

54

Archiefexemplaar

NO

Laboratorium voor  
PHYSISCHE TECHNOLOGIE  
der Technische Hogeschool  
Pr. Bernhardtlaan 6 - DELFT

59

DYNAMISCH GEDRAG

NEUTRALISATIE

NaOH-OPL. MET CO<sub>2</sub>-GAS

SINUSRESPONSIE METINGEN.

N. VAN LOOKEREN CAMPAGNE

19



«LEITZ»  
No. 4164  
Made in Germany

027 94162 029



## Hoofdstuk A. Onderwerpen die in verband staan met de proef.

I	Inleiding.	1
I-1	Ph-processen en Ph-regeling.	1
I-2	Het te onderzoeken proces.	2
I-3	Doel en methode van onderzoek.	3
II	Toegepaste Regeltechnische onderwerpen.	5
II-1	Toepassing complexe rekenwijze of harmonische beweging.	5
II-2	Eerste orde systeem.	6
II-3	Blokschema.	7
II-4	Frequentiekarakteristiek.	8
II-5	Stabiliteit.	8

Hoofdstuk B. Neutralisatie van een verdunde NaOH stroom door CO<sub>2</sub> gas en CO<sub>2</sub> gas-lucht mengsels.

III	Statische metingen.	9
III-1	Inleiding statische metingen.	9
III-2	Apparatuur voor statische metingen.	9
III-3	Procesgrootheden en stofbalans.	12
III-4	Afleiding $C_u/\phi_g$ uit stofbalans en statische metingen.	13
III-5	Metingen.	15
III-6	Berekening $C_u/\phi_g$ uit statische metingen.	20
IV	Sinusresponsiemetingen.	26
IV-1	Apparatuur voor dynamische metingen.	26
IV-2	Dynamische metingen met zuiver CO <sub>2</sub> gas.	29
IV-3	Dynamische metingen met CO <sub>2</sub> gas-lucht mengsels.	32
IV-4	Dynamisch gedrag van de onderdelen van de apparatuur.	34
V	Correlatie van Statische- en dynamische metingen.	37
V-1	Algemeen.	37
V-2	Karakteristieke punten van de frequentiekarakteristiek.	37

V-3	Correlatie van de waarden $\tau_1$ , $\tau_2$ en H voor de series h en i.	39
V-4	Correlatie van de waarden $\tau_1$ , $\tau_2$ en H voor de series a $t/m$ k.	41
	Tabellen: Fig.V-2 , V-3 , V-4 , V-5.	42

## Hoofdstuk C. Diverse metingen, ijkingen en tabellen.

VI-1	Het meten van de titratie-curve.	45
VI-2	Het berekenen van de titratiecurve.	45
VI-3	Meting van $C_i$ .	46
VI-4	Aarden van de vloeistof in de reactor.	47
VI-5	Het ijken van de gasdebiet-meters	47
VII-1	Merk en laboratoriumnummer van de gebruikte apparatuur.	49
VII-2	Literatuurlijst.	<b>50</b>
VII-3	Lijst van gebruikte symbolen.	<b>51</b>

## Hoofdstuk A.

### Onderwerpen die in verband staan met de proef.

#### I. Inleiding.

##### I-1. Ph-processen en Ph-regeling.

In de chemische industrie worden verschillende groot-heden uit processen automatisch geregeld.

De zuurgraad kan een van deze grootheden zijn, die men in een bepaald proces òf constant wil houden, òf volgens een bepaald programma met de tijd wil laten veranderen.

Men kan onderscheid maken tussen processen waarbij men werkelijk de  $H^+$  ionen concentratie wil regelen, en processen waarbij men de zuurgraad gebruikt als indicatie, voor ionen-concentraties in waterige oplossingen die men wil regelen. Voorbeelden van de eerste categorie zijn vele biologische processen en processen waarbij men de elektrische dubbellaag om gel-deeltjes wil opheffen, zodat precipitatie kan optreden. Voorbeelden van de tweede categorie zijn alle processen waarbij een base aan een zuur wordt toegevoegd en waarbij een bepaalde  $H^+$ -ionen concentratie ontstaat als gevolg van de verschillende dissociatie constanten van de toegevoegde stoffen en het water.

