



Inleiding.

Bij het ontwerpen van een fabriek om titaandioxyde te maken, hebben we ons afgevraagd waar de fabriek gebouwd zou kunnen worden en hoe groot de productie dan zou moeten zijn.

In Nederland is geen instelling, die TiO_2 fabriceert. Wel is bekend, dat de firma Noury en van de Lande zich bezig gehouden heeft met de winning van TiO_2 -pigmenten uit ilmeniet, dat verkregen wordt als een bijproduct van de tinertsen. Volgens verkregen inlichtingen was dit niet renderend.

Het titaandioxyde, dat in Nederland wordt verbruikt, wordt ingevoerd vanuit de Verenigde Staten, West-Duitsland, Noorwegen en Frankrijk. De situatie is in België hetzelfde als in Nederland. Ook daar is geen titaandioxyde fabriek en wordt het product eveneens ingevoerd vanuit de voor Nederland genoemde landen.

De ingevoerde hoeveelheden, in tonnen per jaar, bedragen voor Nederland en België:

Jaar:	1949	1950	1951	1952	1953 (Jan.-Mrt)
Nederland:	93	104.4	3073,2	3584	770
België:	?	984	1324	1928	?

Zoals men ziet is het ~~verbruik~~ sterk toegenomen en daarom besloten we een fabriek te ontwerpen, die in de behoefte aan titaandioxyde van Nederland en België ruim zou kunnen voorzien. We zijn daarbij uitgegaan van de gedachte 6000 ton per jaar te moeten produceren. Onze opzet is evenwel nog ver onder de minimale economische grootte, welke gesteld wordt op een minimum productie van 45 ton titaandioxyde per dag door W.J. O' Brien²⁾ in 1948. Naar zijn mening is voor een dergelijk bedrijf, zonder bijkomstige afdelingen als laboratorium, enz., een kapitaal van ongeveer \$ 9.000.000 nodig, dat vooral zo hoog wordt door het noodzakelijke gebruik van zuurbestendig materiaal.

De keuze van vestigingsplaats der fabriek wordt onder andere bepaald door de aanwezigheid van goed en veel water, lozingsmogelijkheid van zuur en aanwezigheid van transportwegen voor aan- en afvoer van de grondstoffen en producten.

Het titaandioxyde wordt gemaakt uit ilmeniet. Dit erts komt in grote hoeveelheden voor in Noorwegen. Aanvoer geschiedt dus over zee en het ligt voor de hand de fabriek in de nabijheid van een zeehaven te bouwen. Om 6000 ton titaandioxyde per jaar te kunnen produceren heeft men ongeveer 15000 ton ilmeniet nodig, ofwel een aanvoer van 1250 ton ilmeniet per maand. Voor het vervoer van ilmeniet zijn dus geen grote scheepsruimten nodig. Het lijkt ons daarom het beste de fabriek te bouwen in de buurt

TiO₂ pigmenten?

Pigment

*U kunt nu
aangevraagd
zijn
vrij*

van Delfzijl, waar de aanvoer van het erts door middel van kustvaarders mogelijk is. Bovendien kan men de afvalvloeistoffen in zee spuien.

De vorm waarin het titaandioxyde als pigment wordt gebruikt is verschillend. Tot voor enkele jaren gebruikte men het titaandioxyde voornamelijk als component van samengestelde pigmenten, dat wil zeggen, vermengd met andere witte pigmenten. Op het ogenblik gaat men steeds meer zuiver titaandioxyde gebruiken, wat echter in twee vormen voorkomt, namelijk de anataas en de rutielmodificatie. Van deze twee geniet de rutielstructuur de voorkeur, omdat de dekkraft van rutiel veel groter is, dus, per eenheid van oppervlakte heeft men minder pigment nodig.

Ter vergelijking: loodwit: 15 sq ft/lb
rutiel: 147 sq ft/lb
anataas: 115 sq ft/lb.

Deze waarden zijn overgenomen uit een geschrift van de maatschappij die in Nederland de titaandioxydepigmenten verkoopt.

Keuze van het proces.

Het verschil in dekkraft der beide modificaties was voor ons de reden het fabricageproces zo te leiden, dat rutiel het eindproduct is.

Wat het te gebruiken proces betreft, het titaandioxyde kan als volgt bereid worden:

- A) Volgens het zogenaamde Noorseproces, waarbij het erts met zwavelzuur wordt ontsloten en de gevormde titaansulfaatoplossing wordt gehydrolyseerd.
- B) Volgens het proces, waarbij het erts met chloor wordt ontsloten en het gevormde titaantetrachloride via hydrolyse of door behandeling met oxyderende gassen in titaandioxyde wordt omgezet.
- C) Door hydrolyse van
 - a) fluoride oplossingen
 - b) nitraat oplossingen
 - c) chloroacetaat oplossingen.

Van deze processen is het Noorse tot nu toe nog het belangrijkste. Het Proces met chloor verkeert nog in het stadium van ontwikkeling. Een grote moeilijkheid is hierbij de keuze van het materiaal. Bovendien kan via het tetrachloride alleen dan een goed pigment verkregen worden als het chlo-ride zeer zuiver is:

Kort overzicht van het Noorse proces.

