



用冷分解—热溶结晶法由察尔汉盐湖 盐田光卤石制取 KCl 小试验报告

本所四室 二 组

李纪泽 刘九德 刘子琴 高颀卿 邢育访 王芝兰

一、前 言

一九五八年,青海省察尔汉盐湖建立了察尔汉钾肥厂。其生产工艺是采用冷分解—洗涤法加工光卤石矿生产氯化钾^[1]。但由于该法氯化钾收率低,一九六〇年后,曾试用全溶法加工光卤石制取氯化钾未获成功^[2]。一九六八年改用浮选法进行加工^[3],目前生产能力已达2万吨/年。可是浮选法所得KCl产品结晶细小,质量较低,易结块,不利于贮存,运输和使用。

一九三〇年资本主义国家利用死海卤水制得光卤石,用于冷分解——洗涤法建成氯化钾厂。一九五九年后改用冷分解——浮选法工艺,其生产能力达20万吨/年。此后美国大盐湖亦曾用该法生产。后因国际市场对氯化钾产品质量和性能要求提高,一九六四年死海地区有关企业改用冷分解——热溶结晶法(下简称热法)加工光卤石制取氯化钾。目前生产能力已达120万吨/年^[4]。因此,为了与浮选法作比较,我们进行了热法试验。

本工艺路线及原则流程系根据 Na^+ 、 K^+ 、 $\text{Mg}^{2+} // \text{Cl}^- - \text{H}_2\text{O}$ 体系进行计算、比较

而制定的。其主要过程为:原矿(光卤石)用循环母液(即精钾母液,下同)和冷水(25°C)冷分解得粗钾(即 $\text{KCl} + \text{NaCl}$ 的混合物,再热溶(90°C)以除去粗钾中的氯化物,进入热溶出液中的氯化钾,经冷却结晶(25°C)得产品氯化钾。

试验结果表明:产品氯化钾总收率为71.8%*,未经洗涤的干基产品含氯化钾为96.5%,经少量水洗涤后,氯化钾干基含量达99%。

二、计算部分

加工原料为一九七六年元月采自察尔汉盐田的光卤石。其组成(重量%)为: KCl 18.35, NaCl 15.41, MgCl_2 29.27, MgSO_4 0.24, CaSO_4 0.61, 水不溶物 0.11, H_2O 36.01。根据 Na^+ 、 K^+ 、 $\text{Mg}^{2+} // \text{Cl}^- - \text{H}_2\text{O}$ 体系的数据^[6]计算表明:采用冷分解——热溶结晶法具有:产品氯化钾纯度高,结晶良好,耗热低和料浆液固比低,有利于提高设备的利用率等优点,其缺点是流程

* 已扣去试验过程的机械损失。

比较复杂，设备腐蚀较严重并消耗部分热量等。

现就图 1 说明加工路线的作图法：

连原矿点 A 与共饱点 E_{25} ，延线与 KCl-NaCl 边交于 B_1 ，则 B_1 为原矿加水分解所得粗钾固相点， E_{25} 为冷分解液相组成点。设固相 B_1 夹带 E_{25} 为 10%，则湿粗钾的组成点为 B_1' ，连结 B_1' 与 NaCl 角，并延长后，与 100℃

下的 NaCl、KCl 共饱线交于 C（热溶出液）。连结 C 与 KCl 角，延线交于 25℃ 下的 NaCl、KCl 共饱线于 D（冷却结晶母液），则得固相 KCl 和溶液 D，D 的量很大，其中 KCl 含量较高，需循环利用于热溶粗钾和冷分解原矿，以提高 KCl 的总收率。用物料平衡方程经试差法计算表明，要使各物料达到平衡，各物料的化学组成应为表 1 中所列数据。

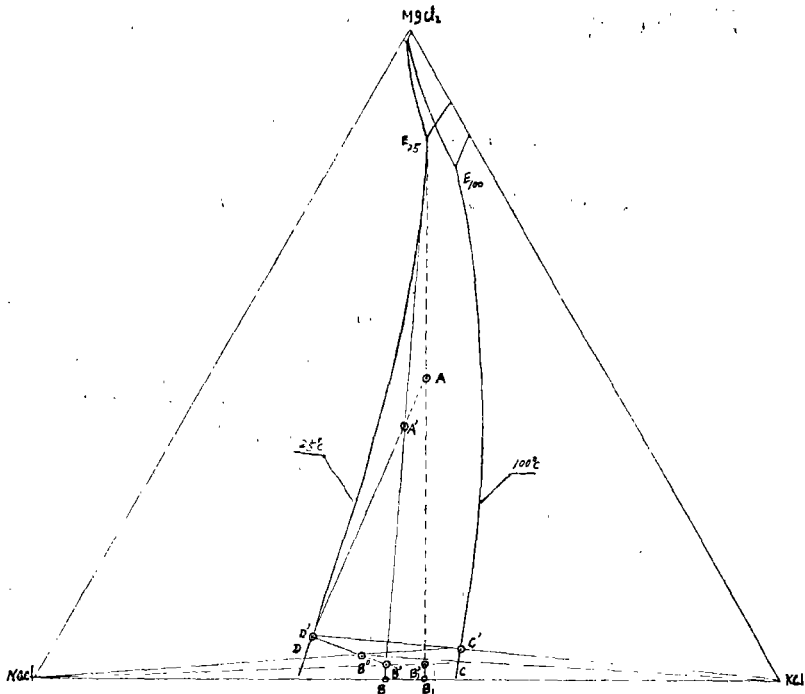


图 1 $\text{Na}^+ \cdot \text{K}^+ \cdot \text{Mg}^{++} // \text{Cl}^- \cdot \text{H}_2\text{O}$ 体系 (100, 25℃) 相图

表 1 由图 1 计算有关物料组成表

物料名称	化 学 组 成 (重%)				相图点名称
	KCl	NaCl	MgCl_2	H_2O	
原矿光卤石	18.35	15.41	29.27	36.01	A
干粗钾	47.0	53.0	—	—	B
湿粗钾	43.03 (45.91)	48.34 (51.57)	2.35 (2.52)	6.27	B
热溶出液	20.66 (54.30)	15.32 (40.26)	2.07 (5.44)	61.95 (162.8)	C
精钾母液	10.28 (33.31)	18.20 (58.95)	2.38 (7.12)	69.14 (224.04)	D

注：1. 本表所列数据为原矿在 25℃ 冷分解，粗钾 100℃ 热溶出液 25℃ 冷却结晶的数据。
2. 表中项括号内数据为图中干盐点数据。
3. H_2O 项括号内数字为每 100 克干盐中含水的克数。

实验采用的流程是：原矿A加入适量的精钾母液(D')，得复体A'，再加适量的水，经分解后得湿粗钾B'，分离去母液后，加适量母液D'得复体B''，加水升温至100℃使全部KCl和少量MgCl₂全部进入液相，分离去固相NaCl后的热溶出液C'，经冷却并

