



基于正交试验的碱基-磷石膏胶结充填体 配比优化

赵风文¹, 胡建华¹, 曾平平¹, 王学梁², 赵磊²

(1. 中南大学 资源与安全工程学院, 长沙 410083;

2. 湖北三宁矿业有限公司, 宜昌 443100)

摘 要: 磷石膏为骨料的充填工艺是采空区和固废处理方式之一, 磷石膏的化学活性是影响充填效果的关键。以某矿拟开展的磷石膏充填料为对象, 利用生石灰碱基作为激活剂, 采用正交实验法设计 16 组配比组合进行试验。通过极差法分析单一指标(坍落度、3 d 强度、7 d 强度和 28 d 强度)下的最优配比, 并利用矩阵分析法实现多目标综合分析优化, 得到可行的优化组合配比, 运用指标值预估法预测最终配比的力学特征值。结果表明: 1) 在各单一指标下第一主要影响因素均为磷石膏含量, 而在坍落度、3 d 强度和 7 d 强度三种指标下第二主要影响因素均为料浆浓度, 在 28 d 强度指标下第二主要影响因素为石灰含量。2) 多目标优化选择的充填体配比参数为磷石膏含量(质量分数)20%、水泥与尾矿比 1:6、料浆浓度(质量分数)80%、石灰含量(质量分数)1%, 充填体的力学特性预估值为坍落度 10.1936 cm、3 d 强度 0.6108 MPa、7 d 强度 1.2734 MPa、28 d 强度 2.5748 MPa。3) 建立不同因素的影响关系模型图, 各指标值(坍落度、3 d 强度和 7 d 强度)与主要影响因素之间均符合 $Z = Ax^2 + By^2 + Cx + Dy + Exy + F$ 关系。

关键词: 正交试验; 极差法; 矩阵分析法; 指标值预估; 关系模型

文章编号: 1004-0609(2021)-04-1096-10

中图分类号: TD851

文献标志码: A

引文格式: 赵风文, 胡建华, 曾平平, 等. 基于正交试验的碱基-磷石膏胶结充填体配比优化[J]. 中国有色金属学报, 2021, 31(4): 1096–1105. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-37729

ZHAO Feng-wen, HU Jian-hua, ZENG Ping-ping, et al. Optimization research of base-phosphogypsum cemented backfill ratio based on orthogonal test[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2021, 31(4): 1096–1105. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-37729

磷石膏作为磷化工的固体废弃物, 其堆放不仅占用大量的土地还污染环境。将磷石膏作为充填体原料充填到矿山采空区, 既可以解决环境污染问题, 又可以解决采空区填充问题。如将原状磷石膏加入充填体, 化学活性未能被激发, 其仅起到骨料支撑作用, 磷石膏的利用率被降低。研究表明, 磷石膏可以通过适当的方式处理以激发其活性。刘一锴等^[1]利用水洗预处理法大大改善了磷石膏基充填体的工作性能和力学性能。还有学者利用 NaOH、石灰和芒硝等碱性剂处理磷石膏制作充填胶凝材料^[2–5], 其中石灰不仅可以和磷石膏中的部分氧化

物发生少量的火山灰反应, 还可以与水生成 $\text{Ca}(\text{OH})_2$, 从而与磷石膏中的残余酸发生反应, 消除磷石膏的酸性^[6]。

磷石膏作为充填体材料时, 其添加量的多少对充填体工作性能和力学性能有重要影响。因此, 在工业应用前必须开展不同因素和水平的实验室试验, 确定最佳配比。正交试验可以解决多因素多水平试验问题, 降低试验次数。胡建华等^[7]运用正交试验方法获取了结块矿石诱导跌落冲击崩解的因素响应规律, 并得出在诱导跌落冲击破碎崩解中, 各因素变化与崩解率之间存在一种非线性关系。王

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(41672298); 国家重点研发计划资助项目(2017YFC0602901)

收稿日期: 2020-03-18; **修订日期:** 2020-12-04

通信作者: 胡建华, 博士, 教授; 电话: 13787056402; E-mail: hujh21@csu.edu.cn

新民等^[8]利用正交试验研究了灰砂质量比、固相质量分数和温度对充填料浆各性能的影响并得到最优配比。李夕兵等^[9]采用正交试验对固体含量、磷石膏-黏结剂比、搅拌时间和搅拌速度四个因素以及每个因素的四个水平进行了分析。其中, 正交试验的结果分析十分重要, 包括直观分析法、极差法、方差法和矩阵分析法等。李地元等^[10]利用直观分析法和方差法对充填体在不同料浆配比、不同料浆浓度、不同废石质量比例、不同废石与料浆的组合方式下的 28 d 强度进行了分析。兰文涛等^[11]则利用极差法分析了在不同龄期下充填材料强度影响因素的主次顺序。以上分析方法适用于单指标的分析比较, 而对于多指标问题, 其结果会出现最优解不一致现象, 从而使问题复杂化。矩阵分析法是多指标单一化分析方法之一。张子建等^[12]以陶粒混凝土正交试验为例, 开展了矩阵分析法的研究。

为解决某矿拟开展磷石膏充填工艺的组合配比优化, 以碱基激发磷石膏为充填体原材料, 采用正交试验设计配比试验方案。在通过极差法分析每种指标(坍落度、3 d 强度、7 d 强度和 28 d 强度)影响因素的主次顺序以及最优配比基础上, 利用多指标单一化的矩阵分析法确定最终配比, 并运用指标值预估法预估最终配比充填体的力学特性参数。最后, 利用关系模型对影响因素与各指标值间的关系进行分析, 研究不同影响因素对指标值的影响效果, 从而为矿山工程实践提供配比理论指导。

