



BACHELOROPPGAVE

Optimalisering av sedimenteringen på
jarosittfellingstrinnet

Optimization of the sedimentation at the jarosite
precipitation stage

Pål Gravdal

Kristin Haukaas Hagen

Bachelor i ingeniørfag, kjemi

Fakultet for ingeniør- og naturvitenskap/Institutt for sikkerheit, kjemi- og
bioingeniørfag/Kjemiingeniør/Studieretning prosestetnologi

Innleveringsdato: 30.05.2022

Jeg bekrefter at arbeidet er selvstendig utarbeidet, og at referanser/kildehenvisninger til alle
kilder som er brukt i arbeidet er oppgitt, jf. Forskrift om studium og eksamen ved Høgskulen på Vestlandet, § 12-1.

Forord

Denne prosjektrapporten er vår avsluttende bacheloroppgave ved kjemiingeniørutdanningen ved Høgskulen på Vestlandet (HVL), og er utarbeidet som en del av faget KJE350 – Bacheloroppgave. Oppgaven er en ekstern bacheloroppgave gitt av Boliden Odda AS, som omhandler optimalisering av sedimenteringen på jarosittfellingstrinnet. Alt eksperimentelt arbeid i sammenheng med oppgaven ble utført på laboratoriet ved Boliden i Odda.

Prosjektgruppen består av 2 studenter, hvor begge har valgt retning prosess teknologi. Problemstillingen er i hovedsak prosessrettet, og gruppen har fått bruk for flere av fagene fra tidligere i studieløpet. Gruppen har innad hatt et godt samarbeid og jobbet jevnt med oppgaven siden semesterstart.

De eksterne veilederne på bacheloroppgaven er Maria Førde Møll, avdelingsleder for prosessutvikling og FoU (Forskning og Utvikling), og Barbara Les som er prosessingeniør i lutningsavdelingen. Den interne veilederen på prosjektet er Kari Grete Nordli Børve, førsteamanuensis ved institutt for sikkerhet, kjemi- og bioingeniørfag ved HVL.

Vi vil gjerne benytte anledningen til å rette en stor takk til Maria Førde Møll og Barbara Les for et godt samarbeid og veiledninger gjennom hele semesteret med både eksperimentelt arbeid og utarbeiding av oppgaven. Vi ønsker også å rette stor takknemlighet til alle de øvrige ansatte ved prosesslaboratoriet ved Boliden Odda, som har vært svært hjelpsomme i forbindelse med den eksperimentelle delen av oppgaven. I tillegg vil vi takke Kari Grete Nordli Børve for gode råd og veiledninger i forbindelse med rapportskrivningen.

Dato: 30.05.2022

Pål Gravdal

Pål Gravdal

Kristin H. Hagen

Kristin Haukaas Hagen

Ordliste

Ord	Definisjon
Lutningen	Prosesstrinn ved Boliden Odde
Nøytrallutningen, varmlutningen, direktelutningen	Delprosesser under lutningen ved Boliden Odde
Sedimenteringen	Prosesstrinn under jarosittfellingsanlegget, som sedimenterer utfelt jarositt
Jarosittløsning	Løsning med utfelte jarosittpartikler
Oppløsning	Sinksulfat ($ZnSO_4$) oppløsning
Kalsine	Sinkoksid, ZnO
Nøytralslam (NS)	Sedimentert faststoff fra nøytrallutningen
Flokkulant/Koagulant	Flokkuleringsmiddel/Koaguleringsmiddel
Dorr	Fortykker
Dorr 15	Fortykker etter direktelutningen hvor overløpet går til jarosittanlegget
JFT	Jarosittfellingstank/reaksjonstank
NLPTU	Pumpetank hvor underløpet til alle nøytraldorrene samles
Fe	Jern
Fe^{2+}	Toverdig jern (ferro)
Fe^{3+}	Treverdig jern (ferri)
Fe_{tot}	Totalt jern
Retursyre	Svak svovelsyre fra elektrolysehallen
Settpunkt	Ønsket verdi i en reguleringsprosess

Sammendrag

Boliden Odda er en sinkprodusent hvor jarosittfellingsanlegget er et prosesstrinn med hensikt å felle ut jern som jarositt. Sedimenteringen på jarosittfellingstrinnet er varierende og man har ikke hele bildet på hva som forårsaker en god eller dårlig sedimentering. Derfor er det ønskelig å tilegne seg mer kunnskap om hvilke faktorer som påvirker sedimenteringen.

Denne bacheloroppgaven er et eksperimentelt prosjekt som har utforsket faktorer som påvirker sedimenteringen ved jarosittfellingsanlegget som et ledd for å optimalisere prosessen. Sedimenteringsforsøk ble benyttet for å undersøke sedimenteringsegenskapene for de ulike jarosittløsningene med varierende nøytraliseringsmiddel, kimekonsentrasjon og volum flokkuleringsmiddel.

Forsøket som gav høyest sedimenteringshastighet, på 13,47 m/time, ble utført med nøytralslam som nøytraliseringsmiddel. Det ble også tilsatt 10 ml koagulant C-595 og 5 ml flokkulant N-100, hvor koagulant ble tilsatt først. Til tross for høy sedimenteringshastighet, var sedimenteringsegenskapene dårlige da væskefasen var uklar. Forsøket hvor det ble benyttet kalsine som nøytraliseringsmiddel og en høy kimekonsentrasjon på 60 g/l resulterte i både høy sedimenteringshastighet med 11,63 m/time, og gode sedimenteringsegenskaper med en klar væskefase.

Nøkkelord: Sedimentering, jarosittfelling, kalsine, nøytralslam

Abstract

Boliden Odda is a zinc producer where the jarosite precipitation plant, whose intent is precipitating iron as jarosite, is a step of the process. The sedimentation at the jarosite precipitation stage varies and it is unclear what causes good or bad sedimentation. Therefore, it is desirable to acquire more knowledge about the factors that affect the sedimentation.

This bachelor thesis is an experimental project that has explored factors affecting the sedimentation at the jarosite precipitation plant, as part of optimizing the process. Sedimentation experiments were used to investigate the sedimentation properties of the various jarosite solutions with varying neutralizing agents, seeds, and flocculant concentrations.

The experiment with the highest sedimentation rate of 13.47 m/h was carried out with neutral sludge as a neutralizing agent. 10 ml of coagulant C-595 and 5 ml of flocculant N-100 were also added, with the coagulant being added first. Despite the high sedimentation rate, the sedimentation properties were not excellent as the liquid phase was unclear. The experiment with calcine as a neutralizing agent and a high seed concentration of 60 g/l resulted in both a high sedimentation rate of 11.63 m/h and good sedimentation properties with a clear liquid phase.

Keywords: Sedimentation, jarosite precipitation, calcine, neutral sludge

Innhold

Innholdsfortegnelse

Forord	2
Ordliste	3
Sammendrag	4
Abstract	5
Innhold	6
1. Introduksjon	8
2. Teori	10
2.1 <i>Prosessen ved Boliden Odda</i>	10
2.2 <i>Jarositt og jarosittfelling</i>	13
2.3 <i>Tidligere arbeid</i>	16
3. Material og metode	20
3.1 <i>Utstyr</i>	20
3.2 <i>Instrumentering</i>	24
3.3 <i>Kjemikalier og reagenser</i>	25
3.4 <i>Fremgangsmåter</i>	26
3.4.1 <i>Case-studie</i>	26
3.4.2 <i>Løsninger fra anlegget</i>	26
3.4.3 <i>Jarosittfelling på laboratoriet</i>	28
3.4.4 <i>Preparering av jarosittkimer</i>	29
3.4.5 <i>Sedimenteringsforsøk</i>	29
3.4.6 <i>Analyse av filtratet</i>	32
3.4.7 <i>Analyse av filterkake</i>	33
4. Resultater	34
4.1 <i>Case-studie</i>	34
4.2 <i>Sedimenteringsforsøk</i>	36
4.2.1 <i>Sedimenteringsforsøk med jarosittløsning fra anlegget</i>	36
4.2.2 <i>Sedimenteringsforsøk etter jarosittfelling på laboratoriet</i>	40
4.2.3 <i>Sedimenteringshastighet</i>	47
4.3 <i>Analyse av filtrat</i>	49
4.4 <i>Analyse av sedimentet</i>	51
5. Diskusjon	52
5.1 <i>Diskusjon av resultat fra case-studiet</i>	52
5.2 <i>Diskusjon av resultat fra sedimenteringsforsøk med løsning fra jarosittanlegget</i>	54
5.2.1 <i>Sedimenteringsforsøk fra første uken</i>	54

5.2.2 Sedimenteringsforsøk med blanding av koagulant og flokkulant	55
5.2.3 Sedimenteringsforsøk med ulike tilsetninger for å bedre sedimenteringen	56
5.3 Diskusjon av resultater på sedimenteringsforsøk med jarosittfelling utført på laboratoriet	56
5.3.1 Begrunnelse av valg av flokkulant i de resterende forsøkene.....	57
5.3.2 Sedimenteringsforsøk utført med nøytralslam som nøytraliseringsmiddel.....	57
5.3.3 Sedimenteringsforsøk utført med kalsine som nøytraliseringsmiddel.....	58
5.3.4 Sammenligning av sedimenteringsforsøk utført med kalsine og nøytralslam	58
5.4 Sammenligning av sedimenteringsforsøk med jarosittfelling utført på laboratoriet og jarosittfelling fra anlegget.....	59
5.5 Diskusjon av resultater fra analyse av oppløsningen	60
5.6 Diskusjon av resultater fra analyse av sedimentet	61
5.7 Videre arbeid.....	61
6. Konklusjon	62
7. Referanser.....	63
8. Appendiks	65
<i>Vedlegg A: pH profil sett i sammenheng med volum nøytralslam tilsatt i jarosittfelling utført på laboratoriet</i>	<i>65</i>
<i>Vedlegg B: Tabell med oppholdstid og volum nøytraliseringsmiddel tilsatt i jarosittfelling utført på laboratoriet.....</i>	<i>67</i>
<i>Vedlegg C: Data fra anlegget til case-studie</i>	<i>68</i>
<i>Vedlegg D: Tabell for beregning av sedimenteringshastighet.....</i>	<i>69</i>
<i>Vedlegg E: Tabeller som viser ml titrert for å finne jern i filtratet.....</i>	<i>86</i>
<i>Vedlegg F: Tabeller som viser ml titrert for å finne syrestyrken i filtratet.....</i>	<i>87</i>
<i>Vedlegg G: Analyser av filterkake.....</i>	<i>88</i>

1. Introduksjon

Oppdragsgiver for bacheloroppgaven er Boliden Odda. Boliden er et svensk konsern som driver gruver og smelteverk i flere land (1). Fabrikken ble etablert i 1924 og har vært eid av Boliden siden 2004 (2). Boliden Odda er et smelteverk som i hovedsak produserer sink, men har også produkter som svovelsyre, kadmiummetall og kobbersement (2).

Sinkkonsentratene som benyttes til produksjonen av metallisk sink inneholder mange forurensinger i tillegg til sink. Disse forurensingene fjernes i ulike prosesstrinn. En av hovedforurensingene i konsentratene er jern. Det finnes ulike metoder for å fjerne jern fra prosessen, men svært mange sinkverk omdanner jernet til jarositt. Jarositt er stabilt i resten av lutningskretsene og kan derfor separeres ut av prosessen og pumpes til fjellhaller for deponi (7).

Sedimenteringen på jarosittfellingstrinnet hos Boliden er varierende. Det er i perioder god sedimentering hvor det faste stoffet og væskefasen blir separert, mens i andre perioder er separasjonen dårlig. Per dags dato har man ikke hele bilde av hva som gir en god eller dårlig sedimentering. En dårlig sedimentering drar fast stoff i form av jarositt sammen med sinksulfatoppløsningen til andre deler av prosessen. Dette forringer kvalitet på oppløsningen som sendes videre til neste prosesstrinn. En dårlig sedimentering fører også til at sinksulfatoppløsning pumpes sammen med det faste stoffet. Dette gir en ekstra runde i prosessen istedenfor ønsket prosessflyt.

En god separasjon av det faste stoffet, i dette tilfellet jarositt, og sinksulfatoppløsning har vist seg å være viktig. Det vil øke kvaliteten på sinksulfatoppløsningen og gjøre det mulig å oppnå ønsket produksjonstakt.

Litteratursøk som omhandler tidligere studier på temaet, viser at det er flere ulike faktorer som påvirker jarosittfelling og sedimentering. Temperatur, kimekonsentrasjon, syrestyrke/pH, flokkuleringsmiddel og natriumkonsentrasjon har vist seg å påvirke sedimentering, enten ved å øke reaksjonshastigheten, endre det kjemiske innholdet i sedimentet eller begge (3, 4).

Det er ønskelig å tilegne seg mer kunnskap om hva som gir en god eller dårlig sedimentering slik at jarosittfellingstrinnet på smelteverket til Boliden Odda kan optimaliseres. I bacheloroppgaven benyttes det flere ulike forskningsmetoder. Det skal utføres litteraturstudier for å få kunnskap i temaet, i tillegg til å undersøke hvilke studier som tidligere er gjennomført. Det skal også utføres et case-studium for å få tilegnet seg informasjon om hvordan anlegget har blitt driftet de to foregående årene.

I den siste delen av prosjektet skal det utføres eksperimentelt arbeid, hvor ulike prosessparametere som kan påvirke sedimentering av jarositt blir testet. Prosessparametere som skal varieres i forsøkene er i hovedsak kimekonsentrasjon og nøytraliseringsmiddel. Det skal også undersøkes ulike flokkulerings- og koaguleringsmidler. Forsøkene som skal utføres er sedimenteringsforsøk, samt ulike analyser ved bruk av instrumentelle analysemetoder. I tillegg skal det utføres en jarosittfelling på laboratoriet.

Hensikten med oppgaven er å undersøke hvilke parametere som påvirker sedimenteringen på jarosittfellingsanlegget. På bakgrunn av litteratursøk og casestudiet skal det forsøkes å optimalisere dette prosesstrinnet, ved ulike eksperimenter. Videre skal resultatene fra forsøkene benyttes til å anbefale hvordan prosessen bør driftes videre. Spørsmål som det ønskes å få svar på er følgende: I hvilken grad påvirker de ulike prosessparametere sedimenteringen på jarosittfellingsanlegget? Hvilke faktorer gir god eller dårlig sedimentering? Hva er de optimale driftsbetingelsene?

Målet med bacheloroppgaven er å avklare når og hva som gjør at sedimenteringen på jarosittfellingen går bra eller dårlig, slik at det er mulig å optimalisere sedimenteringen og drifte prosessen under de beste forholdene. Man vil da få et klart bilde på hva de viktigste faktorene er, og hvilke parameterverdier som gir en gunstig sedimentering.

I arbeidet med bacheloroppgaven er det flere delmål: Det første delmålet er å tilegne seg kunnskap gjennom litteratursøk og teori. Videre skal det hentes ut prosessparametere for å finne ut hvordan anlegget har blitt driftet de to siste årene. Det skal også kartlegges hva som gir en god eller dårlig sedimentering, og utføres laboratorieforsøk med mål om å forbedre sedimenteringen.

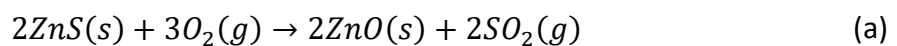
2. Teori

2.1 Prosessen ved Boliden Odda

Røsteanlegget

Sinkkilden til Boliden Odda er sinkulfidkonsentrater, som blant annet kommer fra Bolidens egne gruver i Sverige og Irland (5). Sinkinnholdet i sinkulfidkonsentratet er i hovedsak tungtløselig i syre (6). For å kunne utvinne sink, er et alternativ å få sinkinnholdet over på en mer syreløselig form. Dette oppnås ved å røste sinkulfidkonsentratet på 900 °C i ovnen i røsteanlegget. Her brennes svovelet av som svoveldioksid, og samtidig oksideres sink. I denne prosessen dannes sinkoksid (ZnO) som heretter vil bli omtalt som kalsine. Svovel bindes også med oksygen, og danner svoveldioksid (SO₂) (6).

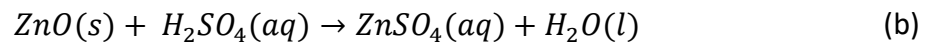
Hovedreaksjonen som forekommer i røsteanlegget er gitt som reaksjonsligning a.



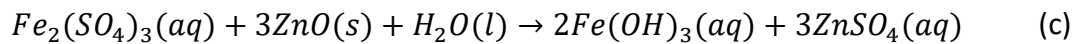
Reaksjonen som forekommer i ovnen er eksoterm, noe som vi ser at den frigir varme. Kalsine og svoveldioksidgass forlater ovnen i en blanding, og går videre til flere prosesstrinn som separerer komponentene fra hverandre på en mest mulig effektiv måte. Deretter går de videre til hvert sitt steg i prosessen. Gassen renses og går til svovelsyreproduksjon, mens kalsine går videre til neste prosesstrinn, som er lutningen (6).

Lutningsavdelingen

Lutningsprosessen hos Boliden Odda består av ulike prosesstrinn for å oppnå et maksimalt utbytte av sink, kobber og kadmium. Oppgaven vil videre kun omhandle produksjonen av sinkmetall. Prosesstrinnene består i hovedsak av lutning, rensing av sinkulfat og filtrering/residuebehandling. Første prosesstrinnet etter røsteanlegget er nøytrallutning, hvor ca. 75% av sinkinnholdet fra kalsine blir løst opp. Formålet til nøytrallutning er å løse opp kalsine samt å felle ut forurensinger som er skadelig for prosessen i rensesgulvet og elektrolysehallene (6). Kalsine løses opp i retursyre, som er en svak svovelsyre produsert i elektrolysehallene eller fra syre som dannes fra reaksjoner i andre prosesstrinn, hvor delstrømmer returneres til nøytrallutningen. Dermed forekommer en reaksjon som beskrives med reaksjonsligning b.

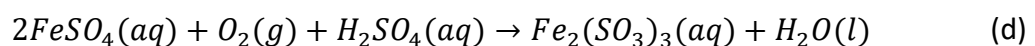


I nøytrallutningen er det også vesentlig at det er tilstrekkelig oppholdstid til å felle ut jern som kommer fra overløpet på jarosittfellingsanlegget, og til å løse opp jerninnholdet i kalsine (6). Disse prosessene kan beskrives med reaksjonsligning c:



Jern løst i svovelsyre danner jernsulfat. Når kalsine tilsettes oppløsningen, vil det dannes sinksulfat i oppløsning, mens jernet felles ut som slam (jernhydroksid).

I tillegg til jernhydroksid vil mesteparten av andre uønskede forurensinger utfelles her, slik som arsenikk, antimon og germanium. Denne prosessen forekommer i nøytrallutningstankene, hvor den klare sinksulfatoppløsningen ledes videre til rensetrinnet i lutningen. Slammet må behandles videre i jarosittfellingsanlegget og ved varmlutningen for å løse opp tungt løselige ferritter. Det tilføres også oksygen til nøytrallutningstankene for å oksidere toverdige jern (ferro-ioner) til treverdige jern (ferri-ioner), siden toverdige jern ikke vil felles ut før $\text{pH} \leq 8$. Reaksjonsligning d beskriver reaksjonen som vil skje.

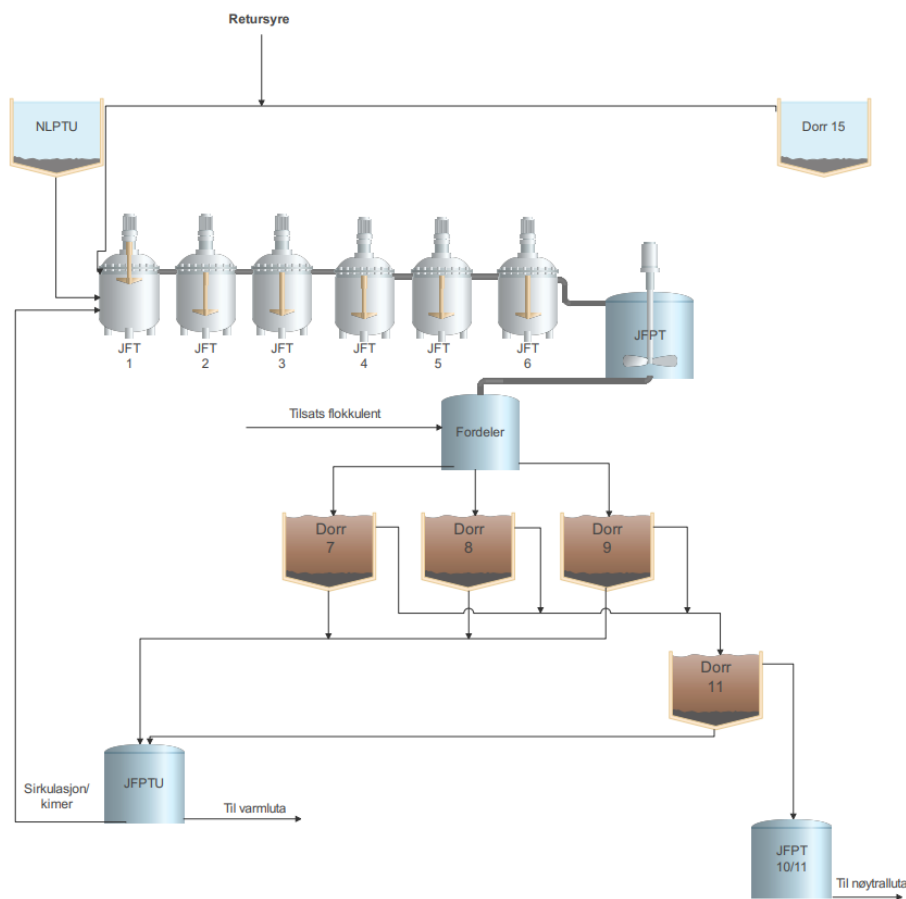


Jarosittfellingsanlegget

Hovedmålet med jarosittfellingsanlegget er å fjerne jern fra løsningen som skal videreføres i prosessen i en stabil form. Underløpet fra nøytrallutningen og overløpet fra direktelutningen tilføres jarosittfellingsanlegget sammen med retursyre. I Figur 1 er underløpet til nøytrallutningen markert som NLPTU, og overløpet til direktelutningen er markert som dorr 15. I jarosittfellingsanlegget vil treverdige jern felles til natriumjarositt ($\text{NaFe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$). For at jern skal felles ut som natriumjarositt trenger man å tilføre natrium til prosessen. Dette gjøres i form av $\text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{ZnSO}_4$ slam (6), som kommer fra discardanlegget. Discardanlegget er en delprosess som ønsker å fjerne kjemiske grunnstoffer som magnesium og mangan fra inventaret, ved bruk av NaOH. Slammet bestående av $\text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{ZnSO}_4$ tilføres prosessen etter

dorr 15 som vist i Figur 1. I Figur 1 ser man også at deler av underløpet til dorr 7-11 vil resirkuleres tilbake til tanken JFT 1.

