基于响应曲面法的苛化淀粉制备优化与浮选脱硅性能研究*

王帅[1,2]，马婷婷[1,2]，周兰[1,2]，宋宝旭[1,2]，李鹏[3]

（1.辽宁科技大学 矿业工程学院， 辽宁 鞍山市 114051；
2.辽宁科技大学 智慧矿山研究院， 辽宁 鞍山市 114051；
3.鞍钢股份有限公司能源动力总厂发电分厂， 辽宁 鞍山市 114021）

摘要：为提高铁矿反浮选脱硅过程中苛化淀粉的抑制性能及铁精矿回收率，采用响应曲面法中的Box-Behnken设计，系统研究了苛化时间、苛化温度和苛化比三因素及其交互作用对铁精矿回收率的影响。结果表明，苛化温度对回收率影响最显著，影响显著性排序为：苛化温度＞苛化时间＞苛化比，其中，苛化温度与苛化比的交互作用也具有明显影响。经优化得到的最佳制备条件为：苛化温度95 ℃、苛化时间80 min、苛化比0.07。在此条件下，铁精矿回收率为63.65%，较初始条件下的铁精矿回收率提高1.3%。红外光谱分析结果表明，制备条件优化后，苛化淀粉的O—H、C═O、C—OH和C—O—C特征峰强度显著增强，说明分子内氢键网络更加稳定，结构更为有序，抑制性能显著增强。验证了响应曲面法在浮选药剂优化中的有效性与可靠性，为苛化淀粉的工业化应用提供了理论基础和技术支持。

关键词：苛化淀粉；响应曲面法；铁矿反浮选；工艺优化

中图分类号：TD951；TD923　　**文献标识码**：A　　**文章编号**：1005-2763(2026)01-0281-09

Study on Preparation Optimization and Flotation Desilication Performance of Causticized Starch Based on Response Surface Methodology

WANG Shuai[1,2], *MA Tingting*[1,2], *ZHOU Lan*[1,2], *SONG Baoxu*[1,2], *LI Peng*[3]

(1.School of Mining Engineering, University of Science and Technology Liaoning, Anshan, Liaoning 114051, China;
2.Institute of Smart Mining, University of Science and Technology Liaoning, Anshan, Liaoning 114051, China;
3.Power Generation Branch of the Energy and Power Plant, Ansteel Group Corporation, Anshan, Liaoning 114021, China)

Abstract: To improve the inhibition performance of causticized starch and the recovery rate of iron concentrate in the process of reverse flotation desilication of iron ore, the Box-Behnken design of response surface methodology was adopted to systematically investigate the effects of three factors of causticizing time, causticizing temperature and causticizing ratio, as well as their interaction on the recovery rate of iron concentrate. The results show that causticizing temperature exerts the most significant impact on the recovery rate, with the order of significance of influence being: causticizing temperature ＞causticizing time ＞causticizing ratio. Among them, the interaction between causticizing temperature and causticizing ratio also has a significant effect. The optimal preparation conditions obtained through optimization are as follows: causticizing temperature of 95 ℃, causticizing time of 80 min, and causticizing ratio of 0.07. Under these conditions, the recovery rate of iron concentrate reaches 63.65%, which is 1.3% higher than that under the initial conditions. Infrared spectroscopy analysis results show that after optimization of preparation conditions, the intensity of O—H, C═O, C—OH and C—O—C characteristic peaks of causticized starch is significantly enhanced, indicating that the intramolecular hydrogen bond network is more stable, the structure is more orderly, and the inhibition performance is significantly improved. The research results verify the effectiveness and reliability of the response surface methodology in the optimization of flotation reagents, and provide a theoretical basis and technical support for the industrial application of causticized starch.

Key words: Causticized starch, Response surface methodology, Reverse flotation of iron ore, Process optimization

---

* **收稿日期**：2025-01-26
基金项目：2023年度辽宁省教育厅高校基本科研项目(JYTQN2023236)；辽宁省教育厅面上项目(LJKMZ20220650)
作者简介：王帅(2000—)，男，山东济宁人，硕士研究生，主要从事有色金属选矿技术研究。E-mail：abelard_wang@163.com
通信作者：马婷婷(1988—)，女，辽宁葫芦岛人，博士，实验师，主要从事矿物资源分选及矿石传感器方面的研究。E-mail：475709233@qq.com

0 引言

铁矿石是全球最重要的工业矿产资源之一,也是我国重要的战略性矿产资源[1]。然而,我国铁矿石“贫、细、杂、难”的特点给铁矿分选技术提出了更高要求[2]。鞍山铁矿是典型的低品位赤铁矿,对这类铁矿石普遍采用反浮选脱硅工艺,通过抑制有价矿物铁来实现铁矿物的富集[3-4]。淀粉作为一种绿色、无毒、来源广泛的有机抑制剂,因其对铁矿具有优异的选择性吸附性能而被广泛应用[5-7]。

淀粉的抑制作用主要依赖于分子结构中的极性基团,通过氢键和化学吸附在赤铁矿表面发生选择性吸附,使其表面亲水而达到抑制效果[8-10]。天然淀粉产量大,工业化程度高,在实际生产中采用了多种处理方式来提高淀粉的抑制性能,主要处理方式有:化学变性、酶法变性、物理变性及复合变性。其中,通过化学变性得到的苛化淀粉作为抑制剂在赤铁矿反浮选中应用广泛[11-12]。苛化淀粉是指在碱性环境条件下,通过高温蒸煮将普通淀粉的末端醛基破坏,生成一些有机酸[13-15],同时使淀粉分子发生较大的水合及膨胀,一定程度上破坏分子间的羟基缔合,暴露出更多的羟基基团,这些基团可能会进一步氧化,从而提升淀粉的抑制性能[16-18]。在苛化过程中,苛化温度、苛化比、苛化时间等因素对淀粉性能具有重要影响。通过优化这些条件,可调整淀粉的分子结构,增强其吸附选择性能,减少对铁矿物的干扰,进而提高铁矿回收率[19]。