1 实验

1.1 实验材料

尾矿、尾泥、磷石膏和粉煤灰来自三宁矿业某矿; 普通硅酸盐水泥来自长沙新星水泥厂; 石灰来自市售, 其中 CaO 质量分数为 85%; 实验用水为自来水。使用筛分法、激光粒度仪、X 射线荧光光谱(XRF)和 X 射线衍射(XRD)对上述实验材料进

行物理性质分析, 其粒径分布(见图 1 和表 1)及物理性质和矿物成分(见表 2 和表 3)。

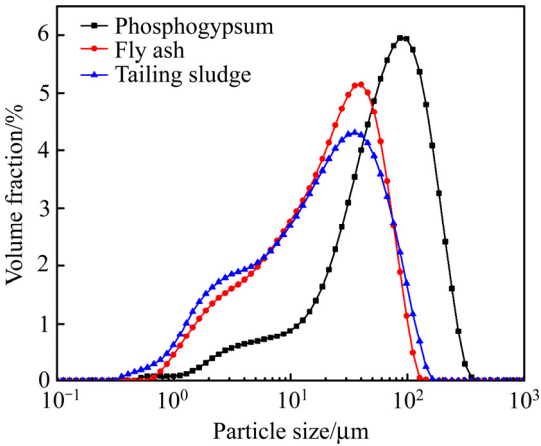


图 1 磷石膏、粉煤灰和尾泥的粒径分布
Fig. 1 Particle size distribution of phosphogypsum, fly ash and tailing sludge

表 1 尾矿粒径分布

Table 1 Particle size distribution of tailings		
Particle size/ mm	Mass fraction/ %	Mass accumulation/ %
0.28–1.25	26	26
1.25–2	27	53
2–3	20	73
3–4	17	90
4–5	10	100

1.2 实验方法

1.2.1 试验方案

尾矿和尾泥作为充填骨料, 硅酸盐水泥和粉煤灰作为胶结材料, 石灰作为磷石膏激活剂。以坍落度和单轴抗压强度(3d、7d 和 28d)作为评价指标, 设置四因素(磷石膏含量、灰砂比、料浆浓度和石灰含量)四水平的正交试验(见表 4)。

表 2 试验材料物理性质

Table 2 Physical properties of test materials

Sample	Apparent density/(kg·m ⁻³)	Packing density/(kg·m ⁻³)	Surface moisture content/%
Tailings	2626	1464	0.120
Tailing sludge	2653	923	0.974
Fly ash	1990	650	0.049
Phosphogypsum	1992	850	8.11

充填体试样制作与养护流程如下：利用 $d50\text{ mm}\times100\text{ mm}$ 圆柱模具将不同配比料浆制成标准试样，按照正交表分为 16 组，依次标记为 $A_1\sim A_{16}$ ，每组 9 块，共 144 块。将试样进行巷道环境条件下(温度 $(17\pm2)\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，湿度 $(75\pm5)\%$)自然养护。灌模前进行坍落度测试，分别进行第 3 d、第 7 d 和第 28 d 的单轴抗压强度试验。

1.2.2 试验测试

1) 坍落度测试

表 3 试验材料矿物成分

Table 3 Mineral composition of test materials

Sample	Mass fraction/%											
	Hydroxylapatite	Quartz	Hematite	Albite	Plagioclase	Muscovite	Illite	Dolomite	Plaster	Amphibole	Calcite	
Tailings	10.15	6.91	12.75	—	—	—	—	69.65	0.2		0.34	
Fly ash	—	61.55	1.46	15.99	—	20.99	—	—	—			
Phosphogypsum	—	1.35	—	—	—	—	4.05	—	94.02	0.59		
Tailing sludge	60.94	2.24	—	8.38	11.42	—	9.76	6.30	0.34		0.61	

表 4 磷石膏充填配比正交试验表

Table 4 Header of orthogonal test table

Level/ factor	A (Phosphogypsum content/%)	B (Cement-tailings ratio)	C (Slurry concentration/%)	D (Lime content/%)
1	10	1:4	74	1
2	20	1:5	76	3
3	30	1:6	78	5
4	40	1:7	80	7

采用上口直径 50 mm，下口直径 100 mm，桶高 150 mm 的坍落度桶。分三层将料浆装入桶内，每层用捣棒捣实，然后将桶顶抹平，最后小心垂直提起坍落度桶，记录坍落体高度，算出坍落度数值。

2) 单轴压缩测试

采用济南中路昌鲁制 01000405 号压力试验机。将试样放置在承压板中央，设置加载速率 0.2 kN/s，进行单轴抗压强度测试，计算得到试样单轴抗压强度值。实验过程如图 2 所示。

