

Untersuchungen zur Druckfiltration von Rotschlamm unmittelbar nach dem Aufschluss ohne Eindicker

B. SCHEPERS

In the Bayer process bauxite is digested with a solution of caustic soda in order to dissolve the alumina. The iron oxides contained in the bauxite and the resulting sodalite remain insoluble as the so-called red mud. The red mud is separated by sedimentation in thickeners which are connected in series as well as by filtration. This operation is time consuming and it requires up to 40 hours. This results in a substantial loss of alumina if high saturated pregnant liquors are used. This is due to the following reasons :

- (a) Constant contact of the red mud with the pregnant liquor.*
- (b) The solubility of alumina in the caustic soda solution decreases as dilution takes place in the thickeners.*
- (c) The presence of the seeding germs favours the precipitation of the alumina.*
- (d) A long duration could result in a cooling of the pregnant liquor.*

These disadvantages can be avoided if the high saturated pregnant liquor is separated from the red mud within a few minutes.

Together with the kind help of Messrs. Krauss Maffei, experiments were made to filter the red mud directly after digestion by pressure drum filtration. The red mud cake was removed by an arrangement of rolls. The results of these trials confirm that in principle the possibility exists to separate the red mud already at this stage. It is necessary to use a filter pressure of up to 5 atü. By washing the filter cake with power water of 100 °C, the red mud becomes almost free of soluble alkali. The remaining moisture is remarkably low. This makes it possible in using this red mud in a manner to go away from pollution.

The efficiency and the penetration of the pressure filter depends above all on the type and quality of the used filter cloth. The quality of the used bauxite plays also an important role.

Die Verarbeitung von leicht aufschließbaren tropischen Hydrargillit-Bauxiten hat in europäischen Tonerde-Fabriken sehr oft zu beachtlichen Produktionserhöhungen geführt. Durch die Möglichkeit, den Bauxitaufschluß dann auch mit dünneren Aufschlußlaugen (anstatt 300 g/l Na₂O jetzt 220 g/l Na₂O) durchzuführen, wird weitere Kapazität in der Eindampferei geschaffen. Der daraus resultierende hohe Laugenmengenkreislauf bewirkt jedoch kürzere Verweilzeit in den Rotschlamm-Eindickern, so daß es in diesem Betriebsteil oft zu einem Engpass kommt.

Alle Versuche, den Rotschlamm zwecks Kapazitätserweiterung bereits unmittelbar nach den Voreindickern auf Vakuum-Trommelfiltern zu filtrieren, schlugen fehl, da sie einen erheblichen Leistungsrückgang bewirkten. Das ist auch erklärlich, wenn man weiß, daß die Viskosität von Aluminatlauge mit der Na_2O — Konzentration stark ansteigt, z.B. bei 70 °C ist bei einer Aluminatlauge mit 40 g/l Na_2O die Viskosität $\sim 0,7$ CP, bei 70 g/l Na_2O $\sim 1,3$ CP und bei 150 g/l Na_2O bereits $\sim 2,2$ CP.

Da in unserer Anlage eine Vergrößerung der Eindickerkapazität aus Platzgründen z.Zt. nicht in Frage kommt, wurde überlegt, ob nicht mit Hilfe einer Druckfiltration ein Teil der Aufschlußlauge direkt filtriert werden könnte ohne die Eindicker zu belasten.

Auch aus vielen anderen Gründen wäre eine Direkt-Filtration des Rotschlammes interessant. Während der großen Verweilzeit der Aluminatlauge in den Eindickern ist diese in Berührung mit dem Rotschlamm. Die Laugenkonzentration nimmt dabei vom Autoklaven über den Verdünner und allen Eindickerstufen bis zum Filter ab. Da nun die relative Löslichkeit von Tonerde in Natronlauge mit der Konzentration abnimmt, so bedeutet das, daß mit fortschreitender Verdünnung in den Eindickern die Lauge immer mehr mit Tonerde übersättigt ist und deshalb zum Ausfallen neigt. Begünstigt wird dieses Ausfallen von Tonerde, wenn Impfkeime vorhanden sind, oder wenn sich die Lauge z.B. wegen Betriebsstörungen stärker abkühlt. Der Tonerde- Verlust kann 3-5% der Produktion ausmachen. Um den Rückfall von Tonerde zu *verringern*, kann man daher die volle Lösekapazität der Lauge nicht ausnutzen.

