

Kombinierte Prozessanlagen zur Erzeugung von Reinsole und Kochsalz sowie zur Rückgewinnung von Kochsalz und Natriumsulfat

Harold Hantelmann

*Escher Wyss GmbH
Schubertstrasse 31
D-7980 Ravensburg*

ZUSAMMENFASSUNG

Die Forderung nach einem günstigen Wärmehaushalt und einer günstigen Führung und Verarbeitung der Stoffströme von Prozeßanlagen zur Reinsole- und Kochsalzerzeugung und zur Kochsalzrückgewinnung bei der Kombination einer vorhandenen Amalgamelektrolyse mit einer zugeschalteten Diaphragmaelektrolyse führen zu einer engen thermischen, stofflichen und konstruktiven Verknüpfung. Deshalb bedarf die technisch-konstruktive Seite dieses Anlagenkomplexes einer sorgfältigen Planung. Die zyklische Rohsolereinigung wird durch Aufstellen von Puffertanks nach außen hin quasi-kontinuierlich gehalten. Tanks und die nötigen Zusatzeinrichtungen wie Karbonisierkolonnen, Schlammaustragssystem, Filterstationen etc. sind auf einem eigenen Baufeld systematisch angeordnet. Die Gewinnung von reinem Siedesalz erfolgt in einer Saline, bestehend aus einer mehrstufigen Verdampfungs-kristallisationsanlage. Hauptmerkmale sind der Zwangsumwälzbetrieb mit außenliegenden Heizkammern und die konstruktive Gestaltung besonderer Anlageteile. In einer mehrstufigen Natronlauge-Eindampfanlage, die ebenfalls Zwangsumwälzbetrieb mit außenliegenden Heizkammern erhält, wird Zellenlauge auf 50 Gew% aufkonzentriert, wobei gleichzeitig das gelöste Kochsalz kristallin ausgeschieden wird. Der Abzug des Salzbreies erfolgt im Zweisalzweg, wobei das Mischsalz im "leaching" vom kristallinen Sulfat weitgehend befreit wird. Die Abschlammsole aus Saline und Natronlaugeeindampfung wird in einer weiteren Verdampfungskristallisationsanlage verwertet. Aufgrund des unterschiedlichen Löslichkeitsverhaltens werden bei höherer Temperatur kristallines wasserfreies Natriumsulfat und bei tieferer Temperatur Kochsalz voneinander getrennt zurückgewonnen. Besondere Merkmale dieser Anlage sind der Kreislaufprozeß und mehrere Wärmetauscher. Die drei zuletzt genannten Anlagen und die zugehörigen Zentrifugenstationen sind aufgrund ihrer Verknüpfung in einem gemeinsamen Stahlgerüst untergebracht, wodurch ihre Zusammengehörigkeit besonders sichtbar wird.

EINLEITUNG

Zu den Schwerpunkten der Lieferung von Eindampf- und Kristallisationsanlagen durch Escher Wyss gehört seit ca. 50 Jahren der Bau kompletter Salinen zur Erzeugung von Siedesalz. Die Beschäftigung mit Salinen führte zwangsweise dazu, daß man sich über die Behandlung der Sole als Rohprodukt und der wegen Anreicherung von unerwünschten NebenkompONENTEN oftmals abzuschlammenden Mutterlauge aus der Verdampferanlage Gedanken

machen mußte. Escher Wyss ist deshalb in der Lage, komplette Solereinigungsanlagen für die Aufbereitung der Rohsole zu bauen. Im weiteren hat Escher Wyss eine Anlage zur Gewinnung von wasserfreiem Na_2SO_4 aus Muttersole entwickelt. Das Verfahren arbeitet ohne Glaubersalzstufe und ist patentiert. Ebenso befaßte man sich seit langem mit den Problemen der Eindampfung und Entsalzung von Natronlauge. Zum Lieferprogramm von Escher Wyss gehören außerdem Schubzentrifugen, Zentrifugaldekanter und

Fließbett-Trockner, welche in den vorgenannten Anlagen integriert sind.

Bei den hier vorgestellten kombinierten Prozeßanlagen handelt es sich um vier Anlagen, die im Verbund mit der erweiterten Chlorfabrik der Chemischen Werke Huls A. G. in Marl von Escher Wyss geplant und gebaut wurden. Der Beitrag beschäftigt sich vor allem mit der technisch-konstruktiven Seite dieser Anlagen. Die zur Anwendung gekommenen Verfahren und die Gestaltung der Anlagen entsprechen einem zeitgemäßen Stand der Technik und können für den Betreiber sowohl hinsichtlich ihrer Erstellungswirtschaftlichkeit als auch ihrer Betriebsökonomie und mit Rücksichtnahme auf vorhandene Verfahren als optimal gelten (Fig. 1).

Für das gewählte Konzept und die enge prozeßtechnische Verknüpfung der vier Anlagen untereinander und im Gesamtverbund mit der Chlorfabrikation waren erhebliche Planungsarbeiten bei der konstruktiven Durchgestaltung nötig (Fig. 2). Die Einzelanlagen sind wie schon im Thema genannt 1) Solereinigungsanlage, 2) Saline, 3) Natronlauge-Eindampfanlage und 4) Natriumsulfatanlage.

SOLEREINIGUNG

Man entschied sich bei der Verfahrensauswahl für ein diskontinuierliches Solereinigungsverfahren, obwohl kontinuierliche Verfahren allgemein als fortschrittlicher gelten. Gegenüber letzterem weist das diskontinuierliche System vor allem folgende Vorteile auf: 1) Möglichkeit zu nachträglichen Eingriffen bei unvollständiger Fällung, 2) Anpassungsfähigkeit an wechselnde Qualität der Rohsole, der Reagenzien und des Fällungsschlammes, 3) Geringer Aufwand an Meß- und Regeleinrichtungen und 4) Leichte Handhabung und Bedienbarkeit.

Durch Aufstellen von Puffertanks wird die zyklische Rohsolereinigung nach außen hin kontinuierlich gehalten. Die Größe der einzelnen Tanks und des Reaktors errechnet sich aus dem Bedarf an Reinsole und der Aufbereitungszeit für eine Charge. Eine Besonderheit dieser Anlage liegt darin, daß 2 Rohsoletanks vorgesehen wurden. Der Grund dafür war, daß die Rohsole als Kühlmedium in den Verdampferanlagen wie auch zur Kühlung in der Chloraufbereitung verwendet wird. Die Gesamtkapazität aller Soletanks zusammen beträgt annähernd 25.000 m³. Zusammen mit zwei Zellenlaugetanks wurde die gesamte Solereinigungsanlage auf einem Baufeld mit einer Grundfläche von ca. 1 ha untergebracht (Fig. 3).

