第 23 卷,第 4 期　　光 谱 实 验 室　　Vol. 23, No. 4
2006 年 7 月　　Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory　　July, 2006

大柴旦卤水中硼的提取

李文强①
(青海省柴达木综合地质勘查大队　青海省格尔木市　816000)

摘　要　大柴旦盐湖含硼,卤水生产硼酸一般有两种工艺,一是传统的酸法提硼工艺,二是离子交换(树脂)提硼工艺,为减少硼在固相中的夹带损失,进行离子交换法从原卤水中和分离NaCl后溶液中提取硼的试验,硼的回收率达到了80%以上。

关键词　卤水,硼,离子交换。
中图分类号: TQ028.3+3　　文献标识码: B　　文章编号: 1004-8138(2006)04-0872-03

1　引言

大柴旦盐湖硼矿床是由第四纪内陆闭流盆地湖泊化学沉积形成的。该盐湖是一个以固体硼矿为主、固液共生的大型矿床。

盐湖含硼,卤水生产硼酸一般有两种工艺,一是传统的酸法提硼工艺,二是离子交换(树脂)提硼工艺。大柴旦原始卤水经蒸发浓缩分离NaCl和钾混盐等固相后,卤水中B_2O_3的含量虽然得到较大程度的富集,但硼在固相中的夹带损失不可忽略。为提高硼回收率,进行了采用离子交换法从原卤水中和分离NaCl后溶液中提取硼的试验探讨。

2　离子交换树脂法提硼依据

采用对硼有选择性交换能力的树脂,从卤水中把硼交换和富集起来,使其与卤水中其他物质完全分离,再用稀酸从树脂上将硼洗脱下来,得到含硼量较高的硼酸溶液,经过蒸发得到硼酸产品。

美国、日本早就应用树脂法从油气田水、盐湖水、地下卤水中分离提取硼,我国核工业部五所1983年研究合成了D_{564}硼树脂,已成功地用于西沙群岛海水脱硼。

D_{564}树脂在一个很宽的条件范围内对硼酸具有高度的选择性,在中性或碱性介质中,D_{564}树脂在大量阴、阳离子存在下,可以单独交换硼酸根。因此本试验采用由D_{564}树脂作为硼的离子交换树脂。

3　实验部分

实验分别采用原卤水经蒸发分离NaCl后的母液为原料,卤水组成见表1。

① 联系人,手机: (0)13519791957
作者简介: 李文强(1963—),男,山东省栖霞市人,助理工程师,现从事盐湖化工专业。
收稿日期: 2006-01-27; 接受日期: 2006-04-15

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

表 1　原卤水组分含量

组成	Na^+	K^+	Mg^{2+}	SO_4^{2-}	Cl^-	B_2O_3
含量(g·L⁻¹)	40.0	12.05	52.2	30.8	203	2.30

3.1　原卤水提硼

实验条件: 取树脂100mL, 分别用0.05mol/L 的硫酸和氢氧化钠溶液处理, 装柱备用。附流速2mL/min; 洗脱流速2mL/min。

3.1.1　吸附

取卤水用石灰乳调pH 至8—9, 过滤后测定其中含B_2O_3 为2.12g/L (原卤中B_2O_3 为2.30g/L), 在调pH 后B_2O_3 损失率为7.83%, 滤液上柱测定流出液中B_2O_3 含量, 结果见表2。

表 2　吸附实验结果

流出液体积(mL)	100	200	300	400	500	600	700	750	850	1700
B_2O_3 质量浓度(g·L⁻¹)	0.185	0.278	0.184	0.185	0.258	0.296	0.314	0.601	0.739	1.885
B_2O_3 收附率(%)	91.27	86.88	91.32	91.27	87.83	86.04	85.19	71.65	65.14	11.08

经计算可知, 树脂吸附B_2O_3 量为1640.7mg, 折算成H_3BO_3/mL 为2914.38mg, 树脂吸附容量为29.14mg H_3BO_3/mL 湿树脂、控制流出液中B_2O_3 量为0.3g/L 左右, 即前700mL 体积各流出液中B_2O_3 的吸附单次上柱率可达88.19%。

3.1.2　洗脱

将柱用水洗涤后, 有1.8mol/L 的硫酸溶液解脱, 测定解脱液中B_2O_3 含量, 结果见表3。

表 3　解脱实验结果

解脱液体积(mL)	90	110	100	70	50	100
解脱液中B_2O_3 质量浓度(g·L⁻¹)	0.573	7.576	5.044	1.533	1.078	0.27
解脱液中B_2O_3 量(mg)	51.57	833.4	50.44	107.31	53.90	27

解脱液中B_2O_3 总量为1577mg, 占吸附总量1640.7mg 的96.2%, 即总解脱率为96.2%, B_2O_3 主要富集在200mL 体积中, 平均质量浓度可达6.37g/L, 占总吸附量的91.5%。

