

# 实验用磁性铁分离装置的设计及其在铁矿石磁性铁测定中的应用

汪寅夫

(沈阳地质调查中心, 辽宁沈阳 110032)

**摘要:**磁性铁含量的测定是铁矿勘查中的基本分析项目之一。以往常采用手工磁选法对磁性铁分离后再进行测定,但手工磁选法不仅容易出现清洗不彻底或由于水流难以控制使磁性铁流失等现象,而且各实验室采用的永久磁铁规格不统一也会导致测定结果的重现性较差。实验自主设计了由框架、传动及淋洗系统3大部分组成的磁性铁分离装置,不仅提高了分离效率,还可一人对多个样品同时操作。对该装置应用于磁性铁分离时的条件进行了单因素和正交试验,并将其应用于铁矿石中磁性铁含量的测定。结果表明,磁性铁分离装置对磁性铁分离的最佳条件是磁场强度为80Gs,水流速度为30mL/min,翻转速度为70r/min,淋洗时间为3min;样品中磁性铁的含量对测定结果的影响较小。采用实验方法对铁矿石物相成分分析标准物质中磁性铁含量进行测定,结果的相对标准偏差(RSD,  $n=8$ )为0.80%和1.0%。采用实验方法对2个铁矿石实际样品进行测定,测定结果与标准方法YS/T 1047—2015基本吻合。

**关键词:**铁矿石;磁性铁;分离装置;滴定法

中图分类号:O655.2;TD951

文献标志码:A

文章编号:1000-7571(2020)01-0022-06

我国铁矿石资源丰富,在国际上名列前茅<sup>[1-2]</sup>。磁性铁分析是铁矿石勘察的基本分析项目之一,它对于资源储量估算、圈定矿体和划分矿石类型有重要意义<sup>[3-6]</sup>。目前磁性铁分析的相关研究较少,且尚无国家标准方法,仅有YS/T 1047—2015等一些行业标准可循<sup>[7-8]</sup>。磁性铁分离是磁性铁分析中最为重要的环节之一,目前磁性铁的分离主要应用手工磁选法:称取一定量试样,加入水将试样浸湿,用带有铜套的永久磁铁接近水面磁选,将永久磁铁吸住的磁性部分用水冲洗接入另一容器中,经过多次磁选直至没有磁性铁为止<sup>[9-11]</sup>。这种方法的主要缺点是:需要人为经验判断洗涤次数,容易出现清洗不彻底或由于水流难以控制使磁性铁流失等现象,另外各实验室采用的永久磁铁规格不统一也会导致实验的重现性较差。

本文设计了一种实验用磁性铁分离装置,由框架、传动及淋洗系统3大部分组成,其突出优点为:通过改变试管与磁场面的距离可有效控制磁场强度;通过淋洗系统可提供稳定流量的水流,通过机械

系统可以控制震动翻转的频率,从而实现了参数条件的量化及可控;提高了分离效率,可一人对多个样品同时操作。在此基础上,本文通过对磁场强度、样品粒度等分离条件进行优化,确定了磁性铁分离装置分离磁性铁的最佳条件,将其和滴定法结合应用于铁矿石中磁性铁含量的测定,结果满意。

## 1 磁性铁分离装置

实验室自主设计所用磁性铁分离装置由框架、传动及淋洗系统3大部分组成,框架上安装有永磁铁和磁选管(50mL滴定管),装置见图1。传动系统借助马达带动永磁铁做垂直方向的往复运动,淋洗装置用来洗涤矿粒。当样品在磁选管中进行磁选时,磁力垂直于重力。由于磁力的作用,使磁性铁矿粒偏离其垂直下落的轨迹,并被吸在磁极近处的磁选管管壁上,非磁性铁矿粒分离的主要方式是借助重力及水流淋洗的作用。框架上永磁铁的磁极按正负相反方向排列并能做垂直向的往复运动,从而使磁性铁矿粒所在位置的磁场方向交替交换,减少磁

收稿日期:2019-05-16

基金项目:中国地质调查局地质调查项目(12120113014600)

