

1205

C.H. Kleemans  
13 pag.

Bereiding van Phloroglucinol.

1e deel door B. Jansen  
2e deel door C.H. Kleemans.

Algemeen overzicht van het tweede deel der phloroglucinolbereiding:

Het ruwe product verlaat de centrifuge (eerste deel der fabriek) met 10% - 15% vocht en de nodige onzuiverheden.

Handels product

Door dit product te drogen verkrijgen we het groot-handelsproduct, een bruine stof, die minder dan 3% as bevat en tot ongeveer 3% vocht. Vooral de verfindustrie gebruikt deze vorm.

Het zuivere product.

Technisch en chem. zuiver

Men kent nog twee graden van zuiverheid: het technisch en het chemisch zuiver product. Deze stoffen worden gebruikt in de diazotypie en voor analytische doeleinden.

Omkristallisatie.

Men verkrijgt ze door omkristallisatie van het ruwe product.

Oplosketels  
500 L.

Wij lossen het ruwe product op in onthard water.

(1000 x 400  $\phi$ ).

Dit gebeurt in (twee) een glass-lined oplosketel, die voorzien is van roerwerk en stoommantel. Wij verwarmen tot 100° C. en roeren tot de inhoud is opgelost. Dit is na ongeveer 30 min. het geval.

Kamerpers

Door de zwaartekracht stroomt de oplossing via een kamerpers (waar eventuele residu's verwijderd worden) in een kristallisator. Hier wordt tot 20° C. gekoeld (ca. 6 h).

10 platen (600 x 600)

Kristallisator

(2000 x 650  $\phi$ )

De kristalbrei wordt in een centrifuge van de moederloog gescheiden (tot 10%). Het centrifugaat van de eerste omkristallisatie keert terug naar de hydrolyse ketel.

Centrifuge

Reineveld type 316.

Het product dat de centrifuge verlaat, wordt in roestvrij stalen vaten verzameld. Een laboratoriumonderzoek toont de graad van zuiverheid. Zo nodig herhaald men het zuiverings-proces.

Alle leidingen zijn in dit deel der fabriek van Cr-Ni staal e.d. bestendige materialen, om hier <sup>door</sup> geen verontreinigingen te doen ontstaan. Het technisch zuiver product verlangt veelal tweemaal kristalliseren, het chemisch zuivere product soms zelfs viermaal.

Het centrifugaat kan worden ingedampt en zo een ruw product leveren of wel dienst doen om het ruwe product op te lossen voor de eerste kristallisatie. Over de oplosbaarheid van phloroglucinol is niet veel bekend. Dit wordt nog nader besproken.

Droger

Het product kan, indien het de gewenste zuiverheid heeft, uit de centrifuge direct in de droger vallen. De droger wordt uitvoerig behandeld bij de hierover uitgevoerde berekening.

Verpakking

Het eindproduct is phloroglucinol (2 aq.) van verschillende zuiverheden, en het wordt in overeenstemming hiermede verpakt en verzonden:

Het handelsproduct: in roestvrije stalen vaten  
Het technisch product: in met polytheen beklede vaten (inh. 40 kg.)  
Het chemisch zuiver product: in flessen.

Afvalwater en afvalstoffen.

Het afvalwater bevat een grote hoeveelheid zuren en zuten: van de oxydatie zijn afkomstig: zwavelzuur, chroomsulfaat en natrium sulfaat. Van de reductie zijn afkomstig: zoutzuur, ijzerchloride en andere ijzer-verbindingen.

De hydrolyse levert: zoutzuur en ammoniumchloride. Verder blijft steeds nog organische stof aanwezig, waarvan phloroglucinol zelf veel last veroorzaakt, daar kleine hoeveelheden reeds sterk gekleurde complexen vormen met andere stoffen uit het afvalwater.

Het afvalwater wordt in een grote houten bak (12 m<sup>3</sup>) opgevangen (lood-bekleding). Hiervan zijn er twee aanwezig, die afwisselend in gebruik zijn. De tank wordt voor 2/3 deel gevuld. Een roerder zorgt voor heftige beweging. Hierdoor worden de organische stoffen geoxydeerd (gedeeltelijk door resten oxydantia, gedeeltelijk door toetredende luchtzuurstof).

De sterk zure vloeistof wordt nu met gemalen dolomiet en kalksteen op een pH 9 gebracht. Cr en Fe hydroxyden precipiteren ~~we~~, evenals CaSO<sub>4</sub> en basische Fe-zouten. Een automatische pH controle schakelt de vibratorvoeder, die de base toevoert, uit wanneer de pH 9 geworden is.

Met een membraampomp wordt de gehele inhoud van de tank in één van de twee grote bezinkbakken gepompt. Hier kan het neerslag rustig bezinken. Het bovenstaande vrijwel heldere water kan via een zandfilter naar de rivier afvloeien. Het wordt in het lab. gecontroleerd op pH, Fe, Cr en hoeveelheid vaste stof nog aanwezig.

Wanneer één der bezinkbakken vol is, wordt naar de tweede overgeschakeld. De brei-achtige massa wordt naar de vuilnisbelt getransporteerd.

Wanneer de productie wordt opgevoerd, zal het afvalwater een nuttiger bestemming moeten krijgen. Dit is dan ook een onderwerp van research van deze fabriek.

Oxydatie.

Afval-water oxydatie-trap

Het zwavelzuur is ongeveer 40% (67° Tw.) en bevat ca. 1.5% Cr-sulfaat. Na enige tijd staan gast het NaHSO<sub>4</sub> uitkristalliseren. De oplossing is nu nog wel geschikt voor:

- 1.) het beitsen van metalen, terwijl door bepaalde toevoegingen zelfs een Cr-laagje zich op staalplaat kan afzetten, wat een grote corrosiebestendigheid daaraan verleent. Bovendien echter wordt het mengsel van TNB en zwavelzuur liever meer verdund dan 40%, om het centrifugeren gemakkelijker te maken. De verdunde vloeistof is nog minder geschikt voor industriële toepassing.
- 2.) Men heeft ook in onderzoek de bereiding van een chroompigment uit dit afvalwater. Ook dit geeft nog vele moeilijkheden.

