

# 花生壳热压成型工艺参数的试验研究

孙亮 孙清 佟玲 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,利用 SPSS11.5 和 Matlab7.1 软件研究成型压力、加热温度、花生壳含水率和花生壳与粘结剂质量比对花生壳成型块松弛密度的影响,建立了花生壳成型块松弛密度的数学模型,得出花生壳成型块的最优松弛密度。结果表明:对花生壳成型块松弛密度的影响次序为成型压力、加热温度、花生壳与粘结剂质量比、花生壳含水率;最优组合为成型压力 10 MPa,花生壳与粘结剂质量比 3:1,花生壳含水率 15%,加热温度 100 ℃,此条件下得到的花生壳热压成型块的松弛密度为 1.100 8 g/cm<sup>3</sup>。

**关键词** 花生壳; 热压成型; 工艺参数; 松弛密度

中图分类号 S 216; TK 6

文章编号 1007-4333(2011)05-0127-06

文献标志码 A

## Study on technological parameters of peanut hull hot briquetting

SUN Liang, SUN Qing, TONG Ling, GAO Lian-xing\*

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

**Abstract** Based on the quadratic regression orthogonal rotation tests on four factors and response surface methodology, a study on the influence of briquetting pressure, heating temperature, moisture and the ratio of peanut hull to binder on briquetting relaxation density was performed. Mathematical models of briquetting laxation density were established and analyzed by using SPSS11.5 and Matlab7.1. The results show that the sequence of four factors influencing on relaxation density is as follow briquetting pressure, heating temperature, ratio of peanut hull to binder and moisture. When the briquetting pressure is 10 MPa, the ratio of peanut hull to binder is 3:1, the moisture is 15%, and the heating temperature is 100 ℃, the optimum conditions appears. Under this conditions, the briquetting relaxation density is 1.100 8 g/cm<sup>3</sup>, which meets the requirement of briquetting.

**Key words** peanut hull; hot briquetting; technological parameters; laxation density

花生壳是花生脱壳加工产生的副产品,其质量约占花生荚果质量的 27%~33%,堆积密度约 110 kg/m<sup>3</sup>。我国花生年产量约 1 460 万 t,其中花生壳达 450 万 t。目前,花生壳除少量加工用于化工、医药外,大部分被直接焚烧或弃之农田,造成资源的极大浪费<sup>[1]</sup>。因此采用加温加压的方法将花生壳压缩成密度较大的固体成型燃料,燃烧后可以实现 CO<sub>2</sub> 的“零”排放,高效利用资源的同时,也保护了环境。

目前国内外生物质压缩成型技术主要是针对秸

杆类燃料的制造技术。丹麦著名的能源公司 BWE 率先研究了玉米秸秆和水稻秸秆的热压、冷压成型工艺,制成棒状成型燃料,并研制成功了第一座生物质致密成型燃料发电厂;随后,瑞典、奥地利等国大力推进生物质成型燃料的产业化,并实现了标准化生产。但是,颖壳类生物质形态分散且灰分含量高,燃料锅炉会产生沉积层,其导热性和热利用效率不高,使用该燃料必须改造燃具,因此国内外对此很少有研究。本研究拟以花生壳为原料,研究加热温度、

收稿日期: 2011-02-22

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50775151); 教育部博士点基金项目(200801570007)

第一作者: 孙亮,博士研究生, E-mail: dingyi8511116@tom.com

通讯作者: 高连兴,教授,主要从事农产品收获与加工机械研究, E-mail: lianxing\_gao@126.com

成型压力、花生壳与粘结剂质量比( $m$ (花生壳): $m$ (粘合剂))和花生壳含水率对成型工艺的影响,以期对散体物料的热压成型工艺和燃料炉具的改进提供理论和实践依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

1)花生壳。采用铁岭市昌图县傅家镇机械脱粒后花育23花生壳,含水率为9%~11%,堆积密度约0.093 g/cm<sup>3</sup>,花生壳的物理指标中含水率按照GB/T 5009.37—1996测定;堆积密度按GB/T 5526—85测定<sup>[2]</sup>。

