

光卤石分解制取氯化钾晶体粒度控制技术

谢玉龙¹, 赵亮²

(1. 青海中信国安联宇钾肥有限公司, 青海 格尔木 816000)

(2. 青海盐湖集团化工分公司生产部, 青海 格尔木 816000)

摘要: 讨论了 1×10^6 钾肥生产线光卤石分解、氯化钾结晶的晶体粒度影响因素, 给出了最佳工艺控制条件, 使氯化钾的产品粒度 $70\% > 0.2 \text{ mm}$, 基本达到了设计要求, 降低了湿产品的含水量, 减少了干燥成本。

关键词: 光卤石; 氯化钾; 粒度; 反浮选—冷结晶

中图分类号: TQ026.5

文献标识码: A

文章编号: 1008-858X(2010)02-0062-03

1×10^6 钾肥项目是国家西部大开发首批 10 大重点工程项目之一, 是青海省实施西部大开发的标志性工程。经过几代盐湖人的不懈努力, 盐湖企业在氯化钾生产技术进步方面取得了长足进展, 所生产的氯化钾产品在质量方面已达到国际先进水平, 但是, 产品结晶粒度尚未达到设计指标 ($> 0.2 \text{ mm}$), 给产品离心脱水造成不利影响, 导致离心脱水滤饼含水量大, 产品干燥天然气消耗量增加, 进而加大了生产成本。因此, 对结晶器工艺控制条件的进一步探索和研究是十分必要的。多年来, 无论从基本原理上还是在生产实践过程中, 对生产工艺均未进行过系统的研究和探索, 结晶器主要工艺参数的调整尚未达到最佳的运行状态。由于工艺参数主要依靠人为调整, 其稳定性较差, 使生产系统难以维持良好的稳定性, 在 1×10^6 结晶器设备群中体现得尤为突出。经过向国内相关高等院校和结晶专家的咨询, 认为现有的 1×10^6 冷结晶工艺在产品粒度、质量和收率方面均存在很大的挖掘潜力, 充分挖掘出这些潜力, 采用最佳的工艺运行参数, 不仅有利于增强生产系统的稳定性, 更有利于提高产品的粒度、质量和收率, 大幅降低生产成本, 对提高企业的经济

效益具有重要意义。

1 光卤石分解、氯化钾结晶原理

已有研究资料表明, 光卤石的分解是层次剥离和交替性溶解, 在光卤石分解过程中, 在 KC 溶解阶段, 溶液中 Mg^{2+} 和 K^+ 浓度变化情况是 $C_{Mg^{2+}} > C_{K^+}$; 在 KCl 结晶阶段, 溶液中 Mg^{2+} 和 K^+ 浓度变化情况是 $C_{Mg^{2+}} < C_{K^+}$ 。随着 $MgCl_2$ 溶解的进行, 溶液中 Cl^- 浓度增大, KCl 结晶析出。当光卤石 $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ 脱去之后, 表面的 KCl 一部分溶解进入溶液, 另一部分成为晶体颗粒脱离光卤石表面。在低温范围内, KC 结晶受表面反应控制, 而在较高温度范围内又是受扩散控制的。这是因为在较低温度下, KC 达到的饱和度较小, $MgCl_2$ 溶解速度较慢, KC 的结晶受光卤石溶解和结晶过程中的表面反应控制。在温度较高时, 因 KC 达到的饱和度较大, 结晶主要受浓差 ΔC 的影响, 扩散的控制是主要的。由此可以看出, 光卤石分解、氯化钾结晶析出的粒度与分解溶液的过饱和度和温度有密切关系。即光卤石被水分解时, $MgCl_2$ 迅速转入液相, 而 KC 同时进入液相后

收稿日期: 2009-09-08 修回日期: 2009-12-18

作者简介: 谢玉龙 (1973-), 男, 助理工程师, 主要从事盐田工艺管理工作。

(C)1994-2021 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. <http://www.cnki.net>

很快达到饱和, 其过饱和度很大, 通过初级成核, 进而在一定过饱和度的推动下生长成氯化钾晶体。

2 氯化钾产品粒度控制因素

2.1 分解液过饱和度的控制

从理论上讲, 溶质自溶液中结晶析出 (生成晶核和晶粒成长) 的推动力是结晶溶液的过饱和度。为了控制氯化钾的晶体粒度, 必须有效控制氯化钾晶体的一次成核速率, 即控制光卤石的分解速率。在实际操作过程中, 可以通过控制分解液中结晶氯化镁的含量, 达到这一目的。在实际生产过程中, 当分解液中氯化镁含量在 17% ~ 20% 时, 既能保证产品的质量又能保证产品的粒度。由此通过控制分解液氯化镁的浓度, 来控制光卤石的分解速度, 这样也就同时控制了光卤石分解和氯化钾结晶的速度, 由此控制了氯化钾的结晶粒度。

