利用响应面设计优化微细粒尾矿固结用矿渣胶凝材料配比的研究

吴　蓬，吕宪俊，王俊祥，胡术刚
（山东科技大学 化学与环境工程学院，山东 青岛 266590）

摘　要：为了研发适用于微细粒尾矿固结的矿渣胶凝材料，以粒化高炉矿渣为主要原料，采用 Design-Expert 软件中的响应面实验设计，考查了熟料、石膏配比及其交互作用对矿渣胶凝材料抗压强度的影响，并通过对实验结果的回归分析，提供了各因素对抗压强度影响的可视化模型。结果表明：与石膏相比，熟料为更为显著的影响因素，且随着养护龄期的延长，矿渣水化对熟料的需求量增加，对石膏的需求量减少；拟合的二阶回归方程模型具有良好可靠性，以 3 d 养护龄期的抗压强度最大值为优化目标，可得出预测优化方案中熟料、石膏占矿渣质量的最佳百分比分别为 52.47%、19.36%。与 P·O 42.5 普通硅酸盐水泥相比，矿渣胶凝材料具有早强和高效的特点，同等条件下，其 3、28 d 的抗压强度可分别提高 122%和 104%以上。

关键词：响应面设计；粒化高炉矿渣；水泥熟料；石膏

中图分类号：TD989　　**文献标志码**：A　　**文章编号**：1672-3767(2017)02-0034-08

Formulation Optimization of Slag Cementitious Materials for Cementation of Ultrafine Tailings Based on Response Surface Method

WU Peng, LÜ Xianjun, WANG Junxiang, HU Shugang
(College of Chemical and Environmental Engineering, Shandong University of Science and Technology, Qingdao, Shandong 266590, China)

Abstract: In order to prepare the slag cementitious materials for the cementation of ultrafine tailings, granulated blast furnace slag (GBFS) was mixed with clinker and gypsum powders under different proportions and the effect of the proportions of clinker and gypsum and their interaction on the performance of the slag cementitious material was studied by using response surface design in Design-Expert software. Based on the regression analysis of test results, a visual model was provided. The results show that clinker is a more significant influencing factor than gypsum, and with the extension of curing age, the demand of slag hydration for clinker is increased, but the demand for gypsum is reduced. The fitting of the two order regression equation model has good reliability. With the maximum of the compressive strength at 3 days as the optimized goal, the optimal ratios of clinker/slag and gypsum/slag were predicted as 52.47% and 9.36% respectively. Compared with P·O 42.5 ordinary Portland cement (OPC), the prepared slag cementitious material has the characteristics of early strength and high efficiency. With the same dosage, after a curing period of 3 and 28 days, its compressive strength can be increased by 122% and 104% respectively.

Key words: response surface design; granulated blast furnace slag; cement clinker; gypsum

收稿日期：2016-10-17
基金项目：国家自然科学基金项目(51674161)；高等学校博士学科点专项科研基金项目(20133718110005)；山东省 2016 年重点研发计划项目(2016GSF116013)；青岛市黄岛区科技计划项目(2014-1-37)
作者简介：吴　蓬(1987—)，男，山东泰安人，博士研究生，主要从事矿物资源综合利用方面的研究.
吕宪俊(1965—)，男，河南内黄县人，教授，博士生导师，主要从事矿物资源综合利用方面的研究，本文通信作者.
E-mail: lu_xianjun@163.com

矿渣是一种以 CaO、MgO、Al_2O_3、SiO_2 等为主要成分的隐晶质材料，采用化学活化的方法能够使其潜在胶凝活性得到激发，从而可作为制备水硬性胶凝材料的原料[1]。近年来，矿渣胶凝材料在国内外矿山充填采空区中得到大规模的应用[2-5]，然而其应用性能取决于激发材料的性能和配比。为了充分激发其胶凝性能，通常采用多种活化剂进行复合活化[6-8]，活化剂的最佳组合是决定矿渣胶凝材料性能的关键因素。而且，随着胶结骨料的不同，矿渣胶凝材料的原料组成和配比需要相应改变。

Design-Expert 可以设计出高效的试验方案，并对试验数据进行专业分析，建立全面、可视的模型及优化结果[9]，在材料配比设计等试验中有广泛应用[10-14]。响应面设计是 Design-Expert 的核心试验设计方法，充分考虑各因素间交互效应的影响，通过多水平的试验，拟合二阶以上的模型，找出设计的最优点[15-16]。

