

响应曲面法分析和优化铁水 KR 法脱硫工艺

王震¹ 苏春阳¹ 潘明旭^{1,2} 朱国富¹ 朱祥¹ 李坚³

(大冶特殊钢股份有限公司 1 炼钢事业部, 2 高品质特殊钢湖北省重点实验室, 黄石 435001;

3 昆明理工大学冶金与能源工程学院, 昆明 650093)

摘要 运用响应曲面法(RSM - response surface method)统计分析和研究了脱硫剂(80.55CaO, 0.04S, 0.01P, 4.34SiO₂, 6.06CaF₂, 0.05H₂O)加入量(650~950 kg), 搅拌时间(7~11 min), 搅拌浆转速(90~110 r/min), 搅拌浆插入熔池深度(850~1150 mm)等参数对115~117 t铁水(0.03%~0.06% S, 1250~1350 ℃)KR法脱硫效率的影响, 并得出回归模型方程。结果表明, 采用脱硫剂加入量820 kg、搅拌9 min、搅拌浆的转速101 r/min、搅拌浆插入熔池的深度985 mm的优化工艺参数, 进行铁水KR预脱硫, 脱硫效率预测值为91.99%, 实际值为90.18%, 相对误差为2.0%; 优化后脱硫工艺所使用的脱硫剂消耗有所降低, 且产品的一次合格率从88.35%提高到95.88%。

关键词 铁水预处理 KR 脱硫 脱硫效率 响应曲面

Analysis and Optimization on Hot Metal KR Desulphurization Process by Response Surface Methodology

Wang Zhen¹, Su Chunyang¹, Pan Mingxu^{1,2}, Zhu Guofu¹, Zhu Xiang¹ and Li Jian³

(1 Steelmaking Division; 2 Hubei Province Key Lab for High Quality Special Steel, Da Ye Special Steel Co Ltd, Huangshi 435001;

3 School of Metallurgy and Energy Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093)

Abstract The effect of parameters including adding amount (650 ~ 950 kg) of desulfurizer (80.55CaO, 0.04S, 0.01P, 4.34SiO₂, 6.06CaF₂, 0.05H₂O), stirring time (7 ~ 11 min), stirring impeller rotating speed (90 ~ 110 r/min) and submerged depth of impeller (850 ~ 1150 mm) on efficiency of KR desulphurization of 115 ~ 117 t hot metal (0.03% ~ 0.06% S, 1250 ~ 1350 ℃) has been statistic-analyzed and studied by using response surface method (RSM), and a equation of regression model is obtained. Results show that with using the optimized parameters- adding amount of desulfurizer 820 kg, stirring for 9 min, rotating speed of stirring impeller 101 r/min and submerged depth of impeller in bath 985 mm, with hot metal KR desulphurization the predicted value of efficiency of desulphurization is 91.99%, while the real measured value is 90.18%, the relative error is 2.0%; with optimized desulphurization process the consumption of used desulfurizer decreases and the first qualified rate of metal increases from original 88.35% to 95.88%.

Material Index Hot Metal Pretreatment, KR Desulphurization, Efficiency of Desulphurization, Response Surface Methodology

硫是绝大部分钢种中的有害元素,特别是在钢材的热加工过程中容易产生热脆现象^[1]。随着低硫铁矿石原料的逐渐减少,铁水中硫含量可能会相应提高,而传统的高炉、转炉脱硫能力有限,因此铁水预脱硫就显得格外重要^[2-3]。

目前,铁水预脱硫主要是镁喂丝法、喷吹法和KR(Kanbara Reactor)法^[4],其中KR法是用耐火材料制作成的搅拌浆插入铁水包熔池内一定的深度,然后加入一定质量的脱硫剂,并对熔池搅拌一段时间,使得脱硫剂与铁水充分接触和反应,达到铁水脱硫的目的^[5]。根据影响KR法脱硫效率的因素^[6-7]的可控性,本文运用响应曲面法(RSM- response surface method)^[8]进行实验设计,研究了KR脱硫工艺中脱硫剂的加入量、搅拌浆插入熔池的深度、搅拌浆转速以及搅拌时间等工艺参数对铁水(硫含量为

