

DOI:10.3969/j.issn.1000-1298.2010.01.019

# 稻壳热压成型工艺参数试验<sup>\*</sup>

孙亮 孙清 接鑫 高连兴

(沈阳农业大学工程学院, 沈阳 110161)

**【摘要】** 采用四元二次回归正交旋转试验和响应面分析方法, 并利用 SPSS 11.5 和 Matlab 7.1 软件研究了成型压力、加热温度、含水率和粘结剂添加量对稻壳成型块松弛密度的影响, 建立并分析了稻壳成型块松弛密度的数学模型。结果表明, 4 个因素对稻壳成型块松弛密度影响次序为: 加热温度、含水率、成型压力、粘结剂添加比, 最优组合为成型压力 10 MPa, 粘结剂添加比 3.5:1, 含水率 16%, 加热温度 100℃, 此时成型物松弛密度为 0.945 g/cm<sup>3</sup>, 该密度可以满足成型要求, 所得回归方程显著, 拟合情况良好。

**关键词:** 稻壳 热压成型 工艺参数 松弛密度

**中图分类号:** S216.2; TK6 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-1298(2010)01-0096-05

## Main Technological Parameters of Rice Hull Hot Briquetting

Sun Liang Sun Qing Jie Xin Gao Lianxing

(College of Engineering, Shenyang Agricultural University, Shenyang 110161, China)

### Abstract

In order to develop the rice hull hot briquetting technology and machine, the effect of briquetting pressure, heating temperature, moisture and the ratio of rice hull to binder on briquetting laxation density was studied based on the quadratic regression orthogonal rotation tests with four factors and response face method. Functional models of briquetting laxation density were established and analyzed by SPSS 11.5 and Matlab 7.1. The results showed that the effect order of four factors was as follows: heating temperature, moisture, briquetting pressure, and ratio of rice hull to binder. When briquetting pressure, ratio of rice hull to binder, moisture, and heating temperature were 10 MPa, 3.5:1, 16%, and 100℃ respectively, the optimum conditions were obtained and the briquetting laxation density reached to 0.945 g/cm<sup>3</sup>, which was suitable to briquetting. The regression equation was significant, and the mathematical model for the simulation was presented.

**Key words** Rice hull, Hot briquetting, Technological parameter, Laxation density

### 引言

稻壳作为稻米碾制过程中的副产品, 其质量约占稻米质量的  $\frac{1}{4}$ 。2007 年全国稻谷产量约 1.865 亿 t, 其中稻壳重量就达 4 150 万 t, 资源十分丰富, 但长期以来没有得到合理的开发利用。目前国内对

生物质压缩成型工艺的研究, 主要集中在对秸秆、棉秆、木屑等生物质热压、冷压工艺等试验研究和理论探讨, 而对稻壳、花生壳等散体物料的压缩成型工艺研究并不多<sup>[1]</sup>。本试验利用稻壳作原料, 研究不同的加热温度、成型压力、粘合剂添加量和含水率对成型工艺的影响, 为散体物料的热压成型工艺提供一定的理论和实践依据。

收稿日期: 2009-09-24 修回日期: 2009-10-22

\* 国家自然科学基金资助项目(50675143)、高等学校博士学科点专项科研基金资助项目(200801570007)、辽宁省自然科学基金资助项目(20082124)和沈阳市科技攻关项目(1071214-1-00)

作者简介: 孙亮, 硕士生, 主要从事生物质加工与新能源研究, E-mail: dingyi851116@tom.com

通讯作者: 高连兴, 教授, 主要从事农业机械与生物质加工研究, E-mail: lianxing\_gao@126.com

## 1 试验材料与方法

### 1.1 试验材料与仪器

采用沈阳农业大学超级稻稻壳,其物理特性如表 1 所示。稻壳物理指标中的含水率按照 GB/T5009.37—1996 测定;堆积密度按 GB/T5526—85 测定<sup>[2]</sup>。