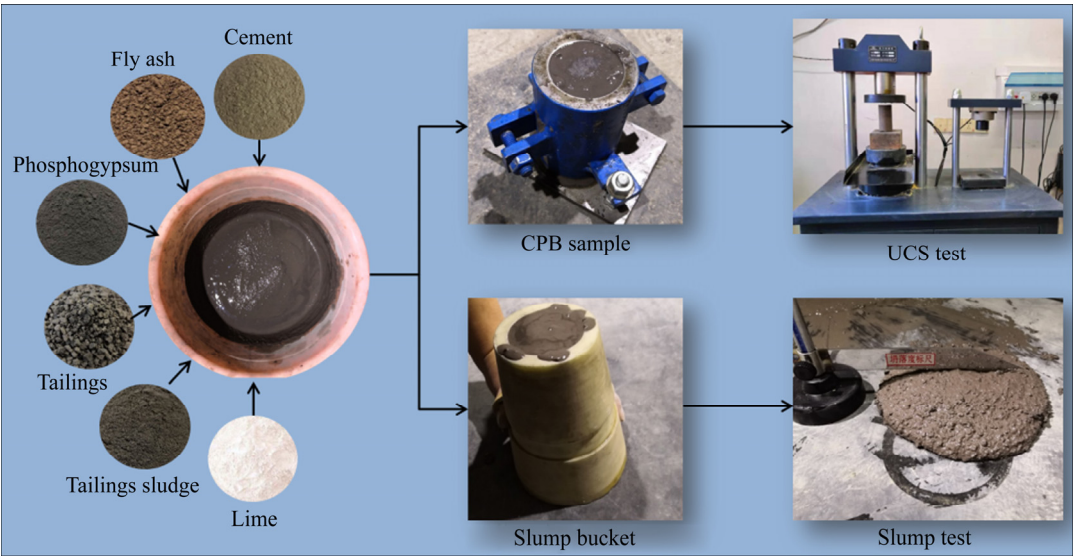


图 2 实验流程图
Fig. 2 Experimental flowchart

2 结果与分析

2.1 实验结果

坍落度是充填材料屈服应力的一个重要指标, 能够表征充填材料的流动性^[13], 是矿山充填管道运输的重要参数。充填材料填充到采空区, 既实现充填采空区体积, 又通过充填体强度支撑采场作用。充填材料强度主要采用单轴抗压强度。通过上述试验测量并计算获得了坍落度和单轴抗压强度参数, 如表 5。由表 5 可以发现, 随着养护时间的增加, 单轴抗压强度呈增大趋势; 不同因素对指标的影响各不相同。结合正交试验表可以发现, 当因素对指标值影响较大时, 该因素与试验结果存在一定的关系。

表 5 充填材料的坍落度和单轴抗压强度

Table 5 Slump and uniaxial compressive strength of filling materials

Group	Slump/cm	Uniaxial compressive strength/MPa		
		3 d	7 d	28 d
A_1	14.2	0.3931	1.0762	1.3644
A_2	13.7	0.5139	1.1124	1.4092
A_3	13	0.5358	1.0851	1.2763
A_4	11	0.6186	1.0996	0.9985
A_5	12.7	0.4777	1.2340	2.1319
A_6	13.4	0.3294	0.5934	1.0619
A_7	10.4	0.6400	1.3131	2.7517
A_8	11.5	0.3837	1.0079	2.0805
A_9	3	0.3590	0.7890	0.6982
A_{10}	2	0.4866	0.7260	0.6356
A_{11}	11.8	0.2596	0.5911	0.7161
A_{12}	11.4	0.2331	0.5243	0.9753
A_{13}	1.5	0.3282	1.0318	1.4138
A_{14}	4.5	0.2882	0.5259	1.5554
A_{15}	5.5	0.1944	0.4217	0.8959
A_{16}	11.5	0.1411	0.3042	1.1291

2.2 结果分析

2.2.1 极差分析

极差分析法简称 R 法, 在正交试验结果分析中某因素的 R 值越大, 说明该因素对试验指标的影响越大。因此, 可以根据 R 的大小来判断因素重要性的主次。极差 (R) 的计算公式如下:

$$K_{mn} = \frac{1}{N} * \sum_{i=1}^N P_i \quad (1)$$

$$R_m = \max(K_{m1}, K_{m2}, \dots, K_{mn}) - \min(K_{m1}, K_{m2}, \dots, K_{mn}) \quad (2)$$

式中: K_{mn} 为第 m 个因素的第 n 水平上所对应指标的平均值; P_i 为指标值; R_m 为第 m 个因素的极差值。

由式(1)和(2)计算出坍落度和各龄期单轴抗压强度的极差, 如表 6 所示, 表中 E 代表未考虑的因素(若该因素的极差大于已知因素, 则说明还有更重要的因素没有考虑到, 反之亦然)。将各因素的极差值进行标准化处理, 得出图 3 结果。从表 6 可以看出, 以坍落度为指标时, 影响因素的主次顺序为: A (磷石膏含量) $> C$ (料浆浓度) $> B$ (灰砂比) $> D$ (石灰含量) $> E$ (其他因素)。其中未考虑的因素影响并不大, 根据 K 大小选取最优解为 $A_1B_4C_1D_1$ 。以 3 d 单轴抗压强度为指标时, 影响因素的主次顺序为: A (磷石膏含量) $> C$ (料浆浓度) $> B$ (灰砂比) $> E$ (其他因素) $> D$ (石灰含量)。其中未考虑的因素影响并不大, 根据 K 大小选取最优解为 $A_1B_3C_4D_3$ 。以 7 d 单轴抗压强度为指标时, 影响因素的主次顺序为: A (磷石膏含量) $> C$ (料浆浓度) $> B$ (灰砂比) $> D$ (石灰含量) $> E$ (其他因素)。其中未考虑的因素影响并不大, 根据 K 大小选取最优解为 $A_1B_1C_4D_2$ 。以 28 d 单轴抗压强度为指标时, 影响因素的主次顺序为: A (磷石膏含量) $> D$ (石灰含量) $> C$ (料浆浓度) $> E$ (其他因素) $> B$ (灰砂比)。其中未考虑的因素影响并不大, 根据 K 大小选取最优解为 $A_2B_3C_4D_1$ 。从图 3 中可以看出, A 和 C (28 d 强度时为 A 和 D)的极差比 B 、 D 和 E (28 d 强度时为 B 、 C 和 E)的极差大很多。因此, 将极差大的因素定义为主要影响因素, 将极差小的因素定义为次要影响因素。从图 3 中还可以看出, 第一主要影响因素始终是磷石膏含量, 而第二主要影响因素则在 28 d 强度为指标时发生了改变。说明磷石膏含量始终是影响指标的第一主要因素, 而料浆浓度在前期指标中占第二主要影响, 在后期指标中不再占第二主要影响, 此时石灰含量占第二主要影响。从图 3 中也可以看到, 料浆浓度随着养护时间的增加所占比例逐渐减小, 而石灰含量所占比例逐渐增加, 说明料浆浓度的影响随养护时间越来越不重要, 石灰含量变得越来越重要。表明后期石灰激活磷石膏对指标产生重要影响, 石灰逐渐起作用。