0.03%~0.06%、温度为1250~1350 ℃)的脱硫效率的影响,通过统计分析获得提高KR脱硫效率的优化条件。

1 实验方法

根据钢厂转炉的生产能力,选择115~117 t的铁水进行预处理脱硫,使用的脱硫剂成分见表1。

选定搅拌时间(A)7~11 min、搅拌浆的转速(B)90~110 r/min、脱硫剂加入量(C)650~950 kg以及搅拌浆插入熔池的深度(D)850~1150 mm,采用中心复合设计(CCD)4个影响因素,5水平、6个

表1 脱硫剂成分/%

Table 1 Ingredient of desulfurizer for hot metal /%					
CaO	S	P	SiO ₂	CaF ₂	H ₂ O
80.55	0.04	0.01	4.34	6.06	0.05

表 2 铁水 KR 搅拌实验设计矩阵和脱硫效率

Table 2 Design matrix and desulfurization efficiency of hot metal KR stirring test

序号	A(时间 t)/ min	B(转速 n)/ ($r \cdot \min^{-1}$)	C(质量 m)/ kg	D(深度 h)/ mm	Y(脱硫效率)/%
1	9	100	500	1 000	83.33
2	7	110	650	1 150	80.15
3	7	110	650	850	78.33
4	7	90	650	850	95.64
5	7	90	650	1 150	92.55
6	11	110	650	850	74.25
7	11	90	650	1 150	92.06
8	11	110	650	1 150	89.78
9	11	90	650	850	79.18
10	5	100	800	1 000	88.36
11	9	100	800	1 000	85.84
12	9	100	800	1 000	85.88
13	9	100	800	1 000	85.73
14	9	100	800	1 000	77.31
15	9	100	800	1 000	86.33
16	9	100	800	700	90.56
17	9	100	800	1 300	88.38
18	9	80	800	1 000	92.00
19	9	120	800	1 000	70.44
20	9	100	800	1 000	88.33
21	13	100	800	1 000	80.21
22	7	110	950	850	84.34
23	7	90	950	1 150	90.36
24	7	90	950	850	74.35
25	7	110	950	1 150	94.32
26	11	90	950	850	92.76
27	11	110	950	850	87.35
28	11	90	950	1 150	93.77
29	11	110	950	1 150	91.46
30	9	100	1 100	1 000	92.43

中心点的实验对脱硫效率(Y)进行分析研究,实验设计矩阵如表 2 所示,实验组数按(1)式计算:

$$N = 2^n + 2n + n_c = 2^4 + 2 \times 4 + 6 = 30 \quad (1)$$

式中: N - 总的实验次数; n - 因素的个数; n_c - 中心点的个数,实验数据由统计学软件 Design-Expert7.0 回归分析并对方程的统计显著性进行考察。

2 结果与讨论

2.1 KR 搅拌脱硫效率

由统计学软件 Design-Expert7.0 设计实验条件,进行 KR 搅拌脱硫的实验研究,实验结果见表 2。

图 1 为脱硫剂加入量 800 kg、搅拌浆插入熔池深度 1 000 mm 时,搅拌时间和搅拌转速与脱硫效率之间的三维响应曲面(图 1a₁)和等高线图(图 1b₁)。可以看出随着搅拌时间的延长,脱硫效率增加;随着搅拌浆转速的提高,搅拌强度增加,脱硫效率增加。从图 1(b₁)来看,对于相同的搅拌时间,当搅拌转速为 105 r/min 时脱硫效率最大,这主要是因为相同

