还原;正交试验;交互作用;金属化率;还原铁;铁晶须

中图分类号:TF803

文献标识码:A

doi:10.3969/j.issn.0253-6099.2023.06.026

文章编号:0253-6099(2023)06-0119-04

## Factors Influencing Fluidized Reduction of Iron Ore Powder Based on Interactive Orthogonal Experiment

ZHU Guomin<sup>1</sup>, DING Jing<sup>1,2</sup>, HUANG Jinyu<sup>1</sup>, HU Mingwei<sup>1</sup>, WAN Ziwei<sup>1</sup>, XU Qiyang<sup>1</sup>

(1.School of Metallurgical Engineering, Anhui University of Technology, Ma'anshan 243002, Anhui, China; 2.Special Steel Branch of Ma'anshan Iron & Steel Company, Ma'anshan 243003, Anhui, China)

**Abstract:** An interactive orthogonal experiment was carried out. With the metallization rate of the products of fluidized reduction of iron ore powder as dependent variables, reduction temperature, reduction time, gas linear velocity and pressure of reduction as independent variables, the effects of various operating parameters and their interactions on the fluidized reduction of iron ore powder were investigated by means of range analysis and variance analysis. Results show that effects of four factors and their interaction on the metallization rate of fluidized reduction of iron ore powder are in the following descending order: reduction temperature > gas linear velocity > reduction time > pressure of reduction > interaction between reduction temperature and gas linear velocity > interaction between reduction temperature and pressure of reduction > interaction between reduction time and gas linear velocity > interaction between pressure of reduction and gas linear velocity > interaction between reduction temperature and reduction time > interaction between pressure of reduction and reduction time. It is shown that higher reduction temperature is helpful to the combination of iron whiskers, forming a compact structure. A higher gas linear velocity can improve the kinetic conditions of fluidized reduction, which is beneficial to fluidized reduction of iron ore powder.

**Key words:** iron ore powder; fluidized reduction; orthogonal experiment; interaction; metallization ratio; reduced iron; iron whisker

流化床直接还原工艺不仅可直接使用铁矿粉作为原材料,无需进行预先烧结造球,而且可以仅使用氢气作为还原剂,还原过程几乎不排放二氧化碳气体,实现了炼铁工艺的清洁生产,符合低碳战略<sup>[1]</sup>。

流化床直接还原过程中还原温度、还原时间、气体线速度和还原压力等操作参数会对铁矿粉流态化还原效果产生影响<sup>[2-6]</sup>。本文首先使用五水平无交互正交试验法进行铁矿粉流态化还原试验,并使用极差分析

① 收稿日期:2023-06-05

基金项目:国家自然科学基金(51974001);NSFC-新疆联合基金(U2003124)

作者简介:朱国民(1998—),男,安徽铜陵人,博士研究生,主要研究方向为流态化还原铁矿粉。

通信作者:徐其言(1982—),男,安徽马鞍山人,博士,教授,主要研究方向为流态化还原铁矿粉。

法确定还原温度、还原时间、气体线速度和还原压力对还原产物金属化率的影响程度;然后在五个水平值中选取最佳的二水平值,采用二水平交互正交试验法<sup>[7-10]</sup>进一步进行流化还原试验,使用方差分析法和极差分析法,得出各操作参数及其之间交互作用对铁矿粉还原(以还原产物金属化率作为试验指标)的影响程度,并验证此方法所得结果的可靠性和准确性,为实现铁矿粉流态化工业生产提供依据。

## 1 试验

### 1.1 试验材料

试验选用粒径 100~120  $\mu\text{m}$  的澳大利亚铁矿粉为原料,其主要化学成分见表 1。选用纯氮气作为保护气体、纯度 99.99% 的氢气作为还原气体。

表 1 铁矿粉化学成分分析结果(质量分数) %

TFe	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	FeO	MgO	MnO	P	S	SiO <sub>2</sub>
60.54	0.96	0.153	0.56	0.158	0.153	0.082	0.033	4.41