Die systematische Anordnung der Tanks und Zusatzeinrichtungen ergab sich aus dem gewählten Reinigungsverfahren. Eine gute Zugänglichkeit wurde bei der Aufstellung berücksichtigt. Die großen Soletanks und der Reaktor sind in einer Linie hintereinander auf einer gemeinsamen Tanktasse angeordnet, an deren Ende auch die Reinsole-Filterstation aufgestellt ist. Auf der gleichen Betontasse befindet

sich seitlich versetzt der Vorratsbehälter für die Reagenzlösung. Unmittelbar neben den Tanks stehen die jeweiligen Abzugspumpen.

Die aus dem ca. 80 km entfernten Bohrfeld über eine Pipeline herangepumpte kalte Rohsole wird kontinuierlich in den ersten Tank eingespeist und von hier aus zu den verschiedenen Kühlern gepumpt, von wo aus der Rücklauf in den 2. Tank erfolgt. Es folgt die diskontinuierliche Aufbereitung im Reaktor. Die gereinigte Sole wird in den Reinsoletank umgepumpt, aus dem sie kontinuierlich über die Filterstation abgepumpt wird.

Bis auf die beiden Zellenlaugetanks sind die Tanks nach oben hin offen und nicht isoliert. Die geschlossene Zellenlaugetanks wurden aufgrund der hohen Laugetemperatur von ca. 95°C zusätzlich wärmeisoliert.

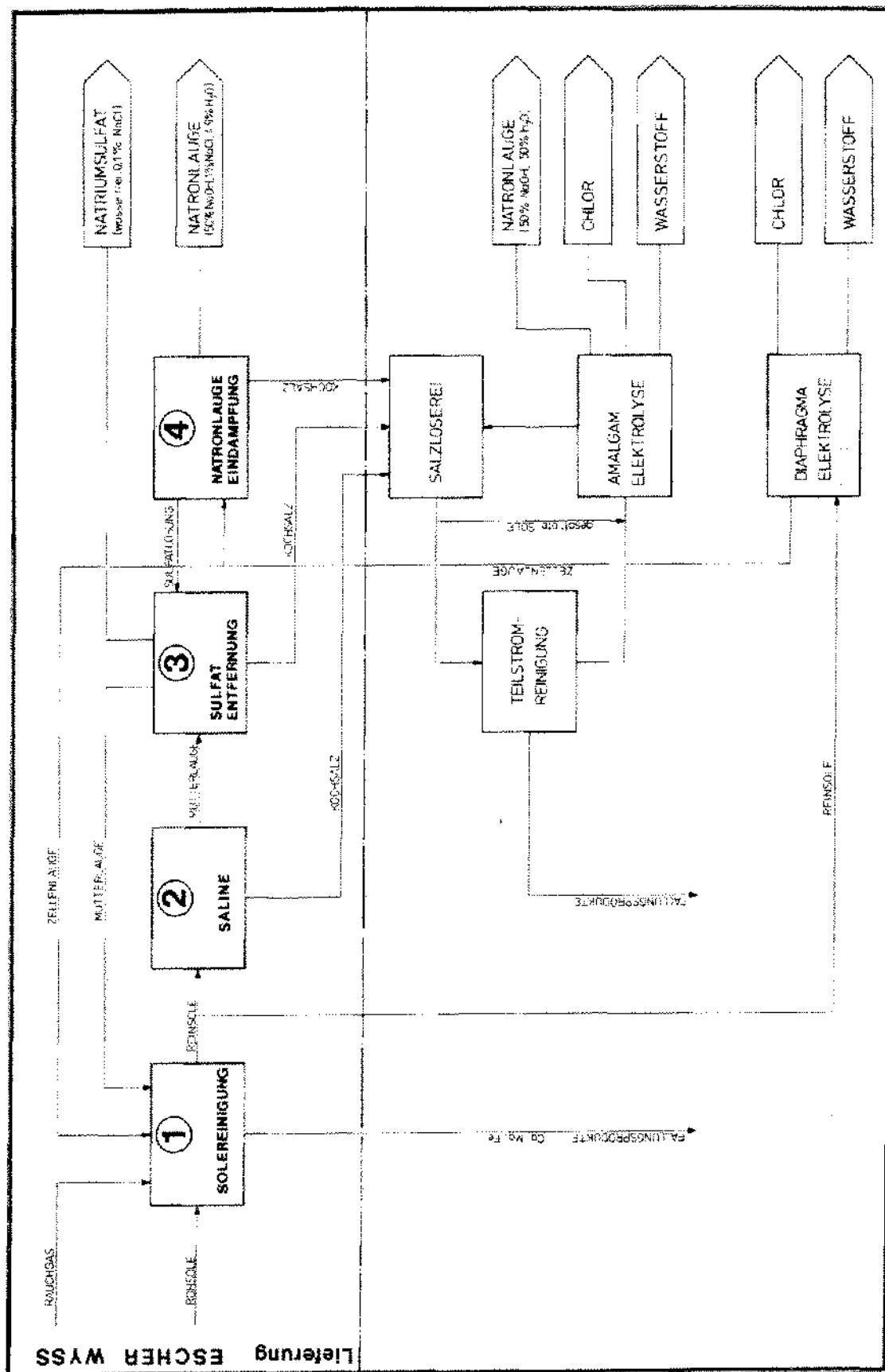
Der Reaktor und verschiedene Schlammbehälter sind mit langsamdrehenden Rührwerken ausgerüstet, deren Lagerung und Antrieb über Treppen und Podeste gut erreichbar sind. Über die großen Soletanks hinweg ist ein durchgehender Laufsteg gelegt, der von zwei Seiten über Tank-Wendeltreppen erreicht werden kann. Teilweise befindet sich der Laufsteg in mehr als 22 m Höhe über dem Boden.

Alle Tanks sind aus Normalstahl mit aufliegendem Stahlboden gefertigt, der auf einem speziellen Tankbett ruht. Die am stärksten beanspruchten Teile der Tanks bestehen aus Feinkornbaustahl. Sowohl innen als auch außen wurden die Tanks nach der Strahlentrostung mit einem Schutzanstrich auf Polymerisat-Basis versehen.

