

# 由盐田水氯镁石制取食品级氯化镁的研究

姬连敏,刘志启,李丽娟,宋雪雪,曾忠民,

聂 锋,徐德芳,宋富根,时 东

(中国科学院青海盐湖研究所,中国科学院盐湖资源综合高效利用  
重点实验室,青海 西宁 810008)

**摘 要:**研究了氯化镁原矿与二次水的溶解实验,采用 ICP 和 XRD 对滤液及滤渣组成进行了分析。结果表明:100 mL 二次水溶解 350 g 氯化镁原矿,经过滤后滤液中 NaCl、KCl 和 CaSO<sub>4</sub> 含量达到最低值。滤液经一段和二段蒸发水量分别为 16.25 g 和 45.34 g,二段蒸发结晶产品的杂质 NaCl、KCl 和 CaSO<sub>4</sub> 含量(%) 达到最低值,分别为 0.46、0.12 和 0.042。通过溶解实验,在最大程度上增大了溶液中氯化镁的质量分数,减少了溶液中杂质含量,为一段蒸发析晶除杂及二段蒸发结晶降低了能耗、节约了生产成本。

**关键词:**食品级;氯化镁;纯化;溶解

中图分类号:O614.22

文献标识码:A

文章编号:1008-858X(2017)03-0051-10

## 引 言

食用氯化镁(MgCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O)作为添加剂在食品、食盐、矿泉水、医药等行业具有较为广泛的应用<sup>[1-4]</sup>。由于我国食用级氯化镁生产较晚,多年来该产品在国内食品行业的应用较少,且其相关规范尚属空白。2003年12月11日,我国首发了《食用氯化镁》(QB2604-2003)行业标准,把食品级氯化镁确定为食品稳定剂和凝固剂,并于2011年2月21日实施了食品添加剂氯化镁国家标准“食品安全国家标准,食品添加剂氯化镁 GB25584—2010”,其理化指标见表1。同时《食品安全国家标准食品添加剂使用卫生标准》(GB2760-1996-2005)明确规定,在食品生产过程中所使用的添加剂必须是食品级。随着人们健康意识的提高,这一标准的实施,对规范我国食用氯化镁产品的生产与市场销

售起到了积极的推动作用,改变了我国食品行业中由工业氯化镁作为食品添加剂的状况<sup>[5]</sup>。

我国盐湖卤水中蕴含着丰富的镁资源<sup>[6]</sup>,青海是我国盐湖分布的最主要地区,察尔汗盐湖是我国正在开发的钾肥基地,随着氯化钾生产规模的不断扩大,副产的氯化镁不断增加。目前副产氯化镁约 $2\ 400 \times 10^4 \sim 3\ 000 \times 10^4$  t/a,作为氯化镁初级产品年销售 $30 \times 10^4 \sim 50 \times 10^4$  t,大量的氯化镁没有利用<sup>[7-9]</sup>。这不仅造成了镁资源的浪费,而且对盐湖自然环境造成破坏并形成“镁害”<sup>[10]</sup>。以盐湖富产氯化镁为原料生产食品级氯化镁,是盐湖镁资源的又一有效利用途径,将对盐湖镁资源综合利用起到积极作用。

目前,最常用的工艺流程主要为一段蒸发除去可溶性杂质 NaCl、KCl,再经二段蒸发结晶得到氯化镁产品。但蒸发终止沸点需要严格控制,否则对杂质析出程度影响很大<sup>[11]</sup>。

本文以察尔汗盐湖副产氯化镁为原料,利

收稿日期:2016-05-05;修回日期:2016-07-26

基金项目:青海省科技厅资助项目(2014-GX-C10)和(2015-GX-CO3A)

作者简介:姬连敏(1982-),女,硕士,副研究员,主要从事盐湖锂镁资源综合利用研究。Email:jilm@isl.ac.cn。

通信作者:李丽娟,Email:lilj@isl.ac.cn;刘志启,Email:zqliu@isl.ac.cn。

用一定量二次水中溶解不同重量的氯化镁原矿,进行矿物溶解预处理研究,目的是为了尽可能减少进入蒸发阶段中溶液的杂质含量,缩短工艺流程,增大可控操作范围。通过电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP)和 X 射线衍射分析

法(简称 XRD)分析滤液成分及滤渣组成,着重对滤液中的杂质含量进行对比研究,从而确定滤液中杂质含量最少条件下,进行溶矿所需的氯化镁原矿与二次水最佳固液重量比。

表 1 食品添加剂氯化镁理化指标

Table 1 Physicochemical indexes for magnesium chloride as food additives

项 目			指 标
氯化镁/%	以 $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ 计	$\geq$	99.0
	以 $MgCl_2$ 计	$\geq$	46.4
钙(Ca)/%		$\leq$	0.10
硫酸盐(以 $SO_4$ 计)/%		$\leq$	0.40
水不溶物/%		$\leq$	0.10
色度/黑曾		$\leq$	30
铅(Pb)/(mg · kg <sup>-1</sup> )		$\leq$	1
砷(As)/(mg · kg <sup>-1</sup> )		$\leq$	0.5
铵(NH <sub>4</sub> )/(mg · kg <sup>-1</sup> )		$\leq$	50

