

DOI:10.3969/j.issn.1003-5060.2024.06.013

响应曲面法优化煤浮选脱硫降灰试验研究

陈俊, 马业真, 范乐珍, 魏凤玉

(合肥工业大学 化学与化工学院, 安徽 合肥 230009)

摘要:文章以山西某浮选入料煤(ZF煤)为试验煤样,选择非离子型表面活性剂 Span20 乳化煤油作为捕收剂,并采用 Box-Behnken 响应曲面法(response surface methodology, RSM)对煤样浮选脱硫降灰工艺条件进行优化。选取捕收剂用量、起泡剂用量和抑制剂用量为 3 个主要影响因子,利用 Design Expert 8.0.6 软件对试验数据进行分析计算,拟合得到脱硫率、脱灰率、浮选完善度与 3 个影响因子之间的回归方程;得到的最佳浮选工艺条件为:捕收剂用量 300 g/t、起泡剂用量 116 g/t、抑制剂用量 123 g/t,在该工艺条件下,理论浮选脱硫率为 9.45%、脱灰率为 28.51%、浮选完善度为 17.54%。验证试验结果与理论值吻合,说明该模型有效、优化方案可信。

关键词:煤浮选;乳化煤油;表面活性剂;工艺优化;响应曲面法(RSM)

中图分类号:TD94 **文献标志码:**A **文章编号:**1003-5060(2024)06-0803-07

Experimental study on the optimization of coal flotation desulfurization and ash reduction by response surface methodology

CHEN Jun, MA Yezhen, FAN Lezhen, WEI Fengyu

(School of Chemistry and Chemical Engineering, Hefei University of Technology, Hefei 230009, China)

Abstract: Taking a flotation feeding coal (ZF coal) in Shanxi Province as the test coal sample, the optimization of coal flotation desulfurization and ash reduction process conditions was studied by the Box-Behnken response surface methodology (RSM) using non-ionic surfactant Span20 emulsified kerosene as the collector. The dosages of collector, foaming agent and inhibitor were selected as three main influencing factors. The software Design Expert 8.0.6 was used to analyze and calculate the test data, and the regression equations between the desulfurization rate, deashing rate, flotation perfection and the three influencing factors were obtained by fitting. The optimum flotation process conditions are as follows: collector dosage of 300 g/t, foaming agent dosage of 116 g/t and inhibitor dosage of 123 g/t. Under these process conditions, the theoretical flotation desulfurization rate is 9.45%, deashing rate is 28.51% and flotation perfection is 17.54%. The experimental results are consistent with the theoretical values, indicating that the model is effective and the optimization scheme is credible.

Key words: coal flotation; emulsified kerosene; surfactant; process optimization; response surface methodology (RSM)

浮选法是利用煤与矿物的表面润湿性差异对煤进行分选,影响浮选效果的因素包括浮选药剂和浮选工艺参数等,其中捕收剂是主要影响因素

之一^[1]。目前,煤油和柴油是选煤厂广泛使用的捕收剂。但随着煤质变差,单一的浮选药剂存在浮选效率低、药剂用量大等问题。因此,人们将捕

收稿日期:2021-04-06;修回日期:2021-05-07

基金项目:安徽省科技重大专项计划资助项目(17030901082)

作者简介:陈俊(1996—),男,安徽桐城人,合肥工业大学硕士生;

魏凤玉(1963—),女,江苏靖江人,博士,合肥工业大学教授,硕士生导师,通信作者, E-mail: weifyliuj@163.com.

收剂复合提高浮选选择性和煤的回收率^[2-3]。文献[4]用表面活性剂十二烷基三甲基溴化铵(DTAB)和柴油配成组合捕收剂,发现 DTAB 对低阶煤浮选有较好的促进作用;文献[5]发现带正电荷的乙二基-双(十二烷基二甲基溴化铵)与带负电荷的褐煤表面之间出现了强烈的吸引力,显著降低了褐煤的亲水性。

由于影响煤浮选的因素众多,单因素试验研究已不能揭示各因素之间的相互影响关系和工艺参数的最佳组合,也不能判定各因素对煤浮选的影响显著性水平。响应曲面法(response surface methodology, RSM)是一种将体系的响应值作为 1 个或多个因素的函数,通过对具有代表性的局部点进行试验,采用多元回归方程对试验数据分析拟合从而确定体系内响应值与各因素之间的关系,并对回归方程模型进行分析得到最佳工艺参数的试验设计方法^[6-8]。

本文以山西某浮选入料煤作为试验对象,首先研究了不同表面活性剂乳化煤油对煤浮选的影响,然后采用 Box-Behnken design(Box-Behnken design, BBD)设计试验,对捕收剂用量、起泡剂用量和抑制剂用量进行优化,并考察它们之间的交互作用,确定较佳的浮选脱硫降灰工艺条件,为煤浮选高效脱硫脱灰提供依据。