表 1 稻壳的物理特性指标

Tab. 1 Physical properties of rice hull

指标	含水率/%	堆积密度/ $t \cdot m^{-3}$	长轴径/mm	短轴径/mm
数值	8	0.1	7~9	3~4

稻壳由 40%~50% 的纤维素、10%~30% 的半纤维素和 20%~30% 的木质素构成,其中纤维素是由大量葡萄糖基构成的不溶于水的链状高分子化合物构成,是成型块强度的支撑<sup>[3]</sup>。当含水率在 30% 左右时,较小的力便可使纤维素形成一定的形状;当含水率在 10% 左右时,则需施加较大压力才能消除其应力和张力,使成型燃料结构牢固不反弹。木质素属非晶体,没有熔点但有软化点,在 100℃ 会软化,160℃ 开始熔融形成胶体,此时加以一定压力可使其与相邻颗粒互相胶接,排解出分子结构中的空气,重新排列位置关系,并发生机械变形和塑性流变<sup>[4]</sup>。在垂直于最大应力方向上,粒子主要以相互啮合的形式结合,而在垂直于最小应力方向上,粒子主要以相互靠紧结合的形式结合。

配制的变性淀粉粘结剂的主要成分为直链淀粉,NaOH 分析纯,硼砂分析纯。

试验仪器设备主要采用了 HANGPING JA2003 型电子天平,精度为 0.001 g;HH-8 型数显恒温水浴锅;WDW 型微机控制电子万能试验机;RS 型专用电子烘箱;自制的模具恒温加热装置,控温范围为 0~200℃。

模具恒温加热装置包括压缩模具和加热控温装置两部分,压缩模具由套筒、上夹盘、下底座和活塞组成,如图 1 所示。加热控温装置包括加热线圈、测温传感器、XMT-122 型温度显示仪和控制开关等,其电路图如图 2 所示。成型时将加热圈套在模具外,测温传感器伸入物料并接通电源。正确连接仪表线路,分别将开关拨到“下/上限设定”处,旋转相对应的下/上限设定旋钮,此时温度显示仪分别显示所需的下/上限温度值。当实际值低于下限设定值时,绿灯亮,上限继电器为总低通,升温;当实际值高于下限设定值而低于上限设定值时,绿灯红灯均熄灭,下限继电器总低断,总高通,上限继电器为总低通,总高断,仍旧升温;当实际值超过上限设定值时,

红灯亮,上限继电器为总低断,总高通,停止加温,周而复始。

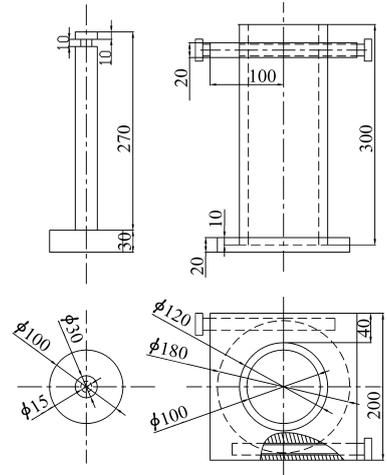


图 1 压缩模具装置图

Fig. 1 Pressure moulding device

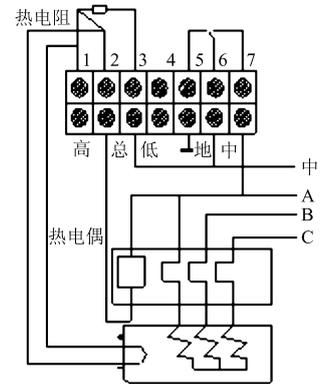


图 2 加热控温装置电路图

Fig. 2 Circuit diagram of heating thermostat control device with mould

## 1.2 试验方法

### 1.2.1 试验设计

采用四元二次回归正交旋转组合设计,以成型压力  $X_1$ 、粘结剂添加量  $X_2$ 、含水率  $X_3$ 、加热温度  $X_4$  为变量,以稻壳成型块松弛密度  $Y$  为目标函数。松弛密度是指由于弹性变形和应力松弛,成型燃料退模后密度会逐渐减小,一定时间后趋于稳定时的密度<sup>[5]</sup>。本试验将稻壳成型块在退模自然风干 1 d 后,测出成型燃料质量  $m$ 、直径  $d$  及高度  $l$ ,计算公式为

$$\rho = \frac{m}{V} = \frac{m}{\pi d^2 l} = \frac{4m}{\pi d^2 l}$$

各变量根据前期单因素试验,选取 5 个水平,因素水平组合设计如表 2 所示,共 36 个处理组合,其中正交点  $M_0 = 16$ ,臂长  $\gamma = 2$ ,中心点  $M_0 = 12$ 。

