



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102762499 B

(45) 授权公告日 2015. 11. 25

- (21) 申请号 201080033575. 3  
CN 1035096 A, 1989. 08. 30, 说明书第 2 页第 2 段以及第 4 页第 3 段、实施例 1-3、说明书第 3 页第 2 段。
- (22) 申请日 2010. 05. 26
- (30) 优先权数据  
61/182, 342 2009. 05. 29 US  
CN 1102600 A, 1995. 05. 17, 说明书第 1 页第 4-6 行, 权利要求 3, 第 4 页第 3 段。
- (85) PCT 国际申请进入国家阶段日  
2012. 01. 29  
CN 1188076 A, 1998. 07. 22, 全文。  
JP 2007290927 A, 2007. 11. 08, 全文。  
US 5281424 A, 1994. 07. 25, 全文。  
US 5447543 A, 1995. 09. 05, 全文。
- (86) PCT 国际申请的申请数据  
PCT/US2010/036193 2010. 05. 26
- (87) PCT 国际申请的公布数据  
W02010/138583 EN 2010. 12. 02
- (73) 专利权人 嘉吉公司  
地址 美国明尼苏达州
- (72) 发明人 M·L·博林杰 N·M·杜尔希  
R·S·李
- (74) 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司  
72002  
代理人 过晓东
- (51) Int. Cl.  
C01F 5/34(2006. 01)
- (56) 对比文件  
CN 101318676 A, 2008. 12. 10, 全文。

审查员 汤继彦

权利要求书2页 说明书15页 附图2页

(54) 发明名称

生产经自然纯化的盐产物的方法

(57) 摘要

本发明公开了生产经自然纯化的盐产物的方法。在一个实施方案中,本发明公开了从盐混合物生产经自然纯化的盐产物如七水合硫酸镁的方法。在另一个实施方案中,生产高纯度盐产物。在又一个实施方案中,生产的其他产物包括经自然纯化的氯化钠和氯化镁。

1. 一种从包含经自然纯化的盐产物和氯化钠的盐混合物生产经自然纯化的盐产物的方法,该方法包括以下步骤:

a、在提高的温度下用溶液处理盐混合物以形成第一浆液,其中至少一部分所述溶液包含氯化镁;

b、对第一浆液进行第一分离以产生第一固体和第二浆液,其中至少一部分第一固体包含氯化钠;

c、对第二浆液进行第二分离以产生第二固体和第一液流;

d、在第一液流中结晶第三固体以产生第三浆液,及

e、对第三浆液进行第三分离以产生第二液流和第三固体,其中至少一部分第二液流包含氯化镁,并且其中第三固体包含纯度为至少 80% 的经自然纯化的盐产物。

2. 根据权利要求 1 的方法,其中所述经自然纯化的盐产物包含七水合硫酸镁、六水合硫酸镁、白钠镁矾、水镁矾或它们的组合。

3. 根据权利要求 2 的方法,其中基于干重,七水合硫酸镁的纯度大于 80%。

4. 根据权利要求 1 的方法,其中所述盐混合物包含镁离子、硫酸根离子、钠离子、钾离子和氯离子;余盐;盐卤;泻盐;来自泉水、湖泊、井、盐池或地下储藏物的盐卤水;蒸发器排放浆液或洗除液;包含镁离子、钠离子、氯离子、钾离子或硫酸根离子的任何混合盐;或它们的组合。

5. 根据权利要求 1 的方法,其中所述处理步骤包括多阶段、同向流、逆向流、单阶段、分批或连续的过程,并且所述处理步骤在 90 °F 至 150 °F 的范围内的温度下以 1 分钟与 2 小时之间的停留时间进行;其中所述结晶步骤还包括将第一液流冷却至 60 °F 与 80 °F 之间的温度;并且其中所述分离步骤通过双级离心机、无孔转鼓离心机、沉降过滤式离心机、卧式活塞推料离心机、倾析器、湿筛机、水力旋流器、真空过滤器、带式过滤器或它们的组合进行。

6. 根据权利要求 1 的方法,其还包括回收步骤,其中从第三分离步骤回收的至少一部分第二液流包括在所述处理步骤中的溶液。

7. 根据权利要求 1 的方法,其还包括预制所述盐混合物,其中所述预制步骤包括降低粒径、洗涤、研磨、脱水、固体处理或它们的组合,并且其中所述降低粒径的步骤还包括将盐混合物中的颗粒的粒径降低至小于 1 英寸。

8. 根据权利要求 1 的方法,其还包括对第三固体的洗涤、清洁、干燥或它们的组合的步骤。

9. 根据权利要求 1 的方法,其中基于干重,氯化钠的纯度大于 70%。

10. 从包含经自然纯化的盐产物和氯化钠的盐混合物生产高纯度盐产物的方法,该方法包括以下步骤:

a、在提高的温度下用第一溶液处理盐混合物以形成第一浆液,其中至少一部分所述溶液包含氯化镁;

b、对第一浆液进行第一分离以产生第一固体和第二浆液,其中至少一部分第一固体包含氯化钠;

c、对第二浆液进行第二分离以产生第二固体和第一液流;

d、在第一液流中进行第一结晶出第三固体以产生第三浆液;

e、对第三浆液进行第三分离以产生第二液流和第三固体,其中至少一部分第二液流包

含氯化镁,第三固体包含纯度为至少 80%的经自然纯化的盐产物;

f、将第三固体溶解于第二溶液中以产生第三液流;

g、在第三液流中进行第二结晶出第四固体以产生第四浆液;及

h、对第四浆液进行第四分离以产生第四液流和第四固体,其中至少一部分第四液流包含硫酸镁,并且其中第四固体包含高纯度盐产物。

11. 根据权利要求 10 的方法,其还包括对第四固体的洗涤、清洁、干燥或它们的组合的步骤。

12. 根据权利要求 10 的方法,其中所述高纯度盐产物包含七水合硫酸镁、六水合硫酸镁、白钠镁矾、水镁矾或它们的组合。

13. 根据权利要求 12 的方法,其中基于干重,所述高纯度盐产物的纯度大于 97%。

14. 根据权利要求 12 的方法,其中所述高纯度盐产物符合美国药典对于硫酸镁的标准。

15. 根据权利要求 10 的方法,其中所述盐混合物包含镁离子、硫酸根离子、钠离子、钾离子和氯离子;余盐;盐卤;泻盐;来自泉水、湖泊、井、盐池或地下储藏物的盐卤水;蒸发器排放浆液或洗除液;包含镁离子、钠离子、氯离子、钾离子或硫酸根离子的任何混合盐;或它们的组合。

16. 根据权利要求 10 的方法,其中所述处理步骤包括多阶段、同向流、逆向流、单阶段、分批或连续的过程,并且所述处理步骤在 90 °F (32°C) 至 150 °F (66°C) 的范围内的温度下以 1 分钟与 2 小时之间的停留时间进行;其中所述结晶步骤还包括将第一液流冷却至 60 °F (16°C) 与 80 °F (27°C) 之间的温度;并且其中所述分离步骤通过双级离心机、无孔转鼓离心机、沉降过滤式离心机、卧式活塞推料离心机、倾析器、湿筛机、水力旋流器、真空过滤器、带式过滤机或它们的组合进行。

17. 根据权利要求 10 的方法,其还包括回收步骤,其中从第三分离步骤回收的至少一部分第二液流包括在所述处理步骤中的溶液。

18. 根据权利要求 1 的方法,其还包括预制所述盐混合物,其中所述预制步骤包括降低粒径、洗涤、研磨、脱水、固体处理或它们的组合,并且其中所述降低粒径的步骤还包括将盐混合物中的颗粒的粒径降低至小于 1 英寸。

19. 根据权利要求 10 的方法,其还包括向所述第一液流、向所述第一结晶步骤和/或向所述溶解步骤中加入从第四分离步骤回收的第四液流、水或它们的组合作为第二溶液。

