

大柴旦盐湖卤水日晒工艺扩大试验

高世扬 柳大纲

(中国科学院青海盐湖研究所·西宁·810008)

张济仁

(中国盐业公司·北京)

张国强

(青海省工业厅·西宁,810001)

摘要 根据大柴旦盐湖夏季组成卤水天然蒸发结果,设计并建成三阶段太阳池日晒场,总面积为200平方米,进行湖水日晒工艺实验,获得全年性各阶段蒸失水量、折出盐量和浓缩卤水量,最后给出各阶段晒池面积最佳配置比例。

关键词 大柴旦 盐湖 日晒

前言

为了最大限度地利用自然条件进行卤水的综合处理,在小型天然蒸发的基础上,为探索并确定卤水在日晒蒸发过程中的工艺操作控制方法,获得卤水在各析盐阶段中的成卤率、析盐率和蒸损水率,卤水在土质日晒盐田中蒸发时各种盐类产品 and 盐田老卤的组成,以及土质日晒盐田的生产能力等,我们在进行本实验时是以大柴旦盐湖地表夏季卤水为原料,在湖边土质日晒试验盐田中进行。从1963年6月开始到9月结束,处理原料卤水156吨,析出盐田老卤(饱和氯化镁卤水)13.5吨。

工艺流程

根据小型天然蒸发实验结果,地表夏季卤水在日晒蒸发过程中将顺次析出:

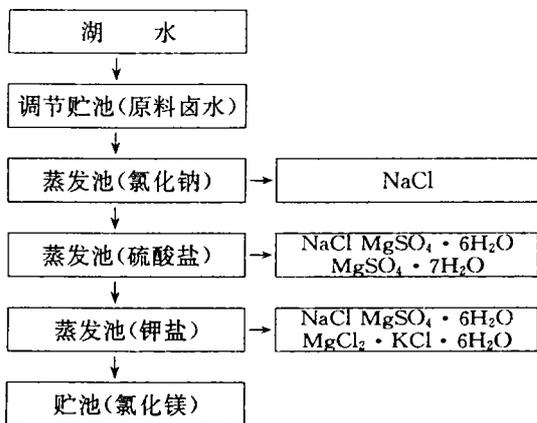


图1 日晒工艺流程

- (1) NaCl
- (2) NaCl + MgSO₄ · 7H₂O
- (3) NaCl + MgSO₄ · 6H₂O
- (4) NaCl + MgSO₄ · 6H₂O + KCl
- (5) NaCl + MgSO₄ · 6H₂O + MgCl₂ · KCl · 6H₂O
- (6) NaCl + MgSO₄ · 6H₂O + MgCl₂ · KCl · 6H₂O + MgCl₂ · 6H₂O

我们拟制本扩大实验的工艺流程如图1所示。

考虑到地表夏季卤水在不同时期具有不同的浓度,为保持实验用卤水的浓度比较一致,首

先将湖水引入调节贮池内,使得到所需浓度时正式泵入氯化钠蒸发结晶池,进行蒸发浓缩到开始析出七水泻盐后,将浓缩卤水转入硫酸盐蒸发结晶池,继续蒸发浓缩到开始析出钾盐后,将浓缩卤水转入钾盐蒸发结晶池,最后把盐田老卤(饱和氯化镁卤水)转入贮池贮存。

实验用仪器设备

1. 土质试验盐田的建造和平面布置

实验用土质试验盐田是按下述方式进行修建:先将地表盐渍土去掉近十厘米厚,把底土翻松夯实,垫入新土(湖边砂质粘土)分层夯实。每层厚6~8厘米,铺3~7层,直到池底达到要求高度后再铺入约5厘米土,分别泵入淡水和水使达到 $10\sim 10^{\circ}\text{B}^{\circ}\text{e}$ 的半咸度,进行粘土灌浆,待泥浆沉底后,放去上层清水,晾晒、滚压结实,池埝用新土铺垫分层夯实,埝坡用木榔头扑打结实,这就是氯化钠蒸发结晶池。

硫酸盐和钾盐蒸发结晶池,除了池底具2~3层粘土灌浆层外与氯化钠池无异,钾盐池底和池壁都铺砖一层,以免在扒盐时混入泥土影响钾盐质量。

实验用土质盐田的平面布置见图2。

图2中1~10号池为氯化钠蒸发结晶池。为便于顺流走水,各池之间具有一定的落差。13—16号为硫酸盐蒸发结晶池,17—20号池为钾盐蒸发结晶池,11~12号池为卤水调节池,池与池间的箭头表示顺流走水的方向。

2. 输送计量用设备

实验过程中使用7马力手抬式机动泵进行卤水的输送,该泵具有出水阀门,可用以控制排水速度,使用2寸橡皮管将卤水送入容积为 0.205M^3 的计量桶内进行计量。

固体盐使用独轮手推车(载重200kg)推至500kg的磅称上进行称重。

3. 观测仪器

测定卤水比重用比重计每只刻度为:

1.180~1.240

1.240~1.300

1.300~1.360

1.360~1.420

水温计 $40^{\circ}\text{C}\sim -20^{\circ}\text{C}$ 刻度 $1/5^{\circ}\text{C}$

气温计 $1000\sim -40^{\circ}\text{C}$ 刻度 1°C

$30^{\circ}\text{C}\sim -30^{\circ}\text{C}$ 刻度 $1/5^{\circ}\text{C}$

在进行水位测定时,事先在蒸发池内安装具有固定标记的木制测座,使用水位测针进行池内水位的测定。

实验方法

操作步骤

在氯化钠蒸发阶段,为了采用顺流走水的晒水操作,我们把1—10号氯化钠蒸发结晶池每二池相互串通为一组,各组池底顺次具有一定的落差。开始进行实验前,将各池中卤水调节到

