

文章编号:1673-9981(2017)02-0112-06

# 应用正交实验法探索分级机的最佳工艺参数\*

李世婕, 曾 燕, 胡泽宇, 朱火清, 黄永达, 刘宏江

广东省焊接技术研究所(广东省中乌研究院), 广东 广州 510650

**摘 要:**为了获得最佳的分级机工艺参数,以进口产品为参考标准,采用四因素、四水平的正交实验方法设计分级实验,考察各因素对分级后钎剂的平均粒径及体积分布的影响.通过对实验的结果进行极差和方差的综合分析,结果表明:各因素对考察指标影响的大小顺序为二级频率>一级频率>风门状态>主机频率;最优组合为主机频率 5 Hz,一级频率 10 Hz,二级频率 20 Hz,风门状态为全开;二级频率对平均粒径及体积分布的影响显著.最后采用优化组合工艺制备了分级的钎剂,并且进行了激光粒度分析与进口产品对比,表明所制备的分级钎剂的各项指标均与进口产品一致.

**关键词:**正交实验设计;干式喷涂钎剂;分级机

**中图分类号:** TQ630.6

**文献标志码:** A

铝及铝合金由于密度小、热导率高且物美价廉,已成为制造热交换器的首选材质,基本上取代了铜及铜合金.以汽车行业为例,目前汽车的水箱、冷凝器和蒸发器等热交换器的铝化率已达到95%以上.同时,铝制热交换器还广泛应用于电力及制冷行业.

目前,生产钎焊铝制热交换器大多采用湿喷工艺,即先将铝钎剂用水调制成5%左右的悬浮液,然后将此悬浮液通过喷淋系统均匀喷布于工件上,再将喷布的含水钎剂烘干,最后在氮气保护的隧道炉中完成钎焊.由于水的引入,湿喷工艺存在以下缺点:水的加入又再被烘失,既浪费水资源又增加电力烘干成本;水渍导致焊后工件的外观不够光亮;形成废水废渣,不符合当今绿色环保制造的要求和理念.静电干喷工艺可很好地解决湿喷工艺带来的这些问题.静电干喷工艺是在压缩空气的动力推动下将干式喷涂钎剂推出喷枪,在喷枪前端的电离区域中带上负电荷,然后在空气力场和静电电场的作用下,定向吸附到带正电荷的工件表面,形成一层均匀牢固的薄膜,最后在氮气保护的隧道炉中完成钎焊<sup>[1]</sup>.

干式喷涂钎剂的颗粒品质对静电干喷工艺起决定性的因素,而其中的粒度分布更是重要因素.钎剂的粒度太细,其比表面积大,容易使颗粒间相互吸附,造成团聚堵塞枪口,从而导致加料不顺畅及布料不均匀;粒度太粗,其带电效果差,同时又加上自重过大,导致对工件的吸附力不足,成膜时易产生桔皮,影响薄膜的平整及光泽<sup>[2]</sup>.

通常对用于静电干喷工艺的铝钎剂的粒度分布有严格的要求,其50%的颗粒粒径分布应在3.5~25 μm范围内<sup>[3]</sup>,要达到此粒径分布的要求,需使用粒度分级机设备.本文对粒度分级机设备的工艺参数进行研究,采用正交实验法,旨在将影响分级机分级效果各因素水平进行合理搭配,探索分级机的最佳工艺条件,以生产出符合粒径要求的钎剂产品.

## 1 实验部分

### 1.1 原料及方法

实验原料为自产的氟铝酸钾共晶钎剂.分级时

收稿日期:2017-04-26

\* 基金项目:广东省科学院科研平台环境与能力建设专项项目(2016GDASPT-0205);广东省科技计划项目(2014B050503004);广东省科技计划项目(2015B050502005)

作者简介:李世婕(1987-),女,广东揭阳人,本科.

