



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111377459 A

(43)申请公布日 2020.07.07

(21)申请号 202010253174.4

(22)申请日 2020.04.02

(71)申请人 临沂大学

地址 276000 山东省临沂市兰山区双岭路  
中段临沂大学化学化工学院

(72)发明人 张涛 孟令宗 李丹 马勇 杨兰

(74)专利代理机构 济南尚本知识产权代理事务  
所(普通合伙) 37307

代理人 杨宝根 董洁

(51) Int. Cl.

C01B 35/10(2006.01)

C01F 11/30(2006.01)

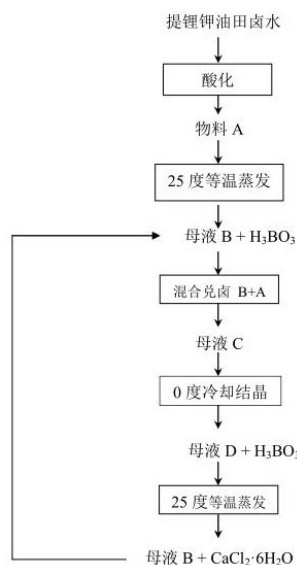
权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54)发明名称

一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法

(57)摘要

一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,包括如下步骤:步骤一:提取锂、钾后的油田卤水加盐酸酸化将硼转化为硼酸,得原卤A;步骤二:原卤A在20-30℃的温度下进行恒温蒸发操作,析出硼酸晶体,过滤,得母液B;步骤三:将母液B和原卤A混合得母液C,母液C在0-10℃的温度下进行恒温冷却结晶操作,析出硼酸晶体,过滤,得母液D;步骤四:母液D在20-30℃的温度下进行恒温蒸发操作,析出六水合氯化钙晶体,过滤,得母液B。南翼山地区油田卤水经过提取钾、锂元素之后其卤水体系可以看成是氯化钙-硼酸-水体系,因此,本发明采用上述三元体系的0℃和25℃的相图分离硼酸和氯化钙。



1. 一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,其特征在于:包括如下步骤:

步骤一:提取锂、钾后的油田卤水加盐酸酸化将硼转化为硼酸,得原卤A;

步骤二:原卤A在20-30℃的温度下进行恒温蒸发操作,析出硼酸晶体,过滤,得母液B;

步骤三:将母液B和原卤A混合得母液C,母液C在0-10℃的温度下进行恒温冷却结晶操作,析出硼酸晶体,过滤,得母液D;

步骤四:母液D在20-30℃的温度下进行恒温蒸发操作,析出六水合氯化钙晶体,过滤,得母液B,母液B与原卤A以及步骤二所得的母液B混合重复利用。

2. 根据权利要求1所述的一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,其特征在于:所述的步骤一中加入的盐酸浓度为36%-38%。

3. 根据权利要求1所述的一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,其特征在于:所述的步骤一中提取锂、钾后的油田卤水才用流加的方式分批次添加盐酸,每次添加后搅拌5-10min,并检测pH值,pH值降低至1.8-2.2时,停止添加盐酸。

4. 根据权利要求1所述的一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,其特征在于:所述的步骤二和步骤四的恒温蒸发温度为25℃。

5. 根据权利要求1所述的一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,其特征在于:所述的步骤三的冷却结晶温度为0℃。

6. 根据权利要求1所述的一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,其特征在于:所述的步骤二和步骤四的恒温蒸发在连有负压泵的密闭容器中进行。

7. 根据权利要求1所述的一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,其特征在于:所述的步骤二的恒温蒸发操作时间为18-24h。

8. 根据权利要求1所述的一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,其特征在于:所述的步骤三的冷却结晶操作时间为4-6h。

9. 根据权利要求1所述的一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,其特征在于:所述的步骤四的恒温蒸发操作时间为9-16h。

## 一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于卤水处理领域,具体地说是一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法。

### 背景技术

[0002] 卤水是指盐类含量大于5%的液态矿产,聚集于地表的称表卤水或湖卤水。聚集于地面以下者称地下卤水。由于卤水资源往往与油气相伴相生,并与石油天然气一同来到地面,因此,人们往往将这种卤水称为油(气)田卤水。由于卤水中含有相当量的元素,卤水中含有较为丰富的钾、锂、硼等元素,但是由于不同地区的卤水元素含量不尽相同,其在进行处理时如果选用统一的方法进行处理则导致部分地区的油田卤水处理效率较低,因此不同地区的油田卤水处理需要进行针对性的研究,南翼山地区油田卤水属于氯化钙型油田卤水在经过提取钾、锂元素之后,其硼元素存在较难分离且操作复杂导致硼元素提取效率低的问题,这是影响南翼山地区油田卤水处理的一个重要难题。

### 发明内容

[0003] 本发明提供一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,用以解决现有技术中的缺陷。

[0004] 本发明通过以下技术方案予以实现:

一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,包括如下步骤:

步骤一:提取锂、钾后的油田卤水加盐酸酸化将硼转化为硼酸,得原卤A;

步骤二:原卤A在20-30°C的温度下进行恒温蒸发操作,析出硼酸晶体,过滤,得母液B;

步骤三:将母液B和原卤A混合得母液C,母液C在0-10°C的温度下进行恒温冷却结晶操作,析出硼酸晶体,过滤,得母液D;

步骤四:母液D在20-30°C的温度下进行恒温蒸发操作,析出六水合氯化钙晶体,过滤,得母液B,母液B与原卤A以及步骤二所得的母液B混合重复利用。

[0005] 如上所述的一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,所述的步骤一中加入的盐酸浓度为36%-38%。

[0006] 如上所述的一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,所述的步骤一中提取锂、钾后的油田卤水才用流加的方式分批次添加盐酸,每次添加后搅拌5-10min,并检测pH值,pH值降低至1.8-2.2时,停止添加盐酸。

[0007] 如上所述的一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,所述的步骤二和步骤四的恒温蒸发温度为25°C。

[0008] 如上所述的一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,所述的步骤三的冷却结晶温度为0°C。

[0009] 如上所述的一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,所述的步骤二和步骤四的恒温蒸发在连有负压泵的密闭容器中进行。

[0010] 如上所述的一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,所述的步骤二的恒温蒸发操作时间为18-24h。

[0011] 如上所述的一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,所述的步骤三的冷却结晶操作时间为4-6h。

[0012] 如上所述的一种氯化钙型卤水提取硼酸的方法,所述的步骤四的恒温蒸发操作时间为9-16h。

[0013] 本发明的优点是:

1、南翼山地区油田卤水经过提取钾、锂元素之后其卤水体系可以看成是氯化钙-硼酸-水体系,由于南翼山地区夏季夜晚平均气温接近0℃,白天温度可达25℃,因此,本发明采用上述三元体系的0℃和25℃的相图分离硼酸和氯化钙。

[0014] 2、利用氯化钙盐和硼酸在不同温度下的溶解度特性这一基本原理,设计成一封闭式循环系统,六水氯化钙和硼酸分别结晶析出。

[0015] 3、生产过程中可以适应卤水氯化钙与硼酸的比例变化大的实际情况,设计类似的分离路线,有利于生产的稳定性和产品质量。

[0016] 4、该工艺流程短,能耗低,显著提高了卤水硼资源利用率。

[0017] 5、可采用多效蒸发,有利于提高蒸发系统热经济提高。

[0018] 6、在卤水净化的工艺条件下,硼酸产品质量高,综合能耗低。

## 附图说明

[0019] 为了更清楚地说明本发明实施例或现有技术中的技术方案,下面将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图作一简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图是本发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动性的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0020] 图1是本发明的工艺流程图;

图2是本发明的三元体系氯化钙-硼酸-水 0℃和25℃的相图分离路线图,内侧线为273.15K,外侧线为298.15K。

## 具体实施方式

[0021] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

## 实施例

[0022] 步骤一:提取锂、钾后的油田卤水流加的方式分批次添加浓度为37%的盐酸溶液,每次添加后搅拌5-10min,并检测pH值,pH值降低至1.95时,停止添加盐酸,得原卤A;

步骤二:取100kg的原卤A在25℃的温度下,在连有负压泵的密闭容器中进行恒温蒸发操作,负压泵持续工作将蒸发出的水蒸汽及时抽出,加快水蒸汽蒸发,恒温蒸发操作18h,蒸发掉部分62.42kg水溶液,析出0.89kg的硼酸晶体,过滤,得36.69kg母液B;

步骤三:取31.92kg母液B和35.38kg原卤A混合得68.30kg母液C,母液C在0℃的温度下进行恒温冷却结晶操作,恒温冷却结晶操作5h,析出0.5kg硼酸晶体,过滤,得67.80kg母液

D;

步骤四:母液D在25℃的温度下,在连有负压泵的密闭容器中进行恒温蒸发操作,负压泵持续工作将蒸发出的水蒸汽及时抽出,加快水蒸汽蒸发,恒温蒸发操作12h,蒸发掉27.09kg水溶液,析出5.33kg六水合氯化钙晶体,过滤,得35.38kg母液B,母液B与原卤A混合重复操作。

[0023] 南翼山地区油田卤水经过提取钾、锂元素之后其卤水各物质含量如表一所示,本发明在操作过程中各物料衡算如表二所示。

Ca <sup>2+</sup> (g/L)	B <sup>3+</sup> (mg/L)	Cl <sup>-</sup> (g/L)	ρ (g/cm <sup>3</sup> )
69.10	3341.7	237.9	1.260