Ilmeniet wordt zeer fijn gemalen en dan gemengd met zwavelzuur van 96%. De reactie wordt op gang gebracht door aan het mengsel een bepaalde hoeveelheid water toe te voegen. Tijdens het mengen met zwavelzuur wordt lucht doorgeblazen. Zodoende ontstaat een porieuze koek, die later gemakkelijk in water oplost. Na het oplossen in water wordt het aanwezige ferri gereduceerd

geen berekening
doelmatig de lengte
niet te lang

dikte laagte
in water of

tot ferro met behulp van ijzerafval, schroot. De oplossing wordt dan gescheiden van onopgeloste bestanddelen en daarna afgekoeld tot 5-10°C. Een groot deel van het aanwezige ferrosulfaat kristalliseert dan uit in de vorm van $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{aq}$. De kristallen worden verwijderd en de oplossing wordt ingedampt. Aan de ingedampte oplossing wordt een kiemvloeistof toegevoegd, waardoor bij de daarop volgende hydrolyse titaandioxyde hydraat ontstaat, dat later overgaat in rutiel. Deze hydrolyse wordt veroorzaakt door de oplossing gedurende een zekere tijd te koken. Het neergeslagen hydraat wordt afgefiltreerd op een roterend filter, enkelen malen opnieuw met water vermengd en geroerd en weer afgefiltreerd. Tenslotte wordt het titaandioxyde gedroogd in een roterende oven, dan fijngemalen en afgewerkt tot de verschillende kwaliteiten, die gevraagd worden.

Het Chloorproces.

Hierbij wordt het titaan overgevoerd in titaantetrachloride, door het ilmeniet te behandelen met chloor en cokes bij verhoogde temperatuur. Vroeger werd het erts ook wel gesmolten met soda of met kaliumbisulfaat, waarna de smelt opgelost werd in zoutzuur. Deze oplossing is altijd onzuiver; Het gevormde titaanchloride wordt gezuiverd door destillatie. Men kan dan titaandioxyde verkrijgen door het titaanchloride in water te leiden, of door verbranding met lucht, of door het chloride samen met stoom in een reactiekamer te brengen. Het gevormde titaandioxyde wordt dan verzameld, gewassen, gedroogd en fijngemalen.

De andere processen brengen het titaan ook eerst in de vorm van een titaanzout, waarna dit gehydrolyseerd wordt en het ontstane titaandioxyde verder wordt verwerkt.

Wij kiezen voor onze fabriek het reeds genoemde Noorse proces. Ons land heeft namelijk voldoende zwavelzuur van 96% ter beschikking; het Noorse ilmeniet leent zich hiervoor het beste. De materiaalproblemen zijn minder groot dan bij het chlorideproces. Dit laatste wordt tot nu toe voornamelijk toegepast bij de bereiding van titaan.

Welk proces men ook kiest, zuiver titaandioxyde is thans nog een vrij duur pigment. De groothandelsprijs bedraagt in Nederland F. 1.50-F. 1.80 per Kg. De prijs zou gedrukt kunnen worden, indien de afvalproducten lonend geregenereerd en verwerkt konden worden. In ons geval zijn deze afvalproducten verdund zwavelzuur en ferrosulfaat. In Duitsland werd tot 1944 het ferrosulfaat verwerkt tot Fischer-Tropsch katalysator. Het zwavelzuur werd in de Rijn gespuid. De waarde van ~~regenereren~~ ^{regenereren} van het zwavelzuur is dubieus.

Volgens Heimich was dit niet aan te bevelen. Thans is, bij de hogere zwavelzuurprijs, regeneratie te overwegen. Aan het einde van het tweede

*Tilly
in komdest
grote zure was*

deel van het schema wordt een methode voorgesteld.

Voor het proces, dat wij gebruiken, dient het ilmeniet aan de volgende eisen te voldoen:

- 1) het ijzergehalte moet binnen redelijke grenzen liggen, in verband met de benodigde hoeveelheid zwavelzuur. Wordt het ijzergehalte hoger, dan moet de apparatuur groter zijn bij dezelfde productie van titaandioxyde.
- 2) het ijzer moet zoveel mogelijk in de twee-waardige vorm aanwezig zijn, om het schrootverbruik, nodig voor reductie van ferri tot ferro te beperken.
- 3) het gehalte aan Cr_2O_3 kleiner dan 0,12% en het gehalte aan vanadium kleiner dan 0,3%.
- 4) het gehalte aan andere-, zwavelzuur verbruikende bestanddelen moet zo laag mogelijk zijn.

Bij de fabricage onderscheiden we de volgende trappen:

- 1) voorbereiding van het erts
- 2) ontsluiting van het erts
- 3) verwijdering van onopgeloste bestanddelen en uitkristalliseren van het ferrosulfaat.
- 4) bereiding kiemvloeistof.
- 5) hydrolyse van de titaansulfaatoplossing
- 6) filtratie en wassen van het titaandioxyde-hydraat
- 7) calcineren tot het titaandioxyde.
- 8) malen en sorteren

De verdeling van het schema ligt voor de hydrolyse van de titaansulfaatopl.

Het eerste deel van de bereiding van titaandioxyde uit ilmeniet.

- 1) De voorbereiding van het erts.

Deze bestaat uit het drogen en fijnmalen van het erts. Door de groote fijnheid van het erts loopt de reactie bij de ontsluiting met zwavelzuur sneller en vollediger naar de ideale toestand, waarbij al het beschikbare titaan in het erts in oplossing is gebracht.

