反浮选一冷结晶法生产氯化钾相图分析

保英莲

(青海大学化工学院盐湖系,青海 西宁 810016)

摘 要: 察尔汗盐湖是我国最大的可溶性钾镁盐矿床,以相图理论为依据,介绍了反浮选一冷结晶法从含钠 光卤石制取氯化钾的相图分析。

关键词: 察尔汗盐湖: 含钠光卤石; 氯化钾; 反浮选一冷结晶; 相图分析 中图分类号: TO443.4 文献标识码: A 文章编号: 1008-858X(2006)03-0039-04

0 前 言

察尔汗盐湖是我国目前最大的钾资源地和 钾肥生产基地,氯化钾储量约占全国的 97%。 盐湖卤水属于液体氯化物矿产资源,其结晶路 线符合 Na^+ 、 K^+ 、 $Mg^{2+}//CI^-$ H₂O 四元水盐体 系相图的基本规律, 析盐过程产生含钠光卤石, 讲一步对其加丁可制得氯化钾。

以往国内利用盐湖含钠光卤石制取氯化钾 的工艺技术路线主要为冷分解一正浮选法.但 该工艺得到的氯化钾产品存在含量较低、粒径 小、不容易干燥等缺点。而现在察尔汗盐湖氯 化钾的生产主要是以含钠光卤石为原料,采用 较先进工艺,即反浮选一冷结晶法制取氯化钾, 该工艺得到的氯化钾产品不仅具有质量高、粒 径大,而且水分低、容易干燥、产品市场竞争能 力强等优点。其主要原理是先用反浮选法分离 含钠光卤石中的氯化钠,得到低钠光卤石,然后 制取氯化钾产品。因此,本文拟就运用相图知 识对反浮选 一冷结晶法生产氯化钾的过程进行 分析. 以便对提高氯化钾的产量及质量起指导 作用。

相图分析 1

察尔汗盐湖晶间卤水滩晒所得光卤石为原 料,其主要组成见表1。

表1 盐田光卤石的主要组份含量

	Table 1 Co	ntents of major compor	nents in the camallite	from salt pans	
成份	KCl	MgCl ₂	NaCl	H ₂ O	总干盐
含量/ %	14. 69	26.11	26.92	32 28	67. 72
g/100g 干盐	21.69	38.56	39.75	47.67	100.00

1.1 相图分析及讨论

由含钠光卤石的组成可知、它属于 Na^+ 、 $K^+ Mg^{2+} / Cl^- - H_2O$ 四元水盐体系相图, 在 Na⁺、K⁺、Mg²⁺//Cl⁻-H2O 四元水盐体系25 °C 相图上,含钠光卤石系统点光标为 $M(M_0)$ 点, 整个相图分析过程分为两个方面: ①用反浮选 的方法由含钠光卤石制取低钠光卤石相图分 析:②用冷结晶法由低钠光卤石制取氯化钾的 相图分析。

收稿日期: 2006-02-20; 修回日期: 2006-03-16

作者简介:保英莲(1966-),女,汉,青海省人,讲师,从事盐化工工艺、化工分离方面的教学工作. (C)1994-2021 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnl 1.1.1 用反浮选的方法由含钠光卤石制取低 钠光卤石相图分析(见图1),可分为4 个阶段

第1阶段,对含钠光卤石点 $M(M_0)$ 加入饱 和母液按一定比例进行调浆。在干基图上,固 相点 H 不变,液相点 F 也不变,系统点从点 M 运行到点 N,此时,从相图可知,系统点 N 点是 由少量含钠光卤石 H 固相与大量的共饱液 F 所组成。在水图上,固相点 H[']不变,液相点 F['] 也不变,系统点从 M_0 点运行到点 N[']。

第2阶段,对含钠光卤石 H(H') 进行反浮 选。经过第1阶段调浆得到少量含钠光卤石 H(H') 固相与大量的与之对应共饱液 F(F'),我 们的目的是得到低钠光卤石,而最终制得氯化 钾。为达到此目的,使用反浮选手段可以解决 此问题。浮选介质可以是第1阶段母液,脂肪 酰胺或十二烷基吗啉等捕收剂,经过反浮选,固 相含钠光卤石 H(H')则变为低钠光卤石点 O(O') 及尾盐泡沫点 P(P'),O(O') 点和 P(P') 点 可根据浮选机的浮选效率予以确定。

第 3 阶段, 低钠光卤石点 O(O') 及尾盐泡 沫点 P(P') 的分离。根据浮选机反浮选的工作 原理及特性可知, 低钠光卤石浆料点 Q(Q') 是 由低钠光卤石点 O(O') 和相对应的共饱液 F (F')组成。在干基图上依据低钠光卤石浆料中 的共饱液 F 的干盐量及低钠光卤石点 O 的量 可以确定低钠光卤石浆料点 Q, 连接 QN 且其 延长线与 FP 线的交点即为泡沫尾盐点 I, 其中 N 为系统点。在水图中连接 O'F', 从干基图中 Q 点向水图作垂线与 O'F'交点就是低钠光卤石 浆料点 Q', 连接 Q'N' 且其 延长线与 F'P'线交 点, 即为泡沫尾盐点 I', 其中 N'为系统点, 在浮 选机 中 由 刮板 刮出的 料 即为泡沫尾盐点 P (P'), 而由槽底流出的 料 即为低钠光卤石浆料 点 Q(Q')。此阶段为第 1 分离过程。