Bei der Filtration unter Druck beträgt die Verweilzeit nur Minuten und es müßte sich daher ein Rückfall von Tonerde verhindern lassen.

Jeder der die Praxis der Tonerde- Herstellung kennt, weiß wie hoch die Kosten und wie groß der manuelle Arbeitsaufwand für die Reinigung der Eindicker ist.



Bild. 1. — Zeigt das Innere eines 4-Kammer-Eindickers nach einer Betriebszeit von 1 Jahr. Auch aus diesem Grunde wäre ein Wegfall von Eindickern vorteilhaft

In gemeinsamer Arbeit mit der Firma Krauss-Maffei wurden Rotschlamm-Druck-filtrations-Versuche auf einem 0,75 m² Versuchsfilter, ausgerüstet mit Abnahmewalze und Schälkamm, im Giulini-Werk in Ludwigshafen durchgeführt.

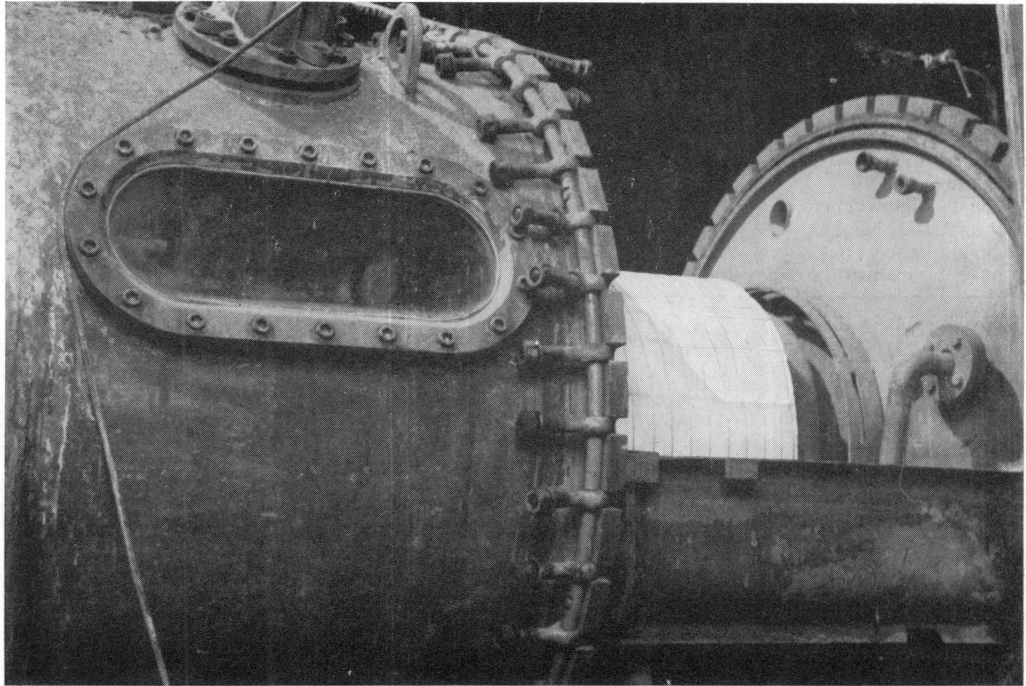


Bild. 2. — Zeigt ein $0,75\text{m}^2$ Druckfilter der Firma Krauss-Maffei, wie von meinem Vorredner, Hr. Loos, bereits beschrieben

Wie folgende Schemaskizze (Bild 3) zeigt, wurde der Druck zunächst durch das Druckgefälle zwischen Überlauf der Absetzspitze (Grießabscheider) und Filtereinlauf erzeugt (14 m Höhe).