- 2) De ontsluiting van het erts.

Er zijn zeer vele varianten op de ontsluiting met zwavelzuur.³⁾ Allereerst het selectieve oplossen van de componenten van het erts, dat, wanneer men uitgaat van ilmeniet, ongeveer de volgende samenstelling⁴⁾ heeft:

TiO ₂ : 44.40%	FeS: 0,63%	MnO ₂ : 0,37%	CuO: 0,015%
FeO: 34.00%	SiO ₂ : 2,79%	V ₂ O ₅ : 0,175%	P ₂ O ₅ : 0,015%
Fe ₂ O ₃ : 12.44%	MgO: 3.55%	NiO: 0,085%	As ₂ O ₃ : 0,01 %

90.84

97.81

97.81
90.44

90.44
90.44
90.480

Bij deze werkwijzen gaat het erom, het ijzer alleen op te lossen, de oplossing van de rest van het erts te scheiden en dan deze rest in oplossing te brengen met geconcentreerd zwavelzuur. Om het ijzer selectief op te lossen, kan men gebruik maken van verhitting met 40% zwavelzuur op 170-178°C gedurende 6 uur in tegenwoordigheid van een reductiemiddel, zoals drie-waardige titaanverbindingen, koper en zwaveldioxyde.⁶⁾

Althans
De processen zijn langzaam, omslachtig en duur. Het titaan in het ilmeniet kan veel voordeliger in een in water oplosbare verbinding omgezet worden door fijngemalen erts direct met sterk zwavelzuur te behandelen. Voor dit procédé zijn in de loop der jaren vele patenten opgesteld. Zij verschillen van elkaar in de gebruikte concentratie van het zwavelzuur (93-95%), in de verhouding hoeveelheid erts-hoeveelheid zwavelzuur en in de reactie temperatuur. Een voorbeeld hiervan is een patent van C. Weizmann en J. Blumenfeld⁷⁾ Erts en zuur worden gemengd op een basis van 100 % zuur in een verhouding 1 : 1,2 - 1,8. Dit mengsel wordt langzaam verhit tot 120°C om de reactie op gang te brengen. De verkregen pasta wordt verder verhit tot 140-250°C, waarbij een vast product wordt verkregen. Dit wordt uitgetrokken met water, waarbij een oplossing ontstaat met 150-250 gram titaan dioxyde per liter.

De vaste koek, die na de eerste reactie met het sterke zwavelzuur achterblijft, is een nadeel. Het neemt te veel tijd in beslag deze koek goed uit te trekken met water. Daarvoor is loshakken en breken van de koek nodig. Men heeft gezocht naar een werkwijze, waarbij de koek poreus zou zijn en vlot op zou lossen in water in de reactie-tank zelf. Washburn⁸⁾ voert warme lucht door een mengsel van ilmeniet en 72-92% zwavelzuur. Ook wordt wel verwarmd met stoom tot 120°C, waarbij een beetje water aan het mengsel wordt toegevoegd. Dit brengt de reactie op gang. Deze verloopt zeer heftig en tijdens de reactie wordt steeds lucht doorgeblazen. De achterblijvende koek is dan poreus en lost gemakkelijk op in water.

Cauwenberg⁹⁾ voegt aan het mengsel van ilmeniet en zwavelzuur 0,6% dextrine toe (gebaseerd op de hoeveelheid erts). De reactie tussen het zwavelzuur en de dextrine veroorzaakt een volumineuze productie van fijn verdeelde koolstof, die de viscositeit sterk verhoogt. De vrijgekomen warmte brengt de reactie tussen het erts en het zuur op gang. Er wordt stoom ontwikkeld, maar door de grote viscositeit wordt een groot deel hiervan vastgehouden, waardoor een vloeistof toegankelijke vaste koek ontstaat.

Een andere methode is te werken onder druk. Buchman¹⁰⁾ gebruikt drukken tot 200 lb/ sq in. Maar in het oog lopende voordelen zijn aan deze werkwijze zeker niet verbonden.

Tenslotte is er nog een methode aangegeven, om het ontsluiten continu te doen verlopen. Booge, Krchma en Mc Kinney¹¹⁾ hebben hieraan gewerkt. Fijnge-malen ilmeniet en zwavelzuur worden continu gevoerd in een primaire zône, waar de reactie op gang gebracht wordt door toevoeging van wat water, stoom, verdund zuur of door verhitting. De massa komt dan in een secundaire zône, die op een bepaalde temperatuur gehouden wordt. Het mengsel laat men hier uitreageren. Tenslotte komt het er als een vaste massa uit.

In verband met de grootte van de productie besloten we dit continu proces niet te volgen. Hier wordt het volgende proces toegepast.

In een tank met conische bodem wordt het fijnge-malen erts met zwavelzuur van 96% gemengd door onder in de tank lucht in te blazen. Aan dit mengsel wordt een bepaalde hoeveelheid water toegevoegd, waardoor plaatselijk een hogere temperatuur optreedt, die de reactie op gang brengt. Mocht dit niet voldoende zijn, dan kan onderin ook stoom geblazen worden. Tijdens de reactie wordt steeds lucht doorgeblazen. Zodoende krijgt men een poreuze koek, die gemakkelijk in water oplost.

3) Reductie van het ferrisulfaat.

