

# 基于响应曲面法的微波干燥沉铁渣实验优化

马爱元，郑雪梅，夏佳佳，李松

(六盘水师范学院化学与材料工程学院，贵州省煤炭洁净  
利用重点实验室，贵州 六盘水 553004)

**摘要：**对微波干燥湿法炼锌沉铁渣的新工艺进行了研究，采用响应曲面法中心组合优化设计探讨了微波功率、物料量、干燥时间及其交互作用对沉铁渣相对脱水率影响，建立了脱水率与各因子间的预测回归方程，并获得优化工艺参数：微波功率 1000 W，物料量 50 g、干燥时间 12 min，在此条件下沉铁渣相对脱水率为 98.81%，实测值与预测值相近，表明该预测模型可靠有效及优化工艺合理可行。

**关键词：**微波干燥；沉铁渣；脱水率；响应曲面法

doi:[10.3969/j.issn.1000-6532.2022.04.009](https://doi.org/10.3969/j.issn.1000-6532.2022.04.009)

中图分类号：TD951;TF813 文献标志码：A 文章编号：1000-6532 (2022) 04-0048-05

湿法炼锌矿石原料大多含有铁，在湿法炼锌生产工序大量的铁进入硫酸锌溶液而影响电锌质量，因而出现诸如赤铁矿法、针铁矿法、铁矾法、水解沉淀法等净化除铁工艺<sup>[1-4]</sup>，沉铁渣含铁高达 60% 左右，可作炼铁原料，另外，沉铁过程中伴随着大量的 Pb、Ag、Zn、Cu、Cd、Ge、In 等多种伴生金属，具有较高的综合回收利用价值<sup>[5-6]</sup>。然而，中和沉铁渣属于粘结性物料，水分含量高达 30% 以上。针对这一类含水矿物，工业上多以回转窑、热风、蒸气或联合等多种干燥方式进行干燥脱水处理，但采用常规干燥方式多存在处理时间长、粘结性强、干燥效率低、脱水不完全、能耗高以及对环境易造成二次污染等问题<sup>[7-8]</sup>。

微波能作为一种清洁能源，被广泛的应用在矿物、食物、医药等诸多领域的干燥研究，尤其在处理冶金矿物资源领域方面较为广泛。关于微波干燥冶金矿物诸多研究显示，与常规干燥方式相比，微波内部加热的独特优势使得微波干燥技术具有干燥效率高、干燥时间短、易于控制、清洁生产等特点<sup>[9-11]</sup>。

本文针对湿法炼锌沉铁渣含水率高、黏性大的特点，开展微波干燥湿法炼锌中和沉铁渣实验优化研究，通过响应曲面法研究微波输出功率、物料量、干燥时间及其相互作用对中和铁渣脱水率的影响，以期为微波干燥湿法炼锌沉铁铁渣的产业化应用提供理论基础。

## 1 实验材料与方法

### 1.1 原料分析

实验所用的沉铁渣来自国内云南某湿法炼锌企业，在净化阶段采用针铁矿法进行除铁过滤分离得到，基于净化前液砷含量高，在中和沉铁阶段调节 pH 值强化砷的净化，导致沉铁渣中胶体氢氧化铁大量存在，水含量相对较高。实验取一定堆存的样品在恒温干燥箱（120℃）干燥至恒重，对其主要化学成分进行分析，结果见表 1，由表中数据可知，中和沉铁渣含有大量的有价金属元素，如 Fe、Zn、Mn，另外含有大量的钙镁杂质。干燥过程中取三个平行样进行烘干实验，测得中和沉铁渣水含量为 34.5%。

收稿日期：2020-06-10；改回日期：2020-06-23

基金项目：贵州省科技厅技术基金项目（黔科合基础 [2019]1444）；六盘水师范学院科技创新团队（LPSSYKJTD201801）；六盘水师范学院重点学科建设项目（LPSSYZDXK202001）；贵州省教育厅教学内容与课程体系改革项目（2020196）

