球团

响应曲面法优化钒钛磁铁矿含碳球团直接还原工艺

杨双平,周江峰,郭拴全,王 苗
(西安建筑科技大学 冶金工程学院,陕西 西安 710055)

摘 要: 在实验室条件下模拟转底炉工艺,进行了钒钛磁铁矿含碳球团直接还原实验。运用基于中心组合设计的响应曲面法对影响钒钛磁铁矿含碳球团金属化率的主要影响因素进行了研究并优化。研究结果表明:焙烧温度对球团金属化率的影响最显著,焙烧时间次之,配碳比(w_C/w_O)影响最小。通过分析实验结果,建立了球团金属化率的二次多项式模型,模型预测的最佳工艺参数为:焙烧温度1 350 ℃,焙烧时间35.14 min,配碳比1.25。在最佳工艺条件下进行验证实验,发现实际金属化率与预测的金属化率具有良好的一致性,相对误差仅为0.87%。

关键词: 钒钛磁铁矿;金属化率;响应曲面法;中心组合设计
中图分类号: TF046.6 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-8764(2016)05-0029-05
doi: 10.13403/j.sjqt.2016.05.060

Optimizing direct reduction process of carbon-containing pellet of V-Ti-bearing magnetite with response surface methodology

Yang Shuangping, Zhou Jiangfeng, Guo Shuanquan, Wang Miao
(*School of Metallurgy Engineering, Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an* 710055, *Shanxi*)

Abstract The direct reduction test of carbon-containing pellet of V-Ti-bearing magnetite was carried out by simulating rotary hearth furnace process under the laboratory condition. The main influencing factors for metallization rate of carbon-containing pellet of V-Ti-bearing magnetite were studied and optimized using the response surface methodology based on central composite design. The study shows that, the influence of roasting temperature on metallization rate of pellet is the most significant, the influence of roasting time is the second, and the influence of carbon proportion(w_C/w_O) is the minimum. Through analysis of the experiment results, a quadratic polynomial model of the metallization rate of pellet was built. The optimal process parameters of model prediction are as follows: the roasting temperature is 1 350 ℃, the roasting time is 35.14 min and the carbon proportion is 1.25. In addition, the verification test was conducted under the optimum process condition, it was found out that the actual metallization rate is in good agreement with the predicted metallization rate, and the relative error is only 0.87%

Key words V-Ti-bearing magnetite; metallization rate; response surface methodology; central composite design

1 前 言

我国拥有丰富的钒钛磁铁矿资源,其所含钒、钛的储量分别占总储量的60%和90%左右,因此,钒钛磁铁矿具有非常重要的战略地位[1]。传统冶炼钒钛磁铁矿普遍采用“高炉-转炉”流程,即高炉冶炼、转炉提钒,其只回收了铁和钒,钛以TiO_2形式进入高炉渣而没有回收利用,造成钛资源的浪费[2]。随着转底炉直接还原技术的出现,为钒钛磁铁矿资源的综合利用提供

收稿日期:2016-08-01
作者简介:杨双平(1967-),男,教授,博士,主要从事炼铁新技术、新工艺的研究。
通讯作者:周江峰(1990-),男,硕士研究生,主要从事炼铁原料及节能环保的研究。

(C)1994-2024 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

了契机。与其他直接还原工艺相比，转底炉直接还原技术的特点在于炉内温度高，矿石还原所需时间短，且炉料与炉底没有相对运动，对炉料的强度要求低，对于实现钒钛磁铁矿的直接还原有工艺和设备上的优势，能够较好的满足钒钛磁铁矿直接还原要求，是目前实现钒钛磁铁矿中铁、钒、钛资源综合利用的理想工艺[3~5]。

钒钛磁铁矿中含有钛磁铁矿、钛铁矿、含硫磁黄铁矿以及脉石等矿物，钒以类质同象赋存于钛磁铁矿中，矿物结构复杂，导致其还原过程比普通矿石更繁杂，需要更高的温度以及更长的还原时间才能达到较高的金属化率[6]。因此，优化钒钛磁铁矿含碳球团金属化工艺的研究，对转底炉利用钒钛磁铁矿具有非常重要的意义。