需要考虑的因素比较多,如对所有因素进行全面搭配实验,工作量大难以实施.正交实验设计是利用正交表来安排与分析多因素实验的一种设计方法,它从实验因素全部水平的组合中挑选出部分有代表性的水平组合进行实验,通过对实验结果的分析,了解

全面实验的情况,找出最优的水平组合<sup>[4]</sup>.

实验时按照正交实验法设计步骤,在分级机的控制柜上调整各有关参数因素的水平值,待进料运行稳定一段时间后,于一号出料口(粗颗粒出料口)取样进行粒度分析.图 1 为分级流程示意图.

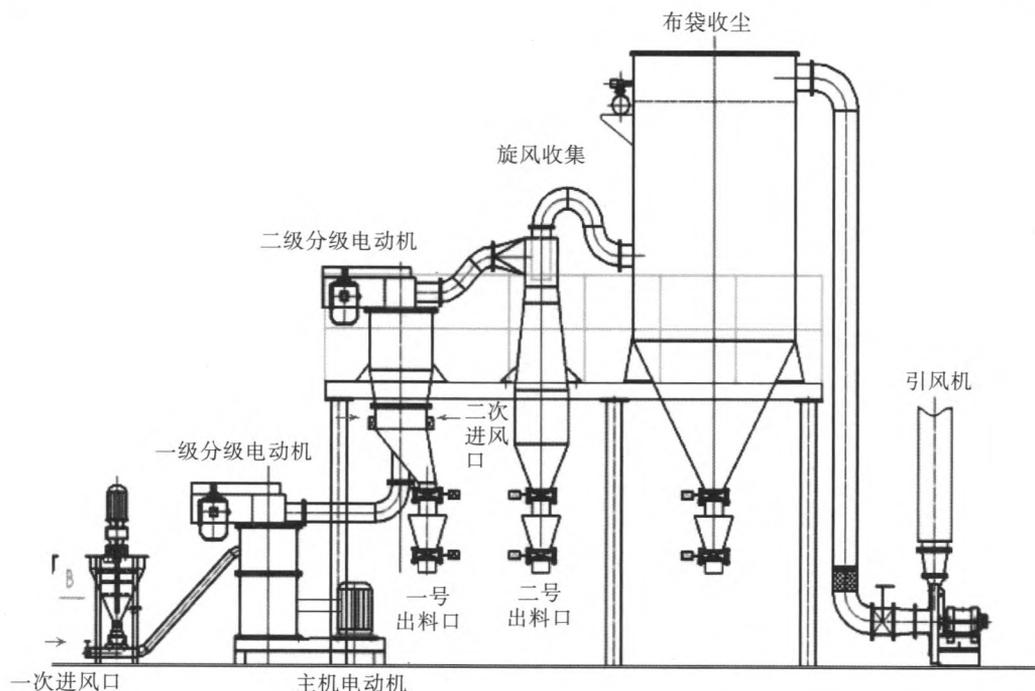


图 1 分级流程图

Fig.1 Classifier flow chart

### 1.2 仪器与设备

用型号为 WTJ-28 的粉碎机粉碎将氟铝酸钾共晶钎剂制成粉状钎剂,再用型号为 JMC-500-2 的二次分级机对所得粉末钎剂进行分级,得干式喷涂钎剂产品,最后用型号为 7003 的激光粒度分析仪分析干式喷涂钎剂的粒度分布.

### 1.3 实验因素及水平的选取

从日常的生产实践中发现,影响分级机分级效果的因素主要有四个,即主机频率、一级分级频率、二级分级频率和风门状态(即二次进风口的风门大小)<sup>[5]</sup>.经初步试验探索,确定了这四个因素的水平值.具体的因素水平列于表 1.