### 1.2.2 试验流程

首先配置粘结剂,将 1.2 g NaOH 和 0.5 g 硼砂

分别溶解于 70℃ 的水中配制 10% 的溶液,然后将 20 g 淀粉加入 100 mL 水中配制成悬浮液,放在 80℃ 的电热恒温油浴锅中不断搅拌,加入 NaOH 溶液,当悬浮液呈糊状粘稠体时倒入硼砂溶液进行交联,获得凝胶状物体。然后按试验号把稻壳与粘结剂按照一定的质量比均匀混合成 36 组,用恒温加热装置控制稻壳温度,按 GB/T5009.37—1996 测定含水率<sup>[2]</sup>,用 WDW 型微机控制电子万能试验机控制压力,加载速度为 20 mm/min,当加载达到设定压力后不卸载,保型时间为 10 min。本试验中粘结剂的含水率和稻壳的含水率均作为一个原始因素考虑,当得出最优成型条件后,可通过计算得出混合后的含水率。

表 2 因素水平编码

Tab. 2 Codes of factors and levels

编码	因素			
	$X_1/\text{MPa}$	$X_2$	$X_3/\%$	$X_4/^\circ\text{C}$
-2	12	4.5:1	18	120
-1	11	4.0:1	17	110
0	10	3.5:1	16	100
1	9	3.0:1	15	90
2	8	2.5:1	14	80

### 1.2.3 数据处理

试验数据采用 SPSS 11.5 数据分析软件进行回归分析,并采用 Matlab 7.1 响应面分析法对两因素间交互效应进行分析。通过响应面高低起伏的形态,画出对应的等高线,运用等高线显示响应函数,直观地选出最优工艺条件。

## 2 试验结果与分析

### 2.1 回归模型的建立与检验

采用四元二次回归正交旋转组合设计试验,试验结果如表 3 所示。应用 SPSS 中 Regression 过程进行分析,采用最小平方法来求各因子参数的估计值,得到样本的回归方程

$$Y = 0.945 + 0.004x_1 + 0.004x_2 - 0.003x_3 + 0.008x_4 + 0.003x_1x_2 - 0.005x_1x_3 + 0.004x_1x_4 + 0.005x_2x_3 - 0.005x_2x_4 - 0.005x_3x_4 - 0.019x_1^2 - 0.021x_2^2 - 0.027x_3^2 - 0.023x_4^2$$

方差分析结果显示,  $R^2 = 0.920$ , 体现出回归方程与实验值整体上符合程度较高。计算得  $F = 17.750$ ,  $P < 0.0001$ , 表明自变量和因变量间有极显著的回归关系,拟合水平良好,说明模型可用于压缩成型后稻壳松弛密度的预测,对偏回归系数进行

显著性检验结果如表 4 所示。由表 4 得出,  $x_1^2$ 、 $x_2^2$ 、 $x_3^2$ 、 $x_4^2$  与  $Y$  极显著 ( $P \leq 0.01$ ),  $x_4$  与  $Y$  较显著 ( $P \leq 0.1$ ),  $x_1$ 、 $x_2$ 、 $x_3$ 、 $x_1x_3$ 、 $x_1x_4$ 、 $x_2x_3$ 、 $x_3x_4$  与  $Y$  显著 ( $P \leq 0.5$ ),  $x_1x_2$ 、 $x_2x_4$  与  $Y$  不显著。因此,应从方程中剔除  $x_1x_2$ 、 $x_2x_4$ , 从新计算回归方程,得到松弛密度的新回归方程

$$Y = 0.945 + 0.004x_1 + 0.004x_2 - 0.003x_3 + 0.008x_4 - 0.005x_1x_3 + 0.004x_1x_4 + 0.005x_2x_3 - 0.005x_3x_4 - 0.019x_1^2 - 0.021x_2^2 - 0.027x_3^2 - 0.023x_4^2$$

表 3 二次回归正交旋转组合设计及松弛密度结果

Tab. 3 Quadratic regression orthogonal rotating design and results of laxation density

