

2160

Laboratorium voor Chemische Technologie

Verslag behorende
bij het processchema
van

J. WOTTE

onderwerp:

AMMONIUMFLUORIDE

**Bereiding van NH_4F uit de
afgassen van de Superfosfaat-
industrie**

adres:

datum:
april '66

BEREIDING VAN EEN AMMONIUMFLUORIDE-OPLOSSING
UIT DE AFGASSEN
VAN DE SUPERFOSFAAT-INDUSTRIE

Verslag behorende bij
het proceschema van:

F. W. G. J. E.

Belft, april 1966

Inhoudsopgave.

	blz.
I Samenvatting van het proces.	1
II Eigenschappen van ammoniumfluoride	2
II-1 Bereidingswijzen.	2
III Enkele toepassingen van ammoniumfluoride	2
IV Theorie van het proces	
IV-1 Absorptie	2
IV-2 De onzetting in ammoniumfluoride	4
IV-3 Filtratie van het gevormde SiO_2	5
V Technische uitvoering van het proces	6
VI Massabalans	7
VII Warmtebalans	8
VIII Enige fysische aspecten	10
IX Berekening en bespreking apparatuur	10
IX-1 Absorptietoren	10
IX-2 Absorbers	10
IX-3 Menger	11
IX-4 Koeler	11
IX-5 Roterend trommelfilter	12
IX-6 Ventilatoren	13
IX-7 Pompen	13
IX-8 Leidingen en Appendages	13
IX-9 Regelapparatuur	13
X Litteratuuropgave	15
XI Flow-sheet van het proces	16
XII Tekening van een trommelfilter	17
XIII Grafieken over absorptie	18
XIV Blokschema's massa- en materiaalbalans	19

I. Samenvatting van het proces.

Bij de produktie van superfosfaten en superfosforzuur wordt o.m. apatiet met H_2SO_4 ontsloten. Hierbij ontstaat als gasvormig produkt het SiF_4 , dat, wanneer het in de atmosfeer wordt respuid, dikwijls een bron is van ernstige luchtverontreiniging. Het gas is meestal vermengd met waterdamp en kleine hoeveelheden HF, zodat het uit de atmosfeer met de regen kan neerdalen en vanwege de etsende werking schade kan berokkenen aan zowel gewassen als bijv. glazen en ruiten. Het is dus zaak deze verontreiniging tegen te gaan. Men kan dit doen door het SiF_4 te absorberen in een vloeistof, zoals water, ammoniak, ammoniumbicarbonaat-oplossing, soda-oplossing, KOH, NaCl-oplossing etc. of in een vaste stof als natriumbicarbonaat, soda, zout, aluminiumoxyde e.d.. De hierbij ontstane produkten kan men verder omzetten in technische nuttige stoffen.

Men daarvan is ammoniumfluoride, een stof, die aanvankelijk weinig commerciële waarde leek te hebben, maar waarvoor later in toenemende mate interessante toepassingsgebieden werden gevonden.

Het doel van het aan dit verslag ten grondslag liggende processchema is een bereiding van een ammoniumfluoride-oplossing uit de afgassen van de superfosfaatindustrie. Het schema is voor een gedeelte gebaseerd op bevindingen en resultaten van voorgangers met name op het schema ter bereiding van natriumsilicofluoride uit de afgassen van de superfosfaatindustrie.

De werkwijze is in het kort als volgt: het SiF_4 wordt met behulp van een water-scrubber omgezet in H_2SiF_6 , terwijl het restgas wordt geabsorbeerd in een vast bed, teneinde de luchtverontreiniging tot een minimum te beperken. Het gevormde waterstofsilicofluoride-zuur wordt vervolgens in een continu proces o.b.v. ammoniak kwantitatief omgezet in ammoniumfluoride, waarbij tevens siliciumdioxide wordt neergeslagen. De verkregen NH_4F -oplossing wordt gefiltreerd in een roterend vacuumfilter, waarna het filtraat als eindprodukt wordt verkocht. Een kristallijn produkt is via deze methode niet te verkrijgen, mitsdien bij indampen van een verdunde oplossing een ontleding ontreedt van het NH_4F tot het bifluoride-zout $NH_4F.HF$ onder ammoniak-ontwijking (litt.1). Een verzadigde oplossing is niet te verwezenlijken omdat bij absorptie van SiF_4 in water een maximale concentratie van H_2SiF_6 van 60% kan worden bereikt. (Litt.2)

Men zou een verzadigde oplossing kunnen bereiden door reactie van HF met NH_3 -gas. Het SiO_2 kan bij de gevolgde methode volgens U.S.P. 3.094,381 (litt.3) in een zeer zuivere toestand worden verkregen en als zodanig verhandeld worden. Het processchema is gebaseerd op een productie van superfosfaat van 250.000 ton per jaar. Hierbij ontstaat gemiddeld ongeveer 2.000 ton SiF_4 . Het SiF_4 -gehalte van de afgassen van de superfosfaatindustrie varieert, afhankelijk van het uitgangsprодукt en de hoeveelheid ventilatie-lucht, die gebruikt is, van 0,5% tot 4,0%. Om een zo universeel mogelijk proces te verkrijgen, is hier uitgegaan van een gehalte van 2%. Voor zover bekend wordt de beschreven methode ter bereiding van ammoniumfluoride in Nederland nog niet toegepast. Hierdoor ontbreken lokale technische gegevens van het proces en wordt er gewerkt met Amerikaanse en Oostenrijkse gegevens. (litt. 3,4)

De resulterende NH_4F -oplossing heeft een concentratie van + 20% en de produktie bedraagt ongeveer 2.700 ton/jaar NH_4F in oplossing d.i. + 13.500 ton 20%-ige NH_4F -oplossing per jaar. De dichtheid van een 20%-ige oplossing is ongeveer 1,058 dus er wordt ca. 14.000 ⁰⁰⁰ l/jaar geproduceerd. Aan SiO_2 wordt geproduceerd + 1200 ton per jaar.

II BEGRIJPSCHRIFTEN VAN NH₄F.

Ammoniumfluoride (NH₄F), een neutraal zout, is een witte kristallijne stof, die een hexagonale, pyramidale of dihexagonaal-pyramidale structuur heeft... De dichtheid is 1,31. De stof lost zeer goed in water op. Ammoniak verlaagt de smeltpunt en vriespunt. (litt.5)
Het is hygroscopisch en vervliegt aan vochtige lucht.

- II-1 ABSORPTIE VAN NH₄F. a) Inleiden van wasvormig NH₃ in waterige HF-oplossing tot neutrale reactie. Bij afkoelen van de vloeistof kristalliseert NH₄F uit.
- b) De reactie volgens het proceschema en variaties ervan.

Opz. Bij indampen van waterige NH₃ op een oplossing ontstaat het zure zout ammoniumbifluoride.

III TOEGEPASTE GEBIEDEN VAN NH₄F.

- a) voor de bereiding van synthetische isochroonkryoliet, een stof, die gebruikt wordt in de aluminiumindustrie om het aluminium tijdens de electrolytische aluminium bereiding in oplossing te houden. Tot dusverre werd voor de bereiding van synthetisch kryoliet vloeisels (CaF₂) gebruikt, waarvan de natuurlijke voorraad steeds kleiner wordt. Hierbij was ook de bereiding van HF nodig, hetgeen het totale proces zeer kostbaar maakte. Het hier besproken proceschema geeft de productie aan van een HF-oplossing, die speciaal gebruikt wordt voor de bereiding van kryoliet voor de oplossing te mengen met een natriumalumaat-oplossing. (2)
- b) Als fungicide, o.g.-pesticide.
- c) Als 1-2 -ige oplossing in water als reinigings- of desinfectiemiddel, vooral in brouwerijen en brauwerijen. Vaak gebruikt in combinatie met het bifluoride.
- d) Ter bereiding van ammoniumbifluoride, dat een veel krachtiger desinfectans en reinigingsmiddel is.
- e) In combinatie met het bifluoride als wateringsmiddel in de glasindustrie.
- f) Als bleekmiddel in textiel.
- g) Als soldeer-vloei-stof.
- h) Als katalysator voor isomerisatie, alkylering en krasen etc.

IV THEORIE VAN HET PROCES.

IV-1 ABSORPTIE (litt. 6)

De absorptie wordt in dit proces uitgevoerd met water. Dit is verreweg de goedkoopste methode en verdient alleen om die reden al de voorkeur boven alle de inleidend genoemde absorptie in andere absorbentia. Het nadeel van de absorptie in water is de geringe absorptie-efficiëncij, waarop later nog moet terugkomen. Er zijn in hoofdzaak twee methodes en absorptie van SiF₄ in water uit te voeren en wel 1) in sproei-toren, 2) in gepakte toren.

Aan de absorptie ligt de volgende reactie ten grondslag:



Volgens A.L. Hynes (6) zal deze reactie, waaraan 5 moleculen deelnemen waarschijnlijk in de volgende stappen verlopen:



Door deze overzichten is het duidelijk, dat zich boven een H₂SiF₆-oplossing bevinden de gasen SiF₄, HF en waterdamp. Hynes heeft de partiële-spanningen van deze drie gassen gemeten bij 250C, 400C en 750C en gevonden, dat deze drukken lang zijn beneven een concentratie van 30% H₂SiF₆.

De sterkste H₂SiF₆-oplossing, die kan verder geproduceerd in een gasabsorptie-proces, is die, waarbij de evenwichtsdruk van de opgeloste stof boven de oplossing gelijk is aan de begl.-druk van de stof in de gasfase. De dampspanning van SiF₄ boven een 32%-ige H₂SiF₆-oplossing is $\pm 1,4$ mm Hg bij 75°C. Dit correspondeert met $1,4 \times \frac{100}{760} = 0,32\%$ SiF₄ bij atm. druk. Dus een gasstroom, die een absorptie-systeem binnen treedt met meer dan 0,3% SiF₄ kan een 32% SiF₄-oplossing produceren met minstens 32% H₂SiF₆, mits men recirculeert en de temperatuur boven 75°C houdt.