表 1 氯化钠阶段开始实验时各池卤水记录

| 池号 | 卤 水 观 测 记 录 | | | 备 注 |
|----|-------------|------------|-------|------|
| | 深度 (cm) | 温度 (°C) | 比重 | |
| 1 | 18.3 | 10.8 | 1.256 | NaCl |
| 2 | 18.3 | 11.4 | 1.256 | NaCl |
| 3 | 18.0 | 11.4 | 1.268 | NaCl |
| 4 | 18.0 | 11.0 | 1.268 | NaCl |
| 5 | 17.3 | 9.9 | 1.282 | NaCl |
| 6 | 17.3 | 10.8 | 1.282 | NaCl |
| 7 | 17.3 | 10.2 | 1.293 | NaCl |
| 8 | 17.3 | 11.2 | 1.291 | NaCl |
| 9 | 16.5 | 11.2 | 1.302 | NaCl |
| 10 | 16.5 | 11.4 | 1.302 | NaCl |

池中的卤水恢复原来水位为止。实验期间,大约一星期分离一次硫酸镁饱和卤水,半月扒盐一次,一月进行一次实验计算。在进行实验计算时,如若各池中的卤水比重和水深不能恢复开始时的情况,可运用计算方法使之复原。

硫酸盐阶段的实验用卤水大部分来自氯化钠池,使用两个蒸发结晶池,卤水从第一池放入,蒸发到一定浓度后顺流放入第二池,继续往第一池中添加卤水,使形成一定的浓度梯度,一直蒸发到光卤石开始结晶析出后进行取样,分离,浓缩卤水经计量后转入钾盐蒸发结晶池。

光卤石钾盐阶段的实验用卤水,来自硫酸盐池,使用两个蒸发结晶池,操作步骤与硫酸盐阶段相同。

控制方法

实验过程中的控制操作是以卤水的比重为主要依据,各种盐类的结晶光学鉴定结果为基础,其他物理现象如卤水颜色的变化、表面盐花的情况等作辅助参考依据。

表 2 氯化钠蒸发阶段各池的观测记录

8月5日~6日

| 池号 | 水温 (6日) °C | 比 重 | | 水 位 | | $\Delta d/\Delta d$ | 备 注 |
|----|------------------|----------|-------------|-------|-------------|---------------------|------|
| | | $d_5/°C$ | Δd | h_5 | Δh | | |
| | | (5日) | $d_6 - d_5$ | (5日) | $h_5 - h_6$ | | |
| 1 | 12.1 | 1.255 | 0.002 | 16.55 | 0.55 | 0.004 | NaCl |
| 2 | 13.2 | 1.255 | 0.002 | 16.55 | 0.50 | 0.004 | NaCl |
| 3 | 13.6 | 1.258 | 0.002 | 16.40 | 0.55 | 0.004 | NaCl |
| 4 | 12.5 | 1.258 | 0.002 | 16.40 | 0.55 | 0.004 | NaCl |
| 5 | 12.2 | 1.262 | 0.004 | 19.85 | 0.55 | 0.007 | NaCl |
| 6 | 13.1 | 1.262 | 0.003 | 19.85 | 0.55 | 0.007 | NaCl |
| 7 | 12.8 | 1.271 | 0.003 | 21.30 | 0.60 | 0.005 | NaCl |
| 8 | 13.8 | 1.271 | 0.004 | 21.30 | 0.60 | 0.007 | NaCl |
| 9 | 14.9 | 1.286 | 0.003 | 22.85 | 0.55 | 0.005 | NaCl |
| 10 | 15.2 | 1.286 | 0.003 | 22.85 | 0.55 | 0.005 | NaCl |

1. 日晒蒸发过程中的观测记录

在实验过程中,我们对不同浓缩卤水在不同时期的日晒浓缩速率进行经常观测,记录水温、比重和水位高度,以一日间卤水比重升高数值和水位降数值的比值表示卤水的实际浓缩速率,结果列于表 2. 此外我们还进行了不同浓度卤水在土质盐田中一日间的持续观测,结果见图 3.

2. 盐类晶体的捕集

在实验过程中,为了便于及时捕集到刚开始结晶析出的盐类晶体,我们采用:

枝条法:每天傍晚时在池内放入枝条(树枝和木条),夜晚由于温度降低从卤水中析出的晶体易于着附在枝条上,成长为粒径较大的晶形完整的晶体,翌晨取出进行观测。

盐花法:白天由于卤水表面蒸发速率较快,容易形成局部过饱和,夜晚卤水表面感受温度降低的效应最快,容易结晶析出盐花,漂浮于表面。因此,当某一盐类开始结晶析出时,一般在早晨的盐花上都能找到。

试管法:每天傍晚,使用小试管从池中取入少量卤水,放在试管架上,置于池埕上,由于水量少,容易被冷却到比池中卤水更低的温度,当某一盐类开始析出时,一般都会先在试管中提前出现。

上述三种捕集晶体的方法,以盐花法最为可靠及时,唯一般所获晶体较小而不甚完整;枝条法也能比较及时地捕获得到粒径较大且晶形完整的盐样品体。

3. 盐类晶体的鉴别

借助盐花法或枝条法所获得的盐类晶体,用肉眼,或借助放大镜进行晶形识别。使用滤纸吸去晶体上的着附卤水(必要时可使用酒精乙醚等洗涤)。然后进行尝味,镜下鉴定,需要时可用以进行定性或定量化学分析。

由于原料卤水已为氯化钠所饱和,在蒸发过程中将会继续结晶析出氯化钠。盐田氯化钠属正方晶系,通常呈无色半透明立方晶体,有时也可见到呈漏斗状或条柱状的晶体(见素描图 4)。尝之味咸,在偏光显微镜下观测时属均质体矿物,折光率为 1.544。

卤水蒸发到比重为 $1.303 \pm 0.003/13^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 时,开始析出晶形完整的无色透明斜方晶体,此即七水硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)(见素描图 4)。尝之味苦,置镜下观察时系二轴晶矿物,负光性,折光率为 $N_p=1.433, N_m=1.454, N_g=1.460$ 。

当卤水浓缩到近 1.315 ± 0.002 时,开始析出一种呈戟形的无色单斜晶体(见素描图)。尝之味苦,在镜下属二轴晶矿物,负光性,折光率为: $N_p=1.426, N_m=1.435, N_g=1.456$,此即六水硫酸镁。