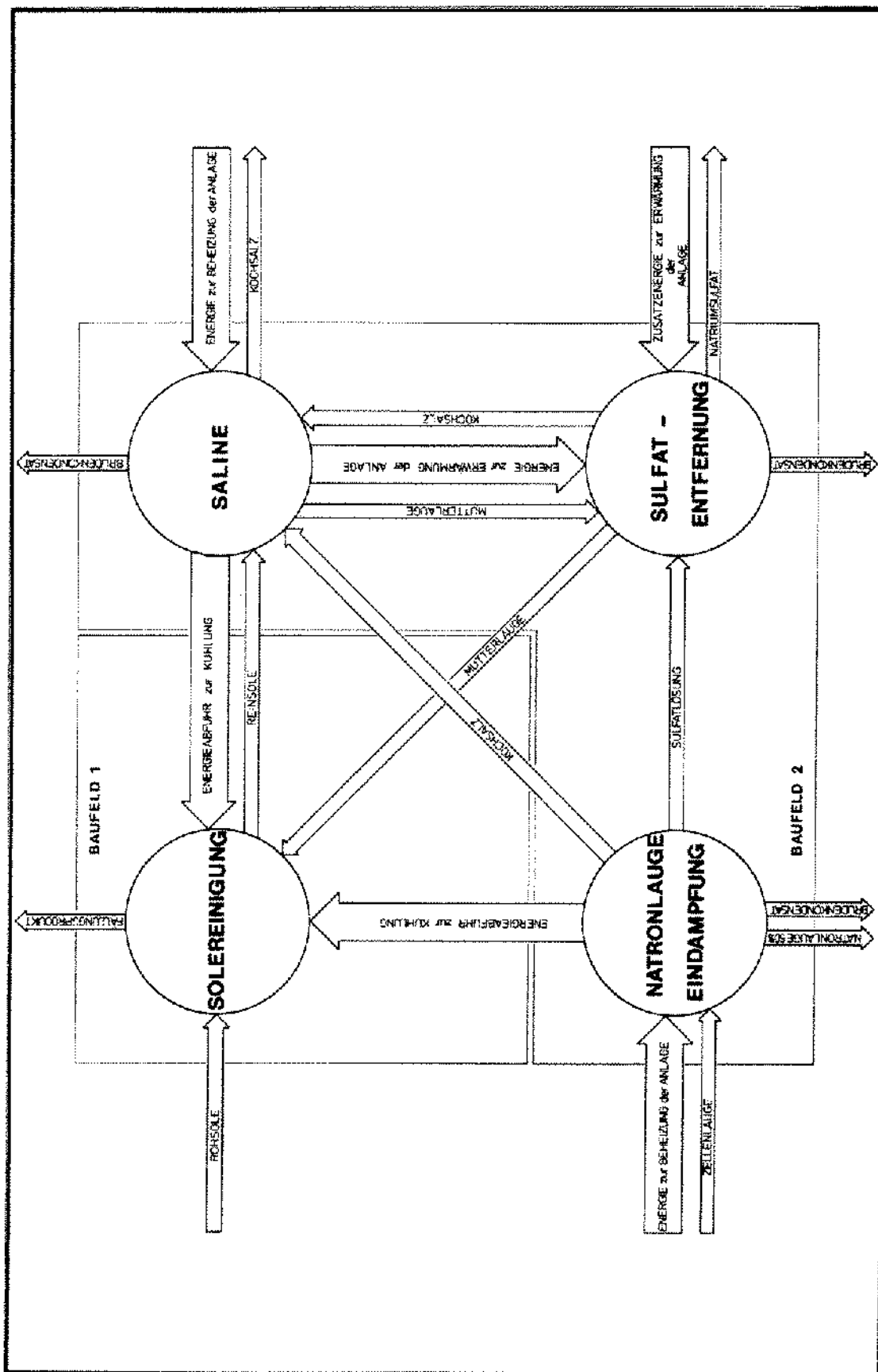
Die wichtigsten Zusatzeinrichtungen der Solereinigung sind die Karbonisieranlage zur Erzeugung von Sodalösung, die Reinsole-Filterstation, die Flockulierungsmittelstation und die Drehfilterstation zum Austrag des Fällungsschlammes. Die Karbonisierung von Zellenlauge mittels Rauchgas (CO₂) geschieht in Reaktionskolonnen mit Füllkörpereinsbauten, beides aus PP.

Zur Entfernung von Restschwebstoffen aus der Reinsole wurde eine Sandfilteranlage eingesetzt. Die Filter bestehen aus einem inwendig gummierten stehenden zylindrischen Stahlruckbehälter mit einem inneren ebenen Düsenboden, auf dem eine Quarzkiesschüttung liegt. Die regelmäßige Rückspülung eines Sandfilters erfolgt gleichzeitig mit Spülluft zur Auflockerung des Sandbettes und mit im Vorlauftank bereitgehaltener Spülsole (Reinsole).