响应曲面法(response surface methodology，简称RSM)是一种结合了实验设计和数学建模的优化方法，它通过对具有代表性的因素水平点进行实验，对各因素与结果之间的函数关系进行多元二次回归方程拟合，最终通过回归方程进行分析得出最优参数值[7,8]。响应曲面法具有实验周期短、回归方程精度高，并且能够研究各种因素之间的交互作用等优点，已经在土木工程、车辆工程、食品科学、环境工程等众多领域获得广泛的应用[9~12]。响应曲面法在冶金领域也有运用，王震[13]等运用于优化铁水脱硫工艺，杨德香[14]等运用于优化银阳极泥氯化提金工艺，都取得了理想的优化效果。

本文基于响应曲面法，选用中心组合的设计(CCD)，建立响应曲面模型对钒钛磁铁矿含碳球团金属化过程中的焙烧温度、焙烧时间、配碳比(w_C/w_O)等主要影响因素进行了优化并得到最佳数值，为生产提高钒钛磁铁矿含碳球团金属化率提供理论参考。

2 实验原料及方法

2.1 实验原料

实验中使用的原料有钒钛磁铁精矿和煤粉，其主要化学成分分布如表1与表2所示。从表中可以看出，钒钛磁铁矿具有低铁、高FeO、低硅、高钛等特点；煤粉的固定碳含量较高、挥发份和灰分较低。

表1 钒钛磁铁精矿的主要化学成分(%)

TFe	FeO	CaO	MgO	SiO_2	Al_2O_3	TiO_2	V_2O_5
55.78	32.69	1.29	3.26	3.41	2.14	12.37	0.76

表2 煤粉的主要化学成分(%)

固定碳	挥发分	灰分
80.94	8.12	10.94

2.2 实验方法

将实验所用钒钛磁铁精矿粉和煤粉放入恒温干燥箱烘干，然后分别用球磨机研磨至-200目占80%以上，按一定比例将钒钛磁铁精矿粉和煤粉充分混匀，加入2%的钠基膨润土和10%左右的水，在20 MPa的压力、15 r/min的转速下用对辊压球机压制成球团；然后将湿球放入恒温干燥箱烘干；最后将烘干的生球放入坩埚，并置入达到实验温度的高温箱式炉内，经设定的焙烧时间后，取出冷却。实验过程中，球团均处于静止状态，满足实验室模拟转底炉的工艺要求。对直接还原得到的金属化球团进行化学分析，可知金属化球团的全铁含量和金属铁含量，并计算球团的金属化率。球团金属化率的计算式如下：

$$\theta = M_{Fe}/T_{Fe} \times 100\ \% \quad (1)$$

式中，θ为球团的金属化率，%；T_{Fe}为金属化球团的全铁含量，%；M_{Fe}为金属铁含量，%。

3 实验结果与分析

3.1 响应曲面设计

根据前期正交实验可知影响钒钛磁铁矿含碳球团金属化率的3个最主要的影响因子为：焙烧温度、焙烧时间、配碳比。根据响应曲面法的中心组合设计原理设计了三因素五水平实验，对钒钛磁铁矿含碳球团直接还原工艺进行优化，以确定其最佳工艺参数。实验因素水平和编码见表3。

(C)1994-2024 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

表 3　实验因素水平编码

因素	变量	水平				
		-2	-1	0	1	2
焙烧温度/℃	X_1	1 200	1 250	1 300	1 350	1 400
焙烧时间/min	X_2	30	35	40	45	50
配碳比/$w_C \cdot w_O^{-1}$	X_3	1.0	1.2	1.4	1.6	1.8

3.2　响应曲面实验结果与分析

利用 Design Expert 软件，对表 4 中球团金属化率的实验数据进行多元回归拟合，获得的球团金属化率编码自变量的二次多项回归方程见式(2)，同时对回归方程中回归系数进行评估，如表 5 所示。

$$Y = 95.64 + 1.74X_1 + 0.74X_2 + 0.53X_3 - 0.72X_1X_2 - 1.49X_1X_3 - 0.032X_2X_3 - 0.83X_1^2 - 0.66X_2^2 - 0.64X_3^2 \quad (2)$$