1 试验原料与方法

1.1 试验煤样

试验对象为山西某浮选入料煤(ZF 煤),煤样经研磨过 30 目筛后干燥混匀装入塑封袋密闭备用。煤样的工业分析结果见表 1 所列。

表 1 煤样的工业分析结果

名称	M_{ad}	A_{ad}	V_{ad}	FC_{ad}	$S_{t,ad}$
$\tau\omega/\%$	0.40	10.60	17.02	71.98	1.35

1.2 主要试剂与设备

主要试剂:煤油、司班 20(Span20)、吐温 80(Tween80)、十二烷基苯磺酸钠(SDBS)、十六烷基三甲基溴化铵(CTAB)、抑制剂 YC、起泡剂(自制)。

主要设备:XFD-1 单槽浮选机(江西省恒诚选矿设备有限公司)、KSW-6-12 马弗炉(上海科恒实业发展有限公司)、XHCL-700B 快速智能测硫仪(北京星皓仪器设备有限公司)、SG-400 高剪切实验室乳化机(上海尚贵流体设备有限公司)、

X'Pert Pro MPD X 射线衍射仪(X-ray diffraction, XRD)(荷兰帕纳科公司)、LR 64912C 傅里叶变换红外光谱仪(Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR)(美国 Perkin Elmer 公司)、Nano ZS90 Zeta 电位测定仪(英国马尔文公司)。

1.3 试验方法

1.3.1 浮选试验

称取 100 g 煤样加入 XFD-1 型单槽浮选机内,加水并搅拌至煤充分润湿,2 min 后加入抑制剂并搅拌 3 min,再加入捕收剂搅拌 60 s,最后加入起泡剂搅拌 10 s 后开始鼓泡刮泡,保持充气量为 $0.17 \text{ m}^3/\text{h}$,注意及时补水,保持槽内液面平衡,5 min 后刮泡结束。

1.3.2 乳化煤油的制备

将煤油、水和表面活性剂按一定比例加入乳化机内,在 $5\,000\sim 8\,000 \text{ r}/\text{min}$ 下剪切 10 min 制得乳化煤油。

1.4 煤样分析与表征

1.4.1 煤样的灰分与硫分测定

根据《煤的工业分析方法》GB/T 212—2008,采用缓慢灰化法测定煤的灰分。根据 GB/T 214—2007 中库仑滴定法测定煤样全硫质量分数。

1.4.2 Zeta 电位测定

取 0.01 g 煤样分散于 50 mL 去离子水中,滴加一定量捕收剂后,超声分散 30 min,取少许上清液进行 Zeta 电位测定。

1.4.3 结构表征

采用 LR 64912C 傅里叶变换红外光谱仪对煤样进行红外测定, KBr 压片;采用 X'Pert Pro MPD 型 X 射线衍射仪(Cu 靶辐射,电压 40 kV,电流 40 mA,扫描范围 $5^\circ\sim 90^\circ$)对煤样进行物相分析。

1.5 浮选效果评价指标

以脱硫率(η_s)、脱灰率(η_A)与浮选完善度(η_{wf})为煤浮选效果的评价指标,相关计算公式为:

$$\eta_A = \frac{A_F - A_C}{A_F} \times 100\% \quad (1)$$

$$\eta_s = \frac{S_F - S_C}{S_F} \times 100\% \quad (2)$$

$$\eta_{wf} = \frac{\gamma}{100 - A_F} \frac{A_F - A_C}{A_F} \times 100\% \quad (3)$$

其中: γ 为精煤收率; A 、 S 分别为煤的灰分和硫分的质量分数;下标 F、C 分别为原煤和精煤。

1.6 响应曲面优化设计

由前期煤浮选单因素试验可知,影响浮选效果的主要因素为捕收剂用量 X_1 、起泡剂用量 X_2 和抑制剂用量 X_3 ,当它们的用量范围分别为 200~600 g/t、80~150 g/t、80~200 g/t 时对 ZF 煤的浮选效果影响最大,据此确定了 BBD 三因素的水平,见表 2 所列。

表 2 试验因素编码与水平值

因素	变量	水平		
		-1	0	+1
捕收剂用量/(g/t)	X_1	200	400	600
起泡剂用量/(g/t)	X_2	80	115	150
抑制剂用量/(g/t)	X_3	80	140	200