### 1.2 试验设备与步骤

试验开始前,关闭出气阀,向流化床中通入氮气。此时流化床内部压力升高,内部压力达到 0.5 MPa 时关闭氮气阀门,停止向流化床通入保护气体。若压力表读数长时间保持稳定,则整个装置密封效果良好,可以开始实验。称取 20.0 g 铁矿粉加入流化床内,采用电阻加热炉对流化床内部进行加热。流化床内温度升至目标温度 600~900  $^{\circ}\text{C}$  时,通氮气 5 min,排尽流化床空气后,通入氢气,通过计算机控制气体流量计调节气体线速度 0.1~0.4 m/s,并调节出气阀,使流化床内部压力 0.1~0.4 MPa,铁矿粉在高温高压下流化 45~60 min。流化还原反应结束后,再次通氮气 5 min,以保护铁矿粉免受氧化,冷却至室温后,停止通氮气,取出还原产物。采用重铬酸钾体积法和氯化铁滴定法分析测量还原样品 TFe 和 MFe 质量分数,并计算铁矿粉金属化率。重复多次试验,取其平均值作为试验结果。

## 2 试验结果与分析

### 2.1 无交互正交试验

通过 4×4 正交试验,探究还原温度(A)、还原压力(B)、还原时间(C)和气体线速度(D)对铁矿粉流态化还原产物金属化率的影响,其中各因素的试验数值满足等间距分布,各因素及水平如表 2 所示,无交互正交试验结果如表 3 所示。

表 2 无交互正交试验因素与水平

水平	因素			
	还原温度(A)/ $^{\circ}\text{C}$	还原压力(B)/MPa	还原时间(C)/min	气体线速度(D)/(m·s <sup>-1</sup> )
1	600	0.1	45	0.1
2	700	0.2	50	0.2
3	800	0.3	55	0.3
4	900	0.4	60	0.4

表 3 无交互正交试验结果

试验号	A/ $^{\circ}\text{C}$	B/MPa	C/min	D/(m·s <sup>-1</sup> )	金属化率/%
1	600	0.1	45	0.1	61.28
2	600	0.2	50	0.2	63.35
3	600	0.3	55	0.3	66.73
4	600	0.4	60	0.4	69.85
5	700	0.1	50	0.3	71.88
6	700	0.2	45	0.4	74.07
7	700	0.3	60	0.1	68.25
8	700	0.4	55	0.2	70.75
9	800	0.1	55	0.4	79.64
10	800	0.2	60	0.3	77.84
11	800	0.3	45	0.2	73.42
12	800	0.4	50	0.1	71.39
13	900	0.1	60	0.2	77.37
14	900	0.2	55	0.1	74.96
15	900	0.3	50	0.4	83.44
16	900	0.4	45	0.3	80.86
$K_{1j}$	261.21	290.47	288.83	275.98	
$K_{2j}$	284.75	289.72	290.06	285.19	
$K_{3j}$	302.29	292.04	291.98	296.91	
$K_{4j}$	316.43	292.45	293.81	306.6	
$k_{1j}$	65.30	72.62	72.21	69.00	
$k_{2j}$	71.19	72.43	72.52	71.30	
$k_{3j}$	75.57	73.01	73.00	74.23	
$k_{4j}$	79.11	73.11	73.45	76.65	
$R_j$	13.81	0.49	1.24	7.65	

由表 3 可见, $R_A > R_D > R_C > R_B$ ,各因素对还原产物金属化率影响的主次顺序为:A>D>C>B,即还原温度对金属化率的影响最大,为最重要因素,其次是气体线速度和还原时间,还原压力的影响较小。