在 Design Expert 软件 ANOVA 分析中，F 值是各组间均方与组内均方的比值。本模型的 F 值是 67.89，同时失拟项的 F 值为 7.14。实验模型的 P 值表示模型的显著性[15]，是对应 F 值下的概率，当 P 值小于 0.05 时，说明该模型项显著。由表 5 可以看出，本模型的 P 值以及失拟项的 P 值都小于 0.05，所以模型是显著的。同时，X_1、X_2、X_3、X_1X_2、X_1X_3、X_1^2、X_2^2、X_3^2 是显著的模型项。X_2X_3 不是显著项，也就是说焙烧时间和配碳比没有交互作用，这是因为虽然随着还原时间延长，碳的还原反应越充分，有助于球团金属化率的提高。但是，由于球团的配碳比一定，反应一段时间后，随着还原时间的延长，还原反应进行完全，此时即使再延长还原时间对碳的还原反应也没有影响。因此，焙烧时间和配碳比没有交互作用。另外，系数的正、负反映影响因素对球团金属化率的正、负关系，表 5 中，X_1、X_2、X_3 对球团金属化率是正影响，即升高焙烧温度、延长焙烧时间、增大配碳比有利于提高钒钛磁铁矿含碳球团金属化率。本模型的相关系数 R^2 为 0.9839，说明本模型能解释 98.39% 响应值的变化，表明该模型与实际实验拟合程度良好，误差小。

表 4　响应曲面实验设计与结果

实验序号	因素			金属化率/%
	X_1	X_2	X_3	
1	-1	-1	-1	88.17
2	1	-1	-1	96.67
3	-1	1	-1	90.94
4	1	1	-1	96.48
5	-1	-1	1	92.16
6	1	-1	1	94.63
7	-1	1	1	94.74
8	1	1	1	94.37
9	-2	0	0	89.4
10	2	0	0	95.24
11	0	-2	0	91.28
12	0	2	0	94.72
13	0	0	-2	91.86
14	0	0	2	94.32
15	0	0	0	95.24
16	0	0	0	95.64
17	0	0	0	95.78
18	0	0	0	95.81
19	0	0	0	95.63
20	0	0	0	95.76

表 5　回归方程系数及显著性检验

项目	系数估计	标准差	平方和	自由度	均方和	F 值	P 值	显著性
模型	/	/	110.94	9	12.33	67.89	< 0.000 1	显著
失拟项	/	/	1.59	5	0.32	7.14	0.025 0	显著
截距	95.64	0.17	/	/	/	/	/	/
X_1	1.74	0.11	48.37	1	48.37	266.43	< 0.000 1	显著
X_2	0.74	0.11	8.67	1	8.67	47.77	< 0.000 1	显著
X_3	0.53	0.11	4.58	1	4.58	25.22	0.000 5	显著
X_1X_2	-0.72	0.15	4.20	1	4.20	23.16	0.000 7	显著
X_1X_3	-1.49	0.15	17.82	1	17.82	98.15	< 0.000 1	显著
X_2X_3	-0.032	0.15	8.45×10^{-3}	1	8.45×10^{-3}	0.047	0.833 5	不显著
X_1^2	-0.83	0.085	17.33	1	17.33	95.45	< 0.000 1	显著
X_2^2	-0.66	0.085	10.96	1	10.96	60.37	< 0.000 1	显著
X_3^2	-0.64	0.085	10.23	1	10.23	56.32	< 0.000 1	显著
R^2	0.9839							

(C)1994-2024 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

图1是球团金属化率预测值和实际值的对比图。从图中可看出，模型的预测值与实际值都密集的分布于直线的两侧，说明模型的预测值与实际值相符。

综上所述，实验建立的模型是合理的、准确的，可以对钒钛磁铁矿含碳球团金属化率的影响因素进行分析和预测。

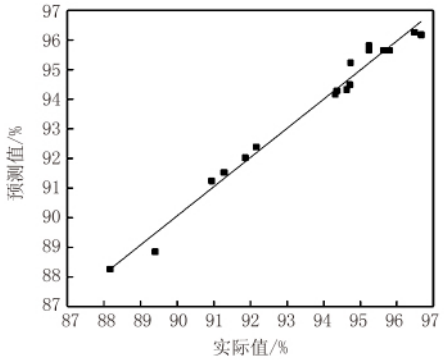


图1 球团金属化率模型预测值和实际值对比

3.3 响应曲面分析

为更直观地表现各因素及交互作用对钒钛磁铁矿含碳球团金属化率的影响，利用Design Expert软件对表4中的实验数据进行二次多元回归拟合，得到模型的的响应曲面图如图2～4所示。