响应曲面法(Response Surface Methodology,RSM)是一种集试验设计、模型建立与优化分析于一体的多因素统计方法,具有高效性和可靠性[20],其优势在于能够全面评估多个变量的主效应与交互作用,并在最少试验次数的情况下确定最佳工艺条件[21-22]。与传统优化方法相比,响应曲面法在提高试验效率、降低成本方面更具优势。近年来,响应曲面法在浮选药剂优化中的应用逐渐增多,如捕收剂、起泡剂和抑制剂等的制备与应用性能优化等[23-24]。

本研究采用响应曲面法,基于 Box-Behnken 试验设计,分析了苛化时间、苛化温度和苛化比三个因素及其交互作用对苛化淀粉抑制性能的影响,进而优化苛化淀粉的制备工艺条件,以提升其抑制性能和铁精矿回收率。研究验证了响应曲面法在浮选药剂优化中的有效性,为苛化淀粉的工业化应用及其他药剂的制备优化提供了理论依据与实践参考。

1 试验方案设计与试验方法

1.1 试验样品

试验矿样取自鞍山某铁选矿厂,经混匀、缩分、取样后进行化学多元素分析,分析结果见表 1。

表 1 试样的主要化学成分

Table 1 Main chemical components of the sample %

TFe	SiO_2	CaO	MgO	Al_2O_3
52.51	20.19	4.32	3.97	1.74

由表 1 可知,原矿 TFe 品位为 52.51%,主要脉石成分为 SiO_2,含量为 20.19%;其他脉石成分 CaO、MgO、Al_2O_3 的含量分别为 4.32%、3.97%、1.74%。由此可见,铁是主要的有价矿物,脉石以含硅矿物为主,有少量钙、镁、铝等脉石成分,属于典型的鞍山式赤铁矿。

对浮选给矿进行了粒度组成测定,测定结果见表 2。

表 2 试验粒度组成测定结果

Table 2 Test results of particle size composition

粒径/mm	产率/%	Fe 品位/%	Fe 矿物占有率/%
+0.074	0.79	21.97	0.33
−0.074～+0.043	12.71	22.53	5.45
−0.043～+0.02	72.73	59.46	82.37
−0.02～+0.01	10.07	46.92	9.00
−0.01	3.70	40.44	2.85
合计	100.00	52.50	100.00

由表 2 可知,浮选给矿中−0.043～+0.020 mm 粒级的产率为 72.73%,此粒级的铁矿物占有率为 82.37%。整体粒度属微细粒级分布,虽然选别难度较大,但仍在反浮选适宜处理的粒度范围内。该矿样脉石矿物含量较高,而主要有价矿物铁的粒度分布较细,对抑制剂在扩大浮选差异性效果方面提出了更高要求。

1.2 试验方案设计

为优化苛化工艺条件对回收率的影响,本研究采用响应曲面法中的 Box-Behnken 设计方法设计试验方案。以苛化时间(A)、苛化温度(B)和苛化比(C)为试验因素,每个因素设定 3 个水平(−1,0,

1),分别对应苛化时间 40,60,80 min,苛化温度 60,80,100 ℃,苛化比0.02,0.05,0.08,以铁精矿回收率(%)为响应变量,通过设计 15 组试验点(包括边界点和中心点)评估各因素及其交互作用对回收率的显著性影响。通过对试验数据进行拟合,得到二次多项式回归模型,并结合方差分析评估模型的有效性和因素显著性。利用等高线图和响应曲面进一步分析各因素对回收率的单一效应及交互效应,最终确定优化的苛化工艺条件。本研究的试验设计与数据分析均通过 Design-Expert 13.0 软件完成。

1.3 小型浮选试验

将定量矿样放入锥形球磨机,经一定时间的磨矿后,移入 XFD 型浮选机中,控制搅拌速度、矿浆浓度、充气量,按顺序依次加入 pH 调整剂(NaOH)、抑制剂(苛化淀粉)、活化剂(CaO)及捕收剂(KDB-5)。最后,对泡沫产品和槽内产品分别进行过滤、烘干、称重和化验,以计算回收率。小型浮选试验流程如图 1 所示。

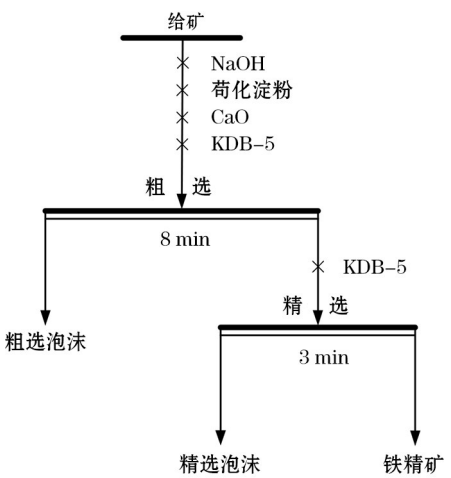


图 1 小型浮选试验流程

Fig.1 Process of small-scale flotation test

2 试验结果与讨论

2.1 模型分析

2.1.1 响应曲面模型的建立

基于浮选试验数据,利用等高线图和响应曲面深入剖析各因素对回收率的单一效应及交互效应,从而深入探究苛化淀粉制备条件对铁矿反浮选回收率的影响,以精准确定最优的苛化工艺条件。相关的因子编码及水平见表 3,试验条件及试验结果见表 4。