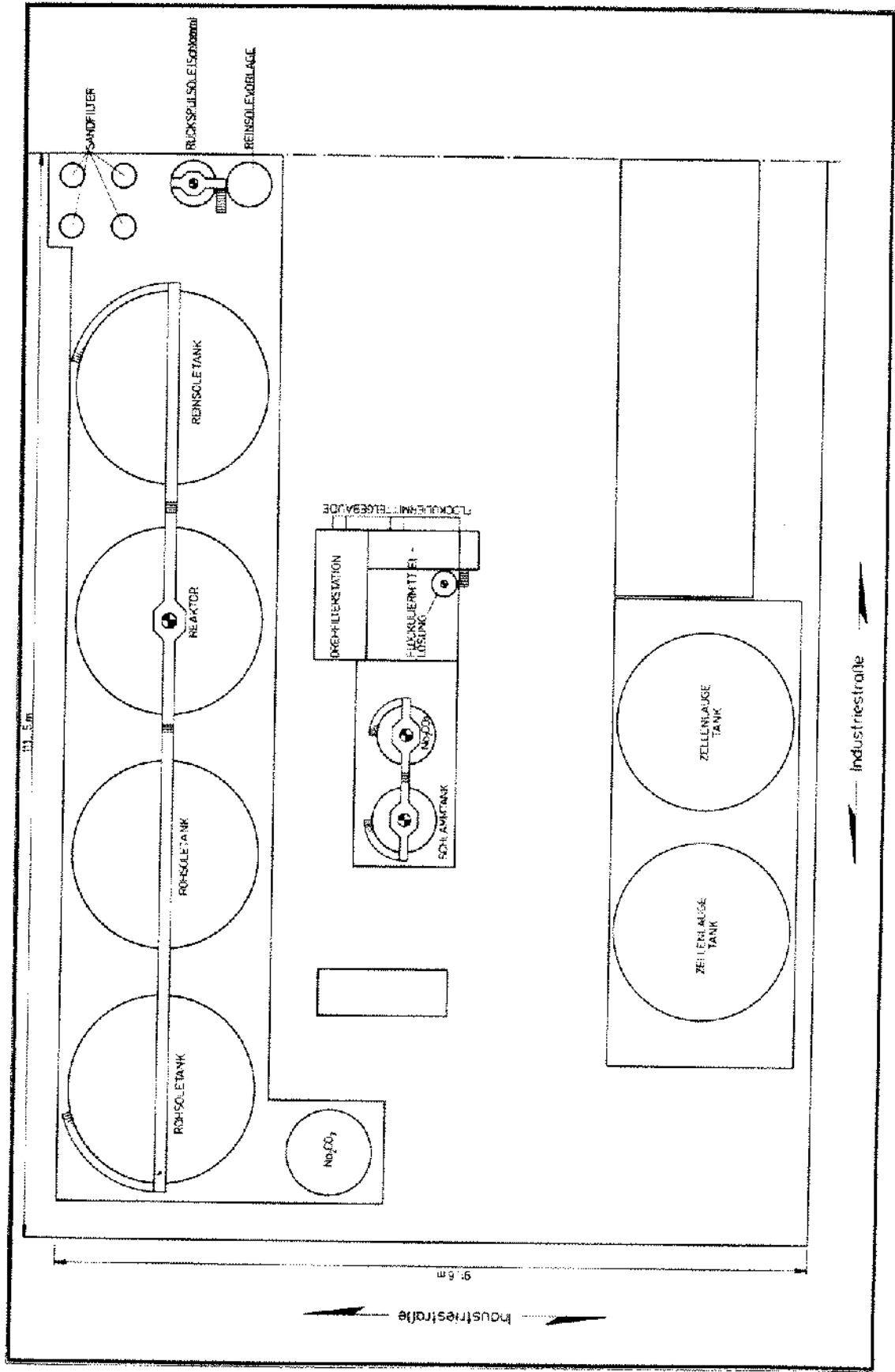
In zentraler Position befinden sich die Stationen zum Ansetzen der Reagenzlösung, zur Flockulierungsmittelaufbereitung und zur Schlammfiltration. Die beiden letzteren sind in einem Gebäudekomplex untergebracht, neben dem die Behälter für das Ansetzen der Sodalösung und für die Schlammnachdekantation des aus dem Reaktor abgepumpten Dünnschlammes stehen. Der eingedickte Fällungsschlamm wird mittels Schlammpumpe auf Vakuumdrehfilter gefördert und fällt dort als stichfester Schlamm an. Über eine Trogförderschnecke gelangt der Schlamm in einen Rührbehälter, wird dort mit Flußwasser zu einer



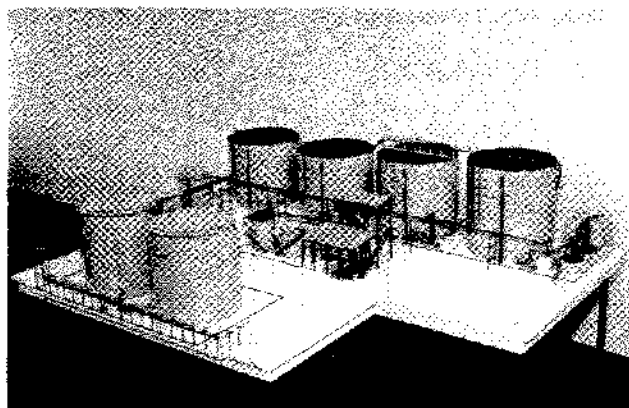
Figur 1. Schematische Darstellung der von Escher Wyss erstellten Prozessanlagen im Verbund mit den Chlorelektrolyseanlagen der Chemischen Werke Huls A. G.



Figur 2. Schematische Darstellung der energetischen, stofflichen und baulichen Verknüpfung der vier Prozessanlagen.



Figur 3. Darstellung der systematischen Anordnung von Tanks und Zusatzeinrichtungen der zyklischen Solereinigungsanlagen.



Figur 4. Modellaufnahme von der Solereinigungsanlage

pumpfähigen Suspension angemaischt und dann abgepumpt. Alternativ kann der Schlamm direkt ab Drehfilter als stichfester Schlamm zur Deponie gebracht werden.

Die Steuerung des zyklischen Aufbereitungsprozesses der Anlage erfolgt automatisch über eine elektronische Programmsteuerung (Folgesteuerung). Umschalten auf Handsteuerung, wahlweise als Fern- oder Vorortbedienung, ist jederzeit möglich.

VERBUND DER VERDAMPFERANLAGEN

Die Aufstellung der im folgenden beschriebenen Anlagen, Saline, Natronlaugereindampfanlage und Natriumsulfatanlage, erfolgte in einer gemeinsamen Stahlrahmenkonstruktion, wodurch ihre Zusammengehörigkeit besonderes sichtbar wird. Die Anordnung dieser Anlagen zueinander und zum übrigen Werksgelände richtete sich einmal nach den äußeren Erfordernissen, zum anderen aber ganz wesentlich nach den Konzepten der Einzelanlagen und schließlich nach der Verschaltung und Verknüpfung der drei Einzelanlagen untereinander (Fig. 5).

Aufgrund von eingehenden Diskussionen der oben aufgeführten Randbedingungen konnte eine zweckdienliche und ansprechende Anordnung der einzelnen Anlagenteile gefunden werden. Die prozeßtechnische Grundkonzeption, z. T. abhängig von vorhandenen Betriebsmitteln, sah für die Saline einen 5-fach Effekt, für die Natronlaugereindampfanlage einen 3-fach Effekt mit 1 Nachentspannungsstufe und für die Natriumsulfatanlage 2 Verdampfungsstufen vor. Die Aufstellungshöhen der Anlagenteile ergeben sich aus zwingenden physikalischen und verfahrenstechnischen Gesichtspunkten. Damit sind die Höhenkoten von Haupt- und Nebenbühnen der Stahlkonstruktion ebenfalls bestimmt (Fig. 6).