Mit dieser Schaltung konnte ein maximaler Druck von 2 atü erzeugt werden.

Als erstes Filtertuch wurde ein Polyamid Nr. 1 gewählt, welches relativ durchlässig ist. Die Suspension wurde aus den Verdünnern des Betriebes abgezweigt.

In der folgenden Tabelle sind die Ergebnisse dieser Versuchsreihe angegeben.

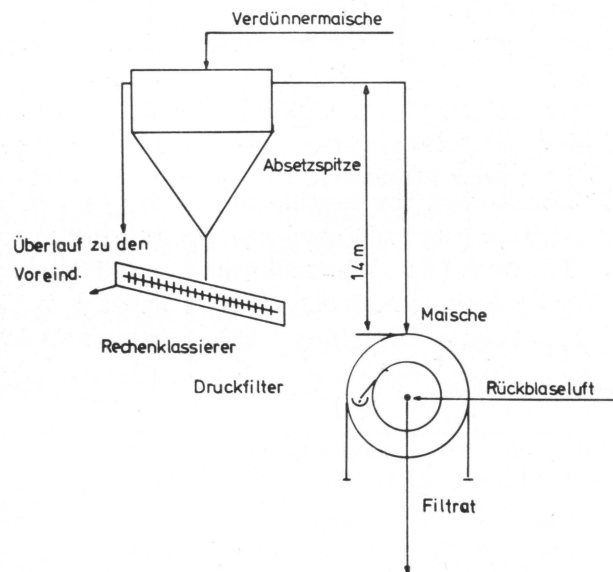


Bild. 3

TABELLE I

Ausgangs-Aluminatlauge: ca. 150 g Na₂O, ca. 150 g Al₂O₃, ca. 25 g Na₂CO₃

Druck (bar)		1/1.1	2/2.1	2/2.1	2/2.1
Feststoff Lauge	(g/l)	21,6	21,6	31,2	52,9
Feststoff Filtrat	(g/l)	5,9	9,5	7,1	6,6
Leistung	(l/m ² . h)	44	100	260	290
Feuchte Filterkuchen	(%)			45,4	
wasserlösl. Na ₂ CO ₃				14,7	
Laugentemperatur Eingang	(°C)			100	
Laugentemperatur Ausgang	(°C)			60	

Da das Filtertuch in der Breite für das Filter sehr knapp bemessen war, kam es zu hohen Feststoffdurchschlägen, die sich zwischen 6 und 10 g/l bewegten.

Die ersten Ergebnisse deuteten an, daß bei höheren Drücken Leistungssteigerungen zu erwarten sind.

Wir änderten daher die Versuchsanordnung, indem wir eine Pumpe vor das Filter schalteten. Außerdem wurde ein beheizbarer Rührbehälter als Pumpenvorlage gewählt, um einen vorzeitigen Ausfall der Tonerde zu vermeiden.