表 3 药剂制备条件设计因素及水平

Table 3 Design factors and levels of reagent preparation conditions

水平	苛化时间 A/min	苛化温度 B/℃	苛化比 C
−1	40	60	0.02
0	60	80	0.05
1	80	100	0.08

表 4 Box-Behnken 试验设计及结果

Table 4 Box-Behnken test design and results

编号	苛化时间/min	苛化温度/℃	苛化比	回收率/%
1	40	60	0.05	53.21
2	80	60	0.05	54.21
3	40	100	0.05	58.01
4	80	100	0.05	62.30
5	40	80	0.02	56.31
6	80	80	0.02	57.32
7	40	80	0.08	57.49
8	80	80	0.08	61.42
9	60	60	0.02	54.13
10	60	100	0.02	57.12
11	60	60	0.08	53.46
12	60	100	0.08	61.71
13	60	80	0.05	62.83
14	60	80	0.05	62.61
15	60	80	0.05	62.34

2.1.2 回归方程方差分析

为评估苛化时间、苛化温度和苛化比及其交互作用对回收率的影响,利用 Design-Expert 13.0 软件对试验数据进行了二次多项式回归拟合,并通过方差分析对模型的显著性及各因素的影响进行统计分析,结果见表 5。

回归模型的 F 值为 143.41,P 值<0.000 1,表明所建立的二次回归模型在统计上高度显著,能够较好地描述试验数据的变化趋势。主效应因子苛化时间(A)、苛化温度(B)和苛化比(C)的 F 值分别为 92.48,514.51 和 74.79,对应的 P 值分别为 0.000 2,<0.000 1 和 0.000 3,均显著小于 0.05,说明三者对回收率均具有显著影响。其中,苛化温度(B)的影响最为显著,表明苛化温度是调控苛化效果的关键因素,其次是苛化时间(A),苛化比(C)的影响最小。

此外,交互效应 AB、AC 和 BC 的 P 值分别为 0.007 2,0.011 6 和 0.000 9,显著性达到统计要求(P<0.05),表明苛化时间与苛化温度(AB)、苛化

时间与苛化比(AC)、苛化温度与苛化比(BC)之间的交互作用对回收率具有重要影响。二次项 A^2、B^2 和 C^2 的 P 值≤0.000 1,表明苛化时间、苛化温度及苛化比的二次效应对回收率的贡献显著,进一步说明响应变量随这些因素的变化具有显著的非线性特征。

表 5 回归模型方差分析结果

Table 5 Variance analysis results of regression model

项目	平方和	自由度	均值	F 值	P 值	显著性
模型	182.58	9	20.29	143.41	<0.000 1	显著
A	13.08	1	13.08	92.48	0.000 2	
B	72.78	1	72.78	514.51	<0.000 1	
C	10.58	1	10.58	74.79	0.000 3	
AB	2.71	1	2.71	19.13	0.007 2	
AC	2.13	1	2.13	15.07	0.011 6	
BC	6.92	1	6.92	48.9	0.000 9	
A^2	15.75	1	15.75	111.35	0.000 1	
B^2	47.73	1	47.73	337.42	<0.000 1	
C^2	21.14	1	21.14	149.46	<0.000 1	
残差	0.707 3	5	0.141 5	—	—	
失拟项	0.586 8	3	0.195 6	3.25	0.244 3	不显著
误差	0.120 5	2	0.060 2	—	—	

利用 Design-Expert 13.0 软件对试验数据进行二次项多项回归拟合,得到以铁精矿回收率为响应值的二次多项式回归方程如下:

$$F_{回收率}=33+1.278\ 75A+3.016\ 25B+1.15C+0.822\ 5AB+0.73AC+1.315BC-2.065\ 42A^2-3.595\ 42B^2-2.392\ 92C^2$$

由回归方程特征值分析可得:原始相关系数为 0.996 1,说明模型拟合程度良好,具有很高的解释水平;调整后的相关系数、预测相关系数分别为 0.989 2, 0.947 3,两数值接近且均接近 1,说明回归模型拟合较好;变异系数用于评估试验的可靠性,其值越低则表示可靠性越高,本次试验的变异系数为 0.65%,说明该模型仅有 0.65%的概率发生变异;信噪比通常以大于 4 为理想值,本试验得到的二次模型信噪比为 29.859 4,说明模型精度较高。

2.1.3 模型可信度分析

图 2 展示了回收率预测值与试验值的响应关系,用于评估回归模型的预测精度与拟合效果。由图 2 可以看出,试验值与预测值的分布点均匀地分布在对角线附近,且无显著离群值,表明模型的拟合精度较高,预测误差较小,能够较好地反映实际试验数据的变化趋势。

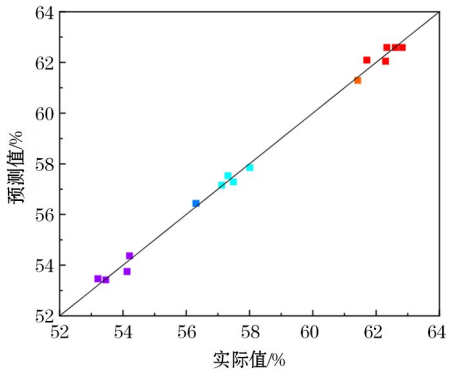


图 2 预测值与试验值的对比

Fig.2 Comparison between predicted values and test values

图 3 展示了外部学生化残差与正态概率之间的分布关系,用于验证回归模型残差是否符合正态分布假设。外部学生化残差是一种标准化残差,可有效检测模型拟合的异常点和离群值。从图 3 中可以观察到,大部分残差点分布在参考正态分布线(红色虚线,见电子档颜色标识)附近,且位于置信区间(两条黑色虚线)内,表明模型的残差基本符合正态分布假设。这进一步验证了模型的适配性,说明试验设计变量对响应变量的影响能够被准确地描述。