Die Grobanordnung der Hauptapparate im Grundriß wird durch die oben erwähnten Randbedingungen ebenfalls

weitgehend festgelegt. So konnte eine kompakte Anlagenkonstruktion bei guter Zugänglichkeit der Anagenteile realisiert werden. Die Hauptabmessungen der Rahmenkonstruktion betragen rund 64 (L) \times 16 (B) \times 13 m (H). Der höchste Punkt der Verdampferanlagen liegt in ca. 28 m Höhe. Die mit Betonböden und -decken voll unmauerten Räume für die Zentrifugen, Zentrifugaldekanten und dem Fließbett-Trockner (für das Natriumsulfat) wurden in die Rahmenkonstruktion voll integriert. Zwei Treppenaufgänge wurden vorgesehen (Fig. 7).

Es wäre zu erwähnen, daß die Rohrleitungen bis hinab zu NW 50 isometrisch durchgeplant worden sind. Während der isometrischen Planungsarbeiten wurde auch ein Anlagenmodell im Maßstab 1 : 33 $\frac{1}{3}$ gebaut.

HAUPTANORDNUNGEN

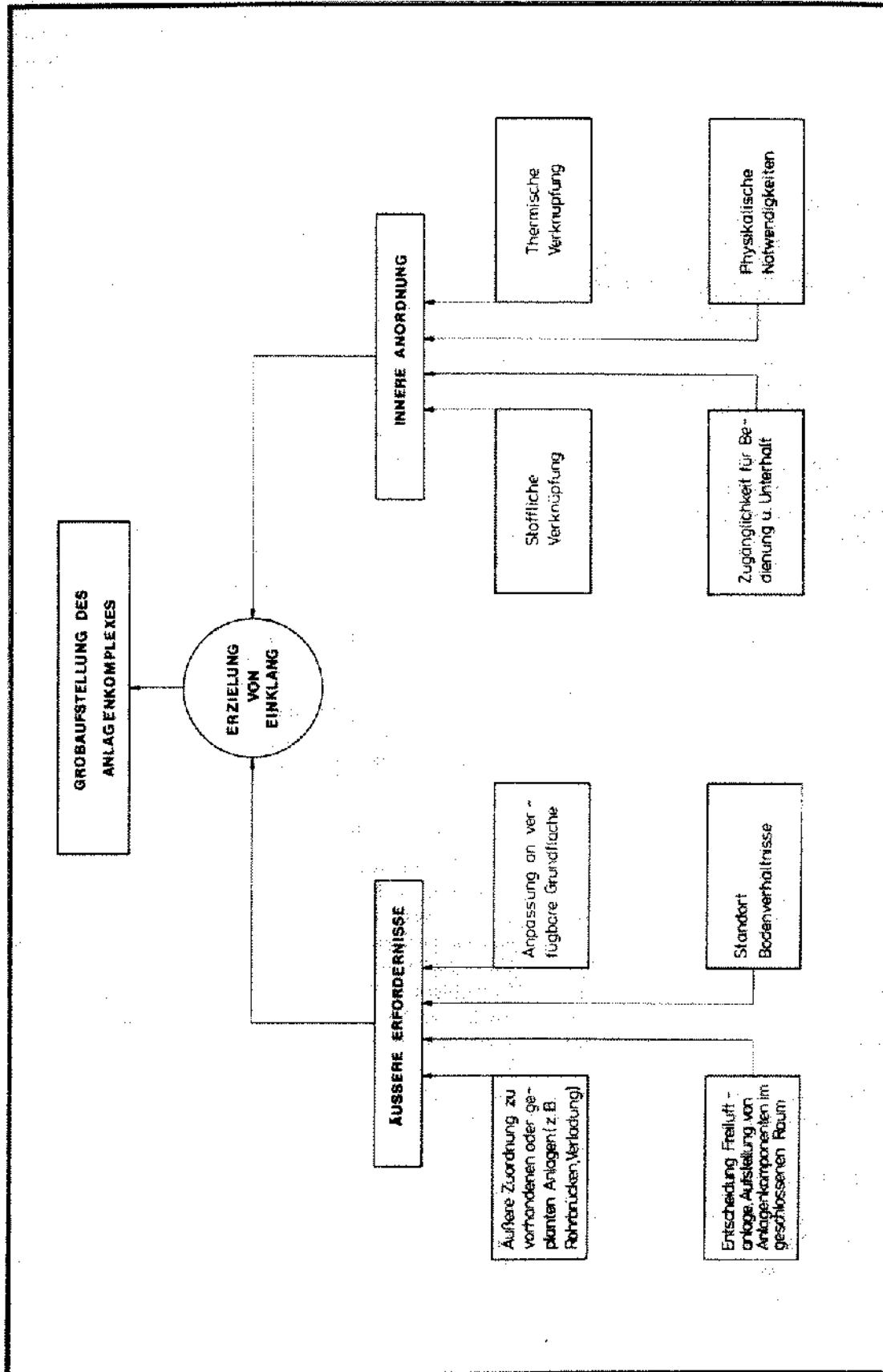
Die Aufstellung der nachfolgenden Apparate und Anlagenteile ergab sich, wie schon erwähnt, aus verfahrenstechnischen Gründen: A) auf der + 13 m-Bühne—1) Ausrichtung aller Heizkammern in 1 Linie, 2) dahinter Anordnung aller Ausdampfkörper in 1 Linie und 3) Ausnutzung des Raumes dahinter zur Aufstellung der Oberflächenkondensatoren und statischen Eindicker sowie eines hochstehenden Sperrwasserbehälters. B) auf der + 7 m-Bühne—1) Anordnung aller Salzsäcke, 2) Aufstellung aller Zentrifugen, Zentrifugaldekanten und der Laugenkühler; diese Aggregate müssen von ihrem Einsatzkonzept her jeweils oberhalb bzw. unterhalb der mit ihnen verbundenen anderen Anlagenkomponenten liegen. C) auf der + 4/4,5 m-Nebenbühne—1) Aufstellung der verschiedenen Kondensatzwischenbehälter. D) auf dem \pm O-Niveau (Fundament)—1) Aufstellung aller Prozeßpumpen, 2) Aufstellung aller Prozeßbehälter und Pumpvorlagen, 3) Aufstellung der Laugevorwärmer, 4) Aufstellung des Fließbett-Trockners und 5) Eine ca. 6 m breite zentrale Längsdurchfahrt.

Die Längsdurchfahrt gestattet mit der rund um die Anlage führenden Straße die volle Zugänglichkeit zu allen Anlagenteilen selbst mit schweren Transportmitteln.