由图2～4可以看出，图2显示了在配碳比为1.4的条件下，焙烧温度、焙烧时间对球团金属化率的影响。从两图中可以看出焙烧温度在1 280～1 400 ℃，焙烧时间在32～40 min时，能获得较高的球团金属化率；图3显示了当焙烧时间为35 min时，焙烧温度、配碳比对球团金属化率的影响。从图中可以看出，焙烧温度在1 300～1 350 ℃，配碳比在1.35～1.6时，能获得理想的球团金属化率；图4反应了当焙烧温度为1 300 ℃条件下，焙烧时间、配碳比对球团金属化率的影响。从图中可以看出，焙烧时间在30～40 min，配碳比在1.4～1.6时，能获得较高的球团金属化率。

此外，从图2(a)、图3(a)、图4(a)中各影响因素的曲面斜率可以看出，焙烧温度影响最大、焙烧时间其次、配碳比的影响最小。这是由于焙烧温度决定球团焙烧过程中各个反应的热力学条件，也影响着动力学条件，也就是说焙烧温度直接决定各个反应能不能进行及进行的快

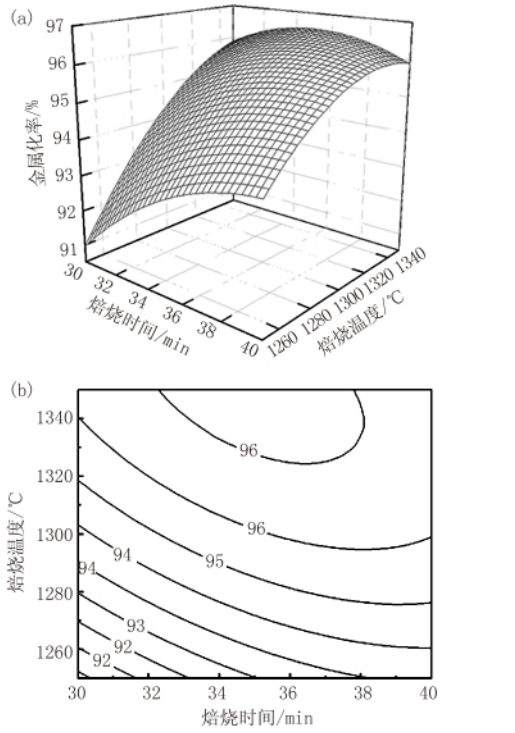


图2 焙烧温度、焙烧时间响应曲面图(a)和等高线(b)

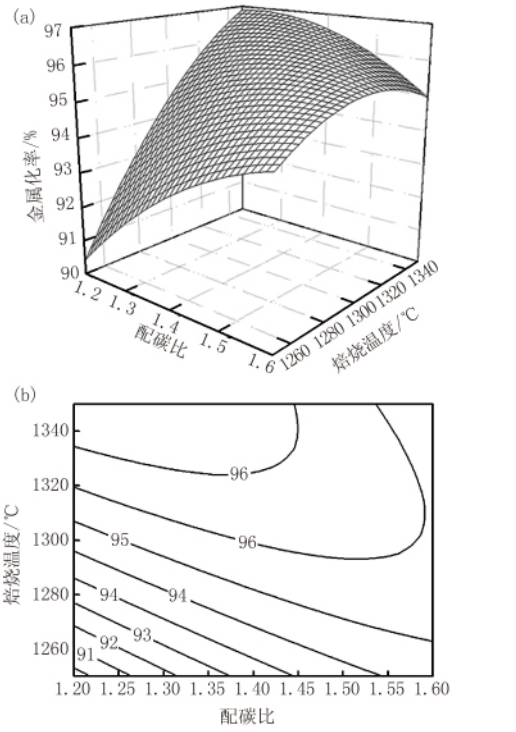


图3 焙烧温度、配碳比响应曲面图(a)和等高线(b)

(C)1994-2024 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

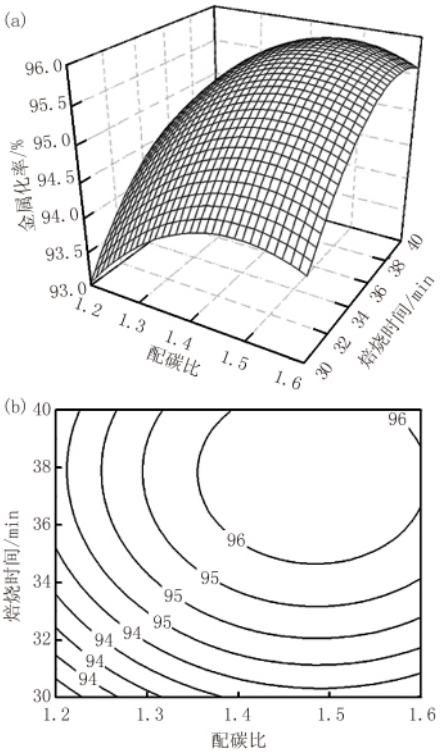


图 4　焙烧时间、配碳比交互作用响应曲面图(a) 和等高线(b)

