

硫酸钾镁肥浮选尾矿热浸-冷结晶法 提取七水硫酸镁工艺研究

李海民¹, 雷光远², 陈育刚¹, 何勇峰²

(1. 中国科学院青海盐湖研究所, 青海 西宁 810008;
2. 国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司, 新疆 哈密 839000)

摘 要: 以国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司(简称国投罗钾)提供的硫酸钾镁肥浮选尾矿和氯化镁饱和卤水为原料, 探索出了一条以硫酸钾镁肥浮选尾矿为原料, 以氯化镁饱和溶液为浸取介质, 通过中温溶浸、冷却结晶(包括盐田冷析)等工艺方法制取七水硫酸镁的工艺路线, 给出了各工序的工艺技术条件及主要技术指标。

关键词: 硫酸钾镁肥; 热浸-冷结晶法; 七水硫酸镁

中图分类号: TQ132.2

文献标识码: A

文章编号: 1008-858X(2012)02-0044-08

1 前 言

硫酸镁, 通常泛指七水硫酸镁($MgSO_4 \cdot 7H_2O$), 又名泻盐、泻利盐、硫苦、苦盐、镁黄氧、麻苦乐儿, 是一种重要的无机化工原料, 在医药、食品、重工业、轻工业、农业等方面都具有广泛的应用。

为了综合利用硫酸钾镁肥浮选尾矿中的镁和硫酸根资源, 提高盐湖资源综合利用率, 2009年4月国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司与中国科学院青海盐湖研究所签署了“硫酸钾镁肥浮选尾矿非浮选法分离提取七水硫酸镁技术探索试验”合同。根据合同提出的技术要求, 我所进行了此项试验。通过实验室探索试验, 给出了通过中温溶浸、冷却结晶、粗镁精制等制取七水硫酸镁的工艺流程, 确定了试验的工艺流程、各工序的工艺条件及工艺技术指标, 试验指标达到了合同规定的要求。

2 试 验

2.1 试验原料

硫酸钾镁肥浮选试验尾矿, 约 200 kg。将 200 kg 矿全部混均, 用四分法缩分取样, 对样品主要化学成分进行化学分析、偏光显微镜矿物鉴定及 X 射线粉晶衍射矿物鉴定。

硫酸钾镁肥浮选试验尾矿样品主要化学成分试验结果见表 1。

表 1 硫酸钾镁肥浮选尾矿主要化学成分试验结果
Table 1 Chemical composition of the flotation tailing of potash-magnesium sulphate fertilizer

样品 编号	主要化学成分(w / %)					
	K ⁺	Mg ²⁺	Na ⁺	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	H ₂ O
XPS-0	0.48	5.30	16.85	28.11	18.65	30.61

表 2 罗布泊盐湖盐田老卤主要化学成分试验结果
Table 2 Chemical composition of the old brine in Lop Nur salt lake

样品 编号	主要化学成分 (w/%)					
	K ⁺	Mg ²⁺	Na ⁺	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	H ₂ O
XBL	0.09	8.42	0.02	23.00	2.27	66.20

氯化镁老卤, 约 150 kg。将老卤摇匀, 然后取混合样进行化学分析, 老卤样品的化学分析结果见表 2。

2.2 硫酸钾镁肥浮选尾矿中温热浸取七水硫酸镁试验主要工艺原理及试验流程

由试验原料主要成分化学分析结果及矿物鉴定结果可知, 硫酸钾镁肥浮选尾矿主要矿物构成为氯化钠、七水硫酸镁。该原料相化学成分构成属 Na⁺, Mg²⁺ // Cl⁻, SO₄²⁻ - H₂O 四元交互体系。依据 Na⁺, Mg²⁺ // Cl⁻, SO₄²⁻ - H₂O 四元交互体系相化学原理, 结合原料的化学组成, 采用低镁溶液中温溶浸硫酸钾镁肥浮选尾矿中的硫酸镁, 保温固液分离除去溶浸料浆氯化钠, 滤液强制冷却结晶析出七水硫酸镁或依据罗布泊地区昼夜温差变化冷却结晶析出七水硫酸镁, 由此实现浮选尾矿中氯化钠与七水硫酸镁的分离, 得到粗制七水硫酸镁中间产品。粗制七水硫酸镁精制得到工业级七水硫酸镁。试验过程中采用的低镁溶浸液由氯化镁饱和卤水配置, 溶浸温度选择在 40 ~ 80℃ 之间进行, 具体