20. 根据权利要求 10 的方法,其中基于干重,氯化钠的纯度大于 70%。

## 生产经自然纯化的盐产物的方法

### [0001] 相关申请的交叉引用

[0002] 本申请要求享有于 2009 年 5 月 29 日提交的、序号为 61/182,342 的、名为“生产经自然纯化的盐产物的方法”的美国临时专利申请的权益,将其全部援引并入本文。

### 技术领域

[0003] 本发明主要涉及从各种盐的混合物生产经自然纯化的盐产物如七水合硫酸镁。本发明的方面特别涉及高纯度的盐产物的生产。本发明还涉及从所述方法中回收其他盐,包括氯化钠和氯化镁。所述方法利用天然化合物,例如从海水中产生的化合物,作为起始物料并贯穿整个方法。

### 背景技术

[0004] 盐生产方法寻求使从盐混合物中可回收的各种商业产物最大化,但却限于难以找到尽可能有效和具性价比的方法。此外,对开发环境友好的可持续方法的需求存在增多的关注。

[0005] 从盐水来源如海水、盐湖水、卤水井、地下储藏物等,通过蒸发水并手工回收氯化钠可回收氯化钠。例如,氯化钠通常是在盐池中蒸发海水而沉淀出的最重要的化合物。然而,然后从剩余的盐水中可沉淀出其他的混合的盐。这些混合盐可包括任意多种盐,其包括氯化钠(也称为岩盐或 NaCl)、硫酸镁(MgSO<sub>4</sub>)、氯化镁(MgCl<sub>2</sub>)、氯化钾(KCl)、七水合硫酸镁(泻盐或泻利盐, MgSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O)、六水合硫酸镁(六水合物, MgSO<sub>4</sub> · 6H<sub>2</sub>O)、一水合硫酸镁(水镁矾(Kierserite), MgSO<sub>4</sub> · 1H<sub>2</sub>O)以及复盐如硫酸钾二硫酸镁(无水钾镁矾, K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> · 2MgSO<sub>4</sub>)、氯化钾 + 氯化钠(钾石盐, KCl+NaCl)、硫酸钠镁(白钠镁矾(Bloedite 或 Astrakanite), Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> · MgSO<sub>4</sub> · 4H<sub>2</sub>O)、硫酸钠(Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)和硫酸氯化镁钾(钾盐镁矾, 4KCl · 4MgSO<sub>4</sub> · 1H<sub>2</sub>O)。这些盐可以是固体形式或者可以在溶液中发现为单独的离子如钠离子、镁离子、钾离子、钙离子、氯离子、硫酸根离子和碳酸根离子。

[0006] 这些化合物中的多种具有商业价值,但从这些类型的盐混合物中回收它们可能是具有挑战性的。氯化钠进一步的回收具有明显的商业价值。硫酸镁盐和水合物如泻盐也具有多种用途,其包括作为浴盐、缓泻药、肥料、动物饲料和清洁剂填料。氯化镁可用作除尘剂、除冰剂、防冰剂或预润湿剂。当设法从盐混合物中回收这些产物时遇到的一些问题包括钠离子和镁离子之间类似的化学性质、泻利盐和硫酸钠形成复盐如白钠镁矾的倾向性、可发现包含硫酸镁的各种水合物形式、分离所述化合物的能量要求和从已知方法产生的残余副产物。

[0007] 由于这些明显的限制,几乎不存在从天然存在的盐混合物回收这些盐的商用方法。因此,盐如硫酸镁通常通过其他方式制备。制备硫酸镁的最通常的方法是通过将硫酸与氧化镁或碳酸镁反应的化学方法。该工业方法昂贵,并且由于起始物料的污染还可能在产物中产生重金属,这需要通过后续加工除去。

[0008] 用于从盐混合物(如盐池)生产化合物如硫酸镁和泻盐的另一种常规方法是使

盐混合物进一步蒸发、冷却和重结晶(参见例如 Fernández-Lozano, J. A. "Recovery of Epsomite and Sylvite From Seawater Bittern by Crystallization." Fourth Symposium on Salt, Alan H. Coogan, The Northern Geological Society, Inc. Cleveland, Ohio, 第 2 卷, 第 501-510 页(1974))。在蒸发后,将混合物通过加入淡水而稀释以控制氯化钠的沉淀。然后将其在低于环境温度(通常低于  $-5^{\circ}\text{C}$ )下冷却以将硫酸镁化合物从其他化合物中分离,然后重结晶。该方法的缺陷是冷却方法涉及的成本以及归因于表面上的固体污垢(常称为结垢)的热交换器积垢。另一个缺陷在于归因于氯化镁盐水粘度的增大,固-液分离在较低的温度下更困难。此外,在该冷却方法中,其产率(或产物回收率)明显低于本发明。此外,该冷却方法仅适于泻盐和液体氯化镁的回收,而本发明可回收泻盐、氯化钠和液体氯化镁。

[0009] 公开于美国专利 5, 281, 242 中的一种方法涉及通过向混合物施热而处理七水合硫酸镁( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )和氯化钠( $\text{NaCl}$ )的初始的两种化合物混合物以将七水合硫酸镁转化为更低级的水合化合物,如六水合硫酸镁( $\text{MgSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )、一水合硫酸镁( $\text{MgSO}_4 \cdot 1\text{H}_2\text{O}$ )或无水硫酸镁( $\text{MgSO}_4$ )的凝结体(cluster)。然后向硫酸镁凝结体施压以形成细结晶,然后通过粒径分离(如筛网或滤网),并从氯化钠结晶中回收硫酸镁结晶。为了获得泻利盐,硫酸镁结晶需要通过对结晶进行重结晶而进一步加工。该方法的一个局限在于将起始物料限制为仅由泻利盐和岩盐组成(许多天然存在的起始物料由上述几种不同类型的盐组成)。另一个限制是必须控制施加于水合物凝结体和结晶的温度和压力以获得合适的硫酸镁水合物盐。最后,与本发明相比,这是不涉及利用液体的固-固分离方法。

## 发明内容

[0010] 本发明涉及从盐混合物生产经自然纯化的盐产物的方法,所述方法通过在提高的温度下使用溶液处理盐混合物以形成第一浆液,其中至少一部分所述溶液包含氯化镁。对第一浆液进行第一分离步骤以产生第一固体,其中氯化钠包含至少一部分的第一固体和第二浆液。然后对第二浆液进行第二分离步骤而产生第二固体和第一液流。然后对第一液流进行第三固体在第一液流中的结晶而产生第三浆液。对第三浆液进行第三分离步骤而产生第二液流和第三固体,其中至少一部分第二液流包含氯化镁,并且第三固体包含经自然纯化的盐产物。在一个实施方案中,所述经自然纯化的盐产物包含七水合硫酸镁、六水合硫酸镁、白钠镁矾、水镁矾或它们的组合。在另一个实施方案中,七水合硫酸镁的纯度大于 80%。

[0011] 从中回收盐产物的盐混合物原料可以是一些起始物料,包括盐卤或泻盐(在氯化钠从海水中结晶并收集之后剩余的盐混合物)、余盐(legacy salts)、从泉水、湖水或井水、盐池、地下储藏物获得的盐卤水、蒸发器排放浆液或洗除液(purge)、或包含镁离子、钠离子、钾离子、氯离子、硫酸根离子的任何混合盐、或它们的组合。起始物料的盐混合物可包含各种天然存在的盐和复盐,其包括溶液或固体盐形式的包含镁离子、硫酸根离子、钠离子、钾离子和氯离子的化合物,其中至少一部分处于固体形式。

[0012] 在另一个实施方案中,所述处理步骤通过多个过程进行。这些过程包括多阶段、同向流、逆向流、单阶段、分批或连续方法以使用氯化镁溶液选择性地溶解硫酸镁而不溶解氯化钠或其他盐。这可在约 90 华氏度( $^{\circ}\text{F}$ )至约 150  $^{\circ}\text{F}$  ( $66^{\circ}\text{C}$ )的温度范围和 1 分钟与 2 小时之间的停留时间下进行。在另一个实施方案中,停留时间在约 5 分钟至 1 小时之间,并

