

## 钒钛磁铁矿铁钛物相联测分析方法

肖颖<sup>1</sup>, 管川<sup>2</sup>, 徐晓霞<sup>2</sup>

(1. 中国地质科学院矿产综合利用研究所, 中国地质调查局金属矿产资源综合利用技术研究中心四川 成都 610041; 2. 四川省地质矿产勘查开发局成都综合岩矿测试中心, 四川 成都 610084)

**摘要:** 针对传统的钒钛磁铁矿中铁物相、钛物相需要分别进行分析耗时较长, 成本高的特点, 本文采用MAC+H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>+H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>浸取, HBr+SnCl<sub>2</sub>及HCl+NaF水浴分离的方法对钒钛磁铁矿中铁、钛物相的同时测定, 并通过对甘肃北县红柳疙瘩井钛磁铁矿与白马矿区田家村钒钛磁铁矿两矿区铁、钛物相的测定结果与传统方法及MLA结果的比对, 发现本方法快速、有效。为选矿、冶金的综合回收利用提供参考, 并对钒钛磁铁矿的开发利用具有重要意义。

**关键词:** 钒钛磁铁矿; 物相分析; 铁; 钛

doi:10.3969/j.issn.1000-6532.2019.04.022

中图分类号: TD951 文献标志码: A 文章编号: 1000-6532 (2019) 04-0103-04

物相分析在地质找矿中的作用非常重要<sup>[1]</sup>, 近年来取得了许多新的研究进展<sup>[2-3]</sup>, 并有钒钛磁铁矿钒、钛、铁物相方法研究相关报道<sup>[3-14]</sup>, 而对钒钛磁铁矿中钛铁物相联测方法报道极少。传统钒钛磁铁矿物相分析方法是分别进行铁的物相分析和钛的物相分析, 或采用人工重砂的方法筛选出各类矿物, 手续繁琐, 耗时费力。而且根据钒钛磁铁矿中金红石、碳酸盐存在少, 主要以非金属矿物(硅酸盐、榴石), 金属矿物以硫化物、钛铁矿、磁铁矿形式存在这一成矿特点, 制定一种针对钒钛磁铁矿中铁、钛物相联测的分析方法成为必要。本文根据总结老一辈分析工作经验, 并结合MLA等先进设备提供的分析资料, 对钒钛磁铁矿中铁、钛物相的同时测定方法进行了一定的研究, 结果通过物相分析结果与MLA分析及选矿试验结果的比对, 发现本方法科学、简便、准确, 基本达到了地质科研及选矿冶金的技术要求。

### 1 试验部分

钒钛磁铁矿铁钛物相试验流程见图1:

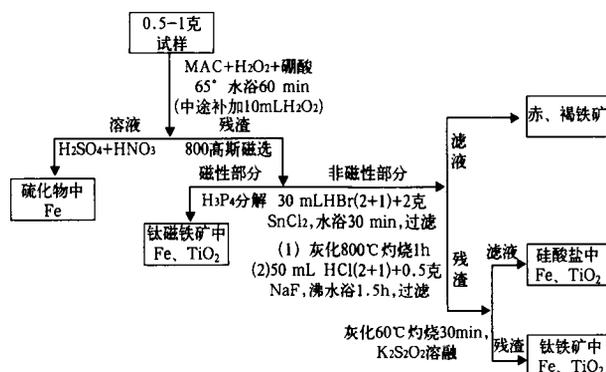


图1 钒钛磁铁矿铁钛物相分析流程

Fig. 1 flow chart of phase analysis of ferrum and titanium in vanadium titanium magnetite

#### 1.1 试剂

氯化亚锡, 氟化钠, HBr, 焦硫酸钾, 冰乙酸, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 硼酸, 硝酸, 盐酸, 硫酸, 磷酸等均为分析纯。并配制为所需浓度。

试验用水为蒸馏水。

#### 1.2 试验方法

##### 1.2.1 硫化物中 Fe 的测定:

称取 0.5000~1.0000 g 试样于 50 mL 烧杯中, 加入 10 mL 冰乙酸, 10 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>、5 mL 饱和硼酸, 于 650C 水浴 30 min (中途摇动 2 次), 再加入 10 mL

收稿日期: 2019-01-04; 改回日期: 2019-01-10

作者简介: 肖颖 (1991-), 女, 助理工程师, 主要从事岩石矿物分析和方法研究工作。

H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>，继续水浴 30 min。慢速滤纸过滤，滤液收集于 250 mL 烧杯中，热水洗涤烧杯及滤纸各 5 次，残渣冲洗于另一干净 250 mL 烧杯中，备下一步分相。滤液加入 5 mL HNO<sub>3</sub>，2 mL 硫酸 (1+1)，于电热板上蒸至冒 SO<sub>3</sub> 白烟 5~10 min，冷却后按重铬酸钾容量法测定硫化物中 Fe。