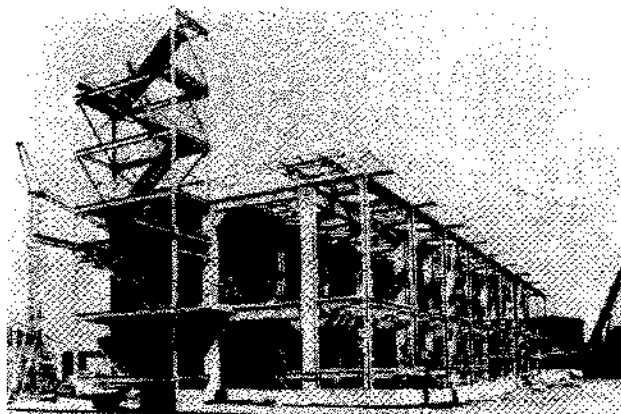
Es ist gelungen, sämtliche Bühnen und Hilfsbühnen von Pumpen und Prozeßbehältern freizuhalten. Aus Gründen der Bedienbarkeit und von Unterhaltsarbeiten ist die Aufstellung dieser Anlagenteile auf dem \pm O-Niveau von Vorteil (Fig. 8).

MERKMALE DER ZWANGSUMWÄLZUNG

Für die Detailkonstruktion sah man die Verwendung von modernen Elementen des Großverdampfer-Anlagenbaues vor. Da es sich bei allen Effekten um Verdampfungskristallisatoren mit Suspensionsinhalt handelt, sah man das Prinzip der Zwangsumwälzung mit außenliegenden Heiz-



Figur 5. Schematische Darstellung der Randbedingungen zur Findung eines optimalen Aufstellungsentwurfes der drei kombinierten EW-Eindampfanlagen bei CWH.



Figur 6. Aufnahme der Stützkonstruktion für die 3 Verdampferanlagen; im Vordergrund: Treppenturm; dahinter: ummauerter Teil für Zentrifugen und Fließbett-Trockner.

kammern vor. Dies bedingt den Einsatz von äußeren Umwälzpumpen und äußeren Umwälzleitungen.

Die bewährte Bauweise von Verdampfern, nämlich zylindrisches Mittelteil, oben und unten 60°-Konus, wurde beibehalten. Im Oberteil aller Ausdampfkörper befinden sich Einbauten zur Abscheidung von mitgerissenen Flüssigkeitströpfchen aus dem Brüden. Der Durchmesser des größten Ausdampfkörpers beträgt annähernd 8 m. Am oberen Konus der Ausdampfkörper sitzen Schau- und Lichtgläser, die über Laufstege und Hilfspodeste gut erreicht werden können.

Die Umwälzleitung einer Verdampferstufe als Verbindung Ausdampfkörper—Umwälzpumpe—Heizkammer—Ausdampfkörper besteht aus mehreren Teilstücken. Im Übergangsstück an Saug- und Druckstutzen der auf's Fundament gestellten Umwälzpumpen sitzen jeweils Kompensatoren. In den Umwälzleitungen der Salinenverdampfer und des 1. Effektes der Natronlaugeeindampfanlage ist eine spezielle Vorrichtung zum Abzug von feststoffbefreiter Lösung eingebaut.

Bei fast allen Umwälzpumpen handelt es sich um 180°-Rohrbogenpropellerpumpen (Axialpumpen) mit horizontaler Welle, zweifacher Lagerung und Abdichtung durch Stopfbuchsen. Darüberhinaus sind alle Umwälzpumpen mit zusätzlichen Stillstandsichtungen ausgerüstet, welche ein Auswechseln von Stopfbuchspackungen ohne Entleerung des Flüssigkeitsinhaltes gestatten (Fig. 9).

MERKMALE DER FESTSTOFFABTRENNUNG

Die 5 Salinenverdampfer, die beiden Verdampferstufen der Sulfatanlage und der 1. Effekt der Natronlaugeeindampfanlage sind am unteren Ende der Ausdampfkörper jeweils mit einem sog. Salzsack bestückt. Im Salzsack wird

die Mutterlauge in den Verdampfer zurückgedrängt. Es findet eine Voreindickung des Salzbreies und eine Klassierung der Salzkristalle statt. Von jedem Salzsack führt eine mit Gefälle verlegte Salzbreileitung in den zugehörigen Salzbreiesammelbehälter, der mit einem Rührwerk ausgestattet ist.

Der pumpfähig gehaltene Salzbrei wird aus den Sammelbehältern mittels Kreiselpumpen in die statischen Eindicker hochgefordert, die direkt über der Zentrifugenstation stehen. Die Eindicker sind geschlossene konische Behälter mit einem Überlaufwehr. Insgesamt sind 4 Eindicker vorhanden, 3 davon gehören zum Entsalzungssystem der Natronlaugeeindampfung und einer zur Saline. Sie sind mit einem langsamdrehenden Rührorgan am Salzbreiaustrag versehen. Mit den Eindickern wird eine zentrifugengerechte Eindickung des Salzbreies auf über 50 Gew.% Feststoffanteil erreicht (Fig. 10).

