全水溶优等硫酸钾镁肥工艺分析

李 杰 (国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司, 新疆 哈密 839000)

摘要: 全水溶性的硫酸钾镁肥属于复合肥料, 使用硫酸钾镁肥可使农作物产量得到提升, 使农作物的品质得到改善, 适用于对无氯经济作物进行喷灌及滴灌。本文使用水盐相图来指导, 利用钾镁肥的半成品和高镁母液兑卤进行热溶转化实验的研究, 证明在特定物料配比状况下, 热溶温度为 90℃, 热溶时间为 60min, 能使钾镁肥半成品溶解。热溶母液在冷却降温到 30℃ 时能够获得全水溶优等硫酸钾镁肥。

关键词: 全水溶优等硫酸钾镁肥; 软钾镁矾; 水盐相图

0 引言

伴随喷灌农业的不断发展和水肥一体化的实施, 以往的酸钾镁肥很难符合全水溶性需求, 农业发展对于硫酸钾镁肥在产品需求上的标准很高, 利用热溶技术和冷结晶技术能够升级低端粉状硫酸钾镁肥, 不仅可以生产很高品质的结晶硫酸钾镁肥, 可以用在高端的水果、烟草及茶叶上, 而且能够对过去的硫酸钾镁肥缺陷进行改变, 比如容易板结缺点、水溶性很差缺点以及利用率很低缺点。

1 试验

1.1 试验的原料

对钾镁肥的半成品来说, 此试验使用的原料是钾镁肥的半成品, 主要成分是软钾镁矾。

对高镁老卤来说, 在具有氯化镁的情况下, 钾镁肥的半成品水溶液的四元水盐体系是 K^+ 、 Mg^{2+}/Cl^- 、 $SO_4^{2-}-H_2O$, 利用进行老卤兑卤进行溶解转化的方式能够对硫酸钾与硫酸镁在溶解时的速度进行调整, 如果淡水用量很低, 此时能够达到对软钾镁矾进行溶解与净化除杂的目的。按照目前的相图数据, 25℃ 及 55℃ 的四元水盐体系是相图指导, 对位于氯化镁溶液的软钾镁矾的转化结晶的行为进行分析^[1]。

1.2 仪器设备和分析的方法

首先, 对试验仪器设备而言, 电热恒温水浴锅的型号是 DZKW-S-6, 电动搅拌仪的型号是 JJ-1-90W, 电子天平型号是 JA5001, 循环水的多用真空泵的型号是 SHZ-D (Ⅲ), 电热恒温的鼓风干燥箱的型号是 DHG-9070, 此外, 试验所用的仪器设备还有抽滤瓶、烧杯以及布氏漏斗。

其次, 对分析的方法来说, 需要使用四苯硼钾重量方法来测定钾, 使用乙胺四乙酸二钠容量方法来测定钙与镁, 使用银量方法来测定氯, 使用硫酸钡重量方法来测定硫酸根, 而测定钠含量能够对阴阳离子差减方法进行应用^[2]。

1.3 热溶工艺的试验

按照钾镁肥半成品和老卤兑卤的热溶转化的理论进行配比, 在各种物料配比标准下进行热溶试验, 对热溶母液化学构成和不溶物杂质的含量状况进行研究。出于使溶矿的效率得到提升的目的, 明确溶矿的温度是

90℃。试验条件是恒定为 90℃ 水浴, 搅拌时间为 60min, 搅拌的转速达到 450r/min, 之后在保温状态下进行真空抽滤分离操作, 分析热溶母液的化学构成^[1]。

1.4 进行冷却结晶工艺的试验

在恒温为 90℃ 的水浴状况下, 在各种物料的配比混合热溶的 60min 之后, 进行固液分离所得的高温母液是软钾镁矾的饱和母液, 在对相图进行分析之后, 发现此系统点处在硫酸钾和软钾镁矾的共饱线之上, 在降温时, 相区会出现变化, 硫酸钾相区会变大, 从而能为硫酸钾结晶析出提供帮助, 母液点的移动目标是硫酸钾和软钾镁矾的共饱线, 移动一直到硫酸钾和软钾镁矾的共同结晶析出为止。在固液分离过程中, 结晶的温度需要始终为 30℃。