且在又一个实施方案中,在 10 分钟至 20 分钟之间。

[0013] 在所述处理步骤之后,在一个实施方案中,从处理步骤至第一分离步骤可保持第一浆液的温度。结晶步骤可包括将第一液流冷却至 60 °F (16°C) 至 80 °F (27°C) 之间的温度。分离步骤可通过多种方法进行,包括通过双级离心机、无孔转鼓离心机、沉降过滤式离心机、卧式活塞推料离心机、倾析器、湿筛器、水力旋流器、真空过滤器、带式过滤机、沉降或通过这些方法的任意组合。

[0014] 在一个可选的实施方案中,在处理步骤之前预制所述盐混合物。所述预制步骤可通过降低盐混合物中的颗粒的粒径、洗涤盐混合物、研磨、脱水、固体处理或这些步骤的组合而实现。在另一个实施方案中,降低粒径步骤包括将盐混合物颗粒的粒径降低至小于 1 英寸的粒径。在使用溶液处理之前,这可有助于提高盐混合物中颗粒的表面积。又一个实施方案还包括洗涤、清洁或干燥第三固体的步骤或这些步骤的组合以得到经自然纯化的盐产物。

[0015] 一个实施方案涉及从盐混合物中生产高纯度盐的方法,其通过在提高的温度下使用第一溶液处理盐混合物以形成第一浆液,其中至少一部分所述溶液包含氯化镁。对第一浆液进行第一分离步骤以产生第一固体,其中氯化钠包含至少一部分的第一固体和第二浆液。然后,对第二浆液进行第二分离而产生第二固体和第一液流。然后,对第一液流进行在第一液流中的第三固体的结晶而产生第三浆液。然后使第一液流进行在第一液流中的第三固体的第一结晶而产生第三浆液。对第三浆液进行第三分离步骤而产生第二液流和第三固体,其中至少一部分第二液流包含氯化镁。然后对第三固体进行在第二溶液中的溶解步骤而产生第三液流。在第三液流中对第四固体进行第二结晶而产生第四浆液。最后,对第四浆液进行第四分离步骤而产生第四液流和第四固体,其中至少一部分第四液流包含硫酸镁,并且其中第四固体包括高纯度的盐产物。另一个实施方案还包括洗涤、清洁或干燥第四固体的步骤及这些步骤的组合以生产高纯度的盐产物。在一个实施方案中,所述高纯度的盐产物包含七水合硫酸镁、六水合硫酸镁、白钠镁矾、水镁矾或它们的组合。在另一个实施方案中,所述方法产生高纯度盐的产物,基于干重(干重%),其纯度大于 97%。在又一个实施方案中,所述高纯度盐的产物符合美国药典(USP)对硫酸镁的标准。

[0016] 本发明的益处之一在于它是材料损失最小的相对封闭体系。此外,可在该方法中可再利用许多材料。例如,从第三分离步骤回收的第二液流中的至少一部分包含氯化镁溶液或浓氯化镁盐水。可将至少一部分的第二液流循环返回所述方法的起始点并用作在提高的温度下处理所述盐混合物以形成第一浆液的溶液。类似地,在该方法中的其他下游材料可向该方法的上游循环,例如,通过将第二溶液(从第四分离步骤回收的第四液流)加入第一液流、第一结晶步骤和 / 或溶解步骤。可选地,可将水用作向第一液流、第一结晶步骤和 / 或溶解步骤加入的第二溶液。

[0017] 与其他已知方法相比,本发明具有能够回收相对高纯度的经自然纯化的盐产物的益处。在一个实施方案中,基于干重,包含七水合硫酸镁的经自然纯化的盐产物的纯度为至少 80%。在另一个实施方案中,所述方法产生纯度大于 97 重量%的高纯度盐产物。在又一个实施方案中,所述高纯度盐产物符合美国药典(USP)对于硫酸镁的标准。在一个可选的实施方案中,基于干重,纯化包含氯化钠的第一固体产生大于 70%的氯化钠纯度。

[0018] 本发明的益处之一在于它能够同时以高纯度和高回收率生产经自然纯化的盐产

物。基于干重,能够制备纯度大于 90%,同时具有大于 50 重量%的相对高的回收率的经自然纯化的盐产物。在其他方法中,在获得最终产物的较高回收率和实现其高纯度之间常存在折衷选择。

[0019] 本发明的另一个方法的益处在于能够回收包含氯化钠的第一固体。在一个实施方案中,基于干重,氯化钠的纯度大于 70%。在另一个实施方案中,基于干重,氯化钠的纯度大于 80%。在又一个实施方案,基于干重,氯化钠的纯度大于 90%。在再一个实施方案中,从盐混合物的氯化钠回收率大于 50 重量%。

## 附图说明

[0020] 从以下给出的详细说明和附图,将更全面地理解本发明。这些附图仅通过说明的方式给出,因此不意图限制本发明。

[0021] 图 1 是说明从盐混合物生产经自然纯化的盐产物方法的一个实例的方框图。

[0022] 图 2 是说明生产高纯度的盐产物方法的另一个实例的方框图。

## 具体实施方式

[0023] 选择的定义

[0024] 本文使用的以下术语将具有以下含义:

[0025] 术语“盐混合物”是指从中回收盐产物的天然产物起始物料。从中回收盐产物的盐混合物原料可以是任意的起始材料,包括盐卤或泻盐(在氯化钠从海水结晶并收集之后剩余的盐混合物)、余盐、从泉水、湖泊、井水、盐池、蒸发器排出浆液、排放洗除液、地下储藏物获得的盐卤、或包含镁离子、钠离子、钾离子、硫酸根离子和氯离子的任何混合盐。起始物料盐混合物通常包含各种天然存在的盐和复盐,但至少包含具有镁离子、硫酸根离子、钠离子和氯离子的化合物、或在溶液或浆液中具有镁、硫酸盐、钠、钾和氯离子的化合物,其中至少一部分处于固相。

[0026] 术语“经自然纯化的盐产物”是指主要包含硫酸镁盐如硫酸镁、六水合硫酸镁、七水合硫酸镁、白钠镁矾、水镁矾或它们的组合的产物。

[0027] 术语“处理”是指通过使用溶液混合如选择性溶解以形成浆液而对起始盐混合物进行的任意方法。这些方法可包括多阶段、同向流、逆向流、单阶段、分批或连续的方法。

[0028] 术语“溶液”是指在所述方法中,如在形成使用盐混合物的浆液的处理步骤中使用的基于水的溶液。该溶液主要包含镁离子和氯离子。该溶液还可以是浓卤水溶液,如从第三分离步骤回收的、可循环返回所述处理步骤的第二液流(其至少一部分包含氯化镁)。该溶液还可以包含从第四浆液分离的第三液流(其至少一部分包含硫酸镁)。

[0029] 术语“第一浆液”是指盐混合物与溶液的组合。

[0030] 术语“分离”是指将浆液分离为从大多数为液体的部分和大多数为固体的部分的步骤。

[0031] 术语“第一固体”是指包含从第一浆液中分离出的氯化钠的主要为固体的混合物。

[0032] 术语“第二浆液”是指在第一分离步骤中从第一浆液中去除第一固体而产生的复合物。

[0033] 术语“第二固体”是指包含在第二分离步骤中从第二浆液除去的钾和其他离子的

主要为固体的混合物。

[0034] 术语“第一液流”是指从第二浆液分离出的液体,其包含镁离子、硫酸根离子和氯离子。其他离子如钠和钾也可能以较低的含量存在。

[0035] 术语“结晶”是指从液体混合物获得产物的一系列技术的任一项。结晶步骤可通过任意方法进行,如通过导流筒式结晶器、刮面式结晶器(scraped surface crystallizer)、各种热交换器如壳管式或环形式、鼓泡式或注射式、加压循环、导流筒挡板式(draft tube baffled)、表面冷却式、直接接触冷却式结晶器、分批式结晶器或导流筒式结晶器。