溶浸工艺温度条件依据试验确定。溶浸冷析液、粗制七水硫酸镁精制液循环使用, 以减少淡水用量及盐田老卤的返回量, 提高原料中镁和硫酸根的收率(图 1)。

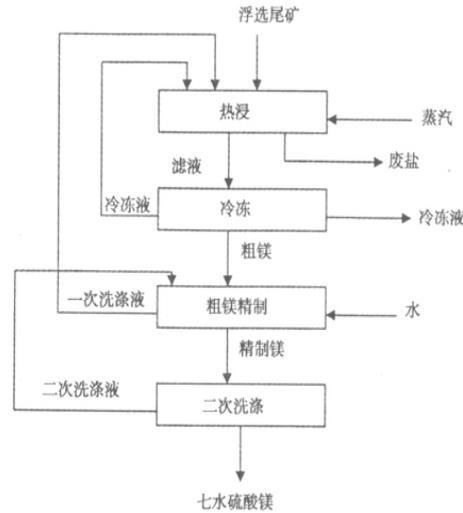


图 1 硫酸钾镁肥浮选尾矿制取七水硫酸镁原则工艺流程

Fig.1 Technical flow of MgSO₄·7H₂O produced from the tailing of potash-magnesium sulphate fertilizer flotation

2.3 主要试验仪器、设备

试验过程中所用主要试验仪器、设备见表 3。

表 3 试验使用的主要试验仪器、设备一览表
Table 3 Main apparatus used in present experiment

仪器设备名称	型号	生产厂家	备注
数显恒速搅拌机	S312	上海申生科技有限公司	
冰箱			家用型
旋片式真空泵	2XZ-2	上海真空泵厂	
电子天平	AB104-N	METTLER TOLEDO	
X 粉晶衍射仪	X'Pert PRO	PANalytica	Cu 靶 40kV 30mA
偏光显微镜	XPT-6	江南光学仪器厂	带折光油
超级恒温水浴	LB801-2	辽阳市恒温仪器厂	

2.4 硫酸钾镁肥浮选尾矿中温溶浸七水硫酸镁工艺条件试验

酸镁工艺试验条件的确定 由 Na⁺, Mg²⁺ // Cl⁻, SO₄²⁻ - H₂O 四元交互体系多温相图分析, 在常压下影响硫酸钾镁肥浮选尾矿中温溶浸七水硫酸镁的因素主要有溶浸温度、尾矿与老卤及

水的配矿比例等。依据上述中温溶浸七水硫酸镁的影响因素 参考已报道的相关文献资料^[1-3] 以

正交试验设计理论为指导 进行了正交试验方案设计。溶浸工艺试验正交试验条件见表 4。

表 4 硫酸钾镁肥浮选尾矿、老卤、水溶浸七水硫酸镁正交试验工艺条件

Table 4 Orthogonal experimental technological conditions for the flotation tailing of potash-magnesium sulphate fertilizer, the old brine and the water for $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ leaching

试验条件 试验水平	A(温度/℃)	B(老卤量: 加矿量)	C(加水量: 加矿量)
1	A	1.5:1	0.5:1
2	B	2.0:1	0.6:1
3	C	2.2:1	0.7:1
4	D	2.5:1	0.8:1

根据上述试验条件表 结合正交试验理论, 拟定了浮选尾矿溶浸七水硫酸镁的工艺试验条件。浮选尾矿溶浸七水硫酸镁工艺试验条件见

表 5。在此表中试验因素只有 3 个, 所以表中 4、5 列的试验因素只作为确定工艺试验条件的参考因素 不作为具体试验条件。

表 5 硫酸钾镁肥浮选尾矿、老卤、水热浸取七水硫酸镁试验条件正交表 [L16(4⁵)]

Table 5 Orthogonal table of the flotation tailing of potash-magnesium sulphate fertilizer, the old brine and the water for $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ hot leaching