序号	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$x_4$	$Y/\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$
1	-1	-1	-1	-1	0.8393
2	-1	-1	-1	1	0.8630
3	-1	-1	1	-1	0.8298
4	-1	-1	1	1	0.8542
5	-1	1	-1	-1	0.8316
6	-1	1	-1	1	0.8677
7	-1	1	1	-1	0.8817
8	-1	1	1	1	0.8465
9	1	-1	-1	-1	0.8319
10	1	-1	-1	1	0.8987
11	1	-1	1	-1	0.8336
12	1	-1	1	1	0.8397
13	1	1	-1	-1	0.8771
14	1	1	-1	1	0.8789
15	1	1	1	-1	0.8474
16	1	1	1	1	0.8862
17	-2	0	0	0	0.8605
18	2	0	0	0	0.8658
19	0	-2	0	0	0.8628
20	0	2	0	0	0.8465
21	0	0	-2	0	0.8295
22	0	0	2	0	0.8288
23	0	0	0	-2	0.8350
24	0	0	0	2	0.8570
25	0	0	0	0	0.9422
26	0	0	0	0	0.9247
27	0	0	0	0	0.9475
28	0	0	0	0	0.9689
29	0	0	0	0	0.9315
30	0	0	0	0	0.9331
31	0	0	0	0	0.9496
32	0	0	0	0	0.9665
33	0	0	0	0	0.9284
34	0	0	0	0	0.9431
35	0	0	0	0	0.9511
36	0	0	0	0	0.9495

表 4 偏回归系数显著性检测结果  
Tab. 4 Analysis of significance to partial regression coefficients

因素	估计值	标准误差	t	P
常数	0.945	0.005	194.687	<0.001
$x_1$	0.004	0.003	1.133	0.269
$x_2$	0.004	0.003	1.109	0.280
$x_3$	-0.003	0.003	-0.820	0.421
$x_4$	0.008	0.003	2.471	0.022
$x_1x_2$	0.003	0.004	0.617	0.543
$x_1x_3$	-0.005	0.004	-1.298	0.208
$x_1x_4$	0.004	0.004	0.915	0.370
$x_2x_3$	0.005	0.004	1.176	0.252
$x_2x_4$	-0.005	0.004	0.154	0.614
$x_3x_4$	-0.005	0.004	-1.138	0.267
$x_1^2$	-0.019	0.003	-6.374	<0.001
$x_2^2$	-0.021	0.003	-7.089	<0.001
$x_3^2$	-0.027	0.003	-9.234	<0.001
$x_4^2$	-0.023	0.003	-7.817	<0.001

$$Y_1 = 0.945 + 0.004x_1 - 0.019x_1^2$$

$$Y_2 = 0.945 + 0.004x_2 - 0.021x_2^2$$

$$Y_3 = 0.945 - 0.003x_3 - 0.027x_3^2$$

$$Y_4 = 0.945 + 0.008x_4 - 0.023x_4^2$$

把 4 个因素的取值范围固定在  $-2 \sim 2$  水平时, 据上述 4 个方程, 绘出各因素对松弛密度的影响如图 3 所示。从图 3 可知: 4 条曲线皆为上凸抛物线, 总的变化规律基本一致, 零水平附近松弛密度都相对最大。其中在负水平到零水平阶段, 加热温度对松弛密度的影响幅度最大, 而过零水平后, 含水率对松弛密度下降的幅度影响变为最大。说明在这 4 个因素中, 加热温度过高或含水率过低都会对松弛密度造成较大的影响, 但就整体而言, 各因素均呈现出先上升后下降的趋势, 在  $-0.5$  和  $0.5$  水平之间松弛密度均出现了峰值, 说明在试验设定水平范围内, 存在最优组合。

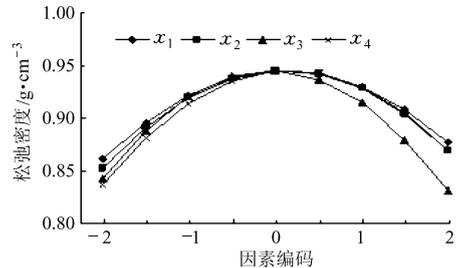


图 3 单因素与松弛密度关系

Fig. 3 Relations of single factors and loose density

## 2.2 回归模型的解析

### 2.2.1 因素重要性分析

利用回归方程和偏回归系数检测结果结合前期单因素试验可以得出, 在本试验条件下, 4 个因素对稻壳成型块松弛密度的影响次序为: 加热温度、含水率、成型压力、粘结剂添加比, 但含水率、成型压力及粘结剂添加比对松弛密度的影响程度相差不大。