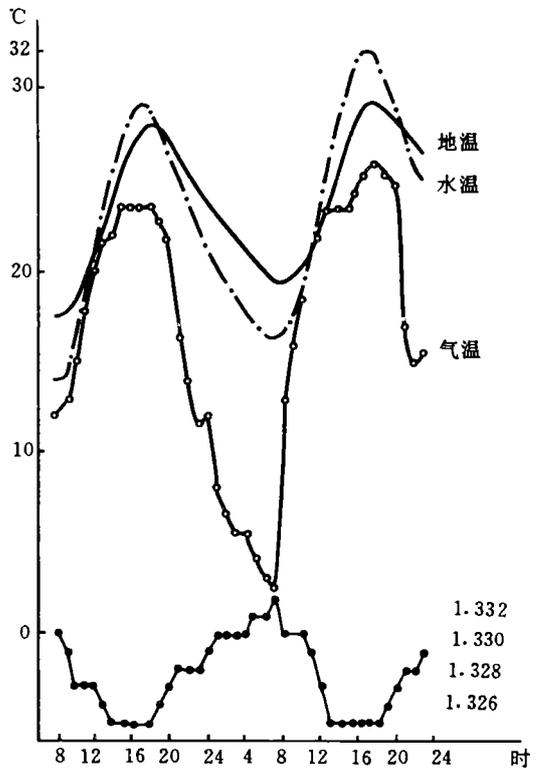


图 3 一日间持续观测记录

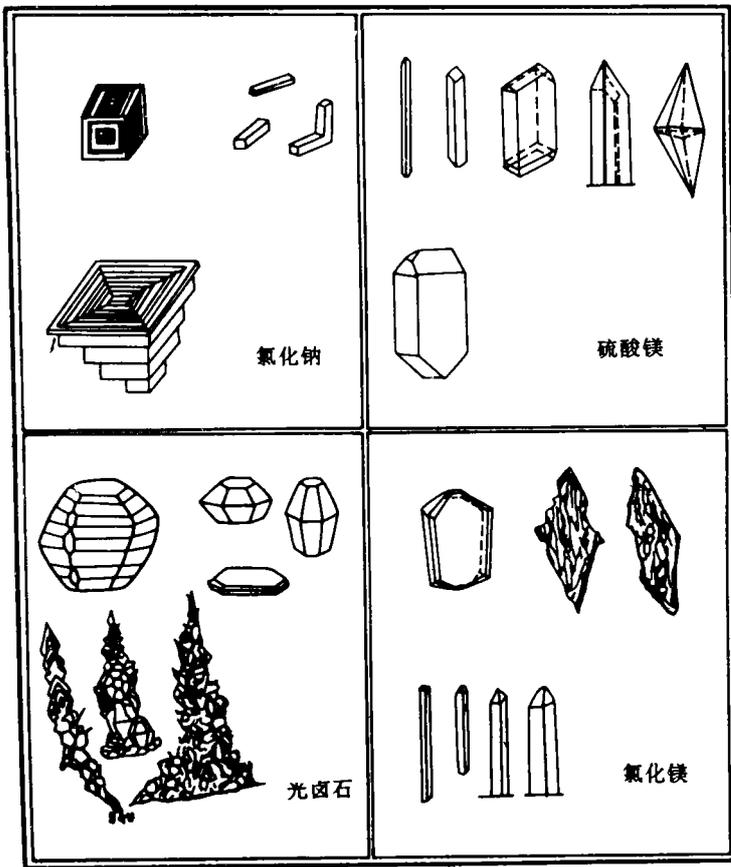


图4 日晒盐田中各种盐类晶形

卤水比重近 1.325 时开始在枝条上出现一种呈腰鼓状的斜方晶体(见素描图 4)。尝之味辛辣,在镜下为二轴晶矿物,负光性,折光率为: $N_p = 1.466$, $N_m = 1.475$, $N_g = 1.493$ 。进行镜下滴水反应时,可以见到加水分解而形成的微小正方形晶粒(KCl),此即光卤石。

最后,当卤水被浓缩到近 1.360 左右,开始析出一种细针状晶体,此即六水氯化镁,在温度降低时,卤水比重在 1.340 左右也可见到六水氯化镁结晶析出。在卤水较浓,盛水较深的情况下,六水氯化镁常呈鱼鳞状结晶(见素描图 4)。尝之味苦,置镜下为二轴晶矿物,负光性。

取样和分析

卤水取样一般是在早晨水温最低时进行。取样时首先进行卤水温度和比重测定,然后使用定量移液管吸取清液,定量地放入 250ml 容量瓶内,用蒸馏水冲稀至刻度,混均后供化学分析。

进行固体取样时,先将池中固体盐扒出,在池埂上堆置大约一天,然后用独轮手推车装运过磅,每车大约取 1—2kg 盐样,最后将所取盐样磨细混均,采用多次四分法进行取样。

所取固液样按下述方法进行化学分析:亚硝基钴钠钾重量法测定钾,以铬黑兰(T)作指示剂,用氨羧络合滴定法测定镁。以偶氮碳酰肼为指示剂以硝酸汞进行总卤量的络合滴定,使用联苯胺硫酸盐容量法测定硫酸根,在加入甘露醇后用氢氧化钠滴定硼。

实 验 结 果

1. 工艺操作和控制效果

在实验过程中每次灌入原料卤水,分离浓缩卤水时都取样进行化学分析。这里把 1—2 轮实验的分析结果列于表 3。绘于图 5 和图 6。

为了确定日晒工艺扩大试验过程中卤水的蒸发结晶路线,我们采集了不同浓缩程度的卤水进行化学分析,结果列于表 4。绘于图 5.6。

由于在试验过程中,各工艺阶段的控制分离是采用“过头”操作的方式,这就是说,在晒水过程中,每次都需要浓缩到显著地见到某一盐类矿物析出时才进行分离和取样,卤水组成点一