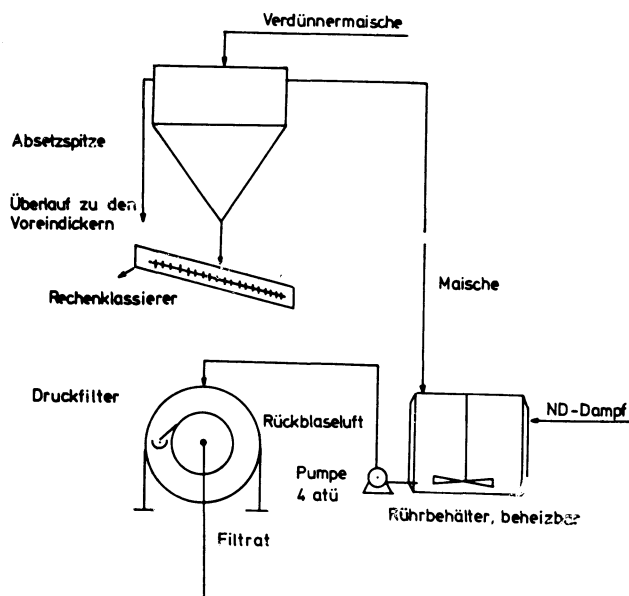


Bild. 4

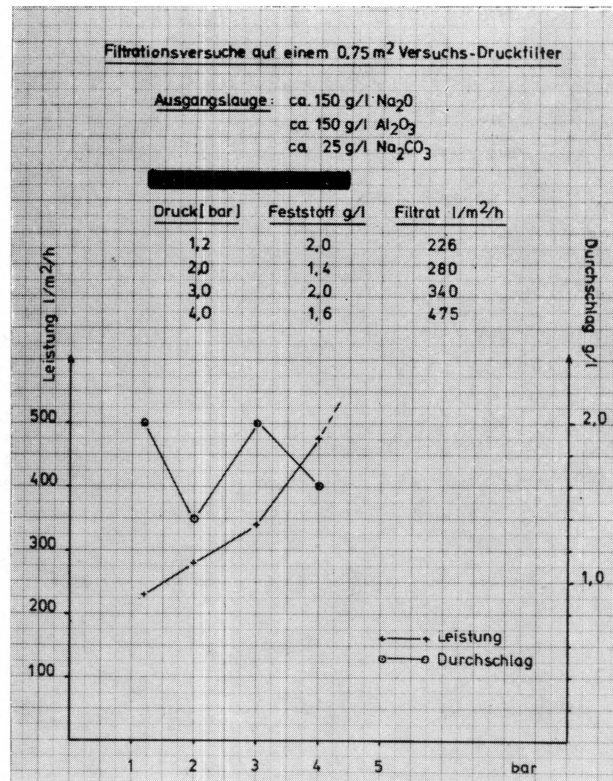
Nachdem im Laboratorium vier verschiedene Filtertücher auf Leistung und Durchschlag mit *Handplattenfilter* untersucht worden waren, entschieden wir uns, die Versuche mit einem anderen Filtertuch (Nr. 2) fortzuführen. Wie nachfolgende Zusammenstellung zeigt, wurde bei einer Feststoffkonzentration der Ausgangslauge von 34 g/l als bester Wert 590 l/m² . h bei 3 atü mit einem Feststoffdurchschlag von maximal 2,9 g/l erzielt.

TABELLE II

Druck	(bar)	3	4
Feststoff Lauge	(g/l)	33,9	33,9
Feststoff Filtrat	(g/l)	0,54-2,91	0,54-2,91
Leistung	(l/m ² . h)	295-590	590-1 050
Feuchte Filterkuchen	(%)	38-46	38-46
wasserlösl. Na ₂ CO ₃		10,5-14,9	10,5-14,9
Laugentemperatur Eingang	(°C)	100	100
Laugentemperatur Ausgang	(°C)	56	70

Mit einem anderen Filtertuch Nr. 3 konnte eine weitere Verbesserung bezügl. des Durchschlages erreicht werden, allerdings unter Leistungsverlust.

Auch hier ist wieder eine deutliche Leistungssteigerung mit zunehmendem Druck erkennbar.



Um unsere halbtechnischen Versuche nun gezielter mit Filtertuchqualitäten durchführen zu können, die bezügl. Durchschlag und Leistung den betrieblichen Erfordernissen näher kommen, bedienen wir uns zur Testung weiterer Tuchqualitäten eines Drucknutzen-Taschenmeßgerätes von der Firma Bayerische Berg-, Hütten- und Salzwerke AG, Sonthofen.

Das Gerät besteht aus Behälter, Deckel mit Manometer und Preßgasanschluß, sowie Unterteil mit Filtertuch und Filtratablauf. Die abgemessene Suspensionsmenge wird von oben eingefüllt, der Deckel befestigt und der gewünschte Trenndruck aufgegeben. Wenn Luft aus dem Ablaufrohr kommt ist die Filtration beendet.