去水得KCl产品和母液D'，母液D'循环使用，即可获闭路流程。

过程中每阶段的物料分配，加水量，去水量和加母液量等可按图1进行计算。这样，就得出图2的热溶法加工光卤石制取氯化钾的原则流程和物料平衡图。

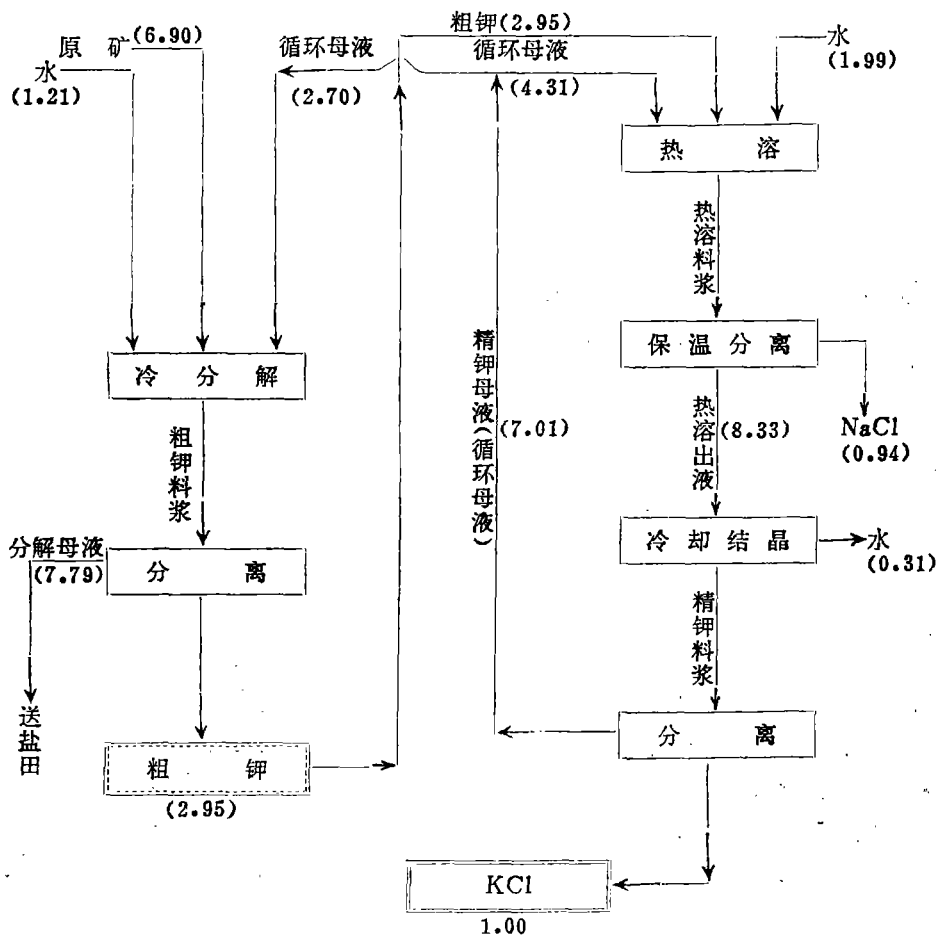


图2 冷分解——热溶结晶法自盐田光卤石矿制取KCl工艺流程和物料平衡(计算值图)

三、试验部分

(一)仪器、设备和操作方法

1.冷分解：装定量的原矿、水和循环母液于三口瓶中，在选定的温度下，搅拌均匀，经沉降后离心分离。所用离心机的分离

因数为670~680，转鼓直径为230毫米，转速为2000~2300转/分钟。

2.热溶和固溶保温分离：将粗钾、循环母液和水加入三口烧瓶(图3)置于甘油浴中加热溶解后，经保温沉降的稠厚料浆放入保温离心机进行分离(图4)。离心机保温温度一般约高于热滤料浆5°~6℃。

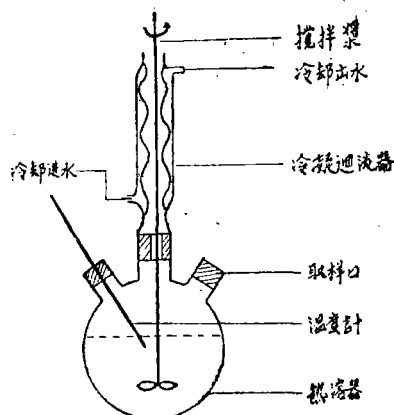


图3 热溶装置示意图

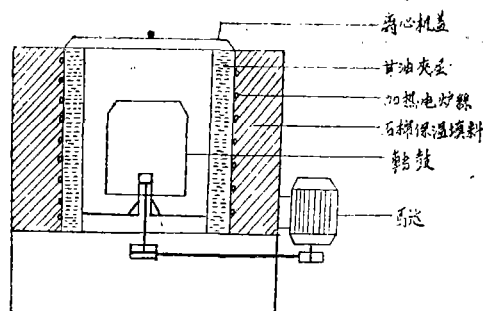


图4 保温离心机示意图

3. 冷却结晶：沉降所得热清液和热滤液，一并进入玻璃容器内，定量去水后，放入恒温水浴内进行搅拌平衡，然后进行沉降并将液固相抽滤分离。

4. 溶解度数据测定：用玻璃平衡管，在常压(西宁市气压约为 ~ 580 毫米汞柱)下，以合成复体法进行不同温度的KCl和NaCl共饱线上共饱点的测定。

5. 化学分析

K^+ ——四苯硼钾重量法；

$Ca^{*}Mg^{*}$ ——Na-E、D、T、A容量法；

Na^+ ——阴阳离子总量差减法；

Cl^- ——汞量法及银量法(后者用于溶解度数据的测定)。

SO_4^{2-} —— $BaSO_4$ 重量法；

水不溶物——重量法。

6. 物料的物理化学数据测定

原矿假比重——定容称重法；

原矿推角——直接测定；

原矿粒度——筛析法(干筛)；

料浆沉降速度——具塞量筒保温测定；

母液比重——比重计直接测定；

热溶液沸点测定——同热溶法所用仪器；

母液(比)粘度测定——恩格勒粘度计测定。

(二) 条件试验

条件试验的目的在于找出各工序的适宜工艺条件，为循环试验确定技术依据。试验的内容包括：有关KCl和NaCl共饱线上的溶解度数据的测定，原矿冷分解条件，粗钾热溶条件，热溶出液冷却结晶KCl的条件以及KCl、NaCl的洗涤。

1. 溶解度数据的测定

用 Na^+ 、 K^+ 、 $Mg^{*} // Cl^-$ 体系的数据进行计算，与含有 $CaSO_4$ 杂质的加工原料作对比试验，同时补充 $80^{\circ}C$ 所需的数据。因此在 $CaSO_4$ 饱和及 $MgCl_2$ 不同浓度条件下，测定了相应的15、25、40、80和 $90^{\circ}C$ 下的KCl和NaCl共饱点数据。其结果列于表2，绘于图5。

由表2、图5可见，40、 $90^{\circ}C$ 所测数据，KCl含量均较纯体系低，即：1、2、3、4点均向NaCl结晶区偏移。而 $25^{\circ}C$ 数据则向KCl结晶区偏移。但相应的共饱点基本上均在同一结晶线上。这些差异，除分析方法与纯体系数据的测定所采用的方法不同有关外，很可能是 $CaSO_4$ 的存在所致。

试验过程中的有关计算，除 $80^{\circ}C$ 用实测的结果外，其余均采用纯体系的数据。

表 2 在 CaSO₄ 饱和下溶解度数据测定结果

相图 5 上 标号	平衡 时间 (分)	平衡 温度 (℃)	液					相				固	相
			重量百分组成(%)					克重/100克干盐					
			KCl	NaCl	CaSO ₄	MgCl ₂	H ₂ O	KCl	NaCl	MgCl ₂	H ₂ O		
1	240	15	9.32	20.17	0.54	0.92	69.05	30.65	66.33	3.02	228.1	*KCl + NaCl + CaSO ₄ ·nH ₂ O	
2	"	"	9.02	19.16	0.54	2.09	69.19	29.80	63.30	6.90	230.9		"
3	"	"	8.74	17.74	0.54	3.48	69.50	29.17	59.21	11.62	232.0		"
4	"	"	8.40	16.74	0.52	4.57	69.77	28.27	56.34	15.38	234.8		"
1	"	40	13.13	18.87	0.52	0.90	66.58	39.91	57.36	2.73	204.3		"
2	"	"	12.74	17.72	0.47	2.04	67.03	39.20	54.52	6.28	206.3		"
3	"	"	12.29	16.53	0.48	3.40	67.30	38.14	51.31	10.55	208.9		"
4	"	"	11.96	15.58	0.51	4.43	67.52	37.41	48.73	13.86	209.4		"
1	"	80	19.04	14.85	0.37	0.75	65.32	52.20	45.50	2.30	188.4		"
2	"	"	18.67	16.00	0.41	1.91	65.01	51.05	43.73	5.22	188.0		"
3	"	"	17.99	15.10	0.41	3.19	65.31	49.59	41.62	8.79	190.5		"
4	"	"	17.64	14.39	0.42	4.19	65.36	48.70	39.73	11.57	191.0		"
1	720	25	10.90	19.26	0.55	0.95	68.34	35.04	61.91	3.05	219.6		"
2	"	"	10.50	18.10	0.52	3.20	68.68	34.09	58.77	7.14	223.0		"
3	"	"	10.09	16.79	0.53	3.63	68.96	33.07	55.03	11.90	226.0		"
4	"	"	9.86	15.94	0.48	4.52	69.20	32.52	52.57	14.91	228.2		"
1	240	30	19.90	16.66	0.42	0.80	62.22	53.27	44.59	2.14	166.5		"
2	"	"	19.46	15.88	0.43	1.90	62.33	52.26	42.64	5.10	167.3		"
3	"	"	18.76	14.82	0.44	3.25	62.73	50.94	40.24	8.82	170.3		"
4	"	"	18.25	14.45	0.45	4.04	62.81	50.24	38.89	10.87	171.1		"

* 固相未行鉴定，表中的三个固相，在配料计算时多加计算量的 20%。因此，三个固相中 CaSO₄·nH₂O 的 n 值将随平衡温度改变。

2. 原矿冷分解条件试验

冷分解试验的目的在于：通过冷分解制得下一步工序(热溶)所需的粗钾。原矿加循环母液和水进行冷分解，其 KCl 收率和所得粗钾质量，如在前面“计算部分”所指出的那样，将对工艺过程的 KCl 收率和物料平衡产生重要的影响。影响的主要因素有：循环母液用量，补加水量，分解平衡时间，温度等。