作者简介：马爱元（1988-），男，博士，副教授，主要研究方向为冶金固体废弃物资源综合利用。

通信作者：郑雪梅（1987-），女，讲师，研究方向为工业固体废弃物资源化。

表1 沉铁渣的多元素化学成分/%

| Zn    | Ca    | Mg   | Fe    | Mn   | S     |
|-------|-------|------|-------|------|-------|
| 10.63 | 19.11 | 1.96 | 20.70 | 0.71 | 24.78 |

## 1.2 实验方法

采用昆明理工大学非常规冶金教育部重点实验室研制箱式微波炉进行微波干燥实验（微波输出功率0~6 kW连续可调）。称取一定质量的样品放入坩埚内，置于微波腔体内进行干燥，干燥一定时间后取出自然冷却后称重，记录干燥前后沉铁渣样品的质量变化，中和沉铁渣脱水率( $\eta$ )可用式(1)计算：

$$\eta = \frac{m_0 - m_t}{m_0 \times 34.5\%} \times 100\% \quad (1)$$

式中， $m_0$ ——待干燥物料质量，g

$m_t$ ——干燥一定时间t的物料质量，g

## 2 实验结果与分析

### 2.1 响应曲面优化实验设计

基于中心组合优化设计(CCD)原理，控制微波干燥的温度(100±5)℃条件下，采用三因素三水平对微波干燥中和沉铁渣工艺条件进行优化，设计因素的水平编码见表2，选择对微波干燥中和沉铁渣脱水率影响较大的微波功率( $X_1$ , W)、物料量( $X_2$ , g)、干燥时间( $X_3$ , min)作为实验的三个考查因素，中和沉铁渣相对脱水率( $Y$ , %)作为响应值，共给出20组实验，结果见表3。

表2 响应曲面法因素水平编码

| 因素              | 水平  |      |      |
|-----------------|-----|------|------|
|                 | -1  | 0    | 1    |
| 微波功率 $X_1$ /W   | 750 | 1000 | 1250 |
| 物料量 $X_2$ /g    | 30  | 50   | 70   |
| 干燥时间 $X_3$ /min | 6   | 12   | 18   |

### 2.2 模型精确性分析

利用Design Expert 8.0.6软件对实验数据进行多元回归拟合分析，为了获得精确、有效的模型，分别对线性模型、交互模型及二次方模型进行拟合性对比分析，分析结果见表4。

数学模型的适用性及精确性可以用模型的决定相关系数( $R^2$ )来表示， $R^2$ 越靠近1，模型的适用性就会更高，模型精确性更好。由表3可知，二次方模型的校正 $R^2$ 为0.9877，预测 $R^2$ 为0.9767，

表3 实验设计方案与实验结果

Table 3 Test design scheme and test results

| 序号 | 影响因素          |              |               | 脱水率Y/% |
|----|---------------|--------------|---------------|--------|
|    | 微波功率 $X_1$ /W | 物料量 $X_2$ /g | 时间 $X_3$ /min |        |
| 1  | 1000.00       | 50.00        | 12.00         | 99.11  |
| 2  | 1000.00       | 83.64        | 12.00         | 28.52  |
| 3  | 1250.00       | 30.00        | 18.00         | 93.74  |
| 4  | 1000.00       | 50.00        | 12.00         | 99.11  |
| 5  | 750.00        | 30.00        | 6.00          | 64.36  |
| 6  | 1000.00       | 50.00        | 12.00         | 99.11  |
| 7  | 1250.00       | 70.00        | 6.00          | 30.91  |
| 8  | 1000.00       | 50.00        | 1.91          | 16.81  |
| 9  | 1000.00       | 50.00        | 22.09         | 99.76  |
| 10 | 1250.00       | 70.00        | 18.00         | 86.78  |
| 11 | 1420.45       | 50.00        | 12.00         | 92.90  |
| 12 | 1000.00       | 50.00        | 12.00         | 99.11  |
| 13 | 1250.00       | 30.00        | 6.00          | 85.72  |
| 14 | 1000.00       | 50.00        | 12.00         | 99.11  |
| 15 | 750.00        | 30.00        | 18.00         | 85.80  |
| 16 | 579.55        | 50.00        | 12.00         | 68.99  |
| 17 | 1000.00       | 16.36        | 12.00         | 95.17  |
| 18 | 750.00        | 70.00        | 6.00          | 13.08  |
| 19 | 1000.00       | 50.00        | 12.00         | 99.11  |
| 20 | 750.00        | 70.00        | 18.00         | 75.67  |

注(小数点参数说明)：考虑到实验的可操作性，在本次实验过程中，实验11和实验16的实际功率分别设定为1420 W和580 W，实验2和实验17的物料量实际是84 g和16 g，实验8和实验9的干燥时间实际是2 min和22 min。

代表该模型拟合度高，98.77%的实验数据均可用该模型进行解释。因此，实验采用二次方模型对数据进行回归分析，获得中和铁渣脱水率Y与微波功率( $X_1$ , W)、物料量( $X_2$ , g)、干燥时间( $X_3$ , min)三因素的二次多项回归方程如下：

$$R_1 = -125.92965 + 0.24191X_1 + 1.22717X_2 + 9.90181X_3 - 9.00000E^{-6}X_1X_2 - 1.67833E^{-3}X_1X_3 + 0.09208X_2X_3 - 9.62444E^{-5}X_1^2 - 0.031920X_2^2 - 0.38963X_3^2 \quad (2)$$

采用方差分析对二次方模型的进度进行进一步分析，结果见表5。响应曲面中心组合设计中方差分析模型的Prob>F值代表回归模型精度高的高低，模型Prob>F值小于0.05才能确保模拟更好。由表5可知，回归模型F值为69.34，Prob>F值为0.0001，表明二次方模型的精度很高，模拟效果较好。同时也发现因素 $X_1$ 、 $X_2$ 、 $X_3$ 、 $X_2X_3$ 及 $X_1^2$ 、 $X_2^2$ 、 $X_3^2$ 对中和铁渣脱水率都有较大的影响，而交互作用因素 $X_1X_2$ 、 $X_1X_3$ 的影响相对较小。

图1为中和铁渣脱水率预测值和实测值的关

表 4 响应设计的模型拟合性分析

Table 4 Model fit analysis of response design

| 模型  | 标准差 $R^2$ | 校正 $R^2$ | 预测 $R^2$ | 统计              |
|-----|-----------|----------|----------|-----------------|
| 线性  | 19.62     | 0.6371   | 0.5691   | 0.4612 9143.27  |
| 交互  | 19.84     | 0.6985   | 0.5593   | 0.2814 12194.60 |
| 二次方 | 4.57      | 0.9877   | 0.9767   | 0.9062 1591.85  |

表 5 响应面二次模型的方差分析

Table 5 Variance analysis of response surface quadratic model

| 方差来源     | 平方和      | 自由度 | 均方      | F值                     | Prob > F |
|----------|----------|-----|---------|------------------------|----------|
| Model    | 16761.34 | 9   | 1862.37 | 69.34                  | <0.0001  |
| $X_1$    | 709.73   | 1   | 709.73  | 34.05                  | 0.0002   |
| $X_2$    | 4053.11  | 1   | 4053.11 | 194.43                 | <0.0001  |
| $X_3$    | 6049.19  | 1   | 6049.19 | 290.19                 | <0.0001  |
| $X_1X_2$ | 0.016    | 1   | 0.016   | $7.771 \times 10^{-4}$ | 0.9783   |
| $X_1X_3$ | 50.70    | 1   | 50.70   | 2.43                   | 0.1499   |
| $X_2X_3$ | 990.13   | 1   | 990.13  | 47.50                  | <0.0001  |
| $X_1^2$  | 521.45   | 1   | 521.45  | 25.01                  | 0.0005   |
| $X_2^2$  | 2349.41  | 1   | 2349.41 | 112.70                 | <0.0001  |
| $X_3^2$  | 2835.44  | 1   | 2835.44 | 136.02                 | <0.0001  |
| 残差       | 208.46   | 10  | 20.85   |                        |          |
| 失拟项      | 208.46   | 5   | 41.69   |                        |          |
| 纯差       | 0.000    | 5   | 0.000   |                        |          |
| 总误差      | 16969.80 | 19  |         |                        |          |

系对比,由图 1 可知,实测值均匀分布在预测直线两侧,预测值与实测值非常相近,说明二次方模型可以较好描述实验因素与中和铁渣脱水率的关联性。图 2 为中和铁渣脱水率的残差正态概率,由图 2 可知,残差沿直线呈“S型曲线”分布,残差集中处于中间,进一步说明二次方模型的精确性良好。

### 2.3 响应面分析

为了更直观的了解微波功率、物料量、干燥

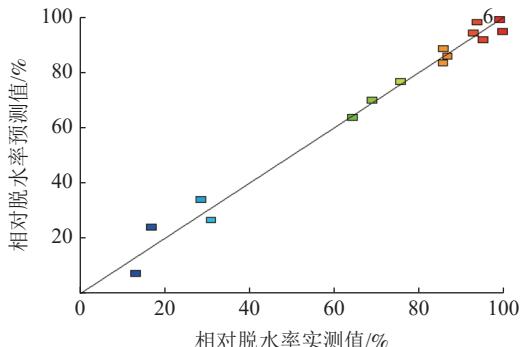


图 1 沉铁渣脱水率预测值与实验值对比

Fig.1 Predicted vs test relative dehydration rate of iron precipitate slag

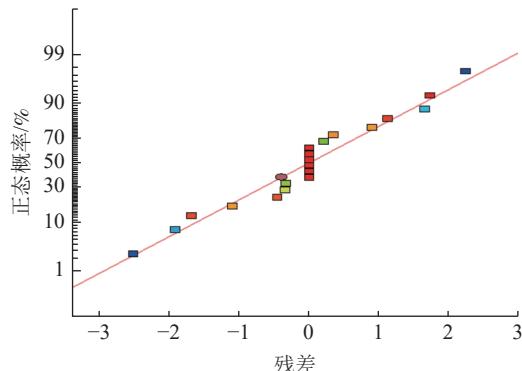
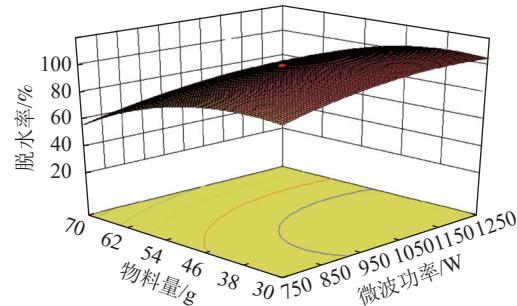


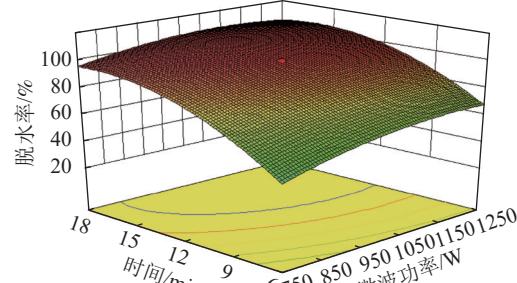
图 2 沉铁渣脱水率残差正态概率

Fig.2 Normal probability plot of residuals for relative dehydration rate of iron precipitate slag

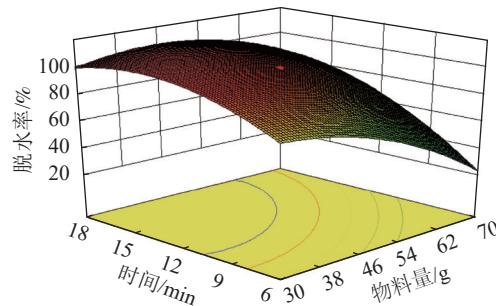
时间及其相互作用对中和铁渣脱水率影响规律,建立 3D 响应曲面,见图 3。由图 3 (a) 可知,随



(a) 物料量、微波功率及其交互作用对脱水率的影响



(b) 时间、微波功率及其交互作用对脱水率的影响



(c) 时间、物料量及其交互作用对脱水率的影响

图 3 微波功率、物料量、干燥时间及其交互作用对脱水率的影响

Fig.3 Effect of microwave power, material mass, microwave drying time and their interaction on the relative dehydration rate

着微波功率的升高，物料量的降低，中和铁渣脱水率逐渐升高，且物料量的变化对水脱除率的影响较微波功率对的影响较为明显，这是因为物料量越小，物料厚度相对较小，微波更能快速有效的穿透到物料内部，将物料快速整体加热使水分快速脱除。**图3(b)**显示，干燥时间对中和铁渣脱水率的影响较微波功率的影响较为明显，这是因为，一定物料厚度条件下，控制微波功率从750~1250 W范围内，微波能有效的作用到物料内部，微波穿透深度变化无较大差别，水的脱除效果受时间的长短影响较大。**图3(c)**显示脱水率随着物料量的增加而减小，随干燥时间的延长而增大，且物料量越小，在相对短的时间即能实现高的脱水率。

#### 2.4 优化实验

通过响应曲面回归模型优化分析，获得中和沉铁渣最优脱水率的工艺参数见**表6**。从**表6**可知，优化设计水脱除率预测值为99.05%，为了更好的验证响应曲面优化的可靠性，采用较佳优化工艺参数进行3次平行实验，实验平均值为98.81%，相对误差为0.24%，说明优化有效。

表6 回归模型优化工艺参数

Table 6 Optimization process parameters of regression model

| 微波功率/W | 物料量/g | 时间/min | 水脱除率/% |       |
|--------|-------|--------|--------|-------|
|        |       |        | 预测值    | 实测值   |
| 1000   | 50    | 12     | 99.05  | 98.81 |

### 3 结论

(1) 微波干燥湿法炼锌中和铁渣相对脱水率(Y, %)与微波功率( $X_1$ , W)、物料量( $X_2$ , g)、干燥时间( $X_3$ , min)的关系符合二次方模型，二次方模型的R<sup>2</sup>为0.9877，建立了各影响因子与响应值脱水率的数学模型：

$$R_1 = -125.92965 + 0.24191X_1 + 1.22717X_2 + 9.90181X_3 - 9.00000E^{-6}X_1X_2 - 1.67833E^{-3}X_1X_3 + 0.09208X_2X_3 - 9.62444E^{-5}X_1^2 - 0.031920X_2^2 - 0.38963X_3^2$$

(2) 获得较佳工艺参数：微波功率1000 W，物料量50 g、干燥时间12 min，得到湿法炼锌中和铁渣相对脱水率为98.81%，实测值与预测值相近，表明该预测模型合理及优化工艺可行。

### 参考文献：

[1] 吴克明, 孙大林, 胡杰. 湿法炼锌过程中除铁工艺的进

展[J]. 矿产综合利用, 2014(6):6-9.

WU K M, SUN D L, HU J. Progress of technology optimization of precipitation of iron in zinc hydrometallurgy[J]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources, 2014(6):6-9.

[2] 王益昭, 李存兄, 魏昶, 等. 赤铁矿法沉铁过程中铁矾的形成及转化[J]. 有色金属工程, 2017, 7(2):35-40.

WANG Y Z, LI C X, WEI C, et al. Study on the formation and conversion of jarosite in the hematite process[J]. Nonferrous Metals, 2017, 7(2):35-40.

[3] 孙大林, 吴克明, 胡杰. 用针铁矿法从锌矿石浸出液中除铁试验研究[J]. 湿法冶金, 2015, 34(1):68-71.

SUN D L, WU K M, HU J. Removal of iron from leaching solution of zinc ore by goethite process[J]. Hydrometallurgy of China, 2015, 34(1):68-71.

[4] 李志仁, 许万祥, 朱军, 等. 从高酸湿法炼锌渣浸出液中分离铁及回收铜、锌试验研究[J]. 湿法冶金, 2013, 32(5):326-328.

LI Z R, XU W X, ZHU J, et al. Test research on separate of iron and recovery of copper, zinc from a acidic leaching solution of zinc hydrometallurgy slag[J]. Hydrometallurgy of China, 2013, 32(5):326-328.

[5] 文平, 肖永强, 陈艺锋, 等. 锌系统沉铁渣综合回收工艺优化研究[J]. 矿冶工程, 2016, 36(2):96-99.

WEN P, XIAO Y Q, CHEN Y F, et al. Optimization of comprehensive processing technique for iron precipitate slag[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2016, 36(2):96-99.

[6] 惠博, 王越, 陈伟, 等. 贵州某铅锌矿工艺矿物学研究[J]. 矿产综合利用, 2020(1):103-106.

HUI B, WANG Y, CHEN W, et al. Effect of water-cement ratio and fly ash on reaction temperature of static expansive agent[J]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources, 2020(1):103-106.

[7] 刘雪松, 郑旭煦, 殷钟意, 等. 富含果胶和黄酮类化合物的柑橘皮渣干燥工艺研究[J]. 应用化工, 2017, 46(2):301-305.

LIU X S, ZHENG X X, YIN Z Y, et al. Study on the drying technology of citrus peel residues for maximizing retaining the content of pectin and total flavonoids[J]. Applied Chemical Industry, 2017, 46(2):301-305.

[8] 衡银雪, 郑旭煦, 殷钟意, 等. 黄精微波真空-热风联合干燥工艺研究[J]. 应用化工, 2018, 47(5):952-955.

HENG Y X, ZHENG X X, YIN Z Y, et al. Study on the microwave vacuum-hot air combined drying process of polygonatum sibiricum[J]. Applied Chemical Industry, 2018, 47(5):952-955.

- [9] 聂琪, 戈保梁, 张晋禄, 等. 微波助磨技术处理某钼矿[J]. *矿产综合利用*, 2019(1):39-43.
- NIE Q, GE B L, ZHANG J L, et al. Microwave-assisted grinding of a molybdenum ore[J]. *Multipurpose Utilization of Mineral Resources*, 2019(1):39-43.
- [10] 郭庆, 陈书文, 张军红, 等. 微波强化赤泥制备 Fe-Al 基絮凝剂工艺研究[J]. *矿产综合利用*, 2019(4):117-121.
- GUO Q, CHEN S W, ZHANG J H, et al. Study on preparation of Fe/Al-base flocculant from red mud by microwave[J]. *Multipurpose Utilization of Mineral Resources*, 2019(4):117-121.
- [11] 黄秀兰, 普婧, 康娟雪, 等. 微波干燥软锰矿机理研究[J]. *矿产综合利用*, 2020(1):194-198.
- HUANG X L, PU J, KANG J X, et al. Mechanism of microwave drying pyrolusite[J]. *Multipurpose Utilization of Mineral Resources*, 2020(1):194-198.

## Optimization of Microwave Drying of Iron Precipitate Slag with Response Surface Methodology

Ma Aiyuan, Zheng Xuemei, Xia Jiajia, Li Song

(School of Chemistry and Materials Engineering, Liupanshui Normal University, Guizhou Provincial Key Laboratory of Coal Clean Utilization, Liupanshui, Guizhou, China)

**Abstract:** A new technology of microwave drying of iron precipitate slag from zinc hydrometallurgy was studied. The effects of microwave power, material mass, microwave drying time and their interaction on the relative dehydration rate of iron precipitate slag were investigated by means of the response surface (RSM) centra composite design (CCD). The prediction regression equation between dehydration rate and each factor was established, and the optimized process parameters were obtained in microwave power of 1000 W, material mass of 50 g, microwave drying time of 12 min. The corresponding relative dehydration rate of the iron precipitate slag is 98.81%. The measured value is close to the predicted value. The results show that the prediction model is accurate and effective, the optimized process is reasonable and feasible.

**Keywords:** Microwave drying; Iron precipitate slag; Dehydration rate; Response surface methodology

(上接第 26 页)

## Research Progress on Recovery of Scandium from Vanadium Titano- Magnetite in Panzhihua

Wang Lufeng, Dai Changfu

(College of Vanadium and Titanium, Panzhihua University, Key Laboratory of Comprehensive Utilization of Vanadium and Titanium Resources in Sichuan, Panzhihua, Sichuan, China)

**Abstract:** Review on the occurrence state of scandium in Panzhihua vanadium titano- magnetite showed as Mg-Fe isomorphism, rich reserves and the recovery of considerable potential value. Taking tailings, waste residue and waste liquid as the main recycled subject, summarized the main technology of Extracting Scandium by roasting leaching extraction and leaching extraction. Presented new ways for comprehensive extraction of scandium from titanium tailings, chlorinated slag and dust by titanium white waste acid leaching. Providing new ideas for treatment of "three wastes" in Panzhihua.

**Keywords:** Scandium; Leaching; Vanadium titano- magnetite; Titanium tailings