Die Filtratmenge und Menge des Durchschlages wird bestimmt, der Filterkuchen gewaschen und getrocknet.

Mit Hilfe dieses Taschenmeßgerätes der BHS wählten wir für weitere Versuche auf dem Versuchsfilter zwei Tuchqualitäten aus und zwar

- 1) Nadelfilztuch
- 2) Polyolefin

Die folgenden beiden graphischen Darstellungen 7 und 8 der Testergebnisse bezügl. Leistung und Durchschlag zeigen, daß mit diesen Tüchern auch im Betrieb brauchbare Ergebnisse erzielt werden müßten, d.h. Feststoffgehalte im Filtrat < 0,2 g/l.

Auf unterschiedliche Leistungen bei verschiedenen Feststoffgehalten der Suspension ist hinzuweisen. In erster Linie aber ist dabei die Kornverteilung des Rotschlammes entscheidend.

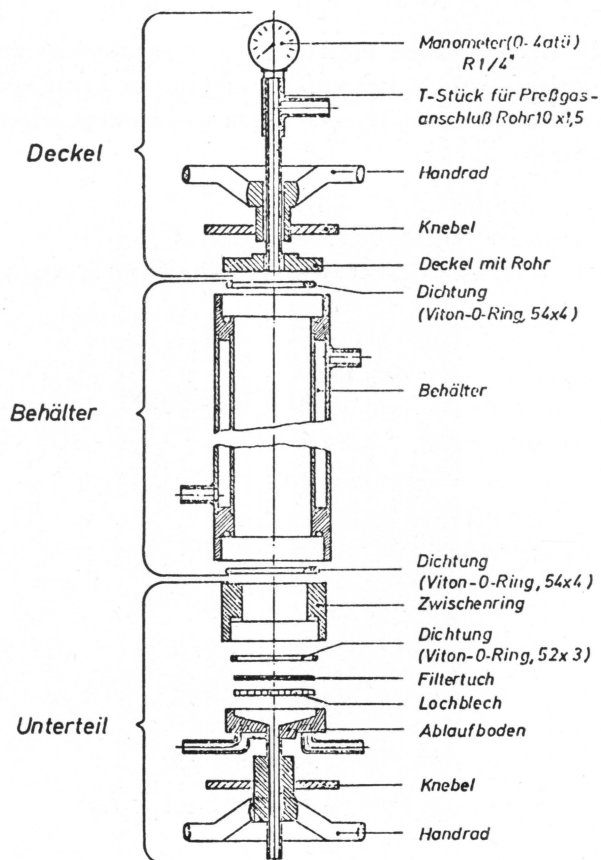


Bild. 6

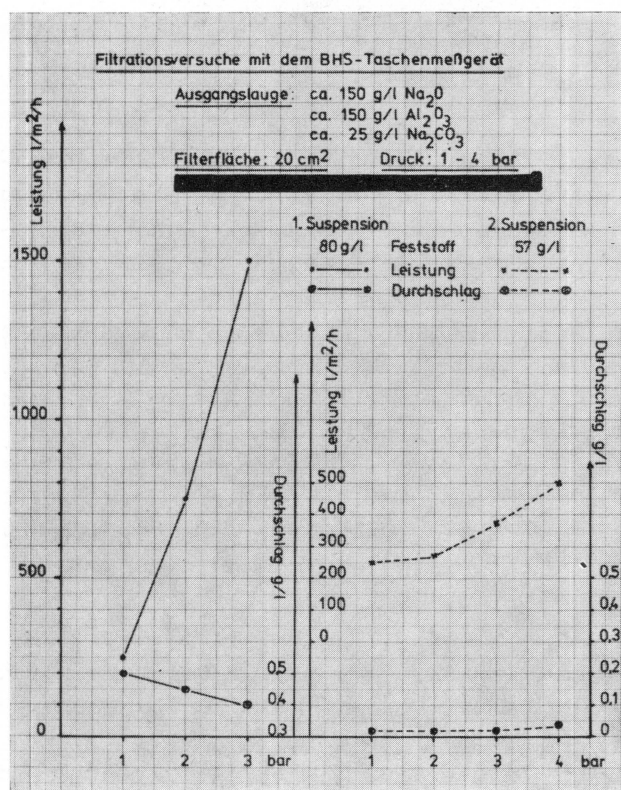


Bild. 7

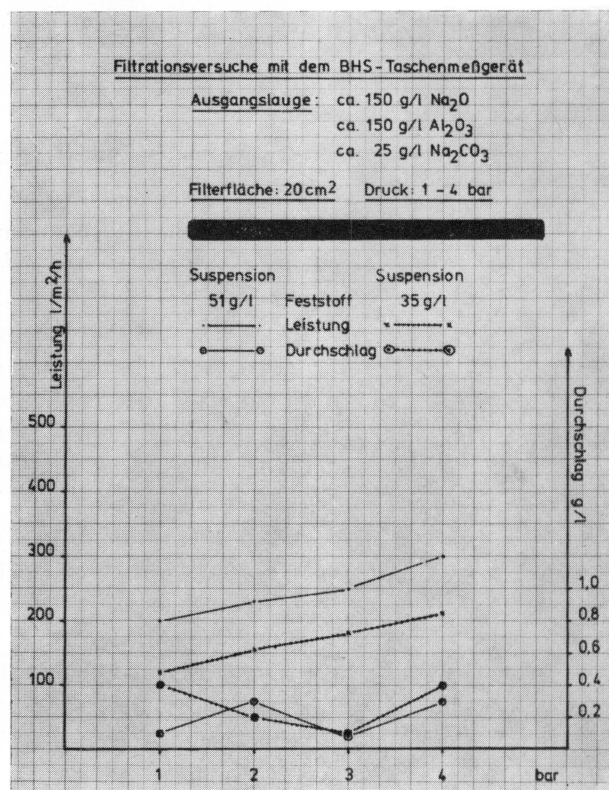


Bild. 8

Der Feuchtigkeitsgehalt des filtrierte Rotschlammes liegt in beiden Fällen zwischen 22 und 33 %. Der Al_2O_3 -Gehalt im Rotschlamm liegt bei 12,8 % bzw. 16,7 % und entspricht damit den Al_2O_3 -Werten, die zum gleichen Zeitpunkt in den Autoklaven-Schlamm des Betriebes gefunden wurden.