De absorptie van SiF₄ in waterdruppels verloopt volgens Whynes in drie trappen:

- 1) gedurende druppelvorming
- 2) gedurende de val
- 3) bij botsing van de druppel en gedurende verzamelen op de wand of de bodem.

Gebleken is, dat de concentratie van H₂SiF₆ in de oplossing, die een absorptie-systeem verlaat, stijgt met toenemende partiaal-spanning van SiF₄ in de gasfase, totdat deze 10 mm Hg is. De concentratie aan H₂SiF₆ is dan nog steeds 1%. Verdere stijging van het SiF₄-gehalte gaf geen verdere verhoging van de H₂SiF₆-concentratie te zien. Dit kan bepaald niet veroorzaakt zijn door de partiaal-spanning van SiF₄ boven de oplossing, want die is te verwaarlozen. Proefondervindelijk is aangetoond, dat de druppels in een absorptie-toren 'gecoat' worden met SiO₂, dat aldus de vloeibare fase afsluit van de gasfase. De gevormde film is zeer stabiel. De oplossing ligt in het breken van de druppels en het aanpenden van zeer veel kleine druppels. In een gepakt bed wordt de toestand nog erger, omdat het gevormde SiO₂ op de waterfilm blijkt te worden gevormd en het water, zonder verder in contact te komen met het gas over de plating en onder de SiO₂-laag doorstroomt. Bovendien treedt spoedig verstopping op. Om praktisch dezelfde reden is een natte wand-kolon ook niet aan te bevelen. Ondanks bovengeschetste inconvenianten blijkt de absorptoren het aangewezen absorptie-systeem te zijn. Voor het ontwerpen hiervan worden overall absorptie-coëfficiënten gebruikt. Deze kunnen op twee manieren worden gedefinieerd, afhankelijk van de wijze, waarop de overall drijvende kracht wordt weergegeven. In het onderhavige geval wordt de overall-overdrachtscoëfficiënt gebaseerd op de gasfase, dus Kg. Wegens de grote hoeveelheid afgas, waaruit het SiF₄ moet worden geabsorbeerd, mogen de gasfase als continue beschouwen. Bovendien is proefondervindelijk door Whynes aangetoond, dat de Kg niet varieert met de hoeveelheid water. Voor wat betreft de invloed van de gassnelheid op Kg hebben Gilliland and Sherwood (7) aangetoond, dat voor verdunde gassen bij 2000 geldt, met lucht als drager $Kg = \text{const. } v^{0,8}$, waarin v de gassnelheid is. De diffusie van SiF₄ door de gasfilm blijkt de absorptie te bepalen, waardoor geldt: absorptie-snelheid = const. $Re^{0,8} \times x \cdot (SiF_4)$. Meestal is in technische apparaten Re constant, dus de absorptie-snelheid is evenredig met de SiF₄-concentratie. Dit is tot op zekere hoogte (zie verder) experimenteel gebleken. Voor een verdund gasmengsel bij 1 atm. kan men het aantal overdracht-eenheden als volgt bepalen:

$$N_{OG} = \int_{y_2}^{y_1} \frac{dy}{y - y_c} \cdot \frac{K_g \cdot A \cdot V}{GA}$$

N_{OG} = aantal transporteenheden
 y = concentratie
 G = gasstroom
 A = opp. doorsnede

ye is hier verwaarloosbaar klein, omdat bij temperaturen lager dan 70° C en concentraties lager dan 30% de dampdruk van SiF₄ zeer laag is. Dit is al eerder ter sprake gekomen.

men krijgt nu :

$$N_{OG} = \int_{y_2}^{y_1} \frac{dy}{y} = \ln \frac{y_1}{y_2}$$

Voor de absorptie-efficiency kunnen we schrijven :

$$\epsilon = \frac{no. v. SiF_4 \text{ geabsorbeerd}}{\text{aanv. hoeve. SiF}_4} \times 100$$

Dus : $E = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100$

m_1 = beginvolume SiF_4 in gas
 m_2 = eindvolume ,, ,,

Cok geldt : $y_1 = \frac{m_1}{M+m_1}$ en $y_2 = \frac{m_2}{M+m_2}$ M = gasvolume

waarin m_1 en m_2 de massa'shoeveelheden van SiF_4 voor en na de absorptie voorstellen en M de inerte massa.

Men kan nu zeggen, dat m_1 en m_2 te verwaarlozen zijn t.o.v. M en dus:

$y_1 = \frac{m_1}{M}$ en $y_2 = \frac{m_2}{M}$

Ingevuld in E wordt dit : $E = \frac{y_1 - y_2}{y_1} \cdot 100$ dus $y_1 / y_2 = \frac{1}{1 - E/100}$

Voor het aantal overdrachtseenheden kunnen we nu schrijven:

$N_{og} = \ln \frac{1}{1 - E/100}$

Om nu een absorptie-efficiency van 95% te verkrijgen heeft men nodig:

$N_{og} = \ln \frac{1}{0,05} = 1,3 \log 20 = 1,995$, d.w.z. 3 overdrachts-

eenheden.

Door Wapnes zijn proefondervindelijke correlaties gevonden tussen het aantal overdrachtseenheden en de sproeihoogte in meters. Hierop wordt later in dit verslag bij de berekening van de apparatuur terug te komen.

Een absorptie-efficiency van 5% is niet voldoende om luchtverontreiniging door SiF_4 doeltreffend tegen te gaan. Daarom is het wenselijk de uit de absorptiesteren tredende gassen verder van SiF_4 te ontroen. Dit kan het beste gebeuren door chemisorptie aan een vaste stof.

volgens U.S.P. 5,994,581 is de optimale concentratie aan vaste stof 1 tot 2 pound per pound fluor in de afwasser. dit is een experimenteel gegeven, waarop het ontwerp van de tweede afscheider kon worden gebaseerd. als vaste stof kan b.v. soda worden gebruikt. het resultaat de product is i.v.m. het lage fluorgehalte niet van commercieel belang en kan dus worden verwijderd. Teneinde discontinuïteit van het proces te voorkomen, is het wenselijk twee afscheiders te gebruiken, zodat onschadelijk opslijk is, wanneer het eerste kwantum vaste stof aan fluor verzadigd is geraakt.

benoemde absorptie-eenheden kunnen het beste worden uitgevoerd met enige bedden soda boven elkaar.

wanneer op deze wijze het SiF_4 -gehalte van de afwasser tot + 1% van de oorspronkelijke waarde is teruggebracht, is er aan de veiligheids-eisen voldaan.

IV-2 De omzetting in ammoniumfluoride.

De volgende reactievergelijking liet ons de omzetting ten grondslag:



Om het gevormde SiO_2 kwantitatief meer te slaan en in een goed filtreerbare vorm te verkrijgen, zijn verschillende methoden noodzakelijk.

De bedoeling is natuurlijk een reactie van SiO_2 -vrije ammoniumfluoride-oplossing te produceren.

Het Amerikaanse patent 5,994,581 en het oostenrijks patent nr. 214409 geven de hiertoe te volgen werkwijze aan.

Tot dusverre was voor een filtreerbare vorm van het gevormde SiO_2 een zekere ammoniumoversaet nodig, die echter onconcentrieel loog zou worden, indien men

als eis stelde, dat het SiO_2 tevens kwantitatief zou worden neerslagen. Volgens het amerikaans patent nu wordt het bifluoride gevormd bij een pH tussen 6 en 7 en het ammoniumfluoride bij een pH tussen 7 en 9. Voor het verkrijgen van een pH tussen 6 en 7 is volgens dezelfde bron $1/3$ pound d.i. 0,151 kg water-vrije ammoniak per pound d.i. 0,454 kg H_2SiF_6 nodig en voor een pH, die ligt tussen 7 en 9, $3/4$ pound d.i. 0,3405 kg NH_3 per 0,454 kg. H_2SiF_6 .

Om de filtratie-eigenschappen te verbeteren werd de hoeveelheid ammoniak zodanig geregeld, dat de pH kwam te liggen tussen 8,3 en 8,4.

Het oostenrijks patent komt tot de conclusie, dat men boven de stoechiometrische hoeveelheid ammoniak van 6 mol per mol H_2SiF_6 een overmaat van 30 gr. vrije NH_3 per liter mengsel moet toevoegen en tenslotte nog een geringe hoeveelheid van een alkalimetaalsulfaat, om te komen tot een filtraat met minder dan 0,05 gew. procenten SiO_2 .

Wanneer we beide werkwijzen met elkaar vergelijken, dan blijkt, dat t.r.v. de toe te voegen hoeveelheid ammoniak weinig verschil van opvatting bestaat.

Aangezien de latere toevoering van het sulfaat een discontinuïteit in het proces teweeg brengt, daar deze toevoeging gepaard zou moeten gaan met het verblijven in een aparte menger gedurende minstens een kwartier en onder goed roeren, en het amerikaans patent bovendien claimt, dat volgens de beschreven methode een goed filtreerbare massa wordt verkregen, is er besloten het processchema volgens de laatste methode te ontwerpen. Daardoor wordt het mogelijke nadeel, dat de verkregen oplossing niet geheel SiO_2 -vrij is, ruimschoots gecompenseerd door het behoud van continuïteit.