试验号	列 号				
	1(A)	2(B)	3(C)	4	5
1	1(A℃)	1(1.5:1)	1(0.5:1)	1	1
2	1	2(2.0:1)	2(0.6:1)	3	3
3	1	3(2.2:1)	3(0.7:1)	3	3
4	1	4(2.5:1)	4(0.8:1)	4	4
5	2(B℃)	1	2	3	4
6	2	2	1	4	3
7	2	3	4	1	2
8	2	4	3	2	1
9	3(C℃)	1	3	4	2
10	3	2	4	3	1
11	3	3	1	2	4
12	3	4	2	1	3
13	4(D℃)	1	4	2	3
14	4	2	3	1	4
15	4	3	2	4	1
16	4	4	1	3	2

2) 硫酸钾镁肥浮选尾矿、老卤、水溶浸取七水硫酸镁工艺试验及结果 按照上述正交试验表所拟定的工艺试验条件进行热浸取试验。按照表 5 确定的工艺条件进行配料, 将配好原

料的烧杯放入恒温的恒温水浴中, 在恒温条件下搅拌浸取 30 ~ 90 min, 浸取完成料浆保温过滤, 滤液冷却结晶析出七水硫酸镁。硫酸钾镁肥浮选尾矿热浸取试验结果见表 6、表 7。

表6 硫酸钾镁肥浮选尾矿热浸取试验固相化学分析结果

Table 6 Chemical analysis results for the hot leached solid phase of the flotation tailing of potash-magnesium sulphate fertilizer

编号	温度	矿: 卤: 水	主要化学成分(w/%)					除钠率 (w/%)
			K ⁺	Mg ²⁺	Na ⁺	Cl ⁻	SO ₄ ⁻²	
XPS-0			0.48	5.3	16.85	28.11	18.65	
LXPS-1	A°C	1:1.5:0.5	0.08	3.63	24.83	40.2	11.84	86.93
LXPS-2	A°C	1:2.0:0.6	0.13	1.16	33.79	54.36	1.67	79.21
LXPS-3	A°C	1:2.2:0.7	0.1	1.14	34.30	54.38	2.6	78.38
LXPS-4	A°C	1:2.5:0.8	0.1	0.61	36.51	57.22	1.26	73.66
LXPS-5	B°C	1:1.5:0.6	0.1	2.17	29.70	48.14	5.51	81.08
LXPS-6	B°C	1:2.0:0.5	0.1	1.31	32.83	53.32	1.63	85.72
LXPS-7	B°C	1:2.2:0.8	0.05	0.7	35.60	56.46	0.69	68.66
LXPS-8	B°C	1:2.5:0.7	0.1	0.9	34.77	55.77	0.75	76.35
LXPS-9	C°C	1:1.5:0.7	0.12	0.77	35.30	56.31	0.64	74.38
LXPS-10	C°C	1:2.0:0.8	0.1	0.75	35.83	56.87	0.87	64.85
LXPS-11	C°C	1:2.2:0.5	0.11	1.04	34.25	55.53	0.54	86.37
LXPS-12	C°C	1:2.5:0.6	0.1	0.78	35.73	56.9	0.75	81.64
LXPS-13	D°C	1:1.5:0.8	0.1	0.92	34.89	55.64	1.25	71.44
LXPS-14	D°C	1:2.0:0.7	0.11	1.23	33.22	53.78	1.52	77.87
LXPS-15	D°C	1:2.2:0.6	0.06	0.91	33.20	53.23	0.89	83.73
LXPS-16	D°C	1:2.5:0.5	0.12	1.34	33.67	54.79	1.54	83.93

注: XPS-0 为原矿。

表7 硫酸钾镁肥浮选尾矿热浸取试验液相分析结果

Table 7 Chemical analysis results for the hot leached liquid phase of the flotation tailing of potash-magnesium sulphate fertilizer