[0036] 术语“第三固体”是指在第一液流中结晶以形成第三浆液,然后从第三浆液分离出的固体,其作为经自然纯化的盐产物。

[0037] 术语“第三浆液”是指由在第一液流中使第三固体结晶而产生的混合物。

[0038] 术语“第二液流”是指主要包含氯化镁的液体如浓卤水溶液。第二液流可循环返回所述方法中作为所述处理步骤中的溶液。

[0039] 术语“循环”是指将副产物如液体部分返回至所述方法的之前步骤的步骤。

[0040] 术语“预制”是指盐混合物降低粒径、洗涤、研磨、脱水或固体处理或它们的组合的步骤。

[0041] 术语“高纯度的盐产物”是指主要包含硫酸镁盐如硫酸镁、六水合硫酸镁、七水合硫酸镁、白钠镁矾、水镁矾或它们的组合的产物。

[0042] 术语“第四浆液”是指由在第三液流中使第四固体结晶而产生的复合物。

[0043] 术语“第三液流”是指由将第三固体溶解于第二溶液而产生的液体。

[0044] 术语“第二溶液”是指基于水的溶液,第三固体溶于其中,形成第三液流。第二溶液可包含水或至少一部分包含硫酸镁的第四液流。

[0045] 术语“第四固体”是指第四浆液分离出的固体混合物,其包含高纯度盐产物。

[0046] 术语“第四液流”是指从第四浆液分离的液体,其至少一部分包含硫酸镁。还可以通过将第四液流加入至第一液体而将第四液流循环返回第一结晶步骤和/或溶解步骤。

[0047] 术语“颗粒”是指在盐混合物中离散晶体(discreet crystals)或离散晶体的附聚物。

[0048] 术语“溶解”是指将第三固体放入第二溶液以得到第三液流的步骤。

[0049] 概述

[0050] 本发明提供了从盐混合物制备经自然纯化的盐产物的多种方法。在一个实施方案中,将盐混合物用包含氯化镁的溶液在高于环境温度的温度下处理以形成初始浆液,然后将其分离为包含氯化钠的第一固体和第二浆液。然后将第二浆液分离以产生包含钾和其他离子的第二固体和第一液流。然后从第一液流结晶出第三固体而产生第三浆液。其后从第三浆液分离出第三固体而产生第二液流和包含七水合硫酸镁、六水合硫酸镁、白钠镁矾、水镁矾或它们的组合的经自然纯化的盐产物。在一个实施方案中,所述方法还能够回收作为第一固体的氯化钠。在另一个实施方案中,包含氯化镁的溶液可在所述方法中循环,或者也能够作为产物回收。

[0051] 在其他实施方案中,可将额外的步骤与方法结合使用。例如,盐混合物可在处理之前预制。在另一个实施方案中,经自然纯化的盐产物可进一步纯化以生产高纯度的盐产物。例如,可以对从第三浆液分离出的第三固体进行在第二溶液中的溶解步骤而产生第三

液流。对第三液流中进行第四固体的第二结晶而产生第四浆液。最后,对第四浆液进行第四分离步骤而产生第四液流和第四固体,其中至少一部分的第四液流包含硫酸镁,并且其中第四固体包含高纯度的盐产物。又一个实施方案还包括洗涤、清洁或干燥第四固体的步骤以及这些步骤的组合而得到高纯度的盐产物。在一个实施方案中,所述高纯度盐产物包括七水合硫酸镁、六水合硫酸镁、白钠镁矾、水镁矾或它们的组合。

[0052] 本发明公开的方法具有多项独特的益处。例如,起始材料的盐混合物是天然产物,其使用天然产物处理和加工,并且最终产物是天然产物和天然衍生产物。此外,由于所述方法基本上是封闭系统,并且可以在所述方法中回收产物,因此材料损失最少。此外,本发明能够使最终产品的产率和纯度更高。并且,通过在所述方法中施热,热传递比其他方法更有效并且耗能显著更少。最后,所述方法能够回收多种产物,包括硫酸镁、氯化钠和氯化镁。

#### [0053] 制备经自然纯化的盐产物的方法

[0054] 为了便于理解,以下描述制备经自然纯化的盐产物和高纯度盐产物的方法并参照图 1 和 2。然而,本领域技术人员将认识到在其他系统中可进行这些方法的方面。

#### [0055] 处理步骤

[0056] 所述方法涉及在升温下用溶液处理盐混合物以形成第一浆液,其中所述溶液包含氯化镁。将氯化镁溶液加入起始材料的盐混合物中而产生浆液。所述处理步骤使得氯化镁溶液选择性地溶解所述盐混合物中的硫酸镁而不溶解氯化镁和任何其他的盐。镁离子和钠离子具有非常类似的化学性质和反应性,通常使得难以将两者分离。用氯化镁溶液处理盐混合物以选择性地溶解硫酸镁使得氯化镁在其后步骤中以固体形式从所述浆液中分离。在一个实施方案中,选择性地溶解硫酸镁的处理步骤可通过多阶段、同向流、逆向流、单阶段、分批、连续的方法或它们的组合进行。在另一个实施方案中,所述处理步骤通过单阶段连续过程进行。在又一个实施方案中,所述处理步骤通过逆向流式多阶段连续过程进行。

[0057] 所述溶液是其中至少一部分溶液包含氯化镁的液体。这可通过将固体氯化镁加入水中形成溶液的简单组合而制备。而且,从任何包含氯化镁的天然来源如盐水、湖泊、池塘或地下储藏物的卤盐液可用作所述溶液。在一个实施方案中,包含浓氯化镁盐水的、从第三浆液分离出的至少一部分第二液体可用作在处理步骤中所述溶液。这使得副产物可循环返回所述方法以提高效率并减少材料损失。

[0058] 所述处理步骤在高于环境温度的温度下进行。所述处理步骤的温度可在约 90 °F (32°C) 至 150 °F (66°C) 之间进行。在另一个实施方案中,所述温度在约 100 °F (38°C) 至 140 °F (60°C) 之间。在又一个实施方案中,所述温度在约 110 °F (43°C) 至 120 °F (49°C) 之间以能够发生选择性溶解。所述温度可通过任意方式升高,包括加热盐混合物,在加入至盐混合物之前加热所述溶液、或者加热第一浆液。在一个实施方案中,在加入至盐混合物之前加热氯化镁溶液。在一个实施方案中,该溶液包含约 10 至 31 重量%的氯化镁、约 3 至 16 重量%的硫酸镁、约 0 至 8 重量%的氯化钠、约 0 至 5 重量%的氯化钾,所述溶液的其余部分包含水。在另一个实施方案中,该溶液包含约 20 至 30 重量%的氯化镁、约 4 至 10 重量%的硫酸镁、约 0.1 至 5 重量%的氯化钠以及约 0.1 至 2 重量%的氯化钾,所述溶液的其余部分包含水。在另一个实施方案中,所述溶液包含约 18 至 24 重量%的氯化镁、约 9 至 12 重量%的硫酸镁、约 2 至 6 重量%的氯化钠、约 1 至 2.5 重量%的氯化钾,所述溶液的其余部分包含水。

[0059] 从盐混合物和包含氯化镁的溶液产生第一浆液,其中取决于起始原料,所述盐混合物通常包含各种盐。镁离子、钠离子、钾离子、氯离子和硫酸根离子常存在于该盐混合物中。在一个实施方案中,第一浆液的固体重量百分比(重量%)包含约 28 重量%至约 50 重量%的固体或离子。在另一个实施方案中,第一浆液的固体百分比包含约 30 重量%至 38 重量%的固体或离子。在一个实施方案,所述处理步骤的停留时间为至少 1 分钟。在另一个实施方案中,该停留时间是 1 分钟至 2 小时。在另一个实施方案中,该停留时间是 5 分钟至 1 小时。在又一个实施方案中,停留时间是 10 分钟至 20 分钟。