本试验是在相图计算和参考前人工作的基础上进行的。

试验的结果列于表 3 和表 4。

由表 3、4 可见。

1) KCl 收率和水量、温度的关系，在

加计算量的循环母液的情况下，水量增高，KCl 收率下降，温度降低，KCl 收率增高。

2) 粗钾质量：在本实验确定的条件下，如 25℃ 时总水量变化量(100~120%)对粗钾质量影响不大(KCl 含量在 47.3~47.6%)，单用循环母液分解，干基 KCl 质量低(45%)，单用水分解，干基 KCl 质量高(达 50%)。

3) 分解速度：在同一温度下，增大补加水量或升高温度，都加快分解速度，一般 10~15 分钟，即可达 97% 以上(100% 水量)，25 分钟的平衡度即可达 99%，补加水量用内插法估计为 105% 的计算加水量，30 分钟，平衡度完全可达 99% 以上。

4) 液相组成：实验所得结果与计算值相

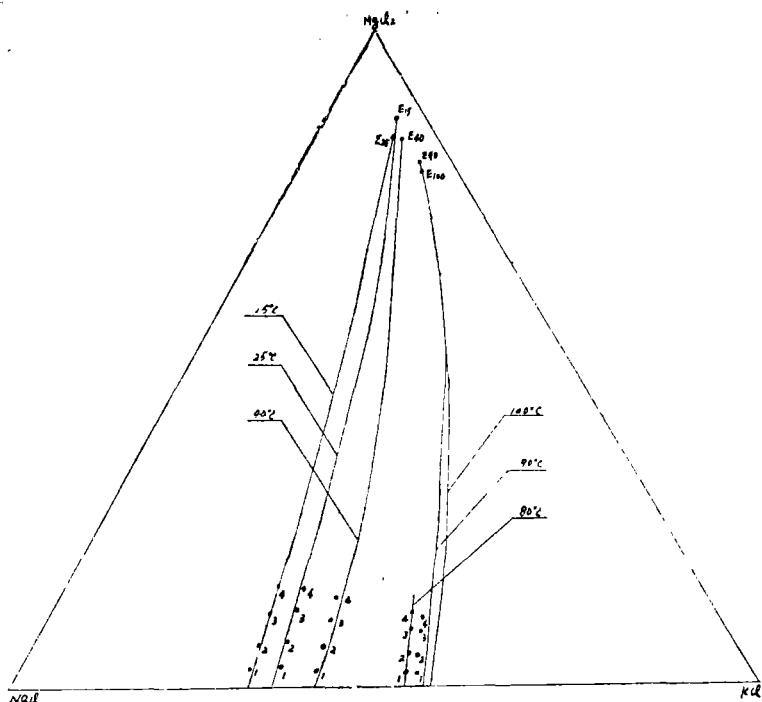


图5 $\text{Na}^+,\text{K}^+,\text{Mg}^{2+} \parallel \text{Cl}^- - \text{H}_2\text{O}$ 体系多湿图(与测得结果对比)

近。

综上所述,原矿的冷分解,应考虑KCl收率,粗钾质量,分解速度和操作的难易程度等因素。在循环试验中所得适宜条件应为:冷分解温度为25℃;分解时间为30分钟;沉降时间为15~20分钟;总水量为计算加水量的105%;加循环母液为计算量的100%。

3.粗钾热溶条件试验

由原矿所得的粗钾(干基KCl含量47%),进行热溶,使KCl转入液相。用计算量的循环母液和补加水热溶粗钾。过程中KCl的溶出率,溶出速度,以及不同温度下的热溶出液组成等的变化,均对冷却结晶KCl的技术指标产生直接的影响。

鉴于建厂地区沸点低的实际情况,热溶的温度采用90℃为上限,过高,将产生沸腾现象。为了尽量扩大热溶与冷却结晶的温度差,确定80℃为其温度下限,进行温度条件试验。采用计算的加水量。在此条件下对粗

钾中KCl的溶出速度、溶出率、热溶出液组成,进行了试验。

试验结果列于表5。

表5指出:

(1)热溶出液组成:试验结果与90℃时的相图计算组成相近。

(2)溶解速度:按计算量加水和循环母液,平衡时间为15~60分钟,KCl在液相中的含量均接近计算值,只是随着时间的增长,液相中KCl含量,稍有降低。

(3)KCl溶出率:在本试验条件下,时间在20分钟以上,变化不大,90℃温度下,溶出率可达97%以上。80℃时的溶出率比90℃时约高1%,但热溶出液的数量,80℃比90℃时多出约18%。

(4)液固比约为10。

(5)液固分离性能:NaCl滤饼的母液夹带率为6~8%。值得注意的是,以 MgCl_2 计的母液夹带率,结果异常高(高达20~

冷分解温度、水量、母液对粗钾质量和收率的影响

表 3

温 度 (℃)	加母 液量 环量 (克)	补 加水 量 (克)	总当量 水于的 量计(%) (算相水)	湿			粗				干			粗		钾		收效 (%)	
				重 (克)	吸附母 液率 (%)	化 合 物 组 成 (重%)				重 (克)	化 合 物 组 成 (重%)				分 解	实 际			
						KCl	NaCl	MgCl ₂	CaSO ₄		H ₂ O	水不 溶物	KCl	NaCl			CaSO ₄	水不 溶物	
25	391	176.0	100	509	23.1	37.20	40.20	5.93	1.14	15.36	0.17	391.5	47.4	51.9	1.4	0.2	101.0	78.8	
"	"	220.7	110	480	19.8	38.72	41.00	4.87	1.08	14.17	0.16	385.2	47.3	50.7	1.4	0.2	98.3	77.1	
"	"	265.3	120	451	18.2	39.63	41.84	4.26	1.12	13.00	0.16	368.8	47.6	50.6	1.4	0.2	95.6	73.5	
"	0	421.0	100	367	20.0	40.88	38.19	5.21	1.10	14.37	0.25	292.2	50.4	47.6	1.4	0.31	80.0	90.3	
"	670.8	0	100	603	21.3	36.27	42.26	5.38	1.19	14.74	0.16	474.9	45.1	53.2	1.5	0.2	116.7	78.7	
15	391	195.4	100	525	24.5	37.16	38.13	6.18	1.08	17.29	0.18	396.1	48.3	50.0	1.4	0.23	104.2	82.0	
"	"	242.0	110	494	21.6	38.38	38.96	5.19	1.11	16.14	0.22	387.3	48.1	49.0	1.4	0.28	101.4	79.2	
"	"	288.6	120	486	23.0	37.68	38.78	5.13	1.07	16.97	0.19	374.0	47.9	49.6	1.4	0.25	97.6	75.4	

说明: 1) 投矿量为1000克,

2) 搅拌速度约为1500转/分,

3) 计算水量的方法为: 循环母液含水 + 原料光卤石带进的自由水和结晶水 + 补加水,

4) 循环母液化学组成(重%)为: KCl 10.41, NaCl 18.02, MgCl₂ 2.39,

5) 实际收率: 系指所得粗钾中扣除循环母液 KCl 的收率。

冷分解温度对分解速度的影响

表 4

项 目	化 合 物	25℃						解 分						15℃						分						解											
		100%水量平衡时间 (分)			110%水量平衡时间 (分)			120%水量平衡时间 (分)			100%水量平衡时间 (分)			110%水量平衡时间 (分)			120%水量平衡时间 (分)			100%水量平衡时间 (分)			110%水量平衡时间 (分)			120%水量平衡时间 (分)			100%水量平衡时间 (分)			110%水量平衡时间 (分)			120%水量平衡时间 (分)		
		10	15	25	40	10	15	25	40	10	15	25	40	10	15	25	40	10	15	25	40	10	15	25	40	10	15	25	40	10	15	25	40				
溶液组成 (重%)	KCl	3.45	3.49	3.44	3.42	3.82	3.80	3.78	3.78	4.07	4.11	4.09	4.08	3.22	3.14	3.08	3.04	3.30	3.27	3.25	3.25	3.57	3.52	3.54	3.56	3.57	3.52	3.52	3.57	3.52	3.54	3.56					
	NaCl	1.66	1.65	1.53	1.46	2.04	2.02	1.98	1.83	2.66	2.51	2.72	2.66	2.10	2.09	1.82	1.73	2.35	2.39	2.33	2.39	2.82	2.73	2.71	2.76	2.82	2.73	2.73	2.82	2.73	2.71	2.76					
	MgCl ₂	25.04	25.17	25.55	25.68	24.23	24.44	24.55	24.61	23.19	23.37	23.40	23.41	24.33	24.66	24.98	25.17	23.72	23.92	24.02	24.02	22.84	22.97	23.01	23.03	22.84	22.97	23.01	23.03	22.84	22.97	23.01	23.03				
	H ₂ O	69.76	69.69	69.48	69.44	69.91	69.74	69.69	69.78	70.08	70.01	69.79	69.85	70.35	70.11	70.16	70.06	70.63	70.62	70.40	70.34	70.77	70.78	70.74	70.65	70.77	70.78	70.74	70.65	70.77	70.78	70.74	70.65				
平衡溶液组成 (重%)	KCl	3.35				3.56				3.78				2.7				2.99				3.31															
	NaCl	1.80				2.36				2.87				1.3				1.82				2.26															
	MgCl ₂	25.85				24.70				23.54				25.7				24.49				23.38															
	H ₂ O	69.00				69.38				69.81				70.3				70.70				71.05															
平衡度(%)		96.86	97.37	98.84	99.34	98.10	98.95	99.39	99.64	98.51	99.28	99.41	99.45	94.67	95.95	97.20	97.94	96.85	97.67	98.08	98.08	97.69	98.25	98.42	98.50	97.69	98.25	98.42	98.50	97.69	98.25	98.42	98.50				