编号	主要化学成分(w/%)					浸镁率 (w/%)
	K ⁺	Mg ²⁺	Na ⁺	Cl ⁻	SO ₄ ⁻²	
LXPL-1	0.21	6.84	1.31	15.71	8.75	62.54
LXPL-2	0.2	6.82	1.31	16.61	7.43	96.46
LXPL-3	0.2	6.68	1.42	16.66	7.05	94.63
LXPL-4	0.15	6.61	1.46	16.89	6.48	97.70
LXPL-5	0.2	6.58	1.71	15.78	8.45	86.41
LXPL-6	0.15	7.1	1.16	16.97	7.67	96.15
LXPL-7	0.16	6.51	1.73	16.58	7.07	98.80
LXPL-8	0.19	6.91	1.07	17.34	6.29	98.51
LXPL-9	0.2	6.44	1.77	15.76	8.05	98.78
LXPL-10	0.17	6.36	1.94	16.65	6.85	98.58
LXPL-11	0.21	7.4	0.87	17.47	7.66	98.77
LXPL-12	0.2	7.3	0.95	17.93	6.8	98.45
LXPL-13	0.2	6.51	-3.57	7.36	8.54	97.69
LXPL-14	0.2	6.94	1.65	17.22	7.79	96.78
LXPL-15	0.21	7.39	1.35	18.06	7.82	97.97
LXPL-16	0.2	7.58	1.07	18.49	7.38	96.53

按照脱除氯化钠的效果进行极差分析。极差的大小顺序 $R_c > R_a > R_b$,加水量是关键因素。各因素水平选择 ,加水量:加矿量 , C_1 , 0.5:1;加入老卤量:加矿量 , B_3 ,2.2:1;温度 , A_1 ,40℃;最优方案 $A_1B_3C_1$ (浸取温度 40℃ ,加矿量:加老卤量:加水量 = 1:2.2:0.5)。

按照浸取镁的效果进行极差分析。极差的大小顺序 $R_b > R_a > R_c$,但各因素之间差异较小。各因素水平选择 ,加水量:加矿量 , C_4 , 0.8:1;加入老卤量:加矿量 , B_4 ,2.5:1;温度 , A_3 ,60℃;最优方案 $A_3B_4C_4$ (浸取温度 60℃ ,加矿量:加老卤量:加水量 = 1:2.5:0.8)。

综合脱除氯化钠和浸取镁两项指标 ,试验 6、11、15、16 组效果较好。

3) 硫酸钾镁肥浮选尾矿浸取液冻结结晶七水硫酸镁试验 为了求取浸取与浸取液冷却结晶七水硫酸镁联合工艺较佳的试验条件 ,结合已有浸取试验结果及相化学理论 ,制定的浸取、浸取液冷却结晶七水硫酸镁工艺试验条件见表 8。

依据上述工艺条件 ,首先进行浸取试验 ,浸取试验所得的母液进行冷却结晶七水硫酸镁试

表 8 浸取及浸取液冷却结晶七水硫酸镁联合工艺试验条件表

Table 8 Experimental technological conditions of leaching and the leached liquid for cold crystallization

热浸温度 /℃	配料 (原矿:老卤:水)	冷冻温度 /℃
B	1:2.0:0.5	T1
B	1:2.2:0.5	T5
B	1:2.0:0.5	T10
E	1:2.0:0.6	T0
E	1:2.0:0.6	T5
E	1:2.0:0.6	T10
A	1:2.0:0.6	T0
A	1:2.0:0.6	T5
A	1:2.0:0.6	T10

验。冷却结晶七水硫酸镁试验在冰箱中进行。参考已有硫酸镁冷却结晶有关文献^[3] ,初步确定热浸取液冷却结晶析出硫酸镁的温度为 -15~0℃ ,并以此温度为基准 ,进行热浸取液冷却结晶硫酸镁的冷却结晶温度试验。浸取试验及冷却结晶试验结果见表 9、表 10。

表 9 浸取试验及所得母液冷却结晶七水硫酸镁试验固相化学分析结果

Table 9 Chemical analysis results for the solid phase of leaching and the mother solution of cold crystallization during $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ produced