#### [0060] 第一分离步骤

[0061] 在所述处理步骤之后,将第一浆液分离以产生第一固体和第二浆液。至少一部分的第一固体包含氯化钠。该步骤与处理步骤结合的独特方面之一在于能够通过将硫酸镁溶解于所述溶液中而分离硫酸镁,同时与已知方法相比留下更高纯度的氯化钠和更洁净的馏分(cuts),或者期待在二个步骤之间提供类似的化学作用。在一个实施方案中,在分离步骤中的第二浆液的温度保持与处理步骤相同的温度。液固分离可通过各种方法,其包括双级离心机、无孔转鼓离心机(倾析器)、沉降过滤式离心机、卧式活塞推料离心机、倾析器、湿筛机、水力旋流器、真空过滤器、带式过滤器或通过任何组合进行。在一个实施方案中,将具有湿筛的无孔转鼓离心机用于分离氯化钠和第二浆液。在另一个实施方案中,使用卧式活塞推料离心机。硫酸镁与任何其他化合物如其他的盐、悬浮固体、其他的微粒以及氯化镁一起剩余在第二浆液中。

[0062] 在一个实施方案中,将具有筛网的离心机用于分离出细颗粒以防止它们随着氯化钠沉降,从而提高氯化钠的纯度。在一个实施方案中,使用 30 至 70 目的筛网。在一个实施方案中,分离出的包含氯化钠的第一固体可具有基于干重大于 70%的纯度。在另一个实施方案中,氯化钠的纯度为基于干重大于 80%,其适用于晒盐生产方法。除高纯度外,该方法可达到氯化钠的高回收率。在一个实施方案中,氯化钠的回收率为大于 50 重量%。在另一个实施方案中,其回收率大于 60 重量%。在又一个实施方案中,氯化钠的回收大于 70 重量%。该方法的另一个优点是除氯化钠的高纯度水平之外的高回收率。在一个实施方案中,氯化钠的回收率为约 50 重量%至约 75 重量%,并且纯度水平为基于干重约 70%至约 95%。

#### [0063] 第二分离步骤

[0064] 在将第二浆液和至少一部分包含氯化钠的第一固体分离的第一分离步骤之后,对第二浆液进行第二分离步骤,产生第二固体和第一液流。第二固体除其他的盐和离子外包含钾离子。该分离步骤可通过如上所述的方法进行。

[0065] 在一个实施方案中,小于 10 重量%的悬浮固体剩余在待结晶的第一液流中。在另一个实施方案中,剩余的悬浮固体小于 5 重量%。在又一个实施方案中,剩余的悬浮固体小于 2 重量%。

#### [0066] 结晶步骤

[0067] 一旦将第一液流从第二浆液分离,将第三固体在第二浆液中结晶而产生第三浆液。第三固体浆液可包含硫酸镁水合物,其包括七水合硫酸镁(泻盐)、六水合硫酸镁(Hexahydrate)、白钠镁矾、硫镁矾或它们的组合。在一个优选实施方案中,第三固体包含七水合硫酸镁。可将六水合物进一步处理以形成七水合硫酸镁。

[0068] 在一个实施方案中,在结晶步骤过程中冷却第一液流。可使用多种冷却方法,其包括直接接触冷却、表面冷却、真空冷却或其他类型的冷却方法。在一个实施方案中,通过将冷却剂如通过 CO<sub>2</sub> 气体鼓泡至第一液流体或通过任何类型的热传递液体进行直接接触冷却。在另一个实施方案中,可使用表面冷却。在该冷却方法中,氯化镁可能在结晶器的侧面上结垢。该结垢问题可通过用水冲洗、再加热以及温热以使在侧面上形成的结晶再溶解而解决。在又一个实施方案中,使用真空冷却,其具有避免结垢问题的益处。

[0069] 本发明的一个益处在于在高于环境温度的温度下进行结晶。在低于环境温度(一般至 5 °F (-15°C) 或更低)进行结晶以分离出硫酸镁的其他方法中,较低的温度显著增加氯化镁的粘度,其相对于硫酸镁几乎变得像润滑剂。这可导致结垢问题以及为了冷却该溶液并蒸发液体而使用高能量。而相比之下,本发明避免这些问题,并且进而使用更少的能量,这是因为仅将能量用于冷却而非蒸发(明显的冷却),并且几乎无净蒸发至无净蒸发。当在更高的温度下时,氯化镁的低粘度也产生更好的分离。

[0070] 在一个实施方案中,所述结晶步骤可通过任何方法进行,如通过导流筒式结晶器、刮面式结晶器、各种热交换器如壳管式或环形式、鼓泡式或注射式。其他类型是加压循环、导流筒挡板式、表面冷却式、直接接触冷却式结晶器、分批式的结晶器。在一个优选实施方案中,使用导流筒式结晶器,其基本上是连续搅拌釜。在一个实施方案中,进入结晶器的第一液流(即结晶器进料温度)在约 90 °F (32°C) 至 150 °F (66°C) 之间,与处理步骤和分离步骤的温度相同。在一个实施方案中,将第一液流冷却至约 50 °F (10°C) 至 140 °F (60°C) 之间的温度。在另一个实施方案中,当进入结晶器时,第一液流的温度为约 100 °F (38°C) 至 130 °F (54°C)。在又一个实施方案中,当进入结晶器时,第一液流的温度为约 119 °F (48°C) 至 122 °F (50°C) 之间。在又一个实施方案中,然后将第一液流在结晶器中从处理和分离步骤中的温度冷却。在一个实施方案中,将第一液流的温度通过如上所述的方法在结晶器中冷却至约 60 °F (16°C) 至约 80 °F (27°C) 的温度以产生第三浆液。在另一个实施方案中,该温度为约 67 °F (19°C) 至约 72 °F (22°C)。在又一个实施方案中,该温度为约 68 °F (20°C) 至约 70 °F (21°C)。在结晶釜中的第三浆液将在约 60 °F (16°C) 至约 80 °F (27°C) 的温度范围。在一个可选的实施方案中,将在结晶器中的第一溶液加热直至约 250 °F (121°C) 的温度以产生水镁矾。

[0071] 在一个实施方案中,第一液流将以大约与从结晶釜排出的作为第三浆液的相同速率进入结晶器。当将第一液流加入结晶器(基本上作为过饱和液体)时,将其与第三浆液混合、分散并通过在已于第三浆液中的结晶上生长而结晶。在一个实施方案中,其停留时间为 2 至 7 小时(例如具有约 0.6gpm =  $\tau = 333$  分钟的进料 / 出料速率的 200 加仑的结晶釜)。在另一个实施方案,其停留时间为约 3 至 5 小时。在一个实施方案中,第一液流将在每分钟进行约 3 次循环(turnover),这将导致充分均匀的混合。在一个实施方案中,可将水加入第一液流或第三浆液以防止氯化钠在环境温度以及约 2 至 4% 的第一液流的流速下共沉淀。在另一个实施方案中,可将包含第四液流、水或这两者的第二溶液加入结晶步骤的第一液流或第三浆液中。在一个实施方案中,第三浆液是固体和液体的组合,其中第三固体在第一液流中结晶。

### [0072] 第三分离步骤

[0073] 在结晶步骤之后,将第三固体从第三浆液分离以产生第二液流和经自然纯化的盐

产物。该经自然纯化的盐产物可包含七水合硫酸镁、六水合硫酸镁、白钠镁矾、水镁矾或它们的组合。该液-固分离步骤可采用上述分离步骤的相同方法中的任一种进行,其包括双级离心机、无孔转鼓离心机(倾析器)、沉降过滤式离心机、卧式活塞推料离心机、倾析器、湿筛机、水力旋流器、真空过滤器、带式过滤器或通过任何这些方法的组合。在一个实施方案中,将卧式活塞推料离心机用于分离。在另一种实施方案中,将真空过滤器用于分离。在一个实施方案中,可将包含第四液流、水或这二者的第二溶液加入第三分离步骤的第三浆液中。在另一个实施方案中,可将至少一部分第三固体重新加入至第一结晶步骤以提高浆液密度并改善晶体生长。