Reductie.

Afvalwater reductie-trap

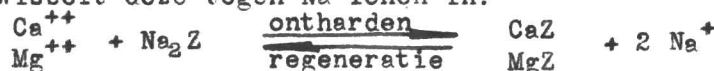
- 3.) Dit water bevat ongeveer 40% zouten. Het grootste deel hiervan is FeCl<sub>2</sub>. Door nu met Cl<sub>2</sub>-gas te behandelen is het mogelijk FeCl<sub>3</sub> te verkrijgen, een oplossing die te gebruiken is voor rioolwater-zuivering. Ook bestaat er een proces om van het neerslag dat met kalk ontstaat isolatie en bouw-materiaal te maken. Steeds blijven echter (zowel van 1) als 3)) de transportkosten ook nog een belangrijke factor.

Als geheel nieuw punt van research kan nog genoemd worden het electrolytisch oxyderen van TNT en aan de andere electrode het reduceren van het TNB. Indien dit mogelijk is en lonend vervallen ook de bichromaat- en Fe-problemen.

Het geheel kan in een zwavelzure oplossing plaats vinden, zowel de oxydatie, de reductie als de hydrolyse en CO<sub>2</sub> verwijdering.

Waterzuivering voor de rekristallisatie.

Voor de waterontharding wordt een zeoliet uitwisselaar gebruikt. Deze verwijdert uit het opgepompte grondwater Ca- en Mg-ionen. (Fe is niet aanwezig) en wisselt deze tegen Na-ionen in:



Het grondwater bevat geen organische stof en is volkomen helder. De zeoliet kationen-uitwisselaar bleek hier zeer geschikt te zijn: voldoende zuiver water te leveren, gemakkelijk en goedkoop te regenereren en eenvoudig te bedienen. De anionen zijn alleen HCO<sub>3</sub><sup>-</sup>-ionen. Deze leveren geen bezwaar. Silicaat-ionen waren niet aanwezig.

De onthardingsinstallatie bestaat uit een grote cilindrische tank, waarin het zeoliet in een dikke laag op grind ligt van naar beneden toenemende grootte. Er kan 10.000 grains (23 g./dm<sup>3</sup>) CaCO<sub>3</sub> hardheid verwijderd worden per cu.ft. Een formule van een zeoliet is bijvoorbeeld:



In een nevenstaande kleinere ketel bevindt zich een verzadigde zoutoplossing. Met perslucht kan de NaCl-oplossing in de onthardingsketel worden gestuwd. De zeoliet neemt op 0,23 g at Ca/dm<sup>3</sup> en wisselt deze voor Na-ionen uit (0,46 g ionen Na komen vrij bij deze capaciteit). Per L. grondwater was aanwezig een aequivalente hoeveelheid aan 3,7 mg. at Ca (bv.)

*Dit is in feite geen oplossing 41 problemen.*

1 dm<sup>3</sup> zeoliet kan dus 230/3,7 ~~en~~ 63 L. ontharden. Dit uitwisselaar is 1,9 m hoog, diam. 1 m, bevat 1 m<sup>3</sup> zeoliet (ongeveer). Hiermede zijn dus globaal 50.000 L. water te regenereren (20% veiligheidsmarge).

(3-5 gl/min. sq ft.) De optimale stroomsnelheid is 0,2 cm sec. Dat wil zeggen bij de diameter van 1 m (0,8 m<sup>2</sup> opp.) 0,2 x 0,8 m<sup>3</sup>/sec. x 0,8 m<sup>2</sup> dus 0,16 m<sup>3</sup> of wel 160 L. per sec. per doorsnede van de installatie.

V water

Daer wij 100 kg. phloroglucinol in ca. 275 L. kunnen oplossen bij 100° C, dus maar 275 L. per omkristalliseercharge nodig hebben, is deze niet voldoende snelheid uit de zuiveringskolom af te tappen (ca. 2 sec.).

**Drogen Type "Rauk"**

Beschrijving en Berekening van de "Rauk"-droger.

Het te drogen product is phloroglucinol met twee moleculen kristalwater, verlaat met 10% vocht de centrifuge. Handelsproduct bevat 2,8% water. Technisch product minder dan 0,8% water. Het chemisch-zuiver product wordt gedroogd tot minder dan 0,1% vocht.

Nu is de moeilijkheid bij het drogen van dit product, dat het volgens litt. uit 1942 (Die Chemie 55, 77) bij 55° C. reeds zijn kristalwater gaat afstaan. Wij kunnen dus geen warme lucht gebruiken in onze droger en hebben dan ook een luchttemp. gekozen (bij de invoer) van 80° F.

Nu heeft het phloroglucinol met zijn 2 aq een bepaalde waterdampspanning (p<sub>w</sub>). Is die p' in de lucht lager, dan treedt verweeren op. Naar analogie van verschillende stoffen met 2 aq, is voor deze waterdampspanning 4 mm. Hg genomen.

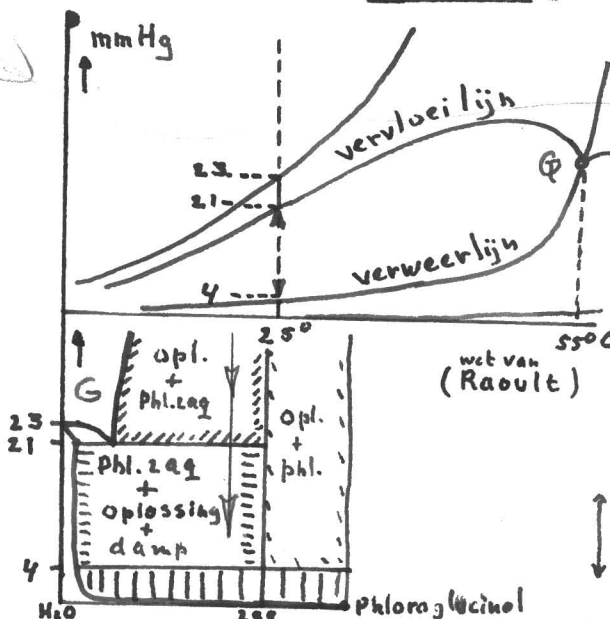
Boven een verzadigde oplossing van phloroglucinol heerst een spanning van 23 mm. (1,13 g. per 100 g. water bij 25° C. lost op)

wet van Raoult

$$\frac{23,8 - p_w}{23,8} = \frac{1,13/162}{1,13/162 + 98,9/18} \times 100$$

p = 20,9 mm.