Na het uittrekken heeft men dus een oplossing van titani, ferro- en ferrisulfaat en kleinere hoeveelheden van vanadium, chroom en mangaanzouten, afhankelijk van het erts, waarvan men is uitgegaan. De hoeveelheid ferri, die aanwezig is, wordt gereduceerd tot ferro en om latere luchttoxydatie van ferro tot ferri te voorkomen, wordt ook een klein deel van het titani tot titano gereduceerd. Ferrisulfaat is in oplossing stabielere dan ferrisulfaat. Door de reductie wordt de kans kleiner, dat ijzerverbindingen neer zouden slaan gedurende de hydrolyse en tijdens het uitwassen van het titaandioxyde. Voorts kunnen ferrozouten gemakkelijker uitgewassen worden dan ferrizouten, omdat de laatste een sterke neiging hebben over te gaan in onoplosbare basische verbindingen als de zuurconcentratie van de vloeistof verminderd wordt.

Vroeger werd het ferrisulfaat electrolytisch gereduceerd.¹²⁾ Ook reduceerde men met metallisch zink, zwaveligzuur en natriumthiosulfaat.¹³⁾ Metallisch ijzer geeft echter betere resultaten.¹⁴⁾ Dit ijzer kan dan nog in verschillende vormen gebruikt worden. Om economische redenen reduceert men met schroot, door een mand met dit materiaal een zekere tijd in de oplossing te hangen. Het is dan gewenst, dat de oplossing 93-130 gram titaandioxyde per liter bevat en de temperatuur ongeveer 60°C is.

Het mechanisme van de reductie kan door de volgende vergelijkingen weergegeven worden:

*kan worden
kan niet
in orde
met te*



4) Verwijdering van het neerslag.

Na de reductie moet de oplossing gescheiden worden van de onoplosbare bestanddelen, zoals niet-gereageerd erts en ganggesteente in meer of mindere mate van colloïdale toestand aanwezig. Om deze colloïdale toestand op te heffen voegt men een bepaalde stof toe. Gelatine, metaalsulfide (Sb_2S_3) en caseïne worden hiervoor gebruikt.

Uit de grote hoeveelheid aanbevolen klaringsmiddelen kiezen wij "Nekal" het natriumzout van dibutylnaphthaleen-sulfonzuur, dat een goede werking heeft. Dit wordt in de vorm van een 2% oplossing toegevoegd.⁵⁾ De titaansulfaatoplossing wordt door een indikker gevoerd en gaat dan naar een tank, waar de oplossing gekoeld wordt om een deel van het ferrosulfaat door kristallisatie te verwijderen.

De vaste bestanddelen, die in de indikker afgescheiden worden, gaan met behulp van een membraanpomp naar een hydrocycloon. Daar wordt het slib, dat nog vrij veel titaansulfaat bevat, uitgewassen en dit waswater wordt teruggevoerd naar de tank, waarin het ~~eerst~~^{erts} ontsloten wordt.

5) Verwijdering van het ferrosulfaat.

In een kristallisatietank wordt de oplossing gekoeld tot $5-10^\circ\text{C}$, eerst met koud water en dan met pekkel. Door roeren wordt voorkomen, dat de kristallen zich afzetten op de koelspiraal, waardoor het koeleffect tegengewerkt zou worden. Het ferrosulfaat kristalliseert uit in de vorm van het heptahydraat. Dit wordt door centrifugeren uit de oplossing verwijderd.

6) Het indampen van de oplossing.

Na het centrifugeren volgt het indampen van de oplossing, om de concentratie van het titaansulfaat te verhogen. De temperatuur van de oplossing mag niet te hoog worden, omdat dan hydrolyse op zou kunnen treden. Het indampen geschiedt daarom onder verminderde druk bij een temperatuur van ongeveer 50°C .

7) De bereiding van de kiemvloeistof.

Om er zeker van te zijn, dat de rutielfmodificatie bij de hydrolyse verkregen wordt, moet voor de hydrolyse een kiemvloeistof toegevoegd worden.²⁾ Deze bestaat dan uit een colloïdale oplossing van titaandioxyde, waarbij het titaandioxyde de rutielfstructuur heeft. De colloïdale oplossing kan bereid worden door in een titaansulfaatoplossing het titaan neer te slaan met soda of met natronloog. Het neerslag moet goed uitgewassen worden; er mag geen natriumsulfaat in achter blijven.

Het neerslag wordt gepeptiseerd met zoutzuur tot een bepaalde concentratie van het titaandioxyde. Om te voorkomen dat het titaandioxyde bezinkt, voegt men wel een meer-basisch organisch zuur, bijvoorbeeld citroenzuur. In ons geval wordt het titaan neergeslagen met behulp van natronloog. De titaansulfaatoplossing, die nodig is voor de bereiding der kiemvloeistof, wordt na de verdamer afgetapt.

Men maakt ook nog wel de rutielfmodificatie door de bij de hydrolyse verkregen anataas vorm aan het einde van het proces, dus na het calcineren, gedurende een bepaaldetijd bij een temperatuur van 900°C te verhitten.

De apparatuur.

Het Noorse ilmeniet bevat 44% titaandioxyde. Om 6000 ton titaandioxyde per jaar te kunnen produceren heeft men dus ongeveer 14000 ton ilmeniet per jaar nodig. Bij de bepaling van de grootte van de apparatuur zijn we er van uitgegaan 60 ton ilmeniet per dag te moeten verwerken.