## 1 实 验

### 1.1 主要原料

氯化镁原矿,格尔木正海镁业科技开发有限公司提供。

### 1.2 仪器设备

搅拌器 IKA EUROSTAR 60;油浴锅;DF-101S 集热式恒温加热磁力搅拌器;ICP 光谱仪,美国热电公司 ICAP 6500 DUO 和 X 射线衍射仪 PANalytical B. V. X'Pert Pro。

## 2 步 骤

### 2.1 六水氯化镁原料全分析

分别精确称量原料 20.050 3 g(M-1)和

5.003 0 g(M-2)至烧杯中,加入二次水搅拌溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中;采用加热后的二次水洗涤水不溶物至无  $Cl^-$ ,定容,摇匀;水不溶物(105 ± 2) °C 烘干恒重。采用 EDTA 容量法测定  $Mg^{2+}$ 、 $Cl^-$ , ICP 测试  $Ca^{2+}$ 、 $K^+$ 、 $Na^+$ 、As、Pb、 $SO_4^{2-}$ 、 $B_2O_3$ 。

### 2.2 溶解实验

1)分别称取一定量原矿溶解至 100 mL 二次水中,采用 IKA EUROSTAR 60 搅拌器在 300 r/min 搅拌 30 min,抽滤,分别量取滤液总体积,取 10 mL 滤液称量并计算滤液密度。

2)移取 1)中滤液 10 mL 至 100 mL 容量瓶中,稀释 100 倍采用 EDTA 容量法测定  $Mg^{2+}$ 、 $Cl^-$ 。稀释 200 倍进行 ICP 测试  $Na^+$ 、 $K^+$ 、 $Ca^{2+}$ 、 $SO_4^{2-}$ 。

3)将 1)中得到的滤渣于(70 ± 5) °C 烘干恒重,研磨,过 200 目筛后,进行 XRD 分析测试。

### 2.3 氯化镁溶液蒸发结晶实验

1)制取母液 按照 M-6 试验的配比(350 g 原料/100 mL 二次水),称取一定量原料溶于二次水中,采用 IKA EUROSTAR 60 搅拌器在300 r/min 下搅拌 30 min,抽滤,滤渣及滤液分别称重。

2)一段蒸发析晶除杂 将前面制得的滤液加热至(110±5)℃,保温沉降时间为2h后过滤。

3)二段蒸发结晶 为了得到六水氯化镁晶体,再将一段蒸发母液加热至 140~150℃,又蒸发掉一部分水分后,冷却至 40℃后过滤,最后转移至离心机离心分离,得到晶体氯化镁产品,采用 EDTA 容量分析法分析产品中的  $Mg^{2+}$  含量,采用 ICP 分析  $Na^+$ 、 $K^+$ 、 $Ca^{2+}$ 、 $SO_4^{2-}$  含量。

工艺流程如图 1 所示。

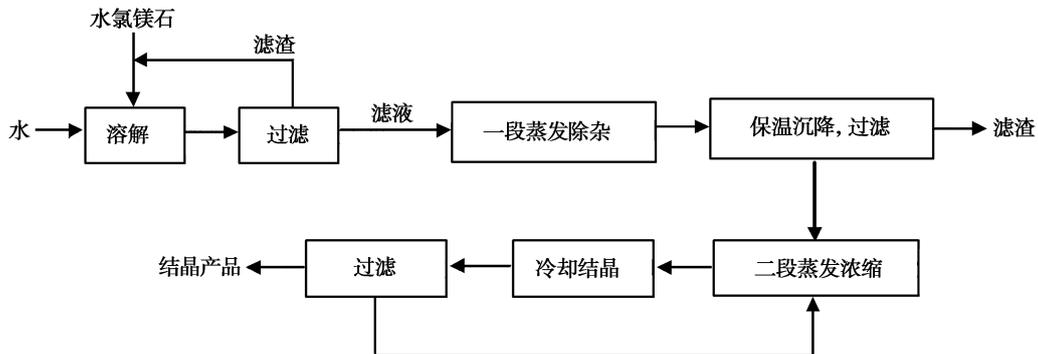


图 1 食品级氯化镁纯化工艺流程图

Fig. 1 Process flowsheet for food-grade magnesium chloride purification

## 3 结果与讨论

### 3.1 溶解度实验

为了确保分析测试的准确性,称取两组不

同重量(5 g 和 20 g)原矿进行对比全分析,其分析结果列于表 2 中。由表 2 中氯化镁原矿的两组全分析结果可知,氯化镁原矿中 As、 $B_2O_3$ 、Pb 等杂质含量极低,水不溶物含量(%) $\leq 0.10 \pm 0.02\%$ ,水溶性杂质( $NaCl + KCl + CaSO_4$ ) (%) $\leq 4.1 \pm 0.5\%$ 。

