

基于响应面法的煤矸石充填料浆流变特性实验研究

孙凯华^{1,2}, 胡彦飞^{3,4}, 赵旭^{1,5}

1. 中煤科工集团北京土地整治与生态修复科技研究院有限公司, 北京 100013;
2. 中煤科工生态环境科技有限公司, 北京 100013;
3. 陕西中能煤田有限公司, 陕西 榆林 719000;
4. 榆林市榆阳中能袁大滩矿业有限公司, 陕西 榆林 719000;
5. 煤炭科学研究总院, 北京 100013

中图分类号: TD823.7 文献标识码: A 文章编号: 1001-0076(2024)02-0011-11
DOI: 10.13779/j.cnki.issn1001-0076.2024.02.002

摘要 为了使煤矸石料浆满足管道输送的工艺要求, 需研究其流动性。采用榆林袁大滩矿煤矸石制备成不同质量分数料浆开展流变特性实验, 利用 Box-Behnken Design 设计试验并用响应面法分析煤矸石固料质量分数、颗粒级配和静置时间三个因素对煤矸石充填料浆流变特性指标的影响。实验分析得到的最优煤矸石浆体配合比为: 固料质量分数 72%, 颗粒级配为 4.75~1.18 mm 粒级占 30%, 1.18~0.425 mm 粒级占 40%, 0.425~0.075 mm 粒级占 10%, 小于 0.075 mm 粒级占 20%。该料浆的屈服剪切应力范围为 103.02~131.645 Pa, 塑性黏度的范围为 0.54~0.64 Pa·s, 且此配合比随着静置时间的增加固料沉降量增加较小, 是较为合理的煤矸石浆体料浆配比。

关键词 煤矸石浆体; 流变特性; 配合比; 响应面法

引言

煤矸石是煤炭在生产过程中排出的含炭岩石, 是我国排放量巨大的工业固体废弃物之一。目前, 我国煤矸石总存放量超过 70 亿 t, 煤矸石堆积占用大量土地资源, 且仍以 6~7.5 亿 t/a 的排放量增加^[1]。大量的煤矸石堆积会造成水土流失、地表下沉、煤矸石自燃、大气污染等一系列问题。

为解决以上问题, 实现煤矸石的安全、高效、绿色化处置, 可利用煤矸石制备浆体材料充填采空区。将煤矸石破碎后与水混合制备成浆体材料, 充填到井下采空区, 成为煤矸石无害化规模处置新的技术手段, 是实现煤炭绿色开采的重要途径之一。ZHANG 等^[2]分析得知充填料浆能否稳定地输送到采空区跟输送速度及水平管道的长度有关, 并通过模拟分析表明: 料浆在 3.82 m/s 的水平管道输送速度下, 料浆垂直脉动速度分量 38.3 cm/s 大于煤矸石的干涉沉降速度 0.99 cm/s, 能够输送到采空区; YANG 等^[3-5]通过测试煤矸石料浆的流变性能、流动度及流动时间, 通过探讨三个因素的相互影响规律表明: 水矸比是煤矸石料

浆流变性能的主控因素, 煤矸石料浆在水矸比为 1.0 时符合 Herschel-Bulkley 模型, 颗粒粒径会影响料浆的屈服应力和塑性黏度, 屈服应力为 2.5~3.6 Pa。ZHU 等^[6-9]对以煤矸石为固料制成的浆体材料的管道充填技术进行了研究与工程应用, 初步形成了煤矿固体废弃物浆体充填技术架构^[10-14]。目前针对浆体充填材料制备缓存、浆体材料长距离输送及流变特性、采空区充填处置等方面的研究仍不完善, 其中: 固料质量分数超过 60% 的浆体, 其质量分数、颗粒级配和静置时间对流变参数的影响等领域的研究尚属空白, 严重制约浆体充填技术在煤矸石固废处置领域的发展。

煤矸石浆体材料的固料质量分数(固体浓度)及流动性直接影响料浆的输送性能, 如果制备的料浆质量分数过高, 则管道输送阻力大; 料浆质量分数如果过低, 则易发生分层离析现象造成粗颗粒大量沉降, 在料浆输送过程中, 容易发生堵管现象。因此, 要掌握料浆在充填管路中的流动状态, 对其流变特性进行研究就非常有必要, 本文通过对煤矸石不同质量分数料浆开展流变特性实验, 明确煤矸石充填料浆流变参

收稿日期: 2024-03-06

基金项目: 中国煤炭科工集团有限公司重点项目(2022-2-ZD004; 2023-TD-ZD004)

作者简介: 孙凯华(1982—), 男, 河南长葛人, 博士, 研究员, 主要从事采煤沉陷区及矿区生态环境治理技术研究工作, E-mail: skh-533@163.com。

数(屈服剪切应力和塑性黏度)与煤矸石质量分数、颗粒级配和静置时间的相关性,研究这三个因素对料浆流变变化的影响,为充填管路的设计和布置、充填料浆的配合比确定和制备、以及充填系统运行参数的确定等提供依据。

1 实验材料与方法

1.1 实验材料

实验材料主要为煤矸石和水,煤矸石取自陕西榆林袁大滩煤矿的煤矸石仓。实验仪器主要包括:小型破碎机、角磨机和 R/S 型四叶桨式旋转流变仪。

经分析测试,煤矸石含水率 5.8%,表观密度 2.25 t/m³。主要矿物组成为:石英 39.6%、高岭石 2.7%、伊利石 4.1%、绿泥石 11.6%、微纹长石 17.8%、钠长石 10.6%、方解石 13.6%,石英是煤矸石中最主要的矿物。经 X 射线荧光光谱成分分析,样品的化学组成为 SiO₂ 含量占 42.13%、Al₂O₃ 含量占 16.03%、Fe₂O₃ 含量占 9.89%。

1.2 实验方法

将煤矸石破碎后与水混合制备成不同质量分数、颗粒级配的料浆,进行颗粒级配特征指标分析,并对不同质量分数、颗粒级配的料浆开展流变特性实验,对不同剪切速率下的剪切应力曲线进行拟合,分析质量分数、颗粒级配和静置时间对流变参数的影响,得到最优料浆质量分数与级配。

采用响应面法(Response Surface Method, RSM),处理实验数据,Box-Behnken Design(简称 BBD)中心组合设计法是一种响应曲面设计类型,可优化多个响应变量,获得多响应变量的最优方案。因此利用 BBD 中心组合设计法分析质量分数、颗粒级配和静置时间三个因素对料浆流变参数屈服剪切应力和塑性黏度的敏感程度,并通过二次回归方程对各因素进行拟合,得到基于响应面法拟合的最优质量分数和颗粒级配。