表 3 日晒工艺试验过程中各蒸发析盐阶段分离卤水的化学组成

| 取 样 记 录 | 重 量 百 分 含 量 | | 四 元 相 图 耶 涅 克 指 数 | | | | 五 元 相 图 指 数 | | | 备 注 | | | | | |
|---------|-------------|----------|------------------------|------------------------|------------------------------------|---------------------------------|-------------------|---|----------------|------|------|-----------------|------|------|---|
| | NaCl % | KCl % | MgSO ₄ % | MgCl ₂ % | B ₂ O ₃ % | Na ₂ Cl ₂ | MgCl ₂ | MgSO ₄ , Na ₂ SO ₄ | K ₂ | | Mg | SO ₄ | | | |
| L-4 | 7 | 1 | 1.240/25 | 17.6 | 1.45 | 4.53 | 6.14 | 0.35 | 61.1 | 24.6 | 14.3 | 6.5 | 68.4 | 25.1 | NaCl |
| L-12 | 7 | 1 | 1.240/25 | 17.2 | 1.43 | 4.67 | 5.35 | 0.34 | 62.3 | 22.3 | 15.4 | 6.7 | 66.2 | 27.1 | NaCl |
| L-19 | 7 | 20 | 1.241/19 | 17.1 | 1.27 | 4.41 | 5.16 | 0.33 | 63.1 | 22.0 | 14.9 | 6.7 | 66.7 | 26.6 | NaCl |
| L-34 | 8 | 3 | 1.241/15 | 17.7 | 1.33 | 4.66 | 4.89 | 0.33 | 64.0 | 20.5 | 15.5 | 6.5 | 65.4 | 28.1 | NaCl |
| L-44 | 8 | 13 | | 15.1 | 1.43 | 3.80 | 5.25 | 0.31 | 59.1 | 23.9 | 17.0 | 6.5 | 66.1 | 27.1 | NaCl |
| L-92 | 8 | 28 | 1.251/15 | 16.0 | 1.59 | 5.61 | 5.94 | 0.38 | 57.5 | 24.3 | 18.2 | | | | NaCl |
| L-11 | 7 | 7 | 1.302/15 | 6.60 | 2.89 | 9.52 | 12.6 | 0.79 | 26.4 | 46.1 | 27.5 | 6.2 | 68.3 | 25.6 | NaCl+MgSO ₄ ·nH ₂ O n=7,6 |
| L-18 | 7 | 20 | 1.299/11 | 6.1 | 2.96 | 8.26 | 13.1 | 0.80 | 26.5 | 49.3 | 24.2 | 6.8 | 70.1 | 23.1 | NaCl+MgSO ₄ ·nH ₂ O n=7,6 |
| L-25 | 7 | 27 | 1.301/15 | 6.0 | 2.90 | 8.79 | 13.2 | 0.78 | 25.2 | 48.8 | 26.0 | 6.4 | 69.4 | 24.2 | NaCl+MgSO ₄ ·nH ₂ O n=7,6 |
| L-40 | 8 | 12 | 1.304/12 | 6.0 | 3.19 | 9.37 | 12.2 | 0.76 | 26.0 | 46.0 | 27.9 | 7.0 | 67.5 | 26.5 | NaCl+MgSO ₄ ·nH ₂ O n=7,6 |
| L-83 | 8 | 27 | 1.302/16 | 6.0 | 2.84 | 8.77 | 12.4 | 0.73 | 25.8 | 47.5 | 26.7 | 6.5 | 68.6 | 24.7 | NaCl+MgSO ₄ ·nH ₂ O n=7,6 |
| L-109 | 9 | 11 | 1.298/11 | 5.6 | 3.25 | 7.89 | 13.0 | 0.79 | 25.6 | 50.3 | 24.1 | 6.2 | 70.9 | 22.9 | NaCl+MgSO ₄ ·nH ₂ O n=7,6 |
| L-22 | 7 | 27 | 1.327/21 | 1.1 | 3.31 | 6.80 | 22.2 | 1.35 | 9.9 | 74.7 | 15.4 | 6.3 | 80.0 | 13.7 | NaCl+MgSO ₄ ·6H ₂ O MgCl ₂ ·KCl·6H ₂ O |
| L-24 | 7 | 27 | 1.332/17 | 1.2 | 3.15 | 5.89 | 22.2 | 1.38 | 9.9 | 74.4 | 15.7 | 6.0 | 80.1 | 13.9 | NaCl+MgSO ₄ ·6H ₂ O MgCl ₂ ·KCl·6H ₂ O |
| L-41 | 8 | 12 | 1.327/14 | 0.8 | 3.30 | 5.96 | 22.1 | 1.35 | 9.2 | 74.8 | 16.0 | 6.3 | 79.7 | 14.0 | NaCl+MgSO ₄ ·6H ₂ O MgCl ₂ ·KCl·6H ₂ O |
| L-75 | 8 | 17 | 1.324/14 | 1.21 | 1.64 | 5.75 | 21.9 | 1.34 | 10.7 | 74.0 | 15.3 | 6.6 | 79.7 | 13.7 | NaCl+MgSO ₄ ·6H ₂ O MgCl ₂ ·KCl·6H ₂ O |
| L-38 | 8 | 8 | 1.363/25 | 0.4 | 0.37 | 4.65 | 30.4 | 2.12 | 1.7 | 87.7 | 10.6 | 0.8 | 89.5 | 9.7 | NaCl+MgSO ₄ ·6H ₂ O+MgCl ₂ ·KCl·6H ₂ O |
| L-98 | 9 | 4 | 1.368/2 | 0.2 | 0.23 | 3.58 | 30.0 | 2.25 | 0.9 | 90.5 | 8.6 | 0.4 | 91.9 | 7.7 | NaCl+MgSO ₄ ·6H ₂ O+MgCl ₂ ·KCl·6H ₂ O |
| L-100 | 9 | 4 | 1.365/ | 0.2 | 0.23 | 3.47 | 30.1 | 2.26 | 0.9 | 90.8 | 8.3 | 0.2 | 92.1 | 7.7 | NaCl+MgSO ₄ ·6H ₂ O+MgCl ₂ ·KCl·6H ₂ O |