花生壳主要由纤维素、半纤维素和木质素构成,其中纤维素包含大量不溶于水的链状高分子化合物,成为支撑压缩成型块的骨架<sup>[3]</sup>。在含水率较高的情况下,只要施加一定的力便可使纤维素成形,但若把含水率控制在10%~20%范围内,较大压力就能消除其内部应力,使压缩的花生壳成型后牢固不反弹。木质素属非晶体,没有熔点但有软化点,100℃时会软化,160℃开始熔融形成胶体,此时施加一定压力便能使其与相邻颗粒紧密粘接,挤出分子间空气,并发生机械变形和塑性流变<sup>[4]</sup>,在纤维素的支撑下固化成型。

2)粘结剂。本试验使用的粘结剂是利用花生壳本身抽提物制成的酚醛树脂,花生壳在NaOH溶液中的抽提物,不仅包括木质素、粗蛋白、单宁,还有大量碳水化合物,尤其是戊糖。戊糖在酸性条件中加热到某一程度,可以脱水转变成糖醛,糖醛与单宁中的多元酚进行酚醛反应,生成一种具有良好粘结性的物质——酚醛树脂。

制备过程如下:将2 kg花生壳粉碎成50目;在室温下,将花生壳全部浸泡在质量分数为25%的NaOH溶液中,8 h后将滤液与滤渣分离;析出滤渣,用水冲洗滤渣至pH<8,晾晒一段时间后做填料;用Rotavapor R-210旋蒸仪对滤液进行蒸发浓缩,并用HCl调节溶液pH;当滤液pH<7时加入1 g尿素,在110~130℃条件下反应3 h,然后用NaOH溶液中和;当滤液pH>7时加入同体积的甲醛及1 g尿素,在80℃条件下反应30 min;用HCl调节溶液pH到5,升温到92℃,保温40 min,形成黏稠状液体;加入NaOH溶液调节pH>7,真空脱水,降温到40℃以下放料,花生壳抽提物粘结剂制备结束。制备过程中,若花生壳抽提物只与甲醛反

应,则生成产物的固体含量相对低,游离的甲醛含量相对高,粘结性能差。为此,反应过程中加入尿素可以提高花生壳抽提物制备粘结剂的固体含量和粘结性能。

### 1.2 仪器设备

Rotavapor R-210/215 旋转蒸发仪;DZF-6021型真空干燥箱;WDW型微机控制电子万能试验机;HANGPING JA2003型电子天平,精度为0.001 g;sartorius BL310型天平,精度0.01 g;HH-8型数显恒温水浴锅;RS型专用电子烘箱;自制的模具恒温加热装置,控温范围0~200℃。

### 1.3 方法

#### 1.3.1 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 $X_1$ 、花生壳与粘结剂质量比 $X_2$ 、花生壳含水率 $X_3$ 、加热温度 $X_4$ 为变量,以花生壳成型块松弛密度 $Y$ 为目标函数。成型块出模后,会受到弹性变形和应力松弛的影响,压缩密度逐渐减小,一定时间后密度趋于稳定,此时成型块的密度称为松弛密度<sup>[5]</sup>。本试验将花生壳成型块在退模自然风干4 h后,测出成型块质量 $m$ 、半径 $r$ 及高度 $l$ ,松弛密度的计算公式为:

$$\rho = \frac{m}{v} = \frac{m}{\pi r^2 l}$$

各变量根据前期单因素试验,选取5个水平,因素水平组合设计见表1,共36个处理组合,其中正交点 $M_c=16$ ,臂长 $\gamma=2$ ,中心点 $M_0=12$ 。

表1 花生壳热压成型试验因素水平编码

Table 1 Factors and level coding

水平	因素			
	$X_1$ /MPa	$X_2$	$X_3$ /%	$X_4$ /℃
-2	12	4.0:1	17	120
-1	11	3.5:1	16	110
0	10	3.0:1	15	100
1	9	2.5:1	14	90
2	8	2.0:1	13	80