1.3 流变特性实验原理

屈服应力与黏度是表征料浆流变的 2 个基本参数,浆体黏度与固体颗粒的粒度分布、质量分数、固体颗粒形状、悬浮剂使用量、液体分子间的动量交换等因素影响等有关^[15-19]。当料浆质量分数达到一定程度时,料浆变黏,料浆的运动状态呈“柱塞”整体移动。国内外研究证实,高质量分数料浆流变模型宜采用 Hershel-Bulkley(H-B)模型,方程式为^[20]:

$$\tau = \tau_0 + \mu \gamma^n \quad (1)$$

式中: τ 为剪切应力,Pa; γ 为剪切速率,s⁻¹; μ 为表观黏

度,Pa·s; τ_0 为初始屈服应力,Pa; n 为流态性指数。当 $n=1$ 、 $\tau_0=0$ 时,为牛顿体;当 $n=1$ 、 $\tau_0>0$ 时,为宾汉姆体;当 $n>1$ 时,为膨胀体;当 $n<1$ 时,为伪塑性体。流变模型主要用来研究剪切应力和应变速率及时间之间的关系,从而建立本构方程或流变状态方程。

2 实验步骤

2.1 料浆制备

将煤矸石采用小型破碎机和角磨机破碎至 4.75 mm 以下,筛分为 4.75~1.18 mm、1.179~0.425 mm、0.424~0.075 mm、<0.075 mm 四种粒级,依次标注为粒级 1~粒级 4,按表 1 所示配制四种级配方案。

表 1 固料级配方案

Table 1 Aggregate grading scheme

方案粒径	粒级 1	粒级 2	粒级 3	粒级 4
级配 1	40%	30%	20%	10%
级配 2	35%	35%	15%	15%
级配 3	30%	40%	10%	20%
级配 4	25%	25%	25%	25%

将以上四种级配方案的固料与水混合搅拌均匀分别制备成质量分数为 60%、65%、70% 和 75% 的四种浆体,共计 16 组浆体配合比,进行浆体流变特性测试。

2.2 流变参数测定

为保证充填料浆的长距离管道输送,需揭示料浆静置时间对料浆流变参数的影响,充填料浆从进入管路到流出管路时长一般为 30~60 min,考虑四种料浆静置时间的情形,静置时间拟定为 0 min、20 min、40 min 和 60 min,对相应配比和质量分数的 16 组料浆进行测试并记录其对应的流变参数。

利用流变仪采用控制剪切速率的方式进行剪切流变实验,测试时将转子置于 500 mL 的烧杯中,以变化的剪切速率旋转,每种配比 3 次配浆测试,并取均值以减小误差,每 2 s 采集一个数据点,共采集 100 个数据点,实时记录相应的剪切应力值和表观黏度值,剪切速率范围 0~150 s⁻¹,时间为 200 s。

3 数据处理与分析

3.1 颗粒级配特征分析

通过激光粒度仪对不同级配方案的试样进行级配测定,计算得到的颗粒级配特征值如表 2 所示。由中值粒径可知级配方案 1 到级配方案 4 粒径逐渐变小。

以上四种不同级配方案的粒径级配特征指标表

表 2 粒径级配特征指标

Table 2 Characteristic indices of particle size grading

编号	$d_{10}/\mu\text{m}$	$d_{60}/\mu\text{m}$	$d_{30}/\mu\text{m}$	$d_{90}/\mu\text{m}$	中值粒径 $d_{50}/\mu\text{m}$	不均匀系数 C_u	曲率系数 C_c
级配 1	35	340	1 200	3 350	835	34.3	2.75
级配 2	15	300	1 050	3 190	750	70.0	5.71
级配 3	85	270	960	3 000	680	11.3	0.89
级配 4	55	80	625	2 750	380	11.4	0.19

明: 基于土力学指标的方案 1 和方案 3 级配良好, 但土力学对级配的判断主要是评估其压实性能, 可用于对充填后的料浆压缩沉降特性进行评估, 仅靠以上级配指标无法评估管道输送中料浆的流变性能, 应当通过对料浆进行流变实验进一步分析。

3.2 流变参数拟合

基于 Hershel-Bulkley 模型, 通过对不同质量分数、不同级配以及不同静置时间下的 64 组流变实验结果进行拟合, 得到 64 组实验的流变参数, 如表 3、表 4 所示。

表 3 质量分数 60%、65% 下的充填料浆流变参数

Table 3 Rheological parameters of filling paste at 60% mass fraction

静置时间/min	流变指标	质量分数 60%				质量分数 65%			
		级配 1	级配 2	级配 3	级配 4	级配 1	级配 2	级配 3	级配 4
0	$\mu/(\text{Pa}\cdot\text{s})$	0.072	0.081	0.071	0.051	0.145	0.149	0.213	0.147
	τ_0/Pa	1.777	3.512	5.245	5.74	12.211	5.832	11.593	22.36
	n	1	1	1	1	1	1	1	1
	R^2	0.963	0.952	0.943	0.88	0.851	0.987	0.95	0.949
20	$\mu/(\text{Pa}\cdot\text{s})$	0.042	0.384	0.054	0.058	0.11	0.945	0.156	0.111
	τ_0/Pa	6.691	8.412	9.064	12.151	15.739	10.143	25.161	18.904
	n	1	0.503	1	1	1	0.527	1	1
	R^2	0.731	0.875	0.928	0.97	0.68	0.949	0.947	0.984
40	$\mu/(\text{Pa}\cdot\text{s})$	0.889	0.537	0.426	0.065	0.126	0.623	0.159	0.101
	τ_0/Pa	0.559	7.294	14.589	9.978	18.314	16.35	32.724	20.899
	n	0.48	0.495	0.607	1	1	0.546	1	1
	R^2	0.926	0.884	0.944	0.989	0.998	0.899	0.942	0.99
60	$\mu/(\text{Pa}\cdot\text{s})$	1.441	0.351	0.263	0.1	0.898	1.484	1.643	0.626
	τ_0/Pa	1.682	6.393	11.625	9.044	20.394	10.804	20.666	17.029
	n	0.33	0.586	0.697	1	0.671	0.402	0.474	1
	R^2	0.793	0.864	0.975	0.985	0.922	0.961	0.968	0.989

由流变参数及拟合结果可知, 煤矸石料浆的剪切应力随着剪切速率的增加而增大, 表明煤矸石料浆在流动的过程中表现为宾汉姆体的特性, 还有部分料浆可能随着静置时间的增加, 浆体物料沉降增大, 料浆此时更接近于具有屈服应力的伪塑性体的性质。根据拟合曲线方程得到 64 组实验的屈服剪切应力和塑性黏度的拟合值。