## 2 实验结果及分析

考察评价指标时参照进口产品的粒径大小及分

表 1 实验因素与水平

Table 1 Experimental factors and levels

水平	因素			
	A(主机频率)/Hz	B(一级频率)/Hz	C(二级频率)/Hz	D(风门状态)
1	5	8	10	开 1/4
2	8	10	20	开 1/2
3	11	12	30	开 3/4
4	14	15	40	全开

布范围,平均粒径以接近 15  $\mu\text{m}$  为最佳,粒径  $D < 3 \mu\text{m}$  颗粒的体积百分比越小越好,粒径  $D > 10 \mu\text{m}$  颗粒的体积百分比越大越好.本实验为四因素四水平正交实验,选用  $L_{16}(4^5)$  正交表,多出一列作为误差分析,通过方差及极差法对实验结果进行分析,从而选择出最佳工艺条件,具体的实验方案及结果列于表 2.

表2 实验方案及结果

Table 2 Experimental scheme and experimental result

试验号	因素(列号)					评价指标		
	A <sup>1)</sup>	B <sup>1)</sup>	C <sup>1)</sup>	D <sup>1)</sup>	空列	Y <sub>1</sub> <sup>2)</sup> /μm	Y <sub>2</sub> <sup>2)</sup> /%	Y <sub>3</sub> <sup>2)</sup> /%
1	1	1	1	1	1	9.802	20.138	21.864
2	1	2	2	2	2	25.614	4.277	75.991
3	1	3	3	3	3	11.829	12.079	29.997
4	1	4	4	4	4	7.539	14.553	14.466
5	2	1	2	3	4	14.111	12.739	37.779
6	2	2	1	4	3	13.97	13.064	37.55
7	2	3	4	1	2	6.294	20.855	8.673
8	2	4	3	2	1	7.509	17.377	14.945
9	3	1	3	4	2	14.885	9.151	42.475
10	3	2	4	3	1	8.65	14.516	18.808
11	3	3	1	2	4	4.989	26.469	3.176
12	3	4	2	1	3	12.47	14.363	33.611
13	4	1	4	2	3	8.544	16.626	17.752
14	4	2	3	1	4	10.983	13.552	27.764
15	4	3	2	4	1	16.841	9.034	53.259
16	4	4	1	3	2	4.917	28.004	3.298

注:1)A,B,C和D分别代表主机频率、一级频率、二级频率和风门状态四个因素

2)Y<sub>1</sub>,Y<sub>2</sub>和Y<sub>3</sub>分别代表三个评价指标,即平均粒径、粒径 $D < 3 \mu\text{m}$ 颗粒的体积分布及粒径 $D > 10 \mu\text{m}$ 颗粒的体积分布

## 2.1 极差分析法及讨论

表3为极差分析表.由表3可知:主机频率(A)、一级频率(B)、二级频率(C)和风门状态(D)四因素对平均粒径影响大小依次为 $C > B > A > D$ ,最优水平组合为 $A_1 B_2 C_2 D_4$ ;四因素对粒径 $D < 3 \mu\text{m}$ 颗粒的体积百分比的影响大小顺序为 $C > B > D > A$ ,最优水平组合 $A_1 B_2 C_2 D_4$ ;四因素对粒径 $D > 10 \mu\text{m}$ 颗粒的体积百分比的影响大小顺序为 $C > B > D > A$ ,最优水平组合 $A_1 B_2 C_2 D_4$ .三个评价指标的分析结论几乎一致,最优组合都是 $A_1 B_2 C_2 D_4$ .其中考察因素对平均粒径的影响大小顺序 $C > B > A > D$ ,与另外两评价指标的影响大小顺序 $C > B > D > A$ 略有不同.但是从平均粒径的极差分析结果可以看出,A和D的极差值均小于同组的空列(误差)的极差,故A和D对平均粒径的影响可以忽略不计.因此,综合考虑四因素对三个评价指标的影响,大小顺序可认为是 $C > B > D > A$ ,最优组合为 $A_1 B_2 C_2 D_4$ ,

即主机频率5 Hz,一级频率10 Hz,二级频率20 Hz,风门状态为全开.