2 结果与讨论

2.1 煤油乳化的影响

本研究分别采用非离子和离子型表面活性剂与煤油、水复配制成乳化煤油捕收剂,不同捕收剂的浮选试验结果如图 1 所示。

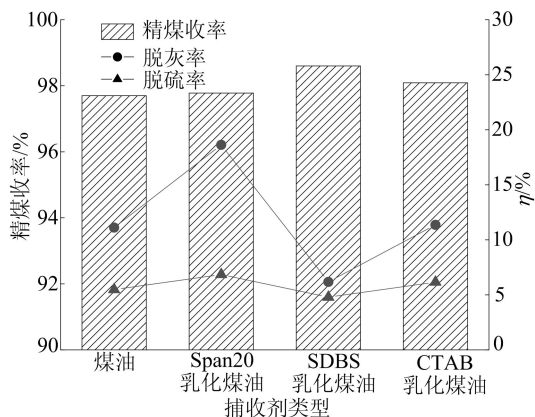


图 1 煤油与乳化煤油的浮选效果

由图 1 可知,煤油乳化后均能提高精煤收率,阳离子型表面活性剂 CTAB 乳化前后的煤油浮选效果差别并不大,而阴离子型表面活性剂 SDBS 乳化后的煤油降脱硫降灰均变差,非离子型表面活性剂 Span20 乳化后的煤油能显著提高脱灰效果。常用 Zeta 电位来评价矿物与药剂作用后浮选活性的变化,Zeta 电位绝对值降低可使浮选效果变好。本文测定了 pH 值为 7 时煤样与捕收剂作用后的 Zeta 电位,结果如图 2 所示。

与煤油相比,阴离子型表面活性剂 SDBS 使煤样荷负电增加,不利于浮选,但有利于煤粒之间的分散^[9]。阳离子型表面活性剂 CTAB 与带负电荷的煤表面之间出现了强烈的吸引力,使煤荷

大量的正电,有利于煤的浮选;但煤中的高岭石极性较强、亲水性好,在中性条件下表面荷大量的负电,阳离子表面活性剂同时也会增加捕收剂对高岭石等的吸引力,使得浮选对灰分的分离选择性变差,脱灰率降低,反而不利于浮选^[10]。Span20 乳化煤油处理后的煤样 Zeta 电位相对荷电量减少,这可能是表面活性剂上的极性基团与煤样表面的极性基团结合使煤油在煤表面更易粘附,消除了煤表面部分含氧官能团的影响,提高了浮选选择性,煤的脱灰率大大提高。文献[11]比较了煤油和乳化煤油分别作为捕收剂时的浮选效果,发现乳化煤油比煤油具有更好的选择性,煤样经乳化煤油作用后,较大程度地降低了精煤灰分。文献[12]比较了阳离子、阴离子与非离子型表面活性剂对煤浮选性能的影响,也发现非离子型表面活性剂 Flotigol CS 乳化煤油的浮选脱灰效果要好于离子型表面活性剂的。综合考虑,Span20 更适合作为煤油乳化的表面活性剂。

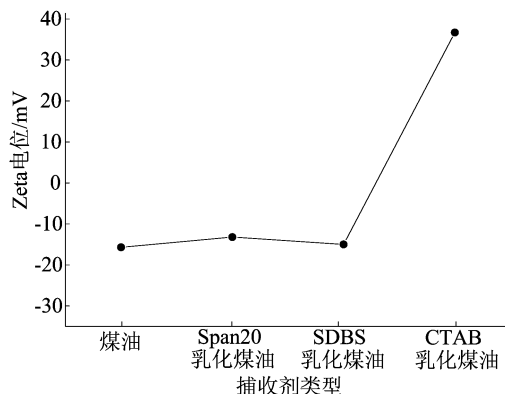


图 2 煤样与捕收剂作用后的 Zeta 电位

为了进一步分析不同捕收剂对煤浮选效果的影响,对浮选前后的煤样分别进行了 FTIR 与 XRD 表征,结果如图 3、图 4 所示。

由图 3 可知,ZF 煤在 540、470、435 cm^{-1} 波数附近分别为双硫醚、硫醇及 FeS_2 的吸收峰^[13],浮选后的精煤在这几处的吸收峰都变弱;与其他捕收剂相比,Span20 乳化煤油浮选后精煤的含硫吸收峰最弱,说明它的脱硫效果相对较好。ZF 煤在 1 040~910 cm^{-1} 处出现灰分矿物质的吸收峰^[14],Span20 乳化煤油浮选后精煤在此处的吸收峰减弱最为明显,说明其灰分矿物质含量最低,Span20 乳化煤油脱灰效果最好。