3.3 单因素影响分析

3.3.1 质量分数的影响

随着料浆质量分数的增大, 屈服剪切应力和塑性黏度增加; 料浆的质量分数越小, 料浆内部的颗粒数

量过少导致颗粒间的相互接触机率减小, 颗粒间的絮凝作用形成的网状结构就少, 大颗粒随着时间的增加容易沉降, 增加堵管的风险。

通过分析实验结果并结合图 1、图 2 可知, 当静置时间为零时, 不同级配方案的料浆受到质量分数的影响规律是一致的, 剪切应力和塑性黏度都会随着质量分数的增加而增大。级配方案 2、3、4 随着质量分数的增加, 屈服应力及塑性黏度均呈指数增大, 存在一个“拐点”质量分数, 即一旦超过该质量分数值, 流变参数急剧增加, 在本实验中, 该“拐点”质量分数介于 70%~75% 之间。固体质量分数的增大, 意味着颗粒数目的增多, 浆体受到更大的阻力, 表现为黏度增大。同时, 随着颗粒数目的增多, 其相互接触的

表 4 质量分数 70%、75% 下的充填料浆流变参数
Table 4 Rheological parameters of filling paste at 60% mass fraction

静置时间/min	流变指标	质量分数 70%				质量分数 75%			
		级配 1	级配 2	级配 3	级配 4	级配 1	级配 2	级配 3	级配 4
0	$\mu/(\text{Pa}\cdot\text{s})$	0.472	0.284	0.365	0.782	0.675	0.886	1.043	1.921
	τ_0/Pa	32.247	26.501	38.863	79.573	129.522	213.562	237.217	283.754
	n	1	1	1	1	1	1	1	1
	R^2	0.964	0.974	0.975	0.964	0.903	0.939	0.971	0.982
20	$\mu/(\text{Pa}\cdot\text{s})$	0.913	0.302	0.375	0.527	0.43	1.094	1.076	1.373
	τ_0/Pa	52.86	30.291	46.485	109.115	185.069	150.322	238.222	414.154
	n	0.83	1	1	1	1	1	1	1
	R^2	0.891	0.972	0.98	0.959	0.788	0.97	0.969	0.966
40	$\mu/(\text{Pa}\cdot\text{s})$	0.454	0.293	0.342	0.576	0.462	0.705	0.912	1.454
	τ_0/Pa	49.493	35.415	55.089	110.05	120.564	216.489	256.454	442.57
	n	1	1	1	1	1	1	1	1
	R^2	0.93	0.967	0.964	0.965	0.862	0.93	0.952	0.96
60	$\mu/(\text{Pa}\cdot\text{s})$	0.401	0.231	0.317	0.342	0.434	0.822	0.85	1.6
	τ_0/Pa	48.603	45.839	50.116	130.457	114.887	156.438	252.082	442.887
	n	1	1	1	1	1	1	1	1
	R^2	0.925	0.958	0.981	0.93	0.835	0.944	0.944	0.949

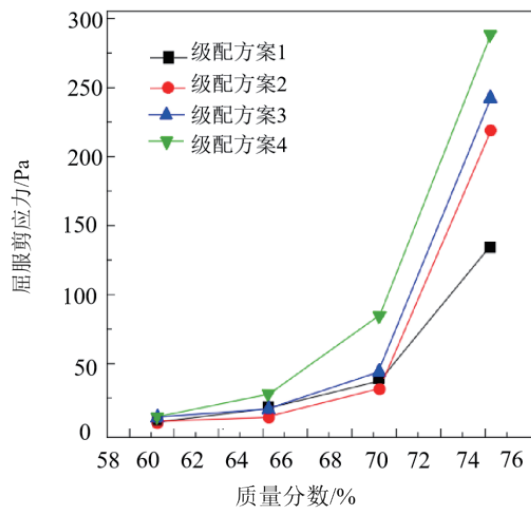


图 1 质量分数对屈服剪切应力的影响
Fig. 1 Effect of mass fraction on yield-shear stress

概率增大,则絮凝作用导致的网状结构越发育,造成屈服应力增大。

3.3.2 级配的影响

固料级配对流变参数的影响主要体现在细粒含量多少和粗细颗粒比例的分布,当细颗粒的含量较少时,随着细颗粒的增多,料浆的流动性随着粗颗粒间的孔隙被填充而逐渐变好,黏度也有所下降。当料浆中的细粒级含量达到一定范围时,粗颗粒间的孔隙被完全填充,料浆的流动性得到改善,黏度达到最低,随着细颗粒含量继续增大,增多的细颗粒将会堆积在有

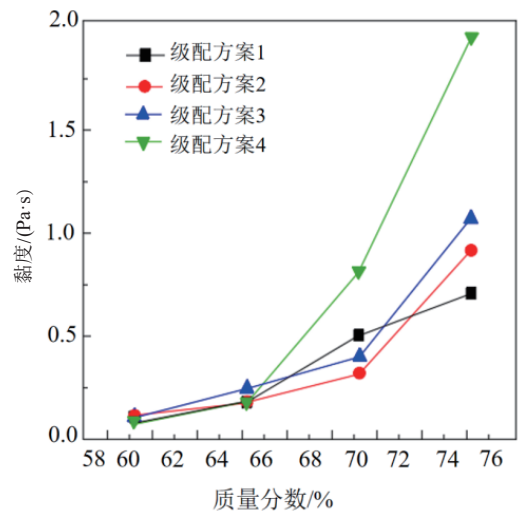


图 2 质量分数对塑性黏度的影响
Fig. 2 Effect of mass fraction on plastic viscosity

效流动的料浆中,使得有效流动部分的质量分数增加,黏度进而增大^[5,20-22]。

本次流变实验级配方案 1 到级配方案 4 粒径逐渐变小,细粒含量逐渐增加,且各级配间不均匀系数和曲率系数分别为 34.3/2.75, 70.0/5.71, 11.3/0.89, 11.4/0.19。通过分析实验结果并结合图 3、图 4 可知,当质量分数为 70% 时,随着细粒含量的增加,屈服剪切应力与塑性黏度先增大后减小,15%~20% 为理想范围;再从不均匀系数和曲率系数的角度分析,方案 3 级配良好,且不缺乏某一中间粒径,因此级配 3 为最优级配。

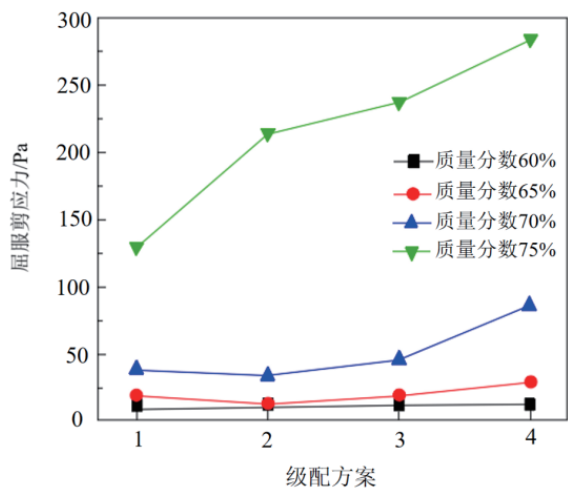


图 3 粒径级配对屈服剪切应力的影响
Fig. 3 Effect of particle size grading distribution on yield-shear stress