### 2.2.2 单因素分析

对二次回归模型采用降维法<sup>[6]</sup>, 得出单因素对松弛密度的方程

### 2.2.3 两因素间交互效应分析

在回归方程中, 固定任意两个因素在零水平上, 研究另两个因素间的交互效应。利用 Matlab 7.1 中的 ezsurf(f) 函数直接作响应曲面与等高线图, 得到交互效应如图 4~7 所示。

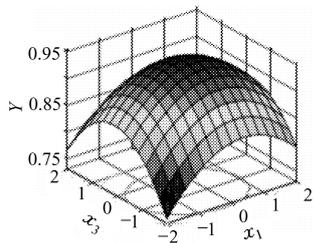


图 4  $x_1$  与  $x_3$  的交互效应

Fig. 4 Interaction of  $x_1$  and  $x_3$

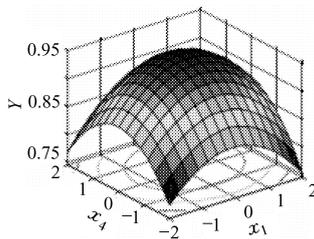


图 5  $x_1$  与  $x_4$  的交互效应

Fig. 5 Interaction of  $x_1$  and  $x_4$

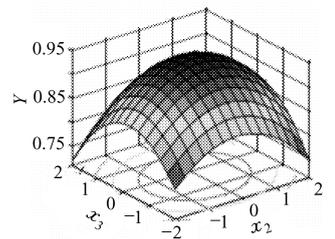


图 6  $x_2$  与  $x_3$  的交互效应

Fig. 6 Interaction of  $x_2$  and  $x_3$

由图 4 可知, 将粘结剂添加比和加热温度固定在零水平下, 成型压力与含水率集中在负水平时, 得到的稻壳成型块松弛密度相对较大。说明成型压力与含水率的交互作用较大, 即施加较大的成型压力时, 必须保证较高的含水率。由图 5 可知, 整个图形呈现出中间高四周低, 相对均匀的特征, 说明成型压力与加热温度的交互作用对稻壳成型块松弛密度的影响并不十分显著。由图 6 可知, 施加较少粘结剂,

稻壳含水率也相对较低时, 此时混合后的含水率到达最低, 稻壳成型块松弛密度达到最小值。说明粘结剂添加比与含水率交互作用较大, 也证明的含水率对松弛密度影响很大, 这与只考虑含水率, 不分析粘结剂添加比的效果是截然不同的。由图 7 可知, 当含水率相对较高, 而加热温度也相对较高时, 稻壳成型块松弛密度极小。说明含水率与加热温度的交互作用较大, 即加热温度较高时, 必须保证较低的含

水率。

综合图4~图7中等高线的分析得知,成型压力 $x_1$ 的最佳取值范围在 $-1.5 \sim 1.2$ ,粘结剂添加比 $x_2$ 的最佳取值范围在 $-1.5 \sim 1.3$ ,含水率 $x_3$ 的最佳取值范围在 $-1.5 \sim$

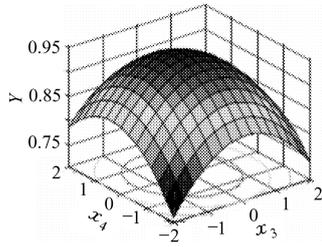


图7  $x_3$ 与 $x_4$ 的交互效应

Fig.7 Interaction of  $x_3$  and  $x_4$

0.6,加热温度 $x_4$ 的最佳取值范围在 $-1.1 \sim 1.3$ 。

#### 2.2.4 回归模型的寻优及验证

结合正交旋转设计的规范因子约束条件

$$X = \begin{pmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \end{pmatrix} \leq \begin{pmatrix} 2 \\ 2 \\ 2 \\ 2 \end{pmatrix}$$