时间内,转速过小,脱硫动力学条件较差,而当转速过大时,铁水温降过大,在热力学上使得脱硫效率降低。从等高线可以看出搅拌转速对脱硫效率的影响要大于搅拌时间。

图 1(a₂, b₂)为搅拌浆转速 100 r/min,搅拌浆插入熔池的深度 1 000 mm 时,搅拌时间和脱硫剂加入量与脱硫效率之间的三维响应曲面(图 1a₂)和等高线图(图 1b₂)。可以看出随着脱硫剂的增加,CaO 的活度增大,铁水的脱硫效率不断提高。而随着搅拌时间的延长,铁水中的硫含量不断减少,活度降低,它向熔渣中扩散能力降低,反应速率下降。在一定的条件下,还有可能产生铁水回硫现象。从图 1(b₂)来看,脱硫剂加入量对脱硫效率的影响要大于搅拌时间。

图 1(a₃, b₃)为搅拌时间 9 min,搅拌浆插入深度 1 000 mm 时,脱硫剂加入量和搅拌浆转速与脱硫效率之间的三维响应曲面(图 1a₃)和等高线图(图 1b₃)。可以看出随着脱硫剂加入量的增大,熔渣量增大,脱硫效率提高。随着搅拌浆转速的提高,搅拌强度增大,铁水中硫的传质速率增大,根据表面更新理论,铁水脱硫反应会持续进行,因而铁水的脱硫效率会显著提高。从图 1(b₃)来看,脱硫剂加入量对脱硫效率的影响要略大于搅拌浆转速。

图 1(a₄, b₄)为搅拌时间 9 min,搅拌浆转速 100 r/min 时,脱硫剂加入量和搅拌浆插入深度与脱硫效率之间的三维响应曲面(图 1a₄)和等高线图(图 1b₄)。可以看出随着搅拌浆插入熔池深度的增加,脱硫效率先增加后减小,这是由于当搅拌浆的插入深度过大,浮在铁水上层的熔渣与铁水接触面的扰动减小,从而导致脱硫效率降低。随着脱硫剂加入量的增加,铁水的脱硫效率不断提高,当脱硫剂用量在 650 ~ 850 kg 时,脱硫效率明显提高,而当脱硫剂用量在 850 ~ 950 kg 时,脱硫效率增幅较小,这就表明当脱硫剂用量在 850 kg 时,脱硫过程已经进行得比较充分,这也是当脱硫剂的加入量增至 950 kg 时,脱硫效率提高不大的原因之所在。从图 1(b₄)来看,脱硫剂加入量对脱硫效率的影响要大于搅拌浆的插入深度。

2.2 回归模型的分析

采用 CCD 得出的回归方程来分析各变量(影响因素)之间的相互作用,并判断各个变量对结果影响的显著性。脱硫效率(Y)的经验模型方程如式(2)所示:

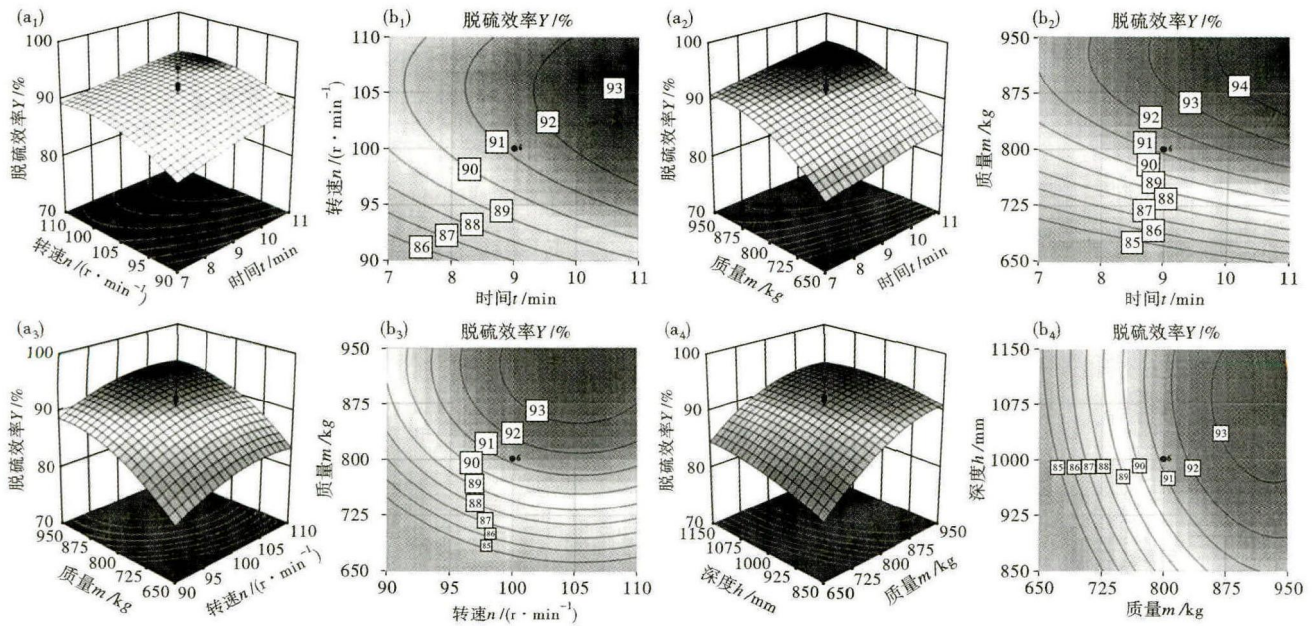


图1 搅拌时间和搅拌桨转速(a₁)(b₁)(脱硫剂800 kg,搅拌桨插入深度1 000 mm),搅拌时间和脱硫剂加入量(a₂)(b₂)(搅拌桨转速100 r/min,插入深度1 000 mm),脱硫剂加入量和搅拌桨转速(a₃)(b₃)(搅拌9 min,插入深度1 000 mm)以及搅拌时间和脱硫剂加入量(a₄)(b₄)(转速100 r/min,搅拌9 min)对铁水脱硫效率的影响,铁水KR脱硫搅拌三维响应面(a₁)(a₂)(a₃)(a₄)和等高线图(b₁)(b₂)(b₃)(b₄)

Fig. 1 Three-dimensional response surface (a₁) (a₂) (a₃) (a₄) and contour (b₁) (b₂) (b₃) (b₄) plot of hot metal KR stirring for the effect of stirring time and stirring impeller rotating speed (desulphurizer 800 kg- impeller submerged depth 1 000 mm) (a₁) (b₁), stirring time and desulphurizer adding amount (stirring rotating speed 100 r/min-submerged depth 1 000 mm) (a₂) (b₂), desulphurization adding amount and impeller rotating speed (stirring for 9 min- submerged depth 1 000 mm) (a₃) (b₃), and stirring time and desulphurization adding amount (rotating speed 100 r/min- stirring for 9 min) (a₄) (b₄) on hot metal desulphurization efficiency

$$Y = 91.17 + 1.90A + 2.15B + 4.82C + 1.64D - 0.25A \times B + 0.22A \times C + 0.76A \times D - 0.031B \times C - 0.79B \times D - 0.73C \times D - 0.25A^2 - 2.03B^2 - 2.79C^2 - 1.15D^2 \quad (2)$$

模型方程的合理性是由相关系数

$$R = \frac{\sum_{i=1}^{30} (Y_i - \bar{Y})(A_i - \bar{A})(B_i - \bar{B})(C_i - \bar{C})(D_i - \bar{D})}{\sqrt{\sum_{i=1}^{30} (Y_i - \bar{Y})^2 \sum_{i=1}^{30} (A_i - \bar{A})^2 \sum_{i=1}^{30} (B_i - \bar{B})^2 \sum_{i=1}^{30} (C_i - \bar{C})^2 \sum_{i=1}^{30} (D_i - \bar{D})^2}}$$