表 4 日晒扩大工艺试验过程中不同浓度卤水的组成

| 取 样 编 号 | 取 样 记 录 | | 重 量 百 分 含 量 | | | | 四 元 相 图 耶 涅 克 指 数 | | | | 五 元 相 图 指 数 | | | 备 注 | |
|---------|------------|----------|-------------|----------|------------------------|------------------------|------------------------------------|---------------------------------|-------------------|-------------------|---------------------------------|----------------|------|------|--|
| | 时 间 月 日 | 比 重 / °C | NaCl % | KCl % | MgSO ₄ % | MgCl ₂ % | B ₂ O ₃ % | Na ₂ Cl ₂ | MgCl ₂ | MgSO ₄ | Na ₂ SO ₄ | K ₂ | Mg | | SO ₄ |
| L-19 | 7 | 20 | 1.241/19 | 17.1 | 1.27 | 4.41 | 5.16 | 0.33 | 63.1 | 22.0 | 14.9 | 6.5 | 69.0 | 24.5 | NaCl |
| L-28 | 8 | 2 | 1.260/11 | 14.1 | 1.81 | 5.78 | 7.05 | 0.45 | 52.0 | 29.1 | 18.9 | 6.7 | 67.0 | 26.3 | NaCl |
| L-29 | 8 | 2 | 1.270/12 | 12.0 | 2.08 | 6.52 | 8.35 | 0.52 | 45.1 | 33.9 | 21.0 | 6.7 | 67.5 | 25.8 | NaCl |
| L-30 | 8 | 2 | 1.284/11 | 9.1 | 2.53 | 7.79 | 10.7 | 0.64 | 34.9 | 41.3 | 23.8 | 6.6 | 68.5 | 24.9 | NaCl |
| L-31 | 8 | 2 | 1.296/11 | 7.1 | 2.85 | 8.42 | 12.1 | 0.72 | 20.9 | 45.9 | 25.2 | 6.7 | 68.8 | 24.5 | NaCl+MgSO ₄ · 7H ₂ O |
| L-76 | 8 | 19 | 1.300/11 | 6.7 | 2.86 | 8.95 | 12.0 | 0.72 | 27.6 | 45.6 | 26.8 | 6.5 | 68.2 | 25.3 | NaCl+MgSO ₄ · 7H ₂ O |
| L-89 | 8 | 27 | 1.309/25 | 5.9 | 3.76 | 8.36 | 15.12 | 0.94 | 23.0 | 53.6 | 23.4 | 7.8 | 70.7 | 21.5 | NaCl+MgSO ₄ · 7H ₂ O |
| L-95 | 8 | 31 | 1.316/13 | 3.4 | 3.94 | 6.63 | 18.37 | 1.14 | 16.6 | 65.2 | 18.2 | 9.2 | 75.3 | 16.5 | NaCl+MgSO ₄ · 6H ₂ O+KCl |
| L-97 | 9 | 2 | 1.320/21 | | 3.41 | 5.21 | 21.72 | 1.34 | | | | 6.8 | 80.4 | 12.8 | NaCl + MgSO ₄ · 6H ₂ O + MgCl ₂ · KCl · 6H ₂ O |
| L-98 | 9 | 4 | 1.368/12 | 0.2 | 0.2 | 3.58 | 30.0 | 2.25 | | | | 0.4 | 91.9 | 7.7 | NaCl + MgSO ₄ · 6H ₂ O + MgCl ₂ · KCl · 6H ₂ O |

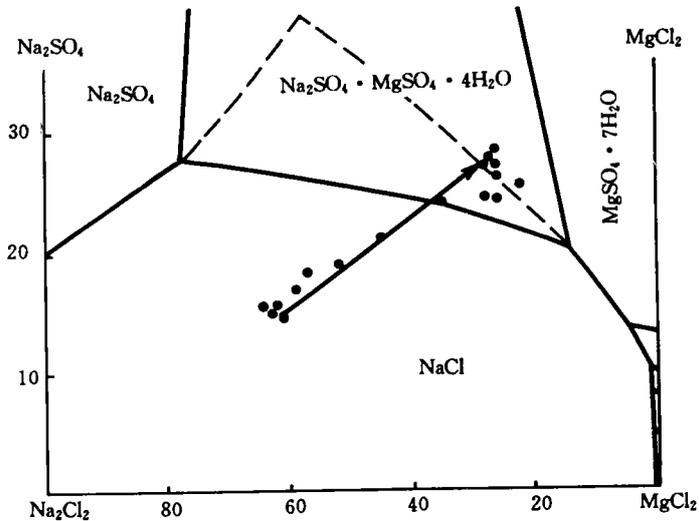


图5 湖水日晒蒸发过程在 Na^+ 、 Mg^{2+} // Cl^- 、 SO_4^{2-} - H_2O 四元体系相图中的结晶路线

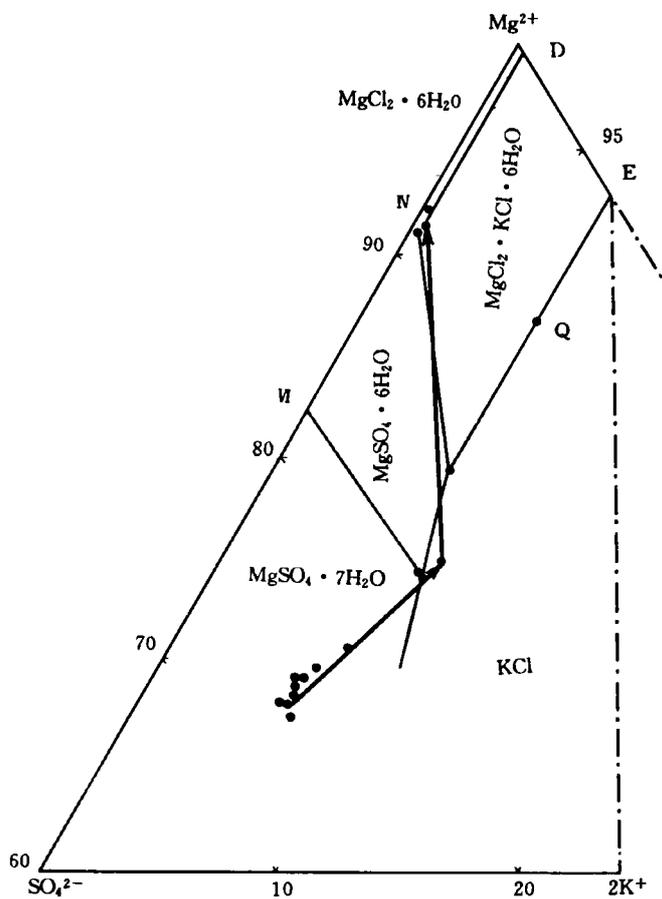


图6 湖水日晒蒸发过程在 Na^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} // Cl^- 、 SO_4^{2-} - H_2O 体系相图中的结晶路线