注: $X_1$ 为成型压力; $X_2$ 为花生壳与粘结剂质量比; $X_3$ 为花生壳含水率; $X_4$ 为加热温度。

#### 1.3.2 试验流程

将花生壳与滤渣填料按照质量比9:1均匀混合,按试验号将混合后的物料与预先配置好的粘结

剂按照规定的质量比均匀混合成 36 组；用恒温加热装置控制花生壳温度的同时，用 WDW 型微机控制电子万能试验机控制压力，设置 20 mm/min 的加载速度，达到设定的加载压力时保型 10 min，然后卸载。本试验中粘结剂的含水率和花生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。

## 2 结果与分析

### 2.1 回归模型的建立及检验

采用四元二次回归正交旋转组合设计试验，试验结果见表 2。调用 SPSS 中 Analyze→Regression

表 2 二次回归正交旋转组合设计及成型块松弛密度试验结果

Table 2 Quadratic regression orthogonal rotating design and results of relaxation density

序号	因素水平				松弛密度 Y/(g/cm <sup>3</sup> )	序号	因素水平				松弛密度 Y/(g/cm <sup>3</sup> )
	x <sub>1</sub>	x <sub>2</sub>	x <sub>3</sub>	x <sub>4</sub>			x <sub>1</sub>	x <sub>2</sub>	x <sub>3</sub>	x <sub>4</sub>	
1	-1	-1	-1	-1	0.966 0	19	0	-2	0	0	0.987 8
2	-1	-1	-1	1	0.999 5	20	0	2	0	0	0.989 3
3	-1	-1	1	-1	0.984 2	21	0	0	-2	0	0.985 3
4	-1	-1	1	1	0.998 3	22	0	0	2	0	0.984 3
5	-1	1	-1	-1	0.943 9	23	0	0	0	-2	0.972 1
6	-1	1	-1	1	0.996 8	24	0	0	0	2	0.985 7
7	-1	1	1	-1	0.960 7	25	0	0	0	0	1.080 4
8	-1	1	1	1	0.993 1	26	0	0	0	0	1.110 0
9	1	-1	-1	-1	0.990 7	27	0	0	0	0	1.096 0
10	1	-1	-1	1	1.000 9	28	0	0	0	0	1.107 6
11	1	-1	1	-1	1.014 3	29	0	0	0	0	1.096 6
12	1	-1	1	1	1.008 1	30	0	0	0	0	1.110 6
13	1	1	-1	-1	1.016 4	31	0	0	0	0	1.094 0
14	1	1	-1	1	0.996 7	32	0	0	0	0	1.073 3
15	1	1	1	-1	1.019 5	33	0	0	0	0	1.108 0
16	1	1	1	1	1.029 1	34	0	0	0	0	1.096 1
17	-2	0	0	0	1.006 7	35	0	0	0	0	1.117 6
18	2	0	0	0	0.988 0	36	0	0	0	0	1.102 7

功能进行分析，得出各因素系数的估计值，进而推出花生壳成型块松弛密度回归方程：

$$Y = 1.099 + 0.011x_1 + 0.003x_2 + 0.004x_3 + 0.006x_4 + 0.006x_1x_2 + 0.002x_1x_3 - 0.009x_1x_4 + 0.00005x_2x_3 + 0.00005x_2x_4 + 0.003x_3x_4 - 0.024x_1^2 - 0.026x_2^2 - 0.027x_3^2 - 0.029x_4^2$$

方差分析结果显示  $R^2 = 0.965$ ，表明回归方程与试验值整体上符合程度较高。计算得  $F = 45.980$ ， $P < 0.000 1$ ，自变量与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花生壳松弛密度的预测。对偏回归系数进行显著性检验表明： $x_1$ 、 $x_1^2$ 、 $x_2^2$ 、 $x_3^2$ 、 $x_4^2$  与  $Y$  极显著 ( $P \leq 0.01$ )， $x_4$ 、 $x_1x_2$ 、 $x_1x_4$  与  $Y$  较显著 ( $P \leq 0.10$ )， $x_2$ 、 $x_3$ 、 $x_1x_3$ 、 $x_3x_4$  与  $Y$  显著 ( $P \leq 0.50$ )， $x_2x_3$ 、 $x_2x_4$  与  $Y$  不显著 (表 3)。因此，应从方程中剔除  $x_2x_3$ 、 $x_2x_4$ ，得到新的花生壳成型块的松弛密度回归方程：

$$Y = 1.099 + 0.011x_1 + 0.003x_2 + 0.004x_3 + 0.006x_4 + 0.006x_1x_2 + 0.002x_1x_3 - 0.009x_1x_4 + 0.003x_3x_4 - 0.024x_1^2 - 0.026x_2^2 - 0.027x_3^2 - 0.029x_4^2$$