慢; 焙烧时间对焙烧过程中各个反应进行的程度有直接影响; 而球团中所配的碳不仅有利于提高焙烧温度还有助于改善还原条件,而配碳的作用只有在焙烧反应能够进行且反应能进行到一定程度时才能体现出来。故从反应机理来讲,焙烧温度对球团金属化率影响最大、焙烧时间次之、配碳比最小。这与响应曲面分析一致。

3.4　条件优化及验证

利用 Design Expert 软件对建立的模型进行分析求解,得出最佳工艺参数为: 焙烧温度 1 350 ℃,焙烧时间 35.14 min,配碳比 1.25。在此条件下,由软件计算出球团最大金属化率的预测值为 96.91%。从实际操作考虑,将验证实验条件调整为: 焙烧温度 1 350 ℃,焙烧时间 35 min,配碳比 1.3。在此条件下,进行 3 次验证实验,实验结果见表 6。球团金属化率的平均值为 97.76%,预测值与实际值的相对误差为 0.87%。结果证明,文中建立的回归方程能够较真实地反映各因素对球团金属化率的影响,说明采用中心组合设计(CCD) 的球团金属化率模型较可靠。

表 6　验证实验结果

实验次数	1	2	3	平均值
金属化率/%	97.72	97.67	97.89	97.76

4　结　论

1) 钒钛磁铁矿含碳球团金属化率与焙烧温度、焙烧时间、配碳比的关系符合二次方程模型,模型相关系数 R^2 为 0.983 9,表明该模型与实际实验拟合程度良好。

2) 通过响应曲面法研究焙烧温度、焙烧时间、配碳比对钒钛磁铁矿含碳球团金属化率的影响,发现焙烧温度对球团金属化率的影响最显著,焙烧时间次之,配碳比的影响最小。

3) 模型预测得出的最佳工艺参数为: 焙烧温度 1 350 ℃,焙烧时间 35.14 min,配碳比 1.25,在此条件下钒钛磁铁矿含碳球团金属化率的预测值为 96.91%。经实验验证球团金属化率实际值为 97.76%,预测值与实际值的相对误差为 0.87%。其说明采用中心组合设计(CCD) 的球团金属化率模型较可靠。

参考文献

[1] 莫畏,邓国珠,罗方承. 钛冶金 [M]. 北京: 冶金工业出版社,1999.

[2] 苟淑云. 对提高攀枝花钛资源利用率的思考 [J]. 钢铁钒钛,2009,30(3):89 -92.

[3] 薛逊. 钒钛磁铁矿直接还原实验研究 [J]. 钢铁钒钛,2007,28(3):37 -41.

[4] 刘征建,杨广庆,薛庆国,等. 钒钛磁铁矿含碳球团转底炉直接还原实验研究 [J],过程工程学报,2009,9(1):51 -55.

[5] 徐萌,赵志星,张建良,等. 含碳球团的还原熔分行为 [J]. 钢铁研究学报,2007,19(10):11 -15.

[6] 王东彦,陈伟庆,周荣章,等. 含锌铅粉尘金属化球团的固结机理 [J]. 北京科技大学学报,1996,18(5):410 -413.

[7] Mu Y,Wang G,Yu H Q. Response surface methodological analysis on biohydrogen production by enriched anaerobic cultures [J]. Enzyme and Microbial Technology,2006,38(7):905 -913.