般都开始进入次一蒸发结晶区内。由图 5 中所示结果可见,实验用原料卤水的组成,基本上可以认为是在夏季卤水的蒸发结晶线上,其变态系数近于 0.89。

氯化钠阶段的蒸发结晶路线与小型天然蒸发结果基本一致。每次控制分离时,卤水组成都位于氯化钠蒸发结晶线的末端,其变态系数都略小于原料卤水的相应数值。

光卤石结晶阶段的控制结果表明,析出光卤石时和析出六水氯化镁时的卤水组成在图 6 中的位置都与小实验结果基本上相符合。

为证实在光卤石开始析出之前是否有氯化钾(KCl)析出,我们从卤水组成点 I—76 蒸发浓缩到 I—89 这一析盐阶段,从卤水 I—95 到 I—97 这一析盐阶段分别采集固体盐样进行化学分析,结果列于表 5。

卤水从 I—76 蒸发浓缩到 I—89 这一阶段,析出固相中氯化钾含量仅 0.31%,从 I—95(比重=1.316)到 I—97(比重=1.320)这一阶段,析出固体盐中氯化钾含量达 13.7%,几乎不含氯化镁,镜下鉴定结果证明这时候析出了氯化钾(KCl)。

表 5 卤水日晒蒸发过程中氯化钾阶段的控制取样

| 编 号 | 比重/℃ | 重 量 百 分 含 量 | | | | | 纯 固 相 重 量 百 分 含 量 | | | | 备 注 |
|------|----------|-------------|---------|---------|----------------------|------------------------------------|-------------------|----------|------------------------|------------------------|-----------|
| | | K % | Mg % | Cl % | SO ₄ % | B ₂ O ₃ % | NaCl % | KCl % | MgSO ₄ % | MgCl ₂ % | |
| L-76 | 1.300/11 | 1.50 | 4.87 | 14.3 | 7.14 | 0.72 | | | | | |
| L-89 | 1.309/25 | 1.97 | 5.55 | 16.1 | 6.67 | 0.94 | | | | | |
| L-89 | | 0.73 | 6.66 | 20.2 | 23.1 | 0.29 | 37.9 | 0.31 | 26.8 | | L-76 L-89 |
| L-95 | 1.316/13 | 2.07 | 6.03 | 17.6 | 5.29 | 1.14 | | | | | |
| L-97 | 1.320/21 | 1.79 | 6.60 | 16.4 | 4.16 | 1.34 | | | | | |
| L-97 | | 7.28 | 5.69 | 26.9 | 15.0 | 0.47 | 24.1 | 13.7 | 16.9 | | L-95 L-97 |

表 6 中列出各蒸发结晶阶段析出固体盐的典型分析结果,在氯化钠蒸发阶段,从第一组池到第四组池,析出固体盐中氯化钠的含量近于 90%,硫酸镁的含量在 1%以下;第五组池内固体盐中氯化钠含量为 85%,硫酸镁的含量增加到 4.5%。

在硫酸盐池中,固体盐沉积的上部含有显著量的钾盐,尤以第二步池为甚。这一结果表明,在光卤石析出之前,存在着氯化钾的析盐过程。因此,以出现光卤石为钾盐的控制分离标志,显然并不恰当,考虑到氯化钾的晶形和某些结晶光学性质与氯化钠颇为相似,在进行这一操作控制时,除了应当参照浓缩卤水的比重外,在晒水安排方面,可以增加这一阶段蒸发结晶池的数目,减少各步池间的浓度梯度。比较可靠的控制方法,应当是依靠卤水中钾含量的化学分析。

光卤石结晶池中固体盐的分析结果表明,氯化钾的含量在 15~19%,硫酸镁和氯化镁的含量都在 15~20%。

饱和氯化镁卤水中氯化镁含量在 30%以上,三氧化二硼的含量大于 2%。

实验过程中,各蒸发析盐阶段分离固体盐的统计平均含量列于表 7,与上述典型实验结果颇为相近。

2. 蒸发过程中的析盐率、成卤率和蒸损水率

卤水在土质日晒盐田中进行蒸发时,不可避免地会有漏失,在实际分离一扒盐操作中也会

引起带失,致使浓缩残存卤水量与小型天然蒸发结果之间不会完全相符合。在实验过程中,各阶段实际分离固体盐量占原料卤水用量的百分数称为析盐率;实际所得浓缩卤水量占原料卤水用量的百分数称为成卤率。因此,100-(析盐率+成卤率)=(蒸失水量+漏失卤水量+操作中损失卤水量)%,简称为蒸损水率。表8中列出了上述各项数量变化在实验过程中的统计平均结果。

由表8所列结果可见,由比重为1.241的原料卤水在土质日晒盐田中,蒸发浓缩到饱和氯化镁卤水,累计析盐率为28.5%,成卤率为8.7%,蒸失水率为62.8%。与小实验结果比较,由于本实验所用土质盐田刚经翻修整理,渗漏量较大,在进行盐类分离操作时,因为沥放时间较短,固体盐夹带母液量比较多,卤水在日晒浓缩过程中,按三氧化二硼不以固体盐形式析出进行计算,收率仅达53.8%,这就是说在日晒过程中,卤水的累计损失达46.2%。