### 2.2 交互正交试验

选取表 3 中各因素对应流化还原产物金属化率最大的两组水平值,进行交互正交试验,其因素与水平见表 4。

表 4 交互正交试验因素与水平

水平	因素			
	还原温度(A)/ $^{\circ}\text{C}$	还原压力(B)/MPa	还原时间(C)/min	气体线速度(D)/(m·s <sup>-1</sup> )
1	800	0.2	55	0.3
2	900	0.3	60	0.4

根据各因素的最佳二水平值,选用  $L_{16}(2^{15})$  型标

准正交试验表,其中 5 列空白列作为误差列  $e$ ,具体试验方案与结果如表 5 所示。

表 5 交互正交试验方案与结果

试验号	A	B	A×B	C	A×C	B×C	$e_1$	D	A×D	B×D	$e_2$	C×D	$e_3$	$e_4$	$e_5$	金属化率/%
1	800	0.2	1	55	1	1	1	0.3	1	1	1	1	1	1	1	75.43
2	800	0.2	1	55	1	1	1	0.4	2	2	2	2	2	2	2	78.93
3	800	0.2	1	60	2	2	2	0.3	1	1	1	2	2	2	2	77.18
4	800	0.2	1	60	2	2	2	0.4	2	2	2	1	1	1	1	80.22
5	800	0.3	2	55	1	2	2	0.3	1	2	2	1	1	2	2	75.76
6	800	0.3	2	55	1	2	2	0.4	2	1	1	2	2	1	1	79.38
7	800	0.3	2	60	2	1	1	0.3	1	2	2	2	2	1	1	77.47
8	800	0.3	2	60	2	1	1	0.4	2	1	1	1	1	2	2	80.52
9	900	0.2	2	55	2	1	2	0.3	2	1	2	1	2	1	2	79.28
10	900	0.2	2	55	2	1	2	0.4	1	2	1	2	1	2	1	82.71
11	900	0.2	2	60	1	2	1	0.3	2	1	2	2	1	2	1	80.94
12	900	0.2	2	60	1	2	1	0.4	1	2	1	1	2	1	2	83.15
13	900	0.3	1	55	2	2	1	0.3	2	2	1	1	2	2	1	81.13
14	900	0.3	1	55	2	2	1	0.4	1	1	2	2	1	1	2	82.92
15	900	0.3	1	60	1	1	2	0.3	2	2	1	2	1	1	2	82.08
16	900	0.3	1	60	1	1	2	0.4	1	1	2	1	2	2	1	84.19
$k_{1j}$			80.26		79.98	80.08			79.85	79.98		79.96				
$k_{2j}$			79.90		80.18	80.09			80.31	80.18		80.20				
$R_j$			0.359		0.196	0.009			0.459	0.201		0.241				

从表 5 可知,  $A \times D$  极差值最大,为 0.459,  $B \times C$  极差值最小,为 0.009,即还原温度与气体线速度的交互作用对流化还原产物金属化率的影响最大,还原压力与还原时间的交互作用对流化还原产物金属化率的影响最小。

交互正交试验方差分析结果见表 6。

表 6 交互正交试验方差分析结果

方差来源	偏差平方和 $SS_j$	自由度 $df_j$	方差 $MS_j$	统计量 $F_j$	显著性
A	62.055	1	62.06	520.67	***
B	1.967	1	1.97	16.507	***
A×B	0.515	1	0.517	4.32	*
C	6.516	1	6.52	54.66	***
$A \times C^\Delta$	0.154	1	0.15	1.29	—
$B \times C^\Delta$	0.000 3	1	0.000 3	0.003	—
D	32.348	1	32.35	271.38	***
$A \times D$	0.842	1	0.84	7.06	**
$B \times D^\Delta$	0.162	1	0.16	1.36	—
$C \times D^\Delta$	0.233	1	0.23	1.95	—
$e$	0.524	5	0.10	—	—
$e^\Delta$	1.073	9	0.12	—	—