I tankene JFT 1-6 vil jarosittløsningen ha en oppholdstid, med hensikt å oppnå høy temperatur og ønsket pH under konstant omrøring. JFT 1-6 er reaksjonstanker, og det er her selve utfellingen skjer. For å regulere pH vil det tilsettes et nøytraliseringsmiddel i starten av prosessen. På Boliden Odda har kalsine tidligere vært i bruk som nøytraliseringsmiddel, men i dag benyttes slam fra nøytralt underløp til dette (6). Videre vil jarosittløsningen fordeles i fortykkere. I fortykkerne vil det skje en sedimentering, slik at det faste stoffet og væskefasen separeres. Fortykkerne er i Figur 1 markert som dorr 7-11. I fortykkerne vil jern sedimenteres i form av jarositt, hvor overløpet vil gå videre i prosessen.



Figur 1 - Jarosittfelleringsanlegget på Boliden Odda. Figuren er laget med Wondershare EdrawMax.

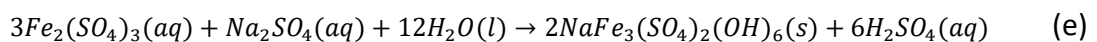
2.2 Jarositt og jarosittfelling

Jarositt inneholder i hovedsak jern, svovel, sink, kalsium, bly, kadmium og aluminium (7).

Jarositt er en samlebetegnelse for forbindelser med kjemisk formel $MFe_3(SO_4)_2(OH)_6$ hvor M står for grunnstoffer eller forbindelser som Na, K, Rb, H_3O , NH_4 , Ag, Tl, $0,5Pb$ eller $0,5Hg$. I sinkindustrien er natrium vanligvis benyttet til å fjerne jern fra oppløsningen, som da vil felle ut i form av natriumjarositt ($NaFe_3(SO_4)_2(OH)_6$) (8).

Fordelen med denne metoden er at man får minimale tap av sink, kadmium og kobber, og lett filtrerbare jernutfellinger og dessuten kontroll av sulfat- og alkalimetallioner (9). Under prosessen blir det tilsatt et nøytraliseringsmiddel, vanligvis kalsine (8). Kalsine er produktet av kalsinering, også kalt røsting. Kalsinering er en prosess som går ut på å varme opp et stoff, med mål om å fjerne flyktige komponenter (10). Hensikten med tilsetning av kalsine er å nøytralisere syrestyrken til den resterende oppløsningen. Syren som blir produsert under hydrolysen vil redusere pH i løsningen, og det er derfor nødvendig å tilsette et nøytraliseringsmiddel for å kontrollere pH (8).

En viktig faktor for å oppnå en mest mulig effektiv jarosittfelling og sedimentering er tilsetning av kimer. Kimer er jarositt som er sedimentert ut i bunnen av fortykker, og som blir resirkulert til første reaksjonstank. Hensikten med å resirkulere kimer er å redusere energien som kreves for å danne det første nukliet, som vil føre til en bedret vekst og større partikler (9). Reaksjonen til en jarosittfellingsprosess er beskrevet som reaksjonsligning e.



Sedimentering

Sedimenteringen ved jarosittfellingsanlegget til Boliden Odda forekommer ved gravitasjonssedimentering. Prinsippet er at faststoffpartiklene suspendert i en væske med lavere tetthet sedimenteres ut ved å synke til bunnen av en sedimentasjonstank, som følger av gravitasjonskraften (11).

Newtons lov beskriver følgende:

$$F_g = mg = m * 980 \frac{cm}{s^2} \quad (2.1)$$

Hvor m står for masse og g er akselerasjonen som følger av gravitasjon. Væsken har en lavere tetthet enn faststoffet som skal sedimenteres (12). På grunn av de ulike tetthetene på væsken og faststoffet vil det virke en høyere tyngdekraft på faststoffpartiklene. Dette medfører at faststoffpartiklene synker til bunnen av tanken, og væsken stiger til toppen av tanken. Dette kan man se ut ifra formel 2.2 for tyngdekraft (4, s. 265).

$$F_g = \rho * g * V \quad (2.2)$$

Hvor:

F_g = Tyngdekraften

ρ = Tetthet

V = Volum av sedimenteringstank/fortykker

g = Gravitasjonskonstant

Sedimenteringen på Boliden skjer i fire store sedimenteringstanker, som også er kalt fortykkere. Sedimenteringen er avhengig av flere kjemiske og fysiske faktorer. Viskositet er et eksempel på dette. Et høyere sinkinnhold i sinksulfatoppløsning vil gi en høyere viskositet. Spesifikk masse, temperatur, tetthet og flokkulering og den kjemiske sammensetningen til slammet som skal sedimenteres er også eksempler på faktorer som påvirker sedimenteringen (6).

Fortykkere

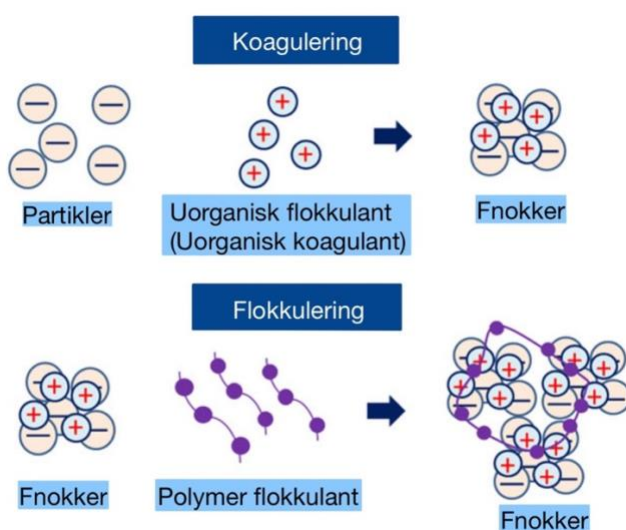
Fortykking er en sedimentasjonsprosess hvor hovedhensikten er å separere fast stoff og væske i en suspensjon fra hverandre. Denne sedimenteringsprosessen er en relativt rimelig måte å separere fast stoff og væske fra hverandre i en suspensjon når det er snakk om store mengder som skal separeres (14). En fortykker er en sylindrerformet sedimenteringstank med en konisk bunn. Slammet føres inn i midten av fortykkeren, og nedover til man når sedimenteringsgrensen. Her er tettheten tilnærmet lik med fæstrømmens tetthet (15).

Slammet presses utover i fortykkeren med avtagende hastighet. Der separeres fluidet mellom suspensjonen/faststoffet som synker nedover mot bunnen av tanken, og en klar væske som er tilnærmet fri for faststoffpartikler. Den klare væsken stiger mot toppen av fortykkeren, som kalles klaringssonen. Væsken som er tilnærmet fri for faste partikler renner i overløp ut av fortykkeren, og videre i prosessen (12).

En rake sirkulerer rundt i bunnen av tanken for å føre slammet/fast stoffet mot sentrum av bunnen på fortykkeren. Her er det en åpning til en pumpe som transporterer fast stoffet videre (4, s. 265). Jarosittfelling på Boliden Odda foregår i slike fortykkere, som også blir kalt for dorrer (6).

Koagulering og flokkulering

Dersom størrelsen på partiklene i suspensjonen som skal sedimenteres er for liten, vil prosessen med sedimentering ved hjelp av tyngdekraften forekomme for sakte for en optimal drift av prosessen (7, s. 1059). For å øke sedimenteringshastigheten og klaringen av væsken kan det tilsettes flokkulant/koagulant. Tilsats av et flokkulerings/koaguleringsmiddel vil medføre at sedimenteringsprosessen skjer hurtigere, da dette er kjemikalier som hjelper partikler å binde seg sammen, slik at de raskere vil synke til bunnen av sedimenteringstankene. Koagulerings- og flokkuleringsprosessen er illustrert på Figur 2.



Figur 2 - Koagulering- og flokkuleringsprosess. Figuren er hentet fra (16) og modifisert.

Krystallene av jarosittpartikler er i hovedsak rundt 2 mikrometer, men noen partikler er aggregater med størrelse opptil 10 mikrometer (21). Koagulering kan defineres som en destabilisasjonsprosess, som kan samle små kolloider (17). I en kolloidal løsning er partikkelstørrelsen i hovedsak mindre enn 1 mikrometer, selv om man i noen tilfeller regner partikler opptil 50 mikrometer som kolloidale partikler (18). Kolloidene har motsatt ladning som koaguleringsmiddelet. Koagulant reduserer de frastøtende kreftene som holder partiklene fra hverandre etter de har vært i kontakt med hverandre. Flokkulering oppstår etter koaguleringsprosessen (17).

Flokkuleringsprosessen vil samle de destabiliserte kolloidale partiklene til større suspenderte partikler, ved bruk av et flokkuleringsmiddel (17,19). Suspenderte partikler i en suspensjon er større enn 1 mikrometer (20), og kan sedimenteres raskere ved hjelp av tyngdekraften (17).

2.3 Tidligere arbeid

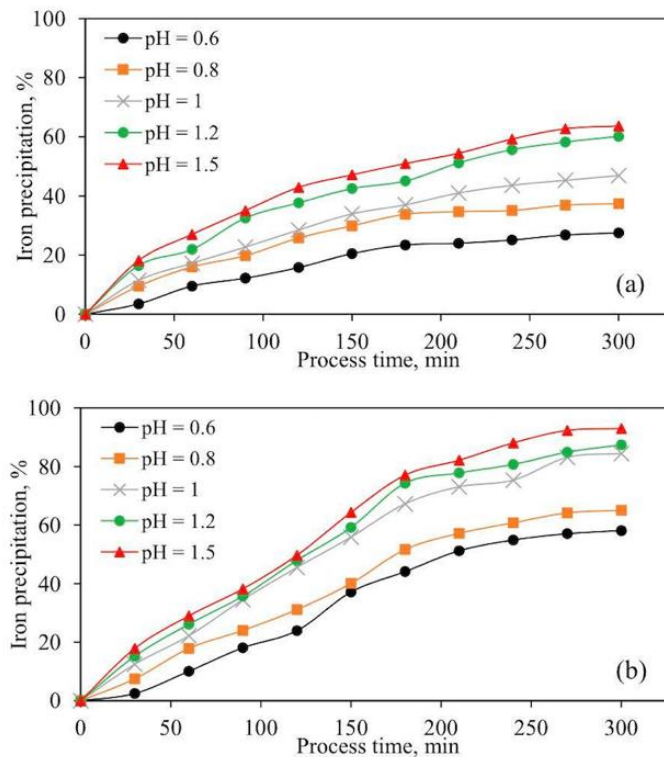
For å oppnå en god utfelling av jarositt under jarosittfellingstrinnet er det flere faktorer som spiller inn. Tidligere arbeid viser at de viktigste parameterne for en effektiv utfelling er pH, temperatur, kimetilsats og natriumkonsentrasjon.

pH

Det har blitt vist at syrestyrken til løsningen har stor innflytelse på hvor mye jarositt som dannes, men liten effekt på sammensetningen til produktet (4). Ciriello og Synnott sine forsøk viser at utbyttet for fjerning av treverdige jern øker dersom pH minker (3). Det er tydelig fra andre studier at utfellingen vil gå dårligere dersom pH er for lav. Optimal pH for jarosittfelling er ca. 1,5. Utbyttet fra jarosittfelling vil også øke betraktelig dersom pH holdes stabil under oppholdstiden (22).

Reaksjonsligning e (s.14) viser at det produseres svovelsyre under reaksjonen. Det vil si at det er nødvendig å tilføre et nøytraliseringsmiddel jevnlig under oppholdstiden, for å kunne holde pH stabil og at reaksjonen ikke stopper opp.

Figur 3 viser forbedring av utfelling dersom pH holdes stabil, og viser tydelig at det beste utbytte er med en pH på 1,5 (22).



Figur 3 - Effekt av (a) Bestemt pH ved starten av oppholdstiden og (b) konstant pH gjennom hele oppholdstiden. Figuren er hentet fra (22).

Temperatur

Temperatur er en viktig faktor, og høyere temperaturer vil øke utbyttet betraktelig (4).

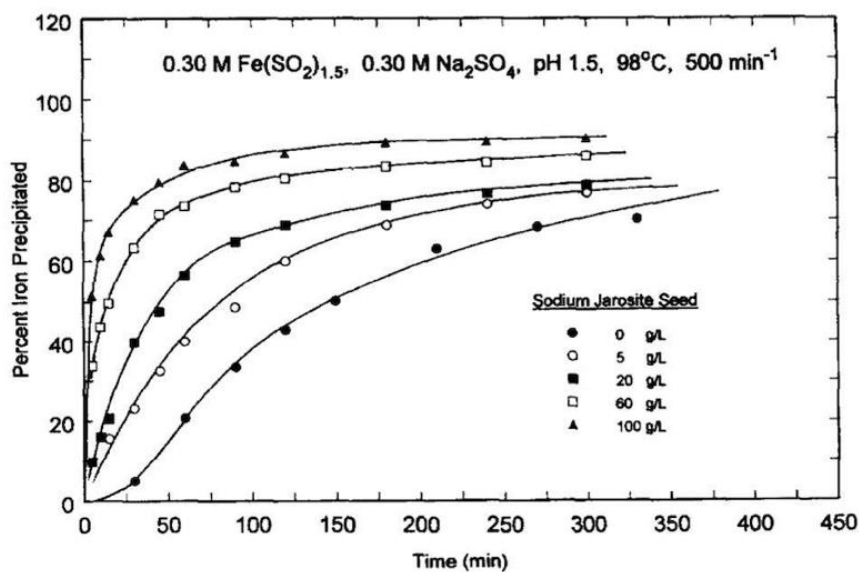
Jarosittfelling er en endoterm prosess, og økt temperatur øker derfor også reaksjonshastigheten, slik at utfelling av jern som jarositt forekommer hurtigere ved høyere temperaturer (3). Den ideelle temperaturen for jarosittfelling er rundt 98°C (6).

Kimetilsats

Ved å tilføre kimer vil det oppstå heterogen nukleering (23). Heterogen nukleering er produksjon av et nuklie på en eksisterende overflate som er tilført en løsning. Energien som kreves for å danne det første nukliet og deretter fortsette veksten blir da redusert, noe som fører til en bedret vekst og større partikler (9). Tilførselen av kimer reduserer også risikoen for overmetning, som kan føre til utfelling av små partikler ukontrollert (23).

Boliden resirkulerer sedimentert slam fra sedimenteringstankene tilbake til første reaksjonstank i jarosittfellingsprosessen, for å oppnå heterogen nukleering. Dermed vil det være jarosittpartikler tilstede i starten av reaksjonen, slik at man får større partikler som vil sedimentere raskere. Da vil også oppholdstiden kunne reduseres (8).

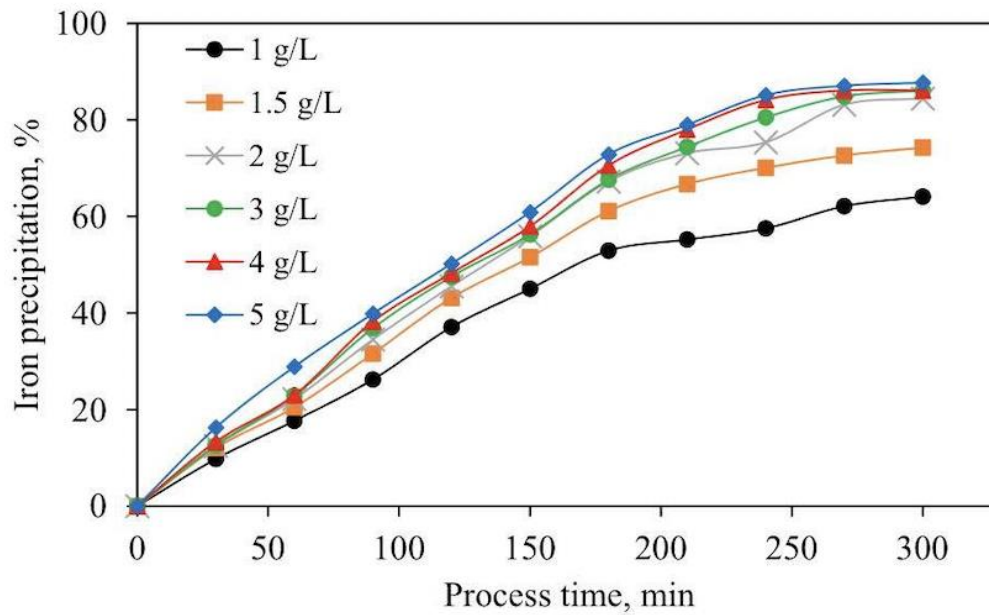
Figur 4 viser effekten av kimekonsentrasjon under jarosittfelling, og viser at høye kimekonsentrasjoner under jarosittfelling vil øke utbyttet (9).



Figur 4 - Effekt av kimekonsentrasjon under jarosittfelling. Figuren er hentet fra (9).

Natriumkonsentrasjon

Det har blitt vist at natriumkonsentrasjon har stor innflytelse på utbyttet jarositt som felles. Forsøkene til Ciriello og Synnot viser også at natriumkonsentrasjon har en positiv effekt på reaksjonshastigheten (3). Figur 5 viser effekten av natriumkonsentrasjon i jarosittfelling. Man ser at utbytte vil øke med økende konsentrasjon av natriumsulfat (22).



Figur 5 - Effekt av natriumsulfat-konsentrasjon i jarosittfelling. Figuren er hentet fra (22).

3. Material og metode

Dette kapitlet beskriver metodene, utstyret, kjemikaliene og instrumentene som ble benyttet i bacheloroppgaven. Utstyr, instrument, apparatur, driftsprøver og kjemikalier som ble benyttet i prosjektet var tilgjengelig hos Boliden Odda. Alle forsøk ble utført på Boliden Odda sitt laboratorium.

3.1 Utstyr

Under forsøkene ble det benyttet to ulike jarosittløsninger. Den ene løsningen ble hentet direkte fra anlegget og vil være en løsning som allerede inneholder utfelt jarositt. Den andre løsningen er en jarosittløsning hvor utfelling av jarositt blir utført på laboratoriet. Utstyret som ble benyttet til å hente løsning i anlegget er presentert i Tabell 1.

Tabell 1 - Utstyr benyttet ved henting av jarosittløsning i anlegget.

Utstyr
Hansker
Termos
Øse med langt skaft

Det ble utført en jarosittfelling på laboratoriet, hvor temperatur og pH ble kontrollert under konstant omrøring. Utstyr benyttet til utførelse av jarosittfelling er presentert i Tabell 2.

Tabell 2 - Utstyr benyttet for jarosittfelling på laboratoriet.

Utstyr
Målebeger, 3000 ml
Målesylinder, 100 ml
Kokeplate
Ohaus® Adventurer™ laboratorievekt
Morter
Veieskip
Temperaturmåler
pH-meter, VWR pH 1100 pH
Stativ med stativfot, muffe og klemme
IKA® EUROSTAR 40 digital elektrisk omrører

Kimer ble benyttet under utførelsen av jarosittfelling på laboratoriet, og ble derfor preparert i forkant. Utstyr som ble benyttet til dette er presentert i Tabell 3.

Tabell 3 - Utstyr benyttet ved tillaging av kimer og nøytralslam.

Utstyr
Büchnertrakt
Filterpapir med diameter 185 mm
Sugekolbe
Gummimansjett
Termaks varmeskap
Vakuumslange

Sedimenteringsforsøk ble utført for å kunne bestemme sedimenteringshastigheten til jarosittløsningen fra anlegget, og jarosittfelling utført på laboratoriet. Utstyr som ble benyttet under forsøkene er presentert i Tabell 4.

Tabell 4 - Utstyr benyttet i sedimenteringsforsøk.

Utstyr
Målesylinder, 500 ml
Stoppeklokke
Lommelykt
Rørestav

En av analysemetodene som ble utført var titrering av filtratet til jarosittløsningen og løsning fra dorr 15. Hensikten med analysen var å finne konsentrasjonen av jern, i form av Fe^{2+} og Fe_{tot} . Utsyr som ble benyttet til analysen er presentert i Tabell 5.

Tabell 5 - Utstyr benyttet til jernanalyse.

Utstyr
Erlenmeyerkolbe, 250 ml
Automatpipette, 5 ml
Trakt
Foldefilter med diameter 185 mm

Titring ble også benyttet som analysemetode for å bestemme syrestyrke, i form av svovelsyrekonsentrasjon i filtratet. Utstyr benyttet til analysen er presentert i Tabell 6.

Tabell 6 - Utstyr benyttet til syrestyrkeanalyse.

Utstyr
Begerglass, 150 ml
EcoTitrator, automatisk titrator
Automatpipette, 5 ml
Målesylinder, 50 ml

For å analysere filterkaken til jarosittløsningen og løsning fra dorr 15, ble XRF benyttet. Utstyr benyttet til prøvepreparering for analyse av filterkake er presentert i Tabell 7.

Tabell 7 - Utstyr og apparatur benyttet til preparering av faststoffprøver.