[0074] 在一个实施方案中,从分离步骤回收的第二液流包含进行洗除的氯化镁溶液(浓氯化镁盐水)。在一个实施方案中,洗除液为 25% 至 50%。在另一个实施方案中,可将至少一部分洗除液加入起始材料的盐混合物中以其回收并再利用。包含氯化镁的第二液流具有各种商业用途如除尘剂、除冰剂、防冰剂或者预润湿剂。还可以将至少一部分第二液流循环返回至所述方法中作为所述处理步骤中的溶液。

[0075] 从第三分离步骤回收的第三固体将包含经自然纯化的盐产物如七水合硫酸镁。在一个实施方案中,该产物的纯度为大于 80 重量%。在另一个实施方案中,该产物的纯度为大于 90 重量%。在又一个实施方案中,其纯度可达到大于 95 重量%。经自然纯化的盐产物的回收率也相对较高。在一个实施方案中,经自然纯化的盐产物的回收率大于 50 重量%。

[0076] 另一个实施方案还包括纯化步骤如洗涤、清洁或干燥第四固体的步骤以及这些步骤的组合以产生高纯度的盐产物。在一个实施方案中,在第四分离步骤之后进行这些步骤。

#### [0077] 生产高纯度的盐产物的方法

[0078] 本发明还涉及用于生产高纯度的盐产物的方法。在一个实施方案中,可对从第三浆液分离的第三固体进行纯化步骤以产生高纯度的盐产物。可将任意的的方法,包括溶解、结晶、分离、洗涤、清洁、干燥或这些步骤的任意组合用于该步骤。可如本文所述地进行该分离步骤和结晶步骤。在一个实施方案中,除了以上公开的步骤之外,所述方法包括溶解、结晶和分离的步骤。

#### [0079] 溶解步骤

[0080] 在对于第三浆液的第三分离步骤产生第三固体和第二液流之后,然后可将第三固体溶于第二溶液以产生第三液流。所述溶解步骤可在提高的温度下进行,其中该温度在约 90 °F (32°C) 至约 150 °F (66°C) 的范围内。在另一个实施方案中,温度为在约 100 °F (38°C) 至约 140 °F (60°C)。在又一个实施方案中,温度为约 110 °F (43°C) 至约 120 °F (49°C)。在一个实施方案中,用于溶解第三固体的第二溶液可以是水、至少一部分的第四液流或它们的组合。通过将第四液流循环返回作为第二溶液,使材料损失最小。

#### [0081] 第二结晶步骤

[0082] 一旦在所述溶解步骤中形成第三液流,在第三液流中结晶出第四固体的第二结晶步骤产生第四浆液。可如本文所述地进行结晶步骤。

#### [0083] 第四分离步骤

[0084] 最后,对于第四浆液的第四分离步骤产生第四液流和第四固体,其中至少一部分第四液流包括硫酸镁,并且其中第四固体包含高纯度的盐产物。在一个实施方案中,所述高纯度的盐产物包含七水合硫酸镁、六水合硫酸镁、白钠镁矾、水镁矾或它们的组合。在一个

实施方案中,所述高纯度的盐产物包含七水合硫酸镁(泻盐)。

[0085] 在另一个实施方案中,该步骤产生具有基于干重(干重%)大于 97%纯度的高纯度的盐产物。在又一个实施方案中,所述高纯度盐产物符合美国药典(USP)对于硫酸镁的标准。在一个实施方案中,在第四分离步骤中可将包含水、第四液流或这二者的第二溶液加入至第四浆液。在一个实施方案中,约 90%的高纯度的盐产物粒径大于 50 目。此外,在一个实施方案中,基于干重,高纯度盐产物的纯度大于 90%。在另一个实施方案中,基于干重,其纯度大于 95%。在又一个实施方案中,基于干重,其纯度大于 98%。

#### [0086] 进一步的纯化步骤

[0087] 在另一个实施方案中,可选地,通过这些步骤加工的第三固体或第四固体可通过工业中公知的方法洗涤、清洁和 / 或干燥。在一个实施方案中,从纯化步骤获得的包含七水合硫酸镁的高纯度的盐产物具有大于 97 重量%的纯度。在另一个实施方案中,所述高纯度的盐产物的纯度大于 98 重量%。在又一个实施方案中,所述高纯度的盐产物的纯度为大于 99 重量%。

#### [0088] 预制步骤

[0089] 在所述处理步骤之前对盐混合物可进行预制步骤。在一些情况下,所述盐混合物中可包含杂质如过量的水、高含量的不期待化合物,其包括其他的盐、或其他产物如灰尘。在其他情况中,盐混合物的颗粒可以是非常大粒径的。为了易于使用和处理盐混合物。所述盐混合物可在处理之前进行预制。在一个实施方案中,所述预制步骤包括对盐混合物降低粒径、洗涤、研磨、脱水、固体处理或以上的任意组合。这些步骤可通过任何工业中公知的方法进行。在另一个实施方案中,该预制步骤包括将盐混合物的粒径降低至小于 1 英寸。

#### [0090] 实施例

[0091] 在以下的实施例中说明生产具有各种用途的经自然纯化产物和高纯度盐产物的方法的方面。在这些实施例中显示出通过所公开的方法可实现这些盐产物的成功生产。

#### [0092] 实施例 1

[0093] 在第一实施例中,将 163 加仑的 24 重量%的氯化镁溶液泵抽入 300 加仑的具夹套的混合釜中。使用轴流式叶轮以 2500 加仑 / 分钟 (gpm) 的速率混合该溶液并通过釜夹套用低压蒸汽加热至 135 °F (57°C)。然后将 765 磅 (Lbs) 盐混合物加入混合釜而产生第一浆液。将釜混合 18 分钟,同时保持 122 °F (50°C) 的温度。在完成停留时间时,将浆液泵抽至卧式活塞推料离心机 Baker Perkins S-8 型。该离心机筛篮具有 13/10 英寸的筛缝,并以 1800 转 / 分钟 (RPM) 运行。第一浆液包含 39 重量%的悬浮固体。将包含氯化钠的第一固体从第一浆液中分离而产生第二浆液。使第二浆液继续进入第二具夹套的混合釜(缓冲釜),其与以上的混合釜设计相同,以 1750gpm 的较低速率混合。第二浆液包含 16 重量%的悬浮固体,并使用 Siebtechnik 卧式无孔转鼓倾析器型离心机 (horizontal solid bowl decanter type centrifuge) 处理。收集第二固体,同时产生第一液流,将其排放至具夹套的缓冲釜。第一液体包含 1.5 重量%的悬浮固体,并且第二固体具有约 47 重量%的夹带的盐水。

[0094] 在 132 °F (56°C) 下从缓冲釜泵抽出第一液流,并在管线内与防止或限制氯化钠在结晶器中结晶的水混合。水的加入速率为 45Lbs 每小时,其相当于第一液流速率。将第一液流在 122 °F (50°C),以 1.1gpm 的速率从加热的缓冲釜泵抽入导流筒挡板式真空蒸发结晶器。将该结晶器在 70 °F (21°C) 的温度和 11mmHg 的绝对压力下运行。在进入结晶器时将第

一液流立即与第三浆液混合,并通过真空蒸发而冷却。使 70% 的蒸发水在管壳式热交换器内冷凝并回流返回该结晶器中。将第三浆液从结晶器泵抽入 50 加仑的釜中并沉降。通过倾析第二液流的一部分而浓缩第三浆液,并将其泵抽回该结晶器或离心机进料混合釜。结晶器中的悬浮固体的一般重量%为 8 重量%,但以该技术提高至 20 重量%的悬浮固体。将经浓缩的第三浆液(59 重量%的悬浮固体)从离心机进料混合釜通过重力给料至 KMPT 卧式活塞推料离心机。运行的离心机型号是具有 508/1000 英寸筛缝的 SZ 21 离心机。在离心机中使用第四液流和 / 或水洗涤固体。作为洗液的第四液流的施用速率为 0.06 磅第四液体 / 磅第三固体。作为洗液的水的施用量是 0.05 磅水 / 磅第三固体。将第三固体或经自然纯化的盐从第二液流分离。对于所有组成,参见表 1、2 和 3。