说明: 1) 投矿量为1000克;

2) 循环母液量为计算量的100%, 即391克;

3) 平衡度的计算式:
$$\text{平衡度} = \frac{\text{分解母液中MgCl}_2\text{含量}}{\text{平衡母液中MgCl}_2\text{含量}} \times 100$$

表 5 热 溶 条 件 试 验

循 环 母 液 (克)	加 水 量 (克)	热 溶 温 度 (℃)	热 溶 时 间 (分钟)	热 溶 出 液				湿 氯 化 钠				母 液 夹 带 率 (%)	KCl 溶 出 率 (%)		
				化合物组成 (重%)				重 (克)	化合物组成(重%)						
				化合物组成 (重%)					KCl	NaCl	MgCl ₂			CaSO ₄	H ₂ O
				KCl	NaCl	MgCl ₂	H ₂ O								
1470	389		15	19.85	15.76	1.90	0.43	62.06							
		90	30	19.63	15.73	1.89	0.41	62.34							
		"	45	19.54	15.67	1.90	0.39	62.50							
		"	60	19.57	15.70	1.89	0.40	62.44	3.02	91.74	0.34	2.36	2.55		
1470	389		20	19.64	15.76	1.89	0.33	62.38	232.0	92.80	0.36	2.94	2.29	3.25	
"	"	"	20	19.79	15.74	1.81	0.47	62.20	232.4	93.47	0.42	2.68	2.24	8.06	
"	"	"	30	19.61	16.08	1.82	0.42	62.10	223.8	93.77	0.31	2.77	1.39	8.98	
"	"	"	30	19.53	16.14	1.89	0.43	62.00	231.1	93.00	0.31	2.53	2.63	7.83	
"	"	"	45	19.53	15.39	1.88	0.41	62.80	229.3	93.93	0.41	2.28	1.85	6.45	
"	"	"	45	19.51	16.24	1.93	0.43	61.90	234.1	92.98	0.41	2.94	2.94	6.76	
"	"	"	60	19.49	15.89	1.89	0.38	61.35	226.2	92.87	0.42	2.52	2.95	6.39	
"	"	"	60	19.59	15.79	2.01	0.37	62.10	226.1	93.25	0.42	2.74	2.41	6.03	
1590	628	80	30	18.49	16.12	1.96	0.41	63.02	241.4	93.74	0.38	2.05	2.75	5.85	
"	"	"	30	18.58	15.93	1.95	0.40	63.13	237.2	93.02	0.41	1.89	3.39	6.94	
90℃相图 5 组成 (重%)				(19.75)	(15.21)	(1.94)		(63.10)							
90℃所用循环母液组成 (重%)				10.36	18.37	2.33	0.42	68.55							
90℃所用粗钾组成 (重%)				43.67	46.58	2.28	1.36	5.85							
80℃所用粗钾组成 (重%)				43.41	47.07	2.14	1.36	5.76							
80℃所用循环母液组成 (重%)				10.36	18.37	2.33	0.42	68.52							

说明: 1) 粗钾投料量为800克, 按计算加水量的100%, 沉降时为10~15分钟, 搅拌速度约为1500转/分钟,

2) 溶出率计算式: $100 \times \frac{\text{实际热溶出液KCl量}}{\text{计算热溶出液KCl量}}$;

3) 热溶时间因操作不易, 小于15分钟的时间数据未取。

30%，其原因不详)，而以 KCl 计，则较为合理。

综上所述，热溶温度 90℃，时间 30 分钟，以计算量加循环母液和补充水，搅拌速度约为 1500 转/分钟为宜。

4. 热溶出液冷却结晶条件试验

影响冷却过程中 KCl 的收率、母液组成、母液数量和 KCl 质量的主要因素为：去水量、结晶的温度和时间。

试验结果示于表 6。

表 6 指出：

(1) 结晶速度：在 25℃ 温度下 15~30 分钟液相组成即可接近平衡。

(2) 精钾纯度：25℃ 下，经 30 分钟搅拌平衡，按 NaCl 为不析出组份的计算量去水，干基 KCl 含量可达 97%，15℃ 时母液粘度大，精钾滤饼母液夹带量高，其产品质量稍低。

(3) 收率：随冷却结晶温度降低而增高。温度由 15°、25° 到 40℃ 其收率由 68%，62 下降到 47%。

综上所述，热溶出液冷却结晶 KCl 过程中，当去水量为计算量（以 NaCl 为不析出组份计），温度 25℃ 平衡反应时间 30 分钟，所得 KCl 的纯度是可达 95% 以上（未经洗涤）。阶段收率达计算值的 99%，循环母液的获得率可达 99%。

5. 洗涤条件试验

NaCl 和 KCl 滤饼的洗涤收率与洗涤方式、水量、过滤设备的类型以及滤饼的厚度等因素有关。本试验只初步观察其洗涤效果和洗涤水的组成变化趋向。

本试验采用磁漏斗抽滤，洗涤 NaCl 时的用水量采取 NaCl 滤饼总重量约 10、20 和 30%，洗涤 KCl 的用水量，取夹带母液量的 90、100 和 110%。

试验结果示于表 7 和表 8。

表 7 和表 8 表明：

1.) NaCl 滤饼洗涤

(1) 洗涤收率：30% 用水量，其效率可

达 70%，洗涤水用量由 10% 到 30% 干基 NaCl 纯度均可达到 96%，其主要杂质为 CaSO_4 。

(2) 洗后水组成：KCl 平均含量为 10% 左右，NaCl 平均含量为 22% 左右。

2.) KCl 滤饼洗涤

(1) 精钾纯度：用水量为 90~110% 时，干基 KCl 纯度均可达 98~99%，表明滤饼易于洗涤。

(2) 洗水组成：KCl 含量较高，平均约为 13%，与 25℃ 时的循环母液相比，KCl 较高，NaCl 较低。

综上所述，精钾滤饼经用水洗涤，其干基 KCl 纯度可达 98~99% 以上。洗水中 KCl 含量较高，可返回冷分解工序加以利用。

NaCl 滤饼经洗涤后，其中主要杂质为 CaSO_4 ，干基 NaCl 纯度可达 96% 左右。洗水中的 KCl 应加利用，可返回冷分解工序予以回收。由于其总量较少，虽然 NaCl 含量高，预料不会引起粗钾组成发生大的变化。

(三) 循环试验

在条件试验的基础上，确定适宜条件进行循环试验。其主要目的是：

(1) 求得 KCl 产品的收率和质量指标；
(2) 提供物料平衡数据和消耗定额估算的依据；
(3) 考察各物料组成稳定程度和物料量的变化趋向；
(4) 杂质积累情况。

每次循环试验原矿投料量为 2 公斤。鉴于在保温离心机上操作不便，NaCl 滤饼未加洗涤，而是仅用适量水尽可能将保温离心机内壁的粘结物料溶解回收，以减少 KCl 的机械损失。粗钾滤饼由于容易洗涤，所以只在前三次循环中进行了洗涤。

循环试验共进行了 13 次。结果列于表 9—1，9—2，9—3，9—4 和表 10—1，10—2，10—3，各表中的“平均值”一列的数值系取后十次循环的算术平均值。