In het algemeen kan men een proces in drie onderdelen splitsen.

a) De chemische eigenschappen van de reactie:

De grootte van de reactiesnelheidsconstante is hierbij van belang in verband met de tijdsduur die benodigd is om een reactie grotendeels te laten aflopen.

b) De fysische eigenschappen van het proces:

Krijgt men in de loop van het proces te maken met men-ging, gasontwikkeling, precipitatie, of in het algemeen over-dracht van stof tussen 2 phasen, dan zal een zekere tijd no-dig zijn, voordat een bepaald fysisch evenwicht zich geheel of gedeeltelijk heeft ingesteld.

c) De fysische eigenschappen van de apparatuur waarin het proces zich voltrekt:

Door a. en b. zullen bepaalde eisen aan de apparatuur

worden gesteld, o.a. ten aanzien van de verblijftijd van de reagerende stoffen in de reactor.

Elk van deze onderdelen is van belang bij de beschouwingen over de regelbaarheid van een proces, dit wil zeggen de overbrengverhoudingen van de grootheden die variëren en die men wil regelen.

### I-2. Het te onderzoeken proces.

Onderzocht is de gedeeltelijke neutralisatie tot een willekeurig punt van een stroom NaOH-oplossing door een gasstroom van zuivere CO<sub>2</sub> en een mengsel van CO<sub>2</sub> en lucht.

Voorbeelden van analoge processen in de industrie zijn:

- a) het tweede carbonatatie proces in de suikerindustrie, waarbij met behulp van CO<sub>2</sub>-gas de Ph van het dunsap wordt ingesteld;
- b) de bereiding van de kunstmeststof NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>, waarbij men salpeterzuur met ammoniakgas samenvoegt in aequimoleculaire hoeveelheden en de analoge bereiding van (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Naar aanleiding van de in § I-1 vermelde onderdelen van het gehele proces zijn de volgende opmerkingen te maken over het onderzochte proces:

- a) De grootheid Ph wordt gebruikt als indicatie-middel.
- b) De chemische reactie verloopt praktisch ogenblikkelijk.
- c) De CO<sub>2</sub>-overdracht van de gasfase naar de vloeistofphase heeft een zekere tijd nodig.
- d) De reactor moet zó geconstrueerd zijn, dat gas en vloeistofphase enige tijd met elkaar in contact zijn, wat zijn invloed heeft op de overdrachtsverhouding van de belangrijkste grootheden.

Het proces werd onderzocht bij de volgende omstandigheden:

- a) 0,465 N NaOH met 100 % CO<sub>2</sub>-gas.
- b) 0,100 N NaOH met 100 % CO<sub>2</sub>-gas.
- c) 0,100 N NaOH met mengsel van 70 % CO<sub>2</sub> + 30 % lucht.
- d) 0,100 N NaOH met mengsel van 30 % CO<sub>2</sub> + 70 % lucht.

De gekozen reactor benadert zo goed als mogelijk is een ideale menger voor de vloeistofphase, waarbij zorg wordt gedragen de bellen in fijn gedispergeerde toestand te brengen.

De Ph-metingen worden gedaan bij kamertemperatuur, door het potentiaal-verschil te meten tussen een glaselectrode en een calomelelectrode, die zich in de uitgaande proces-stroom bevinden.

### I-3. Doel en methode van het onderzoek.

Het doel van het onderzoek is het meten en formuleren van de statische en dynamische eigenschappen van het proces zoals dat in § I-2 is beschreven, om daarmee te kunnen komen tot een keuze en een instelling van een optimale procesregeling.

Deze optimale procesregeling heeft 2 aspecten:

- a) de keuze van het apparaat, waarin het proces plaats vindt, waarbij ook behoort de keuze van de plaats van het instrument dat het uitgangs-sigitaal opneemt.
- b) De keuze van de regelaar bij het apparaat en het proces, met de instelling daarvan.

Beide aspecten hebben steeds hun economische zijde, die mede de gewenste nauwkeurigheid van de regeling bepaalt.

### De methode van onderzoek.

Men kan het dynamisch gedrag van het proces afleiden uit de statische waarnemingen en hypothesen over de werking van de reactor, het 2-fasen systeem en de chemische reactie.

Hierbij gaat men dus uit van de formules die de statische toestand volkomen weergeven.

De ingangsgrootheden, zoals de processtromen en de concentraties van de ionen en moleculen hierin, bepalen statisch volkomen de uitgangsgrootheden. De Ph van de uit de reactor stromende vloeistof wordt weer bepaald door de concentraties van de ionen in deze vloeistofstroom en de temperatuur.