注:若  $F > F_{0.01}(1,9)$ ,显著性标为\*\*\*;若  $F_{0.01}(1,9) > F > F_{0.05}(1,9)$ ,显著性标为\*\*;若  $F_{0.05}(1,9) > F > F_{0.1}(1,9)$ ,显著性标为\*;若  $F_{0.1}(1,9) > F$ ,显著性标为—。查  $F(1,9)$ 分布表,得: $F_{0.01}(1,9) = 10.561, F_{0.05}(1,9) = 5.117, F_{0.1}(1,9) = 3.360$ 。

由表 6 可见,  $MS_{B \times C} < MS_e, MS_{A \times C}, MS_{B \times D}, MS_{C \times D}$  与  $MS_e$  接近,故  $A \times C, B \times C, B \times D, C \times D$  交互作用对试验

结果影响不显著,将  $S_{A \times C}, S_{B \times C}, S_{B \times D}, S_{C \times D}$  并入  $S_e$  中,得到新的误差平方和  $S_e^\Delta$ ,相应的自由度也随之发生改变。

分析表 6 可知,  $A, B, C, D$  对还原产物金属化率的影响高度显著(置信度  $P = 99\%$ );  $A \times D$  交互作用对还原产物金属化率有显著影响(置信度  $P = 95\%$ );  $A \times B$  交互作用对还原产物金属化率有一定影响(置信度  $P = 90\%$ );  $A \times C, B \times C, B \times D, C \times D$  交互作用对还原产物金属化率无影响。各因素及因素间交互作用对铁矿粉流态化还原产物金属化率影响的大小关系为:  $A > D > C > B > A \times D > A \times B > C \times D > B \times D > A \times C > B \times C$ ,即还原温度>气体线速度>还原时间>还原压力>还原温度与气体线速度的交互作用>还原温度与还原压力的交互作用>还原时间与气体线速度的交互作用>还原压力与气体线速度的交互作用>还原温度与还原时间的交互作用>还原压力与还原时间的交互作用。这与极差分析得出的单因素作用结果、各因素交互作用结果一致。

### 2.3 主要因素对流态化还原的影响

#### 2.3.1 还原温度

还原压力 0.2 MPa、气体线速度 0.3 m/s 和反应时间 50 min 条件下,不同还原温度下还原产物的金属化率如图 1 所示,还原产物微观形貌见图 2。

从图 1 可知,随着还原温度升高,还原产物金属化率增加,表明较高的还原温度有助于提高还原产物金

属化程度。由图2可见,较低温度下,还原产物表面形成了大量相互连接的铁晶须,这些晶须在颗粒表面形成较为均匀的 $1\sim 2\ \mu\text{m}$ 的多孔结构;随着还原温度升高,铁晶须逐渐软化,部分晶须甚至发生液化,并逐渐转化为致密铁层。这一转化过程说明晶须发生了变形和再结晶行为,高温有助于晶须之间的结合和形成更致密的结构。试验结果表明,高还原温度有助于反应过程中晶须逐渐演变为更稳定且紧密排列的形态,促进铁矿粉流态化还原反应。