由图 4 可知,ZF 煤中的矿物质主要是高岭石 K,石英 Q 的含量较少,由于 FeS_2 的含量很低,故硫铁矿的峰很弱。经过浮选,高岭石的特征衍射

峰明显降低。特别是经过 Span20 乳化煤油捕收剂浮选后的精煤,在 2θ 为 12.32° 、 24.92° 处含高岭石的特征峰最弱,说明 Span20 乳化煤油对 ZF 煤的脱灰效果更好。

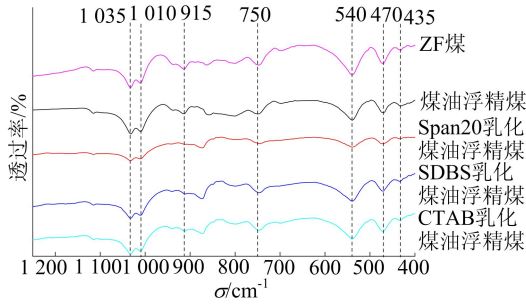


图 3 不同捕收剂浮选前后煤样的 FTIR 谱图

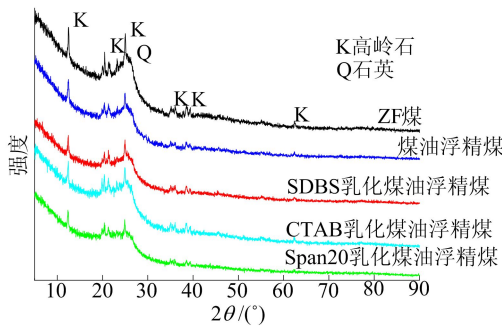


图 4 不同捕收剂浮选前后煤样的 XRD 谱图

2.2 响应曲面设计试验结果与分析

2.2.1 响应曲面设计试验结果

根据表 2 所列因素水平进行响应曲面法试验设计,给出 17 个试验组合,结果见表 3 所列。

表 3 响应曲面试验设计与结果

编号	X_1	X_2	X_3	$\eta_s/\%$	$\eta_A/\%$	$\eta_{wt}/\%$
1	200	80	140	9.89	27.74	8.50
2	200	115	200	10.47	22.50	4.60
3	600	115	80	5.11	19.34	17.02
4	400	150	80	6.40	23.42	20.05
5	200	150	140	8.71	28.07	10.89
6	400	115	140	9.69	26.87	17.89
7	400	80	200	9.85	26.65	5.34
8	400	115	140	9.30	26.35	17.98
9	400	115	140	9.69	26.20	17.45
10	600	115	200	9.11	17.95	14.38
11	600	150	140	7.17	19.72	17.96
12	400	115	140	9.85	26.23	17.45
13	400	80	80	6.25	25.38	15.22
14	400	115	140	9.47	26.70	17.83
15	200	115	80	7.56	31.19	18.41
16	400	150	200	7.75	25.14	10.59
17	600	80	140	8.33	14.42	12.57

由 Design Expert 8.0.6 软件对表 3 结果进行回归分析,以脱硫率(η_s)、脱灰率(η_A)与浮选完善度(η_{wt})为响应值,得到响应值对 3 个因素的二次多项回归式:

$$\eta_s = 9.60 - 0.86X_1 - 0.54X_2 + 1.48X_3 + 0.005X_1X_2 + 0.27X_1X_3 - 0.56X_2X_3 - 0.29X_1^2 - 0.79X_2^2 - 1.25X_3^2 \quad (4)$$

$$\eta_A = 26.47 - 4.76X_1 + 0.27X_2 - 0.89X_3 + 1.24X_1X_2 + 1.83X_1X_3 + 0.11X_2X_3 - 3.19X_1^2 - 0.79X_2^2 - 0.53X_3^2 \quad (5)$$

$$\eta_{wt} = 17.72 + 2.44X_1 + 2.23X_2 - 4.47X_3 + 0.75X_1X_2 + 2.79X_1X_3 + 0.1X_2X_3 - 2.22X_1^2 - 3.02X_2^2 - 1.90X_3^2 \quad (6)$$

2.2.2 响应曲面方差分析

对脱硫率、脱灰率以及浮选完善度的模型进行方差分析,分析结果见表 4~表 6 所列。表 4~表 6 中: $P < 0.01$ 表明项目高度显著; $P < 0.05$ 表明项目显著。

表 4 脱硫率的模型方差分析

来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值
模型	37.75	9	4.19	39.26	< 0.000 1
X_1	5.97	1	5.97	55.87	0.000 1
X_2	2.30	1	2.30	21.53	0.002 4
X_3	17.58	1	17.58	164.58	< 0.000 1
X_1X_2	0.000 1	1	0.000 1	0.000 9	0.976 4
X_1X_3	0.30	1	0.30	2.78	0.139 4
X_2X_3	1.27	1	1.27	11.85	0.010 8
X_1^2	0.35	1	0.35	3.26	0.114 1
X_2^2	2.61	1	2.61	24.44	0.001 7
X_3^2	6.58	1	6.58	61.58	0.000 1
R^2	0.980 6				
R_{adj}^2	0.955 6				