表 6 在各指标中各因素极差值

Table 6 Extreme value of each factor in each indicator						
Factor	Level	A	B	C	D	E
Slump	K ₁	12.98	7.85	12.73	10.13	8.30
	K ₂	12.00	8.40	10.83	9.63	9.65
	K ₃	7.05	10.18	8.00	9.80	9.83
	K ₄	5.75	11.35	6.23	8.23	10.00
	R	7.23	3.50	6.50	1.90	1.70
3 d	K ₁	0.52	0.39	0.28	0.39	0.37
	K ₂	0.46	0.40	0.36	0.37	0.41
	K ₃	0.34	0.41	0.39	0.41	0.36
	K ₄	0.24	0.35	0.52	0.38	0.41
	R	0.28	0.06	0.24	0.04	0.05
7 d	K ₁	1.09	1.03	0.64	0.86	0.81
	K ₂	1.04	0.74	0.82	0.94	0.88
	K ₃	0.66	0.85	0.85	0.84	0.81
	K ₄	0.57	0.74	1.04	0.73	0.86
	R	0.52	0.29	0.40	0.21	0.07
28 d	K ₁	1.26	1.40	1.07	1.66	1.25
	K ₂	2.01	1.17	1.35	1.41	1.50
	K ₃	0.76	1.41	1.40	1.29	1.18
	K ₄	1.25	1.30	1.45	0.91	1.35
	R	1.25	0.24	0.38	0.75	0.32

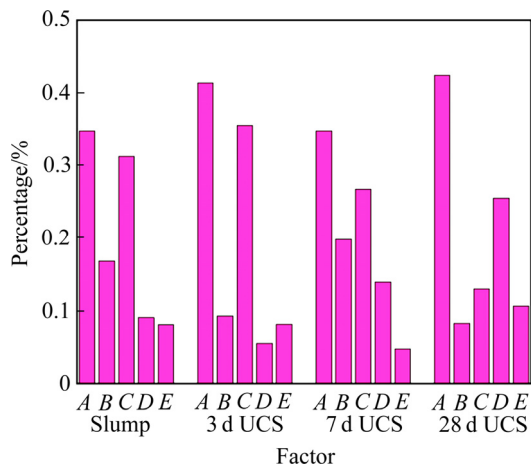


图 3 不同指标中各因素极差占比
Fig. 3 Proportion of each factor in each indicator

2.2.2 主要因素与指标间的关系模型分析

通过极差法可知，主要影响因素比次要影响因素极差大许多，说明主要影响因素对指标具有重要意义。现在只考虑主要影响因素与指标之间的关系，通过建立关系模型来分析在主要因素影响下指标是如何变化的以及它们之间的函数关系，从而对

极差法的最优解加以印证。图 4 所示为各指标与主要因素之间的关系模型。由于有些 28 d 强度数据出现突增，使拟合出来的曲面出现异常，导致无法拟合出合适的曲面。从图 4 中可以看出，前三个指标与因素间的拟合关系很好，它们间的关系如下：

$$\begin{cases} Z_1 = 61.5900 + 3.2278x - 1.1981y - 0.0008x^2 + \\ \quad 0.0078y^2 - 0.0449xy \\ Z_2 = 17.0482 + 0.0015x - 0.4678y - 0.0001x^2 + \\ \quad 0.0033y^2 - 0.0001xy \\ Z_3 = 5.0536 - 0.2262x - 0.0912y - 0.0001x^2 + \\ \quad 0.0005y^2 + 0.0027xy \end{cases} \quad (3)$$

式中： Z_1 为坍落度指标值，cm； Z_2 为 3 d 强度指标值，MPa； Z_3 为 7 d 强度指标值，MPa； x 为磷石膏含量(质量分数)，%； y 为料浆浓度(质量分数)，%。