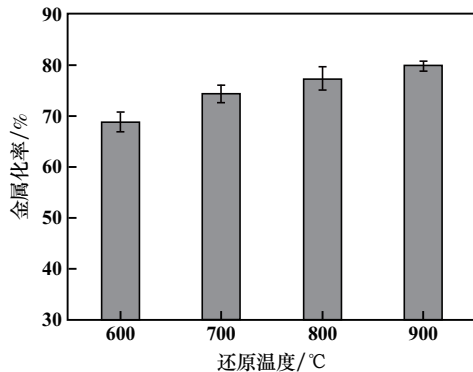
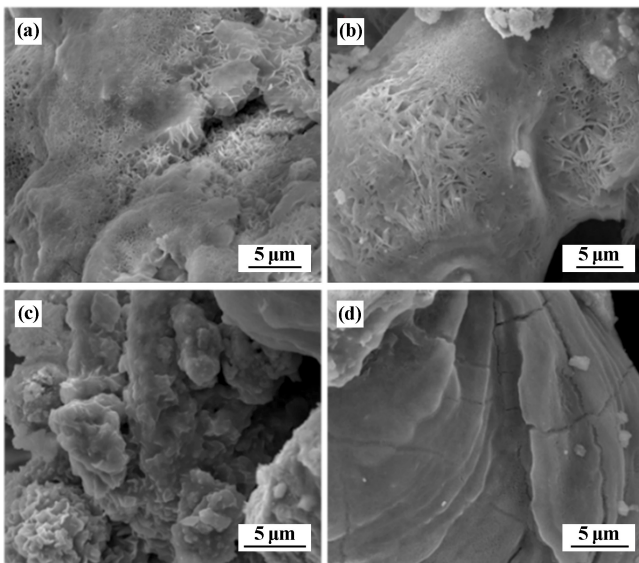


图1 还原温度对金属化率的影响



(a) 600 °C; (b) 700 °C; (c) 800 °C; (d) 900 °C

图2 不同温度下还原产物微观形貌

### 2.3.2 气体线速度

还原压力 $0.2\ \text{MPa}$ 、还原温度 $800\ \text{°C}$ 和反应时间 $50\ \text{min}$ 条件下,不同气体线速度下还原产物的金属化率如图3所示,还原产物微观形貌见图4。

从图3可知,在其他操作参数不变的情况下,增加还原气体线速度会提高还原产物金属化率。较高的气体线速度会使还原产物表面产生裂纹,甚至发生破碎,

使气体与颗粒接触面积增大。此外,增加气体线速度会增加矿粉所受到的曳力,使铁矿粉颗粒流化更充分,颗粒之间的距离增加,流态化还原反应的动力学条件得到优化,促使化学反应速率加快,从而提高还原产物金属化率。

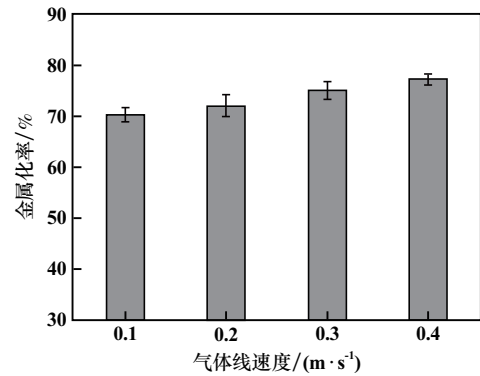
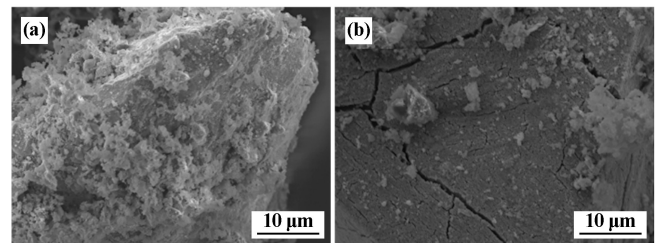


图3 气体线速度对金属化率的影响



(a) 0.1 m/s; (b) 0.4 m/s

图4 不同气体线速度下还原产物微观形貌

## 3 结 论

1) 各因素及因素间的交互作用对铁矿粉流态化还原产物金属化率影响的大小为:还原温度>气体线速度>还原时间>还原压力>还原温度与气体线速度交互作用>还原温度与还原压力交互作用>还原时间与气体线速度的交互作用>还原压力与气体线速度交互作用>还原温度与还原时间的交互作用>还原压力与还原时间交互作用。

2) 在设计铁矿粉流态化还原试验与优化方案时,应着重考虑所选的4个操作参数以及还原温度与气体线速度之间的交互作用。

3) 高温有助于晶须之间结合、形成更致密的结构;较高的气体线速度改善了流态化还原反应的动力学条件,有助于铁矿粉流态化还原。

### 参考文献:

- [1] 邵剑华,张虎成,方 觉,等.流化床和竖炉对熔融还原流程煤耗的影响[J].钢铁研究学报,2008(3):5-8.