Die obengenannten Tücher wurden nun auch auf dem 0,75 m² Druckfilter geprüft. Inzwischen war aber für den Druckfilter-Betrieb eine weitere wichtige Erkenntnis gewonnen worden. Es wurde festgestellt, daß der Grund für den Leistungsabfall des Filters nach längerer Betriebsdauer (> 24 Std.) die Filtertücher sich mit auskristallisierter Tonerde zusetzen. Da wir für das Abblasen des Filterkuchens in der Abblaszone des Filters kalte Preßluft benutzten, lag die Vermutung nahe, daß dadurch die Auskristallisation von Tonerde begünstigt werden könnte. In allen folgenden Versuchen wurden daher zur Druckerzeugung im Filter und für das Abblasen des Filterkuchens Niederdruckdampf verwendet.

In den nachfolgenden Tabellen 3 und 4 sind die Versuchsergebnisse aufgeführt:

TABELLE III

$p = 2 \text{ atü}$ (Steuerkopf 2,2 atü), Filtertuch - Nadelfilz

Nr.	Datum	Bezeichnung	Feststoff g/l	Fe_2O_3 g/l	Leistung l/m ² · h
	16.2.73	Ausgangslauge	47,5	0,0160	—
1	16.2.73	Filtrat vor der Wäsche (3 min)	1,29	0,0170	370
2	16.2.73	Filtrat nach der Wäsche (3 min)	1,16	0,0160	505
3	16.2.73	»	2,36	0,0180	685
4	16.2.73	»	1,20	0,0180	355
5	16.2.73	»	1,00	0,0200	320
6	16.2.73	»	0,60	0,0200	300
	17.2.73	Ausgangslauge	50,5	0,0210	—
1	17.2.73	Filtrat vor der Wäsche (3 min)	0,94	0,0180	300
2	17.2.73	Filtrat nach der Wäsche (3 min)	0,54	0,0140	600
3	17.2.73	»	0,36	—	268
4	17.2.73	»	0,70	—	246