Men bepaalt nu theoretisch het dynamisch gedrag voor één aspect van het proces door alle ingangsgrootheden op één na constant te houden en hierna de invloed na te gaan van de variërende ingangsgrootheid op de uitgangsgrootheid die men

wil regelen. De invloed die de variërende ingangsgrootheid op de betreffende uitgangsgrootheid heeft wordt weergegeven door een differentiaal-vergelijking.

Om een inzicht in het dynamisch gedrag van een systeem te krijgen worden vaak sinusvormige ingangs-signalen gebruikt. Ieder lineair continue systeem heeft de eigenschap om bij een inkomend sinusvormig signaal ook een uitgaand sinusvormig signaal te geven. Bij benadering zullen wij alle onderdelen van het beschouwde proces, voor kleine variaties, als lineaire continue systemen aannemen.

Een tweede manier om een inzicht te verkrijgen in de dynamische eigenschappen van het proces is de methode, waarbij men één ingangsgrootheid met een sprongfunctie verandert, terwijl de andere ingangsgrootheden constant worden gehouden, en dan de invloed hiervan op de corresponderende uitgangsgrootheid nagaat. Deze methode wordt bij dit onderzoek niet toegepast.

In de differentiaal-vergelijking die de invloed van de ingangsgrootheid op de uitgangsgrootheid weergeeft, kan men zich het ingangssignaal sinusvormig voorstellen. Bezien wij slechts de stationnaire toestand bij de harmonische variaties en zien wij dus de inschakelverschijnselen over het hoofd, hetgeen wij in het vervolg steeds zullen doen, dan geeft een particuliere oplossing van de differentiaal-vergelijking, het verband tussen de harmonisch variërende uitgangs- en ingangsgrootheid. Dit is de overbrengverhouding  $H(i\omega)$ .

Iedere periodieke functie kan met behulp van de analyse van Fourier worden beschreven als de superpositie van vele harmonische functies.

Dit is van belang omdat ook voor lineaire systemen het superpositie beginsel geldt. Dat wil zeggen, dat men een willekeurig periodiek ingangssignaal in zijn harmonische termen kan splitsen, hiervan de overbrengverhouding kan bepalen en dan de harmonische uitgangssignalen sommerend het uitgangssignaal vindt dat bij het willekeurig ingangssignaal behoort.

De overbrengverhouding geeft dus een beeld van de dynamische (en ook statische) eigenschappen van een proces.



De overbrengverhouding als functie van de periode van de harmonische bewegingen kan ook worden gemeten in een proces. Men laat hierbij, onder analoge omstandigheden als hierboven beschreven, een ingangsgrootheid sinusvormig variëren en registreert de uitgangsgrootheid die hiervan een gevolg is.

De berekende en gemeten overbrengverhouding moeten dan met elkaar overeenstemmen.

In het algemeen zal de gemeten overbrengverhouding zijn samengesteld uit de overbrengverhoudingen van proces en meetapparatuur en moet men deze eerst scheiden voor men tot vergelijk kan overgaan.

Deze methode van onderzoek is op de in § I-2 beschreven processen toegepast.

## II. Toegepaste regeltechnische onderwerpen.

### II-1. Toepassing complexe rekenwijze op harmonische beweging.

Een complex getal  $Z$  is de som van een reëel deel  $x$  en een imaginair deel  $y$

$$Z = x + iy$$

Het complexe getal kan men ook aangeven met de modulus  $\alpha$  en het argument  $\varphi$ .  $Z = \alpha (\cos \varphi + i \sin \varphi) = \alpha e^{i\varphi}$ .

Telkens wanneer wij te maken hebben met een harmonische beweging  $a = a_m \cos(\omega t + \varphi)$ , vergelijking II-1, zullen wij een complex getal hieraan toevoegen,

$$\bar{a} = a_m \cdot e^{i(\omega t + \varphi)} \quad \text{vergelijking II-2.}$$

Tekent men dit getal in het complexe vlak als een vector, dan vindt men de oorspronkelijke waarde van  $a$  op een bepaald tijdstip, als de projectie van de vector op een rechte die door  $O$  (oorsprong) wentelt met een hoeksnelheid  $\omega$ .