(下转第127页)

废物名录后钨渣处置困难的现状,研究开发新的绿色环保洁净的钨冶炼工艺和成套设备迫在眉睫。

### 参考文献:

- [1] 王琨琳. 我国钨品生产和出口管理政策研究[D]. 北京:北京化工大学, 2002.
- [2] 赵中伟,李江涛,陈星宇,等. 我国白钨矿钨冶炼技术现状与发展[J]. 有色金属科学与工程, 2013,4(5):11-14.
- [3] 李仲泽. 中国钨产业高质量发展的思考[J]. 中国钨业, 2021,36(5):1-10.
- [4] 张训鹏. 冶金工程概论[M]. 长沙:中南工业大学出版社, 1998.
- [5] 叶帷洪,王崇敬. 钨——资源冶金性质和应用[M]. 北京:冶金工业出版社, 1983.
- [6] Kulkarni A D, Cleary J G, Corp W E. Processing of ammonium paratungstate from tungsten ores: US4115513[P]. 1978-09-19.
- [7] 莫似浩. 钨冶炼的原理和工艺[M]. 北京:轻工业出版社, 1984.
- [8] 赵中伟. 新形势下钨提取冶金面临的挑战与发展[J]. 矿产保护与利用, 2017(1):98-102.
- [9] 彭少方. 钨冶金学[M]. 北京:冶金工业出版社, 1981.
- [10] 李洪桂. 稀有金属冶金学[M]. 北京:冶金工业出版社, 1990.
- [11] 孙培梅,李运姣,李洪桂,等. 白钨矿碱分解过程的热力学[J]. 中国有色金属学报, 1993,3(2):37-39.
- [12] 曾之琪,肖连生,张贵清. 碱性钨萃余液返回高压浸出的试验研究[J]. 稀有金属与硬质合金, 2013,41(6):1-6.
- [13] 方 奇. 苛性钠压煮法分解白钨矿[J]. 中国钨业, 2001,16(5-6):80-81.

- [14] 李洪桂. 适应钨资源形势的变化开拓钨冶金的新工艺[J]. 中国钨业, 1999,14(5-6):136-139.
- [15] 李洪桂,刘茂盛,戴朝嘉,等. 钨矿物原料碱分解的新工艺研究[J]. 稀有金属与硬质合金, 1987(增刊1):3-9.
- [16] 丁治英,赵中伟. 氟盐溶液浸出白钨矿的热力学分析[J]. 稀有金属与硬质合金, 2004,32(1):8-10.
- [17] 赵中伟,孙丰龙,杨金洪,等. 我国钨资源、技术和产业发展现状与展望[J]. 中国有色金属学报, 2019,29(9):1902-1916.
- [18] 李小斌,崔源发,周秋生,等. 一种钨矿物原料的预处理方法: CN201410527644.6[P]. 2016-07-13.
- [19] 李小斌,崔源发,周秋生,等. 由钨矿物原料零废水排放制备 APT 的方法: CN201410528246.6[P]. 2016-09-07.
- [20] Carvalho R A G D, Cruz M C, Gonçalves M C, et al. Bioleaching of tungsten ores[J]. Hydrometallurgy, 1990,24:263-267.
- [21] Sebahattin Gürmen, Servet Timur, Cüneyt Arslan, et al. Production of pure tungsten oxide from scheelite concentrates[J]. Scandinavian Journal of Metallurgy, 2002,31:221-228.
- [22] KE J J, YUE L D, LIU W D. Kinetic of dissolution of synthetic scheelite by an alkaline EDTA leach solution[J]. Hydrometallurgy, 1986,16:325-334.
- [23] 徐略渭,何秉轩,徐国钻,等.  $WO_3$ - $CaSO_4$  在  $HCl$ - $Na_2SO_4$  溶液中的平衡溶解[J]. 工程科学学报, 2023,45(6):883-889.
- [24] 钱景贤,薛饶伯 节译. 钨冶金学[M]. 北京:中国工业出版社, 1964.