We stellen ons voor, dat het aangevoerde ilmeniet buiten wordt opgeslagen en dan in een bunker wordt gestort, die ongeveer 80 ton ilmeniet moet kunnen bevatten. Het soortelijk gewicht van ilmeniet is ongeveer 4, waaruit volgt, dat de bunker een inhoud moet hebben van $\pm 20 \text{ m}^3$. De vorm van de bunker is cilindrisch en het onderstuk conisch verlopend. De diameter van het cilindrische gedeelte is 3 m, de hoogte 2,5 m. Hoogte van de conus: 1,5 m.

Dus inhoud: $\frac{1}{4} \times \frac{22}{7} \times 9 \left(\frac{5}{2} + \frac{1}{3} \times \frac{3}{2} \right) = 21,2 \text{ m}^3$.

Uit de bunker komt het erts op een lopende band, die het in een roterende droogoven voert. De droging geschiedt met behulp van hete lucht in tegenstroom. De verwerking van 60 ton ilmeniet per dag betekent een doorvoersnelheid van 2,5 ton per 1 uur, of $0,525 \text{ m}^3$ per uur. De grootte van deze oven werd aangenomen te zijn:

diameter: 1m en lengte: 5m.

Het gedroogde ilmeniet wordt dan naar een kogelmolen gevoerd. Voor een goede ontsluiting met het zwavelzuur moet het erts een fijnheid hebben van 180 mesh Tyler screen.^{2,4,5} Dit komt overeen met een deeltjesdiameter van 0,084 mm. Door middel van een luchtstroom worden de fijne deeltjes meegevoerd naar een cycloon, waar ze afgescheiden worden. De te grove deeltjes worden vóór de cycloon afgescheiden en teruggevoerd naar de kogelmolen. De grootte van de kogelmolen werd geschat. Diameter van de trommel: 1,2 m en lengte: 2m.

Vanuit de cycloon wordt het gemalen erts gestort in een bak, die aan een rail hangt. Via deze rail wordt de bak boven de ontsluittank geleid en

*Er is nog
meer te maken*

en daarin geleegd. We stellen ons voor 6 ontsluitanks te gebruiken. In elke tank gaat 10 ton ilmeniet. Dit wordt ontsloten met 15 ton zwavelzuur van 96%, dus $\frac{15000}{1,84} = 8034$ l (verhouding erts: $H_2SO_4 = 2 : 3$).

De hoeveelheid water die toegevoegd wordt om de reactie op gang te brengen is 1750 l. Na afloop van de reactie wordt water toegevoegd om de gevormde sulfaten op te lossen. Deze hoeveelheid water bedraagt 22,5 ton. Dan laat men zes tot acht uur staan.

De oplossing heeft een soortelijk gewicht van 1.52. Verder wordt aangegeven, dat 97% van het beschikbare titaan in oplossing is gegaan en de concentratie van het titaan 130 gram per liter bedraagt.

Het totale volume van de oplossing volgt uit deze gegevens:

$$\frac{97}{100} \times \frac{44}{100} \times 10,000 \times \frac{1}{0,13} = 32830 \text{ l ofwel } 32,83 \text{ m}^3.$$

Het gewicht van de inhoud der ontsluitank: $1,52 \times 32,83 = 49,9$ ton.

De inhoud van de tank werd vastgesteld op 35 m^3 .

Het gehalte aan ijzer is na ontsluiten:

$$10 \text{ ton ilmeniet: } 34,0\% \text{ FeO: } \frac{56}{72} \times \frac{34}{100} \times 10000 = 2643 \text{ kg.}$$

$$12,44\% \text{ Fe}_2\text{O}_3: \frac{112}{160} \times \frac{12,44}{100} \times 10000 = 870,8 \text{ kg} +$$

$$\underline{\hspace{10em}} \\ 3513,8 \text{ kg in } 32,83 \text{ m}^3$$

Dus concentratie: $\frac{3513,8}{32830} = 0,107 \text{ kg/l}$ of 107 g per l.

Na de reductie van ferri tot ferro met schroot is de concentratie gestegen tot 120 gram per l. Dus bijgekomen: 13 gram per l., op 32830 l dus: 426,8 kg. Het dagelijks verbruik aan schroot is dus $6 \times 426,8 = 2560,8$ kg, berekend op zuiver ijzer.

Als klaringsmiddel wordt "Nekal" toegevoegd in de vorm van een 1% oplossing. Voor 10 ton is 6 kg Nekal nodig. In de vorm van de 6% oplossing wordt dit dus 600 l of $0,6 \text{ m}^3$. Het volume in de ontsluitank stijgt dus tot $33,43 \text{ m}^3$. De indikker heeft per 24 uur te verwerken: $6 \times 33,43 = 200,58 \text{ m}^3$.

Bij het kristalliseren wordt 60 % van het ijzer afgescheiden. Het gehalte is dan teruggebracht op 60 g ijzer per l. Aan ijzer was totaal aanwezig: $3513,8 + 426,8 = 3940,6$ kg. 40 % hiervan blijft in de oplossing, ofwel: 1576,2 kg. Het volume van de oplossing (verkregen uit 10 ton ilmeniet) is dus: $\frac{1576200}{60} = 26270$ l of $26,27 \text{ m}^3$.