编号	热浸温度 /℃	矿:卤:水	冷冻温度 /℃	化学成分 (w%)					冷析硫酸镁纯度 (w%)	硫酸镁收率 (w%)
				K^+	Mg^{2+}	Na^+	Cl^-	SO_4^{2-}		
SLXPS25-1	B	1:2.0:0.5	T1	0	8.89	3.76	7.05	33.44	85.77	97.58
SLXPS-11	B	1:2.2:0.5	T5	0	8.93	3.27	7.16	32.43	83.18	91.29
SLXPS25-2	B	1:2.0:0.5	T10	0	9.35	3.89	6.83	35.84	91.92	60.53
SLXPS24-2	E	1:2.0:0.6	T0	0	8.63	3.73	7.09	32.3	82.84	99.58
SLXPS24	E	1:2.0:0.6	T5	0	8.87	2.91	6.36	32.53	83.43	94.19
SLXPS24-1	E	1:2.0:0.6	T0	0	8.54	3.97	8.68	30.28	77.66	77.93
SLXPS2-3	A	1:2.0:0.6	T0	0	8.91	3.02	8.15	33.49	90.20	94.48
SLXPS2-2	A	1:2.0:0.6	T5	0	8.79	3.15	6.41	32.63	83.69	73.48
SLXPS2-1	A	1:2.0:0.6	T10	0	8.55	3.95	7.51	31.87	81.74	81.95
SLXPS-H				0	8.73	3.78	7.62	32.09		

表 10 浸取试验及所得母液冷却结晶七水硫酸镁试验液相化学分析结果

Table 10 Chemical analysis results for the liquid phase of leaching and the mother solution of cold crystallization during $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ produced

编号	主要化学成分(w/%)				
	K^+	Mg^{2+}	Na^+	Cl^-	SO_4^{2-}
SLXPL25 - 1	0.24	6.71	0.95	19.59	2.26
SLXPL - 11	0.29	7.16	0.54	20.02	2.67
SLXPL25 - 2	0.23	6.87	1.04	18.63	4.36
SLXPL24 - 2	0.25	6.53	0.91	19.26	1.93
SLXPL24	0.22	6.52	0.62	18.99	1.6
SLXPL24 - 1	0.24	6.67	1.00	18.46	3.73
SLXPL2 - 3	0.24	6.47	0.97	18.95	2.22
SLXPL2 - 2	0.24	6.54	1.07	19.04	2.58
SLXPL2 - 1	0.23	6.62	1.2.5	18.09	4.55
SLXPL - H	0.24	6.68	0.92	19.00	2.88

由试验结果可知,热浸取及热浸取液冷却结晶七水硫酸镁的较佳工艺条件:热浸取温度 $E^{\circ}C$; 配料比 1:2.0:0.6; 冷却结晶温度 $T5^{\circ}C$ 。此时热浸取液冷却结晶所得粗七水硫酸镁纯度 83.43%, 硫酸镁收率 94.19%。

4) 冷冻结晶七水硫酸镁精制工艺条件试验 热浸取液冷却结晶得到的七水硫酸镁夹带有母液和少量的其他无机盐杂质,为了得到符合合同约定的七水硫酸镁产品,必须对冷却结晶析出的粗制七水硫酸镁进行精制,以得到符合合同约定要求及国家规定要求的相关产品。为探索粗制七水硫酸镁的精制工艺条件,将热浸取优化工艺条件和冷却结晶优化工艺条件下所得到的粗制七水硫酸镁试验样品进行混合,作为粗镁精制的试验原料,进行批次试验。混合后大样编号为 SLXPS-H。SLXPS-H 的主要

化学组成 K^+ 0%, Mg^{2+} 8.73%, Na^+ 3.78%, Cl^- 7.62%, SO_4^{2-} 32.09%; 主要化合物构成, $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ 82.31%, $MgCl_2$ 5.10%, $NaCl$ 9.62%。

根据相关文献及相图理论,对于热浸取滤液冷却结晶析出的七水硫酸镁的精制分别进行了不同工艺条件下的精制试验。

i. 冷析液调浆条件下粗硫酸镁精制工艺试验 七水硫酸镁精制时用少量冷析液(热浸取液冷却结晶析出粗七水硫酸镁后的母液)作为精制过程的调浆液,以调节精制过程中料浆的固液比,使粗硫酸镁在精制时达到充分分散洗涤的目的。

粗硫酸镁经过两次调浆洗涤,即可达到合同规定的产品要求。试验结果见表 11、表 12。二次洗涤试验的试验操作程序与第一次相同。

表 11 一次洗涤后硫酸镁二次洗涤试验固相化学分析结果

Table 11 Chemical analysis results for the solid phase of the second scrubbed $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ with once scrubbed