TABELLE IV

$p = 2,2 \text{ atü}$ (Steuerkopf 2,5 atü), Filtertuch Polyolefin

Nr.	Datum	Bezeichnung	Feststoff g/l	Fe_2O_3 g/l	Leistung l/m ² · h
	17.4.73	Ausgangslauge	47,3	0,0170	—
1	17.4.73	Filtrat nach der Wäsche (3 min)	0,35	0,0160	253
2	17.4.73	»	0,06	0,0170	345
3	17.4.73	»	0,01	0,0170	385
4	17.4.73	»	Spuren	0,0180	455
5	17.4.73	»	Spuren	0,0170	400
6	17.4.73	»	Spuren	0,0160	430
7	18.4.73	»	Spuren	0,0180	580
8	18.4.73	»*	0,18	0,0180	607
9	18.4.73	»	0,26	0,0180	475
10	18.4.73	»	0,28	0,0180	600
11	18.4.73	»	0,34	0,0170	600
12	18.4.73	»**	0,27	0,0180	350
13	19.4.73	»	0,28	0,0170	274
14	19.4.73	»	0,14	0,0170	340
15	19.4.73	»	0,20	0,0160	360
16	19.4.73	»***	1,5	0,0160	360

* Filterbespannung hat sich gelockert.

** Auswaschung defekt.

*** Druckminderventil defekt.

Mit dem Nadelfilz-Tuch konnten auch über längere Betriebszeiten Feststoffgehalte im Filtrat unter 1 g/l gefahren werden. Die Filtratleistung fiel jedoch nach Erreichung eines Maximums nach etwa 12 Stunden ab, die Filtertuchwäsche brachte dann nur noch wenig Erfolg. Dagegen wurde mit dem Polyol.-Tuch die bislang besten Ergebnisse erzielt. Die Filtration verlief über 44 Stunden einwandfrei, lediglich erhöhte sich der Durchschlag nach 32 Stunden, da sich das Filtertuch in der Überlappungszone gelockert hatte. Nach 48 stündiger Betriebszeit versagte die Waschvorrichtung und die Filterleistung fiel von $600 \text{ l/m}^2 \cdot \text{h}$ auf $350 \text{ l/m}^2 \cdot \text{h}$ ab.

Die graphischen Darstellungen (Bild 9 und 10) zeigen noch einmal den Ablauf der Filtration.