来判定的,其中 \bar{Y} 、 \bar{A} 、 \bar{B} 、 \bar{C} 、 \bar{D} 分别为表2中对应的Y、A、B、C、D的平均值。式(2)的相关系数R为0.88,因而该模型方程是合理的并且实验值与预测值较为一致。

脱硫效率二次方模型的方差分析见表3,模型返回区域中的值在两个限制之间(即犯弃真错误的)的概率P为0.000 1,剩余各项返回区域中的值在两个限制之间(即犯弃真错误的)的概率P值小于0.050 0,说明其作用也是显著的。

因此搅拌时间(A)、搅拌桨的转速(B)、脱硫剂的加入量(C)、搅拌桨插入熔池的深度(D)都是该模型的重要参数。脱硫效率的二次方模型的方差齐

性检验值为8.17,说明该模型是在影响因素的变化范围内能够对铁水脱硫效率进行较好的预测,实验预测的结果与实际结果的关系如图2所示。

2.3 过程优化

表3 铁水KR搅拌脱硫效率的响应曲面二次方模型的方差分析

Table 3 Analysis of variance of response surface quadratic model for efficiency of hot metal KR stirring desulphurization

类别	平方和	自由度	均方差	方差齐性检验值	概率P
模型	1150.20	14	82.16	8.17	0.000 1
A	86.30	1	86.30	8.58	0.010 4
B	111.24	1	111.24	11.06	0.004 6
C	557.48	1	557.48	55.42	<0.000 1
D	64.78	1	64.78	6.44	0.022 7
AB	0.99	1	0.99	0.10	0.758 6
AC	0.01	1	0.01	0	0.978 4
AD	9.20	1	9.20	0.91	0.354 1
BC	0.02	1	0.02	0	0.969 7
BD	10.03	1	10.03	1.00	0.333 8
CD	8.51	1	8.51	0.85	0.372 2
A ²	1.73	1	1.73	0.17	0.684 2
B ²	112.88	1	112.88	11.22	0.004 4
C ²	213.68	1	213.68	21.24	0.000 3
D ²	36.58	1	36.58	3.64	0.075 8

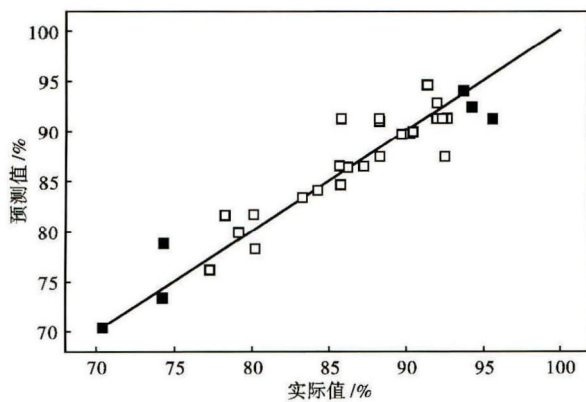


图 2 铁水 KR 搅拌脱硫效率的预测值与实际值的比较
Fig.2 Comparison between predicted value and measured value of desulphurization efficiency of hot metal KR stirring

表 4 铁水 KR 搅拌脱硫效率为 91.99% 的部分预测实验条件值

Table 4 Partial predicted test condition value for 91.99% desulphurization efficiency of hot metal KR stirring

序号	A(时间 t)/ min	B(转速 n)/ ($r \cdot \min^{-1}$)	C(质量 m)/ kg	D(深度 h)/ mm
1	9	101	820	985
2	11	90	942	1 122
3	9	99	845	990
4	10	98	873	909
5	11	110	760	1 116
6	8	100	862	1 076
7	7	103	921	1 058
8	11	97	929	900
9	8	107	886	1 108
10	11	94	798	1 130