Utstyr
METLER PJ3600 DeltaRange® laboratorievekt
Brikettepresse, Herzog HTP40
HP-MA Automatmølle
Prøvekopp av metall
Spatel

3.2 Instrumentering

Det faste stoffet som ble filtrert ut fra jarosittløsningen, ble analysert ved bruk av røntgenfluorecens (XRF). Instrumentet som ble brukt er en Zetium QM MalvernPanalytical, som man kan se i Figur 6.

Spektrometeret består av en strålingskilde, en prøve og et deteksjonssystem (24). XRF-spektrometeret bestråler en prøve direkte ved hjelp av et røntgen-rør (25). Den fluorescerende røntgenstrålingen som kommer fra prøven måles med et bølglengde-dispersivt deteksjonssystem. Denne strålingen er karakteristisk for hvert grunnstoff i prøven, og kan identifiseres basert på bølglengde (24).



Figur 6 – XRF-instrumentet ved Boliden Odda.

3.3 Kjemikalier og reagenser

For jarosittfellingforsøkene i laboratoriet ble følgende løsninger og reagenser benyttet:

- Slam fra underløpet til Dorr 7
- Prøveløsning fra Dorr 15
- Slam fra nøytralt underløp
- Kalsine, ZnO

Reagenser benyttet i sedimenteringsforsøk:

- 1 g/l Kemira SUPERFLOC N-100, Nonionic Dry PAMs, flokkulant
- 1 g/l Kemira SUPERFLOC N-300, Nonionic Dry PAMs, flokkulant
- 1% Kemira SUPERFLOC C-577, Cationic Polyamines, koagulant
- 1% Kemira SUPERFLOC C-595, Cationic PolyDADMACs, koagulant
- Retursyre ca. 190 g/l, svak svovelsyre produsert i elektrolysen

Reagenser som er benyttet i analyse av syrestyrken i filtratet:

- 7,5 % Tiourea pro analysi ACS, Reag. Ph Eur, $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$
- Natriumkarbonat vannfritt for analyse EMSURE[®] ICO, Na_2CO_3 , Millipore
- 200 g/l Natriumtiosulfat pentahydrate for analyse EMSURE[®] ACS, ISO, Reag. Ph Eur, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, Millipore
- Kaliumjodid AnalAR NORMAPUR[®] analytisk reagens AnalAR NORMAPUR[®], KI

Kjemikalier benyttet i analyse av fast stoff:

- Sukrose, $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$, Dansukker
- Stearinsyre for syntese, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$, Millipore

Reagenser som er benyttet til analyse av Fe^{2+} og Fe_{tot} i filtratet av jarosittløsning og dorr 15:

- Grovt Zn-pulver 99,988%, Boliden Odda
- Konsentrert svovelsyre 95-97% for analyse EMSURE[®] ISO reagens for analyse, H_2SO_4
- 5,21 Kaliumpermanganat for analyse EMSURE[®] ACS, Reag. Ph Eur, KMnO_4

3.4 Fremgangsmåter

3.4.1 Case-studie

Det ble utført en case-studie for å undersøke hvilke parameterverdier som påvirker sedimenteringen i størst grad. Det ble hentet ut data fra anlegget som ble sortert i en god periode og en dårlig periode. En god periode ble definert til å være en periode hvor klaringen var god, altså at en klar væskefase var oppnådd. En dårlig periode ble definert til å være en periode hvor det ikke var klaring, som tyder på en dårlig separasjon.

Prosessparametere som ble undersøkt var temperatur, natriumkonsentrasjon, flokkuleringsmiddel, kimekonsentrasjon og strømningshastighet.

I case-studiet er enheten for flokkuleringsmiddelet g/m^3 , som er settpunkt i drift.

Settpunktet er verdien som et regulert system ønsker å opprettholde, altså SKAL-verdien (26). Videre i oppgaven brukes det volum i ml for flokkuleringsmiddelet. Formel (3.1) benyttes for å bestemme dosering i sedimenteringsforsøk i ml som tilsvarer driftsbetingelser.

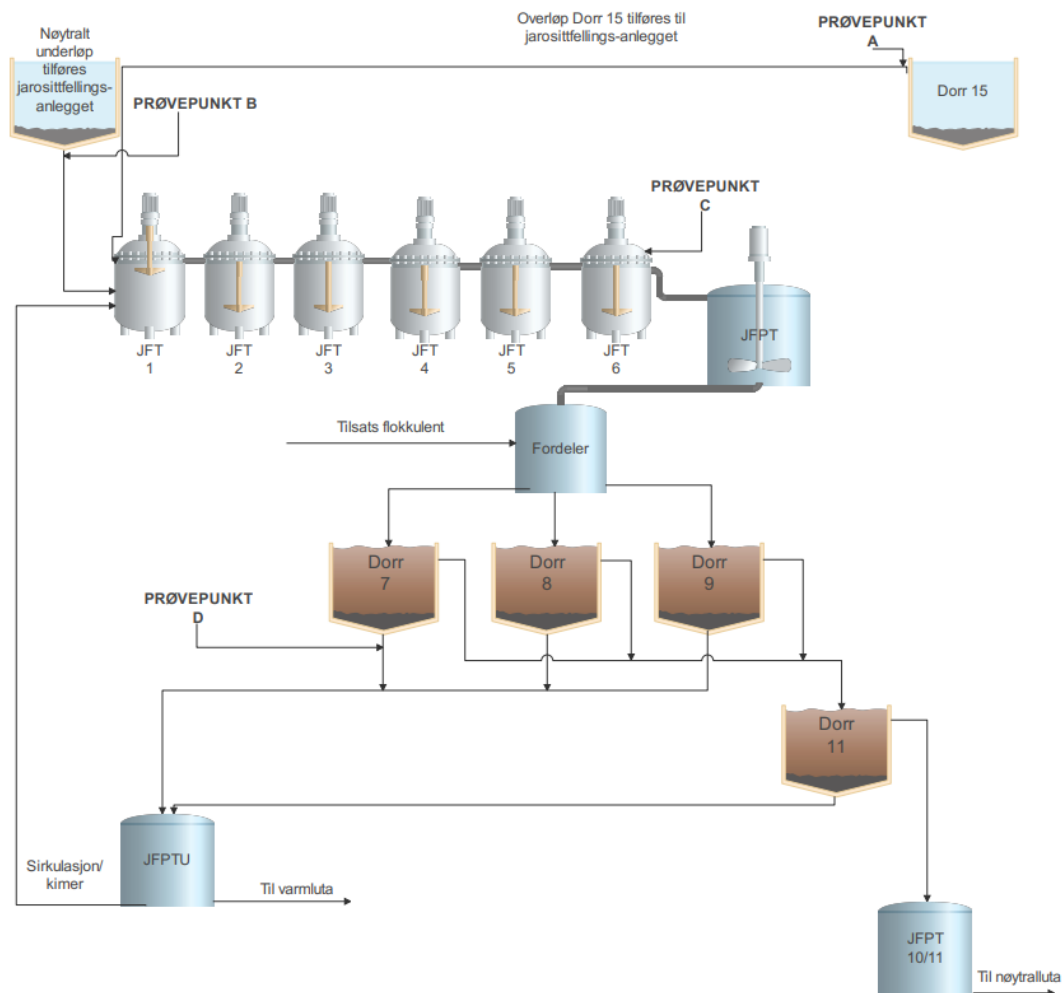
$$\frac{\text{Settpunkt flokkulant } \left(\frac{g}{m^3}\right) * \text{Volum sylinder (l)}}{1000 \frac{l}{m^3} * \text{Konsentrasjon flokkulant } \left(\frac{g}{l}\right)} * 1000 \frac{ml}{l} = \text{Dosering (ml)} \quad (3.1)$$

3.4.2 Løsninger fra anlegget

For å hente ut prøver i anlegget er det nødvendig med verneutstyr som verneklær (jakke, bukse og sko), hjelm og vernebriller. Alle løsningene hentet fra anlegget vil holde en temperatur opp mot $90^{\circ}C$, og det er derfor viktig med hansker som tåler høye temperaturer. Løsningene fra overløp ble hentet ut ved å benytte en øse som ble dyppet ned i den siste reaksjonstanken, og fylt på en termos. Hensikten med termosen er å holde temperaturen på løsningen så høy som mulig. Løsning hentet fra underløp ble tappet under fortykkeren.

I starten av prosjektet ble sedimenteringsforsøkene utført med jarosittløsning hentet fra anlegget. Denne løsningen vil inneholde utfelt jarositt, som i senere forsøk skal sedimenteres. Jarosittløsningen ble hentet fra prøvepunkt C i Figur 7. Det ble også utført en

jarosittfelling på laboratoriet. Dette forsøket ble utført med løsning fra dorr 15, hentet fra prøvepunkt A i Figur 7. Under forsøket ble nøytralslam, hentet fra prøvepunkt B i Figur 7, benyttet som nøytraliseringsmiddel. Det ble også benyttet jarosittkimer i jarosittløsningen. Jarosittkimene ble hentet ut som slam i prøvepunkt D i Figur 7, før de ble filtrert, vasket og tørket på laboratoriet.



Figur 7 - Jarosittfellingsanlegget med markerte punkter for prøveuthenting. Figuren er laget med Wondershare EdrawMax.

3.4.3 Jarosittfelling på laboratoriet

En jarosittfelling ble utført på laboratoriet med hensikt å kontrollere optimal temperatur, pH, kimekonsentrasjon og nøytraliseringsmiddel. Det ble utført fire forsøk med en variasjon på kimekonsentrasjon og nøytraliseringsmiddel. Forsøkene er vist i Tabell 8.

Tabell 8 - Jarosittfellingsforsøk på laboratoriet.

Forsøk	Kimetilsats (g/l)	Nøytraliseringsmiddel
1	15	Nøytralslam
2	60	Nøytralslam
3	15	Kalsine
4	60	Kalsine

2 liter av oppløsning fra dorr 15 ble overført til et målebeger. Målebegeret ble plassert på en varmeplate innstilt på 92°C. Det ble satt opp ett stativ med en elektrisk omrører, som sørget for konstant omrøring i løsningen. På stativet var det også plassert en termometer, med hensikt å konstant kunne kontrollere temperaturen i løsningen.

Ønsket masse kimer ble veid ut og tilsatt i løsningen. Det ble bestemt å først utføre forsøk 1 og 2 fra Tabell 8. Den ene løsningen ble tilsatt 120 g jarosittkimer som gav en kimekonsentrasjon på 60 g/l. Den andre løsningen ble tilsatt 30 g jarosittkimer som gav en kimekonsentrasjon på 15 g/l, tilsvarende kimekonsentrasjonen benyttet i anlegget.

I løpet av oppholdstiden fordampet litt av løsningen. For å unngå overmetning av løsningen ble væsknivået markert ved start, og det ble etterfylt med destillert vann under hele forsøket. Ved bruk av pH-meter, ble pH i løsningen målt da ønsket temperatur var oppnådd (85-95 °C).

For å kontrollere pH i løsningene, ble det utført målinger underveis i forsøket. Da det under en jarosittfelling produseres syre, tilsettes det et nøytraliseringsmiddel for å øke pH til ønsket verdi på ca. 1,5. Det ble først utført forsøk hvor nøytralslam ble benyttet som nøytraliseringsmiddel. I senere forsøk ble det benytte kalsine som nøytraliseringsmiddel,

som er presentert som forsøk 3 og 4 i Tabell 8. Løsningen ble jevnlig observert, og tilsatt mer nøytraliseringsmiddel ved behov. Mer informasjon om volum nøytraliseringsmiddel tilsatt og hvordan det påvirker pH i løsningen finnes i vedlegg A.

Løsningen ble stående under oppsyn med konstant omrøring i ca. 4 timer før løsningen ble benyttet i sedimenteringsforsøk. Mer spesifisert oppholdstid for alle forsøkene finnes i vedlegg B.

3.4.4 Preparering av jarosittkimer

Jarosittkimer som ble benyttet i jarosittfellingene utført på laboratoriet ble preparert i forkant. Det ble hentet ut slam fra underløpet til jarosittanlegget. Videre ble det filtrert, vasket og tørket. Slammet ble overført til en büchnertrakt og filtrert i en sugokolbe. Filtratet ble sugd ned i kolben ved hjelp av vakuumpumpe og deretter kastet. Filterkaken som ble liggende igjen ble flere ganger vasket med varmt vann før den ble tørket i varmeskap. Ferdig tørket filterkake ble knust til støv i en morter. Støvet ble deretter benyttet som kimer i jarosittfelling utført på laboratoriet.

3.4.5 Sedimenteringsforsøk

Sedimenteringsforsøkene går ut på å undersøke hvor hurtig det skjer en separasjon av det faste stoffet fra væskefasen i en suspensjon etter det er tilsatt en flokkulant. Forsøkene gir også en indikasjon på klarhet av væskefasen og volum på sediment. Det ble utført sedimenteringsforsøk for å skille de faste jarosittpartiklene fra væskefasen i løsningen fra anlegget og jarosittfelling utført på laboratoriet.

De første sedimenteringsforsøkene ble utført med 500 ml prøve av jarosittløsning hentet fra anlegget. En målesylinder ble fylt opp til 500 ml merket, før det ble tilsatt et flokkuleringsmiddel. Volum flokkulant, koagulant og blandinger av de to varieres i de ulike forsøkene for å undersøke hvordan sedimenteringen påvirkes av hvert stoff, og kombinasjoner av stoffene. Etter tilsetning av flokkuleringsmiddel ble det rørt rundt tre ganger med rørestav, før klokken startet.

Sedimenteringslinjen, som er skillet mellom væskefasen og sedimentet kunne i noen tilfeller være vanskelig å oppdage. Det ble derfor benyttet en lommelykt for å enklere observere

denne. Tiden det tok for faststoffpartiklene å sedimentere ble notert frem til sedimenteringslinjen traff 200-150 ml merket. De første sedimenteringsforsøkene ble utført med volum på flokkuleringsmidler som tilsvarer driftsbetingelser, og er presentert i Tabell 9.

Tabell 9 - Sedimenteringsforsøk utført den første uken på laboratoriet.

Koagulant/Flokkulant	Volum (ml)
C-595	15
C-577	15
N-100	15
N-300	15

Videre ble det utført forsøk med samme jarosittløsning og en kombinasjon av koagulanter og flokkulanter. Forsøkene som ble utført med de ulike kombinasjonene er presentert i Tabell 10.

Tabell 10 - Sedimenteringsforsøk utført med blanding av koagulant og flokkulant.

Koagulant	Flokkulant	Kommentar
10 ml C-595	20 ml N-100	
10 ml C-577	20 ml N-300	
10 ml C-595	5 ml N-100	C-595 tilsatt først
10 ml C-595	5 ml N-100	N-100 tilsatt først
12 ml C-595	3 ml N-100	

Deretter ble det utført forsøk med ulike tilsetninger til jarosittløsningen hentet fra anlegget. Forsøkene med de ulike tilsetningene er presentert i Tabell 11.

Tabell 11 - Sedimenteringsforsøk utført med ulike tilsetninger.

Kogaulant	Tilsetninger
8 ml C-577	Fortynnet med 200 ml destillert vann
8 ml C-577	
4 ml C-577	
8 ml C-577	20 ml retursyre
8 ml C-577	30 ml retursyre

Videre ble det utført tilsvarende sedimenteringsforsøk, men med jarosittfelling utført på laboratoriet. Forsøkene som ble utført er presentert i Tabell 12.

Tabell 12 - Sedimenteringsforsøk med jarosittfelling utført på laboratoriet.

Kimetilsats (g/l)	Nøytraliseringsmiddel	Volum N-100 (ml)
60	Kalsine	7,5
15	Kalsine	7,5
60	Kalsine	2,5
15	Kalsine	2,5
60	Nøytralslam	7,5
60	Nøytralslam	20
15	Nøytralslam	20

Sedimenteringshastigheten ble regnet om fra cm/sek til m/time for alle forsøkene, ved bruk av formel (3.2). Omregningen ble gjennomført da m/time er enheten benyttet i anlegget.

$$\frac{\text{Avstand (cm)}}{\text{Tid (sek)}} * \frac{1 \text{ cm}}{100 \text{ cm}} * 3600 \frac{\text{sek}}{t} = \frac{\text{Avstand (m)}}{\text{Tid (time)}} \quad (3.2)$$

3.4.6 Analyse av filtratet

Jarosittløsningen produsert på laboratoriet ble filtrert for å analysere toverdigg jern (Fe^{2+}), totalt jerninnhold (Fe_{tot}) og syrestyrken av svovelsyre i filtratet.

Fe^{2+} bestemmes titrimetisk med oksidasjon av $KMnO_4$ i svovelsur oppløsning.

Fe_{tot} bestemmes tilsvarende etter forutgående reduksjon med sinkmetall i svovelsur oppløsning.

3.4.6.1 Analyse av toverdigg jern i filtratet

5 ml prøve ble pipettert ut og overført til en 250 ml erlenmeyerkolbe. Løsningen ble tilsatt ca. 100 ml destillert vann og 7,5 ml svovelsyre. Den ble deretter titrert med $KMnO_4$ -oppløsning til omslag av svak rosa farge ble observert. 1 ml $KMnO_4$ -standardoppløsning tilsvarer 0,005 g Fe. Ut fra formel (3.3) kan konsentrasjonen av toverdigg jern i filtratet bestemmes.

$$\frac{0,005 \text{ g} \frac{Fe^{2+}}{\text{ml } KMnO_4} * 1000 \frac{\text{ml}}{\text{l}} * \text{ml } KMnO_4 \text{ titrert}}{\text{ml uttak}} = \frac{\text{g}}{\text{l}} Fe^{2+} \quad (3.3)$$

3.4.6.2 Analyse av totalt jerninnhold i filtratet

Prøven fra Fe^{2+} bestemmelsen ble benyttet videre ved bestemmelse av totalt jerninnhold. Prøveløsningen ble tilsatt ca. 10 g grovt sinkpulver, for å redusere Fe^{2+} . Etter 20 minutter ble løsningen filtrert ved bruk av foldefilter i en 250 ml erlenmeyerkolbe, og vasket med 15 ml destillert vann 2 ganger. Det ble tilsatt 7,5 ml svovelsyre og titrert med $KMnO_4$ -oppløsning til omslag til svak rosa farge ble observert. 1 ml $KMnO_4$ -standardoppløsning tilsvarer 0,005 g Fe. Ut fra formel (3.4) kan konsentrasjonen av totalt jerninnhold i filtratet bestemmes.

$$\frac{0,005 \text{ g} \frac{Fe_{tot}}{\text{ml } KMnO_4} * 1000 \frac{\text{ml}}{\text{l}} * \text{ml } KMnO_4 \text{ titrert}}{\text{ml uttak}} = \frac{\text{g}}{\text{l}} Fe_{tot} \quad (3.4)$$

Treverdig jern (Fe^{3+}) bestemmes som differansen mellom Fe_{tot} og Fe^{2+} , vist som formel (3.5).

$$Fe_{tot}\left(\frac{g}{l}\right) - Fe^{2+}\left(\frac{g}{l}\right) = Fe^{3+}\left(\frac{g}{l}\right) \quad (3.5)$$

3.4.6.3 Analyse av syrestyrken i filtratet

Syrestyrken i filtratet fra de ulike jarosittløsningene og dorr 15 ble bestemt i form av svovelsyrekonsentrasjon. Denne bestemmes ved titrering ved bruk av natriumkarbonat. 5 ml prøve pipetteres ut og overføres til et 150 ml begerglass hvor det tilsettes destillert vann til merket ved 100 ml. Deretter tilsettes 1 skje kaliumjodid og etter 10 minutter avfarges løsningen med dråpevis tilsetning av natriumtiosulfat-oppløsning under omrøring. Løsningen titreres med natriumkarbonat-oppløsning ved bruk av Eco Titrator. Syrestyrken beregnes deretter ved bruk av formel (3.6) hvor 1 ml Na_2CO_3 -oppløsning tilsvarer 0,05 g H_2SO_4 .

$$\frac{0,05 \frac{g H_2SO_4}{ml Na_2CO_3} * 1000 \frac{ml}{l} * ml Na_2CO_3 \text{ titrert}}{ml \text{ uttak}} = \frac{g}{l} H_2SO_4 \quad (3.6)$$

3.4.7 Analyse av filterkake

Jarosittfelling utført på laboratoriet ble filtrert og filtekaken ble tørket og knust i en morter slik at faststoffet kunne analyseres. Det ble veid inn ett gram fast stoff, som deretter ble knust til finere partikler i en automatmølle og tilsatt sukker som bindemiddel. Deretter ble prøven presset til en tablett ved bruk av brikettepresse. Tabletten ble plassert i en prøvekop, som ble satt inn i XRF-instrumentet og analysert.

4. Resultater

4.1 Case-studie

I case-studien ble det hentet ut data fra anlegget, for å undersøke hvilke parametere som påvirker sedimenteringen i størst grad. Dataene ble sortert i en god periode og en dårlig periode, og finnes i Tabell C.1 og Tabell C.2 i Vedlegg C.