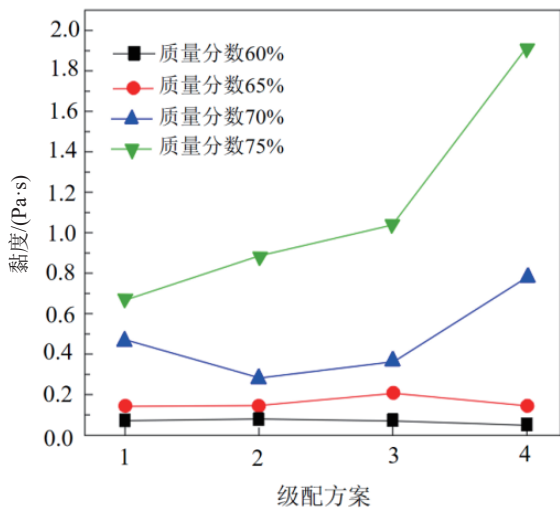


图 4 粒径级配对塑性黏度的影响
Fig. 4 Effect of particle size grading distribution on plastic viscosity

3.3.3 静置时间的影响

为了揭示料浆静置时间对料浆流变参数的影响,每隔 20 min 对相应配比和质量分数的 12 组料浆进行流变参数测试,静置时间分别为 0 min、20 min、40 min 和 60 min。

实验结果表明,质量分数为 60%、65% 的浆体,经过 20、40、60 min 的静置后,剪切应力和表观黏度明显增加,由于这两种质量分数的浆体物料过少,无法形成稳定的网状结构来包裹大颗粒,管道输送易堵塞。级配方案 3 质量分数为 70% 和 75% 的浆体随着静置时间的增加,剪切应力和表观黏度的变化都不大,浆体结构稳定,流变性能良好。

3.3.4 实验结论

综合质量分数对流变参数、级配方案 and 不同静置时间料浆的沉降分析结果表明:实验分析所选取的质

量分数范围为 70%~75%,最优级配为方案 3(4.75~1.18 mm 粒级占 30%,1.18~0.425 mm 粒级占 40%,0.425~0.075 mm 粒级占 10%,<0.075 mm 粒级占 20%)。

3.4 响应面法优化分析

3.4.1 响应面实验设计

通过全面实验分析确定了 64 组实验中的最佳质量分数和级配范围,为确定最优值采用响应面法对其进行了优化分析。

响应面设计考虑质量分数 *A*、级配方案 *B* 和静置时间 *C* 三种因素对屈服剪切应力 *D* 和塑性黏度 *E* 的影响,并按照单因素实验结果,将其分为高、中、低三个水平。参数取值范围和因素水平见表 5。

表 5 响应面实验的因素和水平
Table 5 Factors and levels of response surface test

影响因素	因素	水平		
		-1	0	1
质量分数/%	<i>A</i>	65	70	75
级配方案	<i>B</i>	2	3	4
静置时间/min	<i>C</i>	0	20	40

根据 Box-Behnken 中心组合设计的实验原理和单因素实验结果,取屈服剪切应力 *D* 和塑性黏度 *E* 为考察指标(响应值),进行 3 因素 3 水平共 17 个实验点的响应面分析实验(见表 6)。17 个实验点可分为析

表 6 实验方案及结果
Table 6 Test scheme and results

编号	质量分数 /%- <i>A</i>	级配方案- <i>B</i>	静置时间 /min- <i>C</i>	屈服剪切应力 /Pa- <i>D</i>	塑性黏度 /Pa·s- <i>E</i>
1	70	3	20	46.485	0.375
2	65	3	40	32.724	0.159
3	70	4	0	79.573	0.782
4	75	3	0	237.217	1.043
5	65	2	20	10.143	0.945
6	70	3	20	46.485	0.375
7	70	3	20	46.485	0.375
8	75	4	20	414.154	1.373
9	70	2	40	35.415	0.293
10	75	3	40	256.454	0.912
11	65	3	0	11.593	0.213
12	75	2	20	150.322	1.094
13	65	4	20	18.904	0.111
14	70	2	0	26.501	0.284
15	70	3	20	46.485	0.375
16	70	3	20	46.485	0.375
17	70	4	40	110.05	0.576

因点和零点,其中析因点为自变量,取值在四个因素所构成的三维顶点,零点为区域的中心点,零点实验重复五次,用以估计实验误差。

3.4.2 屈服剪切应力分析

表 7 和表 8 分别对能够拟合数据的多项式模型

复相关系数及均方差和偏差平方和的结果进行了比较,结果表明,二次多项式模型为最优。

拟合模型的学生化残差分布如图 5 所示:其残差各点的分布几乎在一直线上,模型拟合效果好。二次多项式模型及模型中的各影响因素的置信度分析表明:二次多项式模型拟合实验数据的效果显著。

表 7 多种模型方差分析比较

Table 7 Variance analysis and comparison of multiple models

方差来源	平方和	自由度	均方	F值	概率>F
平均值	1.535E+005	1	1.535E+005	/	/
线性模型	1.420E+005	3	47 349.96	11.51	0.000 6
2FI	16 382.44	3	5 460.81	1.47	0.280 5
二次方	33 532.14	3	11 177.38	22.04	0.000 6 (建议采用)
三次方	3 550.23	3	1 183.41	6.366E+007	<0.000 1 (失真)
残差	0.000	4	0.000	/	/
总计	3.490E+005	17	20 531.17	/	/

表 8 R² 综合分析

Table 8 R² comprehensive analysis

类型	标准偏差	R ²	R ² 校正值	R ² 预测值	预测残差平方和
线性模型	64.13	0.726 5	0.663 4	0.485 7	1.006E+005
2FI	60.90	0.810 3	0.696 5	0.267 1	1.433E+005
二次方程	22.52	0.981 8	0.958 5	0.709 5	56 803.63 (建议采用)
三次方程	0.000	1.000 0	1.000 0	/	/ (失真)