## 2.2 方差分析法与讨论

极差分析法虽然能找出因素对考察指标影响的大小顺序和最佳水平组合,但不能将试验过程中试验误差引起的数据波动与试验条件改变引起的数据波动区别开来,也没有提供所考察的各因素对试验结果(指标)影响是否显著的标准,因此无法知道分析的精度如何<sup>[6]</sup>.然而在实际生产中需要严格控制对考察指标有显著影响的因素,对那些没有显著影响的因素可以忽略<sup>[7]</sup>.方差分析能够很好地弥补极差分析的缺陷,将数据的总变异分解成因素引起的变异和误差引起的变异两部分,构造F统计,进行F检验,从而判断各因素作用的显著性大小.当误差自由度很小的时候,F检验灵敏度很低,有时即使因素对试验指标有影响,用F检验也判断不出来.为了增大误差自由度,提高F检验的灵敏度,在进行显

表 3 极差分析表  
Table 3 Range analysis table

指标	因素	各因素水平均值				极差 $R^{2)}$	优水平
		水平 $k_1^{1)}$	水平 $k_2^{1)}$	水平 $k_3^{1)}$	水平 $k_4^{1)}$		
平均粒径 / $\mu\text{m}$	主机频率(A)	13.696	10.471	10.249	10.321	3.447	1
	一级频率(B)	11.836	14.804	9.988	8.109	6.695	2
	二级频率(C)	8.42	17.259	11.302	7.757	9.502	2
	风门状态(D)	9.887	11.664	9.877	13.309	3.432	4
	空列(误差)	10.701	12.928	11.703	9.406	3.522	—
体积分布 ( $D < 3\mu\text{m}$ )/%	主机频率(A)	12.762	16.009	16.125	16.804	4.042	1
	一级频率(B)	14.664	11.352	17.109	18.574	7.222	2
	二级频率(C)	21.919	10.103	13.040	16.638	11.816	2
	风门状态(D)	17.235	16.187	16.835	11.451	5.784	4
	空列(误差)	15.266	15.572	14.033	16.828	2.795	—
体积分布 ( $D > 10\mu\text{m}$ )/%	主机频率(A)	35.580	24.737	24.518	25.518	11.062	1
	一级频率(B)	29.968	40.028	23.776	16.580	23.448	2
	二级频率(C)	16.472	50.160	28.795	14.925	35.235	2
	风门状态(D)	22.978	27.966	22.471	36.938	14.467	4
	空列(误差)	27.219	32.609	29.728	20.796	11.813	—

注:1) $k_1, k_2, k_3, k_4$  为各因素同一水平 Y 值的平均值  
2) $R$  为每一因素中 4 个水平 Y 值的平均值的极差

著性检验之前,先将各因素的方差与误差方差比较,若因素的方差小于 2 倍误差的方差,可将这些因素的偏差平方和、自由度并入误差的偏差平方和、自由度,这样使误差的偏差平方和及自由度增大,提高  $F$  检验的灵敏度。

表 4 为方差分析表,表 4 中把影响平均粒径及体积分布( $D > 10 \mu\text{m}$ )的主机频率与风门状态这两个因素的偏差平方和与自由度并入误差中再进行显著性检验。从表 4 中可以看出:以平均粒径为指标,因素二级频率  $F_{比} > F_{0.01}$ ,说明该因素的影响高度显著,其余因素  $F_{比} < F_{0.05}$ ,因此对平均粒径没有显著影响;以体积分布( $D < 3 \mu\text{m}$ )为指标,因素二级频率  $F_{0.01} > F_{比} > F_{0.05}$ ,说明该因素有显著影响,其余因素  $F_{比} < F_{0.05}$ ,表明这些因素没有显著影响;以体积分布( $D > 10 \mu\text{m}$ )为指标,因素二级频率  $F_{比} > F_{0.01}$ ,说明该因素的影响高度显著,其余因素  $F_{比} < F_{0.05}$ ,表明没有显著影响。方差分析结果与极差分析结果基本一致,都是二级频率影响最大。综合极差分析法的分析结果,可得出最佳实验条件为  $A_1 B_2 C_2$

