

Research on the Ratio of Coal-based Solid Waste Paste

Tian Zhou

School of Mining Engineering, Anhui University of Science and Technology, Huainan, Anhui, 232001, China

Abstract

In order to promote the green and efficient disposal of bulk coal-based solid waste in coal mines, the coal-based solid waste produced in Ningdong base, one of the hundred-million-ton coal bases, is now used as raw material to prepare paste filling materials and carry out research. The response surface regression model was established with the filling 3d as the dependent variable value and four factors as the independent variables, yielding the order of single factor significance influence as $X_3 > X_2 > X_1 > X_4$. Based on the response surface method, the best ratio is: total solid fly ash mixture is 81%, fly ash: cement is 6.5 : 1, mass fraction is 82%, coal gangue: gasification slag is 1 : 1, its 3d is 2.88MPa, 7d is 3.32MPa, providing basic parameters for the green disposal of coal-based solid waste.

Keywords

response surface method; coal-based solid waste; early strength; filling materials

煤基固废膏体充填环保材料配比研究

周甜

安徽理工大学矿业工程学院, 中国·安徽 淮南 232001

摘要

为促进煤矿大宗煤基固废的绿色、高效处置, 现以亿吨级煤炭基地之一的宁东基地所产煤基固废为原料制备膏体充填材料, 并开展研究。以充填体 σ_{3d} 为因变量值, 四种因素作为自变量建立响应面回归模型, 得出单一因素显著性影响排序为 $X_3 > X_2 > X_1 > X_4$ 。基于响应面法获得最佳配比为: 总固体下粉煤灰掺量81%、粉煤灰: 水泥为6.5 : 1、质量分数为82%、煤矸石: 气化渣为1 : 1, 其 σ_{3d} 为2.88MPa, σ_{7d} 为3.32MPa, 为煤基固废绿色处置提供基础参数。

关键词

响应面法; 煤基固废; 早期强度; 充填材料

1 引言

中国是煤炭生产和消费大国, 以煤为主体的能源格局在很长一段时间内不会改变。此外, 中国煤炭、电力、化工等行业迅猛发展相伴而生的, 是一年超过 33 亿吨的工业固废产生量, 累计堆存量超过 600 亿吨, 这一数字还在加速攀升。从亿吨级煤炭基地之一的宁东煤电基地来看, 随着宁东基地现代煤化工产业快速发展, 以粉煤灰、气化渣、煤矸石、脱硫石膏、炉底渣为主的工业固废迅速增加, 自 2016 年以来, 宁东基地年均固废增量超千万吨, 宁夏现代煤化工固废处理方式主要是填埋和外运, 大宗煤基固废以渣场填埋方式处理, 原规划建设渣场均出现库容无法满足长期填埋需求的问题, 给生态环境带来长期的压力和隐患。据宁东基地统计数据, 2010—2020 年固废产量从 440 万 t 增至 2400 万 t, 其中, 煤气化渣产量已超过 700 万 t。由于气化渣等固废处

理和利用成本高, 技术难度较大, 2020 年宁东基地固废综合利用率仅为 43%。此外, 将煤基固废作为膏体充填材料的研究成果多, 但成本高、利用能耗大, 因此开展粉煤灰基的煤基固废充填材料配比优化^[1]。论文基于响应面法设计粉煤灰基膏体充填材料试验, 对充填体的力学特性及流动性进行研究, 进而寻求满足不同性能指标的最优配合比, 为固废充填材料规模化利用和充填提供基础参数, 对改善黄河流域因采矿造成的生态环境破坏具有重要的意义。

2 原料及其物理特性

本实验所用的煤矸石微观形态呈不规则的片状和块状, 其 30.87% 的固体颗粒粒径分布为 2~5mm, 主要成分是 SiO_2 ; 脱硫石膏微观形态呈不规则的块状、棒状, 颗粒粒径分布较为均匀, 主要成分是 $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; 气化渣微观形态各不相同, 且表面不规则, 以蜂窝状形态居多, 主要成分为 SiO_2 ; 实验中所用炉底渣其质量占比 79.83% 的颗粒粒径分布为 3~7mm, 微观形态以不规则的块状和孔隙状为主, 大量含有 SiO_2 ; 实验中的硅酸盐水泥从本地市场购买, 其