随着磷石膏含量的增加，坍落度、3 d 和 7 d 抗压强度均具有减小的趋势，但 7 d 抗压强度个别值在磷石膏含量 20% 时出现突增，而 28 d 抗压强度值均在磷石膏含量 20% 时出现最大值。这是因为前期磷石膏只是起到填充作用，后期石灰激发了部分磷石膏并发生化学反应，使得一定磷石膏含量条件下导致强度增加。从影响因素中也可以看出，后期石灰含量影响比料浆浓度影响重要，28 d 强度时次要影响因素由料浆浓度变为石灰含量。由于磷石膏含量是最主要的影响因素，并且磷石膏含量越多，强度降低越大，过多的磷石膏使得强度显著降低。然而，此时磷石膏与石灰发生反应比较明显，影响较大，使得强度产生少量增加的现象。磷石膏与石灰反应量越多，强度增加就会越大，在磷石膏含量为 20% 时强度最大，由此出现了图 4(d) 中的现象。从图 4 中还可以发现，料浆浓度的影响规律并不统一，坍落度随着料浆浓度的增加而减小，3 d 和 7 d 抗压强度随着料浆浓度增加而增加，28 d 强度大部分随着石灰含量的增加而减小。按图 4 中趋势所得，获得最大坍落度时主要因素的配比为磷石膏含量和料浆浓度均为最低(即 A_1 和 C_1)；获得 3 d 和 7 d 抗压强度最大时主要因素的配比均为磷石膏含量最低和料浆浓度最高(即 A_1 和 C_4)；获得 28 d 抗压强度最大时主要因素的配比为磷石膏含量 20% 和石灰含量 1%(即 A_2 和 D_1)。该结果与极差法得到的结果一致。

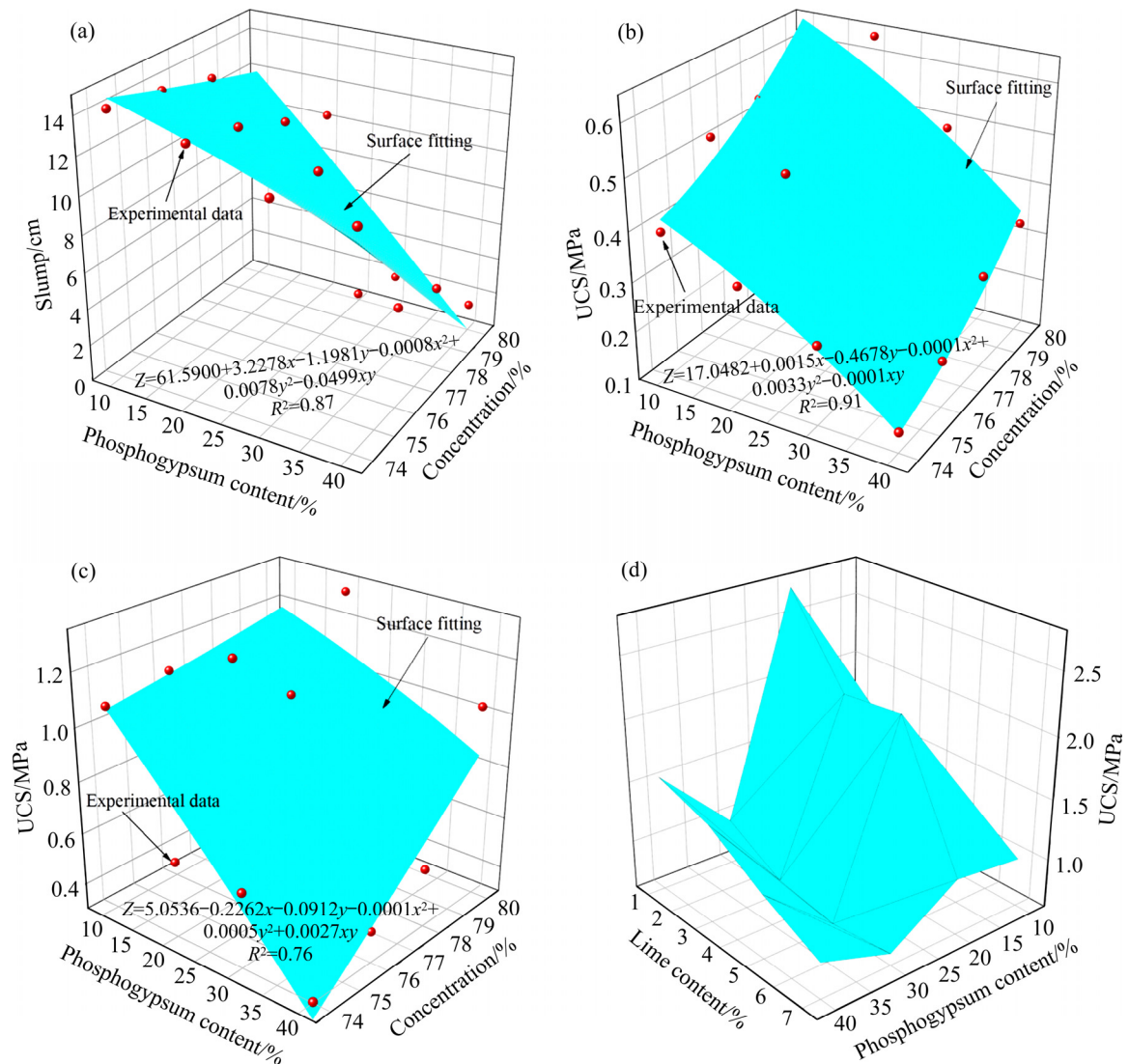


图4 各指标与主要因素间的关系

Fig. 4 Relationship between each indicator and main factors: (a) Slump; (b) 3 d strength; (c) 7 d strength; (d) 28 d strength

2.2.3 矩阵分析

矩阵分析法是一种客观的数据处理方法,其通过设置权矩阵的形式对直观分析试验结果进行处理,分析过程中不直接使用各组试验结果,主要通过通过对直观分析数据进行计算和对比。并且矩阵分析法主要用来处理多指标问题,能够将多个指标单一化,使多指标问题简单化。根据矩阵分析结果,可直接得出多指标下的最优结果,每个指标下最优数值的大小可判断因素重要性顺序。本文利用其多指标单一化特点将坍落度、3 d 抗压强度、7 d 抗压强度和 28 d 抗压强度 4 个指标单一化,获取 4 个指标下的最优配比以及该配比下的因素影响重要性顺序。该方法结构包括三层:指标层、因素层和水平