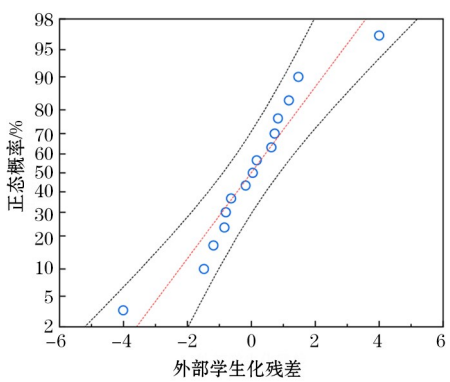


图 3 外部学生化残差

Fig.3 Externally studentized residuals

此外,残差点的分布未表现出明显的系统性偏差或趋势,验证了回归模型中无显著的异方差性问题。图中的残差点均匀分布且无极端离群点,表明模型具有较强的稳定性和预测能力。图 3 的分析结果进一步支持了模型的有效性,表明在研究参数范围内,所建立的回归模型对回收率的预测具有较高的可信度。

图 4 展示了外部学生化残差与铁精矿回收率预测值之间的关系,用于评估模型的拟合质量与预测

可靠性。从图 4 中可以看出,残差分布随机且无明显趋势,各点均匀分布于预测值范围内,未呈现系统性偏差(如线性趋势或弧形模式),表明模型能够较好地捕捉目标变量的变化规律,拟合质量较高。同时,所有数据点均在临界值范围内,未发现显著异常点或高杠杆点,进一步说明模型对试验数据的拟合较为可靠。此外,残差的分布未随预测值的变化表现出异质性,表明模型在不同预测值范围内的误差一致,具有较好的稳健性。

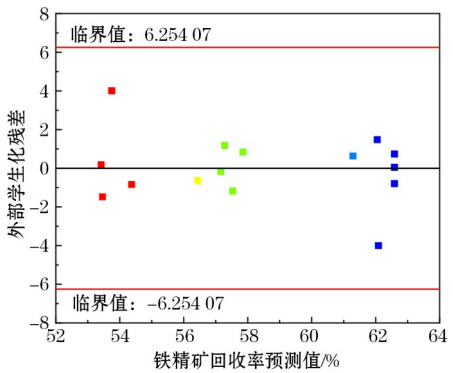


图 4 残差与预测值分析

Fig.4 Analysis of residuals and predicted values

2.2 影响因素及其交互作用的分析

本研究基于前文建立的二次回归模型,并结合方差分析结果,采用响应曲面法中的 Box-Behnken 设计方法,以苛化时间、苛化温度和苛化比为变量,铁精矿回收率为响应值,评估了各因素的主效应和交互效应。通过 Design-Expert 13.0 软件分析,并绘制了三维响应曲面和等高线图,揭示了淀粉苛化条件对浮选性能的影响,如图 5 所示。

从图 5 可以看出,苛化时间和苛化温度的变化对回收率有显著影响。苛化温度的显著性在方差分析中表现为最高($F=514.51$,$P<0.000\ 1$),表明温度是影响回收率的关键因素。当温度从 60 ℃升至 90 ℃时,回收率从 53.21%显著提高至 62.83%,增幅达 9.62 个百分点。这是因为高温有助于破坏淀粉分子内的氢键,促进分子链断裂,从而增强淀粉对脉石矿物的选择性吸附。

苛化时间的单独效应也较为显著($F=92.48$,$P=0.000\ 2$),其延长可使回收率显著提高。当苛化时间由 40 min 延长至 80 min 时,回收率也有显著提升,这种趋势反映出较长的反应时间有助于淀粉分子与苛化溶液的充分反应,增强其稳定性和抑制性能。

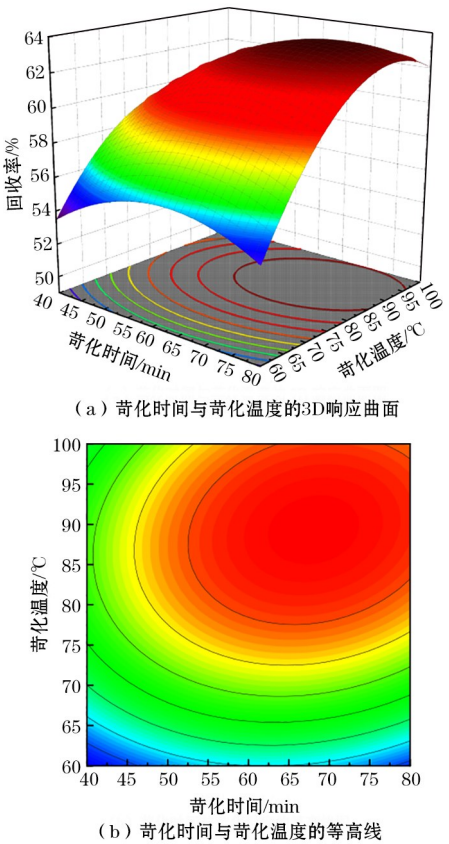


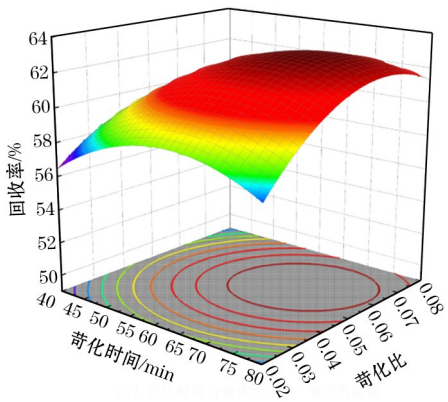
图 5 苛化时间与苛化温度对铁矿反浮选回收率的影响

Fig.5 Effect of causticizing time and causticizing temperature on recovery rate of iron ore by reverse flotation