表6 日晒过程中各阶段结晶析出固体盐的典型分析结果

| 类别 池号 | 卤 水 | | | 重 量 百 分 含 量 | | | | | 备 注 (主要固相) |
|----------|-------|-------|------------|-------------|----------|------------------------|------------------------|------------------------------------|--|
| | 比 重 | | 深度 (cm) | NaCl % | KCl % | MgCl ₂ % | MgSO ₄ % | B ₂ O ₃ % | |
| | 起 | 止 | | | | | | | |
| 1-2 | 1.241 | 1.256 | 18.5 | 89.6 | | 1.56 | 0.06 | 0.14 | NaCl |
| 3-4 | 1.256 | 1.260 | 18.4 | 93.1 | | 1.05 | 0.55 | 0.13 | NaCl |
| 5-6 | 1.260 | 1.271 | 22.6 | 92.4 | | 1.19 | 0.60 | 0.14 | NaCl |
| 7-8 | 1.271 | 1.291 | 21.5 | 91.0 | | 1.48 | 0.75 | 0.15 | NaCl |
| 9-10 | 1.291 | 1.300 | 23.3 | 84.2 | | 1.52 | 4.51 | 0.16 | NaCl |
| 15 | 1.302 | 1.329 | 14 | 28.5 | 5.2 | 28.8 | 2.44 | 0.22 | NaCl+MgSO ₄ ·7H ₂ O |
| 15 | 1.302 | 1.329 | 14 | 26.8 | 1.8 | 30.2 | 2.66 | 0.22 | NaCl+MgSO ₄ ·7H ₂ O |
| 16 | 1.313 | 1.333 | 15 | 24.3 | 14.3 | 26.0 | 4.03 | 0.25 | NaCl+MgSO ₄ ·7H ₂ O |
| 16 | 1.313 | 1.333 | 15 | 24.0 | 6.5 | 27.2 | 3.79 | 0.28 | NaCl+MgSO ₄ ·7H ₂ O |
| 17 | 1.333 | 1.346 | 10 | 14.1 | 18.8 | 20.5 | 14.7 | 0.44 | NaCl+MgSO ₄ ·6H ₂ O+ MgCl ₂ ·KCl·6H ₂ O |
| 20 | 1.336 | 1.363 | 12 | 14.1 | 14.9 | 14.6 | 19.3 | 0.49 | NaCl+MgSO ₄ ·6H ₂ O+ MgCl ₂ ·KCl·6H ₂ O |

表7 日晒过程中各阶段固体盐的统计平均含量

| 析 盐 阶 段 | | 重 量 百 分 含 量 | | | | |
|---------|---------|-------------|----------|------------------------|------------------------|------------------------------------|
| | | NaCl % | KCl % | MgSO ₄ % | MgCl ₂ % | B ₂ O ₃ % |
| 氯化钠区 | 第一至第四组池 | 89.3 | | 1.1 | 1.0 | 0.12 |
| | 第五组池 | 77.9 | | 6.8 | 1.5 | 0.15 |
| 硫酸镁区 | | 26.3 | 5.3 | 28.5 | 3.0 | 0.23 |
| 钾盐区 | | 10.5 | 14.4 | 16.1 | 19.5 | 0.47 |

3. 日晒盐田的生产能力和盐田面积的配置

从表 9 中所列结果可以得到,从 100kg 原料卤水,在蒸发过程中析出各种盐类的数量,以及可以获得的不同浓缩卤水数量的关系,或者说在生成 1000kg 饱和氯化镁卤水时各种副产盐量和不同浓缩卤水消耗数量的关系。

土质日晒盐田的生产能力,以每公斤淡水蒸发能力(相当于一平方米晒水面积接收一毫米淡水蒸发量)能生成各蒸发区间截止浓度的卤水计算,结果列于表 10。由此可见,每平方米土质盐田每接收一毫米淡水蒸发量,可以生成饱和氯化镁卤水 0.063kg,消耗比重为 1.241 原料卤水 0.730kg。根据 1962~1963 二年内的气象资料,年蒸发量为 2000mm,降水量为 70mm,扣除由于降水损失蒸发量后,有效淡水蒸发量为 1880mm。因此一平方米日晒盐田,每年可生产饱和氯化镁卤水 119kg,需要原料卤水 1372kg。

表 8 卤水在日晒过程中各阶段的数量变化

| | | | 氯化钠区 | | 硫酸盐区 | | 光卤石区 | |
|--------|---------------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | | 本实验 | 小实验 | 本实验 | 小实验 | 本实验 | 小实验 |
| 数量变化 | 本区域内 | 成卤率 | 37.0 | 38.6 | 50.3 | 37.0 | 46.7 | 61.5 |
| | | 析盐率 | 17.4 | 17.2 | 19.7 | 29.3 | 20.7 | 23.9 |
| | | 蒸损水率 | 45.4 | 44.2 | 30.0 | 33.7 | 32.6 | 15.6 |
| | 到本区域截止累计 | 成卤率 | 37.1 | 38.6 | 18.6 | 14.3 | 8.7 | 9.4 |
| | | 析盐率 | 17.4 | 17.2 | 24.7 | 28.5 | 28.5 | 31.0 |
| | | 蒸损水率 | 45.5 | 44.2 | 56.7 | 57.2 | 62.8 | 59.6 |
| 三硼氯化二率 | 本区域内 | | 85.0 | 96.2 | 83.8 | 90.5 | 75.5 | 87.6 |
| | 由原料卤水至本区域截止累计 | | 85.0 | 96.2 | 71.2 | 94.7 | 53.8 | 82.8 |

表 9 日晒盐田的生产能力和原料消耗

| 析盐区域 | | 比重 | 每吨原料卤水可生成 (kg) | 生产一吨饱和氯化镁 卤水消耗或副产 (%) |
|------|---------------------------|-------|-------------------|-----------------------------|
| | 原料卤水 | 1.241 | 1000 | 11508 |
| 氯化钠 | 析出氯化钠 | | 174 | 1998 |
| | 生产硫酸镁饱和卤水 至硫酸镁饱和时累计蒸损水 | 1.302 | 371 456 | 4264 5246 |
| 硫酸盐 | 析出硫酸镁混盐 | | 73 | 838 |
| | 生成硫酸镁饱和卤水 至光卤石饱和时累计蒸损水 | 1.325 | 186 567 | 2144 6528 |
| 光卤石 | 析出光卤石混盐 | | 443 | |
| | 生成饱和氯化镁卤水 至氯化镁饱和时累计蒸损水 | 1.363 | 87 628 | 1000 7229 |