层,其具体过程如下^[14]:

首先建立指标层,矩阵 M 如下:

$$M = \begin{bmatrix} K_{11} & 0 & \cdots & 0 \\ K_{12} & 0 & \cdots & 0 \\ \vdots & \vdots & \cdots & \vdots \\ K_{1n} & 0 & \cdots & 0 \\ 0 & K_{21} & \cdots & 0 \\ 0 & K_{22} & \cdots & 0 \\ \vdots & \vdots & \cdots & \vdots \\ 0 & K_{2n} & \cdots & 0 \\ \vdots & \vdots & \cdots & \vdots \\ 0 & 0 & \cdots & K_{m1} \\ 0 & 0 & \cdots & K_{m2} \\ \vdots & \vdots & \cdots & \vdots \\ 0 & 0 & \cdots & K_{mn} \end{bmatrix} \quad (4)$$

式中:当指标值越大越好时, K_{mn} 为第 m 个因素的第 n 水平上所对应指标的总和;当指标值越小越好时, K_{mn} 为第 m 个因素的第 n 水平上所对应指标总和的倒数。

$t_j = \frac{1}{\sum_{i=1}^n K_i}$ 再建立因素层矩阵 T 如下:

$$T = \begin{bmatrix} t_1 & 0 & \cdots & 0 \\ 0 & t_2 & \cdots & 0 \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ 0 & 0 & 0 & t_m \end{bmatrix} \quad (5)$$

$r_j = \frac{R_j}{\sum_{i=1}^m R_i}$ 最后建立水平层矩阵 E 如下:

$$E = \begin{bmatrix} r_1 \\ r_2 \\ \vdots \\ r_m \end{bmatrix} \quad (6)$$

在 p 个指标中第 i 个指标的矩阵为

$$\omega_i = M_i T E_i \quad (7)$$

最终结果为

$$\omega = \frac{\omega_1 + \omega_2 + \cdots + \omega_p}{p} \quad (8)$$

根据以上公式可以计算出结果,如表7所列。从表中可以看出,每个指标及指标均值下的结果总和为1,说明每个指标的重要性一致。在各指标重要性一致条件下,各因素各水平下指标均值最大值分别为 $A_2(0.1254)$ 、 $B_3(0.0356)$ 、 $C_4(0.0722)$ 、 $D_1(0.0386)$ 和 $E_2(0.0215)$ 。根据各数值大小可以判断出影响因素重要性顺序为 $A > C > D > B > E$,并且未考虑的因素影响并不大。因此,最优解为 $A_2 B_3 C_4 D_1$ 。

2.2.4 指标值预估

指标值预估是指按照已确定的方案通过特定公式进行各指标值预估,其一般计算公式如下^[15]:

$$\mu = \bar{x} + a_i + b_j + c_k + d_l + \cdots \quad (9)$$

式中: μ 为指标值预估值; $\bar{x}$ 为试验数据值的总平均值; a_i 、 b_j 、 c_k 、 d_l 为各因素在最优水平下的效应值。

表7 矩阵分析结果值

Table 7 Matrix analysis results

Group	Matrix analysis result				Index average
	Slump	3 d UCS	7 d UCS	28 d UCS	
A_1	0.1192	0.1381	0.1130	0.1017	0.1180
A_2	0.1102	0.1226	0.1073	0.1617	0.1254
A_3	0.0648	0.0898	0.0680	0.0610	0.0709
A_4	0.0528	0.0637	0.0589	0.1005	0.0690
B_1	0.0349	0.0235	0.0608	0.0221	0.0353
B_2	0.0374	0.0245	0.0436	0.0184	0.0310
B_3	0.0453	0.0246	0.0502	0.0223	0.0356
B_4	0.0505	0.0208	0.0433	0.0204	0.0337
C_1	0.1051	0.0642	0.0510	0.0263	0.0616
C_2	0.0894	0.0815	0.0655	0.0333	0.0674
C_3	0.0661	0.0901	0.0679	0.0346	0.0647
C_4	0.0514	0.1187	0.0830	0.0357	0.0722
D_1	0.0245	0.0140	0.0357	0.0803	0.0386
D_2	0.0232	0.0135	0.0389	0.0679	0.0359
D_3	0.0237	0.0149	0.0348	0.0625	0.0340
D_4	0.0199	0.0136	0.0301	0.0441	0.0269
E_1	0.0179	0.0194	0.0116	0.0253	0.0185
E_2	0.0209	0.0219	0.0126	0.0304	0.0215
E_3	0.0212	0.0190	0.0116	0.0240	0.0190
E_4	0.0216	0.0218	0.0124	0.0274	0.0208

其中,各效应值计算如下:

$$\begin{aligned} a_i &= A_i - \bar{x} \\ b_j &= B_j - \bar{x} \\ c_k &= C_k - \bar{x} \\ d_l &= D_l - \bar{x} \\ &\cdots \end{aligned} \quad (10)$$

式中: A_i 、 B_j 、 C_k 、 D_l 为各因素在最优水平下的指标平均值。

将式(8)代入式(7)可得如下公式:

$$\mu = \sum_{i=1}^m V_i - (m-1)\bar{x} \quad (11)$$

式中: m 为因素数; V_i 为各因素所选水平对应的指标平均值。

根据以上公式可以求出各最优解的预估值,其中以矩阵分析法得出的最优解为例计算结果如表8所列,各最优解预估值结果如表9所列。从表9中可以看出,根据坍落度得出的最优解的预估值中坍