目前，针对微细粒尾矿的胶结尚缺乏有效的胶凝材料，由于其具有粒度细、浓度低等特点，采用传统的水泥胶凝材料固结时存在着用量大、固结时间长等缺陷，不适合微细粒尾矿的胶结[17]。为了开发适用于微细粒尾矿胶结用胶凝材料，为微细粒尾矿安全处置开发新的途径，本研究以粒化高炉矿渣为主要原料，熟料、石膏为激发剂，采用 Design-Expert 8.0 试验设计中的响应面设计，设计出不同熟料和石膏掺量下活化矿渣胶凝材料直接胶结微细粒尾矿抗压强度的实验，并通过拟合影响因素熟料掺量、石膏掺量与响应值抗压强度之间的回归方程，预测能够满足微细粒尾矿有效胶结的矿渣胶凝材料的最优激发剂掺量；最后，采用优化配比的矿渣胶凝材料与普通硅酸盐水泥进行胶结微细粒尾矿对比，分析矿渣胶凝材料在微细粒尾矿胶结方面的应用性能特点。

1　实验原料和方法

1.1　实验原料

制备胶凝材料的矿渣为潍坊特钢集团有限公司产出的粒化高炉矿渣微粉，比表面积为 400 m^2/kg，密度为 2.86 g/cm^3，具有隐晶质结构(图 1(a))，根据其化学成分归类为酸性矿渣(表 1)。激发剂为水泥熟料、石

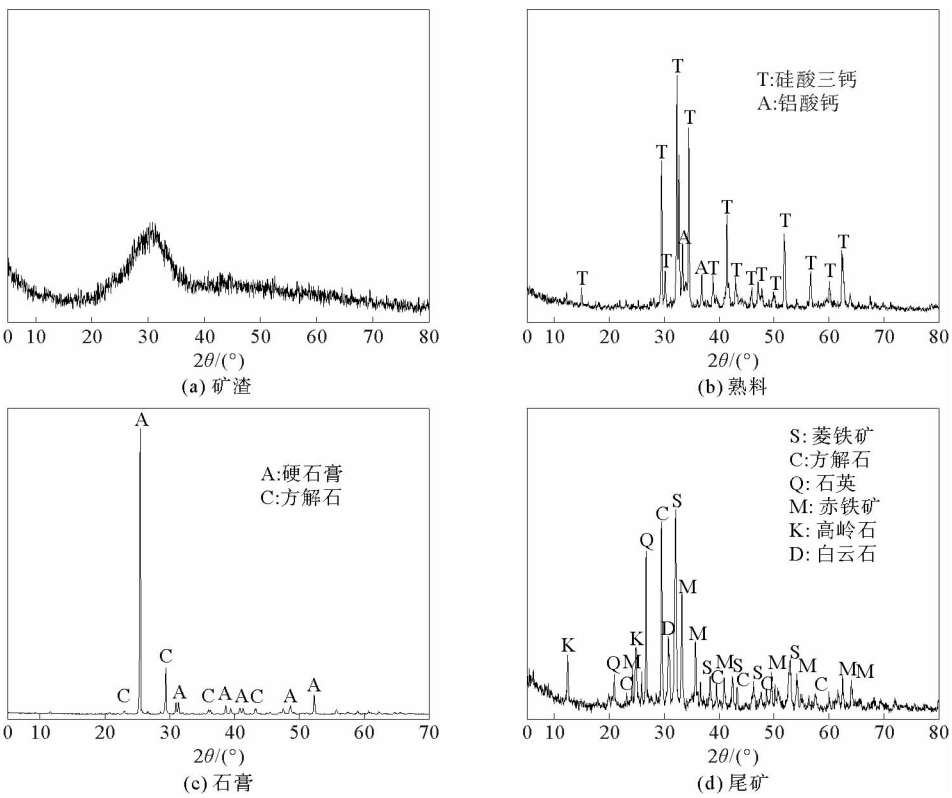

图 1　矿渣、水泥熟料、石膏和尾矿的 X 射线衍射图谱

Fig. 1　X-ray patterns of GBFS, clinker, anhydrite and tailings

膏，其中水泥熟料为泰山中联水泥厂生产的硅酸盐水泥熟料，比表面积为 350 m^2/kg，其结晶物相主要为 C_3S、C_3A 等(图 1(b))；石膏为南京特种建筑材料股份有限公司产出的天然硬石膏粉，比表面积为 415 m^2/kg，结晶物相主要为硬石膏，另含少量方解石(图 1(c))。矿渣、水泥熟料、石膏的化学成分如表 1 所示。