$D_4$ ,即主机频率 5 Hz、一级频率 10 Hz、二级频率 20 Hz、风门状态为全开。

以上述最优组合工艺条件做验证试验,用激光粒度分析仪测得分级出的干喷钎剂的平均粒径为  $13.826 \mu\text{m}$ , $D < 3 \mu\text{m}$  颗粒的体积分布为 6.386%, $D > 10 \mu\text{m}$  颗粒的体积分布为 44.729%,这与进口产品粒度分析的各项指标非常接近(图 2)。

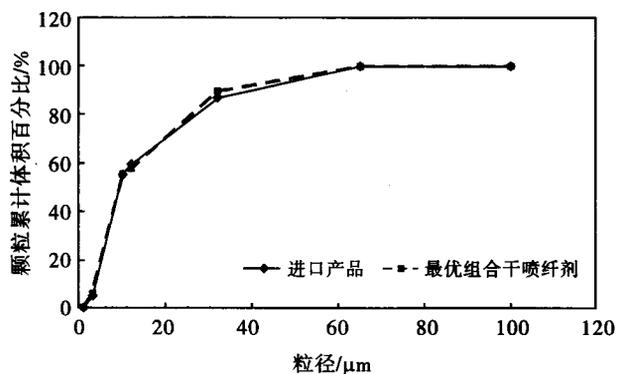


图 2 粒度分析图  
Fig.2 Particle size analysis

表4 方差分析表  
Table 4 Variance analysis table

指标	因素	平方和	自由度	均方	$F_{比}$	$F$ 分布临界值 $F_{\alpha}$	显著水平
平均粒径/ $\mu\text{m}$	主机频率	33.752	3	11.251	—		
	一级频率	97.67	3	32.557	3.147		
	二级频率	225.232	3	75.077	7.257	$F_{0.05}(3,9)=3.86$	**
	风门状态	32.541	3	10.847	—	$F_{0.01}(3,9)=6.99$	
	空列(误差)	26.825	3	8.942	—		
	误差 $\Delta$	93.118	9	10.346	—		
体积分布 ( $D < 3 \mu\text{m}$ )/%	主机频率	39.3	3	13.1	2.485		
	一级频率	119.687	3	39.896	7.569	$F_{0.05}(3,3)=9.28$	
	二级频率	310.598	3	103.533	19.642	$F_{0.01}(3,3)=29.46$	*
	风门状态	86.447	3	28.816	5.467		
	空列(误差)	15.814	3	5.271	—		
体积分布 ( $D > 10 \mu\text{m}$ )/%	主机频率	342.822	3	114.274	—		
	一级频率	1184.509	3	394.836	2.994		
	二级频率	3179.504	3	1059.835	8.036	$F_{0.05}(3,9)=3.86$	**
	风门状态	539.988	3	179.996	—	$F_{0.01}(3,9)=6.99$	
	空列(误差)	304.218	3	101.406	—		
	误差 $\Delta$	1187.028	9	131.892	—		

### 3 结论

(1)极差分析法表明,主机频率(A)、一级频率(B)、二级频率(C)和风门状态(D)四因素对平均粒径影响大小依次为 $C > B > A > D$ ,四因素对体积分布(粒径小于 $3 \mu\text{m}$ )百分比的影响大小顺序为 $C > B > D > A$ ,四因素对体积分布(粒径大于 $10 \mu\text{m}$ )百分比的影响大小顺序为 $C > B > D > A$ 。综合考虑,最优组合为 $A_1 B_2 C_2 D_4$ 。

(2)方差分析法表明,二级频率对平均粒径及体积分布( $D > 10 \mu\text{m}$ )的影响高度显著,二级频率对体积分布( $D < 3 \mu\text{m}$ )有显著影响,其他因素对三个指标均为非显著性影响。