(下转第 52 页)

(C)1994-2024 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

5.8 技术指标先进,降本增效

项目投产后运行、维护费用降低。例如:通过发挥产能减少物流费用1 400万元、减少物料损失2 400万元,降低下游工序能耗6 724.7万元,合计降本增效10 524.7万元。邯钢第一料场封闭前和封闭后主要数据的对比见表1。

表1 邯钢第一料场封闭前后主要数据的对比

时间	降尘量 /t·km^{-2}·30 d	扬尘损耗 /万t	占地面积/亩	储量 /万t	物料温度/℃	含铁品位波动/%	日均卸车数量 /节车皮
封闭前	140	3	170	40	-7	±1	260
封闭后	20	0	120	70	-2	±0.5	330

6 结 语

1)邯钢物流公司网壳型封闭式第一原料场已经形成了一个经济、绿色环保的具有国内先进水平的现代化原料场,是国内钢铁企业封闭式料场成功运行的范例。

2)本工程可为以后国内钢铁企业料场建设、料场改造提供实物及数据参考。

参考文献

[1] 邯钢第一原料场施工图方案-中冶赛迪[K].中冶赛迪工程技术股份有限公司,2010.

[2] 北京起重运输机械研究所,武汉丰凡科技开发有限责任公司.DTⅡ(A)型带式输送机设计手册[M].北京:冶金工业出版社,2003.

[3] 赛迪技术中心公司环保原料场关键技术研究—原料场降尘量测量[R].重庆:赛迪技术中心公司,2011.

[4] DB13/339-1997,灰尘自然沉降量环境质量标准[S].

[5] 田武双.挡风抑尘技术在工业企业原料场节能减排中的应用[J].河北省科学院学报,2008,25(3):66-69.

(上接第28页)

[2] 中国地调局成都矿产综合利用研究所,国土资源部钒钛磁铁矿综合利用重点实验室.攀西钒钛磁铁矿资源及综合利用技术[M].北京:冶金工业出版社,2015.

[3] 韩秀丽,王海峰,刘丽娜,等.碱度对钒钛烧结矿显微结构的影响[J].钢铁钒钛,2009,30(3):56-60.

[4] 王英杰,韦火明,刘海滨,等.低碱度钒钛烧结矿生产实践[C]//河北省冶金学会炼铁技术暨学术年会论文集,2010:46-48.

[5] 王强.钒钛磁铁精矿烧结特性及其强化技术的研究[D].长沙:中南大学,2012.

[6] Yu Zhengwei,Li Guanghui,Jiang Tao,et al. Effect of Basicity on Titanomagnetite Concentrate Sintering[J]. ISIJ International,2015,55(4):907-909.

[7] Jiang Tao,Yu Zhengwei,Peng Zhiwei,et al. Preparation of BF Burden from Titanomagnetite Concentrate by Composite Agglomeration Process(CAP)[J]. ISIJ International,2015,55(8):1 599-1 607.

[8] 甘勤,何木光,何群.FeO对钒钛烧结矿产质量影响的研究[J].烧结球团,2009,34(1):14-19.

[9] 白永强,程树森,赵宏博,等.钒钛烧结矿还原粉化过程的矿相分析[J].烧结球团,2011,36(2):1-6.

[10] 单继国,任志国,刘淑桂.关于承钢高碱度钒钛烧结矿低温还原粉化性的探讨[J].钢铁钒钛,1992,(4):25-29.

(上接第33页)

[8] Salah D. M. Hasan,Delba N. C. Melo,Rubens M. Filho. Simulation and response surface analysis for the optimization of a three-phase catalytic slurry reactor[J]. Chemical Engineering and Processing,2005,44(3):335-343.

[9] 孙传智,李爱群,缪长青,等.基于响应面法的系杆拱桥吊杆初内力优化[J].中国公路学报,2012,25(3):94-99.

[10] 吕辉,于德介,谢展,等.基于响应面法的汽车盘式制动器稳定性优化设计[J].机械工程学报,2013,49(9):55-60.

[11] 杜浩冉,郑学玲,韩小贤,等.响应面法优化混合发酵制作冷冻面团馒头的复合食品添加剂配方[J].食品科学,2015,36(12):36-43.

[12] 吴彦瑜,周少奇,覃芳慧,等.响应面法优化Fenton处理难降解反渗透垃圾浓缩渗滤液[J].环境工程学报,2010,4(11):2 494-2 498.

[13] 王震,苏春阳,潘明旭,等.响应曲面法分析和优化铁水KR法脱硫工艺[J].特殊钢,2015,36(3):5-8.

[14] 杨德香,袁龙飞,杨继生,等.响应曲面法优化银阳极泥氯化提金工艺[J].矿冶,2014,23(1):61-63.

[15] 严浩,彭文杰,王志兴,等.响应曲面法优化电解锰阳极渣还原浸出工艺[J].中国有色金属学报,2013,23(2):528-534.

(C)1994-2024 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net