1.2.2 钛磁铁矿中 Fe、TiO<sub>2</sub> 的测定

将分离了硫化物后的残渣用套有玻璃管的 800-900 高斯的永久磁铁反复磁选，磁性矿物转至另一烧杯中，洗净磁性矿物。磁性矿物中加入 10 mL 磷酸，在电热板上加热分解，冷却。加入 50 mL 盐酸 (1+1) 煮沸，冷却，转入 100 mL 容量瓶中分别以重铬酸钾容量法测定 Fe、H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 光度法测定 TiO<sub>2</sub>。

1.2.3 赤、褐铁矿的测定：

向盛有非磁性矿物的烧杯中加入 30 mL HBr (2+1)、2 g SnCl<sub>2</sub>，置沸水浴上浸取 30 min，以中速滤纸过滤，残渣备测其它相。滤液以 HNO<sub>3</sub>+H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>+H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 加热冒烟处理，加盐酸 10 mL 按重铬酸钾容量法测定赤、褐铁矿的 Fe。

1.2.4 硅酸盐及榍石中 Fe、TiO<sub>2</sub> 的测定：

将分离了赤、褐铁矿后的残渣及滤纸置于 25 mL 瓷坩埚中，灰化并升温至 800℃ 灼烧 1 h，冷却，沉淀转入 250 mL 烧杯中，加 50 mL 盐酸 (2+1)，0.5 g NaF，水浴处理 1.5 h，加入 5 mL 饱和硼酸，过滤。滤液转入 100 mL 容量瓶，定容。分取溶液，用 ICP-AES 法分别测定硅酸盐中的 Fe、TiO<sub>2</sub>。

1.2.5 钛铁矿中的 Fe、TiO<sub>2</sub> 的测定：

将分离了硅酸盐的残渣置于原坩埚中，灰化，升温至 700℃，加入 3 g 焦硫酸钾熔融，取出，冷却，用硫酸 (6+94) 溶液 50 mL，加热浸取，转入 100 mL 容量瓶，分取溶液用 ICP-AES 法分别测定钛铁矿中 Fe、TiO<sub>2</sub>。

2 结果与讨论

2.1 现用铁、钛物相方法对比

传统铁钛物相流程图见图 2、3。

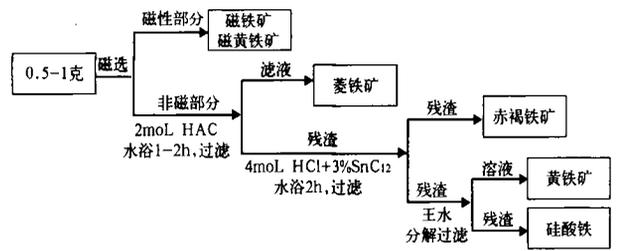


图 2 传统铁矿物相分析流程

Fig. 2 flow chart of traditional Ferrum phase analysis

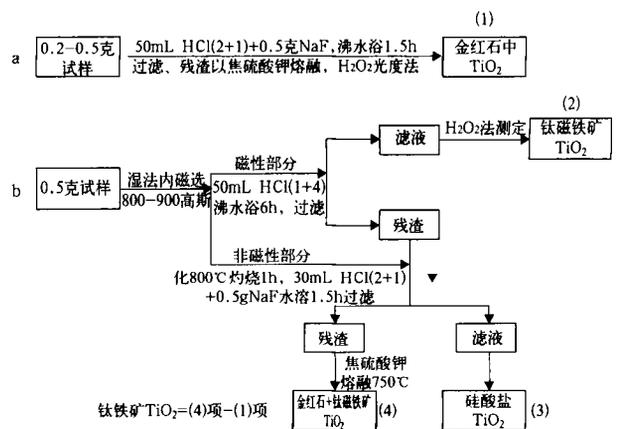


图 3 传统钛及钛铁矿物相分析流程

Fig. 3 flow chart of traditional ferrum and titanium phase analysis

采用传统物相分析方法和现行研究的物相分析方法，对甘肃肃北县钒钛磁铁矿及白马矿区田家村钒钛磁铁矿进行物相分析，结果见表 1-4。

2.1.1 甘肃肃北县红柳疙瘩井钛磁铁矿

表 2 原矿铁的化合物相分析结果 (TFe 15.28%)

Table 2 Chemical phase analysis results of ferrum

| 项目    | 钛磁铁矿中 Fe | 赤、褐铁矿中 Fe | 碳酸盐中 Fe | 钛铁矿中 Fe | 硫化物中 Fe | 硅酸盐中 Fe | TFe   |
|-------|----------|-----------|---------|---------|---------|---------|-------|
| 传统分析  | 2.75     | 2.35      | 0.29    | /       | 1.67    | 8.22    | 15.28 |
| 本方法分析 | 2.67     | 1.60      | /       | 1.47    | 1.41    | 8.13    | 15.28 |