2.2 控制结晶器底流、溢流量及结晶器中分解液的相对密度, 提高晶体粒度及钾的回收率

将结晶器中分解液的相对密度控制在 1.226 ~ 1.272 之间时, 使氯化镁在溶液中的含量 $\geq 23\%$, 分解料浆中氯化钠和氯化钾微粒在结晶器中靠物料本身及悬浮液的物理特性逐渐形成上下分层。在结晶器中氯化钠和氯化钾含量 (质量分数) 相同情况下, 氯化钾晶体粒度远远大于氯化钠的晶体粒度, 因此, 大的氯化钾颗粒沉积在结晶器底部, 小的氯化钠颗粒及硫酸钙颗粒及悬浮物悬浮在结晶器的中上部。由于结晶器底部料浆中固体浓度的提高, 限制了小颗粒从结晶器底部排出的几率, 因此, 将底流料浆浓度控制在 20% 以上, 使小颗粒杂质通过溢流排出, 从而提高了进入下一工序 (洗涤工序) 的粗钾品位。因此, 控制结晶器的底流和溢流量也是生产过程中的重要环节。

2.3 控制结晶器中晶体的数量

根据结晶理论, 当晶核形成速度小于取出产品晶粒数目速度时, 积存在结晶器中的晶核数目就会逐渐减少, 就会得到较大粒度的产品。在实际生产中这是做不到的, 事实上结晶器内晶核的形成, 以及加料液中不可避免的微小质点尘粒的存在, 都会引起成核。为了保证产品的粒度生长, 往往将多余的细晶定期排出或部分连续排出, 并将其溶解后再送返结晶器。

大部分结晶操作中, 晶核的产生并不困难, 为得到一定粒度分布的产品, 则需要仔细控制结晶工艺条件, 因此结晶器操作要求严格。控制结晶器分解液的相对密度、细晶浓度、液体的搅拌速度, 定时排出底流, 因其结晶器中晶体粒度的长大都有重要影响。为在生产中得到一定粒度分布的产品, 必须要严格控制结晶器内细晶的数量。

3 结 论

通过生产实践, 在 1×10^6 钾肥生产线上, 通过控制结晶器内低钠光卤石分解液的相对密度、细晶浓度、液体的搅拌速度, 定时排出底流, 可间接控制结晶器中氯化钾的粒度, 当结晶器内分解液相对密度平均在 1.226 ~ 1.272 之间, 底流料浆浓度控制在 20% 以上, 结晶器内粗钾粒度 $> 0.2 \text{ mm}$ 的产品占 70.8%, 基本达到设计要求。

参考文献:

- [1] 夏树屏, 洪显兰, 高世扬. 钾光卤石溶解和氯化钾结晶动力学与机理研究 [J]. 盐湖研究, 1993, 1(4): 52-60
- [2] 谢康民, 赵亮, 等. 100万吨钾肥生产系统 [R]. 格尔木, 盐湖集团发展公司, 2004
- [3] 屈亚林. 100万吨钾肥生产工艺流程图 [R]. 格尔木, 盐湖集团发展公司, 2006

Crystal Grain size Control in the Process of Potassium Chloride Producing from Carnallite Decomposition Method

XIE Yu-long, ZHAO Lian-g

(1. Qinghai CiticGuoan Lianyu Potash Co. Ltd. Golmud, 816000, China;

2. Chemical Subsidiary Corporation, Qinghai Salt Lake Group Development Corporation,
Golmud, 816000, China)

Abstract: The impact factors of carnallite decomposition and potash crystal size in the process of mega-ton potash production in Qarhan salt lake are discussed. The better process technology parameters are presented. 70% of potash crystal size being above 0.2 mm, the design standards of potash size was achieved, the moisture content of potash product was cut down, and its desiccation cost was reduced.

Key words: Carnallite; Potassium chloride; Crystal size; Anti-floation and cool crystallization

《盐湖研究》2010年征订启事

《盐湖研究》是原国家科委批准的学术类自然科学期刊,由中国科学院青海盐湖研究所主办,科学出版社出版,1993年创刊并在国内外公开发行人。

《盐湖研究》是国内唯一的研究盐湖科学和技术的专业性期刊。面向国内外报导交流盐湖、地下卤水、油田水、海水等基础、应用、开发和技术及管理的研究报告、论文和成果,探讨其资源的分离提取技术与综合利用途径。

《盐湖研究》为季刊, A₄开本, 72页, 每季末月 5日出版发行。单价: 8.00元/本, 全年订价: 32.00元。中国标准刊号: ISSN1008-858X, CN63-1026/P 邮发代号: 56-20。全国各地邮局均可订阅, 也可直接与《盐湖研究》编辑部联系, 联系电话: 0971-6301683