表6 冷却结晶条件试验数据

序 号	去水量 依据	冷却 温度 (℃)	冷却 结晶 时间 (分)	冷结晶后母液组成 (重%)					湿 精 钾					精钾纯度 (%)			精钾中收率 (%)			循环母液重 (克)	
				冷结晶后母液组成 (重%)					化合物组成 (重%)					母液 夹带 率 (%)	精钾纯度 (%)		精钾中收率 (%)		计算值 (克)	实验值 (克)	
				KCl	NaCl	MgCl ₂	CaSO ₄	H ₂ O	KCl	NaCl	MgCl ₂	CaSO ₄	H ₂ O		扣除母 液后	干基	计算值 实验值	计算值 实验值			
																					重量 (克)
1	NaCl	25	0	10.82	17.88	2.13	0.42	68.75													
2		25	15	10.62	17.89	2.14	0.42	68.93													
3		25	30	10.56	17.96	2.14	0.42	68.95													
4		25	45	10.58	17.91	2.14	0.42	68.95													
5		25	60	10.54	17.96	2.14	0.42	68.94													
6	NaCl	25	30	10.71	17.98	2.14	0.42	68.94													
7	MgCl ₂	25	30	10.35	18.31	2.24	0.44	68.76													
8		25	30	10.91	17.70	2.09	0.40	68.90													
9		40	30	12.90	17.33	2.07	0.40	67.30													
10	NaCl 加水 7.5	40	30	12.57	17.55	1.97	0.50	67.41													
11	MgCl ₂	40	30	12.58	17.65	2.16	0.42	67.19													
12	NaCl	15	30	9.54	18.40	2.15	0.48	69.44													
13		15	30	9.70	18.21	2.14	0.42	69.53													
14	MgCl ₂	15	30	9.00	18.60	2.32	0.46	69.62													
15	MgCl ₂	15	30	10.47	18.31	0.31	0.45	68.46													
各条件试验所用热溶出液组				19.51	16.02	1.93	0.38	62.21	1. 去水量: 表中第二行的 NaCl 或 MgCl ₂ 是指用物料平衡方程计算时, 以 NaCl 或 MgCl ₂ 在固相中不析出为依据而进行计算的。												
15℃冷却结晶母液点在相图上的组成				9.93	18.35	2.31		70.40	2. 本试验的固定条件是: (1) 投料量: 热溶出液为 600 克; (2) 搅拌速度: 约为 1000 转/分钟。												
25℃冷却结晶母液点在相图上的组成				10.31	18.15	2.31		69.23	3. 母液夹带率计算: 以 MgCl ₂ 为不析出物计算的, 即按下式: $\text{母液夹带率} = \frac{\text{固相中 MgCl}_2 \text{ 含量}}{\text{液相中 MgCl}_2 \text{ 含量}} \times 100$												
40℃冷却结晶母液点在相图上的组成				12.61	17.20	2.15		68.10	4. 循环母液实际获得率: 按下式计算: $\text{实际获得率} = \frac{\text{实验得母液重量}}{\text{计算得母液重量}} \times 100$ 5. 冷却结晶后 KCl 料浆沉降时间为 15 分钟。												

1. 去水量：表中第二行的 NaCl 或 MgCl₂ 是指用物料平衡方程计算时，以 NaCl 或 MgCl₂ 在固相中不析出为依据而进行计算的。

2. 本试验的固定条件是：(1) 投料量：热溶出液为 600 克；(2) 搅拌速度：约为 1000 转/分钟。

3. 母液夹带率计算：以 MgCl₂ 为不析出物计算的，即按下式： $\frac{\text{固相中 MgCl}_2 \text{ 含量} \times 100}{\text{液相中 MgCl}_2 \text{ 含量}}$

4. 循环母液实际获得率：按下式计算： $\frac{\text{实验得母液重量}}{\text{计算得母液重量}} \times 100$

5. 冷却结晶后 KCl 料浆沉降时间为 15 分钟。

表 7 氯化钠洗涤试验数据

序 号	洗水重 (克)	洗水百分率	洗水温 (℃)	洗		后		NaCl		洗		后		水			干基 NaCl (重%)	洗 漆 效 率
				重 量 (克)	KCl	化合物组成		(重%)	重 量 (克)	KCl	NaCl	化合物组成		(重%)	CaSO ₄	H ₂ O		
						NaCl	MgCl ₂					NaCl	MgCl ₂					
1	30	10	~75	254.2	1.20	93.79	0.28	2.42	2.31		13.66	15.35	1.79		0.37	68.83	96.01	12.63
2	30	10	"	243.2	0.91	94.20	0.35	2.43	2.11		4.60	25.93	1.20		0.24	68.17	96.23	33.60
3	60	20	"	253.0	1.24	91.91	0.32	2.44	4.09		39.4						95.83	9.13
4	60	20	"	245.6	0.47	93.75	0.28	2.43	3.07		58.0				0.42	66.97	96.72	65.37
5	90	30	"	243.2	0.51	93.60	0.27	2.27	3.35		26.2				0.24	64.25	96.84	62.45
6	90	30	"	225.9	0.42	93.64	0.31	2.35	3.27		80.0				0.44	63.04	96.81	69.32

说明：1) 洗水百分率，是以NaCl滤饼重为基数。 2) NaCl滤饼未洗前的KCl含量1.37%，是取其热溶条件试验中数据的平均值。

3) 洗涤效率计算式： $\frac{\text{洗后NaCl中KCl}\%}{\text{洗前NaCl中KCl}\%}$ 。 4) 洗涤方式为淋洗。 5) 洗涤效率波动大是由洗水分布不均匀所引起。

表 8 氯化钾洗涤试验数据

序 号	洗水重 (克)	洗水百分率	洗水温 (℃)	洗			后			湿			精			钾			洗			后	水	洗前精 钾重 (克)	干基KCl 纯度 (%)	洗涂效率 (%)		
				重 量 (克)	化合物组成 (重%)			重 量 (克)	化合物组成 (重%)			重 量 (克)	化合物组成 (重%)			重 量 (克)	化合物组成 (重%)			重 量 (克)	化合物组成 (重%)							
					KCl	NaCl	MgCl ₂		CaSO ₄	H ₂ O	KCl		NaCl	MgCl ₂	CaSO ₄		H ₂ O	KCl	NaCl		MgCl ₂						CaSO ₄	H ₂ O
1	62	100	~20	359.7	89.53	1.12	0.06	0.06	10.23	96.3	16.37	9.82	1.07	0.29	326.3	72.45	98.62	75.98										
2	60	100	"	391.1	87.44	1.05	0.09	0.04	11.39	82.1	16.14	10.32	1.21	0.29	314.5	72.05	93.67	64.47										
3	60	100	"	303.5	89.41	0.88	0.05	0.04	10.12	77.3	16.91	9.33	1.15	0.24	319.0	72.27	99.48	78.95										
4	50	90	"	308.7	86.95	0.63	0.10	0.06	12.51	79.0	12.96	12.03	1.44	0.33	—	73.14	93.04	58.33										
5	70	110	"	296.0	89.37	0.43	0.05	0.03	9.62	106.2	10.64	10.41	1.22	0.30	336.0	77.43	99.45	78.07										
6	0	0	—	36.81	2.36	0.23	0.15	0.15	10.45	—	—	—	—	—	327.5	—	99.94	—										

说明：1) 洗水百分率是以洗前精钾夹带母液为基数，分别取其夹带量的90、100和110%为对照，序号6是未洗的数据。

2) 洗涤效率计算式： $\frac{\text{洗后精钾中MgCl}_2\%}{\text{洗前精钾中MgCl}_2\%} \times 100$

表9—1

循环试验冷分解部分物料组成表

循环次第	母液中化合物组成 (重%)					湿粗钾中化合物组成(重%)				
	KCl	NaCl	MgCl ₂	CaSO ₄	H ₂ O	KCl	NaCl	MgCl ₂	CaSO ₄	H ₂ O
1	3.58	2.65	23.69	微	70.08	43.12	47.39	1.94	1.34	6.21
2	3.58	1.82	25.27	"	69.32	42.29	47.53	1.53	1.32	7.33
3	3.68	1.96	25.19	"	69.17	43.24	43.36	1.81	1.30	5.29
4	3.65	1.31	25.66	"	69.38	42.60	46.45	2.49	1.37	7.03
5	3.66	1.56	25.27	"	69.51	42.84	46.62	2.61	1.35	6.58
6	3.65	1.56	25.41	"	69.38	42.40	46.59	2.46	1.37	7.18
7	3.66	1.21	25.67	"	69.46	42.13	46.77	2.52	1.36	8.58
8	3.79	1.62	25.07	"	69.52	42.65	47.65	2.19	1.29	6.32
9	3.74	1.64	25.23	"	69.39	42.75	47.20	2.21	1.56	6.28
10	3.65	1.63	25.47	"	69.25	42.20	46.76	2.63	1.33	7.11
11	3.64	1.67	25.52	"	69.17	42.94	47.06	2.15	1.38	6.41
12	3.70	1.58	25.41	"	69.31	42.39	46.70	2.59	1.32	7.00
13	3.75	1.58	25.37	"	69.30	42.91	47.30	2.26	1.37	6.16
平均值	3.69	1.54	25.41	"	69.36	42.57	46.91	2.41	1.37	6.75
105%水量计算值	3.46	2.08	25.30	—	69.16					
纯体系数据	3.35	1.80	25.85	—	69.00					