第4阶段,将低钠光卤石浆料点Q(Q')中的固相低钠光卤石点O(O')和与其相对应的共 饱液 F(F')进行分离。寻求一种固液分离设备 如转筒真空过滤机,使其对低钠光卤石浆料点 Q(Q')进行固液分离。理论上固液分离后,固 相为低钠光卤石点O(O'),液相为它的共饱液 F(F'),但分离设备的效率达不到 100%,因此, 根据分离设备的效率可在相图上找到低钠光卤 石浆料点 Q(Q') 分离后的固相点 S(S')和与之 对应的共饱液 F(F'),其中 Q(Q') 为系统点。此 阶段为第2 次分离过程,分析结果见表 2。



图 1 反浮选法由含钠光卤石制取低钠光卤石的 Na⁺、K⁺、Mg²⁺//Cl⁻− H₂O(25 [℃])四元水盐体系相图 **Fig** 1 Phase diagram of the Na⁺, K⁺, Mg²⁺//Cl⁻ − H₂O(25 [℃]) quartemary system for production of low sodium carnallite by reverse flotation

1.1.2 用冷结晶法由低钠光卤石制取氯化钾的相图分析(见图2),可分为4 个阶段。

由工艺流程可知, 是在结晶器当中对湿物 料 S(S[']) 加水完全分解之后, 且对固相物(KCl+ N aCl) 加水(恰好使固相物当中的 NaCl 溶尽)进 行洗涤得到 KCl。

第 1 阶段, 当对低钠光卤石 S(S') 一湿物料 加水进行完全分解时, 在干基图当中, 系统点为 S 点不变, 固相点由 O 点运行到 T 点, 液相点由 F 运行到 E 点; 在水图当中, 系统点由 S'点运行 到 S'_1 点, 固相点 O'点运行到 T'点, 液相点由 F'运行到 点 E'。本阶 段终了时, 液相为分解母 液, 固相为低钠光卤石。

	表2	用反浮选的方法由含钠光卤石制取低钠光卤石相图分析(25 °C)
Table 2	Phase diagram analys	is of production of low sodium camallite from sodium containing carnallite (at $25^\circ\!\!\!\! \bigcirc$) by reverse flotation

阶段		第1阶段	第2阶段	第3阶段	第4阶段
ì	过程情况	调浆	浮选	浮选分离	真空过滤
	系统	M→N	Ν	Ν	Q
Ŧ	液相	F	F	I(F+P)	F
Ħ				泡沫尾盐	高镁母液
至		Н	$H \rightarrow O + P$	Q(F+O)	$0 \rightarrow S(F+0)$
冬	固相	H 为含钠光卤石	O 为低钠光卤石 P 为泡沫尾盐	低钠光卤石浆料	S 为滤饼
	系统	$M_0 \rightarrow N'$	N [′]	N′	Q'
-r	液相	\mathbf{F}'	\mathbf{F}'	I'(F'+P')	\mathbf{F}'
小				泡沫尾盐	高镁母液
म्र		H'	$H' \rightarrow O' + P'$	$\mathbf{Q}'(\mathbf{F}' \pm \mathbf{O}')$	$0' \rightarrow S'(F' + O')$
1 I I I	固相	H'为含钠光卤石	O'为低钠光卤石 P' 为泡沫尾盐	低钠光卤石桨料	S' 为滤饼



图 2 由低钠光卤石制取氯化钾的 Na⁺、K⁺、Mg²⁺ // Cl⁻-H₂O(25[°]C) 四元水盐体系相图 **Fig** 2 Phase diagram of the Na⁺, K⁺, Mg²⁺// Cl⁻

 $-H_2O(25 \degree C)$ quartemary system for production of KCl

第2阶段,当对系统继续加水时,在干基图 中,系统点还为S点不变,固相点由T运行到 (C)1994-2021 China Academic Journal Electro T₁,液相在 E 点保持不变;在水图当中,系统点 由 S[']₁ 运行到 S[']₂,固相点由 T[']运行到 T[']₁,液相 点在 E[']点保持不变。本阶段终了时,液相为分 解母液 E(E[']),固相为钾石盐 T₁(T[']₁)。