Een betrekkelijk nadeel van deze methode is, dat men de NH_3 -toevoeging moet regelen op de pH van de oplossing. Dit is n.l. nogal moeilijk in verband met het feit, dat er een aanzienlijke hoeveelheid SiO_2 wordt gevormd, hetgeen de pH-regeling technisch moeilijk maakt en bovendien het milieu in hoge mate corrosief is en om die reden verschillende conventionele pH-meters c.g. -regelaars niet kunnen worden gebruikt. Aangezien het absorptie-gedeelte van het proces zodanig geregeld kan worden, dat het H_2SiF_6 -gehalte van de resulterende oplossing zeer weinig varieert, kan de regeling ook zeer gemakkelijk geschieden op hoeveelheid doorstromende oplossing, dus met een flow-control op de ammoniak-toevoerleiding. Op een en ander wordt nader teruggelopen in het hoofdstuk procesregeling.

Volgens het amerikaans patent wordt de reactie bij voorkeur uitgevoerd bij een temperatuur van 50 tot 60° C, en wel in een continu geroerde menger.

Uit de warmtebalans zal blijken, dat deze temperatuur zonder verdere ingrepen wordt bereikt, als men uitgaat van een begintemperatuur van de afgassen van 45°.

IV-3. Filtratie van het gevormde SiO_2

Zoals reeds is opgemerkt, ligt het probleem bij dit proces voor een groot deel bij de filtratie van het gevormde SiO_2 . De filtreerbaarheid van de slurry is sterk pH-afhankelijk. De hoedanigheden van het gevormde SiO_2 bepalen het ontwerp van de filterapparatuur. We kunnen hierover maar weinig met zekerheid zeggen en voor het berekenen van de dimensies van het filter zijn experimentele gegevens nodig t.a.v. porositeit, dichtheid en weerstand van de te vormen filterkoek. Hiertoe zou een proeffiltratie moeten worden uitgevoerd met op analoge wijze verkregen SiO_2 , waarbij dan gebruik zou kunnen worden gemaakt van de in literatuur 8 beschreven methodiek ter voorspelling van filtratie-eigenschappen aan de hand van met een proefopstelling verkregen gegevens. Aangezien dit in het gegeven geval onmogelijk is en verder ook geen gegevens uit de praktijk voorhanden zijn, is in dit verslag afgezien van een filterberekening.

De keuze van filtratieapparatuur voor dit proces is dan ook voornamelijk gebaseerd op de wens een zo continu mogelijk proces te verkrijgen en de te stellen eisen aan capaciteit i.v.m. de productie aan filtraat zowel als aan SiO_2 . De keus is gevallen op een continu roterend vacuumfilter van het type Dorr-Oliver met koekafname door snaren. Dit laatste onder aanname, dat de gevormde koek voor dit doel geschikt is.

De cilindrische trommel wordt geroteerd in een slurrybak met een snelheid, die afhankelijk is van de trommelafmetingen, de hoeveelheid te verwerken filtraat en de mate van onderdompeling in de slurry. Op de periferie van de trommel zijn

een groot aantal cellen aangebracht, die worden met vacuümladingen verbonden in aan het evacuatie-systeem. Deze vacuümladingen dienen tevens als filter-trast-afvoersleiding. Over deze cellen is een filterdoek aangebracht, in dit geval van een materiaal, dat bestand is tegen corrosie d.w.v. de agressiviteit van het te filteren materiaal. Omdat de cellen lopen draaien, die op geringe afstand van elkaar zijn aangebracht en door rollen geleid worden. Op het moment, dat de spaarste trap is verlopen, wordt het vacuüm uitgeschakeld d.w.v. in de tekening niet aangegeven automatische afsluiterinrichting, die op de rotatie-as is bevestigd en die in verbinding staat met de filtercellen door de vacuümladingen. Hierdoor kan de koek van de trommel los en kan worden afgevoerd door de spaarste. Bij het verder roteren wordt automatisch het vacuüm op de betreffende cel hersteld. De urede het verblijf van de koek op het filter kanten het zijde filtri-afgedeelte kan deze gewassen worden. De roteren van een veld is de basisrichting niet op de tekening aangebracht, even in als de draairichting van de trommel.

Het materiaal, waarmede het trommelvlak is opgebouwd bepaalt de temperatuurgrens, waartoe de filtratie nog juist kan te voer uit voerd. Het verdient evenwel aanbeveling om, analoog naar van de talgatiegrens, de slurry voor filtratie te koelen tot een lagere temperatuur, vooral ook omdat het materiaal na filtratie de commerciële geschiktheid verliest heeft hersteld en derhalve het gunstigst bij lagere temperatuur wordt geproduceerd.

Het afgefilterde SiO₂ in volgorde het eerste genoemde patent in zeer zuivere en daarom ook commerciële interesse te voer te verkrijgen, indien de afgassen vóór absorptie d.w.v. van een filtratietalietie zijn gereinigd van vaste bestanddelen. Dit valt evenwel buiten het kader van dit ontwerp, dat gebaseerd is op de bereiding van een ammoniumfluoride-oplossing.

Over de gekozen afbouw van het technische uitvoering van het trommel-filter wordt later in de verslag van de uitwerking.

V Technische uitvoering van het proces.

Het behulp van een perovskiet-ster wordt een uur of twee op een 10.000 m³ gas met een concentratie van ongeveer 1% SiF₄ in een absorptietoren geleid. Deze bestaat uit twee torens, waarvan de eerste een vloeibare bevinding. Drie vloeibare verspreiders verdeelen de oplossing in de gasstroom, terwijl de vierde vloeibare absorptietoren de laatste vloeibare verspreiderstelling wordt bij de berekening van de absorptie wordt berekend.

Voordat het gas de absorptietoren bereikt, wordt het geleid over een druppel-vanger, bestaande uit een raaf, dat geleid wordt afgevoerd door de er boven aangebrachte sproeier van de absorptietoren.

Het restgas wordt geleid door een vloeibare absorptietoren met water ter verwijdering van de laatste resten SiF₄ via een afsluiterinrichting, d.w.v. een driewegafsluiter kan worden overgeschakeld naar een tweede, identieke, kolom om eventueel verzadigde soda te verwijderen. Van een vloeibare absorptietoren wordt het restgas in de atmosfeer gespuild.

De in de absorptietoren gereinigde vloeibare oplossing wordt behandeld in de toren verzadigd in een verzadigingsvul, waarvoor ze d.w.v. een centrifugale pomp kan worden gereinigd en het laatste verzadigde concentratie is bereikt. Op basis van een horizontaal te vloeibare en vloeibare sling wordt een regelafsluiter gereconstrueerd, die de vloeibare oplossing doorlast naar een centrifugale pomp, die behulp waarvan de oplossing wordt gepompt naar een continue roerende reactor. Hierin wordt de H₂SiF₆-oplossing continu gemengd met een 19%-ige ammoniumoplossing, waarvan de vloeibare wordt geregeld met een flow-control regelafsluiter (zie later).

De gevormde slurry, bestaande uit een ca. 20%-ige ammoniumfluorideoplossing in water met SiF₄ wordt via een vloeibare sling, die het mengsel tot een lagere temperatuur afkoelt, geleid naar de slurrybak van een roterend vacuüm-trommel-filter, waarin het SiO₂ wordt afgefilterd en een continue stroom van ammoniumfluoride-oplossing wordt geproduceerd.

VI - Massabalans.

Bij de opstelling van de massabalans werd uitgegaan van een productie van 2000 ton SiF_4 -gas per jaar met een concentratie aan SiF_4 in de afgasen van ongeveer 2%. Een jaar werd gesteld op 8000 werkuren. De hoeveelheden worden opgegeven in kilogrammen per uur.



volgt, dat bij een absorptie-efficiency van 95% per uur 2,28 kmol SiF_4 d.i. $2,28 \times 104,06 = 237,26$ kg met 1,52 kmol water d.i. 27,36 kg een hoeveelheid van 1,52 kmol d.i. $1,52 \times 144,06 = 218,97$ kg H_2SiF_6 produceert. Daarbij ontstaat 0,76 kmol SiO_2 d.i. $0,76 \times 60,06 = 45,65$ kg.

Om een 25%-ige oplossing te verkrijgen is nog extra aan water nodig:

$$1,52 \cdot 144,06 \cdot \frac{75}{25} \cdot \frac{1}{18} \text{ kmol} = 3 \times 219 = 657 \text{ kg}$$

Dus resumerend voor het absorptiegedeelte:

	(12,74 kg SiF_4)
Totaal in: 250,00 kg SiF_4	Uit: 218,97 kg H_2SiF_6
684,36 kg H_2O	657,00 kg water
934,36 kg	45,65 kg SiO_2
	921,62 kg

In de menger wordt aan 921,62 kg oplossing toegevoegd:

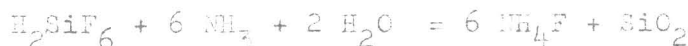
- a) de stoechiometrische hoeveelheid NH_3 d.i. $6 \times 1,52$ kmol = 9,12 kmol.
- b) een overmaat van 30 gram ammoniak per liter oplossing.

De dichtheid van een 25%-ige H_2SiF_6 -oplossing is 1,2235 (litt.5). Afgezien van het SiO_2 hebben we 875,97 kg. oplossing. Dat komt dus overeen met 716 liter. Er wordt dus een ammoniak-overmaat van $716 \times 30 = 21.480$ gram = 21,48 kg toegevoegd boven de stoechiometrische hoeveelheid.

Totaal wordt aan ammoniak toegevoegd $9,12 \times 17 + 21,48 = 176,52$ kg.

Het wordt toegevoegd als een 29%-ige oplossing in water, zodat er aan water nog eens $\frac{71}{29} \times 176,52 = 432,17$ kg wordt toegevoegd.

Volgens de reactie:



wordt er gevormd 9,12 kmol NH_4F d.i. 337,44 kg.

en 1,52 kmol SiO_2 d.i. 91,29 kg.

en verbruikt 3,04 kmol H_2O d.i. 54,72 kg.

Resumerend voor het menggedeelte:

In: 921,62 kg oplossing	Uit: 337,44 kg. NH_4F
176,52 kg ammoniak	21,48 kg. ammoniak
432,17 kg water	1034,45 kg. water
1530,31 kg.	136,94 kg. SiO_2
	1530,31 kg.

Indien men de filterdoek wast met 300 kg water per uur, dan resulteert dit in een nagenoeg 20%-ige oplossing, vooral wanneer men aanneemt, dat vrijwel alle ammoniak bij de heersende temperatuur is uitgedreven.

III- a. Verloop.

Het SiF_4 heeft bij 5° vloeistofen in de absorptietoren een temperatuur van 45° C. De andere 90-gasvloeistofen zijn voor het grootste deel ontleend aan lossini en vullen bij 45° C.

De waarden zijn: SiF_4 -14.207 kJ/kg
 H_2O -1.203 ,,

De waarden van de c_p :

T (°K) 273,1 300,0 350,0 400,0 450,0 500,0

c_p (kJ/kg) 0,707 0,708 0,750 0,796 0,836 0,861

De enthalpie bij een andere temperatuur wordt berekend met de betrekking $H_T = H_{198}^0 + \bar{c}_p \cdot dT$. In enkelvoud moet hier geïntegreerd worden, maar er wordt geen grote fout gemaakt, als men in plaats daarvan het gemiddelde van de soortelijke warmte neemt tussen de beschouwde grenzen.

Voor SiF_4 : $H_{318} = -14.207 + 0,751 \cdot 20 = -14.092,5$ kJ/kg.

De enthalpiestroom per uur: $250 \cdot (-14.092,5) = -37231,50$ kJ/h = -1034,2 kW.

Voor water (temperatuur 20° C) :

$$H_{293} = -15.902 + 4,19 \cdot 5 = -15.793,22 \text{ kJ/kg.}$$

De enthalpiestroom per uur: $600,36 \cdot (-15.793,22) = 10897557$ kJ/h = -3027kW.

Totale ingaande enthalpiestroom: -4061,2 kW

Van de uitgaande stoffen zijn de basienthalpiën:

25%-ige H_2SiF_6 -opl. - 16.200 kJ/kg
 SiO_2 - 14.344 kJ/kg

De gemiddelde soortelijke warmte:

H_2SiF_6 -opl. gesteld op 4,19 kJ/kg

SiO_2 0° C 50° C 100° C \bar{c}_p tussen 25 en 50° C : 0,762 kJ/kg
 0,696 0,782 0,894 kJ/kg.

De temperatuur van de uittredende oplossing is als gevolg van optredende reactie-, absorptie- en verdunningswarmte volgens het amerikaans patent ca. 50° C.

Enthalpiestroom per uur van H_2SiF_6 : $575 \cdot (-16.200 + 4,19 \cdot 25) = -141108217$ kJ/h.
 = -3918 kW

„ „ „ SiO_2 : $45,93 \cdot (-14.344 + 0,762 \cdot 25) = -181,7$ kW

Verder verlaat per uur nog 5% van de intredende hoeveelheid SiF_4 het absorptie-apparaat met een enthalpie van 5% van de enthalpiestroom van SiF_4 . Dit ondanks het feit, dat de temperatuur 5° hoger is geworden, welke temperatuursstijging weinig invloed heeft op de enthalpie i.v.m. de lage c_p van SiF_4 .
 De uittredende enthalpiestroom is dus:

$$0,05 \cdot 1034,2 = 51,7 \text{ kW}$$

Totale uitgaande enthalpiestroom: -4112,4 kW.

Het verschil is 90,2 kW, welke aan warmte moet worden afgevoerd.

Menggedeelte:

In het menggedeelte treedt door de oplossing een enthalpiestroom binnen van - 4100 kW.

Bovendien voert men toe 600,39 kg van een 29%-ige NH_3 -oplossing. Wanneer men warmteverlies over de leidingen en pompen verwaarloost, mag men

de temperatuur van de oplossing bij binnentreden op 50°C stellen.

De temperatuur van de ammoniak-oplossing is 20°C.

De enthalpie van 29%-ige NH₃ is bij 25°C is -4750 kJ/kg.

De soortelijke warmte mag wel op 4,19 kJ/kg. worden gesteld.

Dus ingaande enthalpiestroom t. v. NH₃ :

$$608,69 \left(\frac{-4750 + 4,19 \cdot 25}{3600} \right) = -800 \text{ kW.}$$

Totale ingaande enthalpiestroom: -4900 kW.

De reactie moet plaats vinden bij ca. 60°C (amerikaans patent)

Door reactiewarmte stijgt daarbij de temperatuur van de oplossing tot ongeveer 80°C.

Uit de menger treedt een verdunde NH₃-oplossing, die een enthalpie bij 25°C bezit van -11.650 kJ/kg.

De enthalpie bij 80°C is nu -11.650 + 55,4,19, wanneer we de soortelijke warmte van de verdunde oplossing op 4,19 kJ/kg mogen stellen.

De uitgaande enthalpiestroom uit de oplossing is $1595,17 \cdot \frac{-11420,55}{3600} = -4425 \text{ kW.}$

Verder verlaat nog 156,94 kg SiO₂ de menger met een enthalpie bij 25°C van -14.344 kJ/kg. De C_p in dit traject is 0,35 kJ/kg.

De met het SiO₂ uitgaande enthalpiestroom is derhalve:

$$156,94 \left(\frac{-14.344 + 0,35 \cdot 25}{3600} \right) = -544 \text{ kW.}$$

Totale uitgaande enthalpiestroom: -4969 kW.

Het verschil 69 kW moet als warmte worden afgevoerd.

Koeler.

De oplossing wordt in de koeler afgekoeld van 80°C tot 45°C:

De enthalpie bij deze laatste temperatuur is -11.650 + 4,19, 20 = -11.566 kJ/kg.

De enthalpie van het SiO₂ : -14.344 + 0,35, 20 = -14.322 kJ/kg

Totale enthalpie, treedt aan koeler: $1595,17 \cdot \frac{-11.566}{3600} + (156,94 \cdot \frac{-14.322}{3600}) = -4999 \text{ kW}$

Er moet dus 30 kW door het koelwater worden afgevoerd.

Filter.

Bij het wassen van de rook moet 300 liter water van een temperatuur van 20°C in de oplossing treden t. v. waarvoor daalt de temperatuur van de oplossing tot 39°C, want men verengt ongeveer 180 liter van 45°C met 300 liter van 20°C.

VIII Enige fysische aspecten.

Het ontwerp van de absorptietoren n. 12, zoals voorgesteld, is gebaseerd op de onderzoeken van Whynes (Lit. 6). Van veel belang hierbij is het door deze onderzoeker gevonden verband tussen het aantal benodigde transport-eenheden en de sproei-hoogte in meters (fig. I)

Hieruit is te concluderen, dat een benodigd aantal van drie transport-eenheden (zie eerder) leidt tot een sproei hoogte, die buiten het kader van de waarschuwingen valt. Whynes heeft hiervoor een oplossing gevonden door te stellen, dat in de eerste plaats korte torens eener indier zijn dan hoge torens, omdat het eerste stuk van de grafiek iets steeper is. Dit houdt weer verband met de eerder beschreven moeilijkheden, die het absorptie-proces ontvindt als gevolg van de SiO₂-vorming.

Daarbij komt nog de hinderlijkheid van de torens voort door het feit, dat bij een grote sproei hoogte het sproei-effect minder wordt, omdat een gedeelte aan de niet- of nauwelijks meer worden bevochtigd en de vloeistof langs de wand gaat lopen. Zo komt Whynes tot een maximaal toelaatbare sproeihoogte van 3 meter. Wanneer nu een grotere sproeihoogte vereist is i.v.m. het aantal transport-eenheden, kan de volgende methode oplossing bieden. In een toren van 3 meter hoogte wordt op halve hoogte een tweede sproeikop aangebracht. Wanneer men dan bovendien de toren door een tussenschot in twee even lange gedeeltes verdeelt en halverwege het tweede gedeelte weer een sproeier aantrent, dan passeert de gasstroom drie sproeikoppen, waarvan 2 in de-, en 1 in torenstroom, hetgeen volgens Whynes de absorptie niet beïnvloedt. Genoemde sproeiers verspreiden recirculerende vloeistof. Grafiek 2 geeft het verband van de vloeistof-recirculatie en het aantal overbrachte-eenheden aan. Uit de grafiek blijkt, dat er een aanzienlijke recirculatie moet worden toegepast. Voor sublimatie van water wordt bovenin de tweede sectie een vierde sproeier aangebracht, die echter op het werkelijke absorptie-proces weinig invloed heeft, zie ook fig. 3. Het aantal transport-eenheden wordt nu (zie fig. 1)

$$2 \times 0,86 + 1,21 = 2,93$$

Onder de uit twee kamers bestaande toren bevindt zich een verzamelreservoir.

IX Berekening apparatuur.

IX-1 Absorptietoren.

De hoogte van de toren is dus 3 meter. De toren is verdeeld in twee kamers, waarvan de horizontale doorsnede bepaald wordt door:

- a) de gasbelasting
- b) de hoeveelheid af te voeren verzate.

De gasbelasting is $+ 10.000 \frac{m^3}{h} \cdot 1.1 \dots \frac{m^3}{m^2}$

De hoeveelheid af te voeren verzate is $1,2 \dots$

Als we de warmte-overdrachtscoëfficiënt van de absorptie-toren op $10 \text{ W/m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$ stellen en $\Delta T = 30^\circ\text{C}$, dan geldt:

$$90.500 = 20.0.30 \quad A = 151 \text{ m}^2$$

Dit zou betekenen, dat de beide kamers een oppervlakte hebben van $75,5 \text{ m}^2$, en het totale grondoppervlak van de toren 151 m^2 is.

Hieruit volgt dat de gasbelasting in de toren $10 \frac{m^3}{s} = 11 \frac{m^3}{h}$ bedraagt. Het verzamelreservoir is b.v. 1 m hoog en heeft derhalve een volume van 151 m^3 .

Vanwege het corrosieve karakter van het gas, moeten de absorptietoren het beste uitgevoerd in polypropyleen, al af en toe te worden. De wanddikte is b.v. 10 mm. Men kan ter versteviging van de constructie ribbels van polypropyleen aantrenten, die tevens dienst doen als vloeistof-afvoer uitlaten.

IX-2 Absorbers.

De absorbers, die dienen ter verwijdering van het restant SiF₄ uit de afgasen, zijn uitgevoerd als cilindrische kolommen met drie laag gasbedden van b.v. monelmetaal, waarop soda kan worden aangebracht.

De dichtheid van SiF₄-gas is $4,7 \frac{kg}{m^3}$. Er is verrijkt rd gas van $230 \text{ kg d.i. } 237,5 \text{ kg SiF}_4$, dat dus een volume inneemt van 50 m^3 .

Dit is slechts een fractie van de totale volumestroom, die we daarom onveranderd op 10.000 m³/h stellen of 2,8 m³/s.

Volgens U.S.P. 3,094,381 is de optimale concentratie aan vaste stof 1-2 pound per pound fluor in de afgassen.

We hebben nog 12,5 kg SiF₄ per uur d.i. $\frac{76}{104} \times 12,5 \text{ kg F} = 9,13 \text{ kg F} = 20,13 \text{ pounds/uur}$. Er is dus nodig $\pm 30 \text{ pound Na}_2\text{CO}_3 = 13,5 \text{ kg/uur}$.

wordt er nu b.v. een kolomdiameter van 1 m gekozen, dan is het oppervlak van de kolondoorsnede 0,785 m². Dit zou resulteren in een gassnelheid van $2,8/0,785 = 3,6 \text{ m/s}$.

Het uiteindelijk ontwerp van de absorbers is een kwestie van optimaliseren. Men kan zeer grote absorbers bouwen met een grote hoeveelheid soda, die derhalve een lange tijd in bedrijf kunnen blijven, voordat de soda verzadigd is en men moet omschakelen naar de tweede absorber, waarna de eerste wordt geleegd en gereinigd. Het voordeel van grote absorbers is verder, dat ze gemakkelijk voor deze werkzaamheden toegankelijk zijn en bovendien resulteren in een relatief lage gassnelheid, waardoor b.v. geen gevaar voor meevoering van soda-deeltjes bestaat.

Daar staan als bezwaren tegenover de hoge materiaal- en constructiekosten. Een kleinere absorber is mechanisch stabiel en uiteraard goedkoper, maar het aantal omschakelingen wordt groter.

Om bovengenoemde redenen en omdat er bovendien geen experimentele gegevens over de doorstroming van de sodalagen beschikbaar zijn, is hier van een exact ontwerp afgezien.

IX-3 Menger.

Ook het ontwerp van de menger is min of meer arbitrair.

De keuze is gevallen op een geroerde tank met ontluchting, omdat in de eerste plaats roeren een gunstige invloed heeft op de menging en de filtreerbaarheid van het gevormde SiO₂ verbetert. Bovendien is de ontluchting aangebracht, omdat de overmaat ammoniak, die men heeft toegevoegd bij de relatief hoge eindtemperatuur weer ontwijkt en afgevoerd moet worden.

Er moet 69 kW warmte worden afgevoerd (zie warmtebalans).

De grootte van de menger wordt nu sterk bepaald door de grootte van de warmteoverdrachtscoëfficiënt en vorm van uitwisselend oppervlak.

Is de U b.v. 50 W/m² °C , dan geldt voor de warmtestroom naar de omgeving:

$$50 \cdot A \cdot 60 = 69000 \quad \text{dus} \quad A = 23 \text{ m}^2$$

Dit zou betekenen , dat de menger b.v. een doorsnede van 2 m en een hoogte van 2,7 m zou moeten hebben. Oppervlaktevergroting m.b.v. bij voorbeeld koelribben zou de dimensies van de menger kunnen reduceren, waarbij constructiekosten moeten worden afgewogen tegen materiaalkosten. De verblijftijd in de menger speelt daarbij een rol, vooral i.v.m. de filtreerbaarheid van het SiO₂. Hierover verschillen het amerikaanse en het oostenrijks patent van mening. Het oostenrijks patent maakt het proces zelfs discontinu, door na de eerste menger een tweede menger aan te brengen, waarin het mengsel gedurende b.v. een kwartier verder wordt geconditioneerd. Om wille van de continuïteit is voor de beschreven Amerikaanse methode gekozen.

De menger wordt uitgevoerd in roeststaal of om redenen van economie in constructiestaal, behalve het neopreen.

IX-4 Koeler.

Volgens de warmtebalans moet er 30 kW warmte worden afgevoerd om de oplossing af te koelen van 80° tot 45°C, welke laagste temperatuur zodanig gekozen is, dat de filterapparatuur er tegen bestand is.

De volumestroom is ruim 1500 liter per uur.

We kiezen een pijpen-warmtewisselaar met dubbele pijpen, een binnenpijp voor de oplossing en een buitenpijp voor het koelwater.

Het koelwater wordt opgewarmd tot 25°C bij een begintemperatuur van 20°C.

Bij een inwendige pijpdiameter van 32 mm is de stroming voldoende turbulent en heeft dan een snelheid 0,45 m/s.

We berekenen eerst het benodigde warmtewisselend oppervlak:

$$A = \frac{\dot{Q}}{U \Delta T} \quad \begin{matrix} \dot{Q} = \text{warmtestroom} \\ \Delta T = \text{log. gemiddelde.} \end{matrix}$$

We nemen hier een U van $500 \text{ W/m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$. Uit nomogrammen vinden we de dT bij een verschil tussen inlaattemperatuur oplossing en uitlaattemperatuur water van 15° en een verschil tussen uitlaat oplossing en inlaat water van 25°C . Deze dT is 38 .

We vinden dan $A = \frac{30 \cdot 1000}{20 \cdot 38} = 1,32 \text{ m}^2$

Bij een pijpdiameter van 32 mm is dan een totale pijplengte nodig van:

$$\frac{1,32}{0,0008 \cdot 3,14} = 13,1 \text{ m.}$$

We kiezen een koeler van $1\frac{1}{2}$ meter lengte met 9 pijpen onder elkaar. Voor afvoer van 30.000 m^3 in een koelwater van 20°C nodig:

$$\frac{30 \cdot 1000}{4170 \cdot 5} = 1,4 \text{ liter/s.} = 5160 \text{ liter/h.}$$

Hiervoor is nodig een doorsnede in stroomvlak:

$$\frac{5160}{1700} \times 0,0005 = 0,32 \text{ dm}^2$$

Invullen door een buis van 32 mm met een oppervlak van de doorsnede van $0,0005$ gaat 1300 liter.

De totale doorsnede, binnen- plus buitenpijp, wordt nu:

$$0,0005 + 0,32 = 0,3205 \text{ dm}^2.$$

Dit komt overeen met een inwendige diameter van:

$$D = \left(0,3205 \cdot \frac{4}{3,14} \right)^{0,5} = 7,15 \text{ cm.}$$

Deze D resulteert in een wanddikte van $1,5 \text{ m}$ lengte, bestaande uit 9 dubbele pijpen, waarvan de binnenpijp, gemaakt van monelmetaal, een inwendige diameter van 32 mm heeft en een wanddikte van 5 mm , en de buitenpijp, vervaardigd uit b... staal, een inwendige diameter van $7,15 \text{ cm}$ en een wanddikte van 6 mm heeft.

Bij de berekening is het bepalen van de werkdruk verwaarloosd.

IX-5 Rotatief trommelfilter.

Zoals reeds eerder in dit verband meer vermeld is gebleven, is berekening van het filter niet goed mogelijk i.v.m. de onbekendheid met de aard van het te filteren materiaal. Er moet een volumestroom aan filtraat van 1600 liter per uur, n.l. 1300 l^2 oplossing en 300 liter water worden afgevoerd.

Het hiervoor benodigde filter-oppervlak is afhankelijk van:

- a) Het gebruikte drukverschil,
- b) De totale weerstand, opgebouwd uit een rook- en een rookweerstand.

Als men nu de bovenvermelde factoren niet in rekening brengt, maar uitsluitend afgaat op het volumedebiet, dan zijn voor de dimensionering van het trommelfilter nog van belang de rotatiefrequentie en de mate van onderdompeling.

Al deze factoren en parameters maken de berekening van de trommelfilter nogal gecompliceerd.

Gekozen is een Barr-Cliver vacuüm-trommelfilter met een trommeldiameter van 4220 mm en een trommellengte van 5400 mm . Dit is de grootste standaarduitvoering, die de fabriek levert.

De installatie kan zo nodig geheel in plastic worden uitgevoerd.

Het filterdoek is vervaardigd van baran en de snaren voor rookafname van neopreenrubber.

De filtercellen zijn aangebracht op de ontrek van de trommel en gemaakt van polypropyleen. Er zitten in de beschetate uitvoering 96 filtercellen op de ontrek, waarvan telkens vier op een rij (longitudinaal) zijn verbonden met het vacuumsysteem.

De aandrijving van de trommel kan geschieden op de as of op de trommel zelf. Deze is niet in de tekening aangebracht.

De roerder wordt telkens even door de trommel meegenomen en weer losgelaten.

IX-6 Ventilatoren.

Er zijn in het systeem twee ventilatoren betrokken, een pers- en een zuigventilator. Tijdens absorptie in toren en absorbers treedt n.l. drukverlies op.

De volumestroom is $10.000 \text{ m}^3/\text{h} = 2,8 \text{ m}^3/\text{s}$.

De zuigdruk is 1 bara, de persdruk 1,1 bara.

Het totaal rendement is 0,30.

Het aan de as toe te voeren vermogen wordt dan:

$$P_{\text{as}} = \frac{P_e}{\eta_{\text{tot.}}} = \phi_v \cdot \rho_i / \eta_{\text{tot.}} = \frac{2,8 \cdot 1,1 \cdot 10^5}{0,30} = 93 \text{ kW}$$

De schoepen kunnen van polypropyleen vervaardigd zijn.

IX-7 Pompen.

Voor recirculatie van H_2SiF_6 -oplossing naar de absorptietoren wordt een centrifugaalpomp met polypropyleen pomphuis en schoepen gebruikt.

Er wordt een drukverschil van 4 atmosfeer overwoken. Deze is onder meer afhankelijk van de uitvoering en afmeting van de sprocilopen, alsmede van de plaats daarvan.

Werecirculeren ongeveer 45 m^3 per uur (zie fig. 3) met een gemiddelde dichtheid van $1,2$.

De massastroom is dus: $\phi_m = \frac{45 \cdot 1,2 \cdot 10^3}{3600} = 15 \text{ kg/sec}$.

Het totale rendement van de pomp wordt gesteld op 0,3.

Het aan de as toe te voeren vermogen wordt dan:

$$P_{\text{as}} = \frac{15 \cdot 4 \cdot 10^5}{1,2 \cdot 0,3 \cdot 10^3} = 16,7 \text{ kW}$$

De pomp, die oplossing uit de verzamelbak naar de nenger pompt, verwerkt per uur $921,52 \text{ kg d.i. C}$, 16 kg/s .

Het drukverschil is ook lager, zodat we mogen stellen, dat deze pomp evenals overigens de overige pompen in het proces, zoals de ammonia pomp en de koelwaterpompen een veel lager asvermogen vereist.

IX-8 Leidingen en apparaten.

De leidingen in het systeem zijn over het algemeen gemaakt van polypropyleen. Leidingen, die agressieve vloeistof van 10°C bevatten (alzin gedeelte) kunnen wellicht beter van conda metaal worden gemaakt.

De toelastbare druk in polypropyleen is ongeveer 6 atmosfeer. Deze druk wordt overigens nergens in het proces bereikt.

In verband met de corrosieve werking van de vervaarde vloeistoffen en water kan men het beste, waar mogelijk, met kunststoffen gebruiken. De rubber membranen zorgen er voor, dat het bereiningsmechanisme niet in aanraking komt met het medium.

IX-9 Regelapparatuur.

In het proces zijn enige regelstelsels aangebracht. In de aanvoerleiding van water naar de absorptietoren zit een water flowmeter, die de toevoer van water regelt op de hoeveelheid SiF_4 in het systeem. De flowmeter kan worden gecompenseerd door een soort deconvolter, die dus opereert op dichtheidsverschillen. Dit is echter niet nauwkeurig genoeg, daar de verandering niet alleen zeer gering is, maar bovendien verpompt met een voor en weer verandering in de concentratie van andere gassen dan het SiF_4 .

De meest voor de hand liggende regeling is dat een CO -regeling, waarbij dus het gasmengsel op SiF_4 moet worden geanalyseerd.

volgens litt. 6 kan het SiF_4 in de gasstroom bepaald worden door het chemisch te absorberen in H_2O_2 -oplossing en de verzurende oplossing na toevoeging van een weinig CaCl_2 te titreren met natronloog. Het apparaat is geautomatiseerd.

De ammoniactoevoer naar de menger moet geregeld worden, daar is getoetst, dat de pH van het mengsel van invloed is op de filterbaarheid en het kwantitatief neerslag van het SiO_2 . Regeling op pH is erg moeilijk, omdat in het fluorhoudend milieu t.v. F^- een zilverelectrode kan worden gebruikt. Ook andere electroden zijn op deze roelen niet toe te passen, al zou een antimonoelectrode overweging verdienen. De onbetrouwbaarheid, dat zich op elke elektrode, van welk materiaal dan ook onmiddellijk een SiO_2 -laag afzet, die de potentiaal zou kunnen beïnvloeden, maken regeling op pH een dubieuze zaak.

Doordat de naar de menger afstromende oplossing van H_2SiF_6 een constante concentratie heeft, geregeld door de regeling op de verzamelbak van de absorptietoren en bovendien de pers. de leerpompe constanten eenzijdig en wensgeleid de optimale hoeveelheid H_2O per liter toevoert, is regeling van de ammoniactoevoer op pH gemakkelijk te verkrijgen en te vervangen door een flow-control. De afsluiter in de ammoniacleiding wordt dan gecombineerd door de flowmeter in de aanvoerleiding van de oplossing.

De reeds genoemde regeling van de H_2SiF_6 -concentratie kan geschieden door level control door juiste instelling van de recirculatie en door berekening van de hoeveelheid water, die toevoert moet worden toegevoerd, aan het volume berekend worden, dat door een H_2O -type oplossing wordt ingebracht. Door instelling van een overloop zou dan uiteindelijk oplossing van de gewenste sterkte het reservoir verlaten, waar het niet, dat juist om de oppervlakte steeds nieuwe oplossing uit de toren in de verzamelbak terecht komt en daar de concentratie zal verlagen. Beter is het om de regeling pneumaticch te laten verrichten t.v. een bubble-tube. Deze niveau-regeling is gebaseerd op het overvullen van het hydrostatisch niveau met in de oplossing door een luchtbel, die van onder uit het reservoir stijgt door een open buis. Met behulp van regellucht kan dan via een PID-regelaar de afsluiter bediend worden, die dus geheel open staat bij het juiste (berekende) niveau en sluit bij stijging of daling van het niveau in de verzamelaar. De oplossing in het verzamelreservoir is als gevolg van de roerwerking, die door de recirculeerpomp wordt uitgeoefend, homogeen gemaakt, zodat bij open afsluiter onder uit het reservoir een oplossing met de gewenste concentratie naar de menger kan worden gepompt.

X- Litteratuuropgave. (in de tekst aangegeven)

1. Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie
Achten Auflage (1940) 19
Silicium Teil B. - Halogeniden.
2. Journal Phys.Chem. 27 (1923) 577/80. C.A.Jacobson
3. United States Patent 2.584, 281
A.F.Cooper-United Technical Industries, Utah - 21-3-'58
4. Österreichisches Patentschrift Nr. 214409
Müller, Weinrotter und Schweighofer
Österreichische Stickstoffwerke A.G. Linz.
5. Kirk and Othmer
Encyclopedia of chemical technology
Vol 6 , p.676
6. Whynes A.L. - Trans. Inst. Chem. Eng.(1956)-24,118.
7. Gilliland and Sherwood- Ind.Eng.Chem. (1934)-26-516
8. Ruth, Montillon and Montonna- Ind.Eng.Chem. 25 -(1933)-76,153

Niet in de tekst aangegeven.

Collegedictaten van Prof. Heertjes en Prof.Kramers.

Whynes A.L. and Dee F.I.

Special Report Techn.Meeting Int. Superphosphate Man. Ass. Sept.'53

Calver, A.G. and Mensley, J.D.C.

Proceedings of the Fertilizer Soc. no. 63 (1960)

Journal of Appl.Chem. of the U. S. A. Vol.25 (1952) I 361

U.S.P. 2,584,895 W.F.McIntire - Treatment of fluoric effluents to
obtain ammoniumfluoride.

Truchot- Comptes Rend. Hebd. 100, (1885), 794

Heydweiller- Ann.der Physik-37-739.

Sherwin K.A. - Trans.Inst.Chem. Eng. (1954)- 32-S 149.

Dickey G.D. and Bryden G.I.- Filtration.

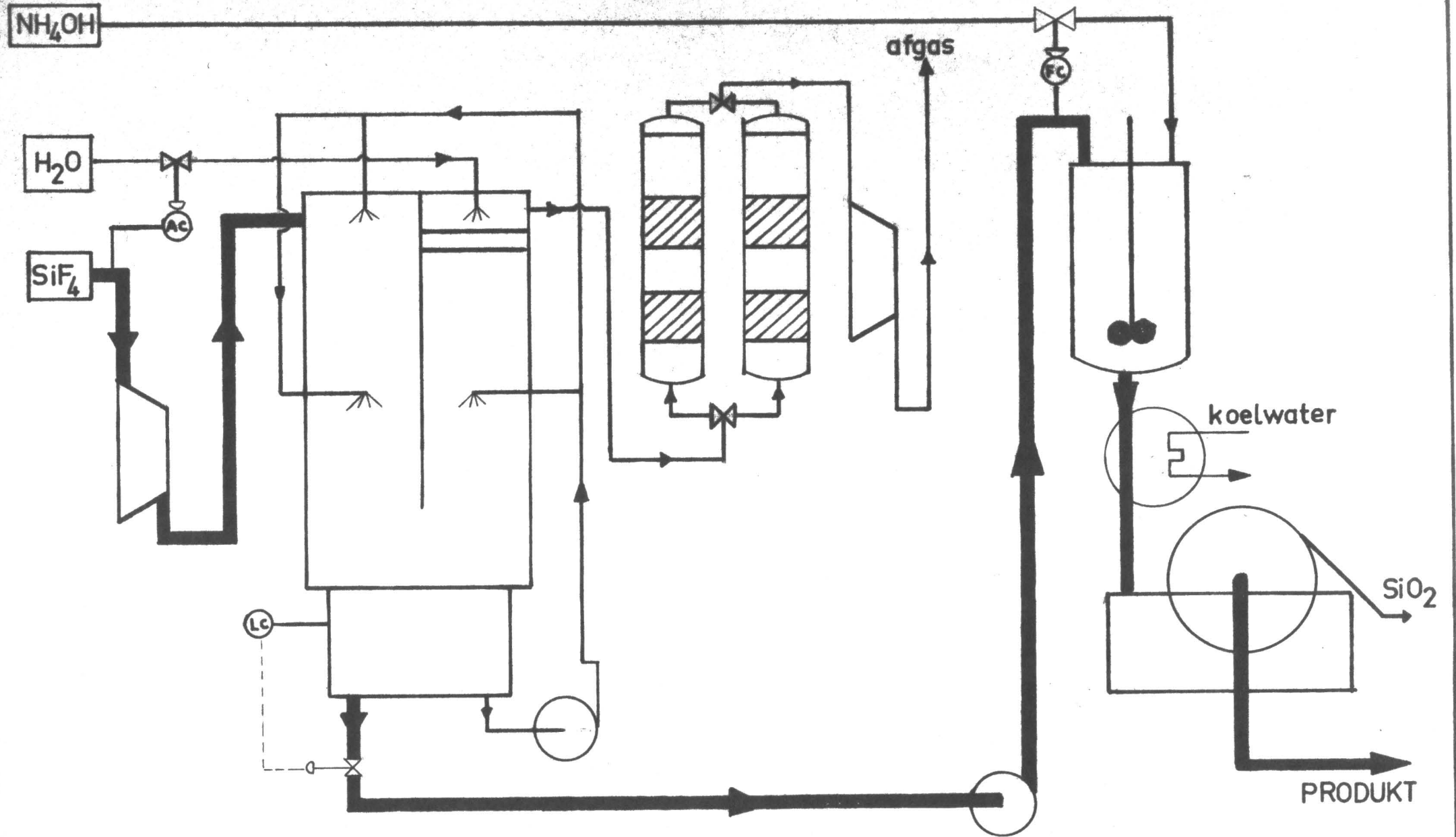
Ind.Eng.Chem. 20 (1928) 892

Chemische Technologie-Band I-Anorg.Techn.I-
Weinacker en Küchler- München 1958.

Guntz- Ann.Chim.Phys.3 (1884)-5

Mellor-Vol. VIII Suppl.I.

Drews K. - Die Technischen Ammoniumsälze- Stuttgart 1938



| PERS-VENT. |

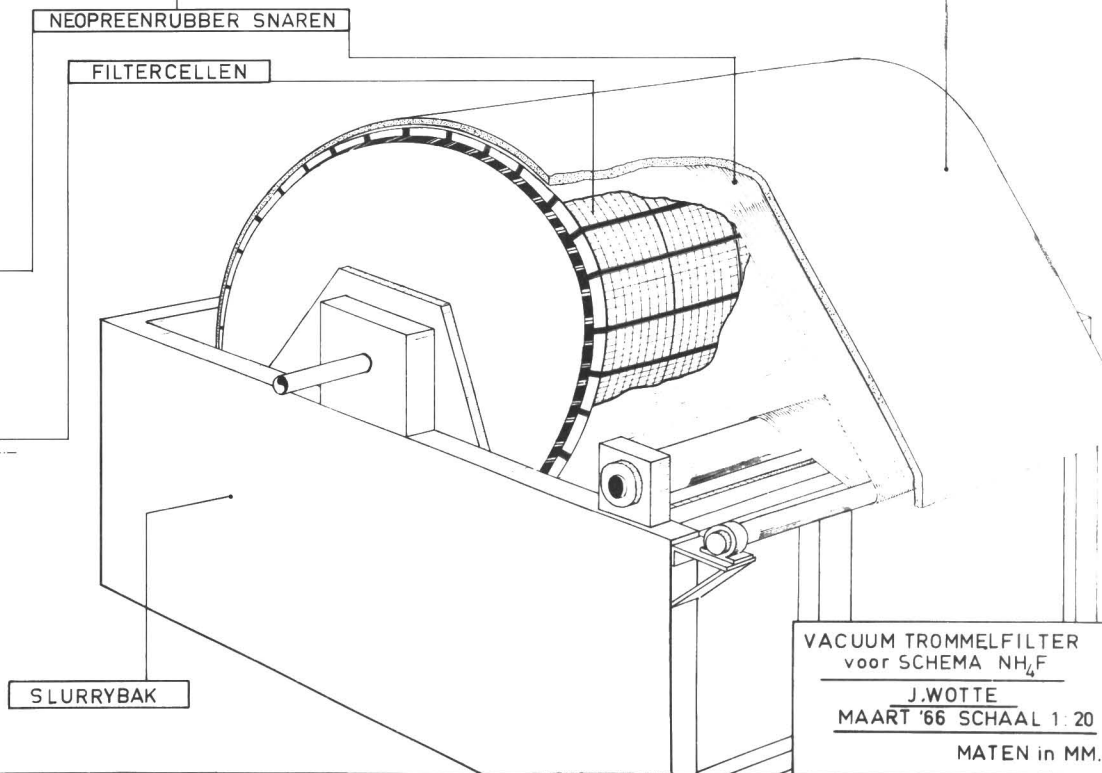
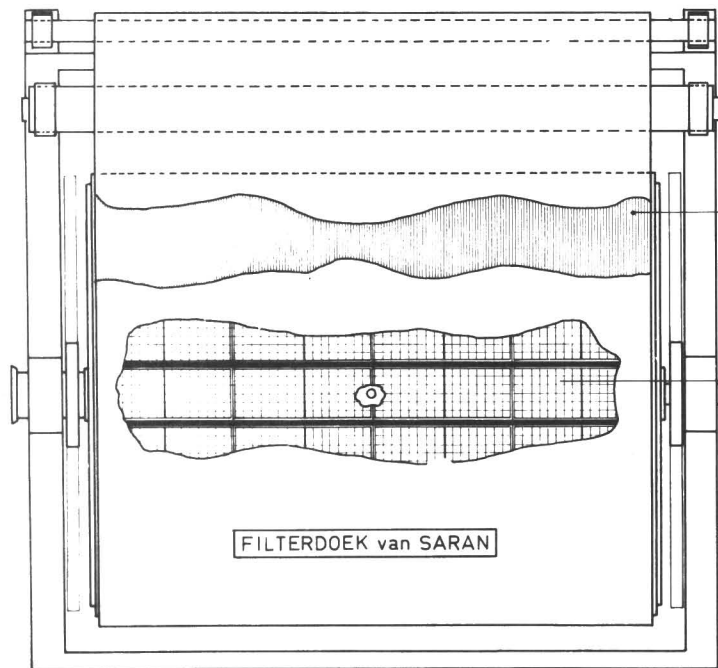
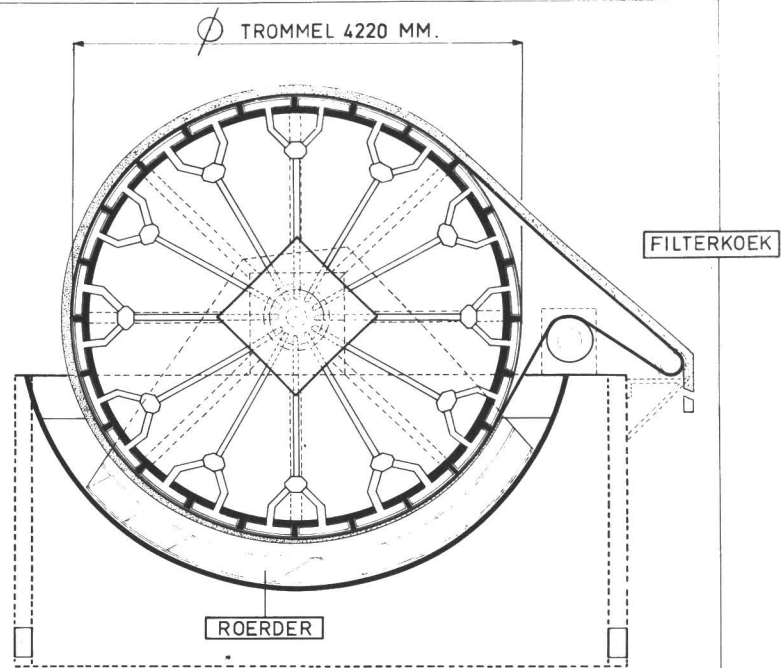
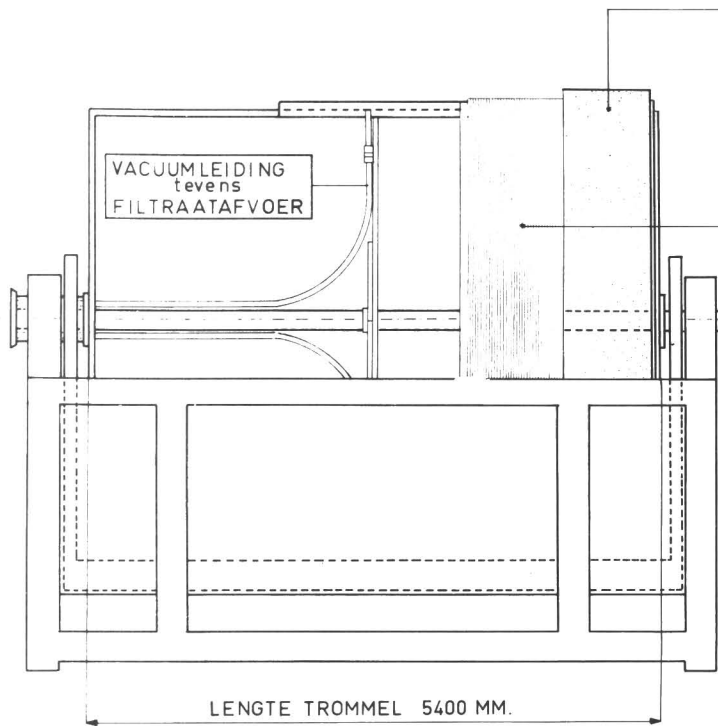
| ABSORPTIE TOREN |