表 1 矿渣、熟料和石膏的化学成分

Tab. 1 Chemical composition of GBFS, clinker and anhydrite

原料	化学成分/%										活性指数
	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	K_2O	Na_2O	SO_3	MnO	TiO_2	
矿渣	32.05	18.31	0.92	34.00	10.78	0.50	—	0.29	0.40	0.65	0.89
熟料	20.54	5.22	3.03	62.01	5.05	0.29	0.15	0.75	0.05	0.23	—
石膏	0.68	0.40	0.14	39.00	1.95	0.12	0.08	50.50	—	0.05	—

所用微细粒尾矿为南京梅山冶金发展有限公司矿业分公司铁矿选矿厂的旋流器溢流分级尾砂，采用 BT-9300Z 型激光粒度分析仪测得其 D_{95} 约为 24 μm，D_{50} 约为 6 μm，粒度极细，其结晶物相主要有菱铁矿、方解石、石英、赤铁矿、高岭石、白云石等(图 1(d))。

所用对比胶凝材料为泰山中联水泥厂生产的 42.5 强度等级的 P·O 普通硅酸盐水泥。

1.2 实验方法

1.2.1 矿渣胶凝材料的制备

通过单因素实验确定出矿渣胶凝材料响应面实验设计中自变量的变化范围：熟料 25%～65%，石膏 10%～30%(均为占矿渣质量的百分比)，把以上两个自变量作为考察因素，以不同养护龄期 3、28 d 胶结体的抗压强度为响应值，在尾矿浓度 54%(塌落度实验确定)、胶凝材料用量 16%(胶结实验确定)的条件下，采用响应面设计中的 Miscellaneous 法进行 2 因素 3 水平实验设计。各因素取值见表 2，响应面分析方案与实验结果见表 3。

表 2 响应面分析因素与水平表

Tab. 2 Analytical factors and levels for response surface method(RSM)

实验因素	因素水平与编码		
	−1	0	+1
X_1-熟料/%	25	45	65
X_2-石膏/%	10	20	30

表 3 响应面分析方案与实验结果

Tab. 3 Analytical project and results for RSM

编号	X_1-熟料/%	X_2-石膏/%	抗压强度/MPa	
			3 d	28 d
1	25	10	0.22	1.39
2	45	10	0.50	1.84
3	65	10	0.47	2.04
4	25	20	0.22	1.35
5	45	20	0.61	1.90
6	65	20	0.46	1.72
7	25	30	0.14	1.30
8	45	30	0.39	1.53
9	65	30	0.52	1.84
10	45	20	0.61	1.90
11	45	20	0.61	1.90
12	45	20	0.61	1.90
13	45	20	0.61	1.90

1.2.2 微细粒尾矿胶结强度实验

参照 GB/T 17671—1999《水泥胶砂强度检验方法》，将胶凝材料、尾矿和自来水按照比例加入到 JJ-6 型水泥胶砂搅拌机中搅拌混匀，灌入 4 cm×4 cm×16 cm 三联试模立即用 ZT-96 型水泥胶砂成型振实台振实成型，水平放置在(20±1)℃、湿度 95%的 HBY-40 型水泥标准恒温恒湿养护箱中养护。采用 WAY-300 型电液式压力实验机测定养护 3、28 d 样品的无侧限抗压强度。每个样品测 3 个数值，取其平均值作为最终强度数值，强度数值越高，代表胶凝材料的性能越好。测试过程中，以(2 400±200) N/s 的速率匀速地加荷，直至样品被破坏。

2 结果及讨论

2.1 矿渣胶凝材料的配方优化

2.1.1 实验结果回归分析

实验中以熟料掺量－X_1(百分含量)，石膏掺量－X_2(百分含量)为自变量，以胶结体强度 Y 为响应值，进行响应面实验分析，回归分析结果见表 4。

表 4　以胶结体强度为指标的回归分析结果

Tab. 4　Regression analysis results on strength of cemented bodies

养护时间	数据源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值
3 d	回归模型	0.32	5	0.063	19.23	0.000 6
	X_1	0.13	1	0.13	38.24	0.000 5
	X_2	0.003 267	1	0.003 267	0.99	0.352 9
	X_1X_2	0.004 225	1	0.004 225	1.28	0.295 1
	X_{12}	0.10	1	0.10	30.72	0.000 9
	X_{22}	0.021	1	0.021	6.27	0.040 7
	残差	0.023	7	0.003 299		
	(失拟项)	0.023	3	0.007 698		
	(纯误差)	0.000	4	0.000		
	所有项	0.34	12			
	信噪比	12.27				
28 d	回归模型	0.65	5	0.13	9.35	0.005 3
	X_1	0.41	1	0.41	29.07	0.001 0
	X_2	0.060	1	0.060	4.30	0.076 8
	X_1X_2	0.003 025	1	0.003 025	0.22	0.655 6
	X_{12}	0.12	1	0.12	8.67	0.021 6
	X_{22}	0.009 716	1	0.009 716	0.70	0.431 6
	残差	0.098	7	0.014		
	(失拟项)	0.098	3	0.033		
	(纯误差)	0.000	4	0.000		
	所有项	0.75	12			
	信噪比	8.97				