Het gehalte aan titaan bedraagt na de kristallisatie: 150 g TiO_2 per liter dus: $0,15 \times 26270 = 3940$ kg TiO_2 . Uitgegaan was van 10 ton ilmeniet met 44% TiO_2 , ofwel 4400 kg. Verlies dus 500 kg.

Een deel van dit verlies is toe te schrijven aan onvolledige ontsluiting. 97% wordt ontsloten, dus is het verlies: $\frac{3}{100} \times 4400 = 132$ kg. De rest, 368 kg verdwijnt met het slib uit de indikker. Getracht wordt, dit terug te winnen door uitwassen van het slib.

Het kristalliseren geschiedt discontinu. Per dag moet gekoeld worden een hoeveelheid oplossing van $6 \times 26,27 = 157,62$ m³. We stellen ons voor 3 kristallisatietanks te gebruiken, elk met een inhoud van ongeveer 20 m³. Na centrifuge komt er naar schatting 10% waswater bij. Het volume van de oplossing, die in de verdamper gebracht wordt, is dan $157,62 + 15,76 = 173,38$ m³. De oplossing heeft een temperatuur van 5-10°C.

In de verdamper moet ingedampt worden tot 225 gram TiO₂/l. We hebben 173,38 m³ met $6 \times 3940 = 23640$ kgTiO₂ ofwel: 136 gram/l.

Het volume na de verdamper wordt dus:

$$\frac{23,640}{0,225} = 104,12 \text{ m}^3.$$

De verdamper werkt onder verminderde druk, zodat koken optreedt bij 50°C. De damp wordt in een warmte-wisselaar geleid, om de in te dampen oplossing op te warmen van 5-10°C tot 50°C.

In de verdamper komt per uur: $\frac{173,38}{24} = 7,224$ m³ oplossing van 50°C.

Er gaat per uur uit: $\frac{104,12}{24} = 4,338$ m³ van 50°C.

Verdampt per uur bij 50°C: 2,886 m³ water.

Hiervoor is nodig aan warmte: $2886 \times 5685 \text{ kcal} = 164 \times 10^5 \text{ kcal/hr}$. Deze hoeveelheid moet geleverd worden door stoom in een verwarmingslichaam.

Voor de warmte-overdracht wordt een overall-coëfficiënt U aangenomen van 200. Oppervlak nodig voor de warmte-overdracht: $A = \frac{Q}{U \cdot \Delta T}$.

Q: toe te voeren warmte in B.T.U.

U: overall-coëfficiënt in B.T.U./hr.ft².°F ΔT: temperatuur verschil in °F

$$\text{Dus } A = \frac{3,9685 \times 16,4 \times 10^5}{200 \times 90} = 361,8 \text{ ft}^2.$$

We nemen 5/4" /1" buizen. Deze hebben een oppervlak van 0,362 ft²/ft.

Benodigde pijplengte wordt dus: $\frac{361,8}{0,362} = 998$ ft.

Nemen we voor de buislengte 4 ft, dan hebben we $\frac{998}{4} = 250$ buizen nodig.

Bereiding van de kiemvloeistof.

N_odig voor de hydrolyse is 1% rutielzaad.

Na de verdamper wordt de benodigde hoeveelheid titaansulfaatoplossing onttrokken. Perdag komt uit de verdamper: 104,12 m³ oplossing.

Voor de kiemvloeistof moet dus 1,0412 m³ onttrokken worden. Deze oplossing bevat 225 gram TiO₂ per liter. De kiemvloeistof moet 45 gram per liter bevatten.

*Buizen van
aanvang ken*

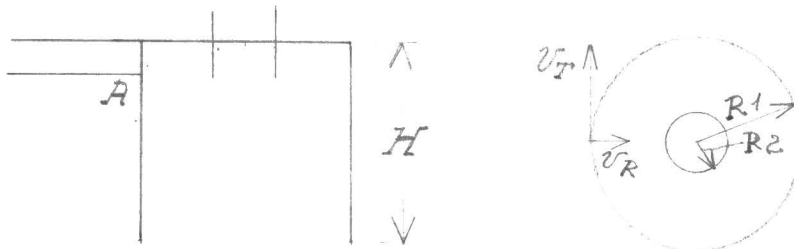
Het volume daarvan wordt dus: $5 \times 1041,2 \text{ l} = 5206 \text{ l}$.

Het titaan wordt neergeslagen met 9% NaOH. De oplossing uit de verdamper, waarin het titaan moet worden neergeslagen, bevat ongeveer 280 g SO_4 per liter. Voor het neutraliseren van het H_2SO_4 en neerslaan van Ti is nodig 12 g mol NaOH per liter titaan sulfaatoplossing.

In totaal wordt aan NaOH 9% toegevoegd aan 1041,2 l titaanoplossing:
 $12 \times 1041,2 \times \frac{40}{90} = 5554 \text{ l}$.

Na filtreren en uitwassen wordt gepeptiseerd in 10% HCl tot een concentratie van 45 gram TiO_2 per liter. Dus aan 10% HCl nodig: 5206 l.

Berekening van de cycloon.



Het gas met de vaste stof treedt bij A in de cycloon. De snelheid waarmee het in de cycloon komt is V_{T1} . Het oppervlak van de invoer is O . $Q=O \times V_{T1}$.

V_T is de tangentiële snelheid in de cycloon. Op een afstand R van het hart van de cycloon geldt: $V_T \sqrt{R} \doteq \text{constant}$.