表9—2

循环试验热溶部分物料组成表

循环次第	热溶出液中化合物组成 (重%)					NaCl 滤饼中化合物组成 (重%)					NaCl 干基纯度 (%)
	KCl	NaCl	MgCl ₂	CaSO ₄	H ₂ O	KCl	NaCl	MgCl ₂	CaSO ₄	H ₂ O + ↓	
1	19.71	16.37	1.56	0.41	61.95	0.53	92.84	0.33	2.22	4.08	96.79
2	19.63	16.74	1.73	0.41	61.49	1.39	83.68	0.43	2.15	7.35	
3	20.02	16.27	1.45	0.42	61.84	0.59	93.46	0.33	2.59	3.03	96.38
4	19.39	15.97	1.89	0.41	61.84	0.95	92.42	0.38	2.54	3.71	95.98
5	19.73	16.10	1.78	0.42	61.97	0.55	92.34	0.47	2.55	4.09	96.28
6	19.61	16.03	1.80	0.31	62.25	0.65	92.92	0.36	2.43	3.64	96.43
7	19.46	16.01	1.73	0.43	62.37	0.68	92.58	0.37	2.39	3.98	96.42
8	19.84	16.31	1.59	0.43	61.83	0.75	92.90	0.36	2.36	4.53	97.31
9	19.76	16.16	1.64	0.44	62.00	0.71	92.63	0.36	2.39	3.91	96.40
10	19.78	16.21	1.72	0.43	61.86	0.60	92.77	0.35	2.44	3.86	96.49
11	19.85	16.00	1.62	0.43	62.10	0.78	91.95	0.35	2.54	4.28	95.78
12	20.07	16.08	1.72	0.43	61.70	0.50	93.19	0.38	2.37	3.56	96.63
13	19.87	16.14	1.64	0.43	62.12	0.69	92.86	0.37	2.21	4.56	97.30
平均值	19.79	16.11	1.71	0.42	61.97	0.69	92.66	0.36	2.42	3.85	96.37

↓ 代表水不溶物。

表9—3

循环试验冷却结晶部分物料组成表

循环次第	精钾母液中化合物组成 (重%)					湿精钾中化合物组成 (重%)					KIC 干基纯度 (%)
	KCl	NaCl	MgCl ₂	CaSO ₄	H ₂ O	KCl	NaCl	MgCl ₂	CaSO ₄	H ₂ O	
1	10.81	18.42	1.80	0.47	68.51	88.64	0.84	0.07	0.02	10.43	98.96
2	10.58	18.38	1.98	0.46	68.60	90.08	0.85	0.08	0.02	8.97	98.95
3①	10.97	20.18	1.81	0.52	65.52	92.07	微	0.03	0.02	7.88	99.95
4	10.68	18.24	2.14	0.48	68.46	89.56	2.91	0.14	0.06	7.33	96.64
5	10.69	18.38	2.06	0.49	68.38	88.83	2.53	0.26	0.08	8.30	96.87
6	10.53	18.57	2.10	0.50	68.30	86.86	3.40	0.32	0.08	9.34	95.81
7	10.75	18.27	1.98	0.49	68.51	87.17	2.77	0.25	0.08	9.81	96.56
8	10.70	18.54	1.82	0.49	68.45	89.01	2.79	0.23	0.08	7.89	96.63
9	10.81	18.45	1.84	0.49	68.41	86.55	2.68	0.28	0.08	10.41	96.61
10	10.79	18.34	1.96	0.49	68.42	87.48	3.05	0.28	0.08	9.11	96.25
11	10.85	18.17	1.82	0.49	68.67	89.67	1.91	0.23	0.07	8.11	97.59
12	10.74	18.32	1.97	0.48	68.49	87.96	3.01	0.28	0.08	8.67	96.31
13	10.92	18.34	1.88	0.48	68.38	89.25	3.09	0.24	0.07	7.35	96.33
平均值②	10.74	18.36	1.96	0.49	68.45	88.23	2.81	0.25	0.08	8.63	96.56

说明：① 第1、2、3次循环的精钾经过洗涤。
② 平均值是取后10次循环的算术平均值。

表9—4

循环试验热溶和冷却结晶所得固料洗涤结果

循环次第	NaCl洗水中化合物组成 (重%)					精钾洗水①中化合物组成 (重%)				
	KCl	NaCl	MgCl ₂	CaSO ₄	H ₂ O	KCl	NaCl	MgCl ₂	CaSO ₄	H ₂ O
1						16.33	10.39	1.00	0.33	71.95
2						17.20	8.41	1.33	0.28	72.78
3	8.17	14.11	0.45	0.27	77.00	18.73	9.40	0.84	0.37	70.66
4	8.70	15.13	0.78	0.34	75.05					
5	10.02	16.33	0.94	0.35	72.36					
6	7.45	12.44	0.78	0.28	79.25					
7	(8.47)	(14.64)	(0.66)	(0.31)	(75.66)					
8	8.34	16.00	0.66	0.34	74.66					
9	7.40	13.66	0.56	0.29	78.09					
10	5.72	12.28	0.55	0.25	81.20					
11	8.83	14.73	0.63	0.33	75.43					
12	8.39	14.69	0.69	0.31	76.61					
13	8.92	13.63	0.61	0.31	76.53					
平均值	8.22	14.35	0.66	0.31	76.45					

说明：① 13次循环中的精钾，只洗了第1、2、3的精钾。
② 第七次循环的NaCl洗水组成为内插值。

表10-1

循环试验冷分解部分物料平衡

循	环	次	第	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
进	原	重	量 (克)	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000
	KCl			367.0	367.0	367.0	367.0	367.0	367.0	367.0	367.0	367.0	367.0	367.0	367.0	367.0
	NaCl			308.2	308.2	308.2	308.2	308.2	308.2	308.2	308.2	308.2	308.2	308.2	308.2	308.2
	MgCl ₂			585.4	585.4	585.4	585.4	585.4	585.4	585.4	585.4	585.4	585.4	585.4	585.4	585.4
	CaSO ₄			12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2
料	循环母液量	(克)		1011.7	1008.3	1219.0	1017.0	977.0	974.0	932.0	990.0	931.3	932.0	932.0	932.0	932.0
	NaCl洗水量							40.0	43.0	175.8	165.6	117.5	154.0	184.0	184.0	128.5
	补加水量			107.8	20.9	226.3	240.0	240.0	240.0	149.0	159.0	207.5	171.0	141.0	140.3	210.0
	KCl总进料			473.2	473.2	473.2	476.2	474.8	475.4	478.2	487.4	476.5	479.1	478.1	484.5	477.9
	湿粗钾	(克)		365.0	391.7	330.6	900.1	397.5	909.7	917.5	914.7	901.0	917.2	900.7	916.2	896.3
中	KCl			373.0	377.1	330.3	383.4	384.5	385.7	386.5	389.2	385.2	387.1	386.8	388.4	384.6
	NaCl			409.9	423.8	435.8	418.1	418.4	423.3	429.1	435.8	425.3	428.9	423.9	427.9	421.3
	MgCl ₂			16.8	13.6	15.9	22.4	23.4	22.4	23.1	20.0	19.9	24.1	19.4	23.7	20.2
	CaSO ₄			11.6	10.2	11.4	12.3	12.1	12.4	12.4	11.8	13.9	12.2	12.4	12.1	12.3
	冷分解母液	(克)		2413.0	2308.0	2278.5	2328.0	2327.2	2329.7	2325.2	2336.4	2316.5	2273.2	2344.5	2270.3	2348.0
出	KCl			8.66	8.26	8.4	3.5	8.5	3.5	3.5	3.3	3.7	3.3	3.7	3.4	3.8
	NaCl			6.41	4.2	4.5	3.0	3.6	3.6	2.3	3.8	3.8	3.7	3.7	3.6	3.7
	MgCl ₂			572.8	583.2	574.2	597.4	588.1	592.0	596.9	585.7	584.1	579.0	595.7	577.0	595.7
	进	料	(%)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	出	料		18.30	22.63	17.74	17.85	17.90	17.88	17.77	18.05	13.26	17.32	18.19	17.34	18.41
布	中间物料			73.82	79.69	80.41	80.51	80.74	81.13	80.82	79.85	80.84	80.30	80.90	80.16	80.47
	机械损失			2.38	2.77	1.85	1.64	1.36	0.99	1.41	2.10	0.90	1.38	0.91	2.50	1.12
	阶段收率(以总进料KCl计)	(%)		73.82	79.69	80.41	80.51	80.98	81.13	80.82	79.85	80.84	80.80	80.91	80.16	80.48
	进	料	(%)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	出	料		18.30	22.63	17.74	17.85	17.90	17.88	17.77	18.05	13.26	17.32	18.19	17.34	18.41