编号	粗镁:水:冷析液	温度 / $^{\circ}C$	主要化学成分(w/%)					$MgSO_4$ (w/%)	$NaCl$ (w/%)	固液比 /%	镁收率 /%
			K^+	Mg^{2+}	Na^+	Cl^-	SO_4^{2-}				
ZJSMS - 12	1: a: b	16 - 17	0	9.41	0.58	0.32	37.97	97.39	1.47	36.9	39.95
ZJSMS - 34	1: a: 0.0	9 - 16	0	9.65	0.33	0.22	38.53	98.82	0.83	42.90	46.43

表 12 一次洗涤后硫酸镁二次洗涤试验液相化学分析结果

Table 12 Chemical analysis results for the liquid phase of the second scrubbed $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ with once scrubbed

编号	粗镁:水:冷析液	温度 /°C	主要化学成分(w/%)					$MgSO_4$ (w/%)
			K^+	Mg^{2+}	Na^+	Cl^-	SO_4^{2-}	
ZJSML-12	1:0.4:0.4	16-17	0.02	4.62	—	3.24	16.68	97.39
ZJSML-34	1:0.4:0.0	9-16	0	4.84	—	0.61	19.36	98.82

粗硫酸镁经过两次精制之后,产品的质量达到合同约定及国家产品质量标准,但是产品的回收率较低,并且低于合同约定的要求,为了提高产品的回收率,需进行冷析液、精制液闭路循环试验。

ii. 硫酸钾镁肥浮选尾矿浸取—冷冻结晶七水硫酸镁母液循环试验 在对硫酸钾镁肥浮选尾矿热浸取—冷却结晶分离提取七水硫酸镁、七水硫酸镁精制试验的基础上,综合上述工

艺各工序试验最佳条件,进行冷析液、精制液闭路循环试验,考查浮选尾矿热浸取—冷却结晶分离提取七水硫酸镁冷析液、一次洗涤液、二次洗涤液循环利用情况下,各工艺参数的变化情况。

依据浸取试验、冷冻结晶试验、精制试验的试验结果,制定了冷析液、一次洗涤液、二次洗涤液循环利用试验方案,各工序母液循环利用工艺试验结果见表 13。

表 13 洗涤液、冷析液循环利用制备七水硫酸镁所得产品品位及收率情况

Table 13 Product grade and the yield results of $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ produced with the scrubbed solution and the cold crystallized solution cyclic utilization

试验序号	洗涤精制 次数(次)	试验产品 Cl/%	试验产品 品位/%	试验产品 收率/%	备注
11	1	0.27	99.21	56.89	直接水洗 1:0.5
12	1	0.38	97.36	56.77	直接水洗 1:0.5
13	1	0.43	97.49	57.46	直接水洗 1:0.5
14	2	0.56	97.70	62.09	直接水洗 1:0.4
15	2	0.14	96.96	59.77	二次洗涤液、水作一洗 水作二洗
16	2	0.12	96.55	59.37	二次洗涤液、水作一洗 水作二洗
17	2	0.11	98.17	62.11	二次洗涤液、水作一洗 水作二洗
18	2	0.12	96.55	73.69	二次洗涤液、水作一洗 水作二洗
19	2	0.14	96.96	73.51	二次洗涤液、水作一洗 水作二洗
20	2	0.19	93.32	74.09	二次洗涤液、水作一洗 水作二洗
均值		0.14	96.42	67.09	

由上述试验结果可以看出,二次洗涤液全部返回到一次洗涤工序,配以一定比例的水作一次洗涤液,用于粗制硫酸镁的第一次洗涤;粗镁一次洗涤后的洗涤液全部返回到热浸取工序浸取硫酸钾镁肥浮选尾矿中的硫酸镁;冷析液基本全返回热浸取工序,少量排放以维持浸取操作的物料平衡,这样产品的品位和收率均能达到合同约定及国家产品质量标准要求,即产品品位 $\geq 98\%$, Cl 含量 $\leq 0.30\%$,回收率

$\geq 67.09\%$ 。

3 结 论

通过工艺试验研究表明,以硫酸钾镁肥浮选尾矿为原料,经过中温浸取、低温冷冻、两次精制等工艺过程,可以得到符合国家产品质量标准的七水硫酸镁产品,流程稳定可靠。各工艺过程具体工艺条件如下。

1) 硫酸钾镁肥浮选尾矿浸取七水硫酸镁工序最佳工艺试验条件, 浸取温度范围 $E \pm 5^{\circ}\text{C}$; 最佳溶浸配矿比, 原料矿: 老卤: 水 = 1: 2. 0 ~ 2. 2: 0. 4 ~ 0. 6, 在此溶浸工艺条件范围内浸取试验平均排钠率 83%, 镁平均浸取率 97%。

2) 热浸取液冷却结晶七水硫酸镁的较佳工艺条件, 冷却结晶温度, $T/^{\circ}\text{C}$, 此时热浸取液冷却结晶所得粗七水硫酸镁纯度 83. 43%, 硫酸镁收率 94. 19%。

3) 粗镁洗涤精制工序, 粗镁两次洗涤精制, 第二次的洗涤母液全部返回到一次洗涤工序, 作为第一次洗涤液; 用淡水作第二次洗涤液进行第二次洗涤; 洗涤精制工序硫酸镁平均回收率 50%。

4) 硫酸钾镁肥浮选尾矿浸取 - 冷冻制取粗七水硫酸镁, 粗七水硫酸镁两次精制制取硫

酸镁产品, 二次洗涤液全部返回到一次洗涤工序, 用于粗制硫酸镁的第一次洗涤, 粗镁一次洗涤后的洗涤液全部返回到热浸取工序做浸取液循环利用, 冷析液基本全返回热浸取工序, 少量排放以维持浸取操作的物料平衡, 这样产品的品位和收率均能达到合同约定及国家产品质量标准要求, 即产品品位 $\geq 98\%$, Cl 含量 $\leq 0. 30\%$, 全流程硫酸镁回收率 $\geq 65\%$ 。

参考文献:

[1] 李天文, 王向荣. 运城盐湖 $\text{Na}^+, \text{Mg}^{++} // \text{Cl}^-, \text{SO}_4^{2-} - \text{H}_2\text{O}$ 体系盐类提取工艺研究[J]. 无机盐工业, 1991, (8): 3 - 6.
[2] 陈明. 粗镁转溶法精制七水硫酸镁工艺浅析[J]. 苏盐科技, 2000(3): 8 - 9.
[3] 李刚. 利用盐湖卤水制取七水硫酸镁的研究[J]. 海湖盐与化工[J]. 2000, 29(3): 27 - 29.

Synthesis Technology of $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ Produced with Flotation Tailing of Potassium-Magnesium Sulphate Fertilizer through Hot Leaching and Cooling Crystallization

LI Hai-ming¹, LEI Guang-yuan², CHENG Yu-gang¹, HE Yong-feng²

(1. Qinghai Institute of Salt Lakes, Chinese Academy of Sciences, Xining, 810008, China;

2. SDIC, Xinjiang Lop Nur Potash Co., Ltd. Hami, 839000, China)

Abstract: The $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ synthesis flowchart has been given with the flotation tailing of potash-magnesium sulphate fertilizer form Xinjiang Lop Nur Potash Co., Ltd. SDIC and the MgCl_2 saturated brine. The mesothermal leaching, cooling crystallization (cold exhalation in salt lake) and other technology processes were discussed, and the optimal parameters for those technology processes were given.

Key words: Potash magnesium sulphate fertilizer; Hot leaching and cooling crystallization; Magnesium sulfate heptahydrate

《盐湖研究》合订本征订启事

《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。《盐湖研究》自公开发行以来, 深受广大读者的厚爱, 为了便于我刊读者和文献情报服务单位系统收藏, 编辑部藏有 94 - 95 年、96 - 97 年、98 - 99 年、2000 年、2001 - 2002 年、2003 年、2004 - 2005 年、2006 - 2007 年、2008 - 2009 年合订本, 每年册仅收取工本费 90 元。数量有限, 欲购者请与《盐湖研究》编辑部联系, 联系电话: 0971 - 6301683