Differentiëren van  $a$  naar de tijd geeft:

$$da/dt = -\omega \cdot a_m \cdot \sin(\omega t + \varphi) = \omega \cdot a_m \cos(\omega t + \varphi + \frac{\pi}{2})$$

dit is weer het reële gedeelte van het complexe getal:

$$\bar{a}' = \omega \cdot a_m \cdot e^{i(\psi + \pi/2 + \omega t)} = \omega \cdot a_m \cdot e^{i(\psi + \omega t)} \cdot x$$

$$e^{i \frac{\pi}{2}} = i \omega \cdot a_m \cdot e^{i(\psi + \omega t)} = \omega \cdot i \cdot \bar{a} \quad (\text{vergelijking II-3}).$$

Differentiëren naar de tijd van de harmonische beweging komt dus neer op een vermenigvuldiging met  $i\omega$  van het complexe getal, dat aan deze harmonische beweging is toegevoegd.

Integreren komt hierbij neer op een deling door  $i\omega$ .

### II-2. Eerste orde systeem.

Aan de hand van een eerste orde systeem zal de overdrachtsverhouding van zo een systeem worden berekend bij een harmonisch ingangssignaal. Hierbij zal weer alleen de stationnaire toestand worden beschouwd.

Gegeven een ideale menger met inhoud ( $V \text{ m}^3$ ) en een constante toe- en afvoerstroom ( $\phi_V \text{ m}^3/\text{sec}$ ) met respectievelijk een concentratie van  $\bar{C}_i$  en  $\bar{C}_u$  van een bepaalde stof. In de stationnaire toestand zijn  $\bar{C}_i$  en  $\bar{C}_u$  gelijk. Gevraagd wordt de harmonische verandering in  $C_u$ , als men  $C_i$  sinusvormig varieert.

Statisch geldt de stofbalans:

$$\phi_V \cdot \bar{C}_i = \phi_V \cdot \bar{C}_u \quad \text{vergelijking II-4.}$$

En voor een kleine toename  $C_i$ , waaruit een kleine toename  $C_u$  volgt, geldt:

$$\phi_V (\bar{C}_i + C_i) = \phi_V (\bar{C}_u + C_u) + V \cdot d C_u/dt$$

Uit de twee laatste vergelijkingen volgt:

$$\phi_V \cdot C_i = \phi_V \cdot C_u + V \cdot d C_u/dt \quad \text{vergelijking II-5.}$$

$C_i$  is een harmonische functie van de tijd en de differentiaal-vergelijking is lineair. Ook  $C_u$  zal dus een harmonische beweging zijn en (vergelijking II-6) kan worden geschreven als:

$$\phi_V C_i = \phi_V C_u + V \cdot i \omega C_u$$

$$\frac{C_u}{C_i} = \frac{1}{1 + i\omega \frac{V}{\phi_V}} = \frac{1}{1 + i\omega \tau} = Z. \quad \text{vergelijking II-7.}$$

$\tau$  wordt de tijdconstante van het eerste orde systeem genoemd.  $Z$  wordt de overbrengverhouding genoemd en is een complex getal.  $Z$  bestaat uit een frequentie onafhankelijk gedeelte, de statische versterkingsfactor  $H$  genaamd en een frequentie afhankelijk deel, aangeduid door  $G$ .  $Z = H G$ .

De modulus  $\alpha$  en het argument  $\varphi$  (phaseverschil tussen het harmonische in- en uitgangssignaal) van het complexe getal  $Z$  vindt men door het getal in zijn reële en imaginaire deel te splitsen.

$$\text{Voor dit geval: } \alpha = \sqrt{\frac{1}{1 + \omega^2 \tau^2}} \quad \text{en} \quad \varphi = -\text{bgtg} \omega \tau$$

vergelijking II-6.

### II-3. Blokschema.

In de regeltechniek wordt bij onderzoek met behulp van de sinusresponsiemethode een systeem aangegeven door een blokje, de overbrengverhouding van het systeem wordt aangegeven door  $H.G$ .

Soms is het uitgaande signaal van het ene systeem, ingaand signaal voor een volgend systeem. Ook kan een uitgaand signaal worden afgetrokken van een bepaald signaal en het verschil daarvan als ingangssignaal worden gebruikt. Men krijgt dan een teruggekoppeld systeem, figuur II-1. Dikwijls wordt, zoals in figuur II-1, alleen de afwijking van de constante waarde van het signaal in een blokschema aangegeven.

In dit verslag zullen meestal de volledige signalen worden vermeld.

Door combinaties van systemen met hun signalen krijgt men allerlei soorten servo-mechanismen en regelsystemen.

Een cascade schakeling als in figuur II-2 weergegeven, kan wederom als één systeem worden beschouwd.

$$\frac{f_{u2}}{f_i} = H_1 \cdot H_2 \quad G_1 \cdot G_2 = Z_1 \cdot Z_2 = Z_{12}$$

De totale overbrengverhouding wordt dus berekend uit een vectoriële vermenigvuldiging van de partiële overbrengverhoudingen.