作者简介:汪寅夫(1986—),男,工程师,硕士,主要从事地质实验测试技术研究;E-mail:lanyun05108@sina.com

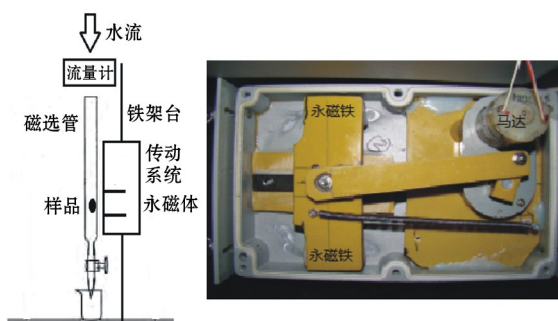


图1 实验用磁性铁分离装置结构(a)及其内视图(b)

Fig. 1 The structure (a) and its inside view (b) of magnetic iron separation equipment for experimental use

性铁对非磁性铁矿粒的夹带。为了适应某些氧化严重的磁性铁矿粒的分选,框架上下部各设有一组永磁铁,以防止漏选。

## 2 实验部分

### 2.1 主要试剂

铁矿石物相成分分析标准物质:GBW07272、GBW07273、GBW07274 和 GBW07275(磁性铁质量分数认定值分别为 46.9%、30.0%、0.8%、18.5%),均购自冶金部中南地质勘查局研究所;氯化钠;碳酸氢钠;氯化亚锡溶液:100 g/L,称取 100.0 g 氯化亚锡置于 1000 mL 烧杯中,用少量水湿润,加入 300 mL 盐酸使其完全溶解,移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;氯化高汞溶液:50 g/L,称取 50.0 g 氯化高汞置于 1000 mL 烧杯中,加入 500 mL 水,低温加热使其完全溶解,移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;盐酸( $\rho$  约 1.19 g/mL);硫磷混酸:硫酸、磷酸和水的体积比为 1.5 : 1.5 : 7,在不断搅拌下将 150 mL 硫酸缓慢加入到 700 mL 水中,冷却后加入 150 mL 磷酸;重铬酸钾标准溶液: $c = 0.02501 \text{ mol/L}$ ,准确称取 2.4522 g 重铬酸钾置于 400 mL 烧杯中,加入 200 mL 水,低温加热使其完全溶解,移入 2000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;二苯胺磺酸钠指示剂:0.5 g/L,称取 0.50 g 二苯胺磺酸钠置于 100 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,使其完全溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

### 2.2 样品中磁性铁含量的分析

准确称取 0.5000 g 样品,使用磁性铁分离装置进行磁选,在磁场强度为 80 Gs,水流速度为 30 mL/min,翻转速度为 70 r/min,淋洗时间为 3 min 条件下将得到的矿物转入 250 mL 锥形瓶中,加 0.5 g 氟

化钠、1.0 g 碳酸氢钠、30 mL 盐酸,加热溶解完全,并浓缩至 10 mL 左右,滴加氯化亚锡溶液至黄色褪尽,再过量 2~3 滴,用水吹洗瓶壁,流水冷却,加入 10 mL 氯化高汞溶液,放置 3~5 min,用水稀释至 120 mL 左右,以二苯胺磺酸钠为指示剂,加入 20 mL 硫磷混酸,用重铬酸钾标准溶液滴定至刚出现稳定的紫色为终点。按式(1)计算样品中磁性铁(MFe)的质量分数。

$$w(\text{MFe}) = \frac{c \times V \times 55.85}{m \times 1000} \times 100\% \quad (1)$$

式中: $c$  为重铬酸钾标准溶液浓度,0.02501 mol/L; $V$  为滴定所消耗的重铬酸钾标准溶液体积,mL; $m$  为样品质量,g。

## 3 结果与讨论

### 3.1 磁选条件的单因素试验

选用铁矿石物相成分分析标准物质 GBW07273(MFe 质量分数为 30.0%),固定其他实验条件,对可能影响磁性铁测定的 4 个条件(磁场强度、水流速度、翻转速度和淋洗时间)进行单因素试验以初步确定其大致范围,其中磁性铁的回收率由磁性铁测定值除以认定值计算得到,试验结果见表 1~表 4。由表 1~表 4 可知,当磁场强度为 70~110 Gs,水流速度为 10~40 mL/min,翻转速度为 40~100 r/min 和淋洗时间为 2~4 s,磁性铁的回