【作者简介】周甜(1996—), 女, 中国安徽淮南人, 硕士, 从事矿山绿色开采理论与技术方面的研究。

54.45% 的粒径分布在 20 μm 左右, 微观形态以相对均一的球状体构成, 主要成分是 CaSiO₂ · CaO。

3 多源煤基固废膏体充填材料配比优化实验

3.1 实验方案确定

实验中采用长 × 宽 × 高为 70.7mm × 70.7mm × 70.7mm 的三联模具进行试块制备^[2], 考虑宁东矿区煤基固废堆存量, 且以粉煤灰、气化渣、煤矸石为主。此外, 大宗煤矸石破碎成本过高, 减少破碎煤矸石用量, 因此本实验使用破碎后粒径为 5mm 左右的煤矸石, 并以粉煤灰为骨料。最终取得如表 1 中的实验因素与水平。

表 1 实验设计方案中的因素及水平

因素	水平		
	-1	0	1
X_1 (总固体下粉煤灰掺量) /%	72	77	82
X_2 (粉煤灰 : 水泥)	6.5 : 1	7 : 1	7.5 : 1
X_3 (质量分数) /%	74	78	82
X_4 (煤矸石 : 气化渣)	0.7 : 1	0.85 : 1	1 : 1

按照强度测试标准要求, 以粉煤灰为骨料, 加入气化渣、煤矸石为辅料进行混合并均匀搅拌 180s, 将料浆倒入模具中并放置在振动台上震动以排出内部气泡, 然后用灰铲抹平表面, 静置后制备成 70.7mm × 70.7mm × 70.7mm 试件, 见图 1。脱模后置于温度为 20℃、湿度 95% 的恒温恒湿箱中养护, 到达 3d 及 7d 测试龄期后取出, 在单轴抗压试验机上完成试块的抗压强度测试。

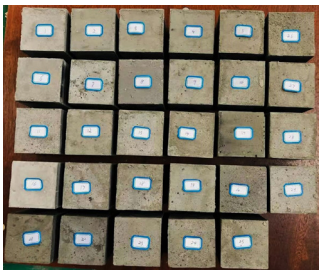


图 1 脱模后试块

3.2 实验结果

通过响应面法设计了共计 29 组实验方案及测试结果可得, 分析 29 组充填体早期抗压强度, 得出了 3d 龄期的早期抗压强度分布规律, 其中最低强度为第 17 组, 抗压强度分别为 1.14MPa, 最高强度为第六组, 抗压强度为 2.63MPa, 其中 3d 龄期下的抗压强度多分布于 1.5~2.5MPa, 而 7d 龄期的早期抗压强度多分布于 2.0~3.0MPa, 其中最低强度为第 7 组, 抗压强度分别为 1.26MPa, 最高强度为第 8 组, 抗压强度为 3.38MPa, 可以看出各方案下早期抗压强度的分布规律较为明显, 在此强度范围下的充填材料配比都将符合矿区井下大宗煤基固废充填的要求。

4 响应面法分析

4.1 响应面法下模型分析及显著性评估

基于响应面回归模型的因素与响应值之间的影响显著性, 对模型方程的误差来源分析。模型的显著性由 F 值和 P 值共同决定, F 值越大, P 值越小, 影响越显著。基于设计的 29 组充填材料配比结果, 建立膏体 3d 龄期时的早期抗压强度线性关系式:

$$Y = 1.94 + 0.13 X_1 - 0.15 X_2 + 0.60 X_3 + 0.061 X_4 \quad (1)$$

所建立的回归模型的 F 值为 13.74, $P < 0.0001$, 这说明模型回归效果显著, 其一次项、二次项与交叉项均有统计学意义, 该模型很好地拟合了实验值^[3]。运用模型判定相关系数评估回归模型的精确性和可信度, 模型判定相关系数诠释了响应面与真实值的差异程度, 对响应面法各模型拟合度分析, 评估结果见表 2, 相关系数越接近于 1, 表明模型可信度越高。其模型复相关系数 R^2 为 0.7840, 校正相关系数 R^2_{Adj} 为 0.7480, 预测相关系数 R^2_{Pred} 为 0.6775, 证实该模型精确度高。同时根据因素 F、P 值得出单因素影响显著性排序为 $X_3 > X_2 > X_1 > X_4$, 见表 3。