不同养护龄期响应值与各因素进行回归拟合后，得到二阶回归方程为：

$$Y_{3d}=-0.861\ 68+0.047\ 099X_1+0.024\ 975X_2+0.000\ 163X_1X_2-0.000\ 48X_1^2-0.000\ 87X_2^2,$$

$$Y_{28d}=0.049\ 892+0.062\ 845X_1+0.019\ 912X_2+0.000\ 138X_1X_2-0.000\ 523X_1^2-0.000\ 593X_2^2。$$

表 4 中 P 值表示因子影响的显著性，其数值越小表示此因子影响越显著，通常 P 值<0.05 的因子认为是显著影响因子，P 值>0.1 认为是非显著影响因子；信噪比数值>4 表明拟合模型可以用于预测。3 d 养护龄期的回归模型 F 值为 19.23，表明回归模型是显著的，P 值 0.000 6<0.05，表明 F 值是由噪值引起的可能性仅有 0.06%，即拟合方程所用的各个因素对胶结体强度的影响是可靠的，其中 X_1、X_1^2、X_2^2 为显著影响因子，即熟料、石膏对 3 d 抗压强度均有显著影响；信噪比数值 12.274>4 表明该拟合方程可用于预测。28 d 养护龄期的回归模型 F 值为 9.35，表明回归模型是显著的，P 值 0.005 3<0.05，表明 F 值是由噪值引起的可能性仅有 0.53%，即拟合方程所用的各个因素对胶结体强度的影响是可靠的，其中 X_1、X_1^2 为显著影响因子，即仅熟料对 28 d 抗压强度有显著影响；信噪比数值 8.97>4，表明该拟合方程可用于预测。

综上所述，不同养护龄期的拟合方程均较为显著，并且拟合方程所用的各个因素对胶结体强度的影响是可靠的，拟合方程均可用于预测。各养护龄期拟合方程中 X_1、X_2 项系数均为正值，且 X_1 项系数大于 X_2 项系数，说明熟料、石膏能够激发矿渣的胶凝活性，且影响大小为熟料>石膏；X_1^2、X_2^2 项系数均为负值，且 X_1^2 项系数绝对值小于 X_2^2 项系数绝对值，说明熟料、石膏掺量过多均会给抗压强度带来不利影响，且石膏掺量过多会带来更多不利影响；交互项 X_1X_2 系数均为正值，说明熟料、石膏的交互作用有利于对矿渣活性

的激发；常数项 3 d 养护龄期为负值（−0.86），28 d 养护龄期为正值（0.05），说明不添加这两种活化剂的情况下，养护早期胶结体不会有强度，养护后期虽然为正值，但数值仅为 0.05，处于很低的水平，其强度的获得与活化剂的活化效果有明显的关系。