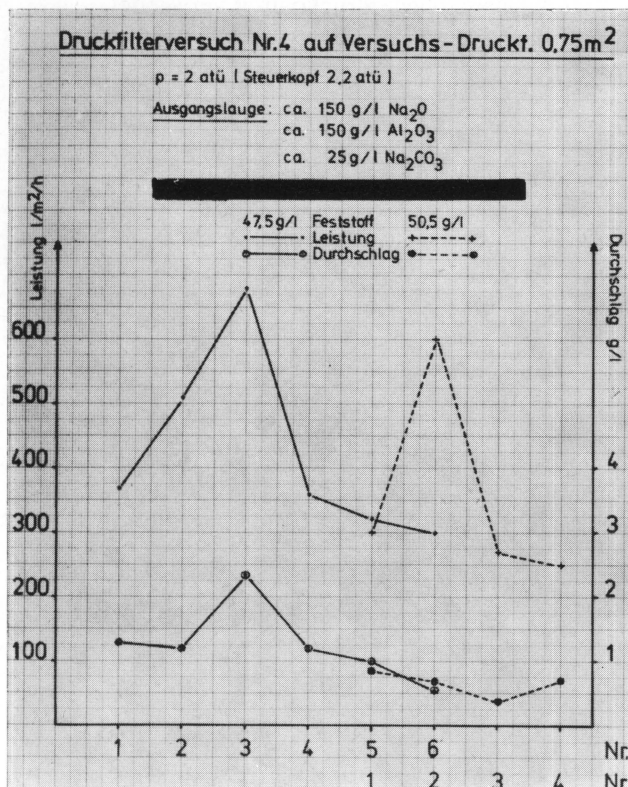


Bild. 9

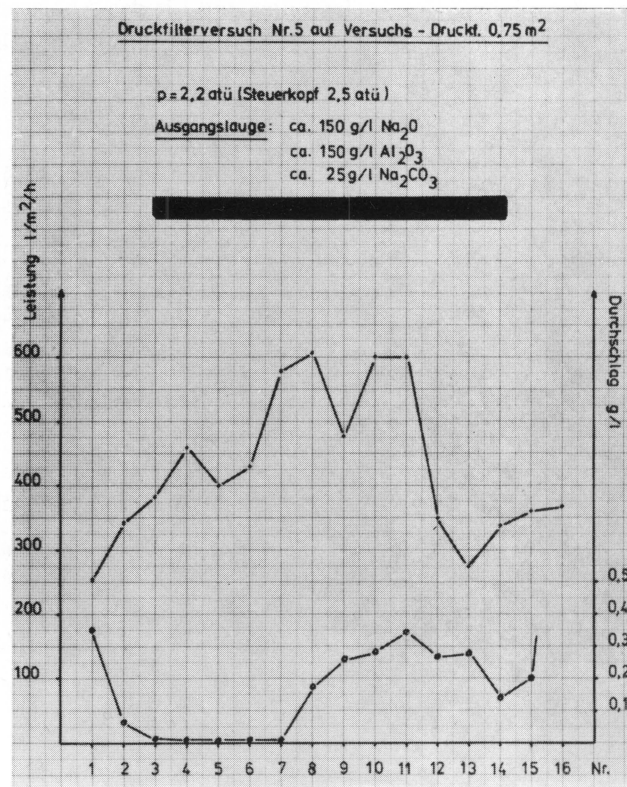


Bild. 10

ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK

Unsere Untersuchungen zeigen, daß es prinzipiell möglich ist, Rotschlamm unter Druck direkt aus der Verdünnungslauge abzutrennen. Die Filtrationsleistung nimmt mit steigendem Druck zu. Zur Druckerzeugung hat sich Niederdruckdampf bewährt, der Abblasdruck soll um 0,2-0,3 atü größer sein, um eine gute Kuchenabnahme zu gewährleisten.

Ganz entscheidend ist die Art und Qualität des Filtertuches. Neben der Temperatur- und chemischen Beständigkeit ist Webart und Dichte von großer Wichtigkeit.

Unsere Untersuchungen können als erste Tastergebnisse gewertet werden, und wir sind uns darüber im klaren, daß noch viele mühsame Kleinarbeit zu leisten ist. Unsere Versuchsanlage muß noch in vieler Hinsicht abgeändert und verbessert werden, damit Drücke zwischen 1 und 5 atü konstant eingestellt werden können und vor allen Dingen der Flüssigkeitsstand im Filter automatisch geregelt ist.

Metalltressengewebe, die natürlich bezügl. Temperaturbeständigkeit ideal wären, ergaben zu hohe Durchschläge. Allerdings waren Versuche mit verschiedenen Zellulosematerialien als Precoat erfolgversprechend.

Die Wirtschaftlichkeit der Druckfiltration ist in erster Linie von der Leistung abhängig. Bei unserer derzeitigen Produktion von ca. 6 000 m³/24 Std. Verdünnerlauge wäre bei einer möglichen Filtratleistung von 1 m³/m² . h eine Filterfläche von 250 m² zu installieren.

*Gebrüder Giuliani GmbH
Postfach 123, D-67 Ludwigshafen/Rhein (R.F.A.)*