De snelheid V_R , waarmee het gas met de deeltjes naar het hart van de cycloon gaat, de radiale snelheid wordt gegeven door: $V_R = \frac{Q}{2\pi RH}$

De kracht F_{uit} , die op de deeltjes werkt als de middelpuntvliedende kracht is:

$$F_{\text{uit}} = \frac{4}{3} \pi r^3 \Delta \rho \frac{V_T^2}{R}, \text{ waarin } r \text{ de straal van het deeltje en } \Delta \rho \text{ het verschil in dichtheid tussen gas en vaste stof.}$$

of: $F_{\text{uit}} = \frac{4}{3} \pi r^3 \cdot \Delta \rho \cdot \frac{V_{T1}^2 R_1}{R^2}$

De kracht F_{in} , die op de deeltjes werkt door wrijving van de gasstroom is:

$$F_{\text{in}} = 6 \pi \gamma r v_R = 6 \pi \gamma r \frac{Q V_{T1}}{2\pi RH}, \text{ waarin } \gamma \text{ de viscositeit van het gas.}$$

Een deeltje blijft in de cycloon, wordt afgescheiden, als $F_{\text{uit}} = F_{\text{in}}$.

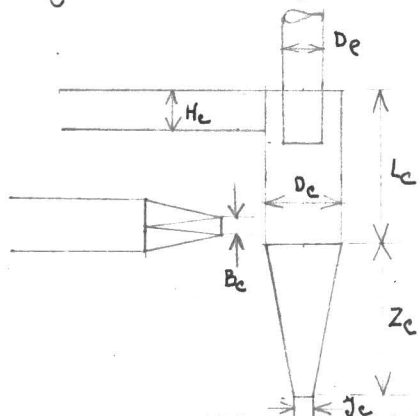
$$\text{Dus als: } 1 = \frac{4}{3} \pi r^3 \Delta \rho \frac{V_{T1}^2 R_1}{R^2} \cdot \frac{2\pi RH}{6\pi \gamma r Q V_{T1}}$$

$$\text{of: } d^2 = 4 r^2 = 9 \frac{\gamma}{\pi \Delta \rho} \cdot \frac{1}{V_{T1}} \cdot \frac{OR_2}{HR_1} \quad \text{dus } d = \sqrt{9 \frac{\gamma}{\pi \Delta \rho} \frac{1}{V_{T1}} \cdot A}$$

Deze betrekking geeft dus de diameter van het deeltje, dat theoretisch nog ~~niet~~ ^{met} volledig wordt afgescheiden.

Perry¹⁵⁾ geeft een dergelijke formule: $d_{\min} = \sqrt{\frac{9 \gamma B_C}{\pi N_T V_C \Delta \rho}}$

Hierin is B_C de breedte van de rechthoekige intree opening van de cycloon en V_C de snelheid, waarmee het gas in de cycloon komt.



$$B_C = \frac{1}{4} D_C$$

$$H_C = \frac{1}{2} D_C$$

$$D_C = \frac{1}{2} D_C$$

$$L_C = 2 D_C$$

$$Z_C = 2 D_C$$

$$J_C = \frac{1}{4} D_C$$

Voor de hier getekende cycloon met de aangegeven verhouding der afmetingen geldt: $N_T = 5$.

Verdere gegevens zijn: $\gamma = 18.4 \times 10^{-6} \text{ kg/m sec}$

$$\Delta \rho = 4670 - 1,3 =$$

$$4668,7 \text{ kg/m}^3$$

$$d_{\min} = 10^{-5} \text{ m}$$

Immers, we willen deeltjes hebben van 0,084 mm diameter; we stellen nu de eis, dat deeltjes van 0,01 mm diameter theoretisch nog volledig worden afgescheiden.

Uit de formule volgt dus: $\frac{B_C}{V_C} = \frac{d^2 \pi N_T \Delta \rho}{9 \gamma}$

Ingevuld geeft: $\frac{10^{-10} \times \pi \times 5 \times 4668,7}{9 \times 18,4 \times 10^{-6}} = \frac{B_C}{V_C} = 0,04433$

Om B_C te kunnen berekenen, moet dus V_C bekend zijn.

Daarvoor gaan we na, wat de snelheid van het gas moet zijn, om deeltjes met een diameter van 0,084 mm mee te nemen.

We veronderstellen de deeltjes bolvormig.

Gewicht van één deeltje: $K_1 = \frac{1}{6} \pi d^3 \cdot (\rho_1 - \rho_2) g$.

De kracht, die de gasstroom op de korrel^v uitoefent is: $K_2 = \frac{1}{2} \rho_2 F V^2 C_W$

F is het oppervlak van de doorsnede der korrel, C_W de weerstandscoefficiënt

Indien $K_1 = K_2$, dan geldt:

$$C_W V^2 = \frac{4}{3} d \frac{\Delta \rho g}{\rho_2} \quad \text{ofwel: } C_W V^2 = 3,947 \text{ m}^2/\text{sec}^2.$$

De weerstandscoefficiënt C_W wordt bepaald uit een grafiek, waarin C_W voor bollen gegeven is als functie van het Reynoldsgetal.