2.1.2　响应曲面与等高线分析

不同养护龄期各因素对胶结体强度的影响等高线图及响应曲面图如图 2 所示。

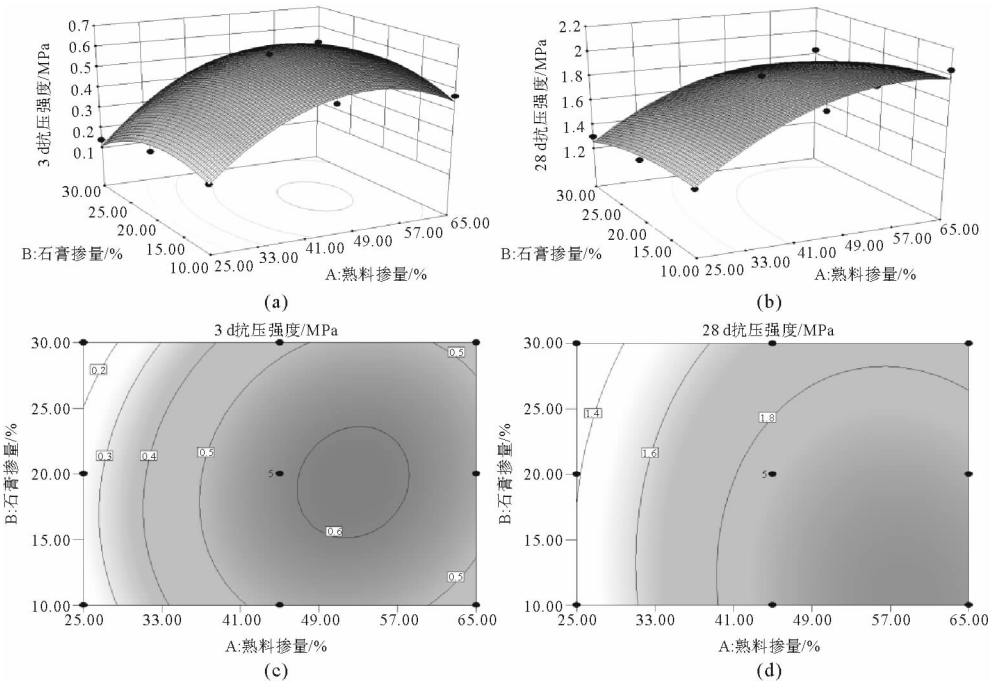

图 2　不同龄期熟料、石膏及其交互作用对胶结体抗压强度的影响

Fig. 2　Influence on strength of interactions between clinker and gypsum

由图 2 可知，响应曲面的曲率半径随着养护龄期的延长而变大，表明随着养护龄期的延长，熟料、石膏及其交互作用对胶结体强度影响的显著性越来越小。在熟料一定掺量的情况下，改变石膏的掺入量对抗压强度的影响并不是特别显著（尤其是在长期养护的情况下），但在一定石膏掺量的情况下，改变熟料的掺入量对抗压强度有十分显著的影响，这表明熟料是影响胶结体抗压强度的显著因素。

图 2 中颜色深浅的过渡表征不同抗压强度的变化过程，颜色由浅到深表征抗压强度由小到大，颜色越深表征强度值越高。根据等高线图可知，对于 3 d 养护龄期，在熟料一定掺量的情况下，抗压强度随着石膏掺入量的增大先增大后减小；在一定石膏掺量的情况下，抗压强度随着熟料掺入量的增大也先增大后减小，在考虑熟料和石膏交互作用对抗压强度影响的前提下，熟料的最佳掺量为 46%～60%，石膏的最佳掺量为 15%～23%。对于 28 d 养护龄期，在熟料掺量一定的情况下，抗压强度随着石膏掺量的增大而减小，但石膏对强度的影响程度明显减小；在一定石膏掺量情况下，抗压强度随着熟料掺入量的增加不断增大，在考虑熟料和石膏交互作用对抗压强度影响的前提下，熟料的最佳掺量为＞50%，石膏的最佳掺量为＜15%。

结合回归分析的结果可知，熟料在碱激发矿渣胶凝材料整个水化过程中对抗压强度一直有显著影响，且随着养护龄期的延长，所需熟料的掺量增大。这主要由于在水化初期（3 d），熟料首先水解形成一定的碱性环境，矿渣在 OH^- 作用下颗粒表面的 Ca^{2+}、Mg^{2+} 首先与 OH^- 作用生成 $Ca(OH)_2$、$Mg(OH)_2$，破坏矿渣颗粒的表面，连续的富钙相为 OH^- 进入矿渣颗粒内部提供必要通道，促使矿渣的进一步水化，溶液中的 Na^+、K^+ 等离子与 Ca^{2+}、Mg^{2+} 进行替换，连接在 Si—O 键或/和 Al—O 键上，进一步导致矿渣网架结构的破坏、解离，解离后的 Si—O、Al—O 等阴离子团与溶液中的 $Ca(OH)_2$ 作用生成具有胶凝性能的水化产物[6]；随着养

护龄期的延长，矿渣的水化反应不断消耗 OH^-，在水化后期(28 d)要保证矿渣继续水化，必须有更多的熟料为矿渣的水化提高 OH^-。石膏在养护初期对抗压强度有显著影响，而在养护后期对抗压强度影响较小，且随着养护龄期的延长，对石膏的需求量减小。这主要由于石膏的加入能够改变熟料激发矿渣体系的水化产物种类，促进钙矾石(AFt)的生成，提高水化产物生成总量，且石膏的这种作用主要集中在水化反应初期[18]，此阶段钙矾石的生成对抗压强度的发展起到主导作用；而在水化后期，随着养护龄期的延长，碱激发矿渣体系生成的凝胶类水化产物不断增多，最终对抗压强度起到主要作用，从而降低了对钙矾石的依赖性，减小了对石膏的需求量。石膏的加入还能够加快对体系中 $Ca(OH)_2$ 的消耗，因此为保证矿渣的有效水化，在有石膏存在的条件下应该适当提高熟料的掺量。