表 8 矩阵分析法最优解的预估值过程及结果

Table 8 Process and results of optimal solution estimation by matrix analysis method

Factor	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i>	<i>D</i>	$\sum V$	$\bar{x}$	Estimated value
Slump/cm	12.0000	10.1750	6.2250	10.1250	38.5250	9.4438	10.1936
3 d UCS/MPa	0.4575	0.4075	0.5175	0.3875	1.7700	0.3864	0.6108
7 d UCS/MPa	1.0375	0.8525	1.0425	0.8600	3.7925	0.8397	1.2734
28 d UCS/MPa	2.0075	1.4100	1.4500	1.6625	6.5300	1.3184	2.5748

表 9 各最优解的预估值

Table 9 Estimated values of each optimal solution

Factor	Estimated value				
	Optimal solution	Slump/cm	3 d UCS/MPa	7 d UCS/MPa	28 d UCS/MPa
Slump	$A_1B_4C_1D_1$	18.8436	0.3683	0.8084	1.3323
3 d UCS	$A_1B_3C_4D_3$	10.8436	0.6908	1.3059	1.4598
7 d UCS	$A_1B_1C_4D_2$	8.3436	0.6358	1.5834	1.5648
28 d UCS	$A_2B_3C_4D_1$	10.1936	0.6108	1.2734	2.5748
Matrix method	$A_2B_3C_4D_1$	10.1936	0.6108	1.2734	2.5748

最优解中预估值的坍落度、3 d 和 7 d 抗压强度都相似, 但是 28 d 抗压强度明显不同, 其中最优解 $A_2B_3C_4D_1$ 的抗压强度最大。因此, 矩阵分析法得到的最优解的预估值最好。

3 结论

1) 极差法分析试验结果表明, 各项指标的第一主要影响因素始终是磷石膏含量, 而第二主要影响因素对坍落度、3 d 强度和 7 d 强度三项指标来说为料浆浓度, 对 28 d 强度来说为石灰含量。利用极差值标准化可得出磷石膏含量所占比例始终最大, 料浆浓度所占比例随着养护时间的增加逐渐减小, 而石灰含量所占比例逐渐增加, 说明磷石膏含量始终是最主要的影响因素, 料浆浓度的影响随养护时间延长变得越来越不重要, 而石灰含量的影响变得越来越重要。

2) 利用矩阵分析法优化得到的充填体最终配比为: 磷石膏含量 20%, 水泥与尾矿比 1:6, 料浆浓度 80%, 生石灰含量 1%; 运用指标值预估法计算得到该配比下的指标值分别是坍落度 10.1936 cm, 3 d 强度 0.6108 MPa, 7 d 强度 1.2734 MPa, 28 d 强度 2.5748 MPa, 在理论计算下, 该配比的预

估结果满足矿山生产实际的需求。

3) 通过建立各指标与影响因素间的关系模型可以观察到随着磷石膏含量的增加, 坍落度、3 d 和 7 d 抗压强度均具有减小的趋势, 而 7 d 抗压强度个别值在磷石膏含量 20% 时出现突增, 28 d 抗压强度值均在磷石膏含量 20% 时出现最大值。但是次要影响因素的影响规律并不统一, 坍落度随着料浆浓度的增加而减小, 3 d 和 7 d 抗压强度随着料浆浓度的增加而增加, 28 d 抗压强度大部分随着石灰含量的增加而减小。

REFERENCES

[1] LIUY K, ZHANGQ L, CHEN Q S, et al. Utilisation of water-washing pre-treated phosphogypsum for cemented paste backfill[J]. Minerals, 2019, 9(3): 1–19.

[2] 张 政, 杨志强, 高 谦. 金川矿磷石膏基早强型充填胶凝材料配方试验[J]. 化工矿物与加工, 2016(1): 31–35.

ZHANG Zheng, YANG Zhi-qiang, GAO Qian. Experiment of filling cementitious material formula based on Phosphogypsum with high early-age strength in Jinchuan Mine[J]. Industrial Minerals and Processing, 2016(1): 31–35.