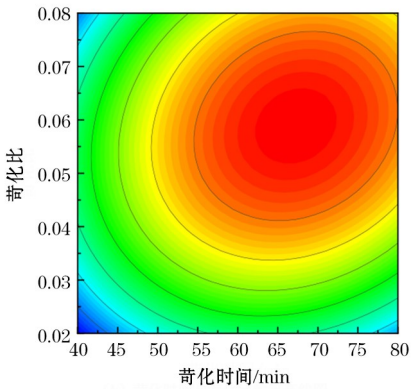
苛化温度与苛化时间均处于较高水平时,回收率达到最大值(62.83%)。然而,苛化温度超过 95 ℃或苛化时间超过 80 min 后,回收率增幅趋于平缓甚至略有下降,可能是由于淀粉过度降解或反应趋于饱和。

图 6 展示了苛化时间与苛化比的交互作用。苛化比对回收率的影响表现为非线性($F=74.79$,$P=0.000\ 3$)。当苛化比从 0.02 增加到 0.05 时,回收率逐渐升高,并在 0.05 附近达到峰值(63.42%)。这是因为苛化比较低时,淀粉反应不完全,抑制能力不足;而较高的苛化比可能导致淀粉分子过度交联或降解,从而降低其吸附选择性能。

延长苛化时间可以在较低的苛化条件下进一步提升回收率,有助于改善反应的完全性。当苛化时间处于较高水平且苛化比适中时,淀粉分子的抑制性能最为显著,两者协同作用可有效提高了回收率。然而,在苛化比过高时,延长苛化时间对回收率的提升作用并不显著。



(a) 苛化时间与苛化比的3D响应曲面

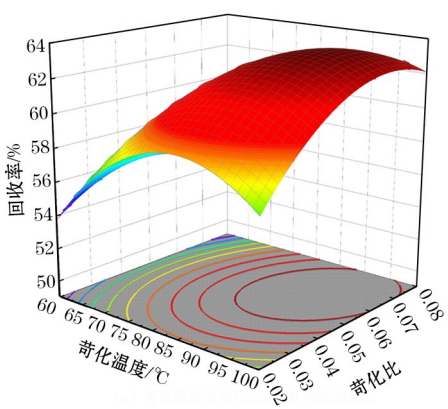


(b) 苛化时间与苛化比的等高线

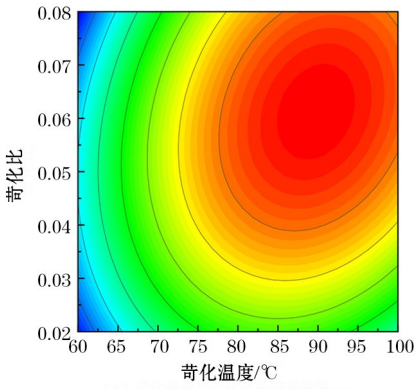
图 6 苛化时间与苛化比对铁矿反浮选回收率的影响

Fig.6 Effect of causticizing time and causticizing ratio on recovery rate of iron ore by reverse flotation

苛化温度与苛化比的交互作用对回收率的影响最为显著($F=48.90$,$P=0.000\ 9$),如图 7 所示。当苛化比固定在 0.05 左右时,回收率随着苛化温度的升高呈现显著的线性增长。在 80～95 ℃的范围内,回收率达到最高值(63.80%)。适当的温度不仅促进了淀粉分子链的断裂,还提高了其在浮选体系中的稳定性和吸附选择性。



(a) 苛化温度与苛化比的3D响应曲面



(b) 苛化温度与苛化比的等高线

图 7 苛化温度与苛化比对铁矿反浮选回收率的影响

Fig.7 Effect of causticizing temperature and causticizing ratio on recovery rate of iron ore by reverse flotation

然而,当苛化比超过 0.07 时,温度升高对回收率的提升作用显著减弱,可能是因为过度苛化引起的淀粉分子降解或交联削弱了其吸附性能。这进一步凸显了苛化比与苛化温度间的复杂关系,因此需要保持两者在合理的范围内,以实现最佳效果。

3 优化试验

3.1 小型浮选试验对比

经过上述分析,通过 Design-Expert 13.0 软件对苛化条件进行了优化,优化前后的苛化条件见表 6,并依据优化后的制备条件开展小型浮选试验,试验结果见表 7。

表 6 优化前后的苛化淀粉制备条件

Table 6 Preparation conditions of causticized starch before and after optimization

项目	苛化时间/min	苛化温度/℃	苛化比	回收率/%
优化前	60	80	0.05	62.83
优化后	80	95	0.07	63.50

表 7 小型浮选试验结果

Table 7 Results of small-scale flotation test

项目	产品名称	产率/%	Fe 品位/%	Fe 回收率/%
苛化条件优化前	粗选泡沫	44.52	34.50	29.20
	精选泡沫	6.97	60.12	7.97
	铁精矿	48.51	68.12	62.83
	给矿	100.00	52.59	100.00
苛化条件优化后	粗选泡沫	44.11	33.50	28.11
	精选泡沫	7.23	59.85	8.23
	铁精矿	48.66	68.76	63.65
	给矿	100.00	52.56	100.00