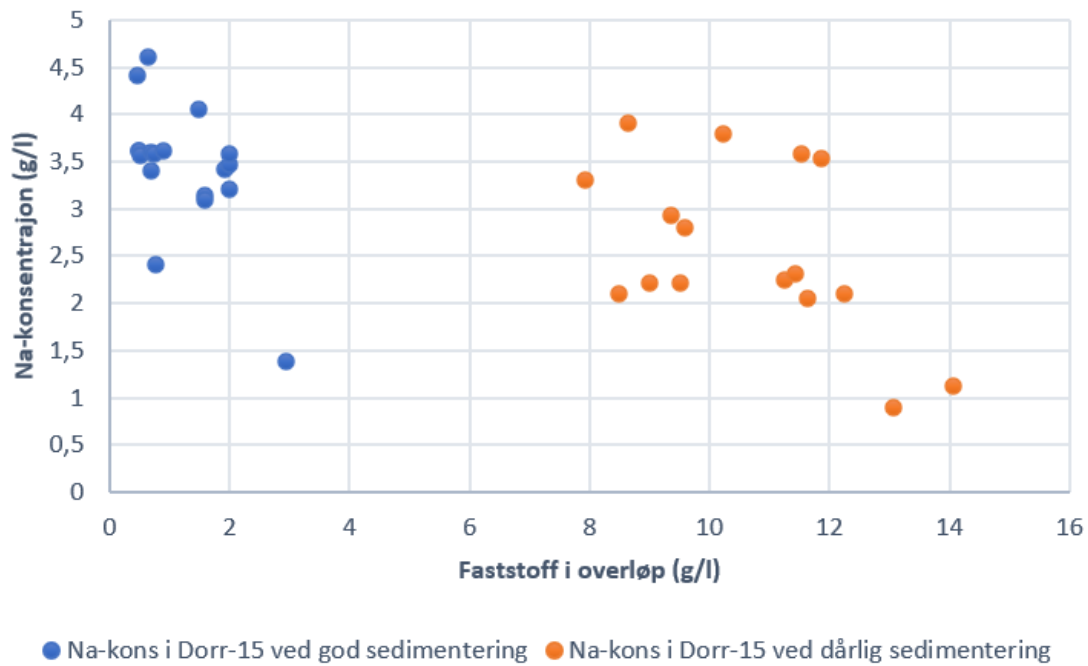
En god periode ble definert til å være en periode hvor klaringen var god, altså en klar væskefase var oppnådd. En dårlig periode ble definert til å være en periode hvor det ikke var klaring, som tyder på en dårlig separasjon. I periode med god klaring vil det være lite fast stoff i overløpet. Parameterne som ble undersøkt er presentert på y-aksen i Figur 8, Figur 9 og Figur 10. Fast stoff i overløp presenterer x-aksen i de nevnte figurene.

Det var to faktorer som gav en klar forskjell mellom en god og dårlig periode.

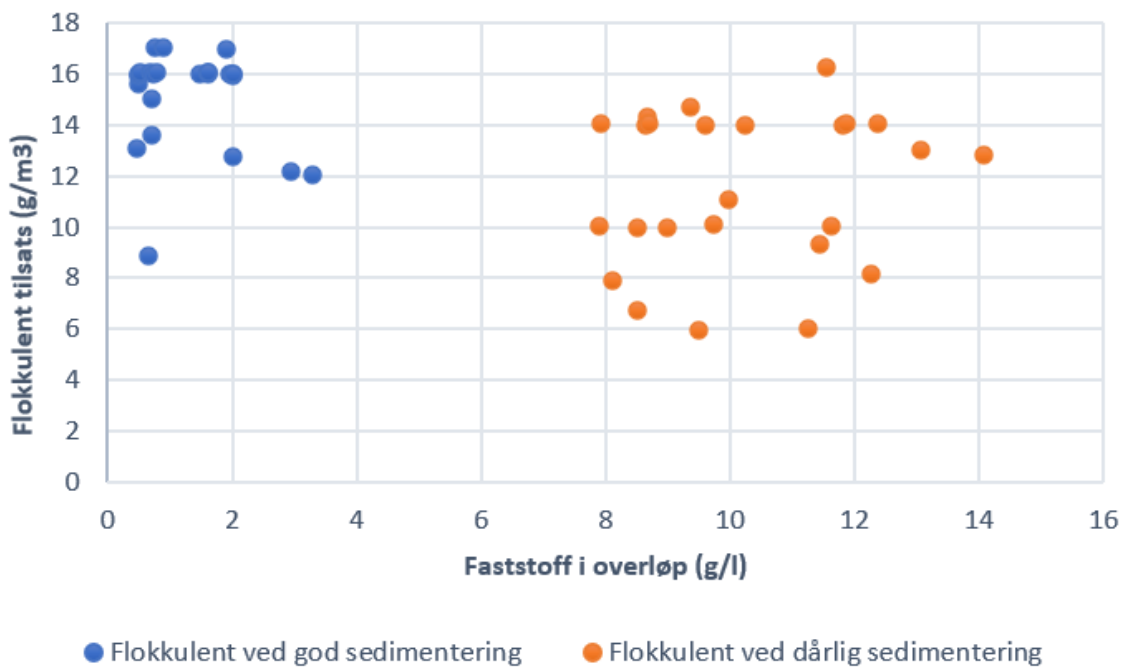
Natriumkonsentrasjon sammenlignes i Figur 8, og tilsetting av flokkulant sammenlignes i Figur 9. I Figur 9 er y-aksen tilsats av flokkulant oppgitt som g/m^3 , som er settpunkt i drift. Videre i oppgaven brukes det volum i ml for flokkuleringsmiddelet. Formel (3.1) (s. 26) ble benyttet for å bestemme dosering i ml som tilsvarer driftsbetingelser.

$$\frac{15 \frac{g}{m^3} * 0,5 l * 1000 \frac{ml}{l}}{1000 \frac{l}{m^3} * 1 \frac{g}{l}} = 7,5 ml$$

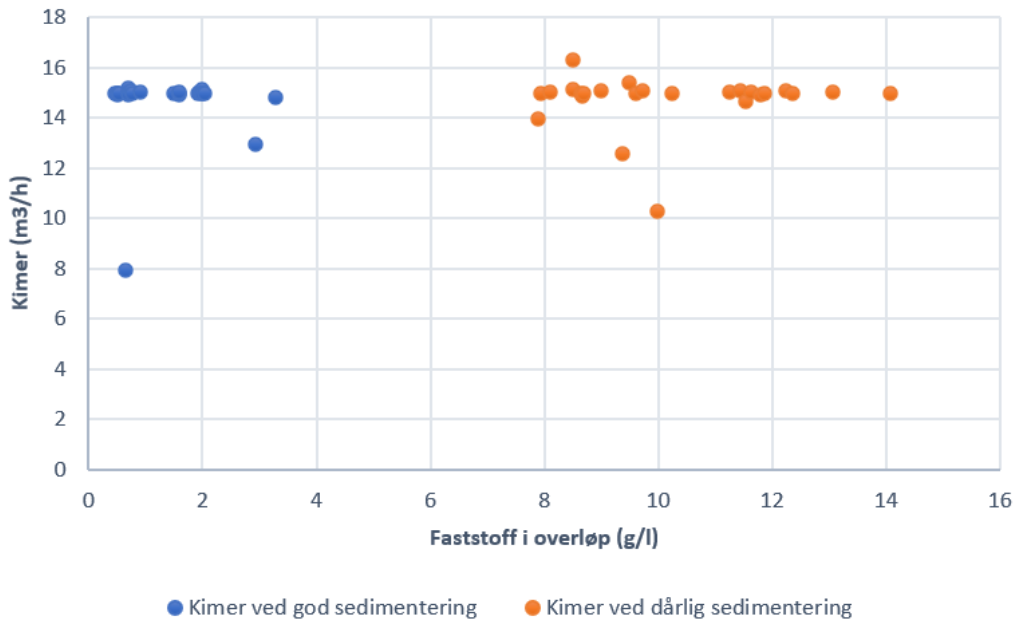
Figur 10 viser sammenheng med kimekonsentrasjon og fast stoff i overløpet. Det ble også undersøkt hvordan temperatur og strømningshastighet påvirket sedimenteringen, men gav tilsvarende resultat som Figur 10. Data benyttet i Figur 8, Figur 9 og Figur 10 er hentet fra Vedlegg C.



Figur 8 - Na-konsentrasjon i Dorr-15 i perioder med god og dårlig sedimentering.



Figur 9 - Tilsats av flokkulant i perioder med god og dårlig sedimentering.



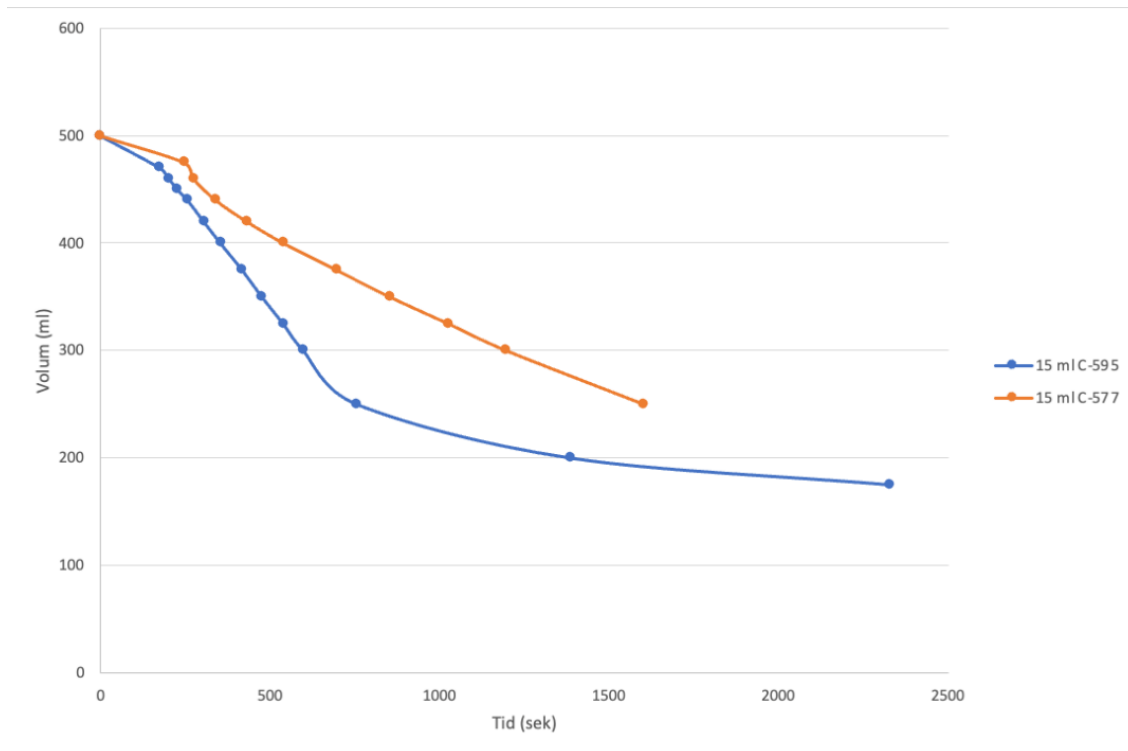
Figur 10 - Tilsats av kimer i perioder med god og dårlig sedimentering.

4.2 Sedimenteringsforsøk

4.2.1 Sedimenteringsforsøk med jarosittløsning fra anlegget

Det ble utført ulike forsøk hvor det ble hentet ut jarosittløsning fra anlegget. Denne løsningen ble hentet fra toppen av den ene jarositttanken og var allerede tilsatt kimer og nøytralslam som nøytraliseringsmiddel. Det ble først utført sedimenteringsforsøk med 15 ml C-595 og 15 ml C-577 koagulanter, samt 15 ml N-100 og 15 ml N-300 flokkulanter.

Resultater fra sedimenteringsforsøkene med koagulantene er vist i Figur 11. Data benyttet i Figur 11 er hentet fra Tabell D.17 og Tabell D.18 i Vedlegg D. Figur 12 viser sylindrene etter sedimentering med de to flokkulantene og de to koagulantene etter å ha stått en dag.



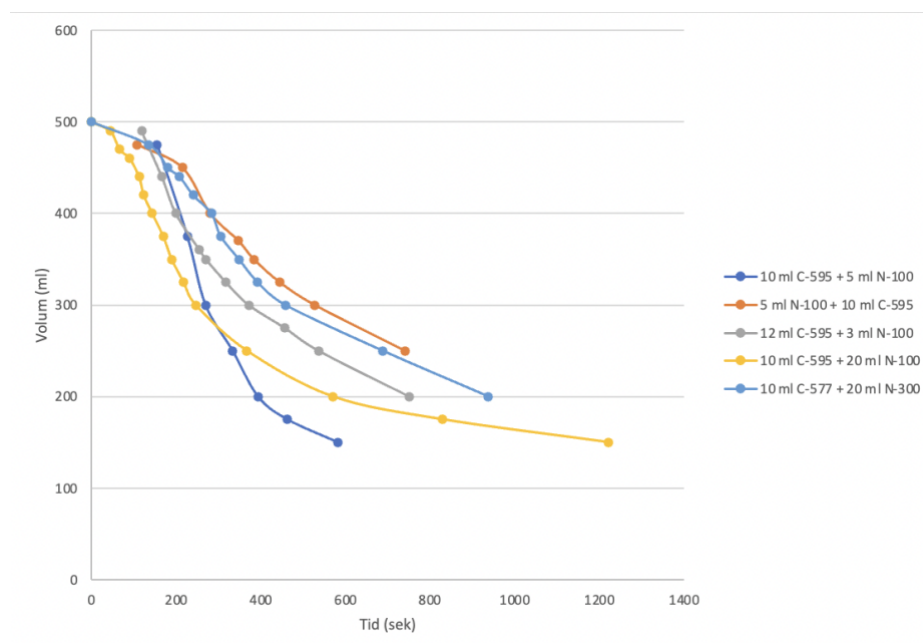
Figur 11 - Sedimenteringsforsøk med koagulant C-595 og C-577 utført på jarosittløsning fra anlegget.



Figur 12 – Etter sedimentering vist i Figur 11 av jarosittløsning fra anlegget. Fra venstre: 15 ml C-595, 15 ml C-577, 15 ml N-100, 15 ml N-300.

Videre ble det utført forsøk hvor det ble tilsatt en blanding av koagulant (C-595 eller C-577) og flokkulant (N-100 eller N-300). Data som er benyttet i Figur 13 finnes i Tabell D.12, Tabell D.13, Tabell D.14, Tabell D.15 og Tabell D.16 i Vedlegg D.

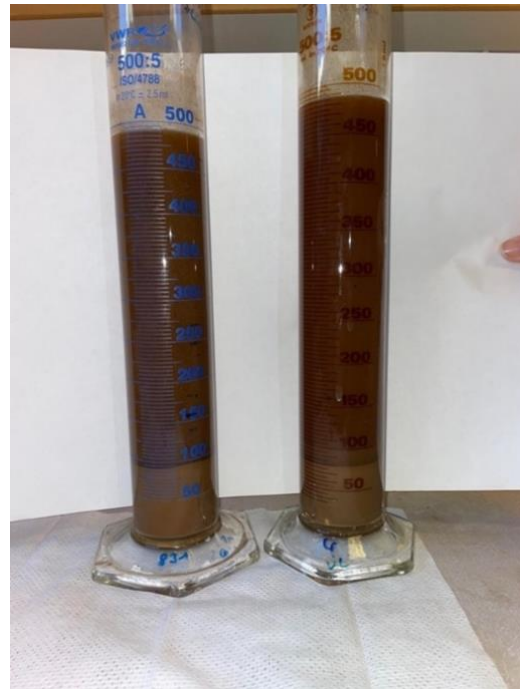
Resultater fra sedimenteringsforsøkene er vist i Figur 13, hvor koagulant/flokkulant nevnt først er tilsatt først. Figur 14 viser sylindrene etter sedimentering på forsøkene hvor det er tilsatt 10 ml C-595 og 5 ml N-100. Til høyre i Figur 14 er det tilsatt flokkulant først, og til venstre er koagulant tilsatt først. Fra Figur 15 med 12 ml C-595 og 3 ml N-100 til venstre og 10 ml C-595 og 20 ml N-100 til høyre kan man se forskjellen når det ble tilsatt mye eller lite flokkulant.



Figur 13 - Sedimenteringsforsøk med ulik blanding flokkulant (N-100 eller N-300) og koagulant (C-577 eller C-595) som vist i figuren.

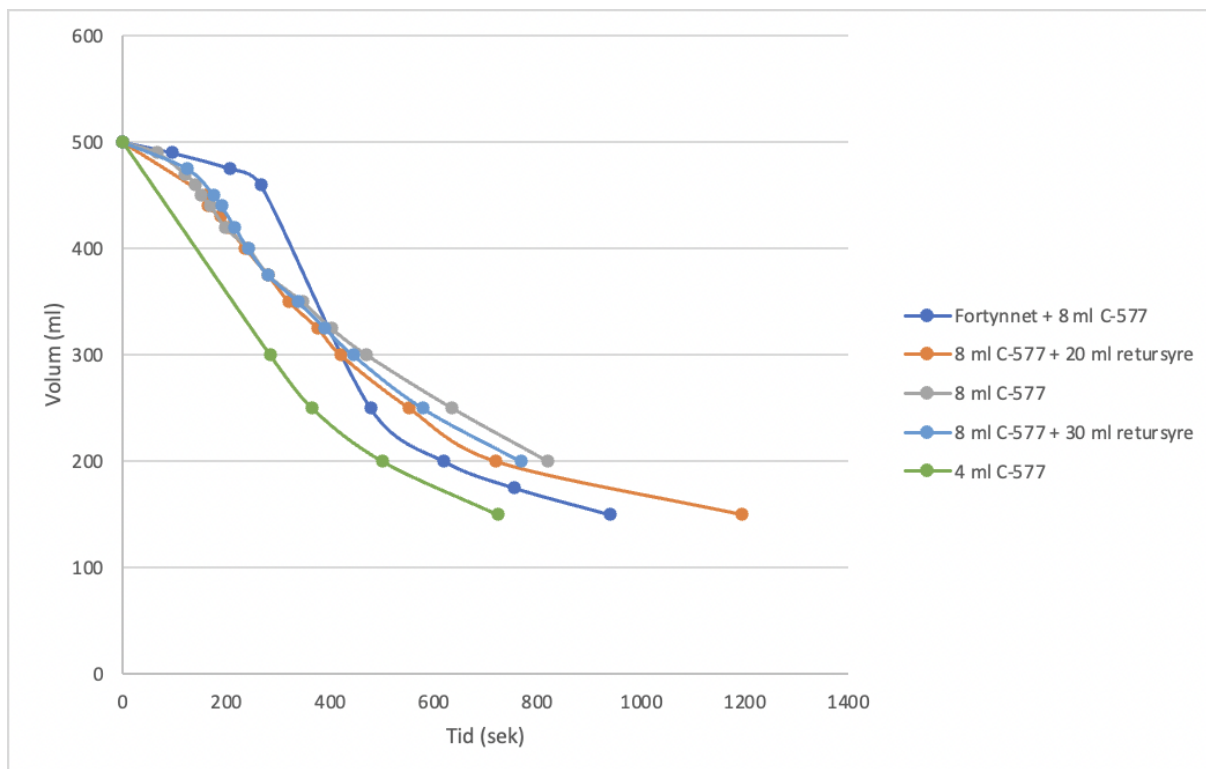


Figur 14 - Etter sedimentering vist i Figur 13 av jarosittløsning fra anlegget med tilsatt 5 ml N-100 flokkulant og 10 ml C-595 koagulant. Til venstre er koagulant tilsatt først og til høyre er flokkulant tilsatt først.



Figur 15 - Etter sedimentering vist i Figur 13 fra jarosittløsning fra anlegget. Til venstre er det tilsatt 12 ml C-595 og 3 ml N-100 og til høyre er det tilsatt 20 ml N-100 og 10 ml C-595.

Det ble også undersøkt hvordan tilsetning av vann eller retursyre til jarosittløsningen fra anlegget påvirket sedimenteringen. Et av forsøkene ble utført med en jarosittløsning fortynnet med 200 ml vann. To av forsøkene ble utført med forskjellig volum retursyre tilsatt til jarosittløsningen. Til sammenligning ble det også utført forsøk med kun koagulant C-577 i forskjellig volum. I Figur 16 er det benyttet data fra Tabell D.7, Tabell D.8, Tabell D.9, Tabell D.10 og Tabell D.11 fra vedlegg D. Resultatene av sedimenteringsforsøkene er vist i Figur 16.



Figur 16 - Sedimenteringsforsøk utført med jarosittløsning fra anlegget med ulike tilsetninger som vist i figuren. Koagulant C-577 er benyttet i samtlige forsøk.

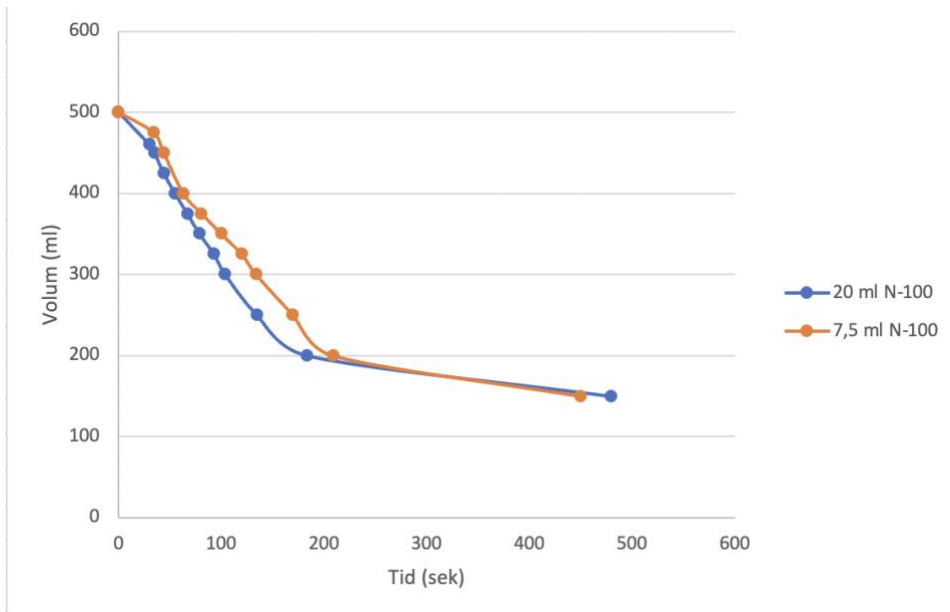
4.2.2 Sedimenteringsforsøk etter jarosittfelling på laboratoriet

Som vist i Tabell 8, delkapittel 3.4.3, ble det utført fire jarosittfelling på laboratoriet.

Følgende parametere kunne kontrolleres; kimekonsentrasjon, oppholdstid, temperatur, pH og volum og type nøytraliseringsmiddel. I etterkant av disse forsøkene ble det utført sedimenteringsforsøk.

Det ble først utført sedimenteringsforsøk med jarositt dannet i forsøk 1 og forsøk 2, se Tabell 8. Sedimenteringsforsøket med nøytralslam som nøytraliseringsmiddel og 60 g/l kimekonsentrasjon (forsøk 2) vises i Figur 17. To ulike volum N-100 flokkulant ble tilsatt. Dataene i Figur 17 er hentet fra Tabell D.5 og Tabell D.6 i Vedlegg D.

Figur 18 viser sylindrene etter sedimenteringen fra Figur 17. Forskjellen på sylindrene er volum av flokkulant N-100 tilsatt. Figur 19 viser forskjellen etter sedimentering med en kimekonsentrasjon på 60 g/l med nøytralslam (forsøk 2) og 15 g/l kimer med nøytralslam (forsøk 1). Volum flokkulant N-100 er 7,5 ml i begge sylindrene i Figur 19.



Figur 17 - Sedimenteringsforsøk med nøytralslam som nøytraliseringsmiddel og en kimekonsentrasjon på 60 g/l, hvor volum N-100 flokkulant varieres som vist i figuren.

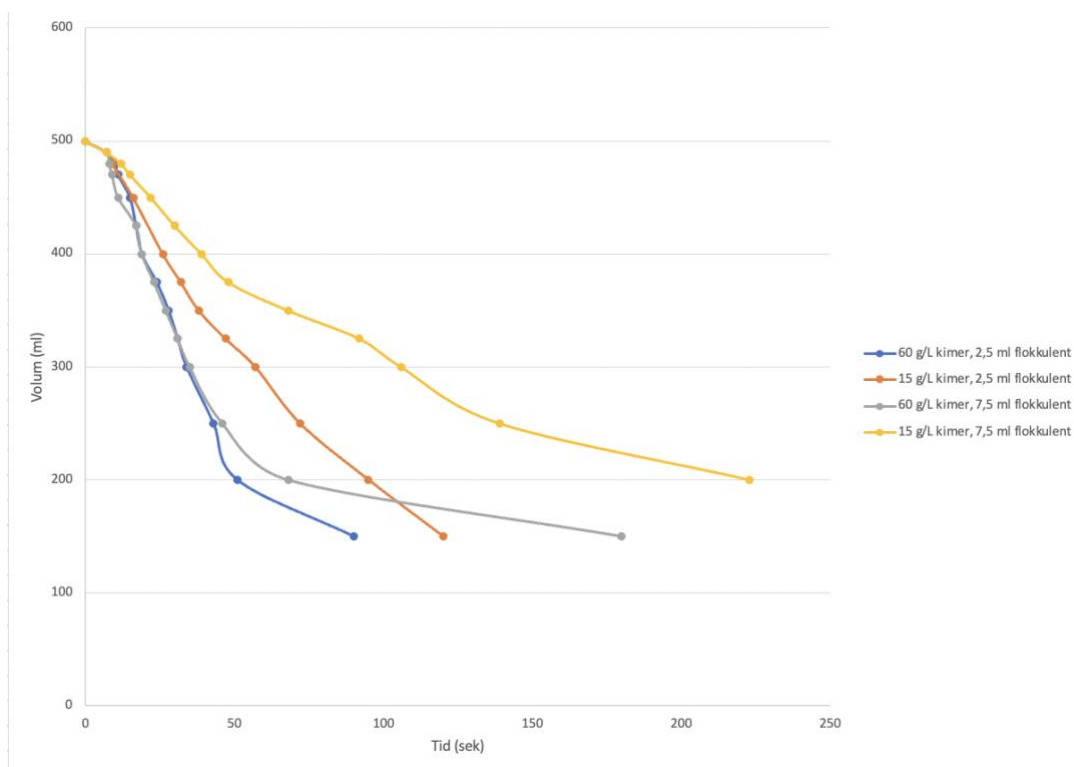


Figur 18 - Etter sedimentering vist i Figur 17 med en kimekonsentrasjon på 60 g/l med nøytralslam som nøytraliseringsmiddel. Til venstre er det tilsatt 7,5 ml N-100 og til høyre er det tilsatt 20 ml N-100.

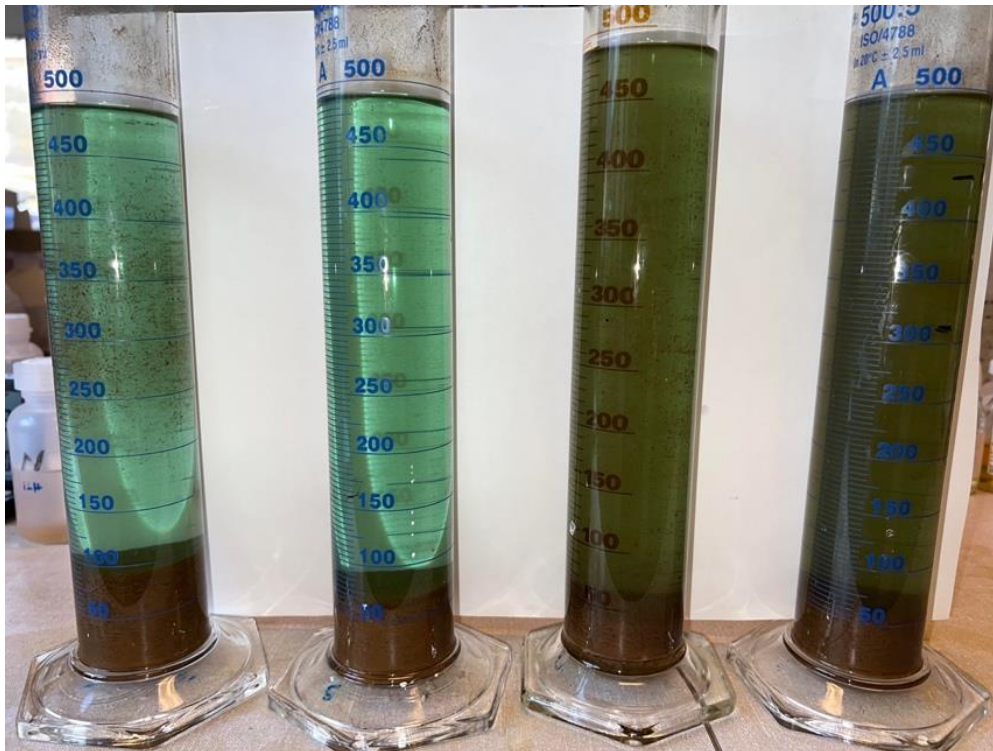


Figur 19 - Etter sedimentering med nøytralslam som nøytraliseringsmiddel og 20 ml N-100 tilsatt. Til venstre er det en kimekonsentrasjon på 60 g/l vist i Figur 17 og til høyre er kimekonsentrasjonen 15 g/l.

Totalt ble det utført fire jarosittfellingene på laboratoriet, hvor det i to av dem ble benyttet kalsine som nøytraliseringsmiddel. Jarosittfelling med kalsine er presentert som forsøk 3 og 4 i Tabell 8. Det ble videre utført to sedimenteringsforsøk for hver av fellingene med kalsine, altså totalt fire sedimenteringsforsøk. I den ene jarosittfellingen med kalsine ble det tilsatt 15 g/l kimer, og i den andre ble det tilsatt 60 g/l kimer. Figur 20 viser resultatene av sedimentering med jarosittfelling med kalsine utført på laboratoriet. Data fra Figur 20 er hentet fra Tabell D.1, Tabell D.2, Tabell D.3 og Tabell D.4 fra vedlegg D. Figur 21 viser forsøkene etter sedimentering for alle 4 jarosittfellingene fra Figur 20.

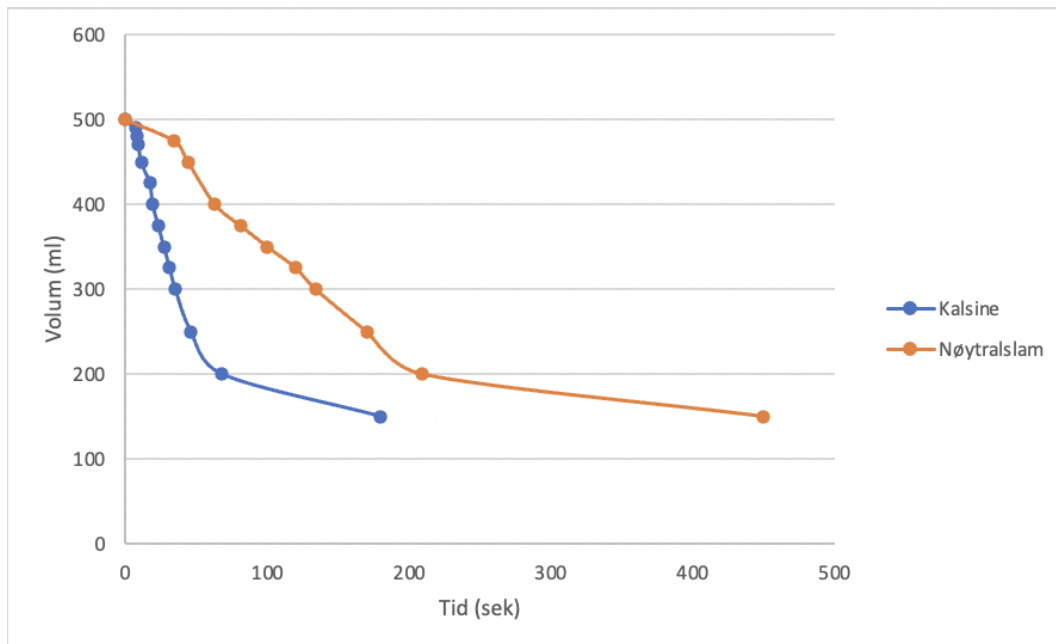


Figur 20 – Sedimenteringsforsøk med kalsine som nøytraliseringsmiddel, hvor kimekonsentrasjon og volum flokkulant N-100 varieres som vist på figuren.



Figur 21 – Etter sedimentering vist i Figur 20 med kalsine som nøytraliseringsmiddel. Fra venstre: 60 g/l kimer og 7,5 ml N-100, 60 g/l kimer og 2,5 ml N-100, 15 g/l kimer og 7,5 ml N-100, 15 g/l kimer og 2,5 ml N-100.

For å undersøke forskjellene mellom kalsine og nøytralslam ble Tabell D.2 og Tabell D.6 fra vedlegg D benyttet. Forsøkene er sammenlignet i Figur 22. Kimekonsentrasjon og volum N-100 flokkulant tilsatt er like for begge forsøkene i Figur 22. Figur 23 viser de samme forsøkene som i Figur 22 etter sedimenteringen.

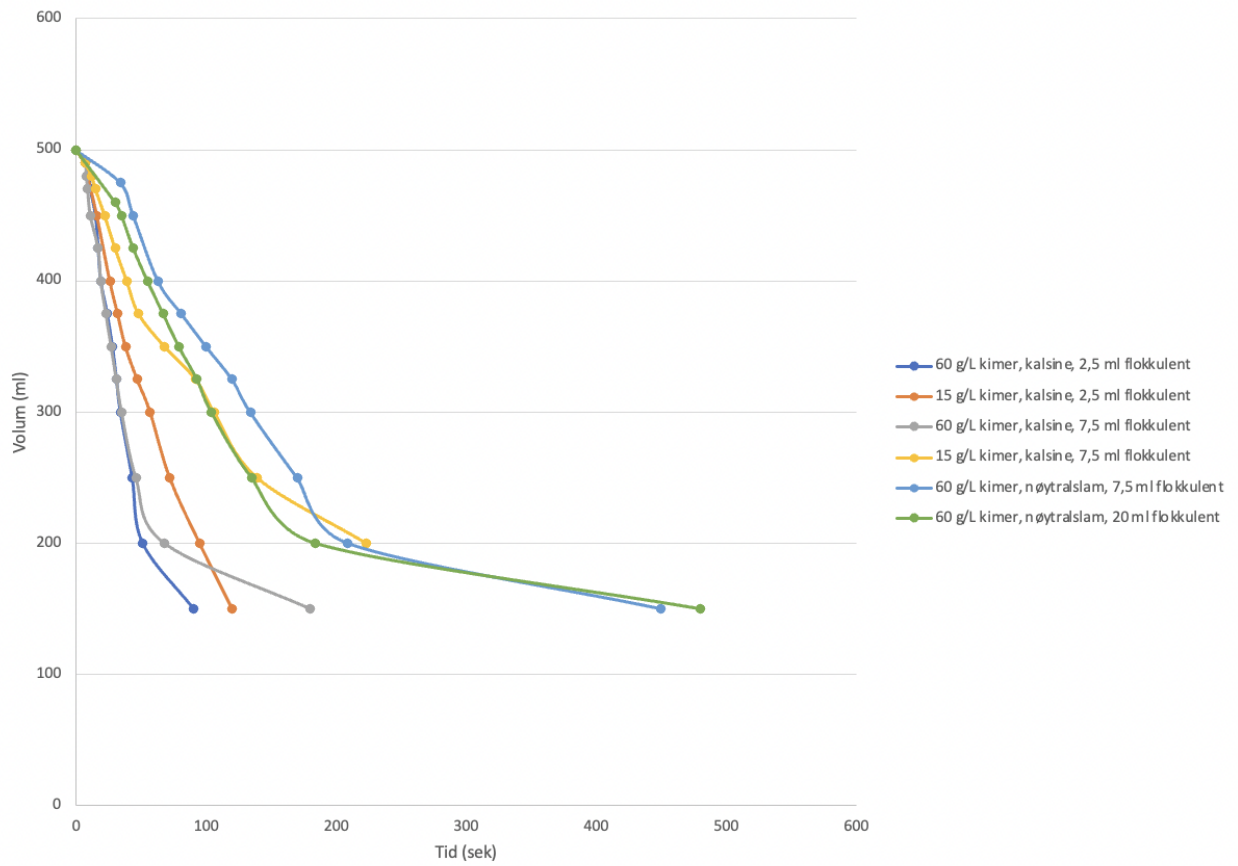


Figur 22 - Sedimenteringsforsøk av jarosittløsning produsert på laboratoriet med en kimekonsentrasjon på 60 g/l og 7,5 ml N-100 flokkulant tilsatt, med ulikt nøytraliseringsmiddel (kalsine og nøytralslam) som vist i figuren.



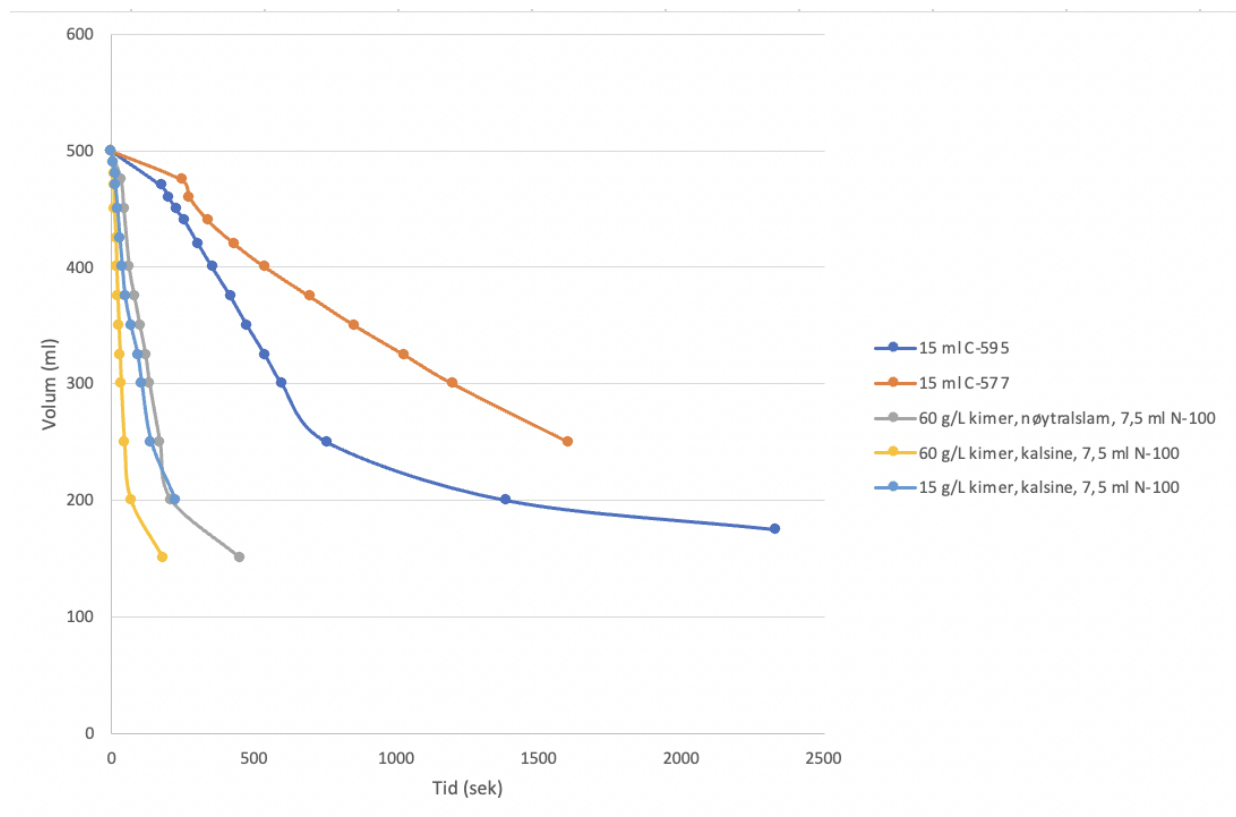
Figur 23 – Etter sedimentering vist i Figur 22 med jarosittløsning produsert på laboratoriet med 60 g/l kimer og 7,5 ml N-100. Til venstre er det tilsatt kalsine som nøytraliseringsmiddel og til høyre er det tilsatt nøytralslam som nøytraliseringsmiddel.

Sammenligning av alle sedimenteringsforsøkene med jarosittfellingen utført på laboratoriet presenteres i Figur 24. Dataene i Figur 24 er hentet fra Tabell D.1, Tabell D.2, Tabell D.3, Tabell D.4, Tabell D.5 og Tabell D.6 i Vedlegg D. Det er benyttet to ulike volum av flokkulant N-100.



Figur 24 - Sammenligning av sedimenteringsforsøkene med jarosittfelling utført på laboratoriet. Flokkulant N-100 er benyttet i samtlige forsøk.

For å kunne sammenligne sedimenteringen mellom jarosittfelling fra anlegget og laboratoriet, ble noen forsøk fra ulike forsøksserier samlet i Figur 25. Dataene benyttet i Figur 25 ble hentet fra Tabell D.17, Tabell D.18, Tabell D.6, Tabell D.3 og Tabell D.4 i vedlegg D. I Figur 25 er de to forsøkene med koagulant (C-595 og C-577) utført med jarosittfelling fra anlegget, mens de resterende forsøkene er utført med jarosittfelling utført på laboratoriet.



Figur 25 - Sammenligning av sedimenteringsforsøk hvor forsøkene med koagulantene C-595 og C-577 er utført med jarosittløsning fra anlegget og samtlige resterende forsøk er utført jarosittfelling utført på laboratoriet, og flokkulant N-100.

4.2.3 Sedimenteringshastighet

Sedimenteringshastigheten ble bestemt ved bruk av formel (3.2) (s.31) og data fra Vedlegg D. Eksempel på omregning av sedimenteringshastighet med en kimekonsentrasjon på 60 g/l, kalsine som nøytraliseringsmiddel og 2,5 ml N-100 flokkulant, ved bruk av Tabell D.1 i Vedlegg D:

$$\frac{(14,7 - 0,49) \text{ cm}}{(51 - 7) \text{ sek}} * \frac{1 \text{ m}}{100 \text{ cm}} * 3600 \frac{\text{sek}}{\text{time}} = 11,63 \frac{\text{m}}{\text{time}}$$

Sedimenteringshastigheten til alle forsøkene ble funnet med tilsvarende beregning.

Forsøkene med jarosittfelling utført på laboratoriet er presentert i Tabell 13.

Flokkuleringsmiddelet som er benyttet i forsøkene er N-100.

Tabell 13 - Sedimenteringshastigheten for de ulike sedimenteringsforsøkene på jarosittfelling utført på laboratoriet.

Kimekonsentrasjon (g/l)	Nøytraliseringsmiddel	Volum flokkulant (ml)	Sedimenteringshastighet (m/time)
60	Kalsine	2,5	11,63
15	Kalsine	2,5	5,31
60	Kalsine	7,5	8,90
15	Kalsine	7,5	3,20
60	Nøytralslam	7,5	2,92
60	Nøytralslam	20	3,53

Tabell 14 viser sedimenteringshastigheten for forsøkene hvor det ble utført ulike tiltak for å bedre sedimenteringen. Nøytralslam og kimekonsentrasjon tilsvarte driftsbetingelser.

Tabell 14 - Sedimenteringshastighet for forsøkene hvor det er benyttet jarosittløsning fra anlegget.

Volum C-577 (ml)	Tiltak	Sedimenteringshastighet (m/time)
8	Fortynnet med 200 ml	1,17
8	20 ml retursyre	7,88
8	Ingen	6,78
8	30 ml retursyre	7,53
4	Ingen	6,03

Tabell 15 viser sedimenteringshastigheten for forsøkene hvor det ble tilsatt en blanding av koagulanter og flokkulanter. Jarosittfelling benyttet i forsøkene er hentet fra anlegget.

Tabell 15 - Sedimenteringshastighet hvor det ble blandet flokkulant og koagulant, med jarosittløsning fra anlegget.

Koagulant og volum	Flokkulant og volum	Sedimenteringshastighet (m/time)
15 ml C-595		6,68
15 ml C-577		2,93
10 ml C-595 (tilsatt først)	5 ml N-100 (tilsatt ant)	13,47
10 ml C-595 (tilsatt ant)	5 ml N-100 (tilsatt først)	6,66
12 ml C-595	3 ml N-100	8,09
10 ml C-595	20 ml N-100	13,91
10 ml C-577	20 ml N-300	6,04

4.3 Analyse av filtrat

I Tabell 16 er følgende prøver:

- Prøve 1 – Dorr 15 22/3
- Prøve 2 – Jarositt med 15 g/l kimer og nøytralslam som nøytraliseringsmiddel
- Prøve 3 – Jarositt med 60 g/l kimer og nøytralslam som nøytraliseringsmiddel
- Prøve 4 – Dorr 15 24/3
- Prøve 5 – Jarositt med 15 g/l kimer og kalsine som nøytraliseringsmiddel
- Prøve 6 – Jarositt med 60 g/l kimer og kalsine som nøytraliseringsmiddel

Toverdige jern i filtratet bestemmes med data fra Tabell E.1 i Vedlegg E og formel (3.3) (s.32).

Totaljern i filtratet bestemmes med data fra Tabell E.2 i Vedlegg E og formel (3.4) (s.32).

Eksempel på utregning av Fe^{2+} i prøve 1:

$$\frac{0,005 \text{ g} \frac{Fe^{2+}}{\text{ml } KMnO_4} * 1000 \frac{\text{ml}}{\text{l}} * 10,9 \text{ ml } KMnO_4}{5 \text{ ml uttak}} = 10,9 \frac{\text{g}}{\text{l}} Fe^{2+}$$

Eksempel på utregning av Fe_{tot} i prøve 1:

$$\frac{0,005 \text{ g} \frac{Fe_{tot}}{\text{ml } KMnO_4} * 1000 \frac{\text{ml}}{\text{l}} * 14,4 \text{ ml } KMnO_4}{5 \text{ ml uttak}} = 14,4 \frac{\text{g}}{\text{l}} Fe_{tot}$$

Tilsvarende ble Fe^{2+} og Fe_{tot} også beregnet for prøvene 2-6 og er presentert i Tabell 16.

For å bestemme Fe^{3+} i prøven ble formel (3.5) (s.33) og resultatene fra Fe_{tot} og Fe^{2+} benyttet. Resultatene finnes i Tabell 16. Eksempel på utregning av Fe^{3+} i prøve 1:

$$14,4 \frac{\text{g}}{\text{l}} - 10,9 \frac{\text{g}}{\text{l}} = 3,5 \frac{\text{g}}{\text{l}}$$

Syrestyrke bestemmes for prøve 4-6 med data fra Tabell F.1 i Vedlegg F og formel (3.6) (s.33). Resultatet er presentert i Tabell 16.

Eksempel på utregning av syrestyrke i prøve 4:

$$\frac{0,05 \frac{\text{g H}_2\text{SO}_4}{\text{ml Na}_2\text{CO}_3} * 1000 \frac{\text{ml}}{\text{l}} * 0,365 \text{ ml Na}_2\text{CO}_3 \text{ titrert}}{5 \text{ ml uttak}} = 36,5 \frac{\text{g}}{\text{l}} \text{H}_2\text{SO}_4$$

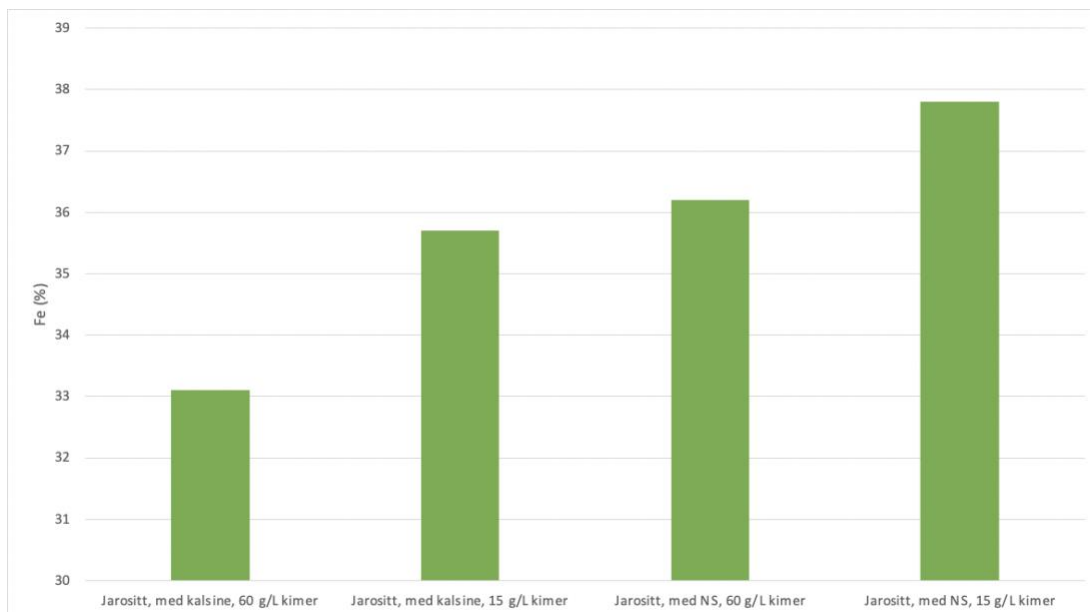
Tabell 16 - Analyseresultater av filtratet til prøvene 1-6.

Prøve	Prøve 1	Prøve 2	Prøve 3	Prøve 4	Prøve 5	Prøve 6
Fe^{2+} (g/l)	10,9	9,0	8,9	10,4	11,3	11,4
Fe_{tot} (g/l)	14,4	10,6	9,3	12,8	12,0	11,7
Fe^{3+} (g/l)	3,5	1,6	0,4	2,4	0,7	0,3
H_2SO_4 (g/l)				36,5	9,2	9,5

4.4 Analyse av sedimentet

De 4 jarosittfellingene utført på laboratoriet ble filtrert og filterkakene analysert. Tabell G.1 i Vedlegg G viser vektprosenten til grunnstoffene i filterkaken til jarosittfellingene.

Figur 26 viser resultatene av analyser av jern i sedimentet. Dataene er hentet fra Tabell G.1 i Vedlegg G.



Figur 26 - Jern (Fe) i filterkakene til jarosittfellingen utført på laboratoriet.

5. Diskusjon

Denne bacheloroppgaven går ut på å optimalisere sedimenteringen på jarosittfellingsanlegget, da man ikke har hele bildet på hva som gir en god eller dårlig sedimentering. Det ble derfor utført sedimenteringsforsøk hvor en klar separasjon av væskefasen og sedimentet ble definert som en god sedimentering. Det ble gjort flere ulike eksperimenter hvor målet var å oppnå en best mulig separasjon av fasene.

5.1 Diskusjon av resultat fra case-studiet

Det ble utført en case-studie hvor parametere som pH, temperatur, kimekonsentrasjon, volum flokkuleringsmiddel og natriumkonsentrasjon fra anlegget de to siste årene ble vurdert opp mot analyseresultater fra perioder med god og dårlig sedimentering. Parameterne ble også sammenlignet med teoretiske verdier for optimal drift fra tidligere forsøk rundt dette temaet (3). Figurene som omtales i dette delkapittelet er presentert i delkapittel 4.1.

Få parametere hadde en direkte sammenheng med sedimenteringen. Figur 8 viser natriumkonsentrasjon i dorr 15 i perioder med god og dårlig sedimentering. Resultatene vist i Figur 8 kan tyde på at høye natriumkonsentrasjoner i anlegget gir en noe bedre sedimentering enn ved lave natriumkonsentrasjoner. Dette er i overensstemmelse med tidligere undersøkelser (23). Optimal natriumkonsentrasjon ligger i området 2-4 g/l (22), og hos Boliden Odda er dette oppnådd.

Figur 9 viser tilsats av flokkulant i perioder med god og dårlig sedimentering. Det tyder på at mer tilsatt flokkuleringsmiddel fører til en bedret sedimentering, som vist i Figur 9. I Figur 9 er y-aksen flokkulant som føres inn i fortykkeren oppgitt som g/m^3 , som er settpunkt i drift. Videre i oppgaven brukes det volum i ml for flokkuleringsmiddelet. Da flokkuleringsmidlene som benyttes i prosjektet har en konsentrasjon på 1 g/l vil en tilsetning på 7,5 ml tilsvare driftsbetingelser på 15 g/m^3 .

Det ble også undersøkt om temperatur, kimer og strømningshastighet hadde en sammenheng med sedimenteringen. Figur 10 viser kimekonsentrasjonen mot fast stoff i overløp, og det er tydelig at kimekonsentrasjonen er lik i begge tilfellene. Det ble heller ikke observert at temperatur og strømningshastighet hadde en innvirkning på fast stoff i overløp.

Ifølge Ciriello og Synnott skal temperatur og kimer ha en påvirkning på sedimenteringen (3), men det ble i dette case-studiet ikke funnet noe som tydet klart på en slik sammenheng. Fra Figur 10 kan man se at kimekonsentrasjonen ved Boliden Odda er lik i den gode og dårlige perioden. Det er i dette tilfelle ikke kimekonsentrasjonen som påvirker sedimenteringen.

Dersom kimekonsentrasjonen ble variert i anlegget kunne det vært mulig å undersøke om det gav en endring på fast stoff i overløp. Da tidligere forsøk (3) viser til en endring i sedimentering med økt kimekonsentrasjon kunne det vært interessant å øke kimekonsentrasjonen i anlegget på Boliden Odda.

En forklaring kan være at det er andre faktorer som fører til mye fast stoff i overløp i den dårlige perioden, da kimekonsentrasjon og temperatur var konstant i begge periodene. Figur 8 og Figur 9 viser at natriumkonsentrasjon og tilsats av flokkuleringsmiddel ikke var optimal i den dårlige perioden. Det er da høyst sannsynlig dette som forårsaket dårlig sedimentering i den gitte perioden.

5.2 Diskusjon av resultat fra sedimenteringsforsøk med løsnings fra jarosittanlegget

5.2.1 Sedimenteringsforsøk fra første uken

De første forsøkene som ble utført var sedimenteringsforsøk med løsnings hentet i jarosittanlegget. Løsningen ble hentet ut fra toppen av den 6. reaksjonstanken, som er siste tank før løsningen går til fortykkerne. Hensikten med å utføre sedimenteringsforsøk med denne løsningen var å utføre forsøk med tilsvarende betingelser som benyttes i anlegget. Målet med forsøket var å bestemme hvilken koagulant/flokkulant som ville fungere best i anlegget uten å gjøre endringer på selve jarosittfellingen. Figurene som omtales i dette delkapittelet er presentert i delkapittel 4.2.1.

Det ble eksperimentert med ulike typer flokkulant og koagulant, hvor det ble forsøkt å holde konsentrasjoner som tilsvarer driftsbetingelser. Det var ikke mulig å observere sedimenteringslinjen, som er skillet mellom væskefasen og sedimentet, under forsøket hvor det ble tilsatt 15 ml N-100 flokkulant. Da dette er det dobbelte av volumet og samme flokkulant som benyttes i drift, er dette et oppsiktsvekkende resultat. Det er uvisst om å øke mengden flokkulant vil forbedre prosessen. Kemira (27) samt utført case-studie viser at økte mengder flokkuleringsmiddel vil føre til en mer gunstig sedimentering, men det vil fortsatt ikke oppstå en klar væskefase. Dette tyder på at det er andre prosessparametere som burde endres. En av parameterne som anses viktig å undersøke er nøytraliseringsmiddelet som benyttes under prosessen.

Det ble også gjort tilsvarende forsøk med N-300 flokkulant, men sedimenteringslinjen var heller ikke mulig å observere i dette forsøket. Etter en stund var det mulig å observere fast stoff i bunnen av målesylindrene som vises i Figur 12. Dette gir indikasjon på at fasene separeres, men sedimenteringsegenskapene ser ut til å være svært dårlige.

Videre ble det utført tilsvarende sedimenteringsforsøk med jarosittløsning fra anlegget, men ved tilsats av koagulant C-577 og C-595. Ved tilsats av koagulant var det mulig å observere sedimenteringslinjen i sedimenteringsforsøkene. Figur 11 viser at forsøket ved bruk av koagulant C-595 gav det beste resultatet. Dette er også bekreftet fra sedimenteringshastighetene presentert i Tabell 15, hvor tilsats av C-595 gav en sedimenteringshastighet på 6,68 m/time. C-577 gav en sedimenteringshastighet på 2,93

m/time, som tyder på at C-595 er det foretrukne koaguleringsmiddelet. Figur 12 viser at væskefasen ble klarere ved bruk av koagulant, enn ved bruk av flokkulant i de tidligere forsøkene. Det ble også observert mer sedimentert fast stoff i sylindrene ved bruk av koagulant, som vist i Figur 12.

5.2.2 Sedimenteringsforsøk med blanding av koagulant og flokkulant

Det ble også utført sedimenteringsforsøk med samme løsning som i delkapittel 5.2.1, men med en blanding av koagulant og flokkulant. Hensikten var å undersøke om dette gav bedre resultater med hensyn på sedimenteringen. Figurene som omtales i dette delkapittelet er presentert i delkapittel 4.2.1.

I Figur 13 kan man tydelig se at rekkefølgen på hva man tilsetter først og sist vil påvirke en sedimentering, som forventet. Figur 2 i delkapittel 2.2 viser en koagulerings- og flokkuleringsprosess som kan forklare resultatene i forsøksserien. Kemira viser også i sine forsøk at rekkefølgen på koagulant og flokkulant vil ha innvirkning på en sedimentering (27). Forsøket med 10 ml C-595 og 5 ml N-100, hvor koagulant ble tilsatt først, gav klart det beste resultatet i denne forsøksserien, som vist i Figur 13. Tabell 15 viser at dette forsøket gav en sedimenteringshastighet på 13,47 m/time.

I motsetning gav testen med 10 ml C-595 og 5 ml N-100, hvor flokkulant ble tilsatt først det dårligste resultatet, med en sedimenteringshastighet på 6,66 m/time. Figur 14 viser dog at selv om sedimenteringen er hurtigere, vil man ikke få noen klarere væskefase. Figur 13 viser også at selv om man øker volumet av flokkulant, vil ikke dette gi et bedre resultat. Dette resultatet var uventet, da teori (27) og utført case-studie viser det motsatte.

Fra Tabell 15 er det tydelig at alle testene som ble utført med blanding av koagulant og flokkulant gav en høyere sedimenteringshastighet enn forsøket med koagulant C-577. Selv om sedimenteringshastighet var god i flere av forsøkene, gav ingen et ønsket resultat, altså en klar separasjon.

5.2.3 Sedimenteringsforsøk med ulike tilsetninger for å bedre sedimenteringen

For å bedre sedimenteringen ble det utført noen eksperimenter som kunne gi en effekt på sedimenteringen. Det ble forsøkt å tilsette retursyre, da hensikten med retursyre er å øke syrestyrken da sedimenteringen teoretisk sett vil forbedres med en lavere pH (4). Løsningen ble fortynnet som et forsøk på å lettere kunne observere sedimenteringslinjen under sedimenteringsprosessen. Figurene som omtales i dette delkapittelet er presentert i delkapittel 4.2.1.

Resultatet av sedimenteringsforsøkene med de ulike tilsetningene er vist i Figur 16. Tabell 14 viser at forsøket med 8 ml C-577 og 20 ml retursyre hadde en sedimenteringshastighet på 7,88 m/time, som var det beste resultatet i forsøksserien. Resultatene vist i Figur 16 tyder ikke på noen vesentlig forskjell i sedimenteringshastigheten i de ulike forsøkene. En begrunnelse på dette kan være at det vil være gunstigere å kontrollere pH under reaksjonstiden til en jarosittfelling, og ikke rett før sedimenteringsforsøket skal utføres. Det ble derfor bestemt å utføre de resterende forsøkene uten andre tilsetninger, som retursyre og vann.

5.3 Diskusjon av resultater på sedimenteringsforsøk med jarosittfelling utført på laboratoriet

Forsøkene utført på jarosittløsning fra anlegget gav dårlig sedimentering og uklar væskefase. Dermed ble det bestemt å utføre en jarosittfelling på laboratoriet. Da ville det være mulig å kontrollere pH, temperatur, kimekonsentrasjon og volum og type nøytraliseringsmiddel.

Forsøk utført av JE. Dutrizac viser at høyere kimekonsentrasjon vil gi en bedre felling av jarositt (9). Boliden Odda ligger i området 15 g/l i kimekonsentrasjon, og har dermed et forbedringspotensial som vil kunne øke utbyttet. Derfor ble det laget to løsninger, en med 15 g/l kimer og en med en økning til 60 g/l kimer.

Moosakazemi viser til forsøk utført i 2020 hvor det vil være gunstig holde pH stabil under reaksjonen (22). Boliden Odda har i dag ingen ordning for å holde pH konstant under oppholdstiden. Tidligere ble det benyttet en fordelingstank som kunne fordele nøytralslam

utover i jarosittankene med hensikt å kontrollere pH underveis. Problemer med denne fordelingstanken har gjort at den ikke er i drift per i dag. Figurene som omtales i delkapittel 5.3.2, 5.3.3 og 5.3.4 er presentert i delkapittel 4.2.2.

5.3.1 Begrunnelse av valg av flokkulant i de resterende forsøkene

Selv om de første forsøkene gav best resultat ved bruk av koagulant, ble det bestemt å bruke flokkulant N-100 i de neste forsøkene. Grunnen var at N-100 er flokkulant som benyttes i drift. Det var derfor ønskelig å få til en god separasjon ved å benytte N-100.

Det er uvisst hva som forårsaker bedre sedimentering med bruk av koagulant. Koagulanten som er benyttet i forsøkene er kationisk, og jarosittpartiklene er ikke bevist å være ladde partikler. Det er grunn til å tro ut fra reaksjonslikning e (s.13) at dersom jarositt hadde vært ladd, ville partiklene også vært kationiske. Dermed ville teoretisk sett en kationisk koagulant ikke fungert som koaguleringsmiddel for jarosittpartiklene i dette tilfellet (17). Fra samtaler med ingeniører fra Boliden Odda viser det seg at dette er et spørsmål de selv ikke finner ut av og som kunne vært interessant å se videre på. På bakgrunn av dette og det faktum at en koagulant er et dyrere kjemikalie enn en flokkulant ble det bestemt å benytte N-100 flokkulant i de påfølgende forsøksseriene.

5.3.2 Sedimenteringsforsøk utført med nøytralslam som nøytraliseringsmiddel

I de første forsøkene ble nøytralslam benyttet som nøytraliseringsmiddel, da dette blir benyttet i anlegget på Boliden Odda. Figur 17 viser resultatet av sedimenteringsforsøk med nøytralslam og 60 g/l kimer. På figuren kan man se at volum flokkulant tilsatt har svært liten innvirkning på sedimenteringshastigheten, og Figur 18 viser heller ingen klarere væskefase ved bruk av høyere volum flokkulant. Teori (28) og case-studie viser at mengde flokkulant skal ha en påvirkning på sedimenteringen, men dette er ikke tilfelle for dette forsøket. En forklaring kan være at optimalt volum er oppnådd, og det vil da være unødvendig å tilsette mer (27).

Forsøket som ble utført med 15 g/l kimer og nøytralslam som nøytraliseringsmiddel, som tilsvarer driftsbetingelser, gav et oppsiktsvekkende resultat. Sedimenteringen i forsøket var svært dårlig, og det var ikke mulig å observere sedimenteringslinjen under forsøket. Dette

resultatet gir informasjon om at driftsbetingelsene som benyttes i anlegget i dag bør endres for å oppnå en forbedret sedimentering. Etter en periode på ca. 30 minutter ble det observert sedimentert fast stoff i bunnen av sylindere, som vist i Figur 19. Dette tyder på at det vil forekomme en sedimentering, men sedimenteringen er lite effektiv og væskefasen er uklar.

5.3.3 Sedimenteringsforsøk utført med kalsine som nøytraliseringsmiddel

Litteraturstudium på tidligere forsøk knyttet til temaet viser i de fleste tilfeller at kalsine benyttes som nøytraliseringsmiddel i en jarosittfelling (3, 23). Det ble dermed besluttet å utføre et tilsvarende forsøk, hvor det ble utført en jarosittfelling på laboratoriet, men med kalsine som nøytraliseringsmiddel.

Figur 20 viser sedimenteringsforsøkene med kalsine, hvor forsøkene med 60 g/l kimer gav de beste resultatene. Forsøket med 60 g/l kimer, kalsine som nøytraliseringsmiddel og 2,5 ml N-100 tilsatt hadde den beste sedimenteringshastigheten på 11,63 m/time. Man ser også at med økte kimekonsentrasjoner vil variasjon i volum flokkulant påvirke sedimenteringen i mindre grad. Utregning gjort i delkapittel 4.1 viser volum av flokkuleringsmiddel som tilsvarer driftsbetingelser som er 7,5 ml. 2,5 ml flokkulant utgjør her et bedre resultat enn forsøket hvor det er tilsatt 7,5 ml flokkulant. Det gir en indikasjon på at det kan være gunstig å minke volum flokkulant i drift, dersom kimekonsentrasjon og nøytraliseringsmiddel endres.

Figur 20 tyder også på at ved lavere kimekonsentrasjoner har volum flokkulant en høyere påvirkning på sedimenteringen. Forsøkene med kalsine gav et uventet resultat, da Figur 20 viser en bedret sedimentering med lavere volum flokkulant, forutsatt lik kimekonsentrasjon. Et lavere flokkulantvolum gav også en klarere væskefase, som vist i Figur 21.

5.3.4 Sammenligning av sedimenteringsforsøk utført med kalsine og nøytralslam

I Figur 22 ble sedimenteringsforsøkene med kalsine sammenlignet med nøytralslam, hvor kimekonsentrasjon og volum flokkuleringsmiddel var uendret. Som forventet viser Figur 22 at løsningen med kalsine gir det klart beste resultatet, og Figur 23 viser at den også vil gi en mye klarere sedimentering.

Figur 24 viser en sammenligning av alle forsøkene som ble utført med jarosittfelling fra laboratoriet med N-100 som flokkuleringsmiddel. Figuren beskriver sedimenteringshastigheten, men vil ikke gi noe informasjon om hvor klar sedimentering man får. Forsøkene utført med kalsine som nøytraliseringsmiddel og en kimekonsentrasjon på 60 g/l vil gi de beste resultatene, som vist i Figur 24. Det er også tydelig fra Figur 24 at forsøkene utført med nøytralslam som nøytraliseringsmiddel gir de dårligste resultatene. Igjen ser man at volum flokkulant ikke har en nevneverdig effekt på sedimenteringen.

Tabell 13 viser at kalsine vil fungere bedre som nøytraliseringsmiddel, da forsøkene utført med kalsine gir en høyere sedimenteringshastighet. Unntaket er forsøket med 15 g/l kimer, kalsine og 7,5 ml N-100, som gir en lavere sedimenteringshastighet enn forsøket med 60 g/l kimer, nøytralslam og 20 ml N-100. Begrunnelsen for dette kan være at både kimekonsentrasjonen og volum flokkuleringsmiddel er vesentlig høyere i det sistnevnte forsøket. Dutrizac sitt forsøk på hvordan kimekonsentrasjon påvirker jarosittfelling viser at utfelt jern som jarositt øker betraktelig ved en økning i kimekonsentrasjon fra 15 g/l til 60 g/l (9).

Utført case-studie viser at kimekonsentrasjonen var lik i den dårlige og gode perioden. Forsøk utført med en økning i kimekonsentrasjonen gir et betydelig bedre resultat. Det gir grunn til å tro at dersom kimekonsentrasjonen hadde variert i anlegget, ville case-studiene vist til en endring på fast stoff i overløp.

5.4 Sammenligning av sedimenteringsforsøk med jarosittfelling utført på laboratoriet og jarosittfelling fra anlegget

Hensikten med å utføre en jarosittfelling på laboratoriet var i hovedsak å kunne øke kimekonsentrasjonen og endre nøytraliseringsmiddelet. Det er tydelig fra tidligere arbeid at en økning i kimekonsentrasjon vil forbedre en jarosittfelling (3, 9). I forsøket ble kimekonsentrasjonen økt fra 15 g/l, som benyttes i anlegget, til 60 g/l.

Figur 25 fra delkapittel 4.2.2 viser de to beste resultatene for jarosittfelling fra anlegget, og sammenlignes med tre sedimenteringsforsøk med jarosittfelling utført på laboratoriet. De tre forsøkene utført med jarosittfelling fra laboratoriet gav et betydelig bedre resultat enn de to beste forsøkene med jarosittfelling fra anlegget, som vist i Figur 25. Jarosittfelling fra anlegget har en kimekonsentrasjon på 15 g/l og benytter nøytralslam som nøytraliseringsmiddel. I det beste forsøket i Figur 25 er det både benyttet kalsine som nøytraliseringsmiddel og en kimekonsentrasjon på 60 g/l. Forsøket med 15 g/l kimer og kalsine vil gi et bedre resultat enn forsøket med 60 g/l kimer og nøytralslam. Dette tyder på at det vil være gunstig å benytte kalsine, øke kimekonsentrasjonen til 60 g/l eller begge.

5.5 Diskusjon av resultater fra analyse av oppløsningen

Tabell 16 som er presentert i delkapittel 4.3, viser analyseresultater av filtratet til jarosittløsningen ved bruk av nøytralslam og kalsine som nøytraliseringsmiddel.

Resultatene viser at den gjenværende konsentrasjonen av Fe^{3+} er lavest i filtratet til jarosittløsningen med kalsine som nøytraliseringsmiddel, og med 60 g/l kimer. Dette resultatet bygger opp under teorien fra Ciriello og Synnott som sier at høyere kimekonsentrasjon vil gi mer utfelt jern (3). Dette stemmer også godt med sedimenteringsforsøkene, da forsøkene med kalsine som nøytraliseringsmiddel og høyest kimekonsentrasjon gav de høyeste sedimenteringshastighetene, og en klar væskefase.

Jarosittfellingsanlegget ved Boliden Odda bruker nøytralslam som nøytraliseringsmiddel, og en kimekonsentrasjon på 15 g/l. Analyseresultatene vist i Tabell 16 viser at denne jarosittfellingen gir den høyeste gjenværende konsentrasjonen av Fe^{3+} i filtratet. Da det er ønskelig med lav konsentrasjon av Fe^{3+} i filtratet er dette det dårligste resultatet.

Tabell 16 viser også analyser av syrestyrke før og etter at jarosittfelling skjer. Syrestyrken gir kun en indikasjon på hvor mye nøytraliseringsmiddel som må tilsettes for å oppnå en gunstig felling.

5.6 Diskusjon av resultater fra analyse av sedimentet

Figur 26 som er presentert i delkapittel 4.4, viser konsentrasjonen av jern i filterkakene i de ulike forsøkene. Forsøket ved bruk av kalsine som nøytraliseringsmiddel og en kimekonsentrasjon på 60 g/l har lavest vektprosent jern, og forsøket med nøytralslam og en kimekonsentrasjon på 15 g/l har høyest innhold jern i filterkaken, som vist i Figur 26. Dette er motsatt av forventet da forsøket med kalsine og 60 g/l resulterte i den beste fellingen.

Resultatet kan forklares med at forsøkene ble utført på ulike dager, og med ulik type og volum av nøytraliseringsmidler. Dersom disse analysene skulle gitt pålitelige resultater, er det nødvendig å sette opp massebalanse for de ulike forsøkene. Det ble ikke utført analyser på de ulike nøytraliseringsmidlene som ble tilført løsningene, og dermed er det uvisst hvor mye fast stoff prøven inneholdt før og etter jarosittfelling. Analysene av filterkakene gir dermed kun en indikasjon på innholdet i vektprosent av hvert grunnstoff i prøven.

5.7 Videre arbeid

Dersom bachelorgruppen hadde hatt muligheten til å gjøre noe annerledes, ville gruppen analysert nøytralslam og jarositt etter felling. Hensikten med å analysere filterkaken til nøytralslammet, vil være å få vite hvor mange g/l fast stoff som tilsettes i jarosittfellingen. På denne måten kan man beregne hvor mye fast stoff som tilsettes, og i etterkant av forsøkene kunne man veid resterende fast stoff. Dersom dette hadde blitt utført kunne man beregnet ved massebalanse hvor mye som felles ut i forsøkene. En massebalanse vil også kunne gi en indikasjon på om kimekonsentrasjonen påvirker hvor mye jarositt som felles, eller om kimekonsentrasjonen kun har en effekt på sedimenteringshastigheten. Det kunne også vært interessant å undersøke hvor mye fast stoff den uklare væskefasen inneholdt i forsøkene med dårlig separasjon.

6. Konklusjon

I denne bacheloroppgaven ble det undersøkt hvilke prosessparametere som er viktige for å oppnå en god sedimentering på jarosittfellingsanlegget til Boliden Odda. Dette ble undersøkt ved hjelp av sedimenteringsforsøk hvor ulike typer flokkulanter, koagulanter og nøytraliseringsmiddel ble benyttet. Ved å benytte nøytralslam som nøytraliseringsmiddel, kimekonsentrasjon og volum flokkuleringsmiddel som tilsvarer drift var det ikke mulig å oppnå gode sedimenteringsegenskaper.

Forsøket som gav høyest sedimenteringshastighet, på 13,47 m/time, ble utført med nøytralslam som nøytraliseringsmiddel. Det ble også tilsatt 10 ml koagulant C-595 og 5 ml flokkulant N-100, hvor koagulant ble tilsatt først. Til tross for høy sedimenteringshastighet var sedimenteringsegenskapene dårlige da væskefasen var uklar.

Forsøk utført med kalsine som nøytraliseringsmiddel hvor kimekonsentrasjonen ble økt til 60 g/l gav en sedimenteringshastighet på 11,63 m/time. Selv om dette forsøket ikke hadde den raskeste sedimenteringshastigheten ble væskefasen mye klarere enn for forsøk med nøytralslam, og anslås derfor som det beste resultatet.

Fra resultatene i forsøkene anbefales det å benytte kalsine som nøytraliseringsmiddel, foran nøytralslam. Det vil også gi en positiv effekt av å øke kimekonsentrasjonen. Ved å benytte kalsine og økt kimekonsentrasjon kan volum flokkuleringsmiddel reduseres. Dette kan gi en redusert kjemikaliekostnad. Dersom bedriften ønsker å fortsette med nøytralslam, anbefales det sterkt å øke kimekonsentrasjonen, i tillegg til å benytte en blanding av koagulant og flokkulant hvor koagulant tilsettes først.

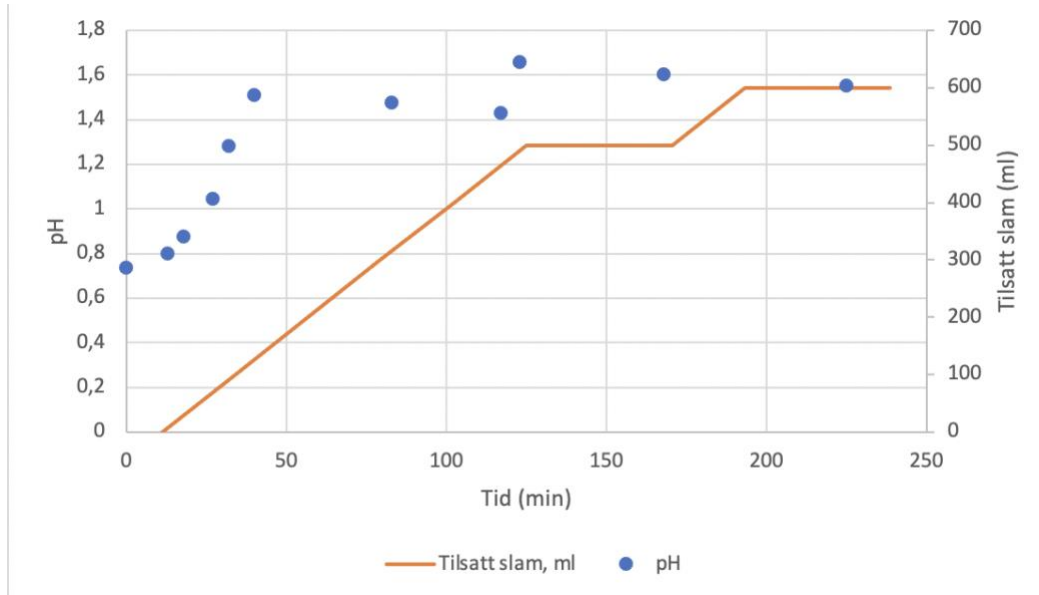
7. Referanser

1. Boliden – bedrift. I: Store norske leksikon [Internett]. 2021 [sitert 7. februar 2022]. Tilgjengelig på: http://snl.no/Boliden_-_bedrift
2. Boliden Odda - Boliden [Internett]. [sitert 7. februar 2022]. Tilgjengelig på: <https://www.boliden.com/operations/smelters/boliden-odda>
3. Ciriello C, Synnott JA. The effect of process parameters on the precipitation of sodium jarosite at Kidd. I: Dutrizac JE, Harris GB, redaktører. Proceedings of the Second International Symposium on Iron Control in Hydrometallurgy. Ottawa: The Canadian Institute of Mining, Metallurgy and petroleum; 1996. s. 117–34.
4. Dutrizac JE. Factors Affecting Alkali Jarosite Precipitation. Metall Trans. desember 1983;14(4):531–9.
5. Zinc - Boliden [Internett]. [sitert 22. mai 2022]. Tilgjengelig på: <https://www.boliden.com/operations/products/zinc?fbclid=IwAR2B6UyMRYvWhWrNAU1cVwCGm1EX136FI9cpuJZjyY9kANBwL4O43XDtTE0>
6. Boliden Odda AS. Lærebok lutning [internt dokument].
7. Pappu A, Saxena M, Asolekar SR. Jarosite characteristics and its utilisation potentials. Sci Total Environ. april 2006;359(1–3):232–43.
8. Dutrizac JE. The effectiveness of jarosite species for precipitating sodium jarosite. JOM. desember 1999;51(12):30–2.
9. Dutrizac JE. The effect of seeding on the rate of precipitation of ammonium jarosite and sodium jarosite. Hydrometallurgy. oktober 1996;42(3):293–312.
10. Calcination - an overview | ScienceDirect Topics [Internett]. [sitert 4. februar 2022]. Tilgjengelig på: <https://www.sciencedirect.com/topics/materials-science/calcination>
11. Pedersen B. sedimentering. I: Store norske leksikon [Internett]. 2017 [sitert 27. april 2022]. Tilgjengelig på: <http://snl.no/sedimentering>
12. McCabe WL, Smith JC, Harriott P. Unit Operations of Chemical Engineering. 7. utg. McGraw-Hill;
13. Ignatowitz E. Proseskjemi: Anlegg og utstyr. 2. utg. Oslo: Gyldendal Norsk Forlag AS; 2013. 454 s.
14. Sinnott R, Towler G. Equipment Selection, Specification and Design. I: Chemical Engineering Design [Internett]. Elsevier; 2020 [sitert 6. april 2022]. s. 525–644. Tilgjengelig på: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780081025994000102>
15. fortykking. I: Store norske leksikon [Internett]. 2018 [sitert 6. april 2022]. Tilgjengelig på: <http://snl.no/fortykking>
16. Flocculation treatment / Sludge drying | KENKI DRYER [Internett]. [sitert 26. april 2022]. Tilgjengelig på: <https://kenkidryer.com/2020/05/10/flocculation-treatment/>
17. Unit Operation in Downstream Processing - 3.1 Introduction - Knovel [Internett]. [sitert 23. mai 2022]. Tilgjengelig på: https://app.knovel.com/web/view/pdf/show.v/rcid:kpUODP0003/cid:kt011Z48T1/viewerType:pdf//root_slug:3-coagulation-and-flocculation/url_slug:coagulation-flocculation?cid=kt011Z48T1&b-q=Flocculation&b-toc-cid=kpUODP0003&b-toc-title=Unit%20Operation%20in%20Downstream%20Processing&b-toc-url-slug=coagulation-flocculation&include_synonyms=no&page=2&view=collapsed&zoom=1&fbclid=IwAROWLZ_QI6vuPYGSpyhCu9jgA4KBW7q21sjvPHBjycTdCCQg-hwswgpW17c
18. Ore S, Helseth LE. kolloider. I: Store norske leksikon [Internett]. 2018 [sitert 23. mai 2022]. Tilgjengelig på: <http://snl.no/kolloider>

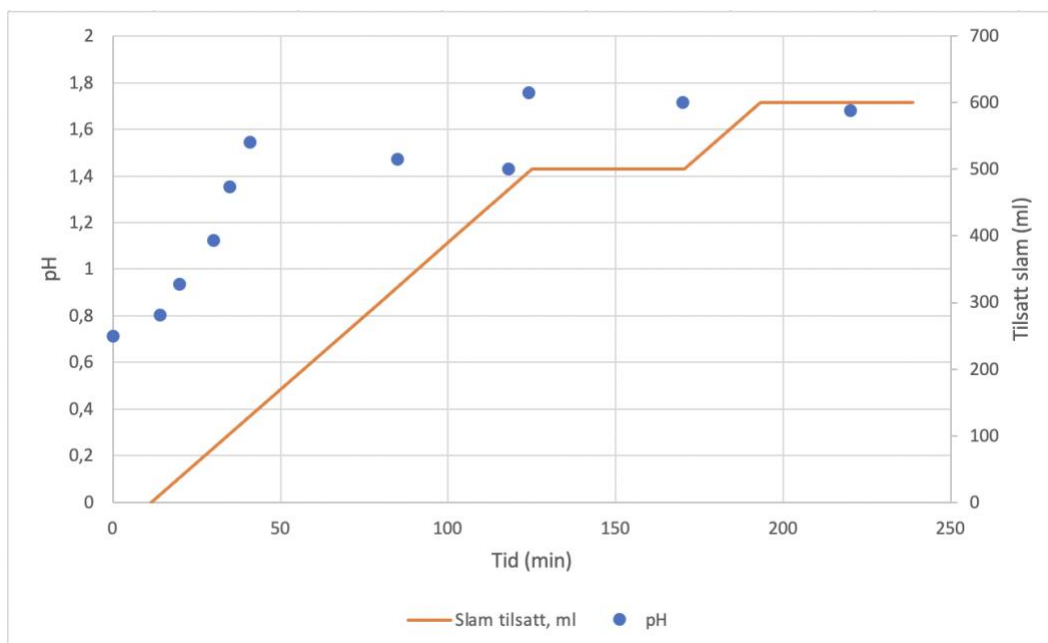
19. Difference Between Coagulation and Flocculation in Water Treatment [Internett]. Compare the Difference Between Similar Terms. 2017 [sitert 23. mai 2022]. Tilgjengelig på: <https://www.differencebetween.com/difference-between-coagulation-and-vs-flocculation-in-water-treatment/>
20. Pedersen B. suspensjon – kjemi. I: Store norske leksikon [Internett]. 2020 [sitert 5. mai 2022]. Tilgjengelig på: http://snl.no/suspensjon_-_kjemi
21. Nygjelten E, Andreassen JP. Sodium jarosite precipitation. SINTEF; 2003 apr.
22. Asimi A, Gharibi K, Abkhoshk E, Moosakazemi F, Chelgani SC. Effects of Operational Parameters on the Low Contaminant Jarosite Precipitation Process-an Industrial Scale Study. Materials. 19. oktober 2020;13(20):4662.
23. Demopoulos GP. Aqueous precipitation and crystallization for the production of particulate solids with desired properties. Hydrometallurgy. oktober 2009;96:199–214.
24. WDXRF | Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence Spectroscopy | Malvern Panalytical [Internett]. [sitert 3. mai 2022]. Tilgjengelig på: <https://www.malvernpanalytical.com/en/products/technology/xray-analysis/x-ray-fluorescence/wavelength-dispersive-x-ray-flourescence>
25. Bjelland H. Teori XRF [internt dokument]. Boliden Odda AS; 2021.
26. Hauge A. settpunkt. I: Store medisinske leksikon [Internett]. 2020 [sitert 28. mai 2022]. Tilgjengelig på: <http://sml.snl.no/settpunkt>
27. Chemical flocculants [Internett]. Kemira. [sitert 9. mars 2022]. Tilgjengelig på: <https://www.kemira.com/products/chemical-flocculants/>
28. Bower M. Flocculation & Flocculants for the Mining Industry [internt dokument]. Kemira; 2016.

8. Appendiks

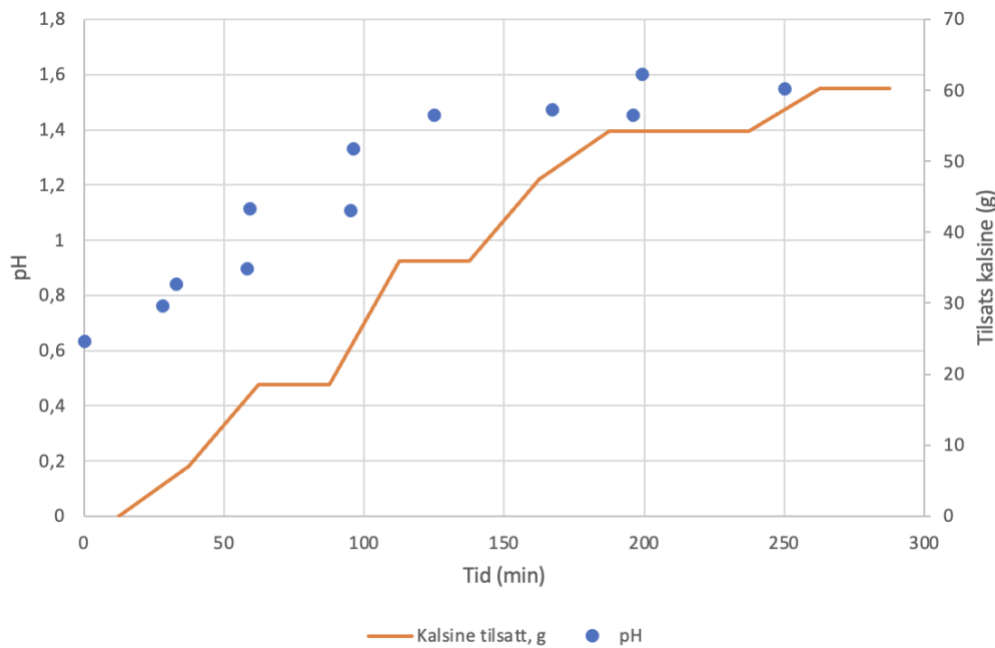
Vedlegg A: pH profil sett i sammenheng med volum nøytralslam tilsatt i jarosittfelling utført på laboratoriet



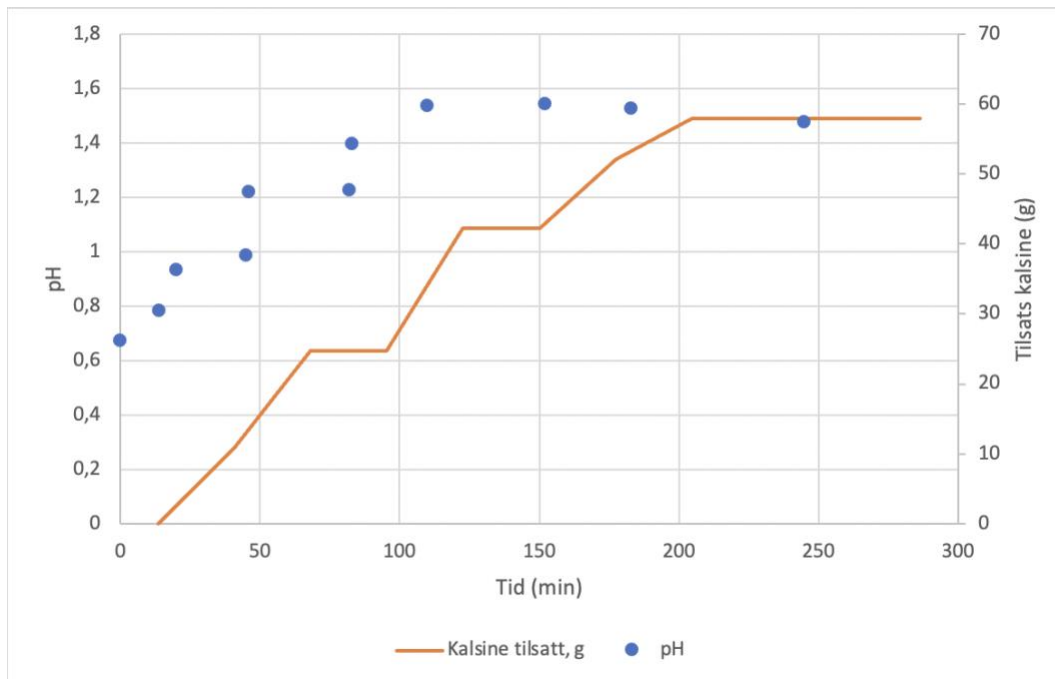
Figur A.1 - pH profil i forsøk med kimekonsentrasjon 15 g/l og nøytralslam som nøytraliseringsmiddel.



Figur A.2 - pH profil i forsøk med kimekonsentrasjon 60 g/l og nøytralslam som nøytraliseringsmiddel.



Figur A.3 - pH profil i forsøk med en kimekonsentrasjon på 15 g/l og kalsine som nøytraliseringsmiddel.



Figur A.4 - pH profil i forsøk med en kimekonsentrasjon på 60 g/L og kalsine som nøytraliseringsmiddel.

Vedlegg B: Tabell med oppholdstid og volum nøytraliseringsmiddel tilsatt i jarosittfelling utført på laboratoriet.

Tabell B.1 viser oppholdstiden samt volum nøytraliseringsmiddel tilsatt da det ble utført en jarosittfelling på laboratoriet.

Tabell B.1 - Oppholdstid og volum nøytraliseringsmiddel tilsatt under jarosittfellingene utført på laboratoriet.

Prøve	Oppholdstid	Volum nøytraliseringsmiddel
60 g/l kimer + kalsine	4 h, 15 min	57,9 g
15 g/l kimer + kalsine	4 h, 20 min	60,3 g
60 g/l kimer + nøytralslam	4 h, 10 min	600 ml
15 g/l kimer + nøytralslam	4 h, 15 min	600 ml

Vedlegg C: Data fra anlegget til case-studie

Data fra anlegget ble benyttet til case studie. Tabell C.1 viser data fra en periode med god klaring, og Tabell C.2 viser data fra en periode med dårlig klaring.

Tabell C.1 - Periode med god klaring.

Date-Time	Kimer_flow_snitt_per_dag_m3	Flokkulent_settpunkt_g_m3	JFPT10/11 SOLIDS (g/l)	DORR15 OVERLOP Na (g/l)
2021-12-09T01:00:00	14,97258611	13,07121933	0,466666667	4,412500064
2020-08-24T02:00:00	14,97313703	15,60920681	0,5	
2020-08-25T02:00:00	14,98150624	15,93411748	0,5	3,622499913
2020-08-26T02:00:00	14,92480667	15,97268054	0,5	3,622500092
2020-08-18T02:00:00	14,95300633	16,04796898	0,524999999	3,57374993
2021-10-26T02:00:00	7,929498765	8,850187006	0,650000017	4,602500141
2020-08-31T02:00:00	15,15259583	16,03262519	0,6875	
2020-09-09T02:00:00	14,91907447	15,0376619	0,699999988	3,596250087
2020-09-10T02:00:00	14,97340084	13,59111435	0,699999988	3,39624992
2020-08-19T02:00:00	14,99366944	15,99710696	0,73749999	3,579999924
2020-10-05T02:00:00	15,05857805	17,03063443	0,750000011	
2020-07-09T02:00:00	14,98801343	16,03689046	0,775000021	2,41249992
2020-10-08T02:00:00	15,02463728	17,02363114	0,900000013	3,608749956
2020-09-08T02:00:00	14,97048412	16,01355046	1,487500019	4,058749914
2020-08-10T02:00:00	14,91180539	16,05802785	1,600000024	
2020-08-11T02:00:00	14,97291173	16,02308049	1,600000024	3,140000105
2020-08-13T02:00:00	15,00839278	16,04726485	1,600000024	3,088749945
2020-10-29T01:00:00	14,97456392	16,94225801	1,908333331	3,411666731
2020-09-07T02:00:00	15,02906331	15,98981835	1,950000003	
2020-09-01T02:00:00	15,10584269	16,01132471	2	3,215000063
2020-09-02T02:00:00	14,95055282	15,95389346	2	3,475000024
2020-09-03T02:00:00	14,96317236	16,00304239	2	3,584999919
2020-09-14T02:00:00	14,96143161	12,73660121	2,025000043	
2020-01-16T01:00:00	12,91875765	12,18734614	2,933333298	1,377499978
2020-09-21T02:00:00	14,79362351	12,04235347	3,28749992	

Tabell C.2 - Periode med dårlig klaring.

Date-Time	Kimer_flow_snitt_per_dag_m3	Flokkulent_settpunkt_g_m3	JFPT10/11 SOLIDS (g/l)	DORR15 OVERLOP Na (g/l)
2021-02-22T01:00:00	13,94105203	10,04748155	7,899999857	
2022-01-27T01:00:00	14,96785877	14,03460083	7,933333317	3,31249996
2020-04-06T02:00:00	14,998741	7,880452344	8,099999964	
2020-03-30T02:00:00	16,28014923	6,752798163	8,499999964	
2020-03-19T01:00:00	15,09807202	9,96887533	8,499999982	2,096666574
2022-02-03T01:00:00	14,96687124	14,00756104	8,633332968	3,905833403
2020-12-07T01:00:00	14,87925691	14,27590057	8,666666349	
2022-01-31T01:00:00	14,97778472	14,05145352	8,699999965	
2020-03-24T01:00:00	15,09295174	9,99359251	9,000000159	2,214166701
2022-01-19T01:00:00	12,58118856	14,70461499	9,366667032	2,932499886
2020-03-31T02:00:00	15,40550707	5,960417574	9,499999981	2,213750035
2022-01-18T01:00:00	14,93890105	14,01560753	9,600000381	2,796666622
2020-03-16T01:00:00	15,05457806	10,11300808	9,733333667	
2021-11-29T01:00:00	10,25732754	11,04121378	9,983333508	
2022-02-02T01:00:00	14,97914893	14,00628985	10,23333295	3,791666647
2020-04-01T02:00:00	15,03268926	6,031630545	11,25000036	2,246250004
2020-03-12T01:00:00	15,07699644	9,310093457	11,43333316	2,311666608
2020-12-08T01:00:00	14,62653897	16,27895099	11,5333337	3,577499926
2020-03-17T01:00:00	15,03051927	10,06185922	11,63333313	2,044166625
2022-01-17T01:00:00	14,91079692	14,01332241	11,80000003	
2022-02-01T01:00:00	14,97933775	14,02578664	11,86666663	3,532499989
2020-04-07T02:00:00	15,04665515	8,126046814	12,25000024	2,092837453
2022-02-07T01:00:00	14,98060281	14,05817126	12,36666632	
2020-01-23T01:00:00	15,00097924	13,02313167	13,06666652	0,896666646
2020-01-21T01:00:00	14,98650252	12,83488032	14,06666668	1,12333332
2021-01-07T01:00:00	14,01876683	14,89035219	14,63333313	4,640833418
2020-01-22T01:00:00	14,99307459	12,97746312	14,66666683	0,936666662
2020-04-08T02:00:00	15,03325741	8,027957607	15,04999933	2,662500054
2020-03-18T01:00:00	15,05511789	9,998406257	15,73333295	2,090833247
2021-02-24T01:00:00	14,01337401	10,03098484	17,13333257	4,25
2021-11-03T01:00:00	10,24177925	12,05630586	17,26666737	4,66833332

Vedlegg D: Tabell for beregning av sedimenteringshastighet

Tabell D.1 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med en kimekonsentrasjon på 60 g/l, kalsine som nøytraliseringsmiddel og 2,5 ml N-100 flokkulant tilsatt.

Tabell D.1 - Volum, avstand og tid på sedimenteringsforsøk med 60 g/l kimer, kalsine som nøytraliseringsmiddel og 2,5 ml N-100 flokkulant tilsatt.

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
490	0,49	7
480	0,98	10
470	1,47	11
460	1,96	15
450	2,45	17
425	3,675	19
400	4,9	24
375	6,125	28
325	8,575	31
300	9,8	34
250	12,25	43
200	14,7	51
150	17,15	90

Tabell D.2 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med en kimekonsentrasjon på 15 g/l, kalsine som nøytraliseringsmiddel og 2,5 ml N-100 flokkulant tilsatt.

Tabell D.2 - Volum, avstand og tid på sedimenteringsforsøk med en kimekonsentrasjon på 15 g/l, kalsine som nøytraliseringsmiddel og 2,5 ml N-100 flokkulant tilsatt.

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
490	0,49	7
480	0,98	9
450	2,45	16
400	4,9	26
375	6,125	32
350	7,35	38
325	8,575	47
300	9,8	57
250	12,25	72
200	14,7	95
150	17,15	120

Tabell D.3 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med en kimekonsentrasjon på 60 g/l, kalsine som nøytraliseringsmiddel og 7,5 ml N-100 flokkulant tilsatt.

Tabell D.3 - Volum, avstand og tid for sedimenteringsforsøk med en kimekonsentrasjon på 60 g/l, kalsine som nøytraliserings middel og 7,5 ml N-100 flokkulant tilsatt.

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
490	0,52	7
480	1,04	8
470	1,56	9
450	2,6	11
425	3,9	17
400	5,2	19
375	6,5	23
350	7,8	27
325	9,1	31
300	10,4	35
250	13	46
200	15,6	68
150	18,2	180

Tabell D.4 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med en kimekonsentrasjon på 15 g/l, kalsine som nøytraliseringsmiddel og 7,5 ml N-100 flokkulant tilsatt.

Tabell D.4 - Volum, avstand og tid for sedimenteringsforsøk med en kimekonsentrasjon på 15 g/l, kalsine som nøytraliseringsmiddel og 7,5 ml N-100 flokkulant tilsatt.

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
490	0,49	7
480	0,98	12
470	1,47	15
450	2,45	22
425	3,675	30
400	4,9	39
375	6,125	48
350	7,8	68
325	8,575	92
300	9,8	106
250	12,25	139
200	14,7	223

Tabell D.5 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med en kimekonsentrasjon på 60 g/l, nøytralslam som nøytraliseringsmiddel og 20 ml N-100 flokkulant tilsatt.

Tabell D.5 - Volum, avstand og tid for sedimenteringsforsøk med en kimekonsentrasjon på 60 g/l, nøytralslam som nøytraliseringsmiddel og 20 ml N-100 flokkulant tilsatt.

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
460	1,96	30
450	2,45	35
425	3,675	44
400	4,9	55
375	6,125	67
350	7,8	79
325	8,575	93
300	9,8	104
250	12,25	135
200	14,7	184
150	17,15	480

Tabell D.6 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med en kimekonsentrasjon på 60 g/l, nøytralslam som nøytraliseringsmiddel og 7,5 ml N-100 tilsatt.

Tabell D.6 - Volum, avstand og tid for sedimenteringsforsøk med en kimekonsentrasjon på 60 g/l, nøytralslam som nøytraliseringsmiddel og 7,5 ml N-100 flokkulant tilsatt.

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
475	1,225	34
450	2,45	44
400	4,9	63
375	6,125	81
350	7,8	100
325	8,575	120
300	9,8	134
250	12,25	170
200	14,7	209
150	17,15	450

Tabell D.7 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med fortynnet løsning og 8 ml C-577 tilsatt.

Tabell D.7 - Volum, avstand og tid for sedimenteringsforsøk med jarosittfelling fra anlegget, fortynnet med 200 ml vann og tilsatt 8 ml C-577 koagulant.

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
490	0,49	95
475	1,225	207
460	1,96	266
250	12,25	478
200	14,7	620
175	15,925	756
150	17,15	940

Tabell D.8 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med 8 ml C-577 og 20 ml retursyre tilsatt.

Tabell D.8 - Volum, avstand og tid for sedimenteringsforsøk med jarosittfelling fra anlegget tilsatt 8 ml C-577 koagulant og 20 ml retursyre.

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
450	2,45	160
440	2,94	163
430	3,43	189
420	3,92	204
400	4,9	236
375	6,125	280
350	7,8	320
325	8,575	376
300	9,8	420
250	12,25	552
200	14,7	720
150	17,15	1195

Tabell D.9 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med 8 ml C-577 tilsatt.

Tabell D.9 - Volum, avstand og tid for sedimenteringsforsøk med jarosittfelling på laboratoriet med 8 ml C-577 koagulant tilsatt.

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
490	0,49	66
470	1,47	120
460	1,96	140
450	2,45	150
440	2,94	169
420	3,92	197
400	4,9	242
375	6,125	280
350	7,8	346
325	8,575	402
300	9,8	470
250	12,25	635
200	14,7	820

Tabell D.10 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med 8 ml C-577 og 30 ml retursyre

Tabell D.10 - Volum, avstand og tid for sedimenteringsforsøk med jarosittfelling fra anlegget med 8 ml C-577 koagulant og 30 ml retursyre tilsatt.

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
475	1,225	124
450	2,45	175
440	2,94	190
420	3,92	216
400	4,9	241
375	6,125	280
350	7,8	338
325	8,575	390
300	9,8	444
250	12,25	578
200	14,7	768

Tabell D.11 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med 4 ml C-577 tilsatt.

Tabell D.11 - Volum, avstand og tid for sedimenteringsforsøk med jarosittfelling fra anlegget med 4 ml C-577 koagulant tilsatt.

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
300	9,8	284
250	12,25	365
200	14,7	501
150	17,15	723

Tabell D.12 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med en blanding av 10 ml C-595 og 5 ml N-100, hvor C-595 ble tilsatt først.

Tabell D.12 - Volum, avstand og tid for sedimenteringsforsøk med jarosittfelling fra anlegget med 10 ml C-595 koagulant og 5 ml N-100 flokkulant (C-595 tilsatt først).

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
475	1,225	155
375	6,125	226
300	9,8	269
250	12,25	333
200	14,7	393
175	16,1	462
150	17,5	581

Tabell D.13 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med en blanding av 10 ml C-595 og 5 ml N-100, hvor N-100 ble tilsatt først.

Tabell D.13 - Volum, avstand og tid for sedimenteringsforsøk med jarosittfelling fra anlegget med 10 ml C-595 koagulant og 5 ml N-100 flokkulant tilsatt (N-100 tilsatt først).

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
475	1,3	108
450	2,6	214
400	5,2	280
370	6,76	347
350	7,8	383
325	9,1	444
300	10,4	527
250	13	740

Tabell D.14 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med en blanding av 12 ml C-595 og 3 ml N-100.

Tabell D.14 - Volum, avstand og tid for sedimenteringsforsøk med jarosittfelling fra anlegget med 12 ml C-595 koagulant og 3 ml N-100 flokkulant tilsatt.

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
490	0,49	118
440	2,94	166
400	4,9	199
360	7,31	255
350	7,8	270
325	8,575	317
300	9,8	371
275	11,025	456
250	12,25	536
200	14,7	750

Tabell D.15 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med en blanding av 10 ml C-595 og 20 ml N-100.

Tabell D.15 - Volum, avstand og tid for sedimenteringsforsøk med jarosittfelling av anlegget med 10 ml C-595 koagulant og 20 ml N-100 flokkulant tilsatt.

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
490	0,52	44
470	1,56	66
460	2,08	90
440	3,12	112
420	4,16	123
400	5,2	143
375	6,5	169
350	7,8	189
325	9,1	217
300	10,4	346
250	13	367
200	15,6	570
175	16,9	830
150	18,2	1222

Tabell D.16 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med en blanding av 10 ml C-577 og 20 ml N-300.

Tabell D.16 - Volum, avstand og tid for sedimenteringsforsøk med jarosittfelling fra anlegget med 10 ml C-577 koagulant og 20 ml N-300 flokkulant tilsatt.

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
475	1,225	135
450	2,45	180
440	2,94	208
420	3,92	240
400	4,9	283
375	6,125	305
350	7,35	348
325	8,575	392
300	9,8	458
250	12,25	688
200	14,7	938

Tabell D.17 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med 15 ml C-595 tilsatt.

Tabell D.17 - Volum, avstand og tid for sedimenteringsforsøk med jarosittfelling fra anlegget med 15 ml C-595 koagulant tilsatt.

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
470	1,47	175
460	1,96	202
450	2,45	227
440	3,675	257
420	3,92	305
400	4,9	354
375	6,125	418
350	7,35	576
325	8,575	539
300	9,8	598
250	12,25	756
200	14,7	1385
175	15,925	2329

Tabell D.18 benyttes for å beregne sedimenteringshastigheten i sedimenteringsforsøket med 15 ml C-577 tilsatt.

Tabell D.18 - Volum, avstand og tid for sedimenteringsforsøk med jarosittfelling fra anlegget med 15 ml C-577 koagulant tilsatt.

Volum (ml)	Avstand (cm)	Tid (sek)
500	0	0
475	1,225	247
460	1,96	274
440	3,675	340
420	3,92	423
400	4,9	540
375	6,125	696
350	7,35	853
325	8,575	1026
300	9,8	1197
250	12,25	1602

Vedlegg E: Tabeller som viser ml titrert for å finne jern i filtratet

I Tabell E.1 og Tabell E.2 er tallene 1-6 følgende prøver:

- Prøve 1 – Dorr 15 22/3
- Prøve 2 – Jarositt med 15 g/l kimer og nøytralslam som nøytraliseringsmiddel
- Prøve 3 – Jarositt med 60 g/l kimer og nøytralslam som nøytraliseringsmiddel
- Prøve 4 – Dorr 15 24/3
- Prøve 5 – Jarositt med 15 g/l kimer og kalsine som nøytraliseringsmiddel
- Prøve 6 – Jarositt med 60 g/l kimer og kalsine som nøytraliseringsmiddel

Tabell E.1 viser volum KMnO_4 titrert for å bestemme toverdig jern i filtratet.

Tabell E.1 - KMnO_4 titrert i bestemmelse av toverdig jern.

Prøve	KMnO_4 titrert (ml)	Prøveuttak (ml)
Prøve 1	10,9	5
Prøve 2	9,0	5
Prøve 3	8,9	5
Prøve 4	10,4	5
Prøve 5	11,4	5
Prøve 6	11,4	5

Tabell E.2 viser volum KMnO_4 titrert for å bestemme totalt jern i filtratet.

Tabell E.2 - KMnO_4 titrert i bestemmelse av totalt jern.

Prøve nr.	KMnO_4 titrert (ml)	Prøveuttak (ml)
Prøve 1	14,4	5
Prøve 2	10,6	5
Prøve 3	9,3	5
Prøve 4	12,8	5
Prøve 5	12	5
Prøve 6	11,7	5

Vedlegg F: Tabeller som viser ml titrert for å finne syrestyrken i filtratet

I Tabell F.1 er prøvene 1-3 følgende prøver:

- Prøve 1 – Dorr 15 24/3
- Prøve 2 – Jarositt med 15 g/l kimer og kalsine som nøytraliseringsmiddel
- Prøve 3 – Jarositt med 60 g/l kimer og kalsine som nøytraliseringsmiddel

Tabell F.1 viser volum Na_2CO_3 titrert, og prøveuttak for hver prøve som benyttes i bestemmelse av syrestyrke i filtratet.

Tabell F.1 - Volum Na_2SO_3 titrert i bestemmelsen av syrestyrke i filtratet.

Prøve nr.	Titert Na_2CO_3 (ml)	Prøveuttak (ml)
Prøve 1	0,365	5
Prøve 5	0,92	5
Prøve 6	0,95	5

Vedlegg G: Analyser av filterkake

Tabell G.1 viser resultat av analyse av filterkakene til de ulike prøvene, i vektprosent.

Tallene 1-4 i Tabell G.1 tilsvarer følgende prøver:

- Prøve 1 – Jarositt med kalsine som nøytraliseringsmiddel og 60 g/l kimer
- Prøve 2 – Jarositt med kalsine som nøytraliseringsmiddel og 15 g/l kimer
- Prøve 3 – Jarositt med nøytralslam som nøytraliseringsmiddel og 60 g/l kimer
- Prøve 4 - Jarositt med nøytralslam som nøytraliseringsmiddel og 15 g/l kimer

Tabell G.1 - Analyseresultater av filterkaker.

Element	Prøve 1	Prøve 2	Prøve 3	Prøve 4
Ag	0,01%	0,01%	0%	0%
As	0,42%	0,47%	0,56%	0,53%
Ca	1,1%	1%	0,8%	0,7%
Cd	0,04%	0,03%	0,02%	0,02%
Co	0,004%	0,004%	0,004%	0,005%
Cu	0,2%	0,18%	0,26%	0,27%
Fe	33,1%	35,7%	36,2%	37,8%
Ge	0,001%	0%	0,004%	0,003%
Hg	0%	0%	0%	0%
Mg	0,13%	0,1%	0,12%	0,09%
Mn	0,52%	0,56%	0,41%	0,36%
Ni	0,006%	0,006%	0,005%	0,005%
Pb	4,6%	4,9%	4,8%	4,8%
S	13,4%	10,7%	12,9%	12,3%
Sb	0,16%	0,17%	0,17%	0,16%
Si	1%	0,9%	0,9%	0,7%
Sn	0,44%	0,41%	0,46%	0,45%
Zn	7,1%	7,3%	6,1%	6,8%