说明：冷分解条件为：加水量为计算量的105%、分解温度25℃、分解时间30分钟、配降时间15~20'、搅拌速度约为1500转/分钟。

表10-2

循环试验热溶部分物料平衡

循 环 次 第			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
进	重 量 (克)		853.0	881.7	865.0	887.0	883.0	884.0	904.0	901.0	884.0	903.0	886.5	900.0	880.0
	湿	KCl	367.8	372.9	374.0	377.9	378.3	374.8	380.8	383.4	377.9	381.1	380.7	381.5	377.6
	粗	NaCl	404.2	419.1	418.3	412.0	411.6	411.8	413.4	429.3	417.2	422.2	417.2	420.3	416.2
		MgCl ₂	16.55	13.49	15.66	22.09	23.05	21.75	22.28	19.73	19.54	23.75	19.06	23.31	19.89
	钾	CaSO ₄	11.40	10.76	11.24	12.15	11.92	12.11	12.02	11.62	13.39	12.01	12.23	11.88	12.06
料	循环母液量 (克)		1014.2	1036.0	1016.4	1037.0	1037.0	1037.0	1061.0	1061.0	1094.0	1106.0	1124.0	1133.0	1114.0
	补加水		539.0	558.2	722.2	552.2	760.0	760.0	771.0	771.0	740.0	740.0	742.0	727.0	748.8
	KCl总进料量		474.8	482.0	481.5	489.2	489.1	485.6	492.5	497.5	495.0	500.7	502.0	504.4	497.2
	CaSO ₄ 总进料量						5.00	5.08	5.31	5.20	5.36	5.42	5.51	5.44	5.35
中 间 物 料	热溶出液量 (克)		2273.5	2332.5	2294.1	2347.5	2368.8	2338.2	2412.9	2392.4	2399.0	2411.1	2419.0	2419.3	2409.0
		KCl	448.1	457.9	459.3	466.9	467.4	458.5	474.4	474.6	474.0	476.9	480.2	485.6	478.7
		NaCl	372.2	390.5	373.2	381.9	381.4	374.8	386.3	390.2	387.7	390.8	387.0	389.0	388.8
		MgCl ₂	35.5	40.4	33.3	44.4	42.2	42.1	41.7	38.0	39.3	41.5	41.6	41.6	39.5
		CaSO ₄	9.3	9.6	9.4	9.6	9.0	7.2	10.4	10.3	10.6	10.4	10.4	10.4	10.4
出 料	湿 NaCl 量 (克)		221.6	243.1	221.6	217.1	215.9	244.3	227.3	237.0	239.2	237.4	232.4	237.6	235.8
		KCl	1.17	3.38	1.31	2.10	1.2	1.6	1.5	1.8	1.7	1.4	1.8	1.2	1.6
		NaCl	205.7	215.6	207.1	200.6	199.4	227.0	210.9	220.2	221.6	220.2	213.7	221.4	219.0
		MgCl ₂	0.73	1.04	0.73	0.8	1.0	0.9	0.8	0.8	0.9	0.8	0.8	0.9	0.9
		CaSO ₄	4.9	5.2	5.7	5.5	5.5	5.9	5.4	5.6	5.7	5.8	5.9	5.6	5.2
KCl 分 布	进 料 (%)		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	出 料		0.25	0.70	0.27	0.44	0.24	0.33	0.30	0.36	0.34	0.28	0.35	0.24	0.32
	中间物料		94.38	95.00	95.39	95.46	95.56	94.42	96.32	95.36	95.76	95.24	95.66	96.28	96.28
	机械损失		5.37	4.30	4.34	4.10	4.20	5.25	3.30	4.28	3.90	4.48	3.99	3.48	3.40
阶 段 收 率			94.38	95.00	95.39	95.46	95.56	94.42	96.32	95.36	95.76	95.24	95.66	96.28	96.28

说明: 1) 循环母液组成同冷分解母液。 2) 操作恒定条件: 热溶温度90℃、热溶时间30分、沉降时间10~15分、搅拌速度约为: 1500转/分钟。

表10—3 循环试验冷却结晶部分物料平衡

循 环 次 第	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
进 料	热熔出液 (克)	2273.0	2332.5	2285.5	2347.5	2360.0	2331.0	2402.0	2381.5	2392.0	2402.0	2413.0	2400.0
	KCl	"	448.0	457.9	466.9	465.6	457.1	467.4	472.5	472.6	475.1	479.0	476.9
	NaCl	"	372.1	373.7	371.5	374.9	380.0	384.6	388.4	368.5	389.4	386.1	387.0
	MgCl ₂	"	35.5	38.8	33.1	44.4	42.0	41.6	37.9	39.2	41.3	39.1	396.0
	CaSO ₄	"											
中 间 物 料	精钾母液 (克)	1938.0	1886.0	1944.5	2034.8	2021.7	1954.4	2080.2	2040.5	2046.5	2066.1	2077.7	2063.6
	KCl	"	209.5	210.1	213.3	217.3	216.1	223.6	218.3	221.2	222.9	225.4	225.3
	NaCl	"	357.0	365.0	392.4	371.1	371.6	380.1	378.3	377.6	378.9	377.5	378.5
	MgCl ₂	"	34.9	39.3	35.2	43.5	41.7	41.2	37.1	37.6	40.5	38.0	38.8
	CaSO ₄	"											
出 料	湿 重 量 (克)	260.2	266.0	256.4	284.9	291.4	289.4	289.4	290.7	294.2	294.4	290.4	283.4
	KCl	"	230.6	239.6	236.1	255.2	258.8	252.3	258.8	254.6	257.5	260.4	252.3
	NaCl	"	2.3	2.3	少量	8.3	7.4	8.0	8.1	7.9	9.0	5.5	8.8
	MgCl ₂	"											
	去 水 (克)	25.0	25.7	25.1	25.8	26.0	25.6	26.0	26.0	26.0	26.4	26.5	26.5
KCl 分 布	进 料 (%)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	出 料 (%)	51.47	52.74	51.64	54.66	55.58	56.90	53.98	54.77	53.88	54.20	54.36	52.90
	中间物料	46.76	45.88	46.67	46.54	46.41	45.02	47.83	46.20	46.84	46.91	47.05	47.24
	机械损失	1.77	1.38	1.69	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	全 流 程 (%)	63.73	67.80	64.54	70.53	71.91	73.14	70.67	71.90	70.93	71.83	72.27	70.27
收 率	以热溶出液计	51.47	53.74	51.64	64.66	55.58	56.90	53.98	54.77	53.83	54.20	54.36	52.90

说明：1) 试验条件：①冷却温度25℃。②搅拌速度约为1500转/分钟。③过滤方式：抽滤。④去水量计算依据：以NaCl为不析出为准。
 2) 第一、二、三次循环进行了淋洗其余未洗。

表9, 表10指出:

1) 杂质没有积累。

物料中的杂质主要为 CaSO_4 , 其次为少量水不溶物。

在原矿冷分解过程中, 不溶物几乎全部地转移至粗钾中, 少量随分解母液排出系统。粗钾中 CaSO_4 (和水不溶物) 在热溶过程大部分随着 NaCl 排出循环系统。由表9—1, 9—2, 9—3可见, 各物料中 CaSO_4 含量的相对稳定数据, 足以说明 CaSO_4 等杂质未在循环中积累。

2) 各物料的化学组成相对稳定, 物料数量基本稳定, 排出系统的物料 (原矿冷分解母液和热溶部分分解出的 NaCl) 组成均和计算值接近而且稳定。

中间循环物料: 粗钾中 KCl 含量变化范围在 41.2~42.9% 之间, 平均值为 42.57%, 波动值为 $\pm 0.4\%$, 精钾母液中 KCl 含量稳定在 10.5%~10.9% 之间, 平均值为 10.74%, 波动值为 $\pm 0.2\%$ 。

各物料数量在后十次的循环中, 除热溶出液和精钾母液量, 随着循环次数增加而略有增加外, 其余均稳定。

3) KCl 产品质量: 虽然滤饼中夹带母液较多, 但其干基 KCl 含量仍在 96.5% 以上。由前三次循环所得 KCl 产品, 经少量水洗涤后, 其干基 KCl 含量即可达 90% 左右。