表3 成型块松弛密度回归方程的偏回归系数显著性检测结果

Table 3 Analysis of partial regression coefficient significance

因素水平	估计值	标准误差	T	P
常数	1.099	0.004	296.899	<0.001
$x_1$	0.011	0.003	4.306	<0.001
$x_2$	0.003	0.003	-0.045	0.341
$x_3$	0.004	0.003	1.502	0.147
$x_4$	0.006	0.003	2.451	0.023
$x_1x_2$	0.006	0.003	1.972	0.061
$x_1x_3$	0.002	0.003	0.706	0.488
$x_1x_4$	-0.009	0.003	-2.709	0.013
$x_2x_3$	<0.001	0.003	0.016	0.988
$x_2x_4$	<0.001	0.003	0.014	0.814
$x_3x_4$	0.003	0.003	0.460	0.313
$x_1^2$	-0.024	0.002	-10.702	<0.001
$x_2^2$	-0.026	0.002	-11.672	<0.001
$x_3^2$	-0.027	0.002	-12.085	<0.001
$x_4^2$	-0.029	0.002	-12.736	<0.001

## 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,对花生壳成型块松弛密度的影响次序为:成型压力、加热温度、花生壳与粘结剂质量比、花生壳含水率,但加热温度、花生壳与粘结剂质量比对松弛密度的影响程度相差很小。

### 2.2.2 单因素分析

对二次回归模型采用“降维法”<sup>[6]</sup>,得出成型压力、花生壳与粘结剂质量比、花生壳含水率、加热温度对松弛密度的影响方程:

$$Y = 1.099 + 0.011x_1 - 0.024x_1^2$$

$$Y = 1.099 + 0.003x_2 - 0.026x_2^2$$

$$Y = 1.099 + 0.004x_3 - 0.027x_3^2$$

$$Y = 1.099 + 0.006x_4 - 0.029x_4^2$$

将4个因素的取值分别固定在-2、-1、0、1、2水平时,得出各因素对松弛密度的影响(图1)。可见:4条曲线皆为上凸抛物线,总的变化规律基本一致,0

水平附近松弛密度都相对最大。其中在负水平到0水平阶段,加热温度对松弛密度的影响幅度最大,而过0水平后,成型压力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,加热温度过高或压力过小都会对松弛密度造成较大的影响,但整体而言,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。