引用本文: 李 军,张秋江. 白钨矿分解工艺技术评价与发展方向展望[J]. 矿冶工程, 2023,43(6):123-127.

(上接第 118 页)

- [4] 景元涛. 铜冶炼烟尘浸出液处理新工艺探究[J]. 世界有色金属, 2022(23):1-3.
- [5] 赵思佳. 有色冶金工业含砷烟尘灰处理及利用研究进展[J]. 河南有色金属, 2012,28(3):20-24.
- [6] 蒋清元,周剑飞,杨 文. 铜吹炼白烟尘处理的研究及应用进展[J]. 湖南有色金属, 2019,35(4):33-35.
- [7] 吴艳新,曾 洪,解澄涛,等. 砷冰铜氧压酸浸选择性分离铜砷锑[J]. 矿冶工程, 2023,43(3):128-132.
- [8] 王子彪,何贵香,占焕武,等. 高铜铅冰铜氧压浸出[J]. 矿冶工程, 2022,42(6):122-126.

- [9] 周安梁. 白烟尘浸出液铜砷回收试验研究[J]. 中国资源综合利用, 2019,37(12):13-16.
- [10] 田 静,赵亚峰,马喜功,等. 金铜冶炼高砷烟尘酸浸液铜砷分离回收工艺研究[J]. 中国有色冶金, 2018,47(3):33-34.
- [11] 王 磊. 铜冶炼电收尘灰浸出液与硫化砷渣综合处理工艺研究[J]. 硫酸工业, 2020(1):36-40.

引用本文: 马云聪,许 俊,余宗华,等. 铜冶炼电收尘酸浸液硫化砷渣沉铜行为研究[J]. 矿冶工程, 2023,43(6):116-118.

(上接第 122 页)

- [2] 王其洪,邵剑华,林银河,等. 微型流化床内 CO 还原铁矿粉动力学试验[J]. 钢铁研究学报, 2012,24(4):6-9.
- [3] 延 黎,黄武胜,吴世超,等. 某高磷鲕状铁矿石气基直接还原-磁选提铁降磷研究[J]. 矿冶工程, 2021,41(1):72-75.
- [4] 高恩霞,钟国万,蒋 曼,等. 硫酸渣与高炉灰共还原-磁选回收铁试验研究[J]. 矿冶工程, 2022,42(4):95-99.
- [5] 徐其言,李志平,谷张涵,等. 巴西铁矿粉流态化还原条件优化研究[J]. 钢铁钒钛, 2020,41(3):99-104.
- [6] Spreitzer D, Schenk J. Fluidization behavior and reducibility of iron ore fines during hydrogen-induced fluidized bed reduction[J]. Particulate, 2020,52:36-46.

- [7] 刘明磊. 正交试验设计中的方差分析[D]. 沈阳:东北林业大学, 2011.
- [8] 练 强,张 杰. 锰渣硫酸浸出正交实验探究[J]. 矿冶工程, 2020,40(2):108-110.
- [9] 林银河,郭占成,唐惠庆. 微型流化床中气氛对还原度的影响[J]. 钢铁研究学报, 2014,26(4):18-23.
- [10] 李 丽. 多因素多水平复杂正交试验的方差分析[J]. 延安大学学报(自然科学版), 2018,37(3):27-31.

引用本文: 朱国民,丁 敬,黄金玉,等. 基于交互正交试验的铁矿粉流态化还原影响因素研究[J]. 矿冶工程, 2023,43(6):119-122.