(3)按照最优组合工艺条件做分级试验,分级后的干喷钎剂平均粒径为 $13.826 \mu\text{m}$ , $D < 3 \mu\text{m}$ 颗粒的体积分布为 $6.386\%$ , $D > 10 \mu\text{m}$ 颗粒的体积分布为 $44.729\%$ ,与进口产品的各项性能指标非常接近。

### 参考文献:

- [1] 李红生,王文丽. 静电喷涂技术的应用[J]. 涂装与电镀, 2004(4):33-35.
- [2] 何达荣,高庆福. 浅析粉末涂装的静电涂装工艺及常见问题的相应对策[J]. 现代涂料与涂装, 2007, 10(12): 46-49.
- [3] 叶敏伟. 钎剂喷涂技术在汽车空调部件中的应用[J]. 现代零部件, 2012(1):87-88.
- [4] 徐鹏嵩,郭亮,庞振华,等. 正交实验方法在激光焊接中的应用[J]. 机电工程技术, 2011, 40(1):89-91.
- [5] 杜文博,倪光裕. 二次空气量对超细粉体分级机细料得率的影响分析[J]. 中国粉体技术, 1995(5):7-11.
- [6] 王树源,李晏,张毅科. 混凝土正交试验结果极差分析与方差分析方法对比[J]. 建材发展导向, 2016, 14(6): 44-48.
- [7] 胡建军,周冀衡,柴家荣,等. 多指标正交试验数据的优化分析及应用[J]. 中国烟草学报, 2008, 14(2):9-14.

## Application of orthogonal experiment method to the exploration of the best parameters of the classifier

LI Shijie, ZENG Yan, HU Zeyu, ZHU Huoqing, HUANG Yongda, LIU Hongjiang

*Guangdong Welding Institute (E. O. Paton Chinese-Ukrainian Institute of Welding), Guangzhou 510650, China*

**Abstract:** In order to obtain the best technological parameters of the classifier and with a standard of the imported product, the orthogonal experiment is designed with four factors and four levels. Based on the analysis of the three indexes including average particle size and the volume distribution of the flux after the classification and comparing the range analysis and variance analysis, the experimental results show that the influence sequence of each factor on the three indexes is as follows: second frequency > primary frequency > ventilation door > main frequency. And the optimal combination is the main frequency 5Hz, primary frequency 10Hz, secondary frequency 20Hz, and the ventilation door is full open. The secondary frequency has a significant effect on the average particle size and volume distribution. The particle size analysis of the flux which employs optimized combined classification technology is carried out by laser particle size analyzer, which indicates that the indexes of the prepared packing are consistent with the imported products.

**Key words:** orthogonal experimental design; dry spraying flux; classifier

~~~~~  
(上接第 111 页)

## Research on improving grade of the rare earth concentrates by chemical beneficiation

XIAO Feiyan<sup>1</sup>, WANG Guosheng<sup>1</sup>, MENG Qingbo<sup>1</sup>, YU Lili<sup>1</sup>, BU Hao<sup>2</sup>

1. *Guangdong Institute of Resources Comprehensive Utilization, State Key Laboratory of Rare Metals Separation and Comprehensive Utilization, Guangdong Provincial Key Laboratory of Development & Comprehensive Utilization of Mineral Resources, Guangzhou 510650, China*; 2. *Central South University Schools of Minerals Processing and Bioengineering, Changsha 410083, China*

**Abstract:** According to the nature of flotation rare earth concentrate, the acetic acid and hydrochloric acid were used to leach the calcite from the flotation rare earth concentrates. With the concentration of 15% hydrochloric acid and 15% acetic acid at room temperature, liquid to solid ratio of 2 : 1 and leaching for 2 h up to 65% to 75%, the grade of the rare earth concentrates can reach 30.32% finally.

**Key words:** rare earth concentrates; calcite; leaching