表 2  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  原料全分析

Table 2 Analysis of  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  raw material

编号	取样量/g	As/wt. %	$B_2O_3$ /%	$Ca^{2+}$ /%	$K^+$ /%	$Na^+$ /%	Pb/%
M-1	20.050 3	$2.244 \times 10^{-5}$	$1.630 \times 10^{-3}$	0.220 4	0.830 7	0.800 0	$1.247 \times 10^{-5}$
M-2	5.003 0	$1.599 \times 10^{-5}$	$7.337 \times 10^{-4}$	0.170 3	0.684 0	0.674 4	$9.994 \times 10^{-6}$
编号	$SO_4^{2-}$ /%	$MgCl_2$ /%	NaCl/%	KCl/%	$CaSO_4$ /%	水不溶物/%	
M-1	0.505 2	44.83	2.03	1.59	0.75	0.098	
M-2	0.393 6	44.91	1.72	1.31	0.58	0.11	

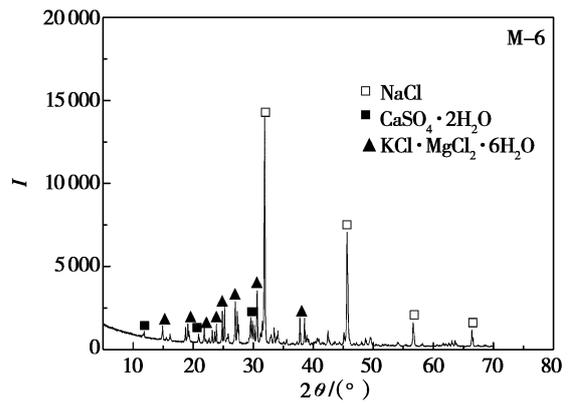
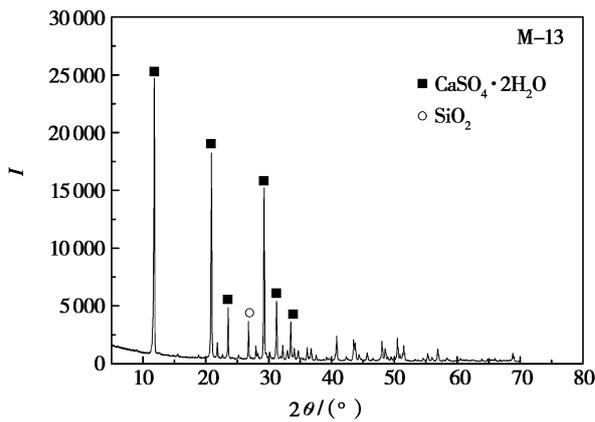
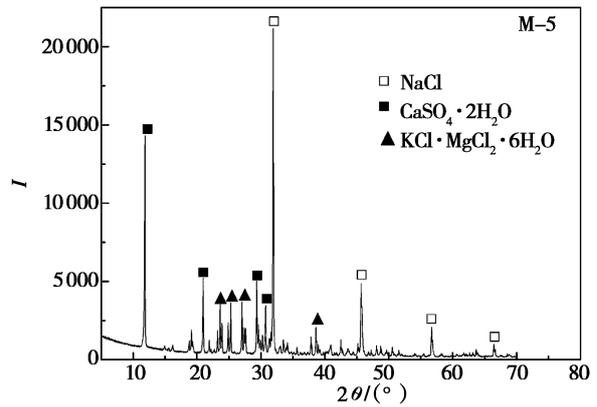
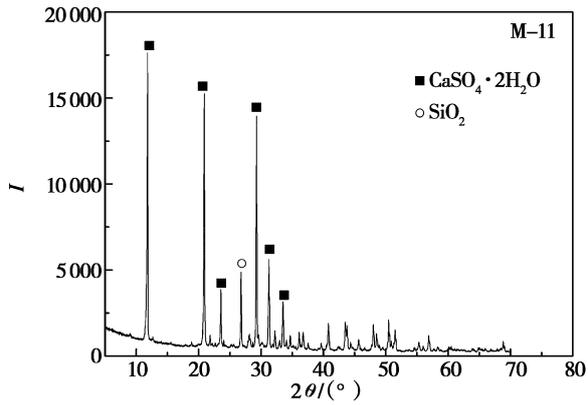
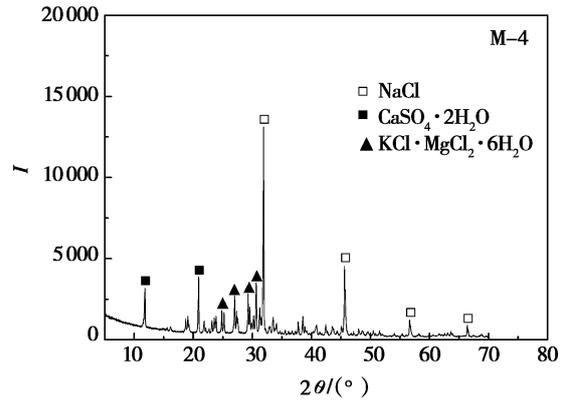
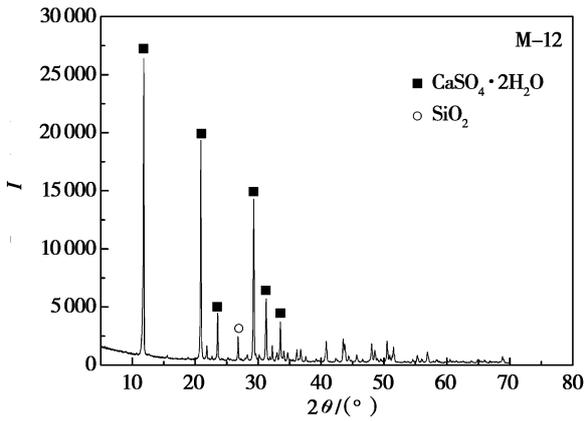
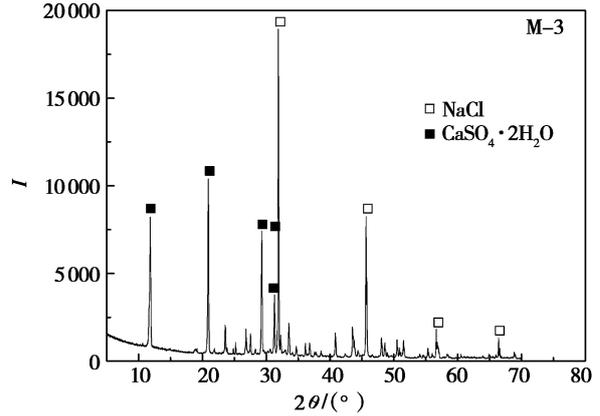
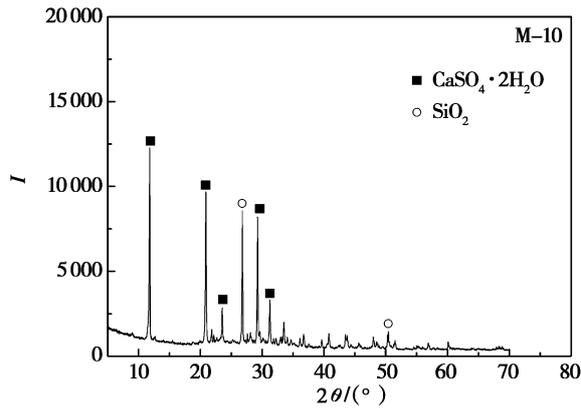
表 3  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  原料在 100 mL  $\text{H}_2\text{O}$  中不同溶解度实验  
**Table 3** Results of solubility for  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  material in 100 mL  $\text{H}_2\text{O}$