表 1 磁场强度单因素试验

Table 1 Single factor experiment of magnetic field intensity

磁场强度 Magnetic field intensity/Gs	50	70	90	110
回收率 Recovery/%	94.2	99.3	99.6	103.4

表 2 水流速度单因素试验

Table 2 Single factor experiment of water velocity

水流速度 Water velocity/(mL/min)	10	20	30	40
回收率 Recovery/%	107.2	102.1	100.3	97.2

表 3 翻转速度单因素试验

Table 3 Single factor experiment of turnover rate

翻转速度 Turnover rate/(r/min)	40	60	80	100
回收率 Recovery/%	106.2	103.2	100.1	100.2

表 4 淋洗时间单因素试验

Table 4 Single factor experiment of elution time

淋洗时间 Elution time/min	1	2	3	4
回收率 Recovery/%	107.6	103.5	98.8	99.0

收率在 95%~110%范围内。

通过试验发现随着磁场强度的增强,磁性铁回收率提高,但随着永磁铁磁性的继续增强,测定结果偏高,与标准物质认定值超差;可能是由于磁场强度过大造成样品大量被吸附,聚集在试管壁上,翻转洗涤不彻底形成夹带作用,使分离后的样品中包含有氧化铁等非磁性铁,在滴定过程中将非磁性铁计入结果中,造成回收率偏高。水流速度对回收率有一定影响:水流流速过小,造成氧化铁等非磁性铁清洗不彻底,回收率偏高,水流过大,部分吸附不牢固的磁性铁被洗走,使回收率偏低。翻转速度在 60 r/min 以下时非磁性铁清洗不彻底,形成夹带作用,造成回收率偏高;翻转速度在 80 r/min 以上时回收率稳定在 100%左右;但考虑到装置设计使用方面(稳定性、耐用性等)的问题应采用低转速为宜。淋洗时间在 3 min 以上时回收率趋于稳定且符合要求,考虑到工作效率应尽可能缩短分析时间。

### 3.2 磁选条件的正交试验

根据 3.1 的试验结果,选择磁场强度、水流速度、翻转速度、淋洗时间和不同含量水平的标准物质(铁矿石物相成分分析标准物质 GBW07272、GBW07273、GBW07274 和 GBW07275)这 5 个因素,在回收率最接近 100%的区间并结合考虑装置设计的稳定性、耐用性等因素选择试验水平,进行 5 因素 4 水平正交试验<sup>[12-14]</sup>以确定最佳条件,试验方案见表 5,试验结果和统计结果见表 6 和表 7。

由表 7 统计结果可知:偏差平方和数据中,磁场强度和冲洗时间两项数值远高于其他条件,说明磁场强度和冲洗时间对磁性铁测定结果的影响较大;磁性铁含量的偏差平方和最小,说明样品中磁性铁的含量对测定结果影响较小,即本文方法可以很好地满足不同含量样品的测试需要;而水流速度和翻转速度的偏差平方和较小是由于已经从单因素试验中选择了回收率较好的实验条件。 $F$  比值大小与偏

表 5 磁性铁回收率正交试验方案

Table 5 Orthogonal test scheme for magnetic iron recovery

水平 Level	磁场强度 Magnetic field intensity/Gs	水流速度 Water velocity/(mL/min)	翻转速度 Turnover rate/(r/min)	淋洗时间 Elution time/min	磁性铁含量(标准物质编号) Magnetic iron content (CRM No.) $w/\%$
1	70	10	50	2	0.8(GBW07274)
2	80	20	60	3	18.5(GBW07275)
3	90	30	70	4	30.0(GBW07273)
4	100	40	80	5	46.9(GBW07272)

表 6 磁性铁回收率正交试验结果

Table 6 Orthogonal experiment results of magnetic iron recovery

试验编号 No.	磁场强度 Magnetic field intensity/Gs	水流速度 Water velocity/(mL/min)	翻转速度 Turnover rate/(r/min)	淋洗时间 Elution time/min	磁性铁含量 Magnetic iron content $w/\%$	回收率 Recovery/ $\%$
1	70	10	50	2	0.8	103.4
2	70	20	60	3	18.5	102.7
3	70	30	70	4	30.0	99.1
4	70	40	80	5	46.9	95.2
5	80	10	60	4	46.9	103.4
6	80	20	50	5	30.0	99.6
7	80	30	80	2	18.5	103.9
8	80	40	70	3	0.8	102.7
9	90	10	70	5	18.5	102.2
10	90	20	80	4	0.8	101.5
11	90	30	50	3	46.9	105.4
12	90	40	60	2	30.0	103.2
13	100	10	80	3	30.0	105.1
14	100	20	70	2	46.9	106.7
15	100	30	60	5	0.8	103.8
16	100	40	50	4	18.5	102.6

表7 磁性铁回收率正交试验统计结果

Table 7 Statistical results of the orthogonal experiment of magnetic iron recovery

项目 Item	偏差平方和 Sum of squared deviation	自由度 Degree of freedom	F 比值 F ratio	F 临界值 F-threshold
磁场强度	41.197	3	1.823	3.290
水流速度	15.382	3	0.681	3.290
翻转速度	7.382	3	0.327	3.290
冲洗时间	45.697	3	2.022	3.290
磁性铁含量	3.337	3	0.148	3.290
误差	113.00	15		

差平方和相似,也可证明上述结论。通过上述分析结合效应曲线(图2),以回收率100%和各条件的交点确定应用磁性铁分离装置对磁性铁分离的最佳条件是磁场强度为80Gs,水流速度为30mL/min,翻转速度为70r/min,淋洗时间为3min。

## 4 样品分析

### 4.1 标准样品

在上述确定的实验条件下,应用磁性铁分离装置对铁矿石物相成分分析标准物质GBW07273和

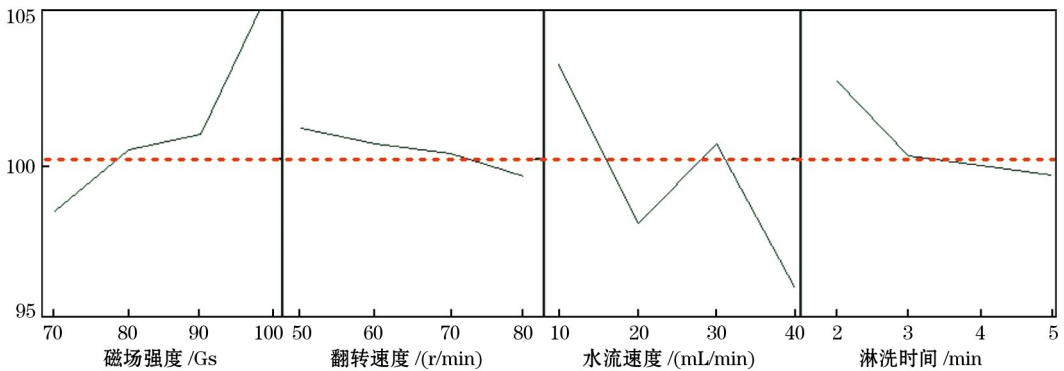


图2 磁性铁回收率正交试验效应曲线图

Fig. 2 Effect curve of orthogonal experiment of magnetic iron recovery

GBW07275进行分离,并按照2.2进行操作,对磁性铁含量平行测定8次,结果见表8。

### 4.2 实际样品

按照实验方法,采用磁性铁分离装置对大台沟

地区钻孔中采集的2个铁矿石样品进行磁性铁的分离和测定,平行测定8次的平均值见表9,并将分析结果与现有行业标准YS/T 1047—2015磁性铁分离方法测定结果进行对照(表9),结果表明,两种方法

表8 铁矿石物相成分分析标准物质中磁性铁的测定结果

Table 8 Determination of magnetic iron in certified reference materials for phase composition analysis of iron ore

标准物质编号 CRM No.	测定值 Found w/%	平均值 Average w/%	相对标准偏差 RSD (n=8)/%	认定值 Certified w/%
GBW07273	30.0,30.2,30.2,30.3,29.7,30.0,29.7,29.4	30.0	1.0	30.0
GBW07275	18.3,18.6,18.5,18.5,18.3,18.4,18.7,18.6	18.5	0.80	18.5

表9 铁矿石实际样品中磁性铁的测定结果

Table 9 Determination results of magnetic iron in iron ore actual samples

样品编号 Sample No.	本文方法 Proposed method			YS/T 1047—2015 测定值 Found by YS/T 1047-2015 w/%
	测定值 Found w/%	平均值 Average w/%	相对标准偏差 RSD (n=8)/%	
1#	8.4,8.4,8.2,8.5,8.3,8.4,8.6,8.4	8.4	1.4	8.3
2#	17.1,17.3,17.1,17.5,17.4,17.2,17.3,17.2	17.3	0.80	17.2



测定值基本一致。

## 参考文献:

- [1] 王福利. 浅谈鞍山式富铁矿地质特征及找矿方向[J]. 吉林地质, 2008, 27(2): 45-51.  
WANG Fu-li. Discussion on geological characteristics and prospecting direction of anshan-type rich iron deposit[J]. *Jilin Geology*, 2008, 27(2): 45-51.
- [2] 辽宁省地质矿产研究所. 辽宁省区域矿产志[R]. 沈阳: 辽宁省地质局印刷厂, 1998: 1.
- [3] 闵红, 任丽萍, 秦晔琼, 等. 铁矿石中全铁含量分析的研究进展[J]. 冶金分析, 2014, 34(4): 21-26.  
MIN Hong, REN Li-ping, QIN Ye-qiong, et al. Research progress in analysis of total iron content in iron ore[J]. *Metallurgical Analysis*, 2014, 34(4): 21-26.
- [4] 陈占金, 李维兵, 孙胜义, 等. 鞍山地区难选铁矿石选矿技术研究[J]. 金属矿山, 2007(1): 30-34.  
CHEN Zhan-jin, LI Wei-bing, SUN Sheng-yi, et al. Research on blasting technology of refractory iron ore in Anshan area[J]. *Metal Mines*, 2007(1): 30-34.
- [5] 曾波, 段清国, 张玉滨, 等. 铁矿石中磁性铁的测定方法研究[J]. 冶金分析, 2005, 25(3): 58-60.  
ZENG Bo, DUAN Qing-guo, ZHANG Yu-bin, et al. Determination of magnetic iron in iron ore[J]. *Metallurgical Analysis*, 2005, 25(3): 58-60.
- [6] 丁仕兵, 刘稚. 重铬酸钾滴定法测定铁矿石中铁含量不确定度的评估和计算[J]. 冶金分析, 2002, 22(1): 63-65.  
DING Shi-bing, LIU Zhi. Evaluation and calculation of uncertainty for determination of iron content in iron ore by potassium dichromate titration[J]. *Metallurgical Analysis*, 2002, 22(1): 63-65.
- [7] 岩石矿物分析编委会编著. 岩石矿物分析[M]. 4版. 北京: 地质出版社, 2011: 738-740.
- [8] 芮李竹. 一般铁矿石的物相分析[J]. 福建分析测试, 2010, 19(1): 64-67.  
RUI Li-zhu. Phase analysis of general iron ore[J]. *Fujian Analytical Testing*, 2010, 19(1): 64-67.
- [9] 郭茂生, 唐肖玫, 王峰, 等. 铁矿石物相分析标准物质的研制[J]. 岩矿测试, 1996, 15(4): 311-318.  
GUO Mao-sheng, TANG Xiao-mei, WANG Feng, et al. Development of reference materials for iron ore phase analysis[J]. *Rock and Mineral Analysis*, 1996, 15(4): 311-318.
- [10] 张去非, 穆晓东. 微细粒弱磁性铁矿石资源的特征及分选工艺[J]. 矿冶工程, 2003, 23(4): 23-26.  
ZHANG Qu-fei, MU Xiao-dong. Characteristics and separation process of micro-grain weak magnetic iron ore resources[J]. *Mining and Metallurgical Engineering*, 2003, 23(4): 23-26.
- [11] 郑大中, 郑若锋. 岩石、土壤、沉积物中氧化亚铁与氧化高铁的分离及测定[J]. 岩矿测试, 1988, 7(1): 28-31.  
ZHENG Da-zhong, ZHENG Ruo-feng. Separation and determination of ferrous oxide and iron oxide in rock, soil and sediment[J]. *Rock and Mineral Analysis*, 1988, 7(1): 28-31.
- [12] 刘维平. 高能球磨法制备钨、铁纳米粉的正交实验研究[J]. 有色矿冶, 2000, 16(5): 40-43.  
LIU Wei-ping. Orthogonal experimental study on preparation of tungsten and iron nanopowders by high energy ball milling[J]. *Nonferrous Mining & Metallurgy*, 2000, 16(5): 40-43.
- [13] 罗文平. 正交试验优化火焰原子吸收测定环境水样中的铬[J]. 江西化工, 2019(5): 44-46.  
LUO Wen-ping. Optimal determination of chromium in environmental water by flame atomic absorption spectrometry[J]. *Jiangxi Chemical Industry*, 2019(5): 44-46.
- [14] 李利华. 正交试验法优选石参总黄酮的超声波辅助浸提工艺[J]. 粮食与油脂, 2019, 32(9): 81-84.  
LI Li-hua. Optimization of ultrasonic-assisted extraction of total flavonoids from Radix Ginseng by orthogonal test[J]. *Cereals & Oils*, 2019, 32(9): 81-84.

# Design of magnetic iron separation apparatus for experiments and its application in the determination of magnetic iron in iron ore

WANG Yin-fu

(Shenyang Geological Survey Center, Shenyang 110032, China)

**Abstract:** The determination of magnetic iron content is one of basic analysis items in iron ore prospecting. In the past, the magnetic iron is usually separated by manual magnetic separation method followed by determination. However, this method has some disadvantages, for example, the cleaning is incomplete or the water velocity is hardly controlled to cause loss of magnetic iron. Moreover, the specification of perma-

ment magnets used in different laboratories is not unified, which also cause the bad repeatability of determination results. The magnetic iron separation apparatus was self-designed in experiments, which was composed of three parts, i. e., frame, transmission and elution system. It not only improved the separation efficiency, but also realized the simultaneous operation of several samples by one person. The single factor and orthogonal experiments for magnetic iron separation conditions using this apparatus were investigated, and it was applied for the determination of magnetic iron content in iron ores. The results showed that the optimum conditions of this apparatus for the magnetic iron separation were as follows: the magnetic field intensity was 80Gs, the water velocity was 30 mL/min, the overturn speed was 70 r/min, and the elution time was 3 min. The content of magnetic iron in sample had little influence on the determination results. The proposed method was applied for the determination of magnetic iron content in certified reference material for composition analysis of phases in iron ores. The relative standard deviations (RSD,  $n=8$ ) of determination results were 0.80% and 1.0%. Two actual iron ore samples were determined according to the experimental method, and the found results were basically consistent with those obtained by standard method YS/T 1047-2015.

**Key words:** iron ore; magnetic iron; separation apparatus; titrimetry

---

## “测试分析”微信公众平台欢迎您的关注

《冶金分析》《物理测试》杂志官方微信“测试分析”公众共享平台欢迎广大分析测试领域相关人员的加入,您可以通过扫描二维码进行关注。

公众平台名称:测试分析

公众平台微信号:ceshifenxi

公众平台二维码:

