

# De Fabricage van Tantal.

A. H. Hoebstra.

Juni 1950.

## Inleiding.

Het metaal Tantal wordt in de laatste jaren veel gebruikt in de chemische industrie als corrosie bestendig metaal.

De bestand tegen corrosie, vertoont veel overeenkomst met glas. Het is nl. niet bestendig tegen  $H^+$  en zw. alkali.

Het voor deel broen glas is zij veel groter mechanische sterkte.

Het enige erts dat voor de fabricage van Ta in aanmerking komt, is het tantaliet. Het tantaliet bevat altijd Niobium. Breekt het erts meer dan Niobium dan Tantal, dan heet het niobiet.

Als uitgangspunt hebben we het tantaliet uit West Australië gekozen, dat de volgende gemiddelde samenstelling heeft.

Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	70%
Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	12.5%
FeO	2%
MnO	12.5%
TiO <sub>2</sub>	1%
SnO <sub>2</sub>	1%
SiO <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> enz.	1.7%

In 1944 bedroeg de prijs van dit erts 203 \$/lb

In 1944 bedroeg de wereldproduct 350 ton Ta.  
De prijs was 143 \$/kg.

De productie van de door ons ontworpen fabriek is op een productie van 50 ton Ta per jaar gericht. Deze productie vertegenwoordigt op basis van gemiddelde prijs, een bedrag van ca. 1 \$ 7 miljoen.

Mit bestaande tape De  
Mechanische  
sterkte  
verschillen  
aankomst

Protho die metho dem.

He breeding can be Ten val, in best proof, part  
elg'd rise his to Ta Ey.

Am dot his to Ta Ey de homer, knower are down  
are you wogon.

4. gemolten can delin' could with No 17 gemolten  
thirly not part No 3 Ta 0,9, but in verance  
elali oflowing mof to part i.

No mdrandi p.e. smelt cross his No 3 Ta 0,9  
ofpfi. lberne. But don delant i. when sent  
limin' ams no boat figth, em.

But the words his don about on part i  
beantel mms, Ta 0,9: 5:120, Not my sent.

in night in not No 2, 5:120, 7:100 he 0e  
de hlythopythm in myten garden of pefil thure  
a of pefil in a 11:00. Pefil in verance  
to: 12 old. her, then pefil: lber to Ta Ey in  
elgion No 6 he a 7:10 in ofl.  
lin in his deli: vli in his to Ta Ey i. verance.

5. gemolten can delin' could not to 17 gemolten

the not part to Ta 0,9, but of the time i. in  
verance elali em at his to No 3, 0,9.

For Mr em. verance of not to be hlythopythm  
a verance of pefil thure.

Am the hlythant except mms 12:00 old. the  
he don part in - no of part his deli: vli em not.

He not hly of the verance of pefil thure,  
verance em in pefil in thure not verance.

No 3 Ta 0,9 + 1:100 2 0:120 1 8 Ta 0,9 + 1:100.

But Ta 0,9. 5:120, verance wings 1 and No 2, 5:120  
verance verance elali mms a gemolten.

He better the verance methode together, mms  
him but in. No 17 cut pefil thure em  
em the don part. his with his smelt, but a  
mms  
verance mms em not verance mms 12:00 in the  
em em verance pefil thure hly gem.

de hlything of. Gemolten not del to Ta Ey  
don not verance & methode em pefil thure.

a. Reductie met Na.



lit: Bios Map. 047.

b. Electrolyse van  $K_2TaF_7$  +  $Ta_2O_5$  in een gesmolten KF KCl mengsel.

lit: Ind. Eng. Chem. 23 (1931) 643.

$Ta_2O_5$  kunnen we maken door hydrolyse van  $Ta_2(SO_4)_5$ , dat op zijn beurt gemaakt wordt uit  $K_2TaF_7 + H_2SO_4$ .

lit: Gen. Inst. Mining and Met. 129 (1942) 71.

Wij hebben de electrolyse methode gekozen, omdat daarbij een grover poeder metaal poeder ontstaat, hetgeen door de metalurgische industrie geïmpreferred wordt.

Wij hebben het proces gesplitst in:

- 1<sup>o</sup> de bereiding van  $K_2TaF_7$  uit dandeliet
  - 2<sup>o</sup> de verwerking van  $K_2TaF_7$  tot Ta poeder.
- Het 1<sup>o</sup> deel is behandeld door de heer H. Bol.

Beschrijving v.d. geschiedende fabriek.

Het eerste deel v.d. fabriek levert per uur 12,075 kg droog  $K_2TaF_7$  af.

Bij de electrolyse willen we gelijke gewichten delen  $K_2TaF_7$  +  $Ta_2O_5$  verwenden.

(Ind. Eng. Chem. 23 1931 673.)

We moeten daarom eerst een deel v.b.  $K_2TaF_7$  ontsluiten met gr.  $H_2SO_4$ .

Bij het ontsluiten ontstaat  $H_2F$ . We moeten de  $H_2F$  damp onschadelijk maken door:

- a. absorberen in  $H_2O$  of afval loof.
  - b. condenseren en in het bedrijf terug staren.
- Mit economische overwegingen zijn we tot het laatste besloten.

Men ontslaat bij het ontsluiten van het  $K_2TaF_7$  2,96 kg  $H_2F$  streekt we in het 1<sup>o</sup> deel 7 kg nodig hebben (alles per uur)

De met bekende 4,04 kg zullen we maken uit  $CaF_2 + H_2SO_4$ .

App. no 1. Hierin wordt  $CaF_2$  met gew.  $H_2SO_4$  behandeld. De ontst. kist-ketel is voorzien van een langzaam roterend roerwerk. De ketel moet bestend zijn tegen  $HF$  en  $H_2SO_4$  en wordt uit gevormd van Cu Ni alloy 70/30. De ontst. kist-ketel moet verwarmd kunnen worden en is daartoe in een 2<sup>e</sup> ketel geplaatst. Hierin bevinden zich elektrische verwarmings-elementen en ~~een~~ Dowtherm. De condensende Dowtherm levert de benodigde warmte aan de ontst. ketel. Dit is de methode van verhitten heeft dit grote voordeel, dat de grootte regelmatig is, zo dat we een constant stroom  $H_2F$  kunnen afvoeren.

De grootte v.v. ketel kunnen we als volgt bepalen.

We willen 4,04 kg  $H_2F$  produceren.



Therv. maken we toevoegen:

$$\frac{4.04}{2 \times 20} \times 98 = 9.9 \text{ kg } H_2SO_4$$

$$\text{en } \frac{4.04}{2 \times 20} \times 78 = 7.9 \text{ kg } CaF_2$$

We nemen een overmaat  $H_2SO_4$  n.l. 20 kg 98% en een kleine overmaat  $CaF_2$  n.l. 0.5 kg.

Hierin we een ketel met een inhoud van 20 l dan is dit ruim voldoende.

$CaF_2$  en  $H_2SO_4$  worden boren door een zij v. d. afsluider, voorzien v.v. trechter, in gevormd.

$CaSO_4$  en de overmaat  $H_2SO_4$  wordt met water uit de ketel gespoeld en gaat naar een afval put. Met stoom wordt de ketel droog geblazen en een volgende charge kan bewerkt worden.

Dit is de rijen v.v.  $H_2F$  moet geschieden in:

$$\frac{4.04}{7} \times 60 = 35 \text{ min. Voor eenigen drogen en zullen res. dert 25 min.}$$

Gebuit  $CaF_2$ ?

Womst HF technisch  
Droog gevormd

Bakketel met stooms.

Opp. no 2.

In deze ketel wordt  $K_2TaF_7$  met  $H_2SO_4$  90% ontsloten. De uitvoering en methode zijn gelijk als bij de vorige.

De vraag die zich hier voordoet, is, hoeveel  $K_2TaF_7$  moeten we ontsluiten, op dat we gelijke gewichts how.  $Ta_2O_5$  -  $K_2TaF_7$  krijgen.

Dit vinden we als volgt:

2 mol  $K_2TaF_7 \rightarrow$  1 mol  $Ta_2O_5$ .

$K_2TaF_7$  391.9

$Ta_2O_5$  441.0

We ontsluiten  $x$  kg.  $K_2TaF_7$ .

Er blijft over:  $12,375 - x$  kg

en er ontstaat:  $\frac{441.0}{2 \times 391.9} \times x$  kg  $Ta_2O_5$ .

$$\frac{441.0 \times x}{2 \times 391.9} = 12.075 - x. \quad x = 0,105 \text{ kg.}$$

Bij het hebben we aangenomen, dat er geen  $Ta_2O_5$  verloren gaat bij de hydrolyse en filtratie.

De proef v.d. ketel berekenen we als volgt:



De theor. benodigde how.  $H_2SO_4$  bedraagt:

$$3 \frac{1}{2} \times 0,105 \times \frac{98}{90} = 7.09 \text{ kg.}$$

We nemen een 391.9 overmaat v.d. is 15 kg 90% en ketel van 20 l. is dus ruim voldoende.

Gez het ontsluiten ontstaat:

$$\frac{14}{2} \times \frac{20}{391.9} \times 0,105 = 2.96 \text{ kg } HF.$$

Het ontsluiten moet geschieden in:

$2.96 \times 60 = 177$  min. Voor het legen, schoonmaken en vullen, resteren 35 min.

Opp. no 3.

In tegenstelling tot de ketels 1-2, die in batch werken, is het de sprake dat de koeler continue werkt.

Ketel, en worden in bewerking afgevoerd en met rodding, dat we een zo goed mogelijk constante stroom af krijgen.

Via een afvoerleidingen komt de damp eerst in een spat van ger, waar een smel mee.

geslunde wavel van deeltjes worden afgescheiden.  
Vervolgens komt de damp in een buis koeler.  
Deze koeler bestaat uit twee concentrische buizen,  
waaronder de binnenside met pek is  
geboeld wordt.

De stomeleidingen, spatvanger en koeler  
worden uitgevoerd van Cu Ni alloy 70/30.  
We hebben ons afgevraagd, of als koelend medium  
een verdamperde ammoniak gebruikt kon  
worden. Wij zijn hiertoe niet overgegaan,  
omdat er dan de zware eisen gesteld worden  
aan het materiaal v.d. koelbuis.

Cu Ni gasfijter  
Inwendig buis te f-Ni 3  
Cp-menging f-Ni 0.4

App. 4. Het hydrolysevat bestaat een een  
staalen (Stain less 35) vat van ca 300 l.,  
voornamelijk van v.c. van v.c.

In het vat begint zich 250 l. kokend water,  
waarin het Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (50 g) te H<sub>2</sub>O te 50 g mengsel  
in vordt uit te geden.

Na het uitgiden looft men nog 10 min op door  
stoom in de blaren.

Het Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> hydrolyseert volkomen tot  
het en op los van Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> · 5H<sub>2</sub>O.

App. 5. Een handred pomp pumpt de nog warme  
suspensie naar de filter pers.

De pomp is van staal (Stain less 35) uitgevoerd.

App. 6. Voor de filter pers hebben we een kleine  
platen pers, labri kaart Haba, gekoren.  
Het de platen v.d. kleinste pers hebben  
nog een afmeting 47 x 47 cm.

Het totaal filterend opp. per plaat  
bedraagt  $2 \times 47^2 = 44 \text{ dm}^2$ .

De pullen 2 platen gebruiken met een totaal  
opp. van  $2 \times 44 = 88 \text{ dm}^2$ .

We maken af te filteren:

$$\frac{5.31.0}{2 \times 391.9} \times 0.105 = 5.50 \text{ kg Ta}_2\text{O}_5 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$$

$$\text{Mol. gew. Ta}_2\text{O}_5 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 531.0. \text{ Mol. gew. te Ta}_2\text{O}_5 = 391.0$$
$$2 \text{ te Ta}_2\text{O}_5 \rightarrow 1 \text{ Ta}_2\text{O}_5 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$$

Gen Am<sup>2</sup> filter opp. retich af  $\frac{5500}{90} = 6.24$  g loek.  
sp. koek 7,3.

Lichte koek:  $6.24 = 100 d \times 7.3$ .  $d \approx 0.9$  mm.

In dien be de filtratie in 25-40 min kunnen  
uit voren, dan is een by dro lye sat voldoende.  
Als d een stevige materiaal passen we stank  
(stein less 25) toe.

Het filter koek moet van een zeer bestendige  
veril gemaakt zijn.

Opp. 7. In de droogoven fabr. Surface Comb. Co.  
cat. no 227 ball. 6, wordt het  $Ta_2O_5 \cdot 5H_2O$   
uist voor gedroogd en dus lichte by 70°C ge-  
glijd tot het  $Ta_2O_5$ .

De oven wordt met gas verhit. De vlemmen  
spelen over los op gestapelde van vaste stenen  
overop de van vaste stenen bak is geplaatst, die  
het te glijen  $Ta_2O_5$  bevat.

De hete rook gasen worden benut om in een  
kambroom gelijgen stage het  $Ta_2O_5 \cdot 5H_2O$  voor te  
drogen.

De van vaste stenen bakken hebben een binnen-  
afmeting van  $20 \times 25$  cm.

De lye die te d bedroogt:

$$d \times 20 \times 2.5 \times 7.3 = 5.5. \quad d = 1.4 \text{ cm.}$$

Een bak is voldoende om de van productie te  
beveiligen.

We kunnen dus, van voor drogen en van glijen.

We kunnen per van af:

$$\frac{441.0}{2.291.9} \times 0.105 = 4.57 \text{ kg } Ta_2O_5.$$

De elektrolyse v. h.  $Ta_2O_5$  - te  $TaF_7$ .

$Ta_2O_5$  - te  $TaF_7$  worden by 750°C opgelost  
in gemolten  $CaCl_2$ .

De elektrolyse wordt uit gevoerd in een ni pot,  
die devens als kathode luygert. Als anode  
dient een koolstaaf dienst.

We zullen eerst een nagaan, wat er by de  
elektrolyse gebeurt.

Kirkm Braat, Trans. Chm. Soc. 70 (1922) 231

Met een  
water en  
prens)

Wilt?

Steen  
filters

hebben de ontledings spanning van  $KCl$ ,  $K_2TaF_7$  -  
 $Ta_2O_5$  reeds bepaald.

Hij kwam tot de conclusie, dat bij een lage  
lading  $K_2TaF_7$  ontleedt, doch dat bij hogere  
spanning  $Ta_2O_5$  ook gaat ontleden.

Werkt men met een lading van  $2,5V$ ,  
dan reducteert men  $K_2TaF_7$  en  $Ta_2O_5$ .

Men kan zich afvragen, waarom men niet  
reduceren  $K_2TaF_7$  elektrolytisch reducteert.

Dit geschiedt daarom niet <sup>om</sup> het is dan een andere  
stroom optuut. Door de koolstaaf wordt niet  
meer door de elektrolyt bevochtigd. Er ontstaat  
een gasfilm om de koolstaaf, waarin lichtbogen  
getrokken worden. Het stroom rendement wordt  
hierdoor zeer ongunstig beïnvloed.

De resultaten hebben de volgende  
beschrijving van de elektrolyse uitgewerkt.

De gasafgifte resultaten ontbreken nu bij de  
volgende samenstelling:

$KCl$  200 g.  $KF$  280 g.  $K_2TaF_7$  100 g.  $Ta_2O_5$  100 g.

Wanneer de elektrolyse werd toegevoerd:

100 g  $K_2TaF_7$  en 100 g  $Ta_2O_5$  (reeds verbruikt)

200 g  $KF$  en 400 g  $KCl$  reeds verdamping.

Na 4 h. elektrolyse was er 226 g  $Ta$  gevormd.

Als reductieproducten ontstonden de gassen:

$CO_2$  en  $CO$   $F_2$  en  $Cl_2$ .

In welke mate het  $F_2$  met gesmolten  $KCl$  zal  
reageren is niet bekend.

In elk geval moet de elektrolyse in een afsluiting  
inrichting geplaatst worden en moeten de  
kathoden met water onschadelijk gemaakt  
worden.

Wanneer we aannemen, dat evenveel  $Ta_2O_5$  als  
 $K_2TaF_7$  gereed is, dan blijft het er af  
 $Ta_2O_5$  en  $K_2TaF_7$  is ongereed:

$$g = \frac{2 \times 200 \cdot 9}{441,0} + \frac{200 \cdot 9}{391,0} = 226 \rightarrow g = 176 g$$

De koolen wordt het  $Ta$ -rook mengsel in  
een rookhamer molen gemalen. Het rook  
wordt van het metaal af getrokken.

Het metaal is nu. Tijdens de elektrolyse niet gesmolten  
en wordt als poeder afgevoerd.  $F_{Ta}$  2850°C.

Leads de reden?  
komst hint opgegeven.

Per welke tijd?  
Per 4 1/2 h.



De bouw verwerkt, lot:

0.0 - 0.72 = 5.28 by Ta<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

~ 5.20 by K<sub>2</sub>TaF<sub>7</sub>

In bouw moet verwerkt worden

0 x 4.5? = 20.42 by Ta<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

20.70 by K<sub>2</sub>TaF<sub>7</sub>

Wij hebben nodig  $\frac{26.42}{5.20} = 5$  lotten.

Wij nemen echter 0. ... een voor reserve.

Ta prod. reserve.  $\frac{180.9}{591.9} \times 12.075 = 5.06$  by.

App. 9. Het absor.

Wij mogen de afzetting, die Cl<sub>2</sub> - F<sub>2</sub> bevoelden  
niet zonder meer absorberen. De gassen worden  
door een schakelaar in een speciale absorptie  
toer gevoerd, waarin we afval loof met het  
dust v.d. strijk propaanen.

De toer is van binnen met esfelt bepleisterd.

App. 10. Na afkoelen v.d. potten wordt de inhoud  
in een hamermolen fijn met lucht verhouding  
gevoerd.

De kleine de molen, Labr. Raymond ont. 248  
heeft voor dit doel nog een heel de grote  
capaciteit. en is indenmiddelen in bedrijf.

App. 11. De rosten worden in linnen zakken rapken  
verzameld. Voor een hefboom stelsel kunnen  
deze rapken niet gebruikt worden. en de rosten  
beveelden afgevoerd.

De rosten worden geanalyseerd, gesap bleed  
en heren in het bedrijf terug.

App. 12. Op een wildat by dezel worden de laatste  
poot rosten v.d. Ta poeder verwijderd.

En Wildat by dezel bestaat uit een geïsbeld  
vlak het in de lengte richting der is stels  
werk en in de richting ~ daarop veel  
sterker heft. Chem Eng. Sept 1948. 52.

De dezel krijgt een in de lengte richting  
der is stels vullende beweging.

Het Ta poeder wordt met water op de dezel

Waarom wordt  
het door de toer  
loof  
Op succendul terug  
te wraam.

Oplossing heeft  
hoorn. Bites doel-  
bevest oplossen te water

Asst. Zout zuil  
in water op

gebruikt.  
Door de grillende beweging sprekt het zout de-  
lijk zachte zout met het water voor de  
rijthels v.g. wordt aan de zij kant v.d.  
bodem op gevingen en afgevoerd.  
Het vordelyk even dan aal volgt de  
rijthels en wordt een bit benaam in de v.d.  
bodem met een deel v.b. water of gevingen.  
Het vordelyk even dan aal volgt de  
rijthels en wordt een bit benaam in de v.d.  
bodem met een deel v.b. water of gevingen.  
Het vordelyk even dan aal volgt de  
rijthels en wordt een bit benaam in de v.d.  
bodem met een deel v.b. water of gevingen.

Water

Kon dat zuil  
andere

App. 13. In v. denon schotels wordt het 5e proef  
of een storm van gevingen. Chem. Eng. Sept 1940.  
Men vordelyk even dan aal volgt de  
rijthels en wordt een bit benaam in de v.d.  
bodem met een deel v.b. water of gevingen.

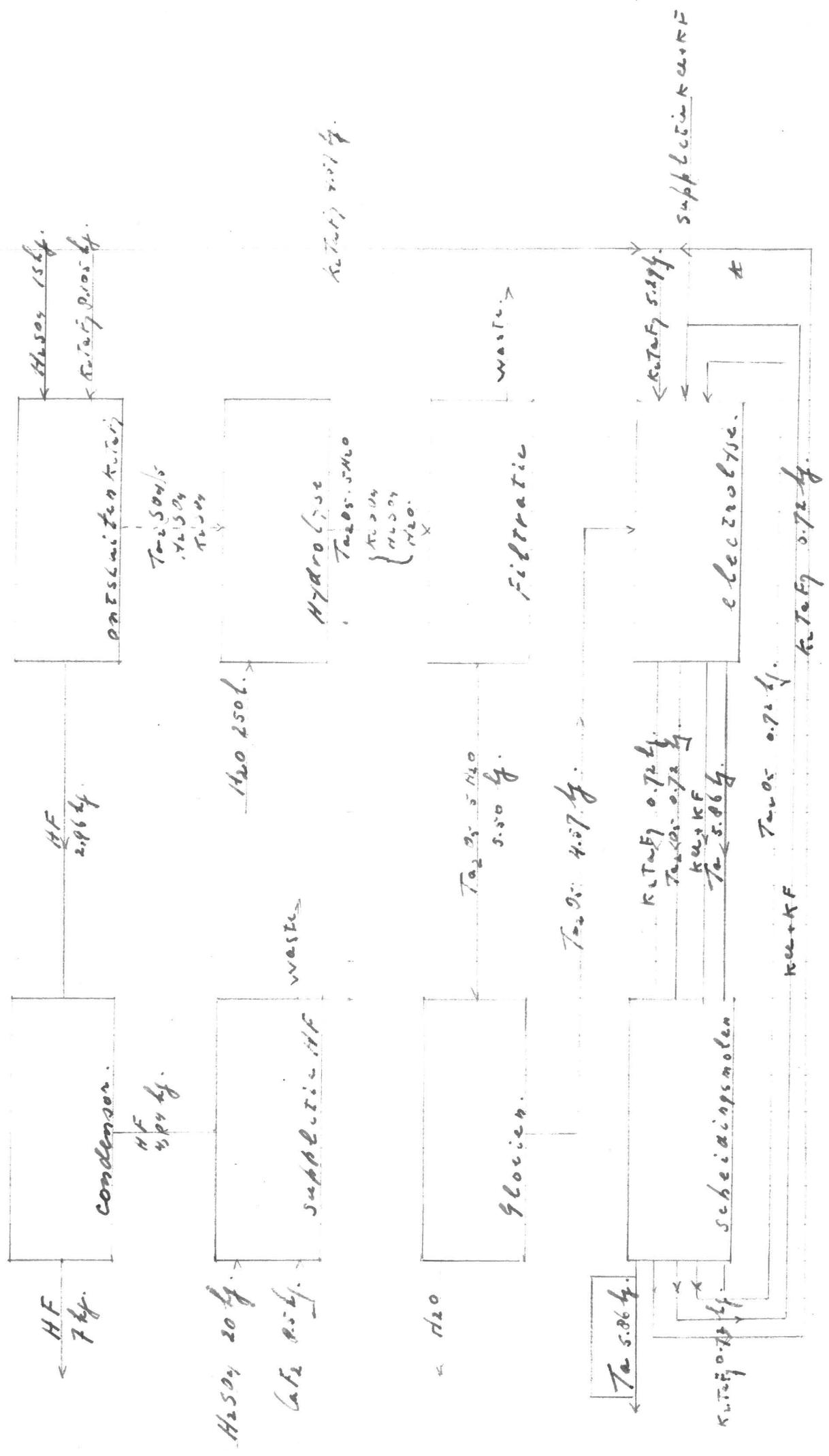
App. 17. In kleine silt's wordt het metaal.  
pouwen of gevingen en aan de metallurgische  
bedrijven afgevoerd.  
Deze bedrijven sinderen het in storm gefuse te  
pouwen in v.d. v.d. en kernen deze staren  
in het platen.

Rit.

C.W. Balke Ind. Eng. Chem.	21	(1929)	1002.
Diggs - Hillier Labl.	id	23	(1931) 643.
C.W. Balke	id.	27	(1935) 1186.
R. Kirk - W. Brett. Trans. Elec. Soc.	70	(1935)	231.
Min. Yearbook	47-49		
Bios Pap.	9:7.		
C.W. Balke	Chem. and Ind.	1940	83
H.A. Rue	Chem. Eng.	55	Sept 1940 110.
Konstul Co.	id	55	Sept 1940 152
Myers Neill Greenwood.	Proc. Aust. Inst. Mining and Met.	129	41 1943
Hydroshiff velt, rivier de over bruggen. Referaat in C.A.	37	6826	(1943)

# Material balance per run.

K<sub>2</sub>TaF<sub>7</sub> 12.675 g.



Berekening v.e. condensor voor fluorwater-  
stofruim.

Ontwerp.

Waarom niet  
Antisoon  
(keem, verlies aan  
rijfom?)

De binnen HF damp condensen in een con-  
centrisch buisensysteem.

De binnen buis wordt met pekel gevuld,  
en de damp stroomt in de gasstroom langs  
deze buis.

Koelbuis en mantel zullen we uitvoeren  
van Cu/Ni alloy 70/30. Dit materiaal heeft  
een thermische geleidbaarheid:  $k = 17 \text{ B.t.u. / (hr. sq. ft. } ^\circ\text{F.)}$

Capaciteit.

De willen met de te onoverpeur condensor  
per uur 7 kg vervaardigde HF damp condensen.  
We nemen aan, dat de dampstroomregel-  
matig is.

Koelend medium.

Hiervoor gebruiken we een NaCl opf.  
 $d = \frac{1}{15}$  1.14

De pekel komt bij  $-10^\circ\text{C}$  in de condensor  
en verlaat deze bij  $-5^\circ\text{C}$ .

De pekel bevat 5 li b, en in de buisruimte heeft  
een niet afrekening plaats. Als "scale depo-  
sit" factor hebben we 500 genomen.

Opmerking.

Over de buisruimte hebben we een glasman,  
dat geen veronting opstreekt.

Een kortere theoretische beschouwing.

De moeten eerst de binnen diameter van  
de koelbuis gaan bepalen.

De pekel moet een voldoende smeltheid hebben,  
dat het de geleid. factor is dan  $\frac{3200}{(2 \times 4000)}$ , bovendien  
niet veel kleiner, dan  $\alpha$  dan de capaciteit  
van de pekel pomp ook afgevoerd moet worden.

4000

Mit de hooftkijl HF die geleiden send. moet  
worden, en uit de condensatie vermits.  
vinden we de hooftkijl vermits die afgevoerd  
moet worden.

Deze hooftkijl vermits neemt de pekel p  
en in dan gelijk van de temp. stijging v.d. pekel  
 $\times$  de soort. vermits pekel  $\times$  hooft. pekel.

Went...  
Went...

(1)  $Maas: R_{cl} = \frac{D \cdot f}{\mu}$        $D$  diameter in ft.  
 $f$  mass velocity in lb/hr sq ft.  
 $\mu$  viscositeit in lb/hr ft.

(2)  $f = \frac{w}{s}$        $w$  hoeveelheid pekel in lb.  
 $s = \frac{\pi}{4} D^2 \cdot v$        $v$  19 ft.

(3)  $Cl = 11$  geps.  $R_{cl} = \frac{4w}{\pi D \mu} \approx 4000$ .

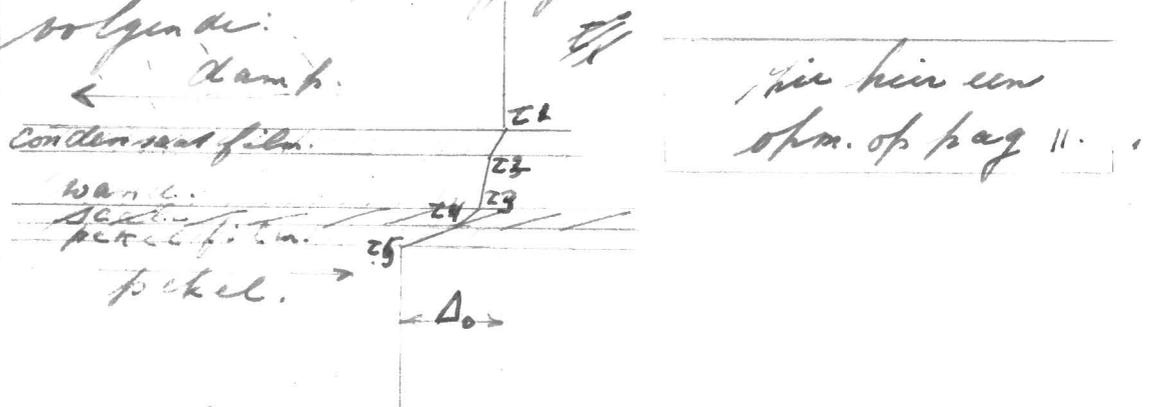
Vergl. 3. levert een maximale pijp diameter.

Hiernaast...

Mit handelsmeten kiezen we een diameter type dat hier aan voldaan is, maar dat anders dan een constructieve eis is voldaan, nl. dat de verdichte caemm bedraagt.

Vervolgens gaan we de lengte van het bad een stukje bepalen.

Schematisch voorgegeven hebben we het volgende:



De how. warmte  $Q_2$ , die per tijd eenheid door een oriëntig klein stukje v.d. condensaat-film gaat, is gelijk aan  $Q_2 = h_v \cdot dA_1 \cdot (T_1 - T_2)$ . We beschouwen een klein onzijdig stukje van dezelfde hoeveelheid  $Q_2$  gaat ook door het met  $dA_2$  corresponderende oppervlak van de wand, van de scale laag en van de pekel-film.

$$Q_2 = h_v \cdot dA_1 \cdot (T_1 - T_2) = \frac{h_w}{\Delta x} \cdot dA_2 \cdot (T_2 - T_3)$$

$$= \frac{h_s}{\Delta x} \cdot dA_3 \cdot (T_3 - T_4) = h_p \cdot dA_4 \cdot (T_4 - T_5)$$

In deze vergl. neemt men h de film coeff. rijk  $h_w = h_s$  is de therm. geleidbaarheid van wand resp. scale.

Als  $d_0$  is de dikte van wand resp. scale laag.  
 Eliminieren we in deze vgl.  $\epsilon_2, \epsilon_3, \epsilon_4$   
 in vergelijkingen van  $\epsilon_1 - \epsilon_5$  door  $d_0$   
 dan vinden we:

$$\epsilon_0 = \frac{d_0}{h_1 d_1} + \frac{d_0}{h_2 d_2} + \frac{d_0}{h_3 d_3} + \frac{d_0}{h_4 d_4}$$

(41) of  $d_0 = \frac{\epsilon_0}{\frac{1}{h_1 d_1} + \frac{1}{h_2 d_2} + \frac{1}{h_3 d_3} + \frac{1}{h_4 d_4}}$

We voeren nu in de overall coeff.  $U$ .  
 Deze grootte is of te zeggen als een  
 thermische geleidbaarheid per opp. eenh. per  $^\circ C$ .  
 en wordt gedefinieerd door:

(42)  $\frac{1}{U d_0} = \frac{1}{h_1 d_1} + \frac{1}{h_2 d_2} + \frac{1}{h_3 d_3} + \frac{1}{h_4 d_4}$

(43) Subst. in (41) geeft  $d_0 = U d_0 d_1$

Op de vorige pag. hebben we het opp.  $d_1$   
 ingevoerd. Het gezicht kunnen we  
 zien voor kiezen een klein cylind. die bij  
 met inn. diam.  $D_u$  en uitw. diam.  $D_u + 2L$   
 de lengte  $L$  h. cyl. is  $d_1$ .  
 Da is de buiten  $\bar{T}$  v.d. koelbuis.  
 $L$  is de dikte v.d. condensaat film.  
 Van deze cyl. nemen we het "gemiddeld"  
 opp.  $d_1$  gelegen tussen binnen- en buitenopp.  
 v.d. cyl. als volgt  $d_1$ .  
 Het gem. opp. is gedefinieerd als  
 $\frac{\text{binn. opp.} - \text{inn. opp. vlak}}{\ln \frac{\text{binn. opp.}}{\text{inn. opp.}}}$

$$d_1 = \frac{\pi (D_u + 2L) - \pi D_u}{\ln \frac{D_u + 2L}{D_u}} = \frac{\pi (D_u + 2L) - \pi D_u}{\ln \frac{D_u + 2L}{D_u}}$$

Men is  $L \ll D_u$ .  
 Verder is bekend dat:  $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{x}{\ln \frac{a+x}{a}} = a$   
 $d_1 = \pi D_u d_1$

$\Delta Q_2$ . Dit is het met  $\Delta Q_1$  corresponderende opp.  
 Het opp. is <sup>het gem. opp.</sup>  $\Delta Q_2 = \pi (D_2 - D_1) \Delta l$  met de em.  $D_1 - D_2$   
 $\Delta Q_2 = \frac{\pi D_2 \Delta l}{\pi D_1 \Delta l}$

$\Delta Q_3 = \Delta Q_4$ .

Dit zijn de gem. opp. v. d. cylinder mantels  
 met de em.  $D_1$  en  $D_2 - 2s$  resp.  $D_2 - 2s$   
 en  $D_2 - 2s - 2s'$ .

$s$  is de dikte v. d. scale laag.

$s'$  " " " " pekel film.

$s \ll D_1 \ll L \ll D_2$

$\Delta Q_3 = \pi D_1 \Delta l$

$\Delta Q_4 = \pi D_2 \Delta l$

In vergl. (5)  $\Delta Q = \Delta Q_0 = \Delta Q_1$  hebben we een  
 opp.  $\Delta Q$  in gevond. Hiervoor kies ik men  
 dat opp. van de film con de lent,  $\Delta Q_2$ .  
 van de film de probeke vustend bial  
 tegen warmte overdracht.

Met de berekening zal blijken, dat dit een  
 de pekel kant is.  $\Delta Q = \pi D_1 \Delta l$ .

In gebid in 4 a) levert ons dit  $\Delta Q$ .

Door vergl. (5) te in te voeren, vind ik voor het  
 totaal benodigd opp. in das de lengte van  
 het systeem.

Nu variëren echter de parallel  $\Delta Q_0$ , doch  
 het zal blijken, dat  $\Delta Q$  lineair is in  $\Delta Q_0$   
 en kunnen we schrijven:

$$\frac{\Delta Q_0}{\Delta Q} = \frac{M_1 \Delta_2 - M_2 \Delta_1}{M_1 \Delta_2 + M_2 \Delta_1}$$

$M_1$  is de overall coeff. van de pekel binnen kant

$\Delta_1$  is het temp. verschil tussen damp-pekel.

$M_2$  is de overall coeff. van de pekel de  
condensor verlaat

$\Delta_2$  is het temp. verschil tussen damp-pekel.

De film coeff. hv. aan de damp zijde  
 berekenen we met de behulp v.d. formule

$$\frac{h_v D}{k_L} = 0.73 \sqrt{\frac{2 g \rho_f^2 D^3}{k_L \mu_f \Delta}}$$

Hierin is:

- $D$  diam.
- $k_L$  thermische geleidbaarheid v.H.F.
- $\rho_f$  de dichtheid v. H.F.
- $\mu_f$  de viscositeit v. H.F.
- $g$  de condensatie warmte / gewichts eenheid.
- $\Delta$  de versnelling v.d. vloeistof.

$\Delta = t_v - t_{w_1}$   
 $t_v$  de temp. v.d. verzadigd de damp.  
 $t_{w_1}$  de temp. v.d. wand (aan de damp zijde)  
 $t_f = \frac{t_v + t_{w_1}}{2}$

De film coeff. hv. aan de vloeistof zijde wordt  
 gegeven door:

$$\frac{h_p}{c_p \mu_f} \left( \frac{c_p \mu_f}{k_L} \right)^{2/3} = 0.23 \left( \frac{D g}{\mu_f} \right)^{-0.2}$$

Hierin is:

- $c_p$  de soortelijke warmte v.d. pekel.
- $\mu_f$  de massa smeltk. =  $\frac{w}{s}$
- $w$  de hooft. pekel per uur.
- $s$  oppervlakte v.d. doorsnede v.d. pekelstroom.
- $\mu_f$  de viscositeit.
- $k_L$  de therm. geleidbaarheid.
- $D$  de diam.

$t_f = \frac{t_{w_2} + t_p}{2}$   
 $t_{w_2}$  de wand temp. aan de pekel kant.  
 (in ons geval de temp. v.d. scale laag  
 aan de pekel kant.)  
 $t_p$  de temp. v.d. pekel.

Het verloop v.d. berekening.

We nemen een temp.  $t_{w_1}$  en  $t_{w_2}$  aan.  
 Deze aanname levert ons een  $h_v$  en  $h_p$ .  
 Insubstitueerd in (4) vinden we een  $h$ , die  
 behoort bij  $t_{w_1}$  en  $t_{w_2}$

Ma moet echter steeds voldaan worden aan de voorwaarde, dat:

$$\frac{\frac{1}{h_v} \frac{d\alpha_1}{d\alpha}}{d\alpha} \times \Delta_0 = T_v - T_w,$$

en  $\frac{1}{h_p} \frac{d\alpha_2}{d\alpha} \times \Delta_0 = T_w - T_p.$

Door "proberen" worden nu dit min of meer bereikt.

De berekening.

Hoewelheid per uur.

De berekening is gevonden in het Engels een heel stukje.

Per uur condenseert  $\frac{7}{0,4536}$  lb H.F.

Verd. ruimte 373 Cal<sub>1 kg</sub> =  $\frac{373}{1,800}$  B.T.u./lb.

Per uur moet afgevoerd worden:

$$\frac{7}{0,4536} \times 373 \times 1,800 = 10370 \text{ B.T.u.}$$

Wanneer 1 lb. pekel van 14° tot 23° i in temp. stijgt neemt daar how. op:

$$1 \times 0,815 \times 9 = 7,335 \text{ B.T.u.}$$

Low. Na d. op. d. 1,14 = 0,815

De hebben per uur nodig  $\frac{10370}{7,335} = 1414$  lb

pekel nodig. Het min Gr. getal moet  $\approx 4000$  zijn (aan waar van de pekel het kondenseert).  
 Gr. f. I. g.  $\mu = 3,40$  c. Poise bij 14° F  
 $\mu = 3,40 \times 2,42$  lb/m. ft.

$$G_c = \frac{D^3}{\mu} = D \frac{1414}{\frac{\pi}{4} D^2 \times 3,40 \times 2,42} \approx 4000$$

$$D \approx 0,055 \text{ ft} \approx 0,658 \text{ inch.}$$

$$\Delta = 67 - t_w,$$

$$t'f = \frac{67 + t_w}{2}$$

Grafiek II geeft  $\rho_f$  of  $\rho_f$  als functie van  $t'f$ .

De grafiek III hebben we  $h_v$  als functie van  $t'f$  weer te geven.

De volgende

$t'f$	$\Delta$	$h_v$
67	14	1490
66	11	1600
64	8	1750
62	6	1870
62	4	2130
61	2	2540

$$= 0,023 \left( \frac{\rho_f}{\mu_f} \right)^{-0,2}$$

voor:

tot een constante

the. s. v.  $^{\circ}F/15$ .

$\rho_f$  in  $\text{lb}/\text{ft}^3$ .

Grafiek IV geeft  $\rho_p$  als functie van  $t_w$ .  
A. p. voor de pekel en damp van  $14^{\circ}F$  heft.

We kiezen als hoelbois: 7/8" no 12.  
 $\bar{L}$  inn. = 0,657"  
 $\bar{L}$  midt = 7/8"  
 vand alle 0,109"

1 cb. ft. pekel veegt:  
 $1,14 \times 0,9991 \times 10^3 \times 0,0624 = 71,067 \text{ lb.}$   
 En nu. feet door en downsonde:  
 $\frac{1414}{3600 \times 71,067} = 0,00552 \text{ cb ft.}$

Stoff. ve. downsonde is  $\frac{0,3390}{144} \text{ sq. ft.}$

De gem. stroom snelheid =  $\frac{0,00552}{\frac{0,3390}{144}} = 2,35 \text{ ft/sek.}$

Berekening van  $h_v$ .  
 In form. 9)  $\frac{h_v D}{h_f} = 0,73 \sqrt{\frac{2g P_f^2 D^3}{h_f \mu_f \Delta}}$

komen de volgende constanten voor.  
 $D = \frac{0,657 \times 0,075}{12} \text{ ft.}$

$\Delta = 373 \times 1,8 \text{ B.T.U./lb.}$

$g = 4,18 \times 10^8 \text{ ft/hr}^2$

Verder hebben we  $\mu_f$ , als functie van  $h_f$ , uitgedrukt in c. Poise.

$\mu_f \text{ in c. poise} \times 2,42 = \mu_f \text{ in lb/hr. ft.}$

$P_f$  hebben we, als functie v. t. f.  $\frac{1}{L}$ , uitgedrukt in  $h_f/\text{dm}^2$

$P_f \text{ in } h_f/\text{dm}^2 \times 10^3 \times 0,0624 = P_f = \text{lb/cb ft.}$

We krijgen:  
 $h_v = 0,73 \sqrt{\frac{373 \times 1,8 \times 4,18 \times 10^8 \times (0,657/12)^3}{2,42 \mu_f \Delta \frac{0,875^2}{12}}}$

$h_v = 6476 \sqrt{\frac{P_f^2 h_f^3}{\mu_f \Delta}} \cdot \text{B.T.U./hr. sq. ft.}^2 F$

als functie van temp. n. 25°F heeft.  
 met behulp van de  
 methode.

u <sub>f</sub>	h <sub>f</sub>	h <sub>p</sub>
6,60	0,202	299
6,46	0,203	305
6,34	0,203	307
6,15	0,204	312
5,93	0,206	319
5,70	0,207	325.

$$\frac{u_{f,23} + 23}{2} \text{ °F}$$

met de ringprofiel

$$\frac{1}{d_1} + \frac{1}{k_2} \frac{d_2}{d_1} + \frac{1}{k_3} \frac{d_3}{d_1} + \frac{1}{h_4}$$

$$dA_3 = \pi D_i dl.$$

$$dA_4 = \pi D_i dl.$$

$$2,3 \log \frac{\pi D_i dl}{\pi D_i dl}$$

- $D_i = 0,657 \text{ inch.}$
- $D_o = 0,875 \text{ "}$
- $d_w = 0,109 \text{ "}$
- $k_w = 17 \text{ B.T.U./hr. sq. ft. °F/ft.}$
- $k_s / d_s = h_s = 500. \text{ B.T.U./hr. sq. ft. °F}$

$$D \log_{\text{gem}} = \frac{0,875 - 0,657}{2,3 \log \frac{0,875}{0,657}} = 0,766 \text{ "}$$

M<sub>1</sub> T pekel 14° F.

$\bar{E}W_1$	$\bar{E}W_{2/4}$	$\frac{1}{\mu_1}$	$\frac{1}{h \nu \Delta u/D_i}$	$\frac{1}{h p}$	$\bar{E}W_1$	$\bar{E}W_2$
aan gesamen.					berkend.	
60	40	$6216 \cdot 10^{-6}$	$417 \cdot 10^{-6}$	$3240 \cdot 10^{-6}$	64.4	42.6
64	42	$6092 \cdot 10^{-6}$	$323 \cdot 10^{-6}$	$3310 \cdot 10^{-6}$	64.2	42.8
<u>64.2</u>	<u>43</u>	$6078 \cdot 10^{-6}$	$319 \cdot 10^{-6}$	$3300 \cdot 10^{-6}$	<u>64.2</u>	<u>42.9</u>

M<sub>2</sub> T pekel 23° F.

$\bar{E}W_1$	$\bar{E}W_{2/23}$	$\frac{1}{\mu_2}$	$\frac{1}{h \nu \Delta u/D_i}$	$\frac{1}{h p}$	$\bar{E}W_1$	$\bar{E}W_2$
aan gesamen.					berkend.	
60	40	$6081 \cdot 10^{-6}$	$417 \cdot 10^{-6}$	$3205 \cdot 10^{-6}$	64	46.6
63	46	5940	351	3120	64.4	46.2
64	46	5912	323	3130	64.6	46.3
65	46	5885	296	3130	64.0	46.4
<u>64.7</u>	<u>46</u>	5893	304	3120	<u>64.0</u>	<u>46.4</u>

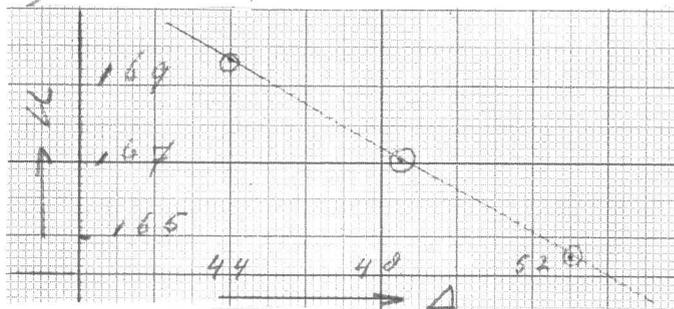
Ter controle berkend an M bij een pekel temp. van 19.5° F.

$\bar{E}W_1$	$\bar{E}W_{2/19.5}$	$\frac{1}{\mu_m}$	$\frac{1}{h \nu \Delta u/D_i}$	$\frac{1}{h p}$	$\bar{E}W_1$	$\bar{E}W_2$
<u>64.5</u>	<u>44.5</u>	$5905 \cdot 10^{-6}$	$209 \cdot 10^{-6}$	$3220 \cdot 10^{-6}$	64.5	<u>44.7</u>

W<sub>1</sub> hebben gevonden:

$\frac{1}{\mu}$	$6078 \cdot 10^{-6}$	$5893 \cdot 10^{-6}$	$5905 \cdot 10^{-6}$
$u$	164.5	169.7	167.1
$\Delta$	58	44°	48.5°.

W<sub>2</sub> hebben we M niet gezien & dan vinden we een rechte.



W<sub>1</sub> kunnen dus vergel.

Bij welke temp  
 erkend met M<sub>1</sub>?  
 (19.5°)

met betreft van 21 volgh:

in  $t_m = t_v - t_w$   
 7 mals  
 2 h<sup>3</sup> B.L. 4  
 f d. m. 9/2

h <sub>v</sub>
1650
1740
1860
2000
2500

De verz. gem.

v <sub>v</sub>	t <sub>w</sub>
07.420	
247	46.4

$M_1 = 109.5$   $M_2 = 109.5$   
 $\Delta_1 = 53$   $\Delta_2 = 44$

B.L. 4 / m. 9/2

$$\frac{Q}{A} = \frac{M_1 \Delta_1 - M_2 \Delta_2}{M_1 \Delta_1 + M_2 \Delta_2}$$

$\frac{0.370}{A} = 0.167$        $A = 2.22718 \text{ ft.}^2$

5 m ft. length is hot beam opp. 0.17200 ft.  
 de length v. h. stiel bedraagt:  $\frac{1.227}{2.227} = 7.33 \text{ ft.}$

Op het linker end word is heft over position  
 met de sennam gem in de g. had.

Prin. Principles of Chem. Eng. Walter Revin co. N.Y. '37  
 Chem. Eng. Handbook M.T. '41  
 1<sup>st</sup> edition to heat transp. Brown - Mars  
 Ind. Eng. Chem. 20 (1948) 1850. N.Y. '33

$$\frac{Q}{A} = \frac{M_1 \Delta_2 - M_2 \Delta_1}{2,3 \log \frac{M_1 \Delta_2}{M_2 \Delta_1}} \quad \text{soepassen.}$$

$$Q = 10370 \text{ B.T.U.}$$

$$\frac{10370}{A} = \frac{164,5 \times 44 - 169,7 \times 53}{2,3 \log \frac{164,5 \times 44}{169,7 \times 53}} = 0175.$$

$$A = 1.27 \text{ sq. ft.}$$

Per ft. lengte in het binnen opp. 0,172 sq. ft.  
De lengte bedraagt:  $\frac{1,27}{0,172} = 7,30 \text{ ft.}$

Aan de binnen diam. v.d. buiten bin worden  
geen bepaalde eisen gesteld.