De waterdampspanning moet dus lager zijn dan 21 mm Hg en hoger dan 4 mm Hg. (alles bij ca. 25° C.)



Veel gegevens zijn er niet over phloroglucinol. Zelfs het s.g. is niet bekend. Als vulgewicht werd ruwweg bepaald 0,52 g cm<sup>3</sup>. Verkoopprijs in Nederland is f. 130.- per kg.

Wij verkrijgen een product van 10 - 12 mesh (Tyler), d.w.z. 0,083 inch of 2,11 mm. diameter gemiddeld.

De viscositeit van de lucht 0,0181 c.P. bij 25° C. De dichtheid 0,075 lb. cu. ft. bij 25° C.

De droger.

Als droger werd het "Rauk"-droger type gekozen, door Werkspoor geleverd. Het systeem Rauk laat drogen bij lage temp. toe. Het toestel is een silo van ongeveer 3 m. hoog, doorsnede is 30 x 40 cm, en bestaat uit IV compartimenten. Door elk van deze vier delen gaat achtereenvolgens de gehele hoeveelheid aangezogen lucht in tegenstroom met de stof die van boven naar beneden zakt via trechters, waarvan er 8 per compartiment aanwezig zijn. De lucht strijkt over de gehele breedte van de droger door de stof heen, die zich in een trechter bevindt. Een blower zorgt voor een luchtverplaatsing van 250 m<sup>3</sup> per uur.

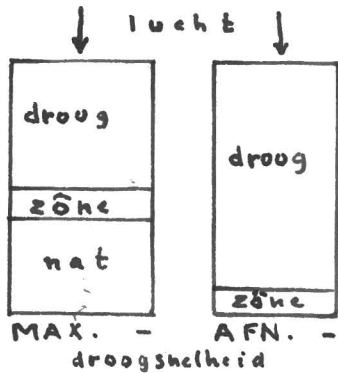
Het mechanisme van de droging die optreedt is dus anders dan meestal: die van langs strijkende lucht en dan veelal verwarmde lucht. Hier hebben wij een gaan van de lucht dwars door de stof heen.

In Chem. Eng. Progress 45 1949 p 619-635 hebben Alberton, Brownell en Katz een artikel gepubliceerd over "through-drying": het drogen van filterkoeken door lucht door te zuigen.

hoogte of 4 m  
multiplicatie 4 m  
lucht

langs de stof  
dwars door heen

Zij onderscheiden ook weer de bekende twee perioden van "maximum en afnemende snelheid". Bij de "maximum rate drying" is de lucht verzadigd met waterdamp wanneer hij de laag doorstroomd heeft (en wel de verzadiging behorend bij de adiab. verz. temp.). Omdat phloroglucinol bij 25° maar weinig oplost zal uit de verdampende oplossing, die de deeltjes van de stof omhult, maar weinig uitkristalliseren. De poreusiteit van het bed wijzigt zich nauwelijks. Voor de compartimenten I, II en III is verondersteld een gelijke afname van vochtgehalte van de stof, n.l. steeds van 3%. De temp. van de lucht wordt verondersteld practisch ook adiabatisch te verlopen. Invoer 80° F.; uittrede met een temp. van 56° F. In een grafiek is het gehele verloop weergegeven. De berekening berust dus op een aantal veronderstellingen. Een proefinstallatie met de nodige controle-instrumenten zou dit alles moeten bevestigen of corrigeren. Wanneer krijgen wij nu de periode van afnemende droogsnelheid? Nadat wij enige tijd door een filterkoek lucht hebben gezogen, zal tenslotte de bovenlaag droog zijn, onderin is de stof nog vochtig, zo vertellen ons Allerton c.s. Wij kunnen veronderstellen dat de verdamping door de koek voortschrijdt en plaats vindt in een smalle zône. Wanneer nu deze zône de bodem van de koek bereikt, zal de droogsnelheid snel afnemen.



In onze Rank-droger echter zal die smalle verdampings-zone nooit de rand van de te drogen laag bereiken. Voordat dit zo is, is de stof door de trechter gezakt en hierbij vindt weer menging van stof plaats, zodat het geheel weer egaal vochtig wordt en niet één droge (of drogere) strook met een natte zone. Bovendien vindt in de delen I, II en III maar vochtafname plaats van 10 - 7, 7 - 4 en 4 - 1%. Dus de stof bevat steeds vocht.

In deel IV laten wij het vochtgehalte afnemen van 1% tot 0,01%. Hier treedt tevens de verse lucht in (vel.v. 10%, 80° F.). Er moet dus minder vocht worden verwijderd dan in de andere zônes. De berekende droogtijd zal hier korter zijn. Doch wij laten door de zônes I-III de droogtijd bepalen en nemen die van IV evengroot du : wij regelen het stoftransport zodanig (van boven naar beneden) dat de verblijftijd in elk compartiment gelijk is. (en dus voor IV groter dan de nodige en berekende). Wij hebben dus een veiligheid in deel IV, wanneer eventueel door het dalen de smalle droogzone de rand tóch zou bereiken, en de droogsnelheid zou gaan afnemen, dus wegens onvoldoende homogeen-vochtverdelen tijdens het dalen (met de "rust-perioden"). of wij hebben bij onze berekening buiten beschouwing gelaten

1) andere luchtwegen door de stof heen, maar wij hebben de ongunstigste aangenomen, tevens de meest waarschijnlijke luchtweg.