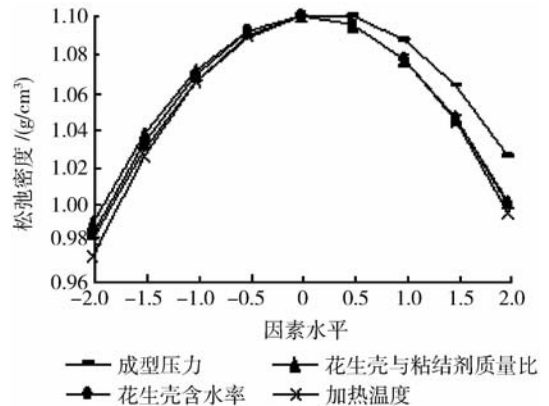
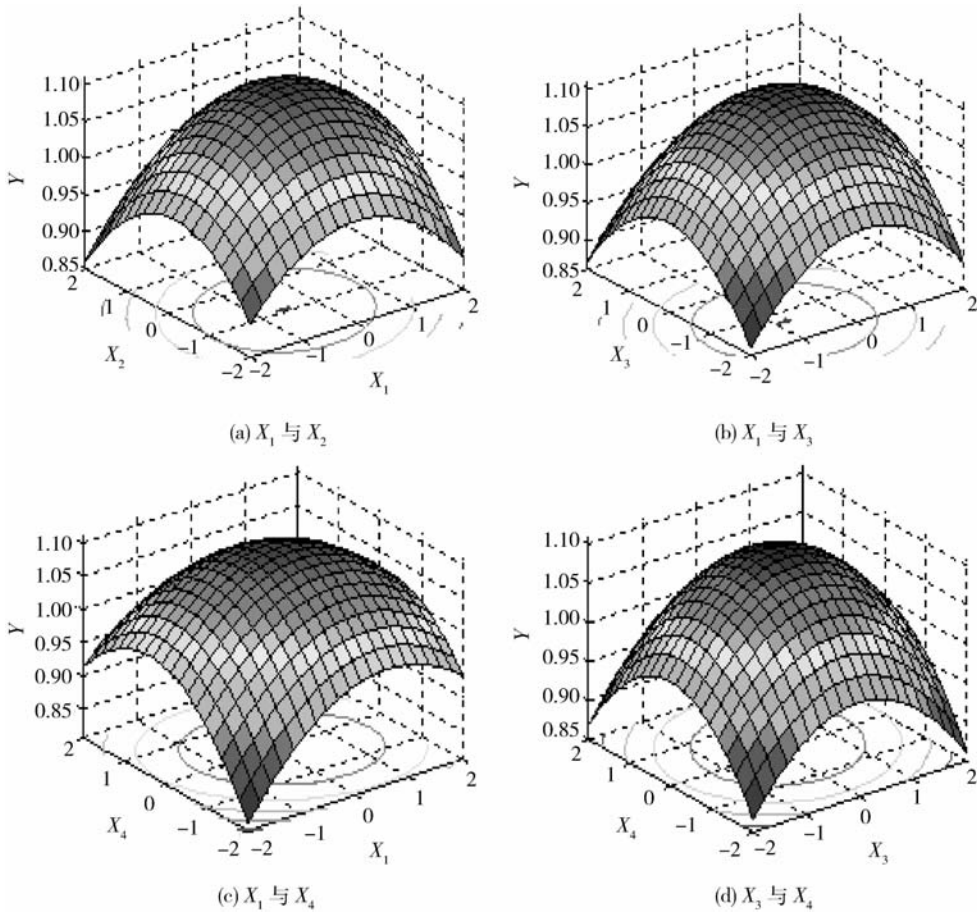


图1 单因素对成型块松弛密度的影响

Fig. 1 Effect of single factor to briquetting relaxation density

### 2.2.3 双因素间交互效应分析

在回归方程中,固定任意2个因素为0水平,研究另2个因素间的交互效应。利用 Matlab7.1 中的 ezsurf(f) 函数作响应曲面与等高线图(图2)。可知,成型压力、花生壳与粘结剂质量比的交互作用呈现出整副图形中间高于边缘,而且出现均匀对称的峰状;观察等高线,映射图像于圆形较为接近,交互作用并不显著;成型压力和花生壳含水率都固定在高值时,松弛密度最小,而映射图像接近于圆形,交互作用也不太显著;成型压力或加热温度的水平在-2~2变化时,加热温度或成型压力对松弛密度的影响均呈现先增大后减小的趋势,观察等高线,映射图像为长短轴比较小的椭圆,交互作用明显,尤其是高温高压下,花生壳成型块炭化现象严重,直接影响松弛密度;花生壳含水率与加热温度的交互作用也呈现出整幅图也呈现出中间相对高、周围相对低的情形,同时分布的相对均匀,这说明对花生壳成型块松弛密度的影响并不明显。



注： $X_1$  为成型压力； $X_2$  为花生壳与粘结剂质量比； $X_3$  为花生壳含水率； $X_4$  为加热温度。

图 2 双因素交互效应对成型块松弛密度的影响

Fig. 2 Effect of interaction to briquetting relaxation density

综合图 2 等高线分析得知，成型压力水平的取值范围应为  $-1.3 \sim 0.5$ ，花生壳与粘结剂质量比水平的取值范围为  $-2 \sim 0.3$ ，花生壳含水率水平的取值范围  $-1.2 \sim 0$ ，加热温度水平的取值范围  $-1.2 \sim 1.2$ 。