表 2 原矿钛的化合物相分析结果 (TiO<sub>2</sub> 3.47%)

Table 2 Results of chemical phase analysis of titanium

| 项目    | 钛磁铁矿中 TiO <sub>2</sub> | 钛铁矿中 TiO <sub>2</sub> | 金红石中 TiO <sub>2</sub> | 硅酸盐中 TiO <sub>2</sub> | 总 TiO <sub>2</sub> |
|-------|------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|
| 传统分析  | 0.32                   | 2.05                  | 0.07                  | 1.03                  | 3.47               |
| 本方法分析 | 0.34                   | 2.06                  | /                     | 1.07                  | 3.47               |

2.1.2 白马矿区田家村钒钛磁铁矿

表3 铁物相分析结果 (TFe 13.48%)

Table 3 Results of iron phase analysis

| 项目    | 钛磁铁矿中 Fe | 赤、褐铁矿中 Fe | 硫酸盐中 Fe | 钛铁矿中 Fe | 硫化物中 Fe | 脉石等硅酸盐中 Fe | TFe   |
|-------|----------|-----------|---------|---------|---------|------------|-------|
| 传统分析  | 6.81     | 2.58      | 0.10    | /       | 0.13    | 3.86       | 13.48 |
| 本方法分析 | 6.19     | 1.31      | /       | 3.70    | 0.16    | 2.12       | 13.48 |

表4 钛物相分析结果 (TiO<sub>2</sub> 7.81%)

Table 4 Results of titanium phase analysis

| 项目    | 钛磁铁矿中 TiO <sub>2</sub> | 钛铁矿中 TiO <sub>2</sub> | 金红石中 TiO <sub>2</sub> | 硅酸盐中 TiO <sub>2</sub> | 总 TiO <sub>2</sub> |
|-------|------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|
| 传统分析  | 1.12                   | 4.61                  | 0.06                  | 2.02                  | 7.81               |
| 本方法分析 | 1.09                   | 4.69                  | /                     | 2.03                  | 7.81               |

2.2 方法分析结果与 MLA 分析结果对照

表5 MLA 分析结果

Table 5 MLA analysis results

| 甘肃肃北县红柳疙瘩井钒钛磁铁矿 |          | 白马田家村铁矿 |          |
|-----------------|----------|---------|----------|
| 矿物总类            | 重量百分比 /% | 矿物总类    | 重量百分比 /% |
| 绿泥石             | 2.9      | 钛磁铁矿    | 23.7     |
| 磷灰石             | 1.82     | 赤、褐铁矿   | 2.3      |
| 锆石              | 0.01     | 钛铁矿     | 5.2      |
| 石英              | 3.42     | 硫化物     | 1.2      |
| 长石              | 1.28     | 橄榄石     | 8.4      |
| 闪石              | 30.63    | 普通辉石    | 21.7     |
| 辉石              | 26.77    | 长石      | 28.1     |
| 橄榄石             | 20.94    | 闪石      | 1.7      |
| 黄铜矿             | 0.01     | 绿泥石     | 3.4      |
| 黄铁矿             | 0.69     | 蛇纹石     | 2        |
| 方解石             | 0.65     | 高岭土     | 2.1      |
| 磁铁矿             | 2.28     | 其它      | 0.2      |
| 钛铁矿             | 6.08     |         |          |
| 不明矿物            | 0.67     |         |          |

MLA 分析结果表明, 原矿中无金红石存在, 碳酸盐极少, 主要矿物为非金属矿物(硅酸盐、榴石), 金属矿物以硫化物、钛铁矿、磁铁矿形式存在, 与本方法化学物相分析吻合。

3 结 语

(1) 传统的铁矿物相分析方法并不能很好地

划分钒钛磁铁矿物质成分, 而新方法则很好地克服了这一弱点。

(2) 通过对甘肃肃北县红柳疙瘩井钒钛磁铁矿与白马矿区田家村钒钛磁铁矿两矿区铁、钛物相的测定结果与 MLA 结果的对比, 发现采用新方法测定铁、钛物相的结果与 MLA 分析结果基本吻合, 新方法可行、有效。

参考文献:

[1] 龚美菱. 相态分析与地质找矿 [M]. 北京: 地质出版社, 2007.80-90.

[2] 黄贵宝. 我国化学物相分析的进展 [J]. 分析化学, 1999, 27(12): 1454-1461.

[3] 龚美菱. 地质材料的化学物相分析 [J]. 岩矿测试, 1992, 11(1): 168-172.

[4] 岩石矿物分析编委会. 岩石矿物分析 (第四版第二分册) [M]. 北京: 地质出版社, 2011. 798-803.