表 5 脱灰率的模型方差分析

来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值
模型	256.78	9	28.53	5.62	0.016 5
X_1	181.17	1	181.17	35.69	0.000 6
X_2	0.58	1	0.58	0.11	0.744 6
X_3	6.28	1	6.28	1.24	0.302 6
X_1X_2	6.18	1	6.18	1.22	0.306 5
X_1X_3	13.32	1	13.32	2.62	0.149 3
X_2X_3	0.05	1	0.05	0.01	0.923 3
X_1^2	42.91	1	42.91	8.45	0.022 7
X_2^2	2.63	1	2.63	0.52	0.495 2
X_3^2	1.19	1	1.19	0.24	0.642 5
R^2	0.878 4				
R_{adj}^2	0.722 1				

表 6 浮选完善度的模型方差分析

来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值
模型	363.77	9	40.42	97.39	< 0.000 1
X_1	47.68	1	47.68	114.89	< 0.000 1
X_2	39.87	1	39.87	96.08	< 0.000 1
X_3	160.12	1	160.12	385.82	< 0.000 1
X_1X_2	2.25	1	2.25	5.42	0.052 7
X_1X_3	31.19	1	31.19	75.16	< 0.000 1
X_2X_3	0.04	1	0.04	0.11	0.754 0
X_1^2	20.73	1	20.73	49.95	0.000 2
X_2^2	38.43	1	38.43	92.61	< 0.000 1
X_3^2	15.18	1	15.18	36.58	0.000 5
R^2	0.992 1				
R_{adj}^2	0.981 9				

从表 4 可以看出:脱硫率模型的 P 值小于 0.000 1,表明该模型是高度显著的;方程回归系数 $R^2=0.980 6$,说明模型拟合良好,能准确地拟合数据;变异系数能反映模型的置信度,变异系数越小代表模型的置信度越高,该模型变异系数为 3.84%,表明试验的精确度很高^[6];信噪比为 18.749>4,说明方程能较好地反映真实情况。

从单因素的影响作用来看, F 值越大表明因素的影响作用越显著^[15],可见 X_1 、 X_2 以及 X_3 对脱硫率的影响都是显著的,影响作用从大到小依次为 X_3 、 X_1 、 X_2 ;从因素间的交互作用来看, X_2 与 X_3 的交互作用对脱硫率影响显著,其他因素间的相互作用不明显。

从表 5 可以看出:该模型的 P 值为 0.016 5,小于 0.05,表明脱灰率模型是显著的;方程的回归系数 $R^2=0.878 4$,说明模型拟合度较好;模型的变异系数为 9.25%,表明试验的精确度很高;信噪比为 8.101>4,说明方程能较准确地反映真实试验。

从因素以及因素间交互作用对脱灰率的影响来看, X_1 的 P 值为 0.000 6,表明 X_1 对脱灰率影响高度显著,而 X_2 和 X_3 对脱灰率影响较小,三因素之间的交互作用对脱灰率影响也不显著。

由表 6 可知:该模型的 P 值小于 0.000 1,表明浮选完善度模型高度显著;方程的回归系数 $R^2=0.992 1$,校正系数 $R_{\text{adj}}^2=0.981 9$,说明模型对实验数据拟合度高;模型的变异系数为 4.49%,表明试验的精确度很高;信噪比为 31.384>4,说明方程能很好地反映真实试验。

从单因素的影响看, X_1 、 X_2 以及 X_3 对浮选完善度的影响高度显著,影响作用从大到小依次为 X_3 、 X_1 、 X_2 ;从因素间的交互作用来看,只有捕

收剂用量 X_1 与抑制剂用量 X_3 间的交互作用对浮选完善度影响显著。

2.2.3 因素间交互作用分析

捕收剂与起泡剂用量的交互作用。利用软件 Design Expert 8.0.6 对回归模型进行响应曲面分析,结果如图 5~图 7 所示。比较表 4~表 6 及图 5 可见,捕收剂与起泡剂用量的交互作用只对浮选完善度影响较明显。在抑制剂用量一定时,随着捕收剂与起泡剂用量持续增加,脱硫率与浮选完善度都呈先上升后下降的趋势,但增加起泡剂用量会导致脱灰率降低。这可能是由于在抑制剂用量不变的情况下,增加捕收剂与起泡剂的用量会对煤的浮选有促进作用,但随着捕收剂与起泡剂用量的增加,大量的捕收剂虽然能提升煤颗粒的疏水性,但同时也加强了高岭土、石英等矿物的疏水性,使矿物与煤表面疏水性差异降低导致对灰分的分选效果变差。另外,起泡剂用量过多会导致大量气泡夹带更多的杂质矿物上浮进入精煤,导致煤浮选效果变差^[16]。

捕收剂与抑制剂用量的交互作用。由图 6 与表 4~表 6 可知,捕收剂与抑制剂用量之间的交互作用对浮选完善度影响最大。当起泡剂用量为 115 g/t 时,随着抑制剂用量降低、捕收剂用量增加,浮选完善度呈先上升后下降趋势,这是由于降低抑制剂用量和增加捕收剂用量有利于煤的浮选,精煤产率大幅增加导致浮选完善度增加,而过少的抑制剂和过多的捕收剂也会导致脱灰效果变差,导致浮选完善度降低。同理,随着抑制剂用量的增加,脱硫率也呈现先上升后降低的趋势。图 6 中,抑制剂用量所对应的脱灰率曲线相对较为平缓,说明抑制剂用量对脱灰率影响不明显。

起泡剂与抑制剂用量的交互作用。由图 7 和表 4~表 6 可知,起泡剂用量和抑制剂用量对脱硫率影响的响应曲面较陡,说明起泡剂用量与抑制剂用量间的交互作用对脱硫率影响较大。当捕收剂用量为 400 g/t 时,随着抑制剂用量增大,起泡剂用量减小,脱硫率逐渐增大。但抑制剂用量增大,也会导致浮选完善度降低,这是由于抑制剂不仅抑制高岭土、石英等杂质矿物的上浮,也抑制了煤的上浮,煤与矿物的表面润湿性差异减小导致两者分离效果变差,促使煤浮选脱灰率下降,抑制剂用量过大也导致精煤收率降低,因此浮选完善度大幅降低。而图 7 中抑制剂用量与起泡剂用量对脱灰率影响的响应曲面较为平缓,说明它们对脱灰率的交互影响不明显^[15]。