#### II-4. Frequentiearakteristiek.

Een aanschouwelijke voorstelling van de overbrengverhouding krijgt men door  $\alpha$  en  $\varphi$  (§ II-3) tegen  $\omega$  uit te zetten. Meestal gebeurt dit in een grafiek waarin men  $\log \alpha$  tegen  $\log \omega$  uitzet met daaronder  $-\varphi$  tegen  $\log \omega$ .

Een vermenigvuldiging van 2 overdrachtsverhoudingen  $Z_1$  en  $Z_2$  vindt men in de frequentiearakteristiek de totale versterkingsfactor  $\alpha_{12}$  door  $\alpha_1$  en  $\alpha_2$  logaritmisch op te tellen en  $\varphi_{12}$  door  $\varphi_1$  en  $\varphi_2$  op te tellen. Hieruit blijkt ook, dat in principe elke partiële overdrachtsverhouding uit een keten van groot belang is.

Een andere methode van voorstelling is het Nyquist-diagram, dat de m.p. is van het „beeld“ van het complexe getal, dat voor de verschillende harmonische frequenties, de overdrachtsverhouding weergeeft.

#### II-5. Stabiliteit.

Bij sommige systemen waar een signaal wordt teruggevoerd en waarbij in het algemeen energie wordt aangevoerd, kan men instabiliteit van het systeem verkrijgen.

Aanschouwelijk wordt dit voorgesteld in figuur II-1 door  $f_u = 0$  te stellen (dus geen afwijking van het signaal  $f_r^-$ ) en een harmonische beweging  $\mathcal{E}$  met een bepaalde frequentie  $\omega_c$  in te voeren, die de eigenschap heeft een uitgangssignaal te geven, dat  $180^\circ$  in phase achterloopt bij het ingangssignaal. Tesamen met de  $180^\circ$  phasedraaiing verkregen door het aftrekken van de uitgangsvariatie  $f_u$  van  $f_r^-$ , geeft dit wederom een signaal  $\mathcal{E}$ , dat in phase is met het oorspronkelijk toegevoegde signaal. Is bovendien de versterkingsfactor = 1, dan zal dus een eenmaal toegevoerde harmonische beweging met frequentie  $\omega_c$  in het systeem blijven „doorlopen“. Dit noemt men instabiliteit van het systeem, omdat zonder dat een variatie van het ingangssignaal oorspronkelijk is toegevoerd, toch een variatie in het uitgangssignaal optreedt.

Voor systemen waarbij men wil regelen, en b.v. in  $f_u^- + f_u$ , de waarde  $f_u = 0$  probeert te houden, is dit niet gewenst.

In een Nyquist diagram komt genereren tot uiting, doordat de m.p. van het beeld gaat door het punt -1 of dit punt „omvat“.

Genereren kan verder alleen worden verkregen in systemen die een phasedraaiing van minstens  $180^\circ$  kunnen veroorzaken.

Over instabiliteit zal in dit verslag verder niet worden gesproken, het is echter wel een essentiëel punt in het onderzoek van het proces. Van een „regelkring" wil men alle partiële overbrengverhoudingen kennen:

- a) Om de  $\omega_c$ , waarbij instabiliteit optreedt, te kunnen berekenen en aan de hand daarvan de regelaar te kunnen instellen.
- b) Omdat voor de verbetering van een regelcircuit het van belang is te weten waar de grote bijdragen tot  $\omega_c$  liggen en hoe groot de overeenkomstige  $r_c$  waarde is.

De notatie en de termen uit Hoofdstuk II zullen verder zonder meer in het verslag worden toegepast.

#### B. Neutralisatie van de verdunde NaOH stroom met CO<sub>2</sub>-gas en CO<sub>2</sub>-gas - lucht mengsels.

### III. Statische Metingen.

#### III-1. Inleiding.

In § I-3 is aangegeven hoe men het dynamisch gedrag van een proces in het algemeen kan berekenen uit de statische metingen van dat proces en de eigenschappen van de reactor, waarbij wordt verondersteld, dat alle benodigde grootheden kunnen worden gemeten.

In de hieronder volgende paragrafen zal dit geschieden voor een stroom verdunde NaOH die tot een bepaalde Ph zal worden geneutraliseerd, door een 100%-ige CO<sub>2</sub>-stroom in een reactor zoals die in figuur III-1 is afgebeeld, of een CO<sub>2</sub>-gas - lucht mengsel.