通过上述实验设计、实验结果回归分析，得出熟料、石膏及其交互作用对抗压强度的影响规律，提供了各因素对抗压强度影响的可视化模型。为了找出熟料、石膏设计的最优点，利用 Design-Expert 对数据模型进行预测优化，选定熟料掺量 25%～65%、石膏掺量 10%～30%(均为占矿渣质量的百分比)为限制条件，3 d 抗压强度最大值为优化目标，利用 Optimization 预测优化设计方案为熟料掺量 52.47%、石膏掺量 19.36%；以 28 d 抗压强度最大值为优化目标时，预测优化设计方案为熟料掺量 58.73%、石膏掺量 10%；以 3、28 d 抗压强度均最大值为优化目标时，预测优化设计方案为熟料掺量 54.54%、石膏掺量 16.59%，此预测结果与回归分析结果保持一致，具有良好的可靠性。为了获得具有良好早强性能的矿渣胶凝材料，最终选定以 3 d 抗压强度最大值为优化目标，对应预测优化方案中熟料、石膏的最佳掺量(占矿渣质量的百分比)分别为 52.47%、19.36%。

2.2　矿渣胶凝材料的应用性能

为了考察所制备矿渣胶凝材料对微细粒尾矿的胶结效果，以 P·O 42.5 普通硅酸盐水泥作为参比材料，梅山微细粒尾矿为骨料，考察了胶凝材料用量(8%～16%)和尾矿浓度(48%～56%)对砂浆抗压强度的影响，并通过对比矿渣胶凝材料与普通硅酸盐水泥对微细粒尾矿固结效果的差异，探讨矿渣胶凝材料的应用性能及特点。

2.2.1　胶凝材料用量对砂浆抗压强度的影响

在尾矿浓度 54%，分别由不同添加量(8%～16%)的矿渣胶凝材料(alkali-activated slag, AAS)和普通硅酸盐水泥制备砂浆试块，并测其 3、28 d 的抗压强度，考察胶凝材料用量对砂浆抗压强度的影响。

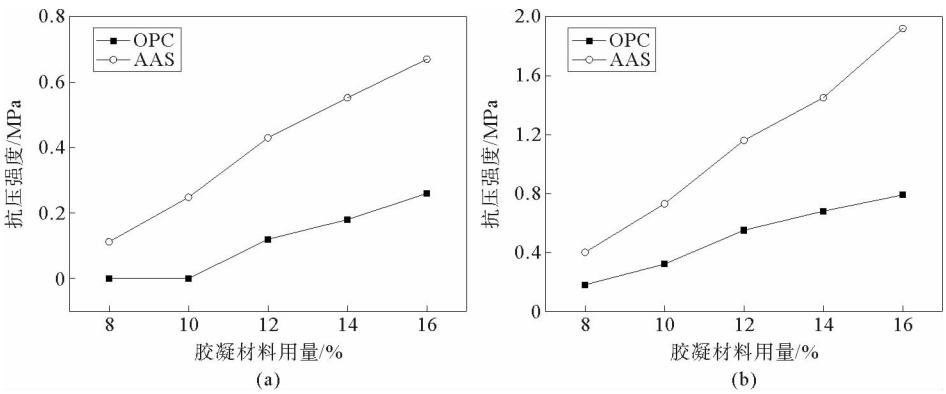

图 3　3 (a)和 28 d (b)砂浆抗压强度随胶凝材料用量的变化

Fig. 3　Variation in UCS of 3 (a) and 28 days (b) as binder dosage

图 3 为矿渣胶凝材料和普通硅酸盐水泥用量对砂浆抗压强度影响的变化曲线，图中 AAS 代表矿渣胶凝材料，OPC 代表普通硅酸盐水泥。结果表明，矿渣胶凝材料对微细粒尾矿的胶结效果均明显优于普通硅酸盐水泥，且随着胶凝材料用量的增加，各养护龄期的砂浆抗压强度均明显提高。养护龄期 3 d 时，胶凝材料用量由 8%提高到 16%，矿渣胶凝材料的砂浆抗压强度由 0.11 MPa 提高到 0.67 MPa，普通硅酸盐水泥的

砂浆抗压强度由 0 提高到 0.26 MPa，相同胶凝材料用量情况下，矿渣胶凝材料的砂浆抗压强度较普通硅酸盐水泥提高 158%以上。养护龄期 28 d 时，胶凝材料用量由 8%提高到 16%，矿渣胶凝材料的砂浆抗压强度由 0.40 MPa 提高到 1.92 MPa，普通硅酸盐水泥的砂浆抗压强度由 0.18 MPa 提高到 0.79 MPa，相同胶凝材料用量情况下，矿渣胶凝材料的砂浆抗压强度较普通硅酸盐水泥提高 111%以上。