编 号	原料样重 /g	滤液重 /g	滤渣重/%	$\text{MgCl}_2$ /%	$\text{NaCl}$ /%	$\text{KCl}$ /%
M-10	100.04	198.99	0.75	21.47	1.15	0.82
M-11	127.07	215.20	1.79	24.70	1.30	0.94
M-12	150.03	241.72	1.44	26.42	1.46	1.07
M-13	175.06	259.99	1.51	28.81	1.29	0.98
M-3	200.01	269.12	2.24	30.79	1.10	0.88
M-4	250.30	320.66	5.76	32.47	0.67	0.36
M-5	300.85	357.79	7.34	33.99	0.46	0.18
M-6	350.10	388.56	9.11	32.91	0.34	0.11
M-7	400.04	402.94	18.14	35.61	0.34	0.11
M-8	450.03	402.11	27.71	34.86	0.34	0.11
M-9	500.57	390.03	35.14	37.07	0.38	0.11

编 号	$\text{CaSO}_4$ /%	$\text{Ca}^{2+}$ /%	$\text{SO}_4^{2-}$ /%	$\text{Ca}^{2+}$ / $(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	$\text{SO}_4^{2-}$ / $(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$
M-10	0.36	0.11	0.25	$2.663 \times 10^{-3}$	$2.638 \times 10^{-3}$
M-11	0.29	0.085	0.20	$2.118 \times 10^{-3}$	$2.094 \times 10^{-3}$
M-12	0.22	0.065	0.15	$1.631 \times 10^{-3}$	$1.614 \times 10^{-3}$
M-13	0.19	0.056	0.13	$1.393 \times 10^{-3}$	$1.382 \times 10^{-3}$
M-3	0.17	0.049	0.12	$1.226 \times 10^{-3}$	$1.229 \times 10^{-3}$
M-4	0.13	0.039	0.096	$9.84 \times 10^{-4}$	$9.98 \times 10^{-4}$
M-5	0.11	0.032	0.077	$7.99 \times 10^{-4}$	$8.06 \times 10^{-4}$
M-6	0.094	0.028	0.067	$6.89 \times 10^{-4}$	$6.96 \times 10^{-4}$
M-7	0.096	0.028	0.069	$7.05 \times 10^{-4}$	$7.23 \times 10^{-4}$
M-8	0.099	0.029	0.071	$7.25 \times 10^{-4}$	$7.45 \times 10^{-4}$
M-9	0.10	0.030	0.074	$7.49 \times 10^{-4}$	$7.67 \times 10^{-4}$