1.5 循环母液热溶 - 结晶的试验

老卤和钾镁肥的半成品在兑卤热溶转化 - 冷却晶与固液分离之后所得的结晶母液便是常温的软钾镁矾饱和母液。根据热溶 - 冷结晶母液的化学构成, 能够知晓它的相图点位置, 将温度升高能够对溶解与转化软钾镁矾很有帮助, 所以按照水盐体系相图的温变规律和相变规律, 能够使结晶母液得到循环利用, 按照四元水盐体系的相图进行理论计算, 得出配比为 1:4.88:0.13, 其中 1 为钾镁肥的半成品, 4.88 为结晶母液, 0.13 为淡水工艺物料。出于对淡水用量进行节约与防止系统的母液量发生膨胀的目的, 需要对利用结晶母液热溶结晶的工艺进行探索。优化与调整理论计算的物料工艺的配比, 对钾镁肥的半成品与结晶母液的物料配比来说, 分别设定 1:4.5/5.0/5.5, 在 90℃ 恒温水浴状态下, 进行 60min 搅拌, 转速为 450r/min, 对循环母液热溶 - 冷结晶在溶解性能以及结晶规律进行试验。

1.6 进行脱水干燥的试验

经过固液分离所得的软钾镁矾, 出于对钾镁肥产品在脱水干燥方面的性能进行考察的目的而进行试验。试验需要对两个重 100g 的钾镁肥产品进行称取, 脱水干燥的场景是烘箱, 干燥的温度是 200℃, 以定时方式对各个时间内的水分脱失状况进行检测。

2 试验的结果和讨论

2.1 热溶工艺试验的结果和讨论

对各物料配比状况的溶解状况和高温母液的组成进

行分析,在物料配比是 1:0.35:0.90 情况下与 1:0.35:1.00 情况下,无法使钾镁肥的半成品达到完全溶解状态,在其余物料配比状况下都可以达到完全溶解转化。

此时高温母液的化学组成比较稳定,除了没有完全溶解的状况外, K^+ 的含量为 7.1%–7.5%, Mg^{2+} 的含量为 3.1%–3.8%, SO_4^{2-} 的含量为 15%–19%, Cl^- 的含量为 2.7%–3.3%,浮动不大,水不溶物的平均含量是 2.53%。对完全溶解的热溶母液的主要离子收率来说,离子收率均超过 90%, K^+ 的最高收率为 97.34%, Mg^{2+} 的最高收率为 96.66%, SO_4^{2-} 的最高收率为 93.28%, Cl^- 的最高收率为 98.69%,表明钾镁肥的半成品的上述元素都是凭借离子的形式进行溶解转化,最后进至高温热溶母液中,使之后的冷结晶工艺所制的精制钾镁肥得到优质试验原料。

2.2 冷却结晶工艺的试验结果和讨论

对在多种物料配比状况下充分溶解所得的高温母液的冷却结晶母液和精制的钾镁肥的化学组成进行分析,此外还有主要离子收率的状况。由试验数据可得,在高温软钾镁矾以及硫酸钾的共饱和母液进行冷却结晶到 30℃ 的状况下,结晶母液的组成比较稳定, K^+ 的含量为 4.8%–5.3%, Mg^{2+} 的含量为 2.6%–2.9%, SO_4^{2-} 的含量为 11.9%–12.4%, Cl^- 的含量为 3.3%–4.1%。其母液相图点的位置处在钾镁肥和高镁老卤的兑卤线之上,能够返回此前系统当作循环母液再次利用,借助高低温母液在溶解度上的差异,使钾镁肥半成品进行热溶转化结晶。

依据各种物料配比状况下的充分溶解的高温母液的冷结晶的精制钾镁肥的化学组成能够发现,热溶–冷结晶所得的精制钾镁肥和半成品相比,能够得到很好的纯化效果,可以使钾镁肥的半成品的不溶物杂质影响得到明显降低。产品的水溶性能明显上升,而且在热溶–冷结晶之后所得的精制的钾镁肥的杂质中, Na^+ 含量与 Cl^- 的含量也有所降低,冷结晶固液分离的物料的料浆平均浓度为 17.63%,精制的钾镁肥的折合干基的 K_2O 的含量都超过了 30%,而 Mg 的含量大于 8%,能够符合硫酸钾镁肥的优等产品标准。