2.2.2 尾矿浓度对砂浆抗压强度的影响

在胶凝材料用量 16%的条件下，制备不同尾矿浓度(48%～56%)的砂浆试块并测其 3、28 d 的抗压强度，考察尾矿浓度对砂浆抗压强度的影响。

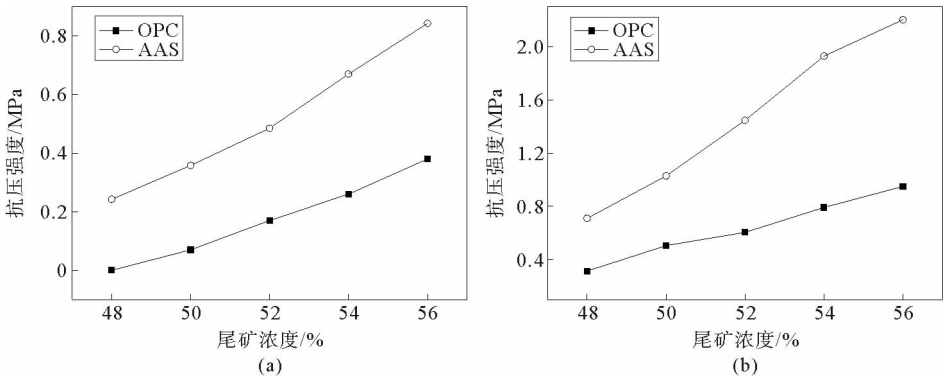

图 4 3 d (a)和 28 d (b)砂浆抗压强度随尾矿浓度的变化

Fig. 4 Variation in UCS of 3 (a) and 28 days (b) as tailings concentration

图 4 为尾矿浓度对砂浆抗压强度影响的变化曲线，图中 AAS 为矿渣胶凝材料，OPC 为普通硅酸盐水泥。结果同样表明，矿渣胶凝材料对微细粒尾矿的胶结效果明显优于普通硅酸盐水泥，且随着尾矿浓度的增加，各养护龄期的砂浆抗压强度均明显提高。养护龄期 3 d 时，尾矿浓度由 48%提高到 56%，矿渣胶凝材料的砂浆抗压强度由 0.24 MPa 提高到 0.84 MPa，普通硅酸盐水泥砂浆的抗压强度由 0 提高到 0.38 MPa，同等条件下，矿渣胶凝材料的砂浆抗压强度较普通硅酸盐水泥提高 122%以上。养护龄期 28 d 时，尾矿浓度由 48%提高到 56%，矿渣胶凝材料的砂浆抗压强度由 0.71 MPa 提高到 2.20 MPa，普通硅酸盐水泥的砂浆抗压强度由 0.31 MPa 提高到 0.95 MPa，同等条件下，矿渣胶凝材料的砂浆抗压强度较普通硅酸盐水泥高 104%以上。

综上所述，在不同胶凝材料用量、不同尾矿浓度条件下，矿渣胶凝材料对微细粒尾矿的胶结效果均明显优于 P·O 42.5 普通硅酸盐水泥，同等条件下，养护 3 d、28 d 矿渣胶凝材料的砂浆抗压强度较 P·O 42.5 普通硅酸盐水泥分别提高 122%、104%以上，矿渣胶凝材料展现出良好的高效、早强的特点。

3 结论

1) 通过熟料掺量、石膏掺量的响应面实验设计、实验结果的回归分析，为各因素对矿渣胶凝材料抗压强度的影响提供了一个可视化模型，拟合的二阶回归方程模型具有良好可靠性，以 3 d 抗压强度最大值为优化目标，可以得出预测优化方案中熟料、石膏的最佳掺量(占矿渣质量的百分比)分别为 52.47%、19.36%。

2) 查明了熟料、石膏及其交互作用对抗压强度的影响规律，熟料在整个水化过程中一直为显著影响因素，石膏仅在水化初期为显著影响因素，且随着养护龄期的延长，矿渣水化对熟料的需求量增加，对石膏的需求量减少。

3) 制备出的矿渣胶凝材料具有早强、高效的特点，与 P·O 42.5 普通硅酸盐水泥相比，同等条件下，其 3、28 d砂浆抗压强度可分别提高 122%、104%以上。

参考文献：

[1]HEIKAL M, AIAD I, HELMY I M. Portland cement clinker, granulated slag and by-pass cement dust composites[J]. Ce-

ment & Concrete Research,2002,32(11):1805-1812.