通过上述的实验研究,得出了脱硫剂的加入量、搅拌时间、搅拌浆的转速、搅拌浆插入熔池的深度与脱硫效率之间的二次方模型方程。根据 KR 脱硫生产实践,当 KR 的脱硫效率大于 90% 时,能取得较好的脱硫效果,选取 KR 的脱硫效率为 91.99% 进行预测并优化。为了进一步证明该模型方程的适用性并对实验条件进行优化,其部分预测结果见表 4。

为了节约生产成本和掌握生产节奏,控制相对较低的脱硫剂用量以及最佳的搅拌时间,选择第 1 组条件实验进行验证,即脱硫剂加入量为 820 kg、搅拌时间 9 min、搅拌浆转速 101 r/min、搅拌浆插入熔池的深度 985 mm,由 103 次重复实验得到平均脱硫效率 90.18%,相对误差仅为 2.0%,这就充分体现了(2)式模型方程的适用性。

在铁水 KR 脱硫效率为 91.99% 时的优化前和优化后的 KR 脱硫效率数据见表 5。

表 5 中的数据可以看出,经过脱硫工艺参数优

表 5 工艺参数优化前后的铁水 KR 搅拌脱硫的效果对比
Table 5 Comparison of desulphurization efficiency of hot metal KR stirring before and after process optimization

工艺	脱硫剂消耗/($\text{kg} \cdot \text{t}^{-1}$)	一次合格率/%
优化前	8.21	88.35
优化后	7.54	95.88

化以后,铁水 KR 脱硫工艺的脱硫剂消耗有所降低,而铁水脱硫产品的一次合格率则从 88.35% 提高到 95.88%,这就表明响应曲面法能够有效地优化铁水 KR 脱硫工艺参数,从而降低实际生产中脱硫剂的消耗和生产成本、提高一次合格率。

3 结论

(1) 利用 RSM 法对铁水 KR 脱硫工艺参数进行了实验设计和优化,所得 KR 工艺脱硫效率的模型方程预测结果与实际结果基本吻合。优化后的工艺参数值为脱硫剂的加入量 820 kg、搅拌时间 9 min、搅拌浆的转速 101 r/min、搅拌浆插入熔池的深度 985 mm,优化条件下铁水 KR 脱硫效率的预测结果为 91.99%,而经过 103 次的重复实验的平均脱硫效率为 90.18%,相对误差仅为 2.0%。

(2) 经过工艺参数优化后,KR 脱硫工艺的脱硫剂消耗由 8.21 kg/t 降低至 7.54 kg/t,而铁水脱硫产品的一次合格率则从 88.35% 提高到 95.88%。

参考文献

- [1] 黄希祐. 钢铁冶金原理[M]. 北京:冶金工业出版社,2006:370-388.
- [2] 李炯伟,白月琴,刁望才.包钢脱硫工艺研究与实践应用[J].包钢科技,2014,40(4):21-30.
- [3] 李胜超,廖利辉,庞建飞,等.武钢 KR 脱硫工艺改进[J].钢铁研究,2013,41(4):13-16.
- [4] 陈俊孚,李海洋,沈武,等.高效脱硫法在 KR 脱硫生产中的应用[J].炼钢,2012,28(2):7-9.
- [5] 程常桂,马国军.铁水预处理[M].北京:化学工业出版社,2009:9-24.
- [6] Li S, Liao L, Pang J, et al. Improvement of KR Desulphurization Process in WISCO[J]. Research on Iron and Steel,2013,4(1):13-19.
- [7] Fu Z, Yang N, Wu Y, et al. The Analysis of the Influencing Factor on KR Desulfurization Efficiency[J]. Industrial Heating,2013,1(2):23-28.
- [8] 徐颖,李明利.响应曲面回归分析——一种新的回归分析法在材料研究中的应用[J].稀有金属材料与工程,2001,30(6):428-432.

王震(1986-),男,硕士(昆明理工大学),助理工程师,转炉炼钢工艺研究。E-mail:279719980@qq.com

收稿日期:2014-12-03