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为：

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

利用 Matlab7.1 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

$Y = 1.1008 \text{ g/cm}^3$ ，其对应的因素水平为： $x_1 = 0.23, x_2 = 0.08, x_3 = -0.09, x_4 = 0.07$ 。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 0 水平。第 25~36 组试验均为采用优化后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，各组试验的绝对误差分别为  $-0.0204, 0.0092, -0.0048, 0.0068, -0.0042, 0.0098, -0.0068, -0.0275, 0.0072, -0.0047, 0.0168$  和  $0.0019$ ，其平均绝对误差为  $-0.00139$ 。验证结果表明，采用优化的工艺条件，可使花生壳成型块松弛密度达到  $1.1008 \text{ g/cm}^3$ 。热压成型后的成型块形态见图 3。

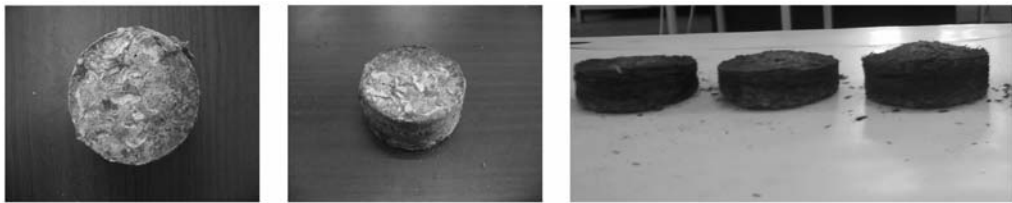


图3 热压成型后的花生壳成型块形态

Fig. 3 Hot briquetting solid shape of peanut hull

### 3 结 论

1)对样本回归方程进行方差分析和偏回归系数显著性检验,得出花生壳热压成型后松弛密度的优化回归方程:

$$Y = 1.099 + 0.011x_1 + 0.003x_2 + 0.004x_3 + 0.006x_4 + 0.006x_1x_2 + 0.002x_1x_3 - 0.009x_1x_4 + 0.003x_3x_4 - 0.024x_1^2 - 0.026x_2^2 - 0.027x_3^2 - 0.029x_4^2$$

2)对影响花生壳热压成型的因素进行单因素与双因素交互效应分析,各因素最佳取值范围为:加热温度 88~112 ℃;花生壳含水率 15%~16.2%;成型压力 9.5~11.3 MPa;花生壳与粘结剂质量比 2.8:1~4:1。

3)试验结果表明,花生壳成型块的松弛密度的影响次序为:成型压力、加热温度、花生壳与粘结剂质量比、花生壳含水率。

4)优化后的成型工艺参数为:成型压力 10 MPa,花生壳与粘结剂质量比 3:1,花生壳含水率 15%,加热温度 100 ℃。在此条件下,花生壳成型物块松弛密度达到 1.100 8 g/cm<sup>3</sup>,基本满足燃烧、运输等要求。

### 参 考 文 献

[1] 杨莉,谢宇,胡立明.花生壳在食品、医药、化工方面的研究与开

发[J].花生学报,2008,37(3):24-28

- [2] 中华人民共和国卫生部. GB/T 5009.1—1996 食品卫生检验方法(理化部分)[S].北京:中国标准出版社,1996
- [3] 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
- [4] 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
- [5] 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
- [6] 余家林.农业多元试验统计[M].北京:中国农业出版社,1993
- [7] 孙亮,孙清,接鑫,等.稻壳热压成型工艺参数试验[J].农业机械学报,2010,41(1):96-100
- [8] 姚宗路,田宜水,孟海波,等.生物质固体成型燃料加工生产线及配套设备[J].农业工程学报,2010,26(9):280-285
- [9] 申树云,董玉平.生物质颗粒成型机的环模特性研究[J].太阳能学报,2010,31(1):132-136
- [10] 孔雪辉,王述洋,黎粤华.生物质燃料固化成型设备发展现状及趋势[J].机电产品开发与创新,2010,23(2):12-13
- [11] 张大雷.生物质成型燃料开发现状及应用前景[J].现代农业,2007,(12):181-188
- [12] 李大中,朱文杰.生物质稻壳压缩成型过程建模及优化[J].可再生能源,2010,28(5):205-209
- [13] 王建祥,蔡红珍.生物质压缩成型燃料的物理品质及成型技术[J].农机化研究,2008(1):203-205

(责任编辑:刘迎春)