从表 7 中可以看出,在优化后的苛化淀粉制备

条件下,铁精矿品位从68.12%提升至68.76%,回收率从62.83%提高至63.65%。优化条件下制备的苛化淀粉表现出更强的抑制性能,使得脉石矿物与铁矿物的分离更加彻底。研究结果表明,通过响应曲面优化苛化淀粉的制备条件,可显著提高苛化淀粉的性能,从而改善选矿工艺指标,为工业化应用提供了更加科学有效的指导依据。

3.2 闭路试验

为了进一步验证优化苛化淀粉制备条件对浮选效果的影响,进行了闭路浮选试验。试验采用"一粗三扫一精"的浮选流程,闭路试验流程见图8,试验结果见表8。

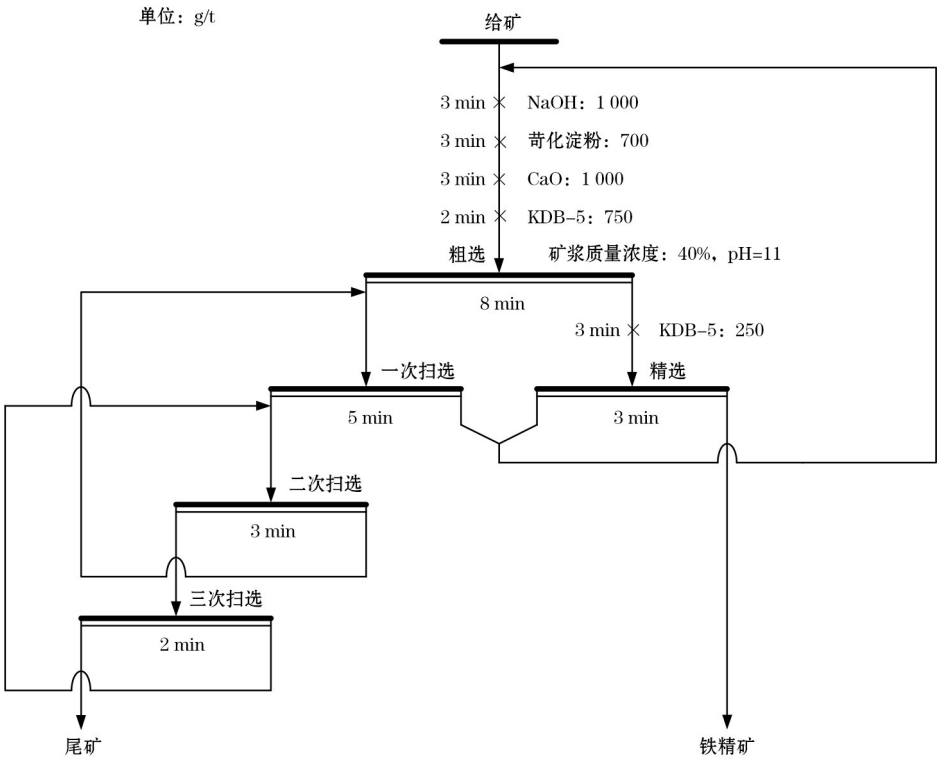


图8 闭路试验流程

Fig.8 Process of closed-circuit test

表8 闭路试验结果

Table 8 Results of closed-circuit test

产品名称	产率/%	Fe品位/%	Fe回收率/%
铁精矿	69.02	66.75	87.71
尾矿	30.98	20.83	12.29
给矿	100.00	52.52	100.00

由表8可知,采用制备条件优化后的苛化淀粉作为抑制剂,在给矿品位为52.52%时,闭路浮选试验获得了铁品位为66.75%、回收率为87.71%的良好指标。

4 机理分析

图9为制备条件优化前后所制备的苛化淀粉的红外光谱对比图。优化前,在3 421.50 cm^{-1}处观察到明显的O—H伸缩振动特征峰,表明淀粉分子间和分子内存在较强的氢键网络结构;优化后,该特征峰位置发生轻微红移至3 415.71 cm^{-1},同时峰值强度显著增强且峰宽加大。这一变化表明,优化后的苛化条件进一步强化了分子间和分子内的氢键作用,同时可能提高了淀粉分子链的灵活性,使得羟基相关的振动模式更加活跃。在2 096.49 cm^{-1}的弱峰,优化后蓝移至2 100.35 cm^{-1},且峰强显著增强,说明优化条件增强了分子内部某些特征键的振动活跃性,反映了淀粉分子整体振动环境的显著变化。在1 641.32 cm^{-1}和1 639.39 cm^{-1}附近的C═O伸缩振动特征峰,优化后强度显著增强,峰位略微向低频移动,表明优化后的苛化条件可能进一步激发了分子中羧基的振动活性,反映了在优化条件下淀粉分子振动特性和化学环境的变化。在1 024.14 cm^{-1}处,原有的C—O—C伸缩振动峰强度显著增强,苛化过程可能促进了分子链的部分重排或交联,使分子链之间的相互作用增强,提高了醚键的稳定性和化学环境的有序性,进一步增强了分子结构