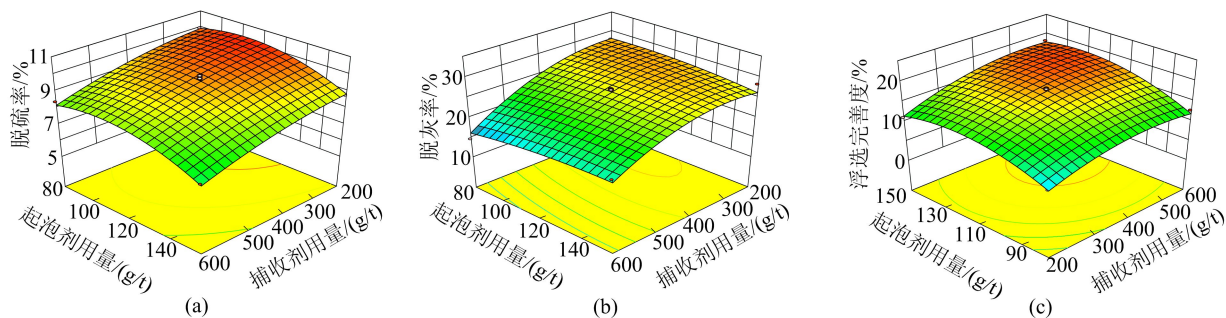


图 5 起泡剂和捕收剂用量对脱硫率、脱灰率、浮选完善度影响的响应曲面图

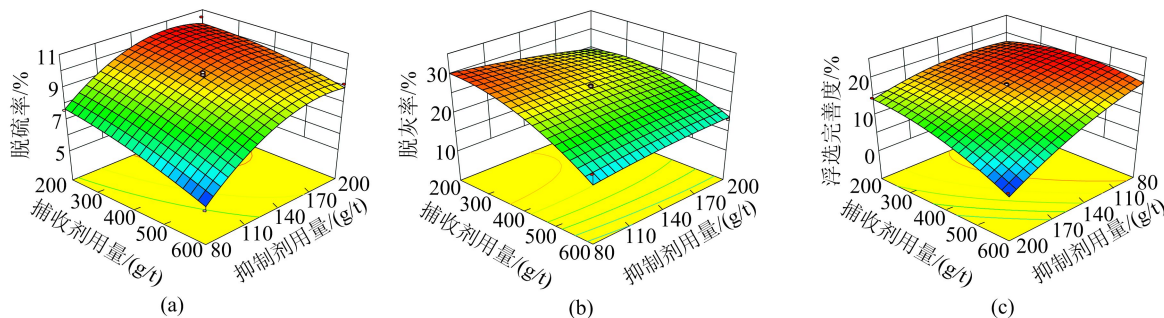


图 6 捕收剂和抑制剂用量对脱硫率、脱灰率、浮选完善度影响的响应曲面图

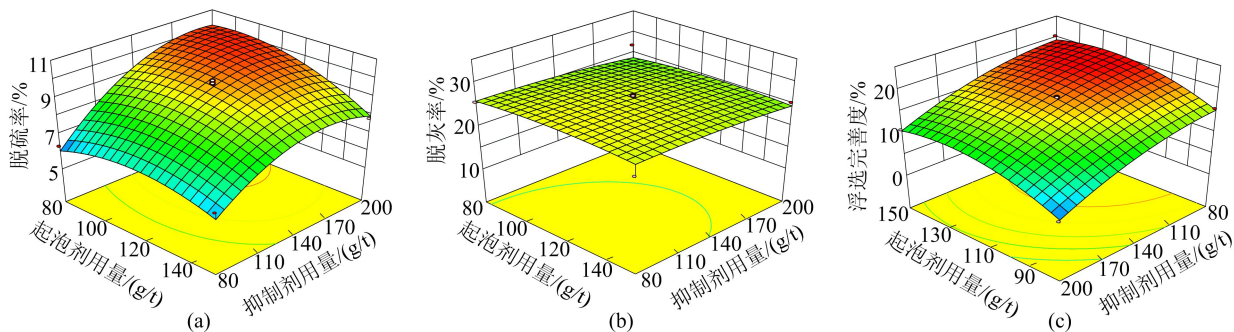


图 7 起泡剂和抑制剂用量对脱硫率、脱灰率、浮选完善度影响的响应曲面图

2.3 浮选工艺条件的优化及验证

综合脱硫率、脱灰率和浮选完善度 3 个浮选指标,利用 Design Expert 8.0.6 软件优化分析浮选入料煤的脱硫降灰工艺,优化结果为:捕收剂用量 300 g/t、起泡剂用量 116 g/t、抑制剂用量 123 g/t,在此工艺条件下,预测煤浮选脱硫率为 9.45%、脱灰率为 28.51%、浮选完善度为 17.54%。为验证模型的精确性,在最优条件下进行 3 组重复验证试验,结果见表 7 所列。

表 7 最优条件的验证试验结果

试验编号	X_1	X_2	X_3	$\eta_s/\%$	$\eta_A/\%$	$\eta_{wi}/\%$
1	300	116	123	9.70	28.67	17.75
2	300	116	123	9.70	28.14	17.95
3	300	116	123	9.32	27.49	17.40

由表 7 可知,实际脱硫率、脱灰率和浮选完善度的平均值分别为 9.57%、28.10%、17.70%,与理论值的误差分别为 1.3%、1.5%、0.9%,理论值与试验值相差较小,说明响应曲面法优化得到的煤浮选脱硫降灰工艺条件是可靠的。

2.4 优化工艺条件下浮选前后的煤样表征

为进一步说明优化工艺条件下煤样的浮选脱硫降灰效果,对 ZF 煤和浮选后的精煤、尾煤进行 FTIR 和 XRD 表征。

ZF 煤和浮选后精煤、尾煤的 FTIR 谱图如图 8 所示。从图 8 可以看出:ZF 煤波数在 540、470、435 cm^{-1} 处分别为双硫醚、硫醇和 FeS_2 的吸收峰,浮选后的精煤在这几处的吸收峰明显变弱,尾煤在此处的吸收峰变强,说明浮选脱除了 ZF 煤中部分硫分,并富集在尾煤中;ZF 煤波数在 104~91 cm^{-1} 处出现灰分矿物质的吸收峰,浮选

后精煤在此处的吸收峰强度明显变弱,尾矿吸收峰变强,说明 ZF 煤的灰分脱除较为明显。

优化工艺条件下浮选前后煤样的 XRD 谱图如图 9 所示。由图 9 可知,ZF 煤中的矿物质主要是高岭石 K,含有少量的石英 Q。经过浮选,精煤中石英和高岭石的特征衍射峰明显变弱,尾煤中石英和高岭石的特征衍射峰显著增强,说明浮选脱除了 ZF 煤中一部分灰分,并富集在尾煤中。