2) de invoer van stof in het nog ledige toestel. Hierbij daalt de stof, vrijvallend direct tot het einde van I. Wanneer de lucht reeds nu doorgeblazen wordt, tijdens het vrijvallen dus, begint reeds een droging, die te vergelijken is met het verstuiven van een stof. Hiervan zijn berekeningen bekend. Daar echter spoedig I gevuld zal zijn, wordt deze a.h.w. extra droging verwaarloosd. Wij laten de stof niet eerder dalen dan nadat de natte stof (ca. 10%) die in I aanwezig is, op ca. 7% vochtgehalte is gebracht. Hierna vindt in II iets dergelijks plaats, etc. Verder beschouwen wij de droger als continu werkend en rekenen daarvoor de droogtijd uit. Het artikel behandelt nu de afleiding van enkele formules aan de hand van series droogproeven.

Zoals reeds vermeld neemt de lucht die de laag passeert veel vollediger vocht op, doordat het verdampende oppervlak veel groter is dan wanneer de lucht alleen maar over of langs een oppervlak strijkt.

Er vindt geen warmte toe- of afvoer plaats van de stof naar de lucht, wat geen onwaarschijnlijke veronderstelling is, daar gemiddeld de luchttemperatuur 68° F. is, (20° C.). Evenmin wordt met de omgeving warmte uitgewisseld. De max. droogsnelheid (R) is onafhankelijk van de eigenschappen van de doorstroomde laag.

*of constante*  
*Begrip droog-  
snelheid*  
*Bespreken*

$$60 R = G' (H_{abs.} - H_1) \quad (1)$$

$G'$  = luchtsnelheid van droge lucht lb/hr. sq ft.

$H_{abs.}$  = absolute vochtigheid lb water / lb droge lucht.

$H_1$  = vochtigheid intrede-lucht.

Nu wordt een "efficiency"  $E$  ingevoerd, gedefinieerd als

$$\frac{r}{R} = E = 1 - e^{-Y W} \quad (2)$$

$r$  = droogsnelheid bij een vochtgehalte  $W$  per doorsnede.

$R$  = max. droogsnelheid.

$y$  = droogfactor.

Deze vergelijking (2) is in analogie met de efficiency bij fracticneren. Hij is tot fundamentele grootheden terug te brengen. Wijkrijgen dan echter betrekkingen waarin behalve de partiaaldrukken en mol.gew. ook allerlei overgangscoefficienten aanwezig zijn. Voor de technische berekening kan dit buiten beschouwing blijven.

De droogfactor  $Y$  staat in verband met het vochtgehalte  $W$  en wel exponentieel evenredig. Uit vele proefnemingen blijkt, na dimensie analyse, voor  $Y$  de volgende betrekking te gelden:

$$Y = 2,72 \left(\frac{DG}{7}\right)^{0,215} D_{in}^{-0,315} W^{1-0,36} \quad (3)$$

$Y$  = droogfactor, in sq. ft. per lb

$D$  = diameter deeltje in ft

$D_{in}$  = diameter deeltje in inch

$G$  = luchtsnelheid lb per sec. sq.ft.

$\nu$  = viscositeit lucht lb per sec. ft.

$W^1$  = hoeveelheid water per doorsnede, in lb. per sq.ft.

Er zijn 3 dimensies en 4 variabelen (n.l.  $W$ ,  $D$ ,  $G$  en  $\nu$ ) hierbij hoort dus 1 dimensieloos getal opgezocht te worden. Dat men hier-voor het Reynolds getal koos, ligt voor de hand.

Per definitie geldt nu:  $r = - \frac{dw^1}{dt}$  (4)

Volgens (2) is  $r = R (1 - e^{-YW})$ .

Door integreren vinden wij de droogtijd uit (4)

$$T = \int_0^T dt = - \int_{w_1}^{w_2} \frac{dw^1}{R(1 - e^{-YW})} = - \frac{1}{R} \int_{w_1}^{w_2} \frac{dw^1}{1 - e^{-YW}}$$

Om de grafische integratie te ontlopen is een benaderde oplossing te vinden als volgt.

Voor een gemiddelde droogfactor in:  $Y_m$  die evenredig is met  $\sqrt{W_1 W_2}$ .

$$T = \frac{W_1 - W_2}{R} + \frac{1}{Y_m R} \ln \frac{1 - e^{-Y_m W_1}}{1 - e^{-Y_m W_2}} \quad (5)$$

Voor grote vochtgehalten is het product  $Y_m W$  groot. Hierdoor wordt de tweede term in (5) praktisch nul. De droogtijd wordt eenvoudig

$$\frac{W_1 - W_2}{R} \text{ dus volgens (1).}$$

Het gebruik van het geometrisch gemiddelde  $W_m$  gaf voldoende nauwkeurige resultaten bij de proeven. Achter-af beschouwd kunnen wij eerst de droogtijd berekenen bij max. droogsnelheid, tot een vochtgehalte, waar  $YW$  ongeveer 5 is. Pas daarna krijgt de tweede term van (5) invloed op de grootte van de droogtijd.

Hieronder volgt de berekening, waarbij nog enige beschrijving zoals hierboven reeds is vermeld.

De berekening van de droogtijd geeft een veilige-droogduur dus een tijd waarbij ongunstige factoren kunnen optreden, terwijl de stof dan toch droog wordt.

Er is over het drogen zeer veel literatuur. Het Chem. Weekblad 1949 no. 16, 18 en 20 bevat een Symposium over "Drogen".

Ook hierin wordt toegegeven de moeite om een droger te berekenen. Ervaring is van belang en ook zijn vele experimenten voor elk type vereist, wil men de droogsnelheid te weten komen.