3.2　分离NaCl 后母液提硼试验

将树脂体积放大至2.89L, 取原卤水, 含B_2O_3 质量浓度为2.3g/L, 蒸发浓缩由41L 变为22L, 除去NaCl 和部分KCl 等晶体。加入1mol/L 的NaOH 280mL 调pH 值至8—8.5。测得滤液中B_2O_3 质量浓度为3.86g/L, 即B_2O_3 损失率为9.95%。取滤液, 即浓缩的卤水, 上柱吸附, 流速为1.2mL/min。同时测得流出液的pH 值, 试验结果见表4。

表 4　分离NaCl 后母液提硼试验结果

流出液体积(L)	4.58	1.6	1.55	1.62	1.77	1.30	1.60	1.66	1.20
含B_2O_3(g·L⁻¹)	0.059	0.059	0.0625	0.0625	0.0625	0.0625	0.0625	0.530	1.109
B_2O_3 吸附率(%)	98.47	98.47	98.38	98.38	98.38	98.38	98.38	86.27	71.26
流出液体积(L)	0.94	0.76	0.50	0.60	1.02	0.71	0.33	0.60	0.52
含B_2O_3(g·L⁻¹)	1.544	1.969	2.590	2.875	3.060	3.156	3.190	3.320	3.71
B_2O_3 吸附率(%)	60.00	48.99	32.90	25.52	20.65	18.23	17.35	13.99	3.89

由表4 数据可知, 树脂吸附B_2O_3 的总量为75.18g, 合硼酸127.76g, 可知实验的树脂饱和交换容量为44.21mg $H_3B_2O_3$/mL 湿树脂, 吸附率为88.53%。

3.2.1　洗脱工序

先取10L 水, 以5mL/min 的流速洗树脂柱, 后再用酸洗脱硼, 此次实验采用热硫酸循环洗脱

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

法, 温度在 50℃左右, 每次用硫酸循环 3 次, 酸浓度为 2mol/L, 洗脱结果见表 5。

表 5 洗脱结果

各次循环的体积(L)	1.50	1.50	1.80	0.92	1.05	1.30	0.80	1.40	0.98
3 次循环后 B_2O_3 质量浓度($g \cdot L^{-1}$)	14.53	12.75	9.13	3.25	2.72	2.20	1.72	1.40	0.56

由表 5 数据可知, 洗脱液中 B_2O_3 的总量为 69.17g, 合硼酸 122.43g, 洗脱率为 92%。

3.2.2 蒸发浓缩工序

将 10L 多的洗脱液集中, 蒸发浓缩至 2L, 冷却结晶, 抽滤, 再用适量水洗去残留的浓酸, 烘干得 H_3BO_3 晶体 110g, 得成品率为 99.09%, 产品纯度可达 99.54%。

4 结论

(1) 离子交换法用于大柴旦卤水提硼试验, B_2O_3 每次吸附率可达 88.53%, 解脱率 90%, 总收率可大于 80%。

(2) 实验所用树脂已存放多年, 实验中最大吸附率大于 85%, 最大饱和交换容量达到 44.22mg $H_3B_2O_3$/mL, 新树脂有望更大。

(3) 由树脂法提取硼的反应原理得知, pH 值在整个过程中尤为主要, 为了不改变原卤组分, 最好用氢氧化钠调原卤 pH 值, 而不用石灰乳。

Boron Extraction from Brines in Dacaidan Salt Lake

LI Wen-Qiang

(*Chaidamu Comprehensive Geology Exploration Crew, Golmud, Qinghai* 816000, *P. R. China*)

Abstract There are two kinds of technological methods to produce boric acid by brines acid extraction method. One is the traditional acidic extraction, and the other is the anion exchange resin extraction method. In order to reduce the loss of boron in smuggling solid, anion exchange resin was used to separate NaCl for recovery of boron. The recovery of the second method is higher than 80%.

Key words Brines, Boron, Ion Exchange.

《光谱实验室》实际售价连续 3 年下降

由于投稿数量不断增加, 为了保证出版周期,《光谱实验室》从 2006 年第 1 期开始, 在 2005 年的基础上, 每期正文增加页码 16 页, 而售价保持不变:

2003 年售价: 20 元/册, 页码为 160 页/册, 平均 0.125 元/页;

2004 年售价: 25 元/册, 页码为 208 页/册, 平均 0.120 元/页。

2005 年售价: 25 元/册, 页码为 224 页/册, 平均 0.112 元/页。

2006 年售价: 25 元/册, 页码为 240 页/册, 平均 0.104 元/页。

因此, 实际售价连续 3 年下降。

《光谱实验室》编辑部

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net