[0095] 表 1 - 以化合物和离子计的盐混合物组成

MgSO <sub>4</sub>	MgCl <sub>2</sub>	KCl	NaCl	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	水	不溶性材料
24%	0%	8%	38%	5%	25%	1%

[0096]

Mg <sup>+2</sup>	Na <sup>+1</sup>	K <sup>+1</sup>	Cl <sup>1</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>	水	不溶性材料
6%	16%	4%	27%	22%	25%	1%

[0097] 表 2 - 对于所有的液体和固体流的组成数据

[0098]

来料流或固体	MgSO <sub>4</sub>	MgCl <sub>2</sub>	KCl	NaCl	水	不溶物
溶液(氯化镁)	6%	24%	1%	2%	68%	NA
第一液流	10%	20%	2%	3%	66%	NA
第一固体	4%	0.4%	1%	95%	0.1%	NA
第二固体	28%	10%	13%	12%	37%	1%
第二液流	6%	21%	1%	3%	69%	NA
第四液流	22%	1%	0.1%	1%	76%	NA
未洗涤的第三固体	50%	1%	0.1%	0.2%	49%	NA
用第二溶液(第四液流) 洗涤的第三固体	50%	1%	0.1%	0.1%	49%	NA
用水洗涤的第三固体	48%	0.0%	0.0%	0.4%	52%	NA

[0099] 表 3 - 经自然纯化的盐产物的筛网数据

[0100]

US 目数	重量%
12	0.0%
16	0.0%
20	0.9%

30	20.6%
40	39.2%
50	25.1%
60	4.5%
70	6.5%
100	2.3%
140	0.8%
200	0.1%
盘	0.1%

[0101] 实施例 2

[0102] 在第二实施例中,将 173 加仑的 26 重量%的氯化镁溶液泵抽入 300 加仑的具夹套的混合釜中。使用轴流式叶轮以 2500 加仑 / 分钟 (gpm) 的速率混合该溶液并通过釜夹套用低压蒸汽加热至 135 °F (57°C)。然后将 739 磅 (Lbs) 盐混合物加入混合釜而产生第一浆液。将釜混合 22 分钟,同时保持 123 °F (51°C) 的温度。在完成停留时间时,将浆液泵抽至卧式活塞推料离心机 Baker Perkins S-8 型。该离心机筛篮具有 13/10 英寸的筛缝,并以 1800 转 / 分钟 (RPM) 运行。第一浆液包含 35 重量%的悬浮固体。将包含氯化钠的第一固体从第一浆液中分离而产生第二浆液。使第二浆液继续进入第二具夹套的混合釜(缓冲釜),其与以上的混合釜设计相同,以 1750gpm 的较低速率混合。第二浆液包含 10 重量%的悬浮固体,并使用 Siebtechnik 卧式无孔转鼓倾析器型离心机处理。收集第二固体,同时产生第一液流,将其排放至具夹套的缓冲釜。第一液体包含 1.5 重量%的悬浮固体,并且第二固体具有约 37 重量%的夹带的盐水。

[0103] 在 133 °F (56°C) 下从缓冲釜泵抽出第一液流,并在管线内与防止或限制氯化钠在结晶器中结晶的水混合。水的加入速率为 45Lbs 每小时,其相当于第一液流速率。将第一液流在 122 °F (50°C),以 0.7gpm 的速率从加热的缓冲釜泵抽入导流筒挡板式真空蒸发结晶器。将该结晶器在 69 °F (21°C) 的温度和 11mmHg 的绝对压力下运行。在进入结晶器时将第一液流立即与第三浆液混合,并通过真空蒸发而冷却。使 70% 的蒸发水在管壳式热交换器内冷凝并回流返回该结晶器中。将第三浆液从结晶器泵抽入 50 加仑的釜中并沉降。通过倾析第二液流的一部分而浓缩第三浆液,并将其泵抽回该结晶器或离心机进料混合釜。结晶器中的悬浮固体的一般重量%为 9 重量%。将经浓缩的第三浆液(45 重量%的悬浮固体)从离心机进料混合釜通过重力给料至 KMPT 卧式活塞推料离心机。运行的离心机型号是具有 5.08/1000 英寸筛缝的 SZ 21 离心机。在离心机中使用第四液流洗涤固体。作为洗液的第四液流的施用速率为 0.06 磅第四液体 / 磅第三固体。将第三固体或经自然纯化的盐从第二液流分离。对于所有组成,参见表 4、5 和 6。

[0104] 表 4 - 以化合物和离子计的盐混合物组成

MgSO <sub>4</sub>	MgCl <sub>2</sub>	KCl	NaCl	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	水	不溶性材料
27%	0%	6%	28%	6%	33%	3%

[0105]

Mg <sup>+2</sup>	Na <sup>+1</sup>	K <sup>+1</sup>	Cl <sup>-1</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>	水	不溶性材料
7%	12%	3%	20%	25%	25%	3%

[0106] 表 5 - 对于所有的液体和固体流的组成数据

[0107]

来料流或固体	MgSO <sub>4</sub>	MgCl <sub>2</sub>	KCl	NaCl	水	不溶物
溶液	4%	26%	0.3%	2%	68%	NA
第一液流	10%	20%	2%	3%	65%	NA
第一固体	17%	1%	5%	63%	14%	NA
第二固体	23%	7%	11%	22%	37%	1%
第二液流	5%	21%	1%	3%	70%	NA
第四液流	22%	1%	0.1%	1%	76%	NA
未洗涤的第三固体	51%	1%	0.1%	0.1%	48%	NA
用水洗涤的第三固体	50%	1%	0.0%	0.1%	49%	NA

[0108] 表 6 - 经自然纯化的盐产物的筛网数据

[0109]

US 目数	重量%
12	0.0%
16	0.0%
20	1.2%
30	26.3%
40	33.8%
50	20.6%
60	4.0%
70	4.8%
100	3.8%

140	2.7%
200	0.9%
盘	1.3%

[0110] 将来自实施例 1 的经自然纯化的盐(第三固体)溶解在具夹套的混合釜内的水中以产生第三液流。在 125 °F (52°C) 的温度下进行溶解并通过低压蒸汽加热。将第三液流从混合釜中泵抽入具夹套的缓冲釜中,保持 133 °F (56°C) 的温度。然后将第三液流泵抽入 130 °F (54°C) 下的包括第四浆液的导流筒挡板式真空蒸发结晶器。将该结晶器在 65 °F (18°C) 的温度和 15mmHg 的绝对压力下运行。使 70% 的蒸发水在管壳式热交换器内冷凝并回流返回该结晶器中。将第四浆液(23 重量%的悬浮固体)从结晶器泵抽入 50 加仑的釜中。通过倾析一部分第四液流而浓缩第四浆液。将经浓缩的第四浆液(36 重量%的悬浮固体)泵抽入离心机进料釜中。通过重力给料至 SZ 21 型 KMPT 卧式活塞推料离心机,其筛缝为 5.08/1000 英寸。将高纯度的盐产物分离,并用水洗涤。作为洗涤水的施用速率为 0.3 磅/磅固体。所有流体的组成示于表 7 和 8。

[0111] 表 7 - 从经自然纯化的盐纯化至高纯度多盐的液流和固体的组成,所列组成具有 ppm 和重量%单位的组合

[0112]

来料流或固体	MgSO <sub>4</sub>	MgCl <sub>2</sub>	KCl	NaCl	水
第三液流	30%	0.7%	0.1%	0.2%	69%
第四液流	25%	0.6%	700 ppm	0.5%	74%
经(水)洗涤的高纯度固体	47%	0.0%	40 ppm	60 ppm	53%
未洗涤的高纯度固体	48%	500 ppm	20 ppm	0.0%	52%

[0113] 表 8- 经自然纯化的盐产物的筛网数据

[0114]

US 目数	重量%
12	0.1%
16	3.0%
20	18.9%
30	42.5%
40	19.8%
50	9.4%
60	1.0%

70	3.2%
100	1.2%
140	0.7%
200	0.0%
盘	0.1%

[0115] 如上所述,以上仅意图说明本发明的各实施方案。以上讨论的特定修改不应被视为对本发明的限制。对于本领域技术人员显而易见的是,在不背离本发明范围下可进行各种等同、变化和修改,并且应理解本文包括这样的等同实施方案。将本文中引用的全部参考文献援引并入本文,如同将其全文进行阐述。