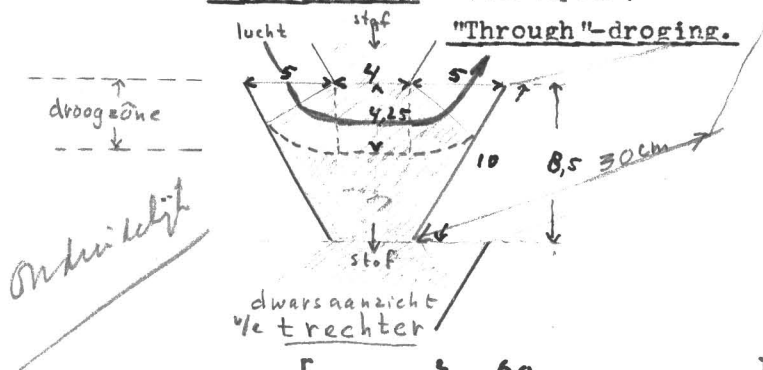
De litt. gegevens zijn nog veel te gering in aantal over dit onderwerp.

*Wiskunde*

Het drogen van Phloroglucinol met 10% vocht tot < 0,5%.

(berekend op Phl. 2 aq.)

"Rank" droger - (Werkspoor)



De opp. dwars op de stroomrichting van de lucht is:

$$30 \times 4,25 = 127,5 \text{ cm}^2$$

Stel: droger heeft IV compartimenten en elk heeft 8 trechters.

De inhoud van 1 droogzone is I.

$$I = \left[ \pi \times 4,25^2 \times \frac{60}{360} \times 2 + 4 \times 4,25 \right] \times 30 = 1103 \text{ cm}^3$$

$$W_1 = \frac{10}{100} \times 1103 \times \frac{0,52}{127,5} = 0,429 \text{ g/cm}^2 = 0,0706 \text{ lb/ft}^2$$

0,52 is vulgewicht

$$1 \text{ g/cm}^2 = 2,047 \text{ lb/ft}^2$$

• Stel: wij drogen in sectie I van 10% tot 7% vocht.  $1 \text{ lb/ft}^2$

$$W_2 = 1103 \times 7\% \times \frac{0,52}{127,5} = 0,3005 \text{ g/cm}^2 = 0,6152 \text{ lb/ft}^2$$

Door proeven is gebleken, dat i.p.v. integratie  $\int dW$  ook bij goede benadering mag genomen worden het geom. gemiddelde.

$$W_m = \sqrt{0,0706 \times 0,6152} = \sqrt{0,5405} = 0,7352$$

$$Re = \frac{D G}{\eta}$$

D = diam. van het ductje in ft

G = luchtmelheid  $\text{lb/hr} \cdot \text{sq ft}$

$\eta$  = viscositeit van de lucht  $\text{lb/sec} \cdot \text{ft}$ .

Daar het Reynolds getal onbekend is zijn G en  $\eta$  beide als ree genomen.

Wij hebben een blower, die  $250 \text{ m}^3 \text{ h}$  verplaatst (70 L. sec.)

Door elk compartiment gaat deze lucht.

Door 1 "trechter" gaat  $1/8$  gedeelte.

G = lucht melheid

$$G = \frac{250 \times 35,3 \times 0,075}{0 \times 127,5 \times 10,76 \times 10^{-4}} = 604,5 \text{ lb/ft}^2 \cdot \text{h}$$

$$\rho_{\text{lucht, 25°C}} = 0,075 \text{ lb/cuft}$$

$$\eta_{\text{visc. lucht 25°C}} = 0,001 \text{ c.P} = 1,01 \cdot 10^{-5} \text{ N sec/m}^2 = 1,216 \times 10^{-5} \text{ lb/ft} \cdot \text{sec}$$

Er wordt een droogfactor ingevoerd, die de verdampingsgraad (E) bepaald (n.l. de verhouding tussen de experimentele droogsnelheid en de max. droogsnelheid).

$$E = 1 - e^{-yW}$$

y is de droogfactor.

$$Y = 2,72 R e^{0,215 D_{in}} \cdot W^{-0,35} \cdot W^{-0,36}$$

$$Y_m = \frac{2,72 \cdot 95,61^{0,215}}{0,08307^{0,350} \times 0,7352^{0,36}} = \underline{19,35} \text{ (sq ft/lb)}$$

$$\left. \begin{aligned} E_{m_1} &= 1 - e^{-w_1 Y_m} \\ E_{m_2} &= 1 - e^{-w_2 Y_m} \end{aligned} \right\} \begin{array}{l} \text{deze waarden blijven gelijk aan 1} \\ \text{daar de machten van } e \text{ zeer} \\ \text{groot zijn in absolute waarden.} \\ \text{(ca. 17 en 12)} \end{array}$$

De droogtijd is bij benadering:

$$T = \frac{W_1 - W_2}{R} + \frac{1}{R Y_m} \ln \frac{E_{m_1}}{E_{m_2}}$$

De tweede term wordt dus nul. ( $\ln \frac{1}{1}$ )

$$T = \frac{W_1 - W_2}{R} \text{ (min.)}$$

$$R = \text{max. droogsmelheid in lb/ft}^2 \cdot \text{min} = \frac{G'}{60} (H_{abs} - H_1)$$

$G'$  = luchtmelheid berekend op droge lucht  
Deze is iets groter dan  $G$  (van vochtige lucht)  
omdat  $\rho$  i.p.v. 0,075 nu 0,077 wordt.

$$G' = 606,3$$

$$R = \frac{606,3}{60} \times 0,0013 = 13,1 \times 10^{-3}$$

$H_{abs}$  = verzadiging vochtigheid: uit psychr. tabel.