依据各种物料的配比情况下的充分溶解的热溶母液冷却晶的精制钾镁肥的主要离子收率能够发现,如果是完全溶解状态下,则精制钾镁肥的 K^+ 离子与 SO_4^{2-} 的离子平均收率为 43%,而 Mg^{2+} 的平均收率为 30.43%,要比 K^+ 离子与 SO_4^{2-} 离子低,表明如果在低温结晶状况下,硫酸钾比硫酸镁更容易以结晶形式析出, Cl^- 的平均收率很低,只有 1.11%,基本上全都进到结晶母液的液相环境中,能够为提纯精制钾镁肥以及精制钾镁肥的忌氯性能提供帮助。

2.3 循环母液热溶–结晶的试验结果和讨论

在母液循环热溶的结晶试验数据中,如果工艺条件为 1:(4.5–5.5) 的物料配比,此时钾镁肥的半成品都可以彻底溶解,水不溶物的含量是 2.13%、2.25%、2.38%,此结果和热溶试验的研究数据一致,结晶工段的结晶

产率均大于 100%,对循环母液来说,可以很好地回收与利用它的有用元素,其结晶料浆的浓度是 16.23%、16.84%、16.25%,比较稳定。其产品干基的 K_2O 的含量都大于 30%, Mg 的含量大于 8%,能够符合相关标准,在 1:(4.5–5.0) 的工艺配比状况下实施循环母液的热溶结晶的流程操作,得出的钾镁肥不但品质非常稳定,而且水溶性能很好,属于优等产品。

2.4 脱水干燥试验的结果和讨论

依据钾镁肥按照时间变化的水分脱失率的图表能够发现,钾镁肥的水分脱失率会随着时间的延长而不断增大,0–80min 的水分脱失的速率很快,在 80min 时,其水分脱失率大约为 20%,到了 120min 后,水分脱失率的曲线比较平缓,表明水分已经彻底脱失。以取样分析方式来分析彻底脱水的干燥产品,产品数量为 2 个,能够发现产品在脱水干燥之后,其白度和原来的钾镁肥的半成品相比有明显提升,产品的水溶性能有所提升,就产品的化学组成来说,其 K_2O 的含量要超过 30%, Mg 的含量要超过 8% 的指标,能够符合优等品标准。

3 试验总结

第一,在钾镁肥的半成品和高镁老卤兑卤的转化热溶试验中,能够证明在物料配比为 1:(0.31–0.35):(1.13–1.50) 状况下,热溶温度为 90℃,在溶解转化时间为 60min 时,能够使钾镁肥的半成品得到很好的溶解效果,水不溶物的含量为 2.53%。

第二,在结晶试验中,热溶母液以自然冷却的方式降温到 30℃,此时获得的精制钾镁肥拥有很好的水溶性能,其平均产率可达 43.38%,料浆的浓度为 17.63%。

第三,在循环母液的热溶结晶试验中,循环母液在返回热溶系统之后能够取代淡水及富镁老卤,变成溶矿的介质,如果物料配比为 1:(4.5–5.5),此时钾镁肥的半成品拥有很好的溶解性能,其平均结晶产率要大于 100%,料浆浓度为 16.44%。

第四,在脱水干燥的试验中,钾镁肥产品在脱水的前 80min 内失水速度很快,到 120min 时已经几乎彻底失水,在取样分析产品后,发现钾镁肥产品的化学组成都能符合优等品标准。

4 结束语

综上所述,对硫酸钾镁肥而言,其生产方法除了由硫酸盐盐湖卤水和含有硫酸盐的溶液从盐田中晒制后生产的盐田法、使用热溶和先强制蒸发再冷却最后结晶方式对软钾镁矾进行分离的结晶法之外,还有转化法。转化法方式除了先转后浮转化与先浮后转转化之外,还有两段转化。以罗布泊盐湖为例,工作人员便是由盐田晒制的软钾镁矾粗矿进行先转后浮操作的生产工艺来获得钾镁肥的。

参考文献:

- [1] 王凯. 硫酸钾镁肥转鼓造粒工艺的研究 [J]. 盐科学与化工, 2021, 50(06): 15–16.