| ABSORBERS |

| ZUIG VENT. |

| MENGER |

| FILTER |



-17-

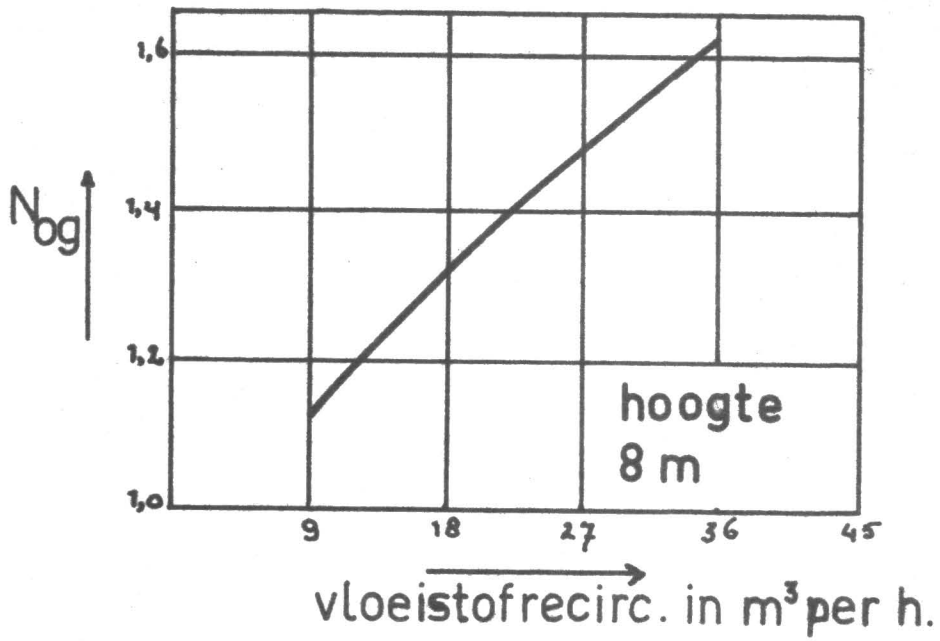


FIG. 2

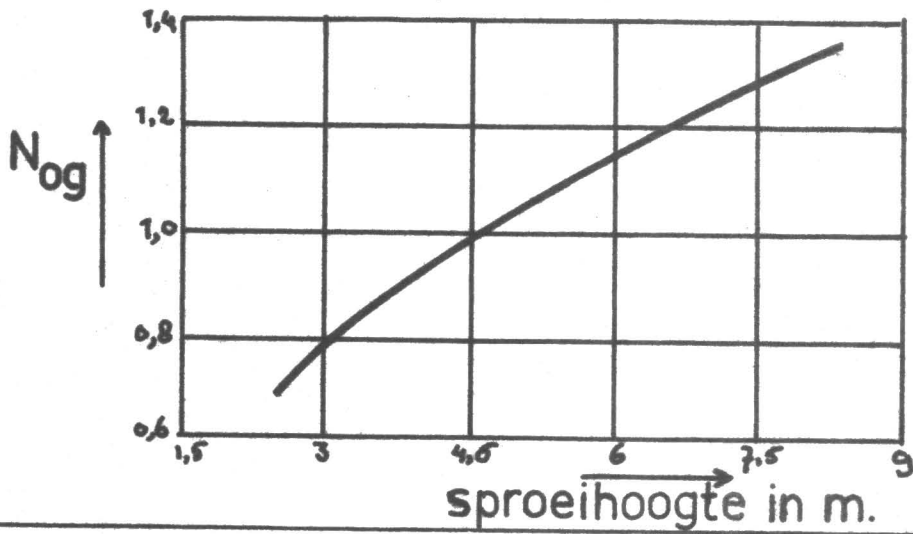


FIG. 1

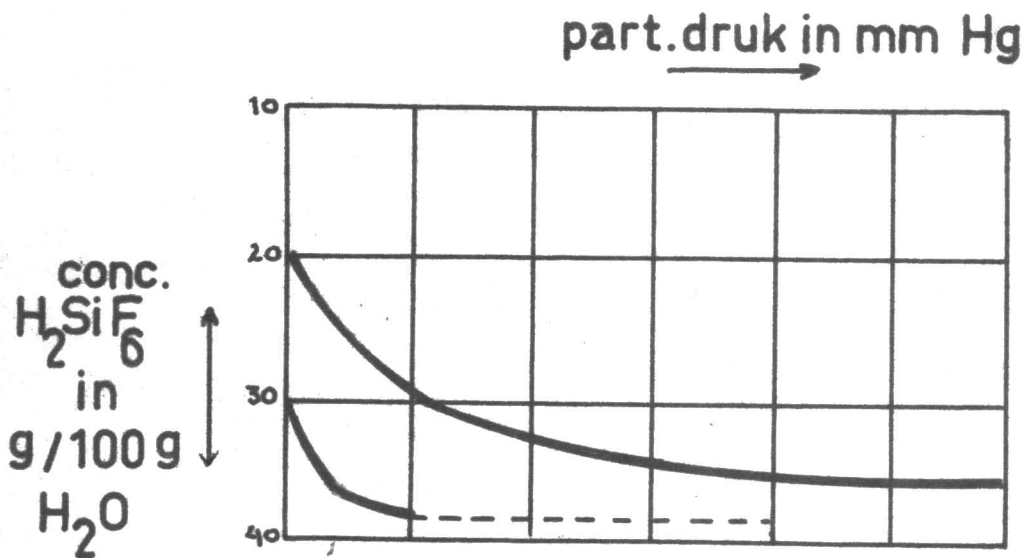
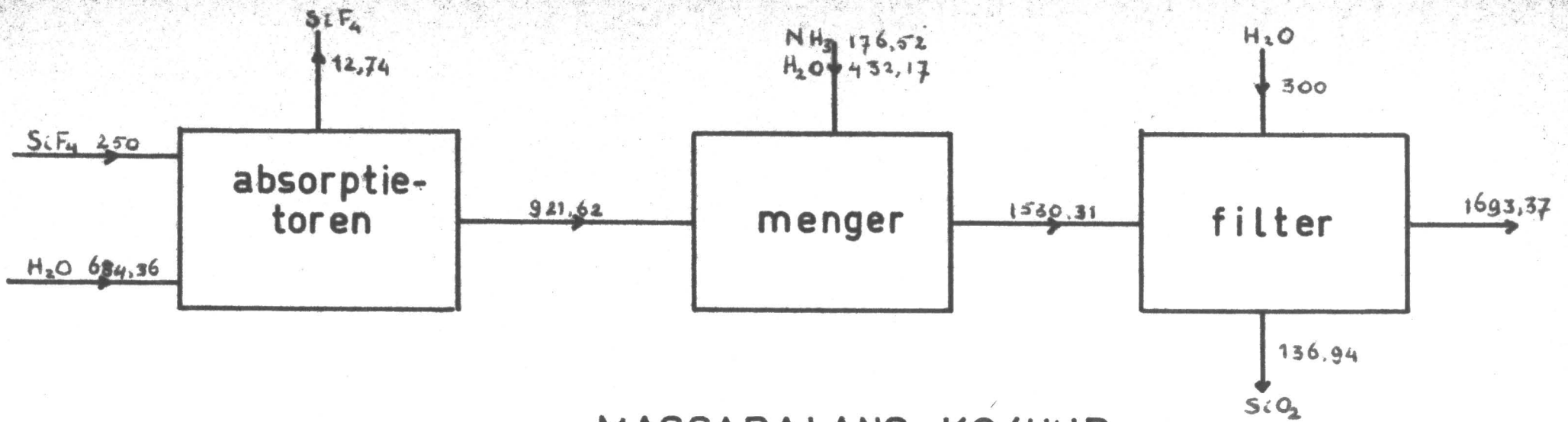
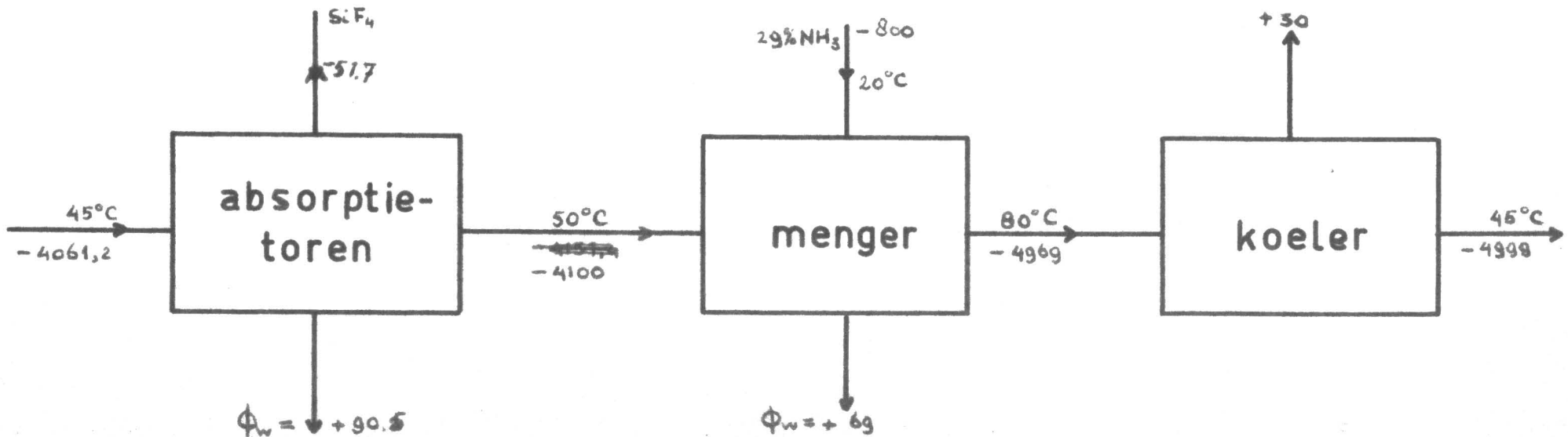


FIG. 3



MASSABALANS KG/UUR



WARMTEBALANS in kW