#### III-2. Apparatuur voor de statische metingen.

In figuur III-1 is de apparatuur geschetst, die voor alle metingen van dit onderzoek kan worden gebruikt. Met nummers worden de verschillende onderdelen aangeduid.

a) Reactor. De reactor is gemaakt van een doorzichtige kunststof en heeft 4 keerschotten (1).

Een synchroon-motor (2), die belast en onbelast (ongeveer) hetzelfde toerental heeft, drijft een rotor (3) in de reactor aan. De vinnen van de rotor bewegen 1 mm boven een P.V.C.-ring (4), waarin aan de bovenzijde vele kleine gaatjes zijn geboord, waaruit het gas ontwijkt, dat direct door de rotor wordt gedispergeerd.

Aangenomen wordt, dat de reactor voor de vloeistofphase een ideale menger is.

De vloeistof holdup in de reactor wordt door een overloop (5) constant gehouden. De temperatuur van de vloeistof wordt gemeten door de thermometer (7).

Via een hevel (6) wordt de hoogte van het wild bewegende en schuimende oppervlak afgelezen (litt.2).

Uit de ingestelde vloeistof holdup, en de afgelezen vloeistofhoogte na gasdoorvoer, kan de gas holdup worden berekend. De hoofdmaten van de reactor zijn: hoogte 0,36 m, diameter 0,19 m, gevuld met 8,180 ltr. vloeistof, toerental rotor 550 omwentelingen/minuut.

b) Gas toevoer en -afvoer. Het CO<sub>2</sub> gas wordt betrokken uit een bombe, de druk wordt geregeld door het reduceerventiel (8), de temperatuur ingesteld door de warmtewisselaar (9), en het debiet wordt bepaald door afsluiter (10) en afgelezen op de rotameter (11). Lucht uit een bombe wordt geleid door een van de twee debietmeters (43) of (44) die parallel zijn geschakeld. De debieten van de rotameters verschillen en m.b.v. de afsluiters (45) en (46) kan elke gewenste hoeveelheid lucht worden toegevoerd. Het gas wordt in de leidingen via de debietmeters gemengd en direct naar het zwanenhalsje (13) gevoerd (zie hiernaast) (punt a en b in figuur III-1 zijn verbonden).

De Rotameters (11), (43) en (44) worden geijkt en gebruikt bij een bepaalde druk die wordt afgelezen op de bijbehorende kwikmanometers (12) en (17).

De ijking van de gas-flow- en Rota-meters wordt beschreven in § VI-5. Dikwijls was het nodig om met 1 Rotameter verschillende meetbereiken te realiseren, dit werd gedaan door de druk van het gas in de Rotameter relatief hoog of laag te

nemen. De Rotameter werd dan steeds opnieuw geijkt, dit was nauwkeuriger dan een omrekening met de daarvoor bestemde formules.

Het niet door de vloeistof opgenomen gas ontwijkt uit het pijpje (14). Dit pijpje is zó groot gekozen, dat hiermede praktisch geen drukval optreedt en het gas boven de vloeistof gelijke druk heeft als daarbuiten. Anderzijds verhindert het pijpje het binnendringen van lucht. De gaslaag boven de vloeistof is namelijk ook van belang bij de absorptie en daarom was een eenduidige definiëring van belang.

Om terugslag van vloeistof in de Rotameter tegen te gaan is het zwanenhalsje aangebracht.

c) Vloeistof toevoer en -afvoer.

In twee tanks van 800 ltr. (15) en (16), een vijftal meter boven de reactor opgesteld, werd de NaOH oplossing bereid.

De vloeistofstroom wordt geregeld door de afsluiter (17) en gemeten door de geijkte Flowmeter (18) en hierna centraal in de reactor gevoerd.

De afvoer geschiedt uit de bodem van het vat door een pijpje, dat in het electroden-meetvaatje (19) uitmondt. Hierna vindt de vloeistof zijn weg via de overloop (5).

d) Electroden-meetvaatje.

Het electroden-meetvaatje (19) is zó geconstrueerd, dat het:

- 1) meegenomen gasbelletjes laat ontsnappen vóór deze in contact komen met de glaselectrode (20).
- 2) De vloeistofsnelheid zó groot is, dat een snelle verversing van de grenslaag om de glaselectrode optreedt, maar niet zo groot, dat men last krijgt van stromingspotentialen (Litt.3).
- 3) Het vaatje is zo dicht mogