

响应曲面法优化微波干燥赤泥工艺

郑雪梅, 冉茂康, 罗登丽, 马爱元

(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: 赤泥作为一种铝生产工业废弃物, 有价金属元素种类丰富, 具有较高的综合利用价值。论文开展了微波清洁干燥赤泥实验研究, 考查了微波功率、物料量对赤泥温升行为的影响, 表明赤泥升温速率与微波功率成正比, 与物料量成反比; 在单因素实验基础上, 进行了响应曲面法优化实验研究, 分别考查了微波功率、物料量和干燥时间对赤泥脱水率的影响, 建立了各因素与脱水率之间的数学模型, 获得了微波清洁干燥赤泥响应曲面优化工艺参数: 控制微波干燥温度为 100 ℃, 微波功率为 700 W, 物料量为 50 g, 干燥时间为 12 min 时, 赤泥的脱水率为 97.95%, 与模型预测值 (98.58%) 较为接近。研究结果为赤泥的资源化利用奠定了一定实验基础。

关键词: 赤泥; 微波干燥; 脱水率; 响应曲面

doi:10.3969/j.issn.1000-6532.2025.01.023

中图分类号: TF813 文献标志码: A 文章编号: 1000-6532 (2025) 01-0174-07

引用格式: 郑雪梅, 冉茂康, 罗登丽, 等. 响应曲面法优化微波干燥赤泥工艺[J]. 矿产综合利用, 2025, 46(1): 174-180.

ZHENG Xuemei, RAN Maokang, LUO Dengli, et al. Optimization study on the microwave drying of red mud using response surface methodology[J]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources, 2025, 46(1): 174-180.

赤泥是铝工业生产氧化铝过程产生的一种固体废物, 我国作为一个铝消费大国, 伴随铝工业的发展, 年均排放近 7 000 万 t 的赤泥, 然而赤泥综合利用率较低, 大量的赤泥被堆存, 对环境造成了较大的压力^[1-2]。

目前针对赤泥综合回收方面的研究较为广泛。基于赤泥中二氧化硅、氧化钙及铝硅酸盐含量较高的特点, 在建筑行业赤泥被用于制备水泥、砖、混凝土、微晶玻璃等^[3-6]。另外, 由于赤泥元素种类复杂, 含有 Fe、Al、Ti、Sc、Ga 等有价金属, 可作为铁、铝、钛和稀有金属的重要回

收资源^[7-10]。赤泥颗粒因具有比表面积大、分散性好以及在溶液中具有较高的稳定性等特点, 赤泥在废气、废水的处理方面被用作吸附材料^[11-13]。因此, 对赤泥进行综合回收利用既可解决环境压力, 又能将其作为有价金属回收、建筑材料制备、废气废水处理剂所需的原料, 对缓解我国环境压力和资源再利用具有重要意义。

但是, 经铝生产工业产生的赤泥浆含水量较高, 从氧化铝厂排放的赤泥浆液固比一般在 3~4, 即使经过一次过滤处理, 含水量亦在 50% 左右, 经过堆存处理后自由水仅有少部分减

收稿日期: 2022-04-06

基金项目: 贵州省教育厅项目 (黔教技 [2024]157 号, 黔教技 [2024]152 号); 六盘水市科技局科技发展项目 (52020-2023-0-2-6, 52020-2024-0-2-8); 六盘水师范学院科学研究 (培育) 项目 (LPSSY2023KJYBPY06); 六盘水师范学院重点学科建设项目 (LPSSYZDXK202001); 贵州省煤炭洁净利用重点实验室 (黔科合平台人才 [2020]2001)

作者简介: 郑雪梅 (1987-), 女, 在读博士, 副教授, 研究方向为工业固体废弃物资源化。

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

少，但作为有价金属回收、建筑材料制备、废气废水处理剂所需的原料，需对含水赤泥进行脱水预处理。

矿物的常规干燥方式较多，如自然干燥、热风干燥、回转窑干燥、热泵干燥、联合干燥等，但这类常规干燥方式在一定程度上存在干燥时间长、干燥效率不高等缺点，且极易造成矿物粉尘的二次污染等问题^[12-14]。

微波作为一种清洁能源，微波干燥技术在矿物干燥处理过程中具有诸多优势^[15-16]，针对含水量较高的赤泥，基于水具有较高的介电常数（78.36 F/m），在微波场中相对常规矿物质具有较强的吸波能力，能够快速吸收微波转化为热能，使赤泥温度快速升高，从而实现快速脱水的效果，且微波独特自内而外的加热方式能使赤泥实现深度脱水，而影响赤泥高效脱水的因素主要有微波强度、物料量、干燥时间等。

因此，本文提出微波干燥赤泥工艺实验研究，分别考查微波功率、物料量、干燥时间对赤泥脱水率的影响，并采用响应曲面法对工艺参数进行了优化，赤泥微波干燥工艺的实现在一定程度上为赤泥的深度脱水提供理论和实验依据，对赤泥的资源化利用具有一定指导意义。

1 实验原料

实验用赤泥原料来源于贵州某铝厂，其组分含量采用X射线荧光光谱（XRF，Supermini200）分析测定，结果见表1，图1为该赤泥的XRD图。从该物料的成分和物相可知，赤泥原料中含有Fe、Ti、Al等有价金属，综合回收赤泥中的有价金属具有一定的经济价值。然而，因赤泥持水率较高，对其综合利用前需进行脱水预处理。将物料置于85℃的恒温干燥箱中干燥至恒重，测定得该物料的含水量为30.83%。

表1 赤泥的多元素化学成分/%										
Table 1 Chemical composition of the sample										
Na ₂ O	MnO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	CaO	TiO ₂	S	Fe ₂ O ₃	
0.304	0.069 7	10.1	11.3	0.295	2.62	26.2	6.02	0.906	41.1	

干燥实验采用微波功率0~4.5 kW连续可调的微波高温箱式反应器进行。

实验过程：称取一定质量的待干燥样品放入坩埚中，置于微波高温箱式炉中进行干燥，实验过程分别考查不同微波功率、不同干燥温度、不

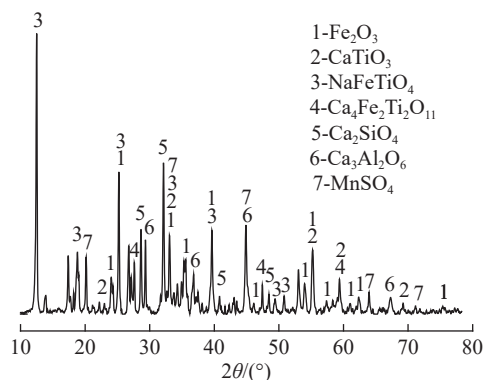


图1 赤泥样品 XRD

Fig.1 XRD pattern of the red mud

同干燥时间、不同物料量（厚度）条件下的赤泥脱水情况，通过干燥前后的物料量变化计算得到赤泥的脱水率。

2 结果与讨论

2.1 赤泥温升特性研究

影响微波干燥实验的因素主要有微波功率、物料量、时间、温度变化。为更好地开展微波干燥赤泥实验研究，实验首先进行赤泥的微波升温特性研究，分别考查不同微波功率、物料量对赤泥温升行为的影响。

图2(a)展示了不同微波功率对50 g赤泥升温行为的影响，结果显示，当微波功率高于500 W时，赤泥的升温趋势大致相同，主要经历快速升温、恒温、持续升温三个阶段。初期快速升温阶段由于赤泥中含有大量的水，由于水的吸波性能较强，微波功率越大，赤泥的升温速率越快，升温100 s左右赤泥温度可达100℃，在100℃条件下进行恒温脱水，随后进入赤泥持续升温阶段。然而在500 W条件下，当温度高于100℃时，赤泥的温升不明显。进一步说明，在一定程度上提高微波功率，微波能更好地、均匀地渗透到赤泥物料的内部，增加微波穿透力，促进赤泥对微波功率的吸收，进一步提高赤泥的升温速率。

图2(b)展示了微波功率700 W条件下，不同物料量对赤泥温升行为的影响，结果显示赤泥的温升速率与物料量成反比，同时，物料量越大恒温阶段时间越长。

2.2 微波干燥赤泥实验研究

图3(a)给出控制赤泥物料量为50 g、微波干燥温度100℃条件下，不同微波功率对赤泥脱水

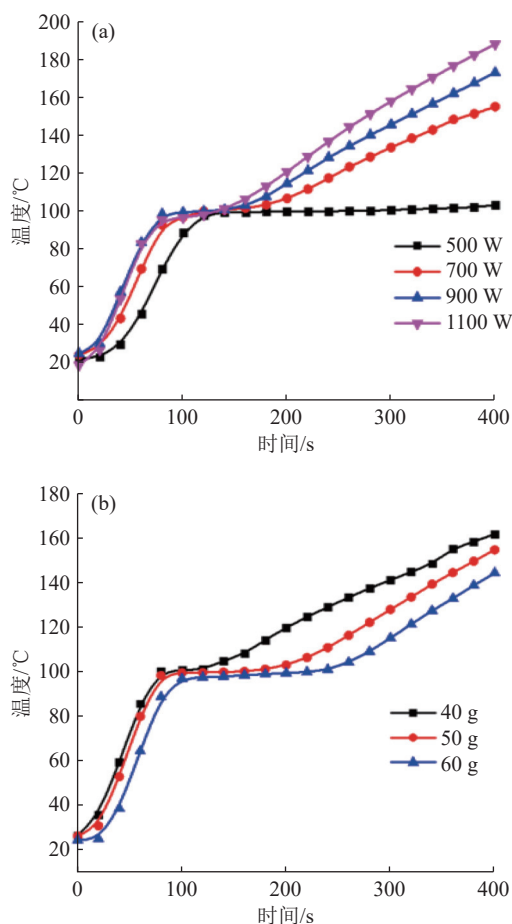


图2 微波功率(a)和物料量(b)对赤泥温升行为的影响
Fig.2 Effect of microwave power(a) and material quantity(b) on temperature rise of red mud

率的影响,结果显示,干燥速率与微波功率成正比,微波功率较低时(500 W),与其他功率相比达到相同的脱水效果所需的干燥时间较长,微波干燥效果不明显,干燥 18 min 后脱水率为 95.96%;当微波功率高于 700 W 时,干燥 12 min 后脱水率基本达到平衡且微波功率对脱水效果无较大影响,因此控制微波功率为 700 W 较为节能,赤泥脱水率可达 96.94%。图 3(b)展示控制微波功率为 700 W、微波干燥温度 100 °C 条件下,不同物料量)对赤泥脱水率的影响,结果显示物料量变化对脱水率的影响不是很大,但结合图 2(b)物料量对赤泥温升行为的影响结果分析显示,物料量越大,物料达到 100 °C 时的恒温脱水阶段时间越长,同时发现,当脱水率达到恒定时,60 g 物料量脱水率相对 50 g 物料量脱水率有略微降低,综合考虑控制物料量为 50 g 较为合适。

2.3 响应曲面优化微波干燥赤泥实验研究

2.3.1 实验优化设计与实验结果

实验控制微波干燥温度 100 °C,选取微波功

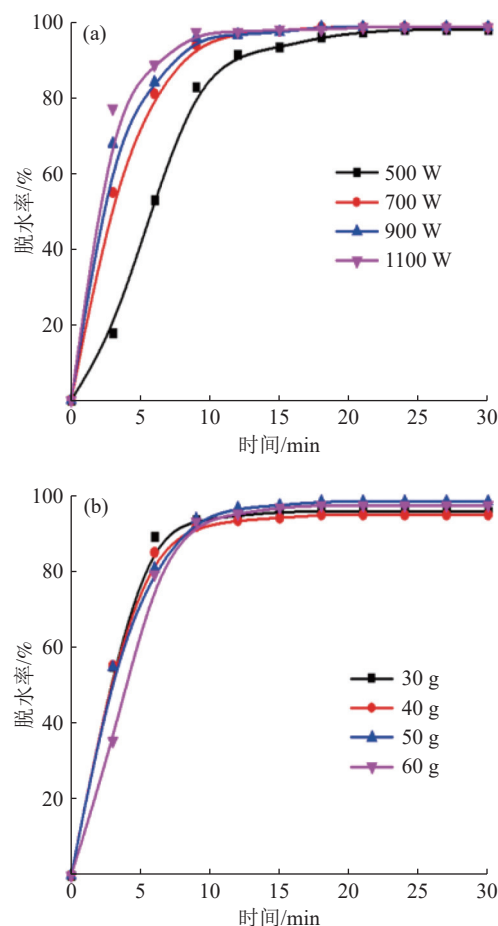


图3 微波功率(a)和物料量(b)对赤泥脱水率的影响
Fig.3 Effect of microwave power (a) and material quantity (b) on dehydration rate of red mud

率、物料量和干燥时间作为实验的自变量,脱水率为因变量,其因素水平编码见表 2,微波清洁干燥赤泥中心组合设计方案与实验结果见表 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	300	700	1100
物料量 X_2 /g	40	50	60
干燥时间 X_3 /min	6	12	18

2.3.2 模型精确性分析

通过响应面优化设计^[17]及实验得到自变量(微波功率 X_1 、物料量 X_2 和干燥时间 X_3)与因变量(脱水率 Y)之间的二次多项回归方程:

$$Y = -83.38 + 0.16X_1 + 1.35X_2 + 11.00X_3 + 4.28E^{-4}X_1X_2 - 5.13E^{-5}X_1X_3 + 0.02X_2X_3 - 5.73E^{-5}X_1^2 - 0.19X_2^2 - 0.25X_3^2 \quad (1)$$

表 3 中心组合实验设计方案与实验结果
Table 3 Test design scheme and results

序号	影响因素			脱水率/%
	微波功率 X_1/W	物料量 X_2/g	干燥时间 X_3/min	
1	300.00	40.00	6.00	48.81
2	1 100.00	40.00	6.00	86.86
3	300.00	60.00	6.00	34.19
4	1 100.00	60.00	6.00	93.55
5	300.00	40.00	18.00	90.17
6	1 100.00	40.00	18.00	93.48
7	300.00	60.00	18.00	94.58
8	1 100.00	60.00	18.00	95.26
9	27.28	50.00	12.00	4.00
10	1 372.72	50.00	12.00	98.69
11	700.00	33.18	12.00	93.55
12	700.00	66.82	12.00	92.17
13	700.00	50.00	1.91	34.41
14	700.00	50.00	22.09	98.87
15	700.00	50.00	12.00	98.61
16	700.00	50.00	12.00	98.61
17	700.00	50.00	12.00	98.61
18	700.00	50.00	12.00	98.61
19	700.00	50.00	12.00	98.61
20	700.00	50.00	12.00	98.61

表 4 和表 5 列出了赤泥响应曲面干燥优化实验得到的模型拟合和方差分析。本实验中使用的中心组合设计拟合模型是二次模型。从表中可以看出，方程（1）的标准相关系数 R^2 值为 0.992 2，

该二次方模型具有较高的拟合度，99.22% 的实验数据与模型相吻合。且模型的 Prob>F 值为 0.000 1，表明建立的二次方模型精度较高，模拟效果较为显著。

图 4 给出了赤泥脱水率模型预测值与实验实测值的对比，结果显示模型预测值与实验值较为接近，实验实测值分布在拟合直线的两侧，说明采用二阶多项式模型能够较为准确的描述实验因素与赤泥脱水率的相关性。

2.3.3 响应面分析

在模型拟合性分析和方差分析基础上，采用响应曲面软件中心组合设计模型，对赤泥脱水率的各影响因素进行计算分析，给出不同自变量及其对应响应值的二维、三维响应面见图 5。

从图中 5(a) 可以看出，随着微波功率的增加，赤泥的脱水率增幅较大，表明微波功率对赤泥脱水效果影响较大，而物料量在 40~60 g 之间对脱水效果不明显。从图 5(b) 可知，微波干燥时间的延长及微波功率的增加皆有利于赤泥脱水率的增加，且交互作用对赤泥脱水率的影响较为显著。从图 5(c) 可以看出，赤泥的脱水率的增加受时间的影响较物料量显著。综上所述，微波功率、时间及物料量三者交互作用对赤泥脱水率的影响，微波功率和时间的增加对脱水率的增加具有较大的促进作用，物料量的变化对赤泥脱水率影响最小。

表 4 响应设计的模型拟合性分析
Table 4 Model fit analysis of response design

时序模型的平方和						
来源	平方和	自由度	均方差	F	Prob>F	评估
平均与总和	1.445×10^5	1	1.445×10^5			
线性与平均	5 774.96	3	1 924.99	8.93	0.001 0	
2FI与线性	1 244.60	3	414.87	2.45	0.110 1	
二次方与2FI	2 131.09	3	710.36	99.37	<0.000 1	建议的
二次方与二次方	69.68	4	17.42	58.03	<0.000 1	
残差	1.80	6	0.30			
总和	1.537×10^5	20	7 685.85			

模型概率统计						
来源	标准偏差	R^2	校正 R^2	预测 R^2	预测残差平方和	评估
线性型	14.68	0.626 2	0.556 1	0.396 7	5 563.53	
交互型	13.02	0.761 2	0.650 9	0.424 1	5 310.86	
二次方型	2.67	0.992 2	0.985 3	0.933 5	613.51	建议的

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	9 150.65	9	1 016.74	142.23	<0.000 1
X ₁	2 798.17	1	2 798.17	391.43	<0.000 1
X ₂	0.065	1	0.065	9.034×10 ⁻³	0.926 2
X ₃	2 976.72	1	2 976.72	416.40	<0.000 1
X ₁ X ₂	23.39	1	23.39	3.27	0.100 6
X ₁ X ₃	1 210.81	1	1 210.81	169.38	<0.000 1
X ₂ X ₃	10.40	1	10.40	1.45	0.255 6
X ₁₂	1 213.71	1	1 213.71	169.78	<0.000 1
X ₂₂	50.63	1	50.63	7.08	0.023 8
X ₃₂	1 127.84	1	1 127.84	157.77	<0.000 1
残差	71.49	10	7.15		
失拟项	71.49	5	14.30		
纯差	0.000	5	0.000		
总误差	9 222.14	19			

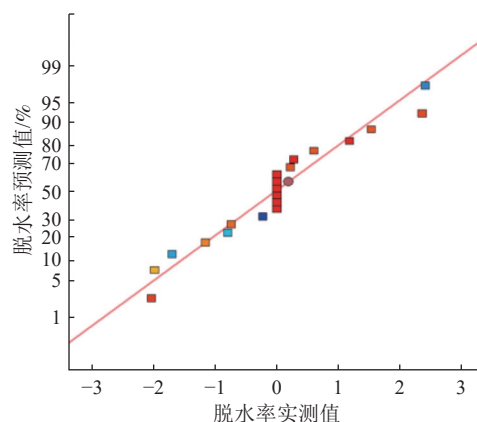
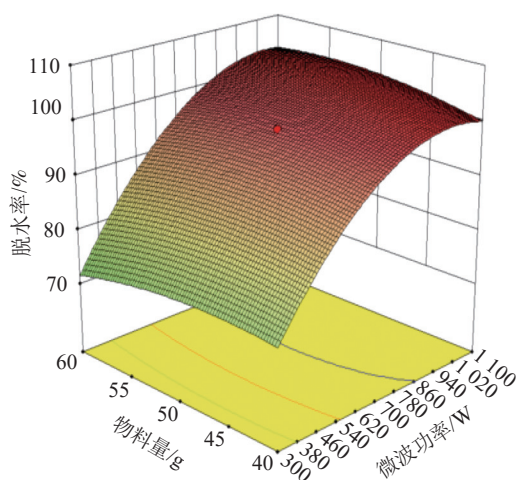


图 4 脱水率实测值与预测值对比

Fig.4 Comparison of predicted response and test values for dehydration rate

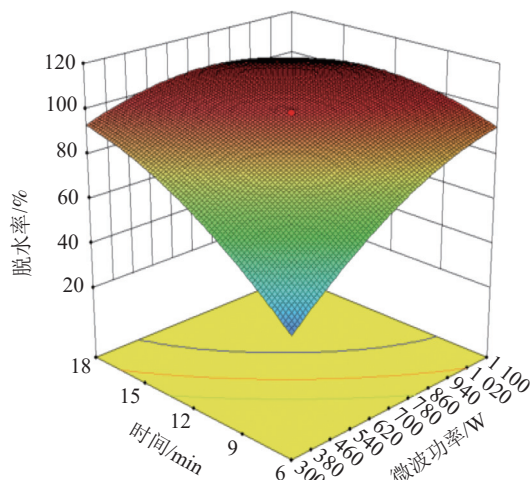
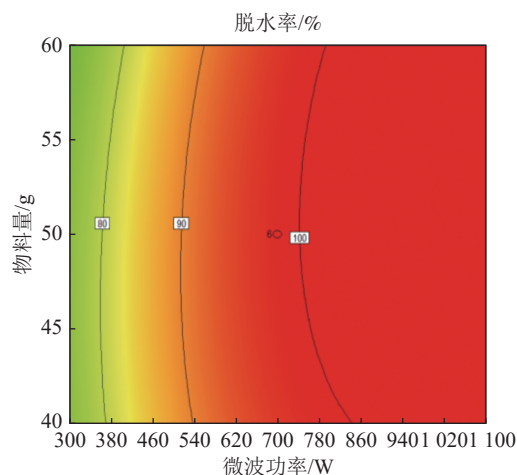
2.3.4 条件优化及验证

利用 Design Expert 软件优化赤泥干燥脱水的较佳工艺条件参数：干燥温度 100 ℃，微波功率



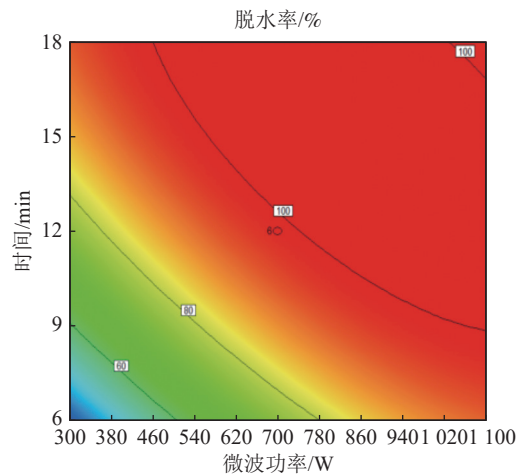
(a) 微波功率、物料量的相互作用对赤泥脱水率的影响

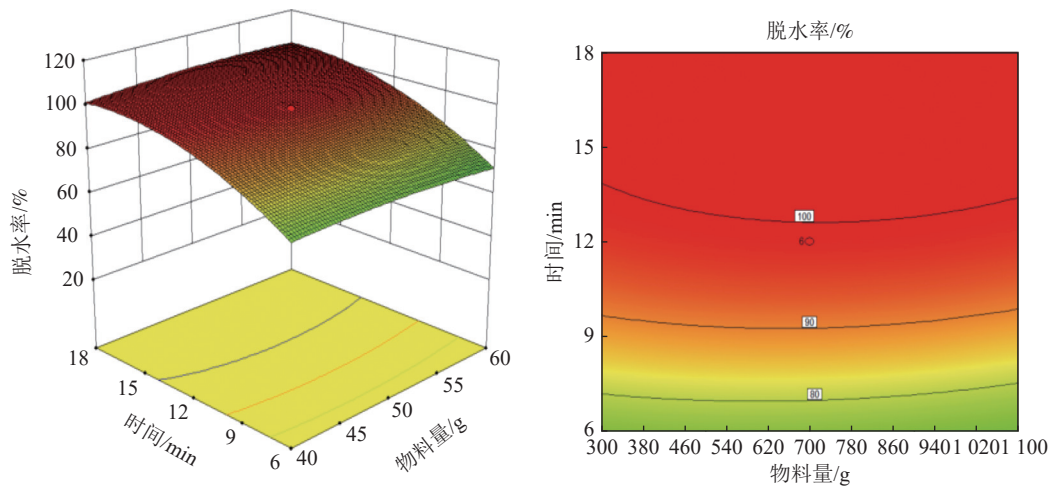
(a) Effect of the interaction of microwave power and material quantity on the dewatering rate of red



(b) 微波功率、时间的相互作用对赤泥脱水率的影响

(b) Effect of the interaction of microwave power and time on the rate of red mud dewatering





(c) 时间、物料量的相互作用对赤泥脱水率的影响
(c) Effect of the interaction of time and material quantity on the rate of red mud dewatering

图 5 微波功率、时间、物料量相互作用对赤泥脱水率的影响

Fig.5 Response surface of microwave power, drying time, material quantity and their interaction on dehydration rate of red mud

700 W, 物料量 50 g, 干燥时间 12 min, 在该条件下优化得到的赤泥脱水率为 98.58%, 基于优化条件, 进行 3 组平行干燥实验进行验证, 见表 6, 结果表明, 赤泥平均脱水率为 97.95%, 实验值和预测值较为接近, 相对误差较小, 说明该预测模型合理有效。

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	干燥温度/ ℃	干燥时间/ min	脱水率 /%	
				预测值	实验值
700	50	100	12	98.58	97.95

3 结 论

(1) 进行了微波场下赤泥的温升行为研究, 实验结果显示赤泥升温速率与微波功率成正比, 与物料量成反比。通过响应曲面设计分析了微波功率、物料量、干燥时间对赤泥脱水率的影响, 建立了各因素与脱水率之间的数学模型。结果表明, 微波功率和微波干燥时间对赤泥脱水率的影响较物料量显著。

(2) 获得微波清洁干燥赤泥响应曲面优化工艺参数: 微波干燥温度为 100 ℃, 微波功率为 700 W, 物料量为 50 g, 干燥时间为 12 min 时, 赤泥的脱水率为 97.95%, 与模型预测值 (98.58%) 较为接近。

参考文献:

[1] 吴世超, 朱立新, 孙体昌, 等. 赤泥综合利用现状及展望

[J]. 金属矿山, 2019(6):38-44.
WU S C, ZHU L X, SUN T C, et al. Comprehensive utilization status and prospect of red mud[J]. Metal Mine, 2019(6):38-44.
[2] 李义伟, 付向辉, 李立, 等. 赤泥综合回收利用研究进展及展望[J]. 稀土, 2020, 41(6):97-107.
LI Y W, FU X H, LI L, et al. Research progress on comprehensive recovery of bauxite residue: a comprehensive review[J]. Chinese Rare Earths, 2020, 41(6):97-107.
[3] ZHANG J Z, YAO Z Y, WANG K, et al. Sustainable utilization of bauxite residue (Red Mud) as a road material in pavements: a critical review[J]. Construction and Building Materials, 2021, 270(8):121419.
[4] MICHELLE P B, LUCAS F A, LARISSA S R, et al. Evaluation and application of sintered red mud and its incorporated clay ceramics as materials for building construction[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2020, 9(2):2186-2195.
[5] 李先海, 苏振楠, 谢显胜, 等. 赤泥掺合对水泥混凝土性能及微结构影响研究[J]. 轻金属, 2022(2):5-9.
LI X H, SU Z N, XIE X S, et al. Study on the effect of red mud admixture on the performance and microstructure of cement concrete[J]. Light Metals, 2022(2):5-9.
[6] Liu W C, Yang J K, Xiao B. Application of Bayer red mud for iron recovery and building material production from aluminosilicate residues[J]. Journal of Hazardous Materials, 2009, 161(1):474-478.
[7] 常军. 拜耳法赤泥综合回收铝和铁的研究[D]. 昆明: 昆明理工大学, 2018.
CHANG J. Research on comprehensive recovery of aluminum and iron from red mud by bayer process[D]. Kunming: Kunming University of Science and Technology, 2018.

- [8] 薛真, 薛彦辉, 王力. 拜耳法赤泥中铝铁的盐酸浸出过程研究[J]. *矿产综合利用*, 2018(6):139-143.
- XUE Z, XUE Y H, WANG L. Study on the hydrochloric acid leaching process of aluminum and iron from Bayer process red mud[J]. *Multipurpose Utilization of Mineral Resources*, 2018(6):139-143.
- [9] 路梦雨, 王智勇, 戴惠新, 等. 从赤泥中回收钪研究进展[J]. *矿产综合利用*, 2021(5):9-16.
- LU M Y, WANG Z Y, DAI H X, et al. Research progress of recovering scandium from red mud[J]. *Multipurpose Utilization of Mineral Resources*, 2021(5):9-16.
- [10] 李博琦, 谢贤, 纪翠翠, 等. 赤泥提钛技术研究现状与展望[J]. *矿冶*, 2020, 29(6):87-93.
- LI B Q, XIE X, JI C C, et al. Research status and prospect of titanium extraction technology from red mud[J]. *Mining and Metallurgy*, 2020, 29(6):87-93.
- [11] 高建阳. 氧化铝工业废弃赤泥直接还原技术研究[J]. *矿产综合利用*, 2011(2):37-40.
- GAO J Y. Technological research on direct reduction of obsolete red mud in alumina industry[J]. *Multipurpose Utilization of Mineral Resources*, 2011(2):37-40.
- [12] 张继军, 赵敏刚, 徐彦国. 新型组合干燥器在镍精矿干燥中的应用[J]. *化学工程*, 2009, 37(1):8-10.
- ZHANG J J, ZHAO M G, XU Y G. Application of novel combination dryer in nickel concentrate drying[J]. *Chemical Engineering (China)*, 2009, 37(1):8-10.
- [13] 茹赛红, 曾晖, 方岩雄, 等. 微波干燥和热风干燥对金萱茶叶品质影响[J]. *化工进展*, 2012, 31(10):2183-2186.
- RU S H, ZENG H, FANG Y X, et al. Effect of microwave drying and hot air drying on quality of Jin Xuan tea[J]. *Chemical Industry and Engineering Progress*, 2012, 31(10):2183-2186.
- [14] 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.
- [15] 马爱元, 郑雪梅, 孙成余, 等. 微波技术在材料制备与矿物冶金中的应用[J]. *稀有金属*, 2019, 44(10):1094-1107.
- MA A Y, ZHENG X M, SUN C Y, et al. Application of microwave technology in mineral metallurgy and material preparation[J]. *Chinese Journal of Rare Metals*, 2019, 44(10):1094-1107.
- [16] 刘璐, 魏光涛, 辛宗武, 等. 微波加热强化赤泥浸铁的研究[J]. *非金属矿*, 2019, 42(6):6-10.
- LIU L, WEI G T, XIN Z W, et al. Study on the enhancement of iron leaching from red mud by microwave heating[J]. *Non-metallic Minerals*, 2019, 42(6):6-10.
- [17] 刘成龙, 周莉莉, 夏举佩, 等. 基于响应曲面法高效浸出煤矸石中钛的工艺优化[J]. *矿产综合利用*, 2021(6):59-65.
- LIU C L, ZHOU L L, XIA J P, et al. Optimization of high-efficiency leaching of titanium from coal gangue with response surface method[J]. *Multipurpose Utilization of Mineral Resources*, 2021(6):59-65.

Optimization Study on the Microwave Drying of Red Mud Using Response Surface Methodology

ZHENG Xuemei, RAN Maokang, LUO Dengli, MA Aiyuan

(School of Chemistry and Materials Engineering, Liupanshui Normal University, Guizhou Provincial Key Laboratory of Coal Clean Utilization, Liupanshui 553004, Guizhou, China)

Abstract: As a kind of industrial waste from aluminum production, red mud is rich in valuable metal elements and has high comprehensive utilization value. The effects of microwave power and material amount on the temperature rise behavior of red mud were investigated. The results show that the heating rate of red mud is directly proportional to the microwave power and inversely proportional to material amount. Based on the single factor experiment, the optimization experiment of response surface method was carried out. The effects of microwave power, material amount and drying time on the dehydration rate of red mud were investigated respectively. The mathematical model between each factor and dehydration rate was established, and the optimization process parameters of response surface of microwave clean drying red mud were obtained: Control of microwave drying temperature was 100 °C, microwave power was 700 W, material quantity was 50 g, drying time was 12 min, dehydration rate of red mud was 97.95%, and the model prediction was similar (98.58%). The results laid a certain experimental foundation for the resource utilization of red mud.

Keywords: Red mud; Microwave drying; Dehydration rate; Response Surface