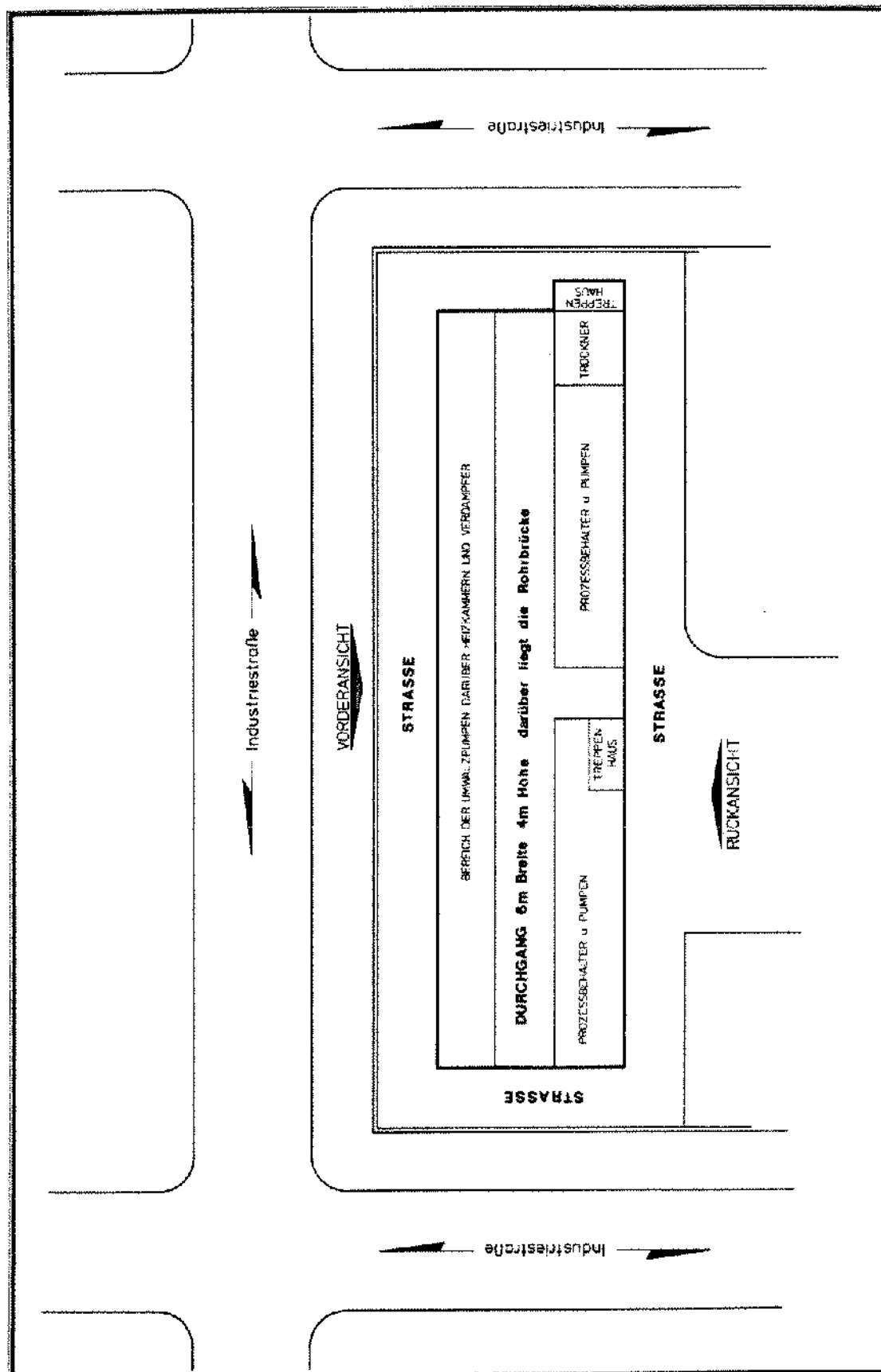
Die Schubzentrifugen und Zentrifugaldekanter sind in 2 vollummauerten Räumen mit Betonböden und -decken installiert. Auch der Fließbett-Trockner ist in einem eigenen ummauerten Raum aufgestellt. Die Betonböden dieser Räume sind durchweg mit einer laugebeständigen Beschichtung versehen.

Der aus der Natronlaugeeindampfung und der Sulfatanlage zurückgewonnene Kochsalzanteil wird zunächst über ein Förderband in den zentralen Salzbreiesammler der Saline geführt und dort zwecks Nachreinigung mit dem Salinen-salz gemischt. Das gesamte Kochsalz aller 3 Verdampferanlagen, rund 81 t/h, geht in einen Anmischbehälter, wo es mit Dünnsale aus der Amalgam-Elektrolyse gemischt und als dünner Salzbrei in die Salzlösestation geefördert wird.

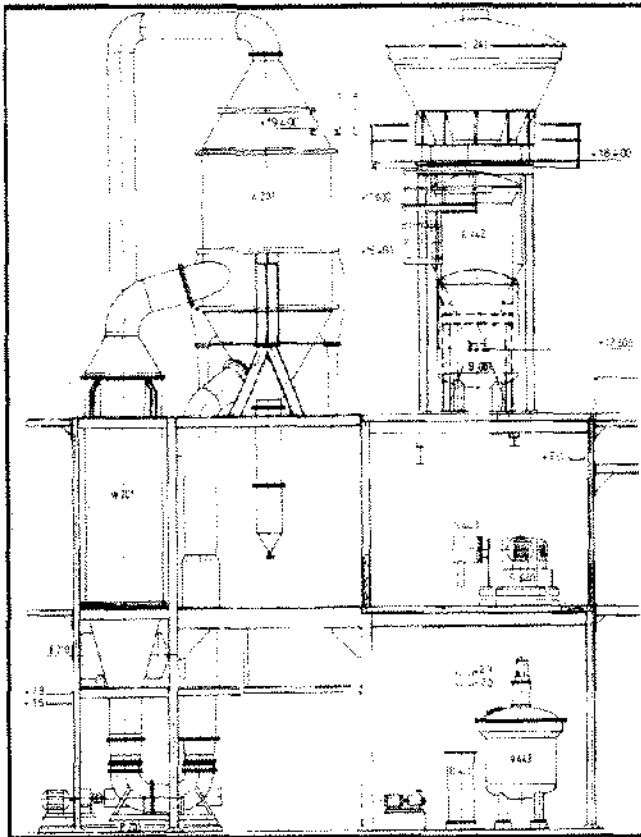
WERKSTOFFE UND BESONDERHEITEN

Da Korrosionen hauptsächlich durch freie Chlorid-Ionen verursacht werden, wurden entsprechend bewährte Werkstoffe eingesetzt. Die verwendeten Werkstoffe bei Saline und Sulfatanlage sind Kesselblech H II/monelplattiert sowie CuNi 30 Fe. Bei der Natronlaugeeindampfanlage wurden Kesselblech H II/nickelplattiert und Nickel eingesetzt. Es wurden durchweg nahtlose Heizrohre verwendet, die in die Rohrböden eingewalzt wurden. Mediumberührte Teile von Zentrifugen und der Fließbett-Trockner sind aus rostfreiem Stahl hergestellt. Prozeß- und Brüdenkondensatbehälter bestehen aus Stahl, besitzen aber z.T. je nach Notwendigkeit eine Innengummierung.