蒸损水量(蒸失水量, 渗漏卤水量以及固体盐夹带卤水量的总和)与淡水蒸发量的比值, 我们称为卤水的蒸损系数; 卤水蒸发量与淡水蒸发量的比值, 称为比蒸发系数; 卤水在日晒过程中蒸损系数与比蒸发系数的差值, 称为损失(漏失和固体夹带)系数, 结果列于表 11。每公斤淡水蒸发量在盐田日晒过程中, 在氯化钠阶段, 平均蒸损系数为 0.49, 硫酸盐阶段为 0.41, 光卤石阶段为 0.36。小于各阶段卤水的平均比蒸发系数, 其差值的大小决定于(i)土质盐田的渗漏。(ii)固体盐夹带母液。(iii)小蒸发皿中卤水比蒸发系数与盐田卤水实际比蒸发系数之间的差值。

表 10 日晒盐田的生产能力

| | | 氯化钠区 | 硫酸盐区 | 光卤石区 | 备注 |
|--------|-------------------------------------|------------|-------------|-------------|----|
| | | 原料卤水至硫酸镁饱和 | 硫酸镁饱和至光卤石饱和 | 光卤石饱和至氯化镁饱和 | |
| 生产能力 | 本区域内 kg/(M ² -mm) | 0.399 | 0.683 | 0.513 | |
| | 至本区域截止累计 kg/(M ² -mm) | 0.399 | 0.155 | 0.063 | |
| 原料卤水消耗 | 需本区域原料卤水 kg/(M ² -mm) | 1.077 | 1.358 | 1.100 | |
| | 至本区域截止累计 kg/(M ² -mm) | 1.077 | 0.824 | 0.730 | |

表 11 土质盐田在晒水过程中的损失系数

| | | 本实验结果 | 比蒸发系数 | Δ |
|------|-------------|--------|-------|------|
| 氯化钠区 | 淡水总蒸发能力(kg) | 142940 | | |
| | 卤水蒸发量(kg) | 70206 | | |
| | 蒸损系数 | 0.49 | 0.65 | 0.16 |
| 硫酸盐区 | 淡水总蒸发能力(kg) | 42446 | | |
| | 卤水蒸发量(kg) | 17337 | | |
| | 蒸损系数 | 0.41 | 0.50 | 0.09 |
| 光卤石区 | 淡水总蒸发能力(kg) | 26347 | | |
| | 卤水蒸发量(kg) | 9476 | | |
| | 蒸损系数 | 0.36 | 0.37 | 0.01 |

在晒水操作过程中, 根据上一蒸发阶段生成浓缩卤水量应等于下一蒸发阶段所需原料卤水的数量即可求得各蒸发析盐区间盐田面积的配置比例, 结果见表 12。

表 12 日晒蒸发过程中盐田面积的配置比例

| | | 氯化钠区 | 硫酸盐区 | 光卤石区 |
|-------------------------|---------|-------|-------|-------|
| 每公斤淡水蒸发能力 需要原料卤水量 kg | | 1.077 | 1.352 | 1.100 |
| 每公斤淡水蒸发能力生成 浓缩母液量 kg | | 0.399 | 0.683 | 0.513 |
| 盐田面积 | 占全面积百分数 | 67.1 | 20.3 | 12.6 |
| 配置比例 | 比例数值 | 100.0 | 29.4 | 18.2 |
| 设计计算的面积配置比例 | | 100.0 | 26.7 | 20.0 |

由表 12 所列结果可见,在日晒过程中,各蒸发结晶区的盐田面积配置:氯化钠区占 67.1%,硫酸盐区占 20.3%,光卤石区为 12.6%。

结 束 语

综上所述:

1. 通过本实验可以认为,在进行日晒工艺操作控制时,可以参照卤水比重变化,采用盐花法和枝条法收集盐样,根据盐类矿物的鉴定结果,以“过头”操作的方式进行。

2. 以比重为 1.241 的原料卤水,在土质盐田中蒸发浓缩到饱和氯化镁卤水时,累计析盐率为 28.5%,成卤率为 8.7%,蒸损率为 62.8%。

3. 在大柴旦地区,每平方米土质盐田,每接收一毫米淡水蒸发量,可以生成 0.062kg 饱和氯化镁卤水,需要比重为 1.241 的原料卤水 0.730kg。在晒水过程中各蒸发结晶区的盐田面积配置比例分别为:

| | |
|------|-------|
| 氯化钠区 | 67.1% |
| 硫酸盐区 | 20.3% |
| 光卤石区 | 12.6% |

参 考 文 献

- [1] 高世扬等:大柴旦盐湖的物理化学条件.
- [2] 高世扬等:大柴旦盐湖夏季组成卤水的天然蒸发.
- [3] А. Г. Бергман, и Г. П. Лужная;
Физико-химические основы изучения и использования соляных месторождений хлорид-сульфатного типа
(1951)
- [4] Н. С. Курпачков, и П. И. Пиколаев; изв. СФХЛ. АН СССР. (1938) 333—366.

Technologic Experiment of Da Chaidam Salt Lake Brine by Solar Evaporation

Gao Shiyang Liu Dagang

(Qinghai Institute of Salt Lake, Academia Sinica, Xining 810008)

Zhang Jireng

(Salt Company of P. R. China, Beijing)

Zhang Guoqiang

(Industry Bureau of Qinghai province, Xining, 810001)

Abstract

Based on the solar evaporation result of the brine taken from Da Chaidam salt lake in summer, the solar pond system with three stages has been designed and Constructed. And then ,the solar eveporation technologic experimant has been conducted, and the evaporation amount of brine,the amount of salt crystallized out and the concentrated brine obtained from each stage has been determined. At last, the optimum relative area ratio of leach stage in solar pond system has been given.

Keyword Dachadan salt lake, Solar eveporation