利用 Matlab 7.1 中的 fmincon 函数,对非线性规划问题的目标函数进行选优,求出该方程的最大值  $Y=0.9463 \text{ g/cm}^3$ ,其对应的因素水平为: $x_1=0.14$ , $x_2=0.09$ , $x_3=-0.08$ , $x_4=0.19$ 。针对本试验,最优组合选取  $x_1=0$ , $x_2=0$ , $x_3=0$ , $x_4=0$ 。

在二次回归正交旋转组合设计试验中,优化的参数值分别处于各因素的零水平。在试验号 25~36 组试验中,均使用的是优化所选取的参数值进行的试验,对这 12 组试验结果进行统计,与回归模型

的计算结果相比,各组绝对误差分别为  $-0.0041$ 、 $-0.0216$ 、 $0.0012$ 、 $0.0226$ 、 $0.0032$ 、 $-0.0132$ 、 $0.0033$ 、 $0.0202$ 、 $-0.0179$ 、 $-0.0032$ 、 $0.0048$ 、 $-0.0148$ 。其平均绝对误差为  $-0.001625$ 。验证结果表明,采用优化的工艺条件,可使稻壳成型块松弛密度达到  $0.945 \text{ g/cm}^3$ 。

### 3 结论

(1) 通过对样本回归方程进行方差分析和偏回归系数显著性检验,得出优化回归方程

$$Y = 0.945 + 0.004x_1 + 0.004x_2 - 0.003x_3 + 0.008x_4 - 0.005x_1x_3 + 0.004x_1x_4 + 0.005x_2x_3 - 0.005x_3x_4 - 0.019x_1^2 - 0.021x_2^2 - 0.027x_3^2 - 0.023x_4^2$$

(2) 通过单因素与两因素交互效应分析,得出各因素最佳取值范围:加热温度  $87 \sim 111^\circ\text{C}$ ;含水率  $15.4\% \sim 17.5\%$ ;成型压力  $8.8 \sim 11.5 \text{ MPa}$ ;粘结剂添加比  $(2.85 \sim 4.25):1$ 。

(3) 4 个因素对稻壳成型块的松弛密度的影响次序为:加热温度、含水率、成型压力、粘结剂添加比。

(4) 优化后各因素取值为:成型压力  $10 \text{ MPa}$ ,粘结剂的添加比  $3.5:1$ ,含水率  $16\%$ ,加热温度  $100^\circ\text{C}$ 。在此条件下,稻壳成型物块松弛密度达到  $0.945 \text{ g/cm}^3$ 。

### 参 考 文 献

- 马志刚,吴树志,白云峰.生物质能利用技术现状及进展[J].能源工程,2008(5):21~27.  
Ma Zhigang, Wu Shuzhi, Bai Yunfeng. Research status and progress in biomass energy utilization[J]. Energy Engineering, 2008(5):21~27. (in Chinese)
- 中华人民共和国标准.食品卫生检验方法(理化部分)[M].北京:中国标准出版社,1996.
- 盛奎川,蒋成球,钟建立.生物质压缩成型燃料技术研究综述[J].能源工程,1996(3):8~11.
- 王民,郭康权,朱文荣.秸秆制作成型燃料的试验研究[J].农业工程学报,1993,9(1):99~104.  
Wang Min, Guo Kangquan, Zhu Wenrong. A preliminary study on the preparation of pressurized straw briquette[J]. Transactions of the CSAE,1993,9(1):99~104. (in Chinese)
- 盛奎川,吴杰.生物质成型燃料的物理品质和成型机理的研究进展[J].农业工程学报,2004,20(2):242~245.  
Sheng Kuichuan, Wu Jie. Review on physical properties and forming mechanisms of biomass briquettes[J]. Transactions of the CSAE,2004,20(2):242~245. (in Chinese)
- 余家林.农业多元试验统计[M].北京:中国农业出版社,1993.
- 孙清,白红春,谷士艳,等.水稻秆颗粒冷压成型工艺条件优化[J].农业机械学报,2009,40(8):100~104.  
Sun Qing, Bai Hongchun, Gu Shiyan, et al. Optimization of the technology for straw briquette cold press process[J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2009,40(8):100~104. (in Chinese)