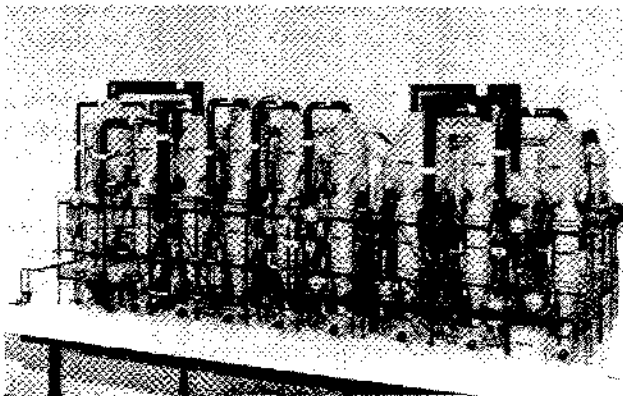
Zu den Besonderheiten des Anlagenkomplexes zählt vor allem die Natriumsulfatanlage. In 2 getrennten Kristallisatoren fällt Natriumsulfat in dem einen und Natriumchlorid in dem anderen Apparat aus der Muttersole aus. Das zurückgewonnene Kochsalz geht, wie schon erwähnt, in die Lösestation der Amalgamelektrolyse. Das Natriumsulfat



Figur 7. Darstellung der Zugänglichkeit der 3 EW-Eindampfanlagen im Baufeld 2 über Industriestrasßen, Zufahrtswege und zentralem Hauptdurchgang.



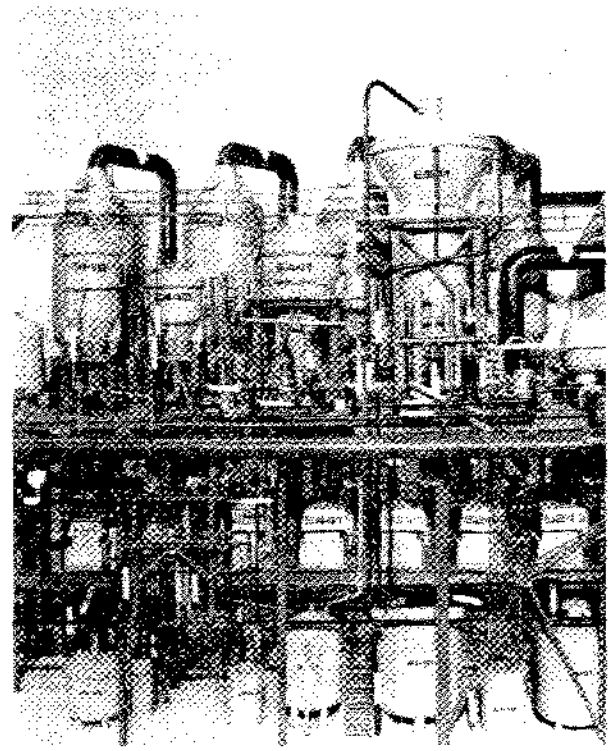
Figur 8. Darstellung der typischen Anordnung der Apparate in einem Achsenschnitt des Aufstellungsplanes.



Figur 9. Modellaufnahme der 3 kombinierten Verdampferanlagen.

gelangt direkt vom Kristaller auf die Schubzentrifuge, wird anschließend auf dem Fließbett-Trockner getrocknet und dann pneumatisch in ein Silo gefördert.

Zu den Besonderheiten der NaOH-Anlage gehört die Endabkühlung und Restentsalzung der Natronlauge aus dem Nachentspanner. In speziell hierfür von Escher Wyss entwickelten Laugenkühlern mit Zwangsumlauf, die mit



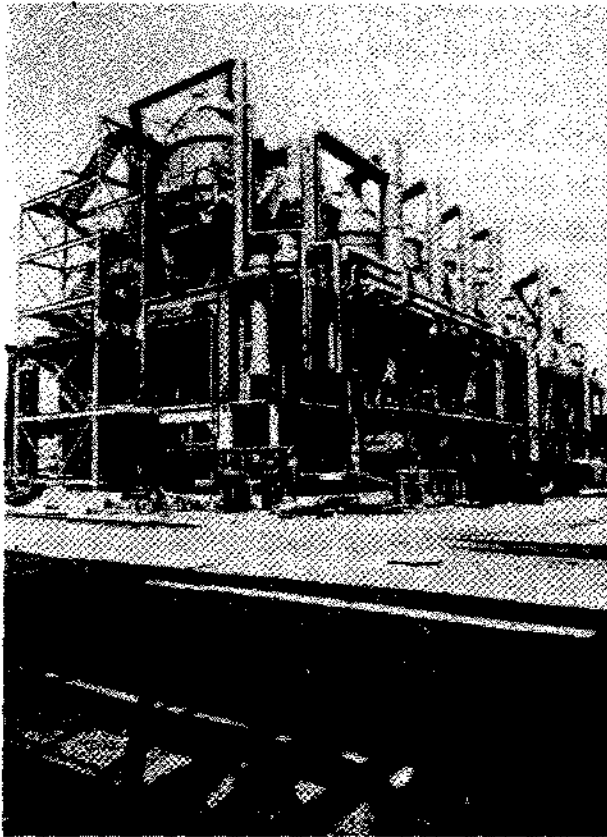
Figur 10. Modellaufnahme, Ausschnitt der Rückansicht der 3 Verdampferanlagen; oben: statische Eindicker, im Hintergrund Verdampfer-Oberteile. Mitte: Zentrifugentrakt; unten: diverse Prozeßbehälter.

Kühlwasser bzw. mit kalter Rohsole gekühlt werden, wird die Lauge auf ca. 25°C abgekühlt, wobei Kochsalz ausgeschieden wird. Die Apparate sind laugenseitig in Serie geschaltet, so daß die Abkühlung in mehreren Stufen vor sich geht. Die Lauge läuft dabei im geodätischen Gefälle über einen Überlauf von einem zum anderen Kühler.

Die letzte Feststoffabtrennung der abgekühlten Lauge geschieht in EW-Zentrifugaldekantern. Diese sind im Prinzip Vollmantelzentrifugen mit leicht konischem Rotor. Die Ausräumung des Feststoffes wird jedoch im Gegensatz zur Schubzentrifuge kontinuierlich mit einer Schnecke vorgenommen. Die Beaufschlagung der Dekanter mit feststoffhaltiger Kaltlauge geschieht mit drehzahlregelbaren Pumpen.

Die Prozeßregelung geschieht weitgehend automatisch. Die Schalttafeln aller oben beschriebenen Anlagen befinden sich im zentralen Leitstand der neuen Chlorelektrolyseanlage. Die Regelung geschieht elektrisch und pneumatisch.

Abschließend kann gesagt werden, daß die Kombination dieser Anlagen wohl einmalig auf der Welt ist, auch von der Größe der Anlagen her gesehen (Fig. 11). Immerhin beträgt die Gesamtwasserverdampfung rund 300 t/h. Der Auftrag wurde im Frühjahr 1975 an Escher Wyss vergeben, die Inbetriebsetzung erfolgte im Sommer 1977.



Figur 11. Aufnahme der fertigmontierten 3 kombinierten Eindampfanlagen.