[2]赵鹏凯,赵亮,景娇燕.高炉矿渣基充填胶凝材料的制备与应用[J].中国资源综合利用,2013,31(8):19-23.
ZHAO Pengkai,ZHAO Liang,JING Jiaoyan. Preparation and application performance of cementation material based on blast furnace slag[J]. China Resources Comprehensive Utilization,2013,31(8):19-23.

[3]吕宪俊,张帅,胡术刚.新型高炉矿渣基尾矿胶结材料的制备试验研究[J].混凝土,2010(2):90-93.
LÜ Xianjun,ZHANG Shuai,HU Shugang. Experiment on preparation of a new type of blast furnace slag based filling cementing material[J]. Concrete,2010(2):90-93.

[4]CIHANGIR F,ERCIKDI B,KESIMAL A,et al. Paste backfill of high-sulphide mill tailings using alkali-activated blast furnace slag:Effect of activator nature,concentration and slag properties[J]. Minerals Engineering,2015,83:117-127.

[5]HU S G,LU X J,NIU H L. Research on properties and reaction mechanism of blast furnace slag backfilling cementing material[J]. Applied Mechanics & Materials,2014,692:454-459.

[6]吴蓬,吕宪俊,胡术刚,等.粒化高炉矿渣胶凝性能活化研究进展[J].金属矿山,2012(10):157-161.
WU Peng,LÜ Xianjun HU Shugang,et al. Study progress of the activation of granulated blast furnace slag cementitious material[J]. Metal Mine,2012(10):157-161.

[7]RASHAD A M. A comprehensive overview about the influence of different additives on the properties of alkali-activated slag-A guide for civil engineer[J]. Construction & Building Materials,2013,47(10):29-55.

[8]BROUGH A R,HOLLOWAY M,SYKES J,et al. Sodium silicate-based alkali-activated slag mortars:Part II. The retarding effect of additions of sodium chloride or malic acid[J]. Cement & Concrete Research,2000,30(9):1375-1379.

[9]徐向宏,何明珠.试验设计与 Design-Expert SPSS 应用[M].北京:科学出版社,2010.

[10]徐仁崇,刘君秀,曾冲盛,等.采用 Design-Expert 软件优化透水混凝土配合比设计[J].新型建筑材料,2010,37(7):17-20.
XU Renchong,LIU Junxiu,ZENG Chongsheng,et al. Optimal design of pervious concrete proportion using Design-Expert software[J]. New Building Materials,2010,37(7):17-20.

[11]黄贤德,丁华柱,戚勇军,等.用 Design-Expert 软件研究掺合料对轻集料混凝土性能的影响[J].粉煤灰,2012,24(3):1-3.
HUANG Xiande,DING Huazhu,QI Yongjun,et al. Effects of some mineral admixtures on the performances of lightweight concrete by using design-expert software[J]. Coal Ash,2012,24(3):1-3.

[12]陶有俊,TAO Daniel,赵跃民,等.采用 Design-Expert 设计进行优化 Falcon 分选试验[J].中国矿业大学学报,2005,34(3):343-348.
TAO Youjun,TAO Daniel,ZHAO Yuemin,et al. Design and optimization of falcon separation test using design-expert software[J]. Journal of China University of Mining & Technology,2005,34(3):343-348.

[13]HOODA A,NANDA A,JAIN M,et al. Optimization and evaluation of gastroretentive ranitidine HCl microspheres by using design expert software[J]. International Journal of Biological Macromolecules,2012,51(5):691-700.

[14]HUANG H,SHEN X D. Formulation design of the multi-component cement additive by using engineering statistics[J]. Journal of Wuhan University of Technology (Materials Science Edition),2010,25(3):538-544.

[15]王永菲,王成国.响应面法的理论与应用[J].中央民族大学学报(自然科学版),2005,14(3):236-240.
WANG Yongfei,WANG Chengguo. The application of response surface methodology[J]. Journal of the Central University for Nationalities,2005,14(3):236-240.

[16]ALBEN K T. Books and software:Design,analyze,and optimize with design-expert[J]. Analytical Chemistry,2002,74(7):222-223.

[17]梁志强.新型矿山充填胶凝材料的研究与应用综述[J].金属矿山,2015(6):164-170.
LIANG Zhiqiang. Review on development and application of new type backfilling cementing materials in mining industry[J]. Metal Mine,2015(6):164-170.

[18]吴蓬,吕宪俊,王俊祥,等.硬石膏对熟料激发矿渣水化反应的影响[J].中国矿业大学学报,2016,45(3):615-622.
WU Peng,LÜ Xianjun,WANG Junxiang,et al. Effect of anhydrite on hydration of clinker activated slag cementing materials[J]. Journal of China University of Mining and Technology,2016,45(3):615-622.

(责任编辑:吕海亮)