表 2 响应面法各模型拟合度 R^2 分析

模型来源	R^2 校正值	R^2 预测值	备注
Linear 模型	0.7480	0.6775	建议采用
2FI 模型	0.7216	0.4785	
Quadratic 模型	0.6883	0.2337	
Cubic 模型	0.7749	-1.4850	

表 3 Modified 模型实验结果方差分析

Source	Sum of Squares	Mean Square	F Value	p-value
Model	4.88	1.22	21.78	< 0.0001
X_1	0.20	0.20	3.57	0.0708
X_2	0.26	0.26	4.56	0.0432
X_3	4.38	4.38	78.19	< 0.0001
X_4	0.044	0.044	0.79	0.3821
Residual	1.34	0.056		
Lack of Fit	1.15	0.057	1.18	0.4884
Pure Error	0.19	0.049		
Cor Total	6.22			

4.2 充填材料配比寻优

考虑适合宁东矿区任家庄煤矿的低成本、高可靠性充填材料配比, 结合了膏体充填技术中膏体质量分数一般在 75 %~85 %, 结合表 1 中质量分数, 最终选定充填材料质量分数在 74%~82% 中^[4]。同时针对宁东矿区大宗煤基固废地处置现状, 基于充填体早期强度可靠性的配比方案, 对响应面法优化、拟合模块获取的三组充填材料配合比方案亦开展了早期抗压强度测试实验。后通过响应面法的 Design-

Expert 软件优化、拟合模块分析得出了充填料浆配合比最优参数组合，见表 4。

表 4 充填材料优化配合比参数

No.	总固体下 粉煤灰掺 量 /%	粉煤 灰：水 泥	质量 分数 /%	煤矸石： 煤 气 化 渣	3d 抗 压强度 (MPa)	7d 抗 压强度 (MPa)
1	81	6.5 : 1	82	1 : 1	2.88	3.32
2	81	6.5 : 1	82	0.9 : 1	2.87	3.30

基于上述实验与分析得出了各组方案试验结果，从理论分析和实验测试角度验证了回归模型的可信度，得出了适合宁东矿区大宗煤基固废处置的优化配合比为总固体下粉煤灰掺量为 81 %、质量分数为 82 %、粉煤灰：水泥为 6.5 : 1、煤矸石：气化渣为 1 : 1，对于低成本、高可靠性充填材料配合比寻优具有一定的指导意义和参考价值。

5 结论

①通过综合 3d、7d 强度及响应面法寻优得出优化充填材料配比：总固体下粉煤灰掺量为 81%，粉煤灰：水泥质量比为 6.5 : 1，质量分数为 82%，煤矸石：气化渣为

1 : 1 的配比为宁东矿区气化渣膏体充填材料综合性能配比最优组。

②基于响应面 Box-Behnken 软件设计了 29 组试验，构建了总固体下粉煤灰掺量、质量分数、粉煤灰：水泥、煤矸石：气化渣四因素与充填固结体 3d 龄期的早期抗压强度的线性关系式，其回归相关系数 R² 为 0.7840，模型拟合效果好，可靠性高。综合模型方差分析和三维响应面可知，得出了单一因素对充填体 3d 龄期的早期抗压强度影响作用显著，各因素影响显著性排序为质量分数>粉煤灰：水泥>总固体下粉煤灰掺量>煤矸石：气化渣。

参考文献

[1] 吴爱祥,王勇,王洪江.膏体充填技术现状及趋势[J].金属矿山,2016(7):1-9.

[2] 唐岳松,张令非,吕华永.煤基固废制备充填材料配比优化试验研究[J].矿业科学学报,2019,4(4):327-336.

[3] 李莉,张赛,何强,等.响应面法在试验设计与优化中的应用[J].实验室研究与探索,2015,34(8):41-45.

[4] 胡炳南.我国煤矿充填开采技术及其发展趋势[J].煤炭科学技术,2012,40(11):1-5+18.