4) 收率指标:

在本试验条件下, 10 次循环 KCl 收率指标平均为 71.80%, 低于计算值 (78%), 低的原因是由于: 原矿冷分解多加 5% 的水, 多出相应量的分解母液被带出系统, 取样、粘失、特别是热溶料浆保温热滤的操作不易控制, 造成损失较大。

5) KCl 在循环过程中损失的分布:

表10—1, 10—2 和表 10—3 说明:

原矿冷分解母液带走 KCl 量一般为 17.3~18.4%, 平均为 17.90%, NaCl 带走 KCl 量一般在 0.2~0.4%, 平均为 0.32%, 机械损失, 以热溶部分损失为最大, 一般在 3.2~

5.2%, 平均为 4.35%。

6) 工艺流程在技术上是可行的

全部循环试验证明, 本报告前述计算部分所确定的原则流程是适宜的, 通过循环试验, 得出以盐田光卤石为原料, 用冷分解—热溶结晶法制取 KCl 的工艺流程和循环试验结果的物料平衡 (图 6)。

(四) 物料有关物理化学常数测定

用上述的方法和仪器对各物料的有关物理化学常数, 在循环试验的基础上, 进行了测定。所得结果列于表 11。

表 11 指出:

1) 原矿光卤石矿, 经粗略机械压碎, 粒度分布比较均匀。

2) 粗钾和精钾 (假) 比重小于 1。堆角光卤石相近、精钾粒度由 -28~+65 目的占总量的 85%。

3) 精钾料浆的沉降速度最快, 其次为热溶料浆, 粗钾料浆沉降速度最慢, 粘度和比重以粗钾母液为最大。

四、热量消耗的估算

物料的比热未进行测定。据资料查得的比热, 粗钾为 0.243 千卡/公斤·°C, 循环母液为 0.83 千卡/公斤·°C, 水为 1,000 千卡/公斤·°C。按物料由 25°C 升至 95°C 进行计算, 则每制取 1 吨精钾 (指纯度为 88.23% 的湿精钾) 需:

1. 用于加热循环母液的热量

$$3.70(95-25) \times 1000 \times 0.83 = 21.50 \text{ 万千瓦卡。}$$

2. 用于粗钾升温的热量

$$3.30(95-25) \times 1000 \times 0.243 = 5.61 \text{ 万千瓦卡}$$

3. 用于补加水升温的热量

$$2.57(95-25) \times 1000 \times 1.000 = 17.99 \text{ 万千瓦卡}$$

表11

循环物料物理常数测定结果

物料名称	物 理 常 数												
	比 重 (Dt℃)	粘度 (相对)	沸 点	堆角 (度)	比热	沉降速度 (厘米/分钟)	粒级分布率 % (纲目)						
			℃ mm Hg				+ 20	- 20 + 25	- 28 + 40	- 40 + 55	- 50 + 65	- 65 + 75	- 75
光卤石原矿	1.388	—	—	88	—	—	14.5	15.0	16.0	14.0	8.6	8.1	22
粗 钾	0.935	—	—	87	—	—	6.0	9.0	19.0	20.0	11.0	16	19
精 钾	0.981	—	—	88	—	—	—	5	38	31	16	9	0.3
NaCl	1.221	—	—	98	—	—	—	—	—	—	—	—	—
粗钾料浆	—	—	—	—	—	0.24	—	—	—	—	—	—	—
精钾料浆	—	—	—	—	—	1.86	—	—	—	—	—	—	—
热溶料浆	—	—	—	—	—	1.56	—	—	—	—	—	—	—
粗钾母液	1.273	1.275	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
热溶出液	1.250/96	1.009 (95℃)	107 585.2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
精钾母液 (循环母液)	1.236/23	1.053	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

4. 用于冷却结晶去水的热量

$0.089 \times 1000 \times 539 = 4.80$ 万千瓦

总耗热量为：49.90万千瓦(不包括精钾干燥所需的热量)。

五、问题和讨论

1. NaCl 滤饼夹带母液率的计算，理应采用不析出组份 MgCl₂ 的含量为计算依据，但是由于以 MgCl₂ 计算结果异常偏高，虽然工作中曾对所获数据（包括工艺及分析数据）多方查对并用原子吸收光谱分析外检，其结果均说明数据无误，其原因不详。

2. CaSO₄ 在 NaCl 滤饼中分析测定结果偏低。这点可由循环试验中 CaSO₄ 进出料为负误差可见，主要是因为 CaSO₄ 富集在副产品 NaCl 中，在分析过程中又没有完全溶解之故。

3. KCl 的收率指标有可能接近计算值。因在小试验条件下，冷分解率和热溶出率都接近相图计算值。但由于试验中所用的物料太少，热溶料浆散热快，加上保温离心机性能又差，所以在循环试验中 KCl 机械损失率平均高达 5.61 %。将来大量生产时，可

将机械损失大幅度地降低。

4. 本工艺流程物料平衡计算与原矿和湿粗钾组成变化有密切关系。目前只能用试差法进行计算。是否有其他更简便的计算方法，有待今后进一步研究解决。

六、结 论

1. 采用冷分解——热溶结晶法由察尔汉盐田光卤石制取 KCl 的工艺流程，在技术上是可行的。所得 KCl 产品结晶良好，纯度高，有利于贮存，运输和使用。

2. 本法制取的 KCl 产品，湿基成品中含量可达 88.23%，经洗涤干燥后产品中 KCl 含量达 98~99%。

3. 在本试验条件下，KCl 收率达 71.80%（计算收率为 78% 左右），低于计算的原因主要是小试验中机械损失过多所造成。

4. 在保持上述收率和质量指标时，每生产一吨湿精钾，需光卤石矿（KCl 含量为 18.35%）6.84 吨，加水 3.23 吨，副产 NaCl（湿基 NaCl 含量为 93%）0.79 吨，排出冷分解母液为 7.94 吨，热量消耗估计为：49.57 万千瓦。

察尔汉盐湖岩盐 物理力学性质的初步研究

本 所 二 室

察尔汉盐湖是氯化物型的干盐湖。其中将有铁路南北贯穿,以岩盐为主的易溶盐类堆积,形成一种特殊的路基基底。盐湖岩盐的物理力学性质及路基的稳定性,成为多年来众所关心的一个问题。

察尔汉盐湖岩盐地层是第四纪晚更新世和全新世的产物,地质年代新,盐层埋藏浅(上层最深23.5米,沿线最深17.7米)未经长期的地质成岩作用,颗粒之间互相连结较弱,不同于一般坚硬的沉积岩;化学沉积,盐晶犬牙镶嵌,晶间接触面具有不同程度的连结力,又不同于一般的第四纪土质堆积。

新构造运动在盐湖南北造成北西至北西北和北东至北东东走向的断裂和背斜隆起,对盐湖的发展影响较大。然而,对盐湖地层的

产状未起剧烈作用:不仅盐层埋藏平坦,而且除个别钻孔在1.0~1.8米深的细中粒白色石盐原状中心发现 25° 倾角的平整弱面以外,至今未见其他斜交于层理的结构弱面,可以把岩盐地层看成层状的连续介质。

盐层饱含高矿化度潜水(晶间卤水),并同周边淡水及盐下低矿化度承压水保持水力联系,尤其是北部的上层承压水层,向湖心延伸尖灭,水头高出地面0.2—1.87米,成为盐溶的主要原因。盐湖北部和东部,盐溶广泛分布,威胁铁路路基稳定性。

盐湖的形成和发展,受气候条件的制约。岩盐地层不仅直接受蒸发、降雨和气温升降的作用,而且气候变化,还通过周边淡水补给,间接影响盐湖的水涨水落、盐溶盐

5.本工艺流程,经试验证明,完全可以按 $\text{Na}^+ \cdot \text{K}^+ \cdot \text{Mg}^{2+} // \text{Cl}^- - \text{H}_2\text{O}$ 体系为依据进行计算。

参 考 文 献

- [1] 上海化工研究院,冷分解法加工光卤石矿制取钾肥试验工作总结,(1967年)
- [2] 上海化工研究院,察尔汉钾肥厂、察尔汉钾肥精钾车间试验,(1964年)
- [3] 中国科学院盐湖研究所,达布逊湖东北湾近期沉积光卤石制取精钾浮

选工艺的研究(中间试验),(1976年)

- [4] 本所:技术情报室,《盐湖科技资料》第一、二辑,(1976年)死海的开发利用。
- [5] А. Б. Звановский Справочник по Растворимости солей Систем, 1954, 745~748
- [6] 化学工业部第一设计院,氯碱工业理化常数手册,(1969年)
- [7] Handbook of Chemistry and Physics. 51 TH