[5] 赵德平, 阮鸿兴. 以金红石为主的钛矿石中钛的物相分析方法研究 [J]. 冶金分析, 2001, 21(2): 355.

[6] 郑民奇, 李邦民, 程秀花. 钛矿石物相的快速分析 [J]. 岩矿测试, 2010, 29(1): 61-63.

[7] 徐本平. 攀枝花钒钛炉渣中钒钛现行化学物相分析方法介绍 [J]. 冶金分析, 1995, 15(3): 39-41.

[8] 靳晓珠. 含钒碳质页岩中钒的物相分析 [J]. 分析试验室, 2000, 19(2): 50-52.

[9] 陈友善. 矿物及炉渣中钒钛物相分析概述 [J]. 分析试验室, 1986, 5(12): 46-49.

[10] 黄宝贵. 铁矿石化学物相分析中硅酸铁的分离测定方法述评 [J]. 岩矿测试, 2010, 29(2): 169-174.

[11] 郭茂生, 唐肖玫. 铁矿石物相分析标准物质的研制 [J]. 岩矿测试, 1996, 15(4): 311-318.

[12] 龚美菱. 化学物相分析法测定菱铁矿的单矿物化学组成 [J]. 岩矿测试, 1989, 8(1): 8-13.

[13] 赵亚娟. 浅谈铁矿石的物相分析. 科技资讯, 2011(17).

[14] 王立平. 承德钒钛磁铁矿钒和钛物相的联测分析方法 [J]. 岩矿测试, 2013, 32(1): 84-89.

(下转 78 页)

矿,1993(10): 47-56.

[4] 廖钦恒. 闪速浮选工艺在甘肃某金矿选矿厂的应用 [J]. 黄金科学技术,2016,24,(12): 108-111.

[5] 李长根, 刘永强. 旋流闪速浮选法的研究—— I . 旋流

闪速的可行性研究 [J]. 有色金属,2000,52,(1): 22-31.

[6] 李飞, 陈自强. 青海高原地区某金矿闪速浮选可行性研究 [J]. 黄金科学技术,2017,25,(5): 80-84.

## Study on a New High Efficiency Flotation Process for a Microgranular Altered Rock Gold Mine

Ming Pingtian, Li Fei

(Qinghai 6th Institute of Geology and Mineral Exploration, Qinghai Engineering Research Center for Gold Mineral Resource Development, Dulan, Qinghai, China)

**Abstract:** In view of low grading efficiency of the hydrohydrocyclone, high specific gravity of gold and metallic minerals in hydrohydrocyclone underflow, it's easy to beneficiation in the underflow of a hydrohydrocyclone, and cause the target minerals that is already monomer separation to circulate and over crushing in the grinding circuit, which is the main factor that affects the flotation recovery of gold ore difficult to be effectively improved .In order to improve the recovery rate of this gold ore, the grinding process investigation and flash flotation test of the underflow of a hydrohydrocyclone underflow flash were carried out. the size composition, enrichment of main elements of each grain level and the dissociation degree of monomer dissociation in hydrohydrocyclone's underflow were investigated, the technological conditions of the hydrohydrocyclone's underflow flash flotation and the reagent system were determined . Increase flash flotation at the hydrohydrocyclone's underflow, 23.64 g/t of gold concentrate and 44.36% of gold recovery can be obtained. The test can prove that flash flotation can reduce the the cycle of gold in grinding circuit and improve the recovery rate of gold.

**Keywords:** Gold ore; Grinding and classification; Hydrocyclone underflow; Overcommminute; Flash flotation

////////////////////////////////////  
(上接 105 页)

## Determiration Method of Iron and Titanium Phases for Vanadium Titanium Magnetite

Xiao Ying<sup>1</sup>, Guan Chuan<sup>2</sup>, Xu Xiaoxia<sup>2</sup>

(1.Utilization of Mineral Resources Institute, Chinese Academy of Geological Sciences, Research Center of Multipurpose Utilization of Metal Mineral Resources of China Geological Survey, Chengdu, Sichuan, China;  
2. Burean of Geology and Mineral Exploration and Development of Sichuan Province, Rock Ore Testing Center of Chengdu, Chengdu, Sichuan, China)

**Abstract:** The analysis of iron phase and titanium phase in traditional vanadium titanium magnetite is time-consuming and costly. In this paper, MAC+H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>+H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> leaching, HBr+SnCl<sub>2</sub> and HCl+NaF water bath separation were used to determine the phase of iron and titanium in vanadium titanomagnetite at the same time. By comparing the determination results of iron and titanium phases of Gansu subei county hongliu pimple well titanium magnetite and Baima mine tianjiacun vanadium titanium magnetite two mining area with those of traditional methods and MLA results, it is found that this method is rapid and effective. It is of great significance to the development and utilization of vanadium titanium magnetite.

**Keywords:** Vanadium titanium magnetite; Phase analysis; Iron; Titanium