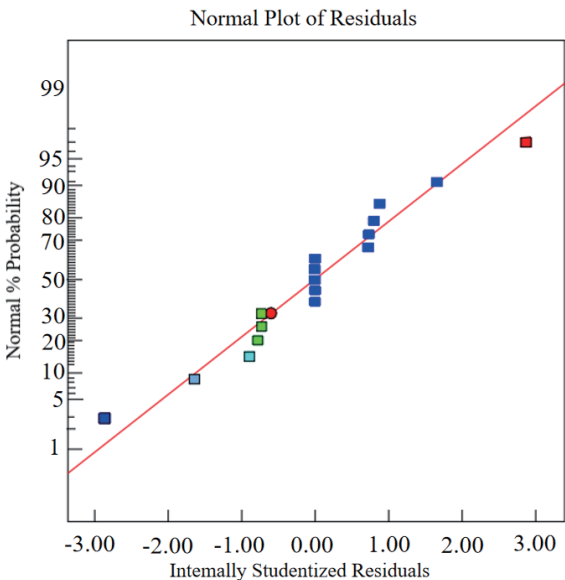


图 5 残差正态分布
Fig. 5 Normal plot of residual error

以屈服剪切应力 D 为响应值,经回归拟合,去掉所有不显著的交互项,是以增加方程的失拟程度为代价,因而尝试在此基础上增加交互项,手动优化响应面分析结果,只保留 AB 交互项(见表 9),模型的失拟

值为 $3.696\text{E}-005$,达到最小,为理想模型。

以屈服剪切应力 D 为响应值,经回归拟合的各因子与响应值的二次回归方程为:

$$D = 17982.59562 - 499.46347 * A - 933.56150 * B + 0.37269 * C + 12.75355 * A * B + 3.47016 * A^2 + 15.14175 * B^2 + 3.14500E - 003 * C^2 \quad (2)$$

方差分析结果表明:回归方程描述了各因子与响应值之间线性关系显著性,模型 F 值为 67.26 说明该模型是显著的,由于干扰而出现如此大的“模型 F 值”的可能性为 0.01%。“ $\text{Prob}>F$ ”的值小于 0.05 表示模型项是显著的,在这种情况下, A 、 B 、 AB 、 A^2 是重要的模型项,大于 0.1 的值表示模型项不显著。图 6 和图 7 分别为质量分数对屈服剪切应力的等高线图和响应曲面图,当静置时间一定时,质量分数与级配方案都与屈服剪切应力呈正相关趋势,且响应面图表明质量分数与各级配方案之间的交互作用较为明显,级配方案 4 质量分数为 75% 取到最大的屈服剪切应力。

3.4.3 塑性黏度分析

表 10 和表 11 分别对能够拟合数据的各种多项式模型复相关系数及均方差和偏差平方和的结果进

表 9 响应面分析拟合回归方程的方差分析结果
Table 9 Variance analysis results of response surface analysis and fitting regression equation

方差来源	平方和	自由度	均方	F值	Pro>F
模型	1.918E+005	7	27 406.76	67.26	< 0.000 1 (显著)
A-质量分数	1.212E+005	1	1.212E+005	297.49	< 0.000 1
B-级配方案	20 030.01	1	20 030.01	49.16	< 0.000 1
C-静置时间	795.19	1	795.19	1.95	0.195 9
AB	16 265.30	1	16 265.30	39.92	0.000 1
A ²	31 689.50	1	31 689.50	77.77	< 0.000 1
B ²	965.36	1	965.36	2.37	0.158 1
C ²	6.66	1	6.66	0.016	0.901 1
残差	3 667.36	9	407.48		
失拟	3 667.36	5	733.47		
总差	0.000	4	0.000		

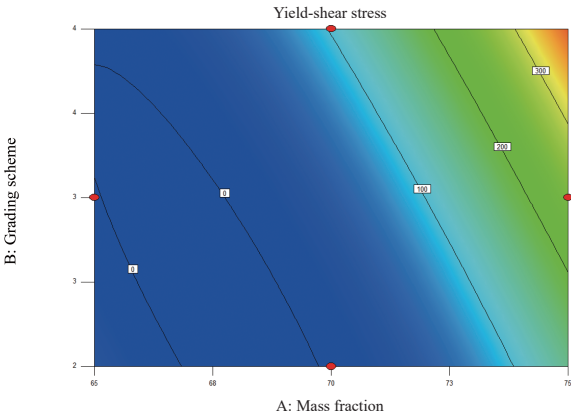


图 6 $D=f(A,B)$ 等高线图
Fig. 6 $D=f(A,B)$ contour map

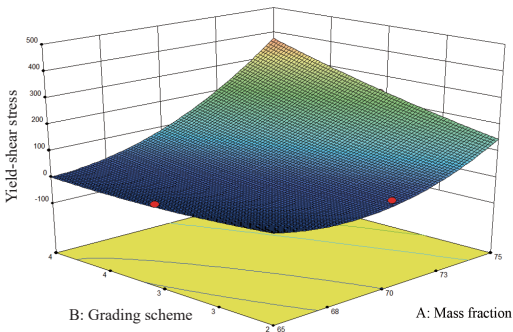


图 7 $D=f(A,B)$ 响应面图
Fig. 7 $D=f(A,B)$ response surface diagram

行了比较,比较结果表明二次多项式模型为最优。

拟合模型的学生化残差分布如图 8 所示:残差各点的分布几乎在一直线上,模型拟合效果好。二次多项式模型及模型中的各影响因素的置信度分析表明:二次多项式模型拟合实验数据的效果显著。

以塑性黏度 E 为响应值,经回归拟合并手动优化响应面分析结果,只保留 AB 交互项(见表 12),模型的失拟值最小为 0.048,是理想模型。

经回归拟合后的各因子与响应值的二次回归方

表 10 多种模型方差分析比较
Table 10 Variance analysis and comparison of multiple models

方差来源	平方和	自由度	均方	F值	Pro>F
平均值	5.49	1	5.49		
线性模型	1.15	3	0.38	4.29	0.026 0 (建议采用)
2FI	0.32	3	0.11	1.29	0.330 5
二次方	0.61	3	0.20	6.24	0.021 7 (建议采用)
三次方	0.23	3	0.076	6.366E+007	< 0.000 1 (失真)
残差	0.000	4	0.000		
总计	7.79	17	0.46		

表 11 R^2 综合分析
Table 11 R^2 comprehensive analysis

类型	标准偏差	R^2	R^2 校正值	R^2 预测值	预测残差平方和
线性模型	0.30	0.497 6	0.381 7	0.026 6	2.24 (建议采用)
2FI	0.29	0.637 8	0.420 5	-0.535 5	3.53
二次方程	0.18	0.901 4	0.774 7	-0.577 0	3.63 (建议采用)
三次方程	0.000	1.000 0	1.000 0		+(失真)

程为:

$$E = 67.69225 - 1.78260 * A - 5.09050 * B + 7.12500E - 003 * C + 0.055650 * A * B + 0.012075 * A^2 + 0.20387 * B^2 - 2.37812E - 004 * C^2 \quad (3)$$

方差分析结果表明:回归方程描述了各因子与响应值之间线性关系的显著性,模型 F 值为 11.05 表示该模型是显著的,由于干扰而出现如此大的“模型 F 值”的可能性为 0.09%。“Prob> F ”的值小于 0.05 表示模型项是显著的, A 、 B 、 AB 、 A^2 是重要的模型项,大于 0.1 的值表示模型项不显著。图 9 和图 10 分别为质量分数对塑性黏度的等高线图和响应曲面图,由图可知:当静置时间一定时,质量分数与级配方案都

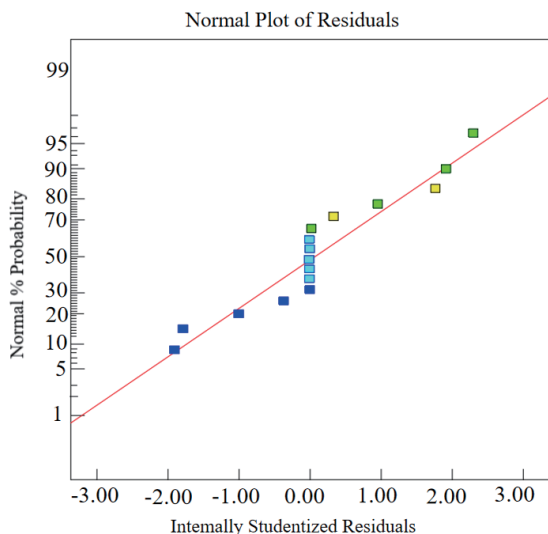


图 8 残差正态分布
Fig. 8 Normal plot of residual error

表 12 响应面分析拟合回归方程的方差分析结果
Table 12 Variance analysis results of response surface analysis and fitting regression equation

方差来源	平方和	自由度	均方	F值	Pro>F
模型	2.06	7	0.29	11.05	0.000 9 (显著)
A-质量分数	1.12	1	1.12	42.04	0.000 1
B-级配方案	6.385E-003	1	6.385E-003	0.24	0.636 2
C-静置时间	0.018	1	0.018	0.68	0.429 5
AB	0.31	1	0.31	11.62	0.007 8
A ²	0.38	1	0.38	14.40	0.004 3
B ²	0.18	1	0.18	6.57	0.030 6
C ²	0.038	1	0.038	1.43	0.262 4
残差	0.24	9	0.027		
失拟	0.24	5	0.048		
总差	0.000	4	0.000		

与塑性黏度呈正相关趋势,且质量分数与各级配方案之间的交互作用较为明显,在级配方案 4 质量分数为 75% 时能取得最大的屈服剪切应力。

3.4.4 优化分析结论

在实验结果分析及模型拟合的基础上,获得最佳稳定系数前提下的质量分数取值最优方案。全面实验分析表明: 固料方案 3 为最适宜的级配方案,经过不同的静置时间后沉降值最小,结构最为稳定,根据屈服剪切应力和塑性黏度的拟合回归方程进行拟合,得到 70%~75% 中间质量分数的流变参数如图 11、图 12 所示。

全面实验中流变参数中屈服剪切应力的取值范围为 100~200 Pa, 塑性黏度 0.5~1 Pa·s, 在此范围内管道输送时启动压力较低且浆体质量分数更高, 经优化给出了 33 种优化方案。

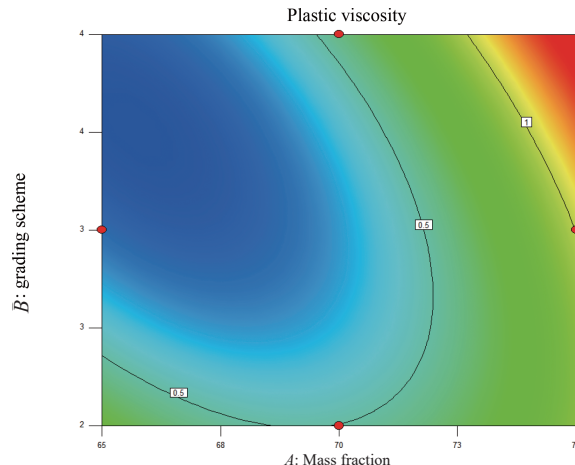


图 9 $E=f(A,B)$ 等高线图
Fig. 9 $E=f(A,B)$ contour map

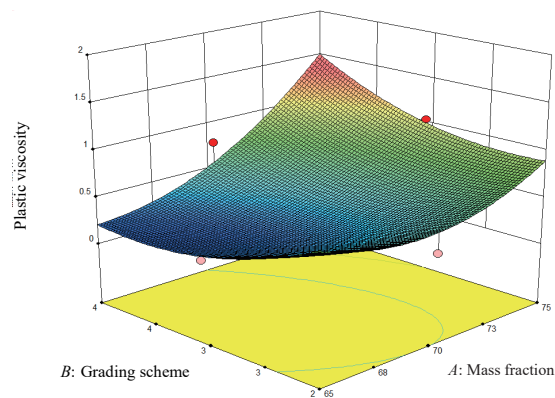


图 10 $E=f(A,B)$ 响应面图
Fig. 10 $E=f(A,B)$ response surface diagram

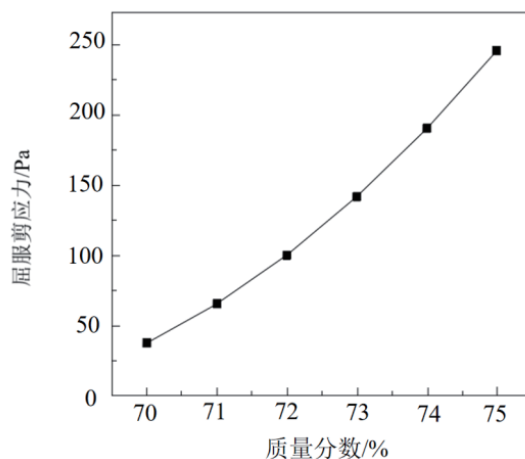


图 11 屈服剪切应力拟合曲线
Fig. 11 Fitting curve of yield-shear stress

表 13 并结合响应面优化方法表明: 质量分数为 72%、级配方案 3 所配制的料浆为最佳质量分数和配比, 且经过不同的静置时间后, 该质量分数及配比下的料浆的屈服剪切应力范围为 103.02~131.645 Pa, 塑性黏度的范围为 0.54~0.64 Pa·s, 随着静置时间的增加的料浆沉降量也相对较小。

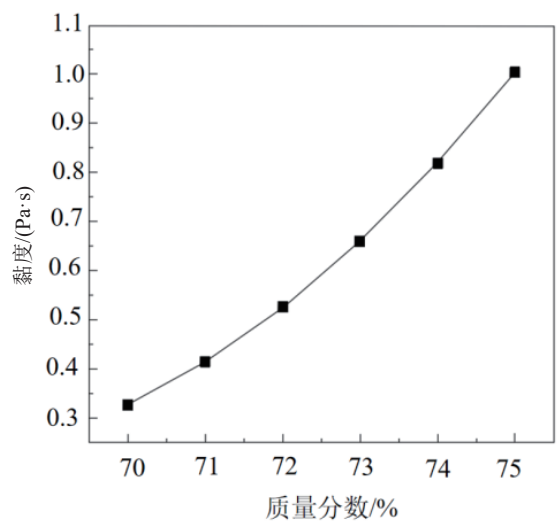


图 12 塑性黏度拟合曲线
Fig. 12 Fitting curve of plastic viscosity

表 13 响应面优化方案
Table 13 Response surface optimization scheme

优化方案	质量分数/%	级配方案	静置时间/min	屈服剪切应力/Pa	塑性黏度/(Pa·s)	期望度
1	72	3	2	112.267	0.572 457	1
2	72	3	8	123.303	0.628 136	1
3	72	3	9	110.728	0.589 706	1
4	72	3	10	109.074	0.586 14	1
5	72	3	11	108.335	0.584 84	1
6	72	3	14	126.091	0.640 945	1
7	72	3	22	106.888	0.553 354	1
8	72	3	22	103.02	0.541 263	1
9	72	3	29	123.19	0.561 565	1
10	72	3	30	131.645	0.578 399	1
11	73	3	0	130.234	0.622 56	1
12	73	3	0	124.139	0.602 834	1
13	73	3	8	152.45	0.723 976	1
14	73	3	15	133.681	0.663 67	1
15	73	3	19	152.298	0.713 418	1
16	73	3	22	134.114	0.640 826	1
17	73	3	24	163.888	0.726 975	1
18	73	3	28	163.626	0.697 976	1
19	73	3	30	171.065	0.704 286	1
20	73	3	30	161.381	0.678 723	1
21	73	3	35	166.335	0.637 975	1
22	73	3	36	141.755	0.553 152	1
23	73	3	37	176.693	0.645 834	1
24	74	3	3	194.509	0.846 104	1
25	74	3	8	196.798	0.867 696	1
26	74	3	9	177.335	0.805 938	1
27	74	3	13	197.427	0.873 265	1
28	74	3	15	180.814	0.816 856	1
29	74	3	16	196.841	0.868 063	1
30	74	3	17	178.438	0.805 47	1
31	74	3	22	181.045	0.796 917	1
32	74	3	27	179.541	0.762 521	1
33	74	3	34	198.427	0.758 976	1

4 结论

(1)通过对不同质量分数、级配及静置时间下的浆体流变实验结果进行拟合得到的流变参数表明:煤矸石料浆的剪切应力随着剪切速率的增加而增大,料浆在流动的过程中表现为宾汉姆体的特性。

(2)质量分数为 70% 和 75% 的浆体,经过不同静置时间,剪切应力和塑性黏度的变化不大,浆体结构稳定且流变性能良好;同时存在一个“拐点”质量分数,超过该质量分数值,屈服应力及塑性黏度均呈指数增大。

(3)基于响应面优化方法全面实验结果的最优煤矸石浆体配合比为固料质量分数 72%,颗粒级配为 4.75~1.18 mm 粒级占 30%, 1.18~0.425 mm 粒级占 40%, 0.425~0.075 mm 粒级占 10%, 小于 0.075 mm 粒级占 20%,随着静置时间的增加固料沉降量较小,是管道输送性能较为理想的矸石浆体配比。

参考文献:

[1] 朱磊, 古文哲, 宋天奇, 等. 采空区煤矸石浆体充填技术研究进展与展望[J/OL]. 煤炭科学技术, [2022-12-05]. DOI:10.13199/j.cnki.cst.2022-1725.

ZHU L, GU W Z, SONG T Q, et al. Research progress and prospect of coal gangue slurry filling technology in goaf[J/OL]. Coal Science and Technology, [2022-12-05]. DOI: 10.13199/j.cnki.cst.2022-1725.

[2] 张钦礼, 谢盛青, 郑晶晶, 等. 充填料浆沉降规律研究及输送可行性分析[J]. 重庆大学学报, 2011, 34(1): 105-109+133.

ZHANG Q L, XIE S Q, ZHENG J J, et al. Sedimentation law research and transportation feasibility study of backfilling slurry[J]. Journal of Chongqing University, 2011, 34(1): 105-109+133.

[3] 杨加强. 煤矸石球磨注浆材料流变性能试验研究[J]. 中国煤炭地质, 2022, 34(S2): 39-43.

YANG J Q. Experimental study on rheological properties of coal gangue ball milling grouting material[J]. Coal Geology of China, 2022.34(S2): 39-43.

[4] SUN K H, WU X. Experimental study on rheological properties of coal gangue slurry based on response surface METHODOLOGY[J]. Processes, 2023, 11, 1205. <https://doi.org/10.3390/pr11041205>.

[5] 周瑶, 谢志清, 刘长友, 等. 不同粒径煤矸石浆液的流变性能试验[J/OL]. 硅酸盐通报, 2022, 41(12): 4324-4331.

ZHOU Y, XIE Z Q, LIU C Y, et al. Rheological properties test of coal gangue slurry with different particle sizes[J/OL]. Bulletin of The Chinese Ceramic Society, 2022, 41(12): 4324-4331.

[6] 朱磊, 宋天奇, 古文哲, 等. 矸石浆体输送阻力特性及采空区流动规律试验研究[J]. 煤炭学报, 2022, 47(S1): 39-48.

ZHU L, SONG T Q, GU W Z, et al. Experimental research on transport-resistance characteristics of gangue slurry and its flow trend in goaf[J]. Journal of China Coal Society, 2022, 47(S1): 39-48.

[7] 朱磊, 宋天奇, 古文哲. 煤基固废浆体管道充填技术研究与应用[J]. 煤炭技术, 2021, 40(10): 47-51.

ZHU L, SONG T Q, GU W Z. Research and application on pipeline backfill technology of slurry comprising coal-based solid waste[J]. Coal Technology, 2021, 40(10): 47-51.

- [8] WU B Q, WANG X D, LIU X X, et al. Numerical simulation of erosion and fatigue failure the coal gangue paste filling caused to pumping pipes[J]. *Engineering Failure Analysis*, 2022, 134. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2022.106081>
- [9] 黄玉诚, 段晓博, 王瑜敏, 等. 煤矸石胶结充填管路输送不满管流及其防治方法研究[J]. *煤炭科学技术*, 2020, 48(9): 117-122.
HUANG Y C, DUAN X B, WANG Y M, et al. Research on non-full pipeline flow transportation and prevention method of coal gangue cemented backfill[J]. *Coal Science and Technology*, 2020, 48(9): 117-122.
- [10] 古文哲, 朱磊, 刘治成, 等. 煤矿固体废弃物流态化浆体充填技术[J]. *煤炭科学技术*, 2021, 49(3): 83-91.
GU W Z, ZHU L, LIU Z C, et al. Fluidization slurry backfilling technology of coal mine solid waste[J]. *Coal Science and Technology*, 2021, 49(3): 83-91.
- [11] 朱磊, 潘浩, 古文哲, 等. 垮落带矸石浆体充填模拟试验研究[J]. *煤炭学报*, 2021, 46(S2): 629-638.
ZHU L, PAN H, GU W Z, et al. Experimental study on flow and diffusion law of gangue filling slurry in caving zone[J]. *Journal of China Coal Society*, 2021, 46(S2): 629-638.
- [12] 李亮, 黄庆享, 吴杰, 等. 煤矸石井下处理与冒落区流态化充填技术[J]. *西安科技大学学报*, 2022, 42(5): 865-873.
LI L, HUANG Q X, WU J, et al. Underground treatment of coal gangue and fluidization filling technology in caving area[J]. *Journal of Xi'an University of Science and Technology*, 2022, 42(5): 865-873.
- [13] XUAN D Y, XU J L, ZHU W B. Backfill mining practice in China coal mines[J]. *Journal of Mines Metals and Fuels*, 2013, 61(7): 225-234.
- [14] ZHANG X G, ZHAO J H, XIN L, et al. Monitoring and assessment of cemented paste backfill containing coal gangue and fly ash in an underground mine[J]. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2021, 2021. DOI: 10.1155/2021/5946148.
- [15] 温震江, 高谦, 王永定, 等. 不同浓度料浆流变特性与混合骨料级配相关性试验[J]. *东北大学学报 (自然科学版)*, 2020, 41(5): 642-648.
WEN Z J, GAO Q, WANG Y D, et al. Experiment on correlation between rheological properties of filling slurry with different mass concentration and mixed aggregate gradation[J]. *Journal of Northeastern University(Natural Science)*, 2020, 41(5): 642-648.
- [16] 杨捷, 武继龙, 晋俊宇. 矸石、粉煤灰高浓度料浆矸石颗粒悬浮性研究[J]. *矿业科学学报*, 2019, 4(2): 127-132.
YANG J, WU J L, JIN J Y. Study on the suspended properties of gangue particles with high concentration of gangue and fly ash[J]. *Journal of Mining Science and Technology*, 2019, 4(2): 127-132.
- [17] 林倚天, 苏士杰, 赵明, 等. 煤矸石-粉煤灰充填料浆流变特性的实验研究[J]. *中国煤炭地质*, 2021, 33(9): 13-17+41.
LIN Y T, SU S J, ZHAO M, et al. Experimental study on coal gangue-flyash filling material slurry rheologic features[J]. *Coal Geology of China*, 2021, 33(9): 13-17+41.
- [18] 胡文静, 刘音, 刘国明, 等. 混合骨料级配不同浓度充填膏体流变性能影响试验研究[J]. *矿业研究与开发*, 2021, 41(5): 34-38.
HU W J, LIU Y, LIU G M, et al. Experimental study on the effect of mixed aggregate gradation on rheological properties of filling paste with different concentrations[J]. *Mining Research and Development*, 2021, 41(5): 34-38.
- [19] 王倩. 管道输送用煤矸石浆体特性参数研究与探讨[J]. *煤炭技术*, 2021, 40(5): 183-185.
WANG Q. Study and discussion on characteristic parameters of coal gangue slurry for pipeline transportation[J]. *Coal Technology*, 2021, 40(5): 183-185.
- [20] 徐文彬, 杨宝贵, 杨胜利, 等. 矸石充填料浆流变特性与颗粒级配相关性试验研究[J]. *中南大学学报 (自然科学版)*, 2016, 47(4): 1282-1289.
XU W B, YANG B G, YANG S L, et al. Experimental study on correlativity between rheological parameters and grain grading of coal gauge backfill slurry[J]. *Journal of Central South University(Science and Technology)*, 2016, 47(4): 1282-1289.
- [21] 曹士凯, 王世博, 赵金田. 基于流变特性分析的膏体充填尾砂级配优化研究[J]. *矿业研究与开发*, 2020, 40(10): 98-101.
CAO S K, WANG S B, ZHAO J T. Optimization of paste filling tailings grading based on rheological analysis[J]. *Mining Research and Development*, 2020, 40(10): 98-101.
- [22] 孙南翔, 徐志强, 曲思建, 等. 颗粒分布对高浓度水煤浆流变性能的影响[J]. *煤炭工程*, 2015, 47(3): 122-125.
SUN N X, XU Z Q, QU S J, et al. Effect of particle size distribution on rheology behavior of high-concentration coal water slurry[J]. *Coal Engineering*, 2015, 47(3): 122-125.

Experimental Study on Rheological Properties of Coal Gangue Slurry Based on Response Surface Method

SUN Kaihua^{1,2}, HU Yanfei^{3,4}, ZHAO Xu^{1,5}

1. CCTEG Beijing Research Institute of Land Renovation and Ecological Restoration Technology Co., Ltd.; , Beijing 100013, China;

2. CCTEG Ecological Environment Technology Co., Ltd.; , Beijing 100013, China;

3. Shaanxi Zhongneng Coalfield Co., Ltd., Yulin 719000, Shaanxi, China;

4. Yuyang Zhongneng Yuan Datan Mining Co., Ltd., Yulin 719000, Shaanxi, China;

5. China Coal Research Institute, Beijing 100013, China

Abstract: To ensure the gangue slurry met the process requirements for pipeline transportation, its fluidity had been studied. Coal gangue from the Yulin Yuandatan mine had been prepared into slurries with different mass fractions for conducting rheological characteristic experiments. The Box–Behnken Design test and response surface method had been utilized to analyze the influence of three factors: the gangue solid mass fraction, particle gradation, and resting time on the rheological characteristics of the gangue filling slurry. The optimal gangue slurry ratio that had been derived from the experimental analysis was as follows: a 72% mass fraction of solids, with the particle gradation consisting of 30% in the range of 4.75~1.18 mm, 40% in the range of 1.18~0.425 mm, 10% in the range of 0.425~0.075 mm, and 20% less than 0.075 mm. The yield shear stress of the slurry had ranged from 103.02 to 131.645 Pa, and the plastic viscosity had ranged from 0.54 to 0.64 Pa·s. It had been observed that with the increase in the static time of the solid material settlement, the increase in this ratio was minimal.

Keywords: coal gauge filling slurry; rheological property; mix proportion; response surface method

引用格式: 孙凯华, 胡彦飞, 赵旭. 基于响应面法的煤矸石充填料浆流变特性实验研究[J]. 矿产保护与利用, 2024, 44(2): 11–21.

SUN Kaihua, HU Yanfei, ZHAO Xu. Experimental study on rheological properties of coal gangue slurry based on response surface method[J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources, 2024, 44(2): 11–21.

投稿网址: <http://kcbhyly.xml-journal.net>

E-mail: kcbh@chinajournal.net.cn