Het Reynoldsgetal wordt gegeven door: $Re = \frac{\rho_2 V d}{\gamma}$

of: $Re = 11,79 \sqrt{\frac{1}{C_W}}$

$$\text{formule: } \frac{\Delta P \cdot D}{\rho \cdot L \cdot u^2} = 19,06 \times 10^{-5} + \frac{0,01171}{\text{Re}^{0,38}} \quad \left. \vphantom{\frac{\Delta P \cdot D}{\rho \cdot L \cdot u^2}} \right\}^{16)}$$

$D = 0,22 \text{ m}$, $\rho = 94,67 \text{ kg/m}^3$ (uit $\frac{98 \times 1,3 + 2 \times 4670}{100}$ voor het gas-vast mengsel)

$$u = 0,85 \text{ m/sec.}$$

$$L = 2 \text{ m}$$

$$\text{Dus } \Delta P = 0,1473 \text{ kg/msec}^2 \quad g = 9,81 \text{ m/sec}^2$$

$$\text{Drukverlies in kg/cm}^2 \text{ is } \frac{0,1473 \times 10^{-4}}{9,81} = 1,50 \times 10^{-6} \text{ kg/cm}^2$$

b) bocht in de leiding

Hiervoor geldt, dat de weerstand van een bocht in een leiding met 0,22 m diameter, gelijk is aan de weerstand, die een rechte leiding (met dezelfde diameter) van 5 m lengte zou hebben.¹⁷⁾

Voor 2 m leiding is het drukverlies: $1,5 \times 10^{-6} \text{ kg/cm}^2$

Dus voor 5 m ofwel, voor een bocht: $\frac{5}{2} \times 1,5 \times 10^{-6} = 3,75 \times 10^{-6} \text{ kg/cm}^2$

c) de vernauwing in de leiding.

De vernauwing gaat tegelijk over in een rechthoekige doorsnede.

Hiervoor werd de equivalent diameter ingevoerd, die gelijk is aan

$$\frac{4 \cdot ab}{2(a+b)} \quad \text{als } a \text{ en } b \text{ de afmetingen van de rechthoeks zijden zijn.}$$

Met $a = 8,8 \text{ cm}$ en $b = 17,6 \text{ cm}$ volgt voor de diameter: 11,7 cm.

Er treedt dus een vernauwing op in de leiding, van een diameter 22 cm naar 11,7 cm.

Het drukverlies wordt gegeven door: $\Delta p = K_W \cdot \frac{1}{2} \rho V^2$, waarin K_W het weerstandsgetal van de vernauwing voorstelt $K_W = 1 - m^2$.

Waarbij m (kleiner dan 1) gelijk is aan de verhouding van de oppervlakken der beide doorsneden. Hier is $m = \frac{155}{372} = 0,42$.

$$\text{Dus: } \Delta p = 0,42 \times 0,5 \times 94,67 \times (0,85)^2 = 23,94 \text{ kg/m sec}^2.$$

$$\text{Komt overeen met } \frac{23,94}{9,81} \times 10^{-4} = 2,44 \times 10^{-4} \text{ kg/cm}^2.$$

De leiding heeft een lengte van 2 m en diameter 0,22 m.

$$\text{Inhoud is dus: } 2 \times \frac{1}{4} \times \frac{22}{7} \times (0,22)^2 = 0,0744 \text{ m}^3.$$

$$\text{Gewicht van de vulling is: } 0,0744 \times 94,67 = 7,04 \text{ kg.}$$

$$\text{Dit geeft een druk van } \frac{7,04}{372} = 1,89 \times 10^{-2} \text{ kg/cm}^2.$$

De te gebruiken ventilator moet deze weerstanden overwinnen en dus een statische druk geven van ten minste $1000 \times 0,0189 = 19 \text{ cm. water}$. De benodigde hoeveelheid lucht bedraagt: $0,0372 \times 0,85 \times 60 = 1,90 \text{ m}^3/\text{min}$.

Literatuur:

1. Jaarstatistiek van de in-, uit-, en doorvoer van Nederland.
 2. W. J. O'Brien, Chem. Eng. Progress, 44, 809-814, (1948).
 3. J. Barksdale, Titanium, its occurrence, chemistry and technology,
New York, 1949.
 4. F. H. Mc Berthy, Titanium products in Germany, F.I.A.T. Final
Report Nr. 773, (1946).
 5. W. Woodhall, W. A. Cash, Titanium pigments, Titangesellschaft
Leverkusen, B.I.O.S. Nr. 451.
 6. J. Brode en G. Kab, C.A. 27, 1855, (1933).
 7. C. Weizmann en J. Blumenfeld, C.A. 18, 2884 en 3257, (1924).
 8. W. F. Washbrun, C.A. 27, 1457, (1933).
 9. W. J. Cauwenberg, C.A. 37, 3889, (1941).
 10. H. H. Buckman, C.A. 18, 1209, (1922).
 11. J. E. Booge, I. J. Krchma en R. M. Mc Kinney, C.A., 34, 6419, (1940).
 12. L. E. Barton, C.A. 11, 2642, (1917).
 13. G. Weintraub, C.A. 6, 671, (1912).
 14. Chemische Werke vorm. Auerges, C.A. 16, 2392, (1922).
 15. J. H. Perry, Chemical Engineers' Handbook, 3^d ed., 1026.
 16. Badger en Mc Cabe, Elements of chemical Engineering, p. 36.
 17. Refrigeration Fundamentals, Data book, p. 103.
-

13