[3] 肖柏林, 杨志强, 高 谦. 金川矿山磷石膏基新型充填胶

- 凝材料的研制[J]. 矿业研究与开发, 2015, 35(1): 21–24.
- XIAO Bo-lin, YANG Zhi-qiang, GAO Qian. Development of new filling cementitious material of phosphogypsum in Jinchuan Mine[J]. Mining Research and Development, 2015, 35(1): 21–24.
- [4] 张光存, 杨志强, 高 谦, 等. 利用磷石膏开发替代水泥的早强充填胶凝材料[J]. 金属矿山, 2015(3): 194–198.
- ZHANG Guang-cun, YANG Zhi-qiang, GAO Qian, et al. Development of early strength filling cementing material with phosphogypsum as substitute of traditional cement[J]. Metal Mine, 2015(3): 194–198.
- [5] 杨 啸. 磷石膏基早强胶凝材料开发与废弃物资源化利用[D]. 北京: 北京科技大学, 2016.
- YANG Xiao. Development of phosphogypsum-based early-strength cementitious material and resources utilization of waste[D]. Beijing: University of Science and Technology Beijing, 2016.
- [6] 吴世龙, 卢廷浩, 杨德喜. 石灰改性磷石膏的工程性质研究[J]. 江苏建筑, 2007(6): 49–51.
- WU Shi-long, LU Ting-hao, YANG De-xi. Study on engineering properties of limed phosphogypsum by indoor tests[J]. Jiangsu Architecture, 2007(6): 49–51.
- [7] 胡建华, 薛小蒙, 雷 涛, 等. 结块矿石诱导跌落冲击崩解因素的正交试验[J]. 中南大学学报(自然科学版), 2013(12): 5032–5037.
- HU Jian-hua, XUE Xiao-meng, LEI Tao, et al. Orthogonal experiments on impact break of induction caving to caking ore[J]. Journal of Central South University(Science and Technology), 2013(12): 5032–5037.
- [8] 王新民, 胡一波, 王 石, 等. 超细全尾砂充填配比优化正交试验研究[J]. 黄金科学技术, 2015, 23(3): 45–49.
- WANG Xin-min, HU Yi-bo, WANG Shi, et al. Orthogonal test of optimization of ultrafine whole-tailings backfill materials[J]. Gold Science and Technology, 2015, 23(3): 45–49.
- [9] LIX B, ZHOUY A, ZHU Q Q, et al. slurry preparation effects on the cemented phosphogypsum backfill through an orthogonal experiment[J]. Minerals, 2019, 9(1): 1–18.
- [10] 李地元, 孙成志, 蹇明星, 等. 磷石膏废石胶结充填体强度特性正交试验研究[J]. 地下空间与工程学报, 2017, 13(1): 29–34.
- LI Di-yuan, SUN Cheng-zhi, JIAN Ming-xing, et al. Strength characteristics of cemented backfilling with phosphogypsum and mullock based on orthogonal experiment[J]. Chinese Journal of Underground Space and Engineering, 2017, 13(1): 29–34.
- [11] 兰文涛, 吴爱祥, 王贻明, 等. 基于正交试验的半水磷石膏充填配比优化[J]. 中国有色金属学报, 2019, 29(5): 1803–1811.
- LAN Wen-tao, WU Ai-xiang, WANG Yi-ming, et al. Optimization of filling ratio of hemihydrate phosphogypsum based on orthogonal test[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2019, 29(5): 1803–1811.
- [12] 张子建, 范利丹, 余永强, 等. 多指标混凝土正交试验的分析方法研究[J]. 科技通报, 2017, 33(11): 47–51.
- ZHANG Zi-jian, FAN Li-dan, YU Yong-qiang, et al. Study on analysis methods for the multi-index orthogonal experiment of concrete[J]. Bulletin of Science and Technology, 2017, 33(11): 47–51.
- [13] HU J H, KUANG Y, ZHOU T, et al. Influence of air entraining agent on strength and microstructure properties of cemented paste backfill[J]. IEEE ACCESS, 2019, 7: 140899–140907.
- [14] 魏效玲, 薛冰军, 赵 强. 基于正交试验设计的多指标优化方法研究[J]. 河北工程大学学报(自然科学版), 2010, 29(3): 95–99.
- WEI Xiao-ling, XUE Bing-jun, ZHAO Qiang. Optimization design of the stability for the plunger assembly of oil pumps based on multi-target orthogonal test design[J]. Journal of Hebei University of Engineering (Natural Science Edition), 2010, 29(3): 95–99.
- [15] 吴贵生. 试验设计与数据处理[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1997.
- WU Gui-sheng. Experiment design and data processing[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1997.

Optimization research of base-phosphogypsum cemented backfill ratio based on orthogonal test

ZHAO Feng-wen¹, HU Jian-hua¹, ZENG Ping-ping¹, WANG Xue-liang², ZHAO Lei²

(1. School of Resources and Safety Engineering, Central South University, Changsha 410081, China;

2. Hubei Sanning Mining Co., Ltd., Yichang 443100, China)

Abstract: The filling technology of phosphogypsum as aggregate is one of the treatment methods of goaf and solid waste, and phosphogypsum's chemical activity is the key to affect the filling effect. Taking phosphogypsum filling to be carried out in a mine as the object, and the base in quicklime was used as an activator. According to the orthogonal experiment method, 16 groups of ratios were designed to carry out combined experiments. The range method was used to analyze the optimal ratio under each index (slump, 3 d compressive strength, 7 d compressive strength and 28 d compressive strength), and the matrix analysis method was used to analysis and optimize to obtain the feasible optimal ratio, and the index value prediction method was used to predict the mechanical characteristic value of the final ratio. The results indicate that: 1) The content of phosphogypsum is the first main influencing factor under various indexes, and the second main influencing factors for the three indexes of slump, 3 d strength and 7 d strength next time are the slurry concentration. Under the 28 d strength index, the second main influencing factor is lime content. 2) The final parameters of the optimally selected backfill are as follows: phosphogypsum of 20%, cement to tailings ratio of 1:6, slurry concentration of 80%, and quicklime of 1%. Its estimated values of mechanical properties are slump of 10.1936 cm, 3 d strength of 0.6108 MPa, 7 d strength of 1.2734 MPa, 28 d strength of 2.5748 MPa. 3) The influence relation model of different factors is established. The relationship between various index values (slump, 3 d strength and 7 d strength) and the main influencing factors are in accordance with the relationship of $Z = Ax^2 + By^2 + Cx + Dy + Exy + F$.

Key words: orthogonal test; range method; matrix analysis method; index value prediction method; relationship model

Foundation item: Project(41672298) supported by the National Natural Science Foundation of China; Project (2017YFC0602901) supported by the National Key Research and Development Program of China

Received date: 2020-03-18; **Accepted date:** 2020-12-04

Corresponding author: HU Jian-hua; Tel: +86-13787056402; E-mail: hujh21@csu.edu.cn

(编辑 王 超)