的稳定性。在 1 153.36 cm^{-1}和 1 080.07 cm^{-1}附近分别对应 C—O—C 和 C—OH 基团的特征吸收峰，优化后峰强显著增强，表明优化条件可能改善了淀粉分子链的微观排列，增强了这些基团的振动模式。这种变化可能源于分子链在苛化过程中发生了微观重排，从而进一步提升了淀粉分子结构的有序性和稳定性。此外，在低频区，优化前分别在 707.83 cm^{-1}和 667.33 cm^{-1}处观察到特征振动峰，这些峰在优化后分别发生轻微红移至 705.90 cm^{-1}和 663.47 cm^{-1}，同时峰强度也有所增强。这表明苛化条件优化可能引起了淀粉分子链中较低频振动模式的变化，与分子链的部分重组和局部环境的调整有关。

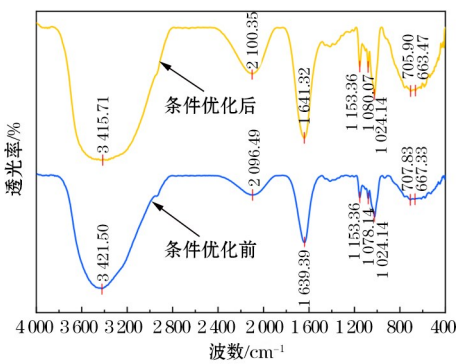


图 9 制备条件优化前后的苛化淀粉红外光谱

Fig.9 Infrared spectra of causticized starch before and after optimization of preparation conditions

综上所述，苛化淀粉在制备优化后虽未产生新的化学基团，但优化的制备条件显著增强了淀粉分子中各特征基团的振动响应，主要表现为特征峰强度的提升、峰宽的变化及部分峰位的轻微移动。这些变化表明优化后的苛化条件有效改善了淀粉分子的内部结构和链段分布，为其在浮选工艺中的高效应用提供了更加有力的分子结构基础支持。

5 结论

(1) 基于 Box-Behnken 试验设计，采用响应曲面法分析了苛化时间、苛化温度和苛化比及其交互作用对铁精矿回收率的影响。结果表明，各因素对回收率的影响显著性由大到小依次为：苛化温度、苛化时间、苛化比、苛化温度与苛化比的交互作用、苛化时间与苛化比的交互作用、苛化时间与苛化温度的交互作用。其中，苛化温度是影响铁精矿回收率的最主要因素，而苛化温度与苛化比的交互作用对浮选性能的提升也具有重要影响。

(2) 利用 Design-Expert 13.0 软件对试验数据进行分析，确定最佳苛化条件为：苛化温度 95 ℃，苛化时间 80 min，苛化比 0.07。在此条件下，铁精矿回收率达到 63.65%，较试验初始条件下的回收率(62.83%)提高了 1.3%。同时，优化模型的预测值与验证试验结果的误差均小于 2%，表明响应曲面模型具有较高的预测精度和可靠性。

(3) 红外光谱分析结果显示，制备条件优化后，苛化淀粉的 O—H、C═O、C—OH 和 C—O—C 等特征吸收峰强度均显著增强，说明优化的制备条件改善了淀粉分子内氢键网络的稳定性和分子结构的有序性，增强了苛化淀粉的抑制性能。这为其在铁矿反浮选脱硅工艺中的应用提供了分子层面的支持。

(4) 相比于传统试验设计方法，响应曲面法不仅能够系统考虑多因素间的复杂交互作用，还显著提高了优化效率，进一步验证了该方法在浮选药剂制备和参数优化中的实用性和高效性。本研究为苛化淀粉制备工艺的进一步优化及其药剂性能的提升提供了理论支持和技术参考。

参考文献(References)：

[1] 房启家.某鞍山式贫磁铁矿高效选矿工艺研究[D].淄博：山东理工大学，2024.
FANG Qijia. Study on high efficiency beneficiation process of an Anshan-type poor magnetite[D]. Zibo: Shandong University of Technology, 2024.

[2] 朱一民，葛婧，刘杰，等.鞍千磁赤铁矿石磁选-反浮选工艺优化研究[J].矿产保护与利用，2023，43(3)：82-88.
ZHU Yimin, Ge Jing, LIU Jie, et al. Optimization study of magnetic separation-reverse flotation process for magnetic hematite ore in Anqian[J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources, 2023, 43(3): 82-88.

[3] 姜永良.齐大山选矿厂低温反浮选捕收剂的研制与应用[D].鞍山：辽宁科技大学，2022.
JIANG Yongliang. Development and application of collector for low temperature reverse flotation in Qidashan mill[D]. Anshan: University of Science and Technology Liaoning, 2022.

[4] 依爽，郑业超，赵通林，等.基于新型耐低温捕收剂的铁矿反浮选脱硅试验研究[J].矿业研究与开发，2024，44(8)：242-247.
YI Shuang, ZHENG Yechao, ZHAO Tonglin, et al. Experimental study on reverse flotation desiliconization of iron ore based on new low-temperature resistant collector[J]. Mining Research and Development, 2024, 44(8): 242-247.

[5] 徐艳玲.赤铁矿反浮选中淀粉抑制剂的分子结构效应及作用机理[D].武汉：武汉理工大学，2024.
XU Yanling. Molecular structure effect and applied mechanism of depressant starch in the reverse flotation of hematite [D]. Wuhan: Wuhan University of Technology, 2024.

[6] 伍喜庆,王志熙,岳涛.铁离子淀粉配合物在某铁矿石反浮选中的抑制行为及机理[J].金属矿山,2017(11):70-74.
WU Xiqing, WANG Zhixi, YUE Tao. Study on depressing effect and mechanism of ferric-starch complex in reverse flotation of an iron mine[J]. Metal Mine,2017(11):70-74.