$H_{abs} = 53$  grains per lb droge lucht }  $g \text{ grain} = 0,0013 \text{ lb}$

$H_1 = 44$  grains

$H_1$  = in tree vochtigheid

Dit alles geldt voor deel I waar de lucht bij 56°F (80% rel. v.) uit treedt en bij 61°F de lucht in treedt (mit II komend)

$$T = \frac{0,0706 - 0,0152}{0,013} = \frac{263}{13} = \underline{20 \text{ min. droogtijd.}}$$

Droogzone II

Weer zijn er 8 trechters aanwezig. Het werkruim opp. dwars op de lucht stroom is  $127,5 \text{ cm}^2$  voor 1 trechter.

Doorstromende hoeveelheid stof van 1 trechter is weer  $1103 \text{ cm}^3$ .

$W_{II} = W_{I}$  door: mit deel I komt de <sup>stof</sup> lucht met een vochtgehalte dat gelijk is aan het begin-vocht % van de stof in II.

$$W_{II} = 0,6152 \text{ lb/ft}^2$$

Wij droegen in zone II van 7 tot 4% vocht:

$$W_{2II} = \frac{1103 \times 0,52 \times 4 \times 10^{-2}}{127,5} = 0,3515 \text{ lb/ft}^2$$

$$W_{III} = \sqrt{0,6152 \times 0,3515} = 0,4650$$

$$Re = 95,61 \text{ (practisch blijft ook } \rho_{\text{lucht}} 562 = \rho_{565^\circ\text{F}})$$

$$\text{Droogfactor } Y = \frac{2,72 \times 95,61^{0,215}}{0,003 \times 0,350} \frac{1}{0,465^{0,36}} = 22,8$$

$$Y_{in} = a'' W_{in}^{-0,36}$$

De verdampings-efficiency is weer praktisch 1.

$$E_{inII1} = 1 - e^{-Y_{in} W_1} = 1 - e^{-0,35 \times 22,8} = 1 - e^{-8} = 1$$

$$E_{inII2} = 1 - e^{-0} = 1 - e^0 = 1$$

$$R = \frac{606,3}{60} \times 90014 = 9014 \text{ lb/m}^2.$$

Opgenomen  $\begin{pmatrix} 44 \\ 60 \end{pmatrix} - \begin{pmatrix} 34 \\ 60 \end{pmatrix} = 10 \text{ gramis/lb droeg lucht.}$

$$T = \frac{0,6152 - 0,3515}{0,0142} = \frac{264}{14} = \underline{\underline{19 \text{ min}}}$$



### Droogzone III

$$W_{1, \text{III}} = W_{2, \text{II}} = 0,3515 \text{ lb/ft}^2$$

Wij drogen in deze zone van 4% tot 1% vocht.

$$W_{\text{III}2} = \frac{1103 \times 901 \times 952}{127,5} = 0,0879 \text{ lb/ft}^2$$

$$W_{\text{in}} = \sqrt{0,3515 \times 0,0879} = 0,1862$$

$$Y_{\text{in}} = \frac{2,72 \times 95,61^{0,215}}{0,0831^{0,35}} \times \frac{1}{0,1862^{0,36}} = 31,73$$

„Verdampingsverhouding“

$$E_{m1} = 1 - e^{-0,35 \times 31,7} = 1 - e^{-11} \approx 1$$

$$E_{m2} = 1 - e^{-0,088 \times 31,7} = 1 - e^{-2,79} = 1 - 0,061 = 0,939$$

$$R = \frac{606,3}{60} \times 0,00127 = 0,013 \text{ lb/min}$$

Daarwienig vochtgehalte van de lucht:

$$\text{Bij } 60^\circ \text{F} = 34 \text{ grams}$$

$$\text{Bij } 74^\circ \text{F} = 25 \text{ grams}$$

$$\text{opgemeten} = 9 \text{ grams/lb lucht}$$

Droogtijd

$$T = \frac{0,3515 - 0,0879}{0,013} + \frac{23}{0,013 \times 31,7} \log \frac{1}{0,939}$$
$$= 20,3 + 4,5 = \underline{\underline{22 \text{ min}}}$$

De correctie door de droogfactor  $\times$  vochtgehalte is hier voor het eerst van belang. De oorzaak is vooral het lage vochtgehalte (1%) van de stof.

Droogzone IV

A Wij drogen nu de stof van 1% naar 0,1% vocht.

$$W_{1,IV} = W_{2,III} = 0,0879 \text{ lb/ft}^3$$

$$W_{2,III} = 0,0088$$

$$W_m = 0,028$$

$$Y_m = a'' \times 0,028^{0,36} = 67,75$$

$$E_{m_1} = 1 - e^{-0,0088 \times 67,75} = 1 - e^{-5,95} = 1 - 0,004 = 0,996$$

$$E_{m_2} = 1 - e^{-0,0088 \times 67,75} = 1 - e^{-5,95} = 1 - 0,575 = 0,425$$

Max. droog snelheid  $R = 606,3/60 \times 0,0014 = 0,0142 \text{ lb/min}$

Bij  $79^\circ \text{F} = 25$  grains vocht in de lucht aanwezig / lb.

Bij  $86^\circ \text{F} = 15$  grains

10 grains vocht worden opgenomen per lb lucht.  
( $0,001425 \text{ lb/lb}$ )

$$T = \frac{0,0879 - 0,0088}{0,0142} + \frac{2,3}{0,0142 \times 67,75} \log \frac{0,996}{0,425}$$

$$T = 5,7 + 0,95 = \underline{6,7 \text{ min}} \text{ droogtijd}$$

B Wanneer wij tot 0,01% vocht drogen vóór de wij

$$W_1 = 0,088 \quad W_2 = 0,00088 \quad W_m = 88 \times 10^{-4}$$

$$Y = a'' \times 0,00088^{0,36} = 95,19$$

$$E_{m_1} = 1 - e^{-0,0088} = 1$$

$$E_{m_2} = 1 - e^{-0,0088} = 0,0804$$

$$R = 0,014 \text{ lb/min}$$

$$T = \frac{0,087}{0,014} + \frac{2,3}{0,014 \times 95,19} \log \frac{1}{0,0804}$$

$$T = 6,2 + 3,5 = \underline{9,7 \text{ min}} \text{ droogtijd.}$$

Compi mens (hals v. ind)  
+ info

8/19 2/3 2

Nu is verder nog onze eis:

Het drogen van lucht tot ca. 10% rel.v. bij 80° F.

Om deze luchtvochtigheid te verkrijgen is vóór de droger een silica luchtdroger gebouwd. Deze bestaat uit twee delen, waarvan één deel de lucht droogt, terwijl het andere geregenereerd wordt. (Dit gebeurt met lucht van 300° F. De regeneratie is afgelopen, wanneer de uitlaattemp. niet langer constant blijft, maar ook gaat stijgen).

De afmetingen zijn ongeveer 1,50 m. hoogte, 0,50 m. diam. Leidingen diam. 12 cm.

Wij hebben nodig 250 m<sup>3</sup> lucht/van 80° F., 10% rel.v. Hiertoe brengen wij m.b.v. de silicadroger 7/8 deel op 1% rel.v. en voegen 1/8 deel buitenlucht toe, dit verondersteld wordt 80% rel. v. te bezitten. Eventueel wordt met een verwarmingsspiraal de temp. op 80° F. bijgeregeld.

Er is een automatische vochtigheids- en temp.-regeling aanwezig. Deze apparaten zijn te leveren en zijn voor ons doel zeker nauwkeurig genoeg. Een bezwaar, in Nederland vooral, zijn de sterk wisselende temperaturen en rel. vochtigheden van de lucht. Zo kan het nodig zijn in de zomer bijv. 's nachts te werken, wanneer de temperatuur te hoog is, daar anders koelspiralen dienen te worden ingebouwd i.p.v. een verwarmingsspiraal.

O.A. Hougen en F.W. Dodge

John H. Perry

O.T. Zimmerman en Irvine Lavine

W.H. Walker, W.K. Lewis en  
W.H. McAdams

J.A. Moyer en R. Fittz

*Kleemann*  
The drying of Gases 1947  
(Edward Brothers Inc.-Ann Arbor- U.S.A)

Chem. Engineers Handbook, III Ed.-  
(McGraw Hill Book Co.)

Chem. Eng. Lab. Equipment 1934  
(Industrial Research Service, Dover)

Principles of chemical engineering  
3e ed. (N.York, McGraw Hill Book Co.)

Air Conditioning 1e Ed. 1937  
(N.York, McGraw Hill Book Co.)

er vindt dan zeker geen condensatie plaats. Het is niet nodig is, ook nog mogelijk de lucht die bij de adsorptie al gekoeld is, hier extra af te koelen. Bij de adsorptie is koeling nodig, willen wij isotherm blijven werken.

Berekening van hoeveelheid silica gel nodig om 7725 cu.ft. vanaf 80% op 1% rel. v. te brengen per uur.

Nodig 250 m<sup>3</sup> = 8825 cuft per h.

7/8 deel hiervan, dus 7725 cuft op 1% drogen. Absolute vochtigheid (80° F., 80% rel.v.) is 0,0176 (123 grains). Optimale snelheid door het bed is 50 ft per min. (0,25 m sec.) Oppervlakte van het bed is dan 7725

60 x 50 = 2,3 sq.ft. Diameter ca. 0,5 m.

Door de afvoerbuizen is de luchtsnelheid ca. 5 m sec. (diam. 13 cm.) Het gel heeft een grootte van 6 - 8 mesh = 0,009 ft. Vulgewicht is 39 lb per cu ft.

Dichtheid van de lucht 0,0715 lb per cu.ft.

De gassnelheid in het bed is in lb. per h per sq.ft.

50 x 60 x 0,0715 = 215. Per min. is deze 3,575 lb. Uit een tabel volgt

de uitwendige opp. der silicadeeltjes = 284 ft<sup>2</sup>.

$$\frac{dw}{dt} = \alpha \cdot G^{0,84} \cdot \Delta p$$

$\alpha$  is een constante die voor gel van 6 - 8 mesh 0,36 is (Tabel).

G is de gassnelheid in het bed: 215 lb/ft<sup>2</sup>. h.

$\Delta p$  is drukverschil van waterdamp van lucht met gel, in atm.

Voor evenwichtsvocht % geldt:  $w = 0,55 \frac{p_{gel}}{p_{verz}}$

$$H = \frac{10}{23} \cdot p_d$$

$$\frac{dw}{dt} = \alpha \cdot G^{0,84} (p_d - p_{gel}) = \alpha \cdot G^{0,84} (1,62 H - 0,82 p_{verz})$$

Meestal schrijft men nu  $\frac{dw}{dt} = K (H - c.w)$

$$K = 1,62 \alpha G^{0,84} = 1,62 \times 0,36 \times 2,92 = 1,69$$

$$c = \frac{1,82}{1,62} p_{verz} = 1,122 \times 0,00346 = 0,039$$

$$p_{verz} = 0,00346 \text{ atm.}$$

H = luchtvochtigheid. w = watergehalte gel.

Om deze adsorptie-snelheid te berekenen moeten wij op ieder tijdstip het vochtgehalte weten, zowel van de lucht (H) als van het gel (w).

Deze veranderen beide voortdurend in de loop van het proces.

Door ingewikkelde mathematische berekeningen, krijgt men tenslotte na integreren betrekkingen van H en w in afhankelijkheid van c, k, t, dikte van het bed, dichtheden, gassnelheid met Besselfuncties en e-machten.

Men heeft grafisch deze vergelijkingen opgelost. De grafieken die men heeft gegeven voor de oplossing, zijn o.a. ook  $\frac{H}{H_0}$  tegen ckt bij verschillende plaatsen in het silicabed.

Uit een dergelijke grafiek (zie Perry - nieuwe druk) is te vinden voor:

$$b \cdot t = 0,039 \times 1,69 = 0,0658$$

$$b \cdot t = 0,0658 \times 60 = 3,948 \text{ (dus voor 1 uur).}$$

Veronderstel  $\frac{H}{H_0} = 0,01$ ; uit grafiek volgt  $a \cdot x = 13$ .

$$x = \frac{13}{a} = \frac{13}{18,4} = 0,6 \text{ ft.}$$

$$a = \frac{\rho \cdot K}{G} = \frac{39 \times 1,69}{3,58} = 18,4$$

Wanneer wij 10 uur lang lucht doorleiden, dan is

$$\left. \begin{aligned} b \cdot t &= 0,0658 \times 60 = 3,948 \\ H/H_0 &= 0,01 \end{aligned} \right\} \rightarrow \text{grafiek} \rightarrow a \cdot x = 65$$

$$a = \frac{39 \times 1,69}{3,58} = 18,4 \quad x = \frac{65}{18} = 3,5 \text{ ft.}$$

De dikte van het bed is 3,5 ft = 106 cm.

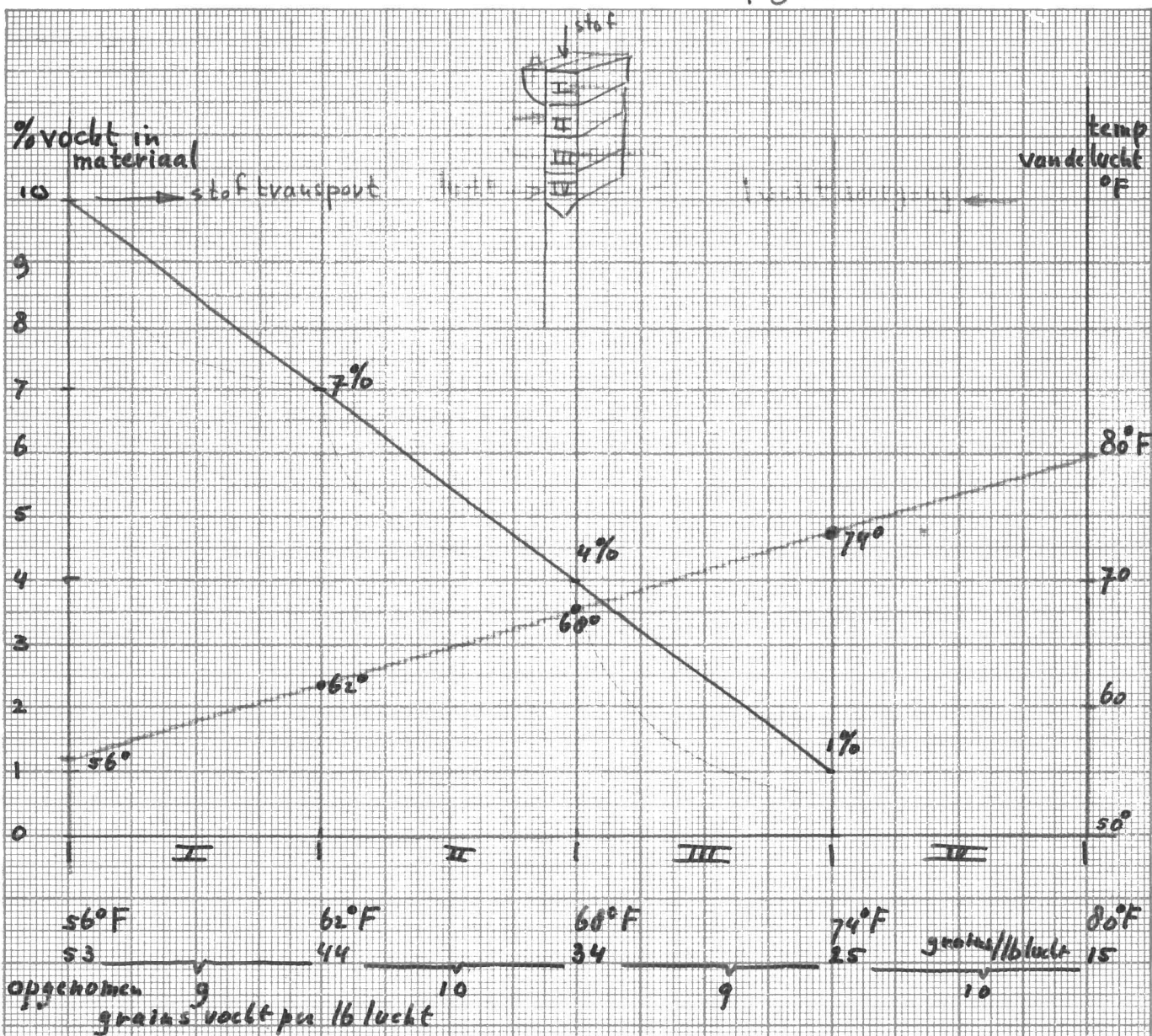
Diamter was reeds bepaald ca. 50 cm.

Gew. van het gel is  $2,3 \times 3,5 \times 3,9 = 314 \text{ lb.}$

Litt: Hougen en Dodge The Drying of Gases.  
 Perry Chem. Eng.  
 Moyer and Fittz Air Conditioning  
 Zimmerman and Lavinc Chem. Eng. Lab. Equipment.  
 Walker, Lewis, Mc. Adams

*Beachting moet is  
niet te duideljk*

*andrew  
guyt klardij. bidant  
en is op juist*



Droog tijden berekend voor elk deel

Totaal tijd  $20 + 19 + 22 + 20 = 80$  min wanneer wij als veiligheid voor deel II ook 20 min droogtijd nemen

In 80 min wordt  $1103 \text{ cm}^3$  gedroogd. ( $\pm 500\text{g}$ ) per truchter deel.

In 160 min is één deel de hele droger doorgezakt.

Dan is ook  $2 \times 1103 \text{ cm}^3$  gedroogd per 1 truchter (32 truchters totaal)

In 160 min ca  $1000 \text{ g} \times 32 = 32 \text{ Kg}$ .

Om de productia van 100kg te drogen is ca. 8 uur voldoende