$$n(\text{Ca}^{2+}) = n(\text{SO}_4^{2-})$$



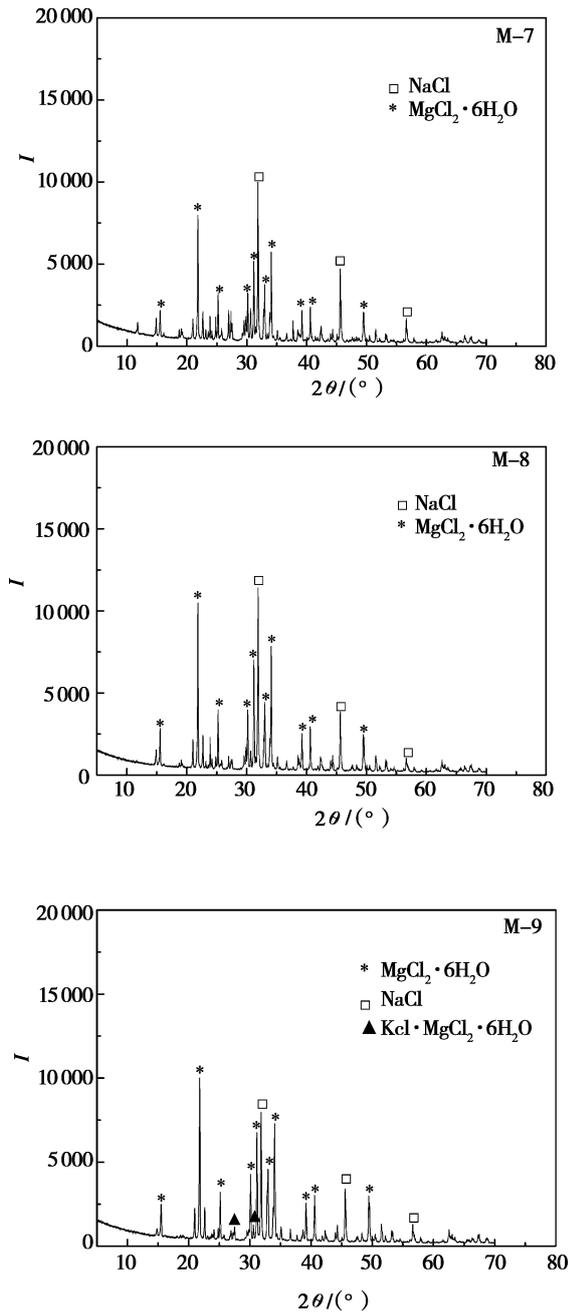


图 2 M-3 至 M-13 滤渣的 XRD 分析结果

Fig. 2 XRD patterns from M-3 to M-13 residues

100 mL 二次水中分别溶解不同重量的氯化镁原矿 (100 ~ 500 g) (表 3), 过滤, 滤渣进行 XRD 测试, 测试结果半定量给出了滤渣中的主要化学成分, 试验结果见图 2 和表 4。随着滤渣重量的增加 (见表 3), 水溶性盐 (NaCl、KCl 和  $\text{KCl} \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  等) 所占比重逐渐增加, 而水不溶物  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{SiO}_2$  所占比例逐渐减小, 表现在 XRD 图上衍射峰值逐渐变小。

由 XRD 分析结果及表 4 可知, 100 mL 二次水中溶解氯化镁原矿重量: 1)  $\leq 175$  g (M-10 ~ M-13) 时, 滤渣主要为水不溶物  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{SiO}_2$ ; 2) = 200 g (M-3) 时, 除  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{SiO}_2$  外, 水溶性杂质盐 NaCl 开始析出, 也可能是部分或全部不溶解; 3) = 250 ~ 350 g (M-4 ~ M-6) 时, 除  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{SiO}_2$  外, 水溶性杂质盐 NaCl 和  $\text{KCl} \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  也已析出, 也可能是部分或全部不溶解; 4)  $\geq 400$  g (M-7) 时, 氯化镁原矿出现部分不溶解, 即滤渣中存在  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  晶体,  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  在 100 mL 二次水中溶解度达到饱和; 5)  $\geq 250$  g 时, 滤渣经 XRD 衍射后发现光卤石, 而原料矿中未见光卤石, 原因可能是原料矿中光卤石含量较少, XRD 无法检出, 而在滤渣中光卤石富集, 因而在 XRD 中显现出吸收峰。

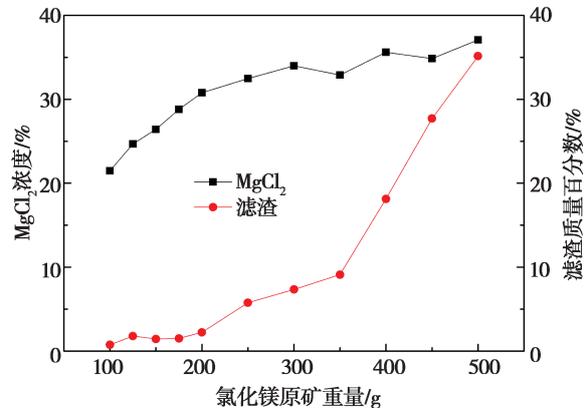


图 3 100 mL 二次水中溶解氯化镁原矿重量与  $\text{MgCl}_2$  和滤渣的质量百分数关系图

Fig. 3 Effect of  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  material dissolved in 100 mL  $\text{H}_2\text{O}$  on the contents of  $\text{MgCl}_2$  and residues

此外, 通过滤液的密度、氯化镁的浓度以及水溶性杂质离子的组成成分 (表 2) 的分析, 确定了六水氯化镁原料与二次水的固液重量比。由表 3 和图 3 可以看出, 随着 100 mL 二次水溶解氯化镁原矿重量的增加, 滤渣含量先缓慢增加, 当氯化镁原料重量  $\geq 350$  g (M-6) 时, 则急剧增加, 说明有大量的  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  未溶解而残留在滤渣中。表 3 和图 4 表明, 随着 100 mL 二次水溶解氯化镁原矿重量的增加, 滤液中  $\text{MgCl}_2$  (%) 逐渐增大, 可溶性杂质 NaCl、KCl 先增大后

表4 滤渣组成的 XRD 分析结果

Table 4 Compositions of the residues from XRD

编号	原料样重/g	滤渣主要成分
M-10	100.04	
M-11	127.07	CaSO <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O 和 SiO <sub>2</sub>
M-12	150.03	
M-13	175.06	
M-3	200.01	CaSO <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O 和 NaCl
M-4	250.30	CaSO <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O、NaCl 和 KCl · MgCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O
M-5	300.85	
M-6	350.10	
M-7	400.04	MgCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O 和 NaCl
M-8	450.03	
M-9	500.57	

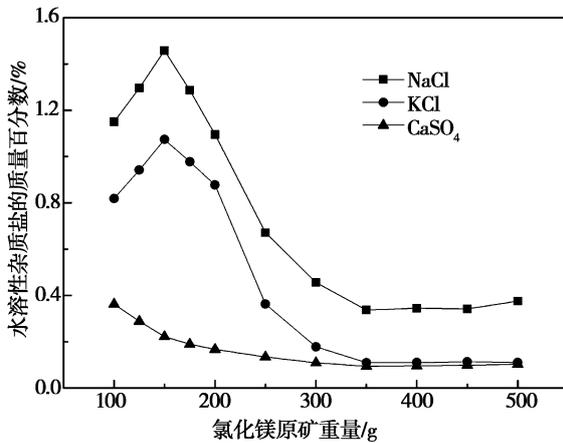


图4 100 mL 二次水中溶解氯化镁原矿重量与水溶性杂质盐的含量关系图

Fig. 4 Effect of MgCl<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O material dissolved in 100 mL H<sub>2</sub>O on the contents of soluble impurities

减小, CaSO<sub>4</sub> 逐渐减小; 当氯化镁原料重量为 350 g (M-6) 时, NaCl、KCl 和 CaSO<sub>4</sub> 降至最低值。由此可以确定, 原矿溶解所需原矿与二次水的最佳固液配比 (g/mL) 为 350: 100。

### 3.2 蒸发—重结晶实验

#### 1) 一段蒸发冷却

蒸发水量的控制直接影响到产品氯化镁的

质量, 水分过量蒸发则在系统冷却过程中大量 MgCl<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O 析出, 损失了氯化镁。水分蒸发过少则一段蒸发母液中杂质盐含量偏高而影响氯化镁产品的质量。因此, 一段蒸发操作中蒸发终点控制至关重要。

采用原矿与二次水的最佳固液配比 (350 g / 100 mL) 进行溶矿, 所得的滤液组成对应的系统点 S 标在 Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, Mg<sup>2+</sup> // Cl<sup>-</sup>—H<sub>2</sub>O 四元体系 (50 ℃) 相图<sup>[12]</sup> 上, 如图 5 所示。可以看出, S 处于 NaCl 与 Bis(MgCl<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O) 结晶区的边界处。随着体系水量的少量蒸发, NaCl 达饱和和后首先结晶析出, 故体系液相点朝 MgCl<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O 结晶区移动。

#### 2) 二段蒸发冷却

不同批次的实验数据见表 5 和表 6。

由表 5 和表 6 的实验结果可知, 按照每 100 mL 二次水中溶解 350 g 氯化镁原矿, 滤液经一段蒸发水量 16.25 ~ 63.35 g, 二段蒸发水量 38.94 ~ 79.21 g, 最终经蒸发结晶后得到的六水氯化镁产品中杂质 NaCl、KCl 和 CaSO<sub>4</sub> 含量 (%) 分别为 0.45 ± 0.04、0.11 ± 0.05 和 0.06 ± 0.05。由此说明, 按照溶矿最佳固液配比 (350 g/100 mL) 得到的滤液, 经一段蒸发除杂和二段蒸发结晶后得到的产品中杂质含量均

符合国家标准要求;结晶产品纯度对一段蒸发除杂过程中的蒸发水量的要求无需严格控制范围,与相图分析是一致的,该滤液所对应的系统

点 S 处于 NaCl 与  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  结晶区的边界处,极其靠近  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  结晶区。因此,工业化制取食品级氯化镁,按照此溶矿最佳固液

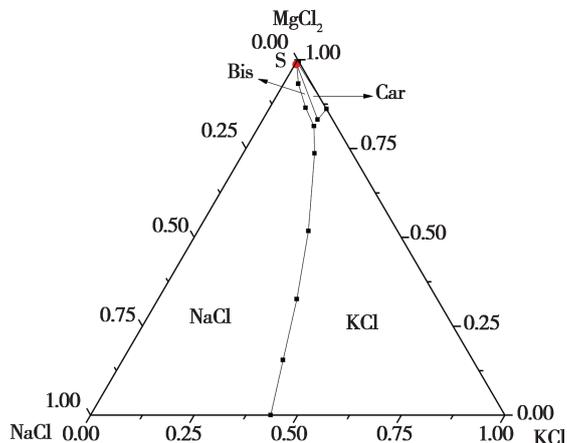


图 5  $Na^+, K^+, Mg^{2+} // Cl^- - H_2O$  四元体系 ( $50^\circ C$ ) 相图

Fig. 5 The phase diagram of quaternary system  $Na^+, K^+, Mg^{2+} // Cl^- - H_2O$

表 5 一段和二段蒸发水量及结晶重量

Table 5 Weights of evaporation loss and crystal for the first and second step

编 号	一段蒸发水量	一段结晶量	二段蒸发水量	二段结晶量
Z6-3	63.35	24.37	38.94	182.89
Z6-4	20.52	35.67	70	66.69
Z6-5	22.43	35.88	79.16	139.90
Z6-6	29.99	72.22	\	\
Z6-7	19.63	8.04	51.69	249.05
Z6-8	\	\	79.21	280.16
Z6-9	17.32	12.68	45.65	194.79
Z6-10	16.25	3.63	45.34	203.84

表 6 二段结晶产品中  $MgCl_2$  和主要杂质含量分析

Table 6 Contents of crystal products for the second step

编 号	$MgCl_2$	NaCl	KCl	$CaSO_4$	Ca
Z6-3	46.20	0.49	0.15	< 4.25 $\mu g/L$	< 1.25 $\mu g/L$
Z6-4	46.36	0.45	0.06	< 4.25 $\mu g/L$	< 1.25 $\mu g/L$
Z6-5	46.00	0.42	0.06	< 4.25 $\mu g/L$	< 1.25 $\mu g/L$
Z6-7	46.31	0.42	0.13	0.078	0.023
Z6-8	46.25	0.44	0.16	0.11	0.033
Z6-9	46.46	0.47	0.12	0.035	0.010
Z6-10	46.37	0.46	0.12	0.042	0.012

配比(350 g/100 mL),操作简单,操作范围较宽,可大大缩短工艺流程,降低生产成本。

当滤液一段蒸发水量为 16.25 g,二段蒸发水量为 45.34 g,二段蒸发结晶产品的杂质 NaCl、KCl 和 CaSO<sub>4</sub> 含量(%)分别达到最低值 0.46、0.12 和 0.042,低于食品安全国家标准《食品添加剂氯化镁》(GB 25584-2010)规定的指标。MgCl<sub>2</sub> 含量(%) < 46.4% 的主要原因是,结晶产品经一次离心处理后,取上层结晶产品离心处理,再取上层产品分析检测,导致产品中夹带的少量母液未能彻底处理,而与水氯镁石平衡的氯化镁饱和溶液中 MgCl<sub>2</sub> 含量 < 40%,因此在产品测定过程中,是由于有母液的少量夹带造成了产品未能达到 46.4%。

## 4 结 论

1) 100 mL 二次水中溶解 350 g 氯化镁原矿,经过滤后的滤液中 NaCl、KCl 和 CaSO<sub>4</sub> 杂质含量达到最低值。

2) 滤液经一段蒸发水量为 16.25 g,二段蒸发水量为 45.34 g,二段蒸发结晶产品的杂质 NaCl、KCl 和 CaSO<sub>4</sub> 含量(%)达到最低值,分别为 0.46、0.12 和 0.042。

### 参考文献:

- [1] 杨维强. 食用氯化镁的生产现状及应用前景[J]. 化工科技市场, 2009, 32(11): 33-35.
- [2] Barbut S, Findlay C. Influence of sodium, potassium and magnesium chloride on thermal properties of beef muscle [J]. *Journal of food science*, 1991, 56(1): 180-182.
- [3] Toda K, Yagasaki K, Takahashi K. Relationship between protein composition and coagulation reactivity, particulate formation, and incorporation of lipids in soymilk [J]. *Bioscience, biotechnology, and biochemistry*, 2008, 72(11): 2824-2830.
- [4] Horita C, Morgano M, Celeghini R, et al. Physico-chemical and sensory properties of reduced-fat mortadella prepared with blends of calcium, magnesium and potassium chloride as partial substitutes for sodium chloride [J]. *Meat science*, 2011, 89(4): 426-433.
- [5] 田桂利. 食用级氯化镁工艺改进初探 [J]. 盐业与化工, 2014, 43(3): 30-31.
- [6] 陈颖林, 吕丹桂, 陈洪江. 青海盐湖镁资源的综合利用 [J]. 浙江化工, 2011, 42(6): 21-24.
- [7] Groenhof H C. Method for purification and concentration of MgCl<sub>2</sub>-brines [P]. US 4341752. 1982.
- [8] 周园, 李丽娟, 吴志坚, 等. 青海盐湖资源开发及综合利用 [J]. 化学进展, 2013, 25(10): 1613-1624.
- [9] Cheng W, Zhibao L, Demopoulos G P. Effects of temperature on the preparation of magnesium carbonate hydrates by reaction of MgCl<sub>2</sub> with Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> [J]. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 2009, 17(4): 661-666.
- [10] Ma P. Comprehensive utilization of salt lake resources [J]. *Advanced Earth Science*, 2000, 15(3): 365-375.
- [11] 刘立平. 制取高纯晶体氯化镁的研究 [J]. 盐业与化工, 2007, 36(1): 18-20.
- [12] Здановский А Б, и. т. д. Справочник экспериментальных данных по растворимости многокомпонентных водно-солевых систем [К]. Том II, 1954: 748.

## Preparation of Food-grade Magnesium Chloride by Bischofite from Solar Pond

JI Lian-min, LIU Zhi-qi, LI Li-juan, SONG Xue-xue, ZENG Zhong-min,  
NIE Feng, XU De-fang, SONG Fu-gen, SHI Dong

(Key Laboratory of Comprehensive and Highly Efficient Utilization of Salt Lake Resources, Chinese Academy of Sciences, Qinghai Institute of Salt Lakes, Chinese Academy of Sciences, Xining, 810008, China)

**Abstract:** The dissolution-recrystallization process of magnesium chloride minerals in the distilled water were studied at a series of conditions. The compositions of filtrates and residues were analyzed and characterized using ICP and XRD. The results show that the contents of NaCl, KCl and CaSO<sub>4</sub> in the filtrate decreased to the minimum value after treatment at the condition of 350 g magnesium chloride and 100 mL distilled water. Then the impurity contents of NaCl, KCl and CaSO<sub>4</sub> in the MgCl<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O crystal product

reached to a minimum value after evaporating water of 16.25 g and 45.34 g in the first and second evaporation steps, respectively, and completely met the national standard GB 25584 – 2010. The magnesium chloride mineral was greatly purified after dissolution treatment in distilled water at proper condition and the process was of low energy consumption and economic cost.

**Key words:** Food-grade; Magnesium chloride; Purification; Dissolution treatments

(上接第 8 页)

- [7] 刘成林,焦鹏程,曹养同,等. 蒸发岩盆地构造反转对钾盐成矿控制研究[C]. //北京:第九届全国矿床会议论文集,2008.
- [8] 宋小超,李代荣,谭云基. 重力方法在库车凹陷钾盐远景调查评价中的应用效果分析[J]. 西北地质,2015,48(3): 377 – 383.
- [9] 石国成,李彦强,张宇宏,等. 老挝万象省杜拉贡县万乔村地区钾盐矿普查报告[R]. 西宁:青海省核工业地质局,2013:2.
- [10] 石国成,李彦强,张宇宏,等. 老挝万象省杜拉贡县万乔村地区钾盐矿详查报告[R]. 西宁:青海省核工业地质局,2013: 11.

## The Effectiveness of Gravimetric for Solid Potash Ore Exploration in Vientiane Basin of Laos

DUAN Jian-hua, LU Yao-zu

(Nuclear Industry Geological Bureau of Qinghai Province, Xining, 810016, China)

**Abstract:** The ore-bearing stratum of potash mine in Vientiane Basin is lower section of Paleocene Tagong group, being concealed deposit, wide distribution, big thickness and high grade. Due to late reformation and substrate topography difference, the deposits are locally missing. Before drilling disclosure of controlled deposit, predicting the ore body occurrence location, can remarkably save prospecting costs. According to the density difference between Paleocene Tagong group rock salt, potassium and magnesium rock and mudstone. The gravity measurements were proved to be effective to distinguish salt deposit depth and thickness. Potash stratum often occurs in upper thick layer of Paleocene Tagong group, perfectly corresponding to negative gravity anomalies, where being the preferred area to drill and verify the possible potash mine. So the geophysical exploration is an essential method for solid potash ore exploration in Vientiane basin of Lao.

**Key words:** Solid potash; Gravity measurement; Load difference; Plastic flow; Vientiane Basin