[0024] 表一

母液编号	母液含量, wt (%)			原始母液质量 (Kg)	过程	消耗 H <sub>2</sub> O	析出 H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	析出 CaCl <sub>2</sub> · 6 H <sub>2</sub> O
	H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	CaCl <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O					
A	1.52	15.19	83.29	100	A→B	62.42	0.89	0
B	1.73	41.4	56.87	36.69	B+A→C	0	0	0
C	1.63	29.22	69.15	68.30	C→D	0	0.5	0
D	0.9	29.51	69.59	67.80	D→B	27.09	0	5.33
B	1.73	41.4	56.87	35.38	/	/	/	/

表二

通过实施例可以得知,本发明的制备方法对于能源消耗很低,且硼酸和六水合氯化钙的析出效率较高,能够高效的处理南翼山地区的氯化钙型油田卤水。

[0025] 最后应说明的是:以上实施例仅用以说明本发明的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明,本领域的普通技术人员应当理解:其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分技术特征进行等同替换;而这些修改或者替换,并不使相应技术方案的本质脱离本发明各实施例技术方案的精神和范围。

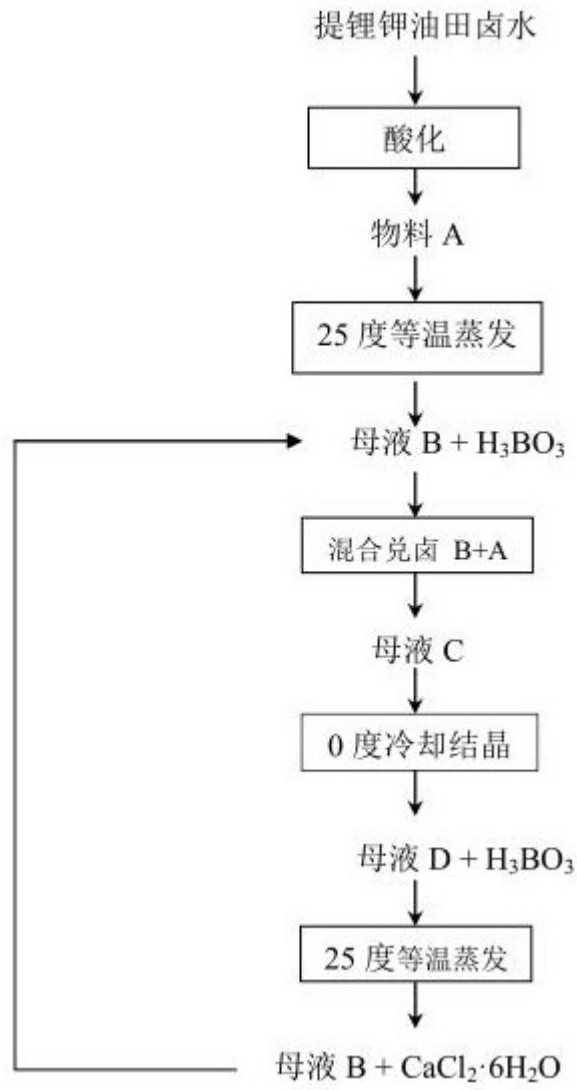


图1

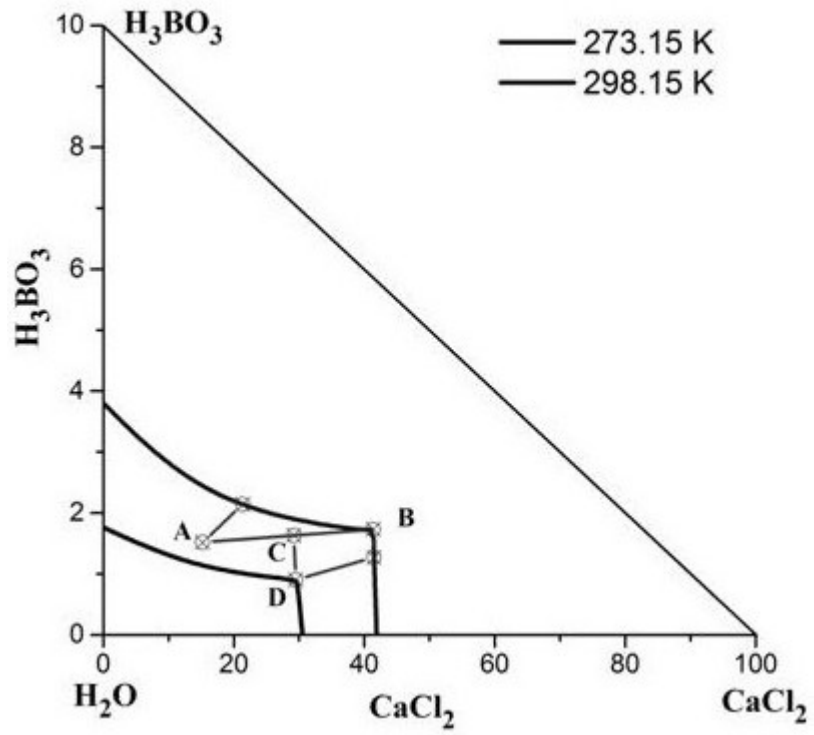


图2