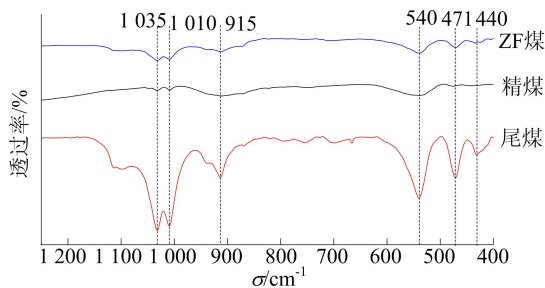


图 8 优化工艺条件下浮选前后煤样的 FTIR 谱图

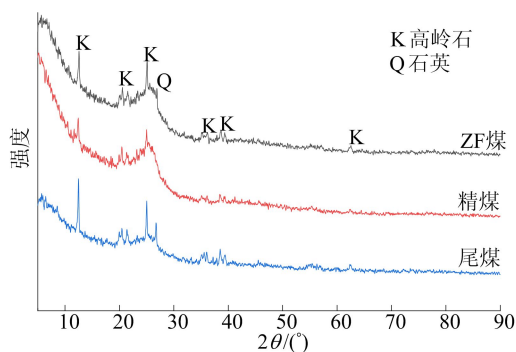


图 9 优化工艺条件下浮选前后煤样的 XRD 谱图

3 结 论

相对于 SDBS 和 CTAB 离子型表面活性剂,非离子型表面活性剂 Span20 乳化煤油的浮选效果更好,这可能是由于 Span20 乳化煤油能有效降低煤样表面荷电量,消除了煤表面部分含氧官能团的影响,提高了浮选选择性。

方差与响应曲面分析发现,捕收剂用量、起泡剂用量和抑制剂用量对浮选效果的影响作用明显,其中,抑制剂用量的影响最大,其次是捕收剂和起泡剂用量。捕收剂和抑制剂用量对浮选完善度有显著的交互作用,起泡剂和抑制剂用量对脱硫率有显著的交互作用。

综合脱硫率、脱灰率和浮选完善度 3 个评价指标,确定了最佳的浮选工艺为捕收剂用量

300 g/t、起泡剂用量 116 g/t、抑制剂用量 123 g/t,此条件下的脱硫率、脱灰率、浮选完善度分别为 9.57%、28.10%、17.70%,与模型预测值吻合较好。

[参 考 文 献]

- [1] WEN B,FXIA W,CSOKOLOVIC J M. Recent advances in effective collectors for enhancing the flotation of low rank/oxidized coals[J]. Powder Technology,2017,319:1-11.
- [2] 于伟,李振,刘莉君,等. 煤泥浮选复合药剂开发及分选提质[J]. 西安科技大学学报,2019,39(1):138-144.
- [3] 马克玉,宋书宇,樊民强. 表面活性剂 SPAN80 对煤泥浮选促进作用的研究[J]. 选煤技术,2011(3):8-11.
- [4] ZHANG R,XIA Y C,GUO F Y,et al. Effect of microemulsion on low-rank coal flotation by mixing DTAB and diesel oil[J]. Fuel,2020,260:1-6.
- [5] LIU S Y,LIU X Y,GUO Z Y,et al. Wettability modification and restraint of moisture re-adsorption of lignite using cationic gemini surfactant[J]. Colloids & Surfaces A Physicochemical & Engineering Aspects,2016,508:286-293.
- [6] 郝成亮,郭金玉,初荣,等. 基于响应面法的长焰煤浮选工艺模型及因子作用分析[J]. 矿业科学学报,2019,4(6):547-557.
- [7] 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.
- [8] 何为,薛卫东,唐斌. 优化试验设计方法及数据分析[M]. 北京:化学工业出版社,2017:218-237.
- [9] 刘莉君,于伟. 复合 ZM 药剂对难选煤浮选强化的机理[J]. 中国矿业,2015,24(10):155-159.
- [10] ZHEN K K,ZHANG H J,ZHENG C L. Wettability modification and flotation intensification of low-rank coal with dodecyltrimethylammonium chloride addition[J]. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry,2019,137:2007-2016.
- [11] 解维伟,陈慧响,曹国强,等. 乳化煤油脱硫降灰效果实验研究[J]. 煤炭技术,2014,33(12):312-314.
- [12] CEBECI Y. The investigation of the floatability improvement of Yozgat Ayrdam lignite using various collectors[J]. Fuel,2002,81:281-289.
- [13] 田全志. 含氧捕收剂在低阶煤浮选中的应用研究[D]. 北京:中国矿业大学(北京),2017.
- [14] 郭丽敏. 高灰细粒难浮煤泥浮选工艺研究[D]. 太原:太原理工大学,2014.
- [15] 牛福生,赵亚伟,张晋霞,等. 响应曲面法优化高灰难选煤泥浮选试验研究[J]. 中国矿业,2020,29(6):92-96.
- [16] 朱振娜,张海军,杨露. 川东矿区高硫煤浮选脱硫试验研究[J]. 选煤技术,2017,36(11):312-315.

(责任编辑 闫杏丽)