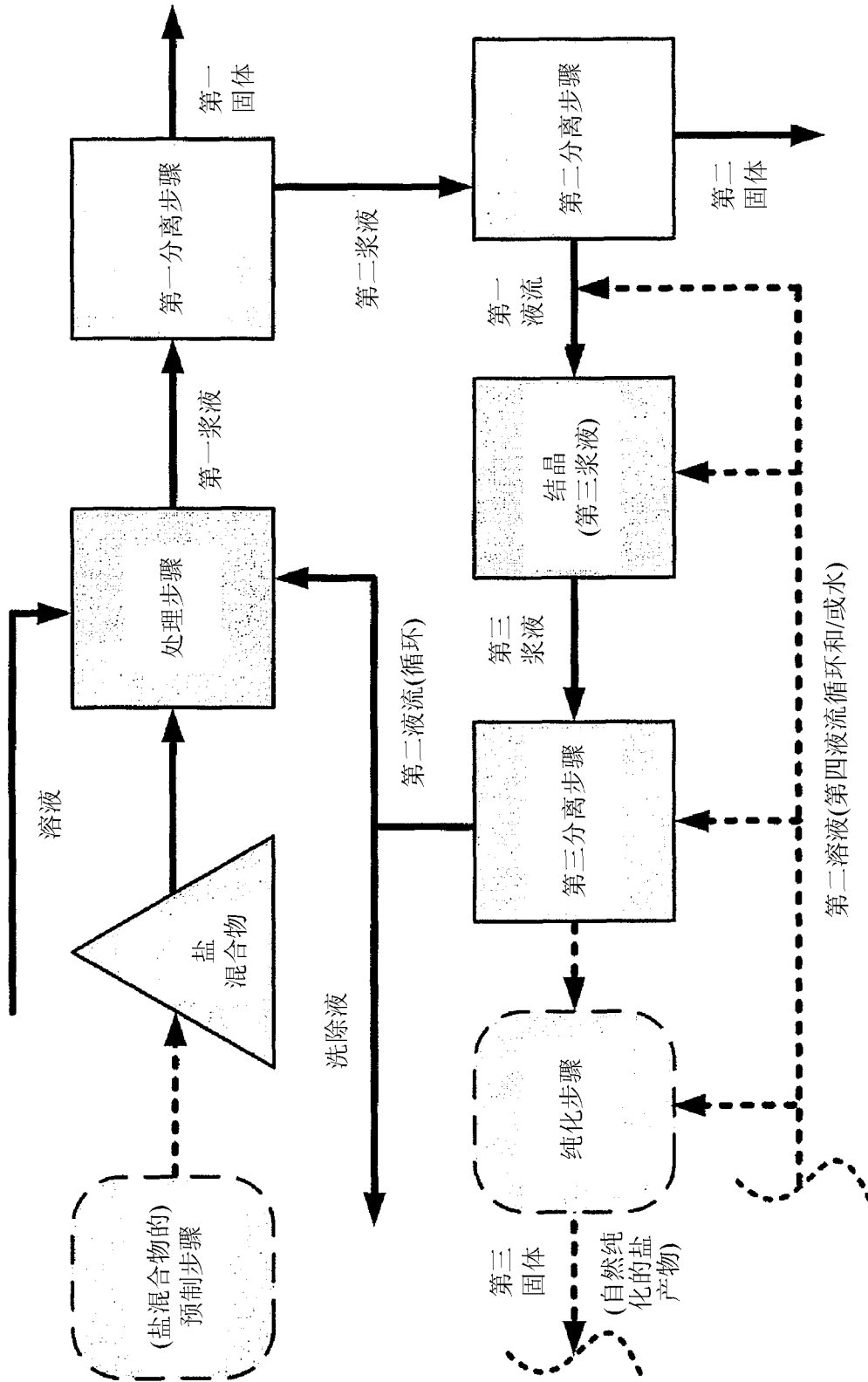


图 1

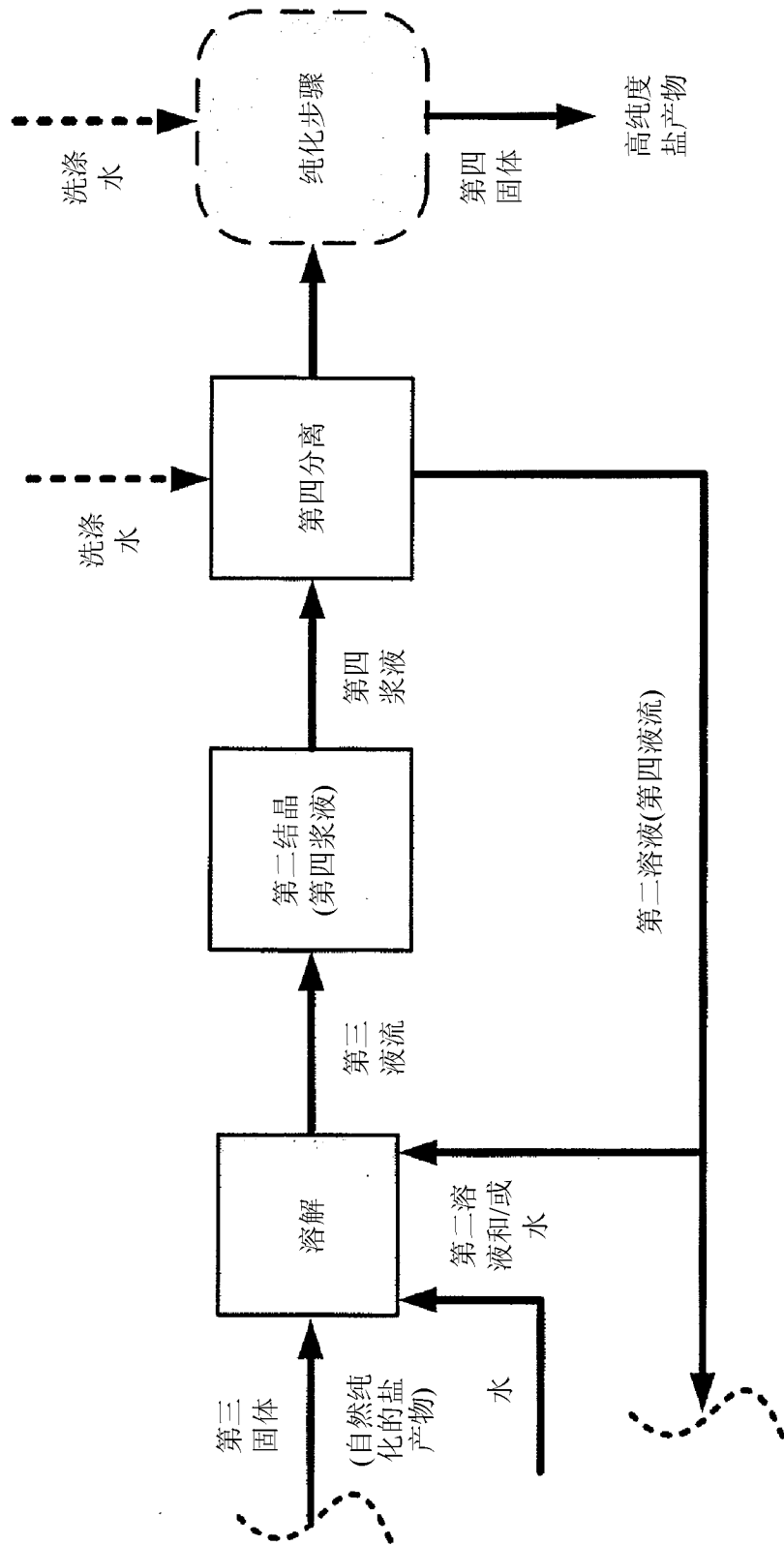


图 2