[7] 王强强,王浩林,王礼平,等.抑制剂淀粉的研发、抑制与应用[J].金属矿山,2017(8):122-126.
WANG Qiangqiang, WANG Haolin, WANG Liping, et al. Research, application and development trend of starch depresent[J]. Metal Mine,2017(8):122-126.

[8] 汪桂杰.几种改性淀粉对赤铁矿的抑制机理及其应用研究[D].长沙:中南大学,2014.
WANG Guijie. Research on mechanism and application of several kinds of modified starch as hematite inhibitor[D]. Changsha: Central South University,2014.

[9] 付心壮.浮选药剂在赤铁矿和石英表面吸附特性量化解析及浮选行为预测[D].长沙:中南大学,2023.
FU Xinzhuang. Quantitative analysis of adsorption characteristics of flotation reagents on hematite and quartz surfaces and prediction of flotation behavior[D]. Changsha: Central South University,2023.

[10] 王若林,韩海生,孙文娟,等.Al-淀粉配合物对白钨矿浮选中微细粒方解石的选择性抑制行为及机理[J].矿产保护与利用,2023,43(5):1-10.
WANG Ruolin, HAN Haisheng, SUN Wenjuan, et al. Selective inhibition behavior and mechanism of Al-starch complex on ultrafine calcite in scheelite flotation [J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources, 2023, 43(5):1-10.

[11] 刘若华.不同淀粉对赤铁矿抑制机理及工艺研究[D].长沙:中南大学,2013.
LIU Ruohua. Research on mechanism and technology of different starches as hematite depressant[D]. Changsha: Central South University,2013.

[12] 汪桂杰,孙伟.几种改性淀粉对赤铁矿和石英抑制效果的研究[J].矿业研究与开发,2013,33(5):35-39.
WANG Guijie, SUN Wei. Study on depression effect of several modified starches on hematite and quartz[J]. Mining Research and Development,2013,33(5):35-39.

[13] TANG M, LIU Q. The acidity of caustic digested starch and its role in starch adsorption on mineral surfaces [J]. International Journal of Mineral Processing,2012,112-113:94-100.

[14] 徐泽平.淀粉的理化改性及其对赤铁矿反浮选的影响研究[D].武汉:武汉科技大学,2023.
XU Zeping. Study on physicochemical modification of starch and its effect on hematite reverse flotation[D]. Wuhan: Wuhan University of Technology,2023.

[15] 田付强,李亚超,曹亦俊,等.淀粉及其衍生物抑制剂在矿物浮选中的应用和作用机理研究进展[J].矿产保护与利用,2022,42(1):82-88.
TIAN Fuqiang, LI Yachao, CAO Yijun, et al. Research progress in application and mechanism of starch and its derivative depressants in mineral flotation[J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources,2022,42(1):82-88.

[16] TANG M, WEN S M, TONG X. Caustic-digested starch and its adsorption on hematite[J]. Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review,2016,37(1):49-57.

[17] WANG R L, SUN W J, HAN H S, et al. Al-caustic starch coordination compounds: a new depressant for fine calcite [J]. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects,2022,648:129268.

[18] 温全宝,滕青,杨志超,等.苛化淀粉对磁铁矿和金云母浮选分离的影响及机理研究[J].矿产保护与利用,2020,40(2):62-69.
WEN Quanbao, TENG Qing, YANG Zhichao, et al. Effect and mechanism of causticized starch on flotation separation of magnetite and phlogopite[J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources,2020,40(2):62-69.

[19] 朱玉霜,朱建光.浮选药剂的化学原理[M].3 版.长沙:中南大学出版社,2020.
ZHU Yushuang, ZHU Jianguang. Chemical principles of flotation reagents[M]. 3rd edition. Changsha: Central South University Press,2020.

[20] 邹存存,侯英,韩呈,等.基于响应曲面法优化球磨机利用系数研究[J].现代矿业,2024,40(9):137-141.
ZHOU Cuncun, HOU Ying, HAN Cheng, et al. Study on optimization of utilization coefficient of ball mill based on response surface method[J]. Modern Mining,2024,40(9):137-141.

[21] 欧乐明,邓颖,符海桃,等.响应曲面法优化某低品位锡石浮选试验研究[J].矿冶工程,2024,44(4):175-180+184.
OU Leming, DENG Ying, FU Haitao, et al. Optimization of low-grade cassiterite flotation by response surface methodology[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2024,44(4):175-180+184.

[22] 赵新苗,孔德浩,李悦鹏,等.矿浆浓度对金矿浮选速率影响的动力学研究[J].贵金属,2022,43(2):51-57+62.
ZHAO Xinmiao, KONG Dehao, LI Yuepeng, et al. Kinetic study on the effect of pulp concentration on gold flotation rate[J]. Precious Metals,2022,43(2):51-57+62.

[23] 成宇龙,史文庆,邢耀文,等.基于响应曲面法的低阶煤浮选药剂条件优化[J].金属矿山,2023(10):119-126.
CHENG Yulong, SHI Wenqing, XING Yaowen, et al. Optimization of flotation reagents condition for low-rank coal by response surface methodology[J]. Metal Mine,2023 (10):119-126.

[24] 杜五星,张建强,马俊伟,等.响应曲面法优化山西某煤下铝土矿浮选提质试验研究[J].有色金属工程,2024,14(1):83-91.
DU Wuxing, ZHANG Jianqiang, MA Junwei, et al. Experimental study on optimization of flotation quality improvement of a Shanxi bauxite under coal by response surface methodology[J]. Nonferrous Metals Engineering, 2024,14(1):83-91.