第 3 阶段, 由相图可知, 钾石盐 T₁(T[']1) 中 含有一部分的氯化钠, 要想得到高纯度的氯化 钾, 必需在钾石盐T₁(T[']1) 中加水洗涤部分的氯 化钠, 所以对系统继续加水时, 在干基图中, 系 统仍为 S 点不变, 固相点由 T₁ 运行到 B 点, 液 相点由 E 点运行到 U 点; 在水图当中, 系统点 由 S[']2 点运行到 S[']3 点, 固相点由 T[']1 点运行到 B[']点, 液相点由 E[']点运行到 U[']点。本阶段终了 时, 液相为分解洗涤母液 U(U[']), 固相为纯氯化 钾。

第 4 阶段, 由流程知, 对上一步第 3 阶段终 了时的产物 S 和 S[']₃ 进行固液分离所用的设备 为离心机。但固液分离设备的分离效果往往不 能达到 100%, 所以氯化钾产品中 含有一定的 分解洗涤母液, 因此, 根据分离设备的效率可在 相图上找到洗涤浆料点 S(S[']) 分离后的固相精 钾点 V(V[']) 和与之对应的共饱液 U(U[']), 其中 S (S[']) 为系统点。此阶段为第 3 次分离过程, 使 得精钾点 V(V[']) 和与之对应的共饱液 U(U[']) 予 以分离, 分离得到的精钾点 V(V[']), 分析结果见 表 3。

自相点由 T 运行到 KCl B(B') 与其对应的共饱液 U (U') 所组、 ademic Journal Electronic KCl B(B') 与其对应的共饱液 U (U') 所组、

第14卷

成的,由于相图是 $25 \ ^{\mathbb{C}}$ 时的相图,而干燥过 比车程的温度很高,加之干燥过程的相图分析过程 过利

比较简单,所以省略了对干燥阶段的相图分析 过程。

		I able 3 Phase diagram and	lysis of production of KCI	from low sodium carnallite	at 25 C
	阶段	第1阶段	第2阶段	第3阶段	第4阶段
	过程情况	加水分解	离心分离	洗涤	离心分离
	系统	S	S	S	S
Ŧ	液相	F→E	Ε	E→U	U
基			高镁母液	泡沫尾盐	精钾母液
图	固相	0→T	$T \rightarrow T_1$	$T_1 \rightarrow B$	B→V
티		T 为低钠光卤石	T ₁ 为钾石盐	B 为纯钾	V 为为精钾
	系统	$S' \rightarrow S'_1$	$S'_1 \rightarrow S'_2$	$S'_2 \rightarrow S'_3$	S′ 3
水	液相	$\mathbf{F}' \rightarrow \mathbf{E}'$	\mathbf{E}'	$E' \rightarrow U'$	\mathbf{U}'
			高镁母液	泡沫尾盐	精钾母液
冬	固相	$0' \rightarrow T'$	$T' \rightarrow T'_{1}$	$T'_1 \rightarrow B'$	$B' \rightarrow V'$
		T'为低钠光卤石	T_1 为钾石盐	B [′] 为纯钾	V'为精钾

表 3 由低钠光卤石制取氯化钾的相图分析(25℃)

Table 3 Phase diagram analysis of production of KCl from low sodium carnallite at 25°C

2 结 语

本文是以含钠光卤石为原料,利用反浮选 法生产氯化钾进行相图分析。从图1可以清楚 地看出,为了提高半成品低钠光卤石中光卤石 的含量,降低其中的氯化钠含量,在实际生产 中,应选用优质高效的浮选药剂,除此之外,从 图2可以清楚地看出,为了提高成品氯化钾的 质量和收率应该注意如下事项:第1,在对半成 品低钠光卤石加水恰好进行完全分解结晶和洗 涤其中的氯化钠时,加水量的控制值;第2,进 行液固相的分离时,应选用分离效率较高的分 离设备;第3,应该加入定量组成的循环母液对 其控速分解和控速结晶。

参考文献:

- [1] 王宝才. 反浮选法纯制光卤石矿的研究[J]. 海湖盐与化 工, 2000, (2): 26-71.
- [2] 汪贵元.反浮选一冷结晶生产氯化钾工艺控制的探讨 [J].海湖盐与化工,2002,(3):27-29.
- [3] 李建国. 由含钠光卤石生产氯化钾的相图分析[J]. 海湖 盐与化工, 2002, (3): 14-17.
- [4] 钱晓杨,马国华,等.反浮选一冷结晶法生产氯化钾的几
 个工艺问题[J].化肥设计,1999,(5):51-55.

Phase Diagram Analysis of the Process for Production of KCl by Reverse Flotation and Cold Crystallization

BAO Ying-lian

(Salt Lake Department of College of Chemical Engineering, Xining 810016, China)

Abstract: Chaerhan Salt Lake is the largest soluble potassium and magnesium salt deposit in China. The production of potassium chloride from sodium-containing carnallite from the salt lake by reverse flotation and cold crystallization was discussed by means of phase diagram analysis aiming at improving the yield and quality. **Key words**: Chaerhan Salt Lake; Sodium-containing carnallite; Reverse flotation and cold crystallization; Phase

42