Deur diam. mag echter niet zo klein worden,  
dat de vloerstop, die zich hierin verzamelt  
de pechleiding goed raken.

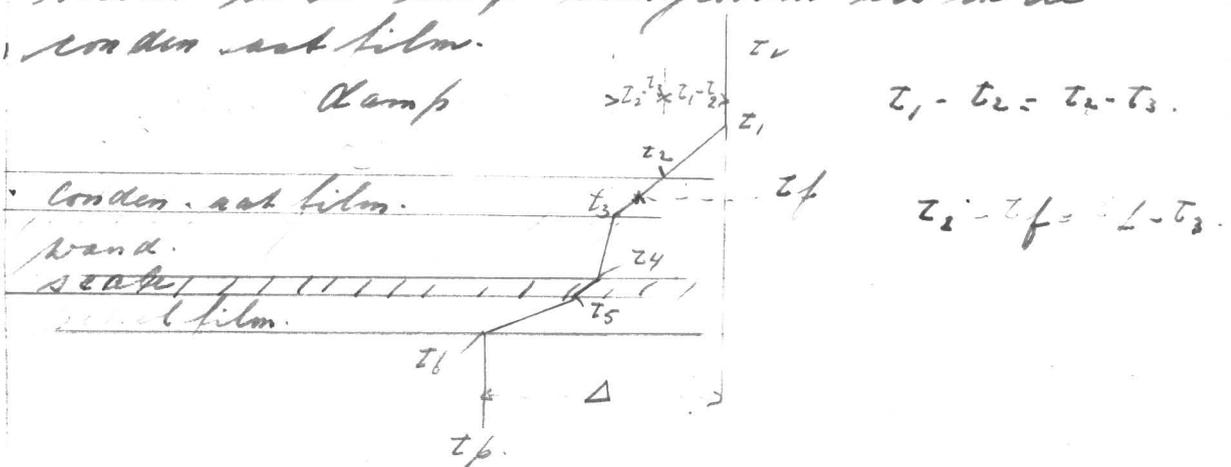
Bij een I binnen v.d. buiten markt is dit  
rekenen met het geval.

De uitvoering:

De hoeler is, met een draagbuis, op punt  
beheken, in een rechte horizonale bus  
niet te voren.

... hebben het geheel liever, wat een pasten.  
De remmen t.g. 3 delen van 2.40 lb. boom  
elken. Zie tekening.

Op pag. 2 hebben we een schets gegeven van  
het damp. verval. Deze schets is in zijn geheel  
In de damp, vlak bij de vloerstof film  
drukt ook al een damp. verval op. Men  
neemt in het algemeen aan, dat het damp.  
verval in de damp verval is als in de  
condens. verval film.



## Bijlage

Bij de berekening v.d. condensor hebben we de volgende constanten nodig van HF-pekel:

1<sup>o</sup> Dichtheid (alleen HF).

2<sup>o</sup> Viscositeit.

3<sup>o</sup> Thermische geleidbaarheid.

1<sup>o</sup> Simons en Dresden hebben bepaald (J.A.C.S. 66 1944) dat:

$$\rho_{HF} = 1.0020 - 2.2625 \cdot 10^{-3} t + 3.125 t^2 \cdot 10^{-6}$$

$t$  in  $^{\circ}C$ .

$\rho$  als functie v.t. zie grafiek. no II

2<sup>o</sup> Viscositeit van HF.

Deze op de andere manier gegeven in het betreffende artikel de viscositeit van HF in het gebied  $-70^{\circ}C$  -  $0^{\circ}C$ .

Interpolatie (gezien het verloop v.d. bromme) van het gebied  $0 - 19.4^{\circ}C$  is gegeven bij:

Gerry, Handbook Chem. Eng. p. 196

geeft de volgende regel.

$\log \mu$  als functie van  $\log T$  abs. is een rechte lijn. Grafiek I

Deze rechte hebben we gecombineerd met de geg. van Simons en Dresden. (zie grafiek). Met deze grafiek bepalen we:

$$\mu_{HF} \text{ bij } 19.4^{\circ}C = 0.232 \text{ c. poise.}$$

Deze waarde, gecombineerd met de geg. van Simons en Dresden, levert de grafiek

$$\mu_{HF} = f(T). \quad \text{Grafiek no II}$$

Viscositeit van pekkel.

Gerry ~~Hand~~ Chem. Eng. Handb. p. 2616 geeft voor enkele NaCl opb. bij verschillende temp. de viscositeit in c. poise.

In de interpolatie van deze gegevens levert de ons de grafiek  $\mu_{pekkel} = f(T)$ . Grafiek no I

3<sup>o</sup> Thermische geleidbaarheid van pekkel

Introduction to Heat Transfer Brown & Marco geeft voor enkele NaCl opb.  $k = f(T)$ .

Thermische geleidbaarheid van HF.

Hier voor worden nu geen en het gegeven.  
 Perry Chem. Eng. Handb. p. 962 geeft in  
 formule om  $k$  voor vloeistoffen bij 86°F  
 te berekenen uit:

$C_p$  soort. warmte. 0,35 voor HF.

$S$  soort. gew. van H<sub>2</sub>O van 15°C.

$M$  mol. gew.

$\mu$  viscositeit.

Bij 86°F is HF echter gasvormig.

We hebben  $k$  berekend bij 86°F, die zou gelden  
 in die  $k$  van HF tot die temp. over verhit vloeit.

$$k = 0.00256 + \frac{(C_p - 0.45)^3}{0.641} + \frac{(S/M)^{1/3}}{3.31} + \frac{\mu^{1/9}}{41.8}$$

$$S = \frac{P_{HF} \text{ 86°F}}{P_{H_2O} \text{ 50°F}}$$

Berekening gaf:  $k_{86°F} = 0.234 \text{ Btu/ft}^2 \cdot \text{hr} \cdot \text{ft} / \text{°F}$

We hebben dan gevonden dat:

$$\left(\frac{dk}{dT}\right)_{HF} = \left(\frac{dk}{dT}\right)_{H_2O}$$

(Vele eigen schepjes)

van H<sub>2</sub>O en HF komen overeen volgens Simons - Dresden.

We kunnen dan  $k_{HF} = k_{H_2O}$  combineren.  
 (zie profijt II)

Brit. J. Am. Chem. Soc. 66 (1944) 1074

Simons - Dresden.

J.H. Perry Chem. Eng. Handbook p. 796

id p. 2616

id p. 962

Dr. A. Brown in Marco Tube Station to  
 heat steam for ( )

analogy tussen  
 HF en H<sub>2</sub>O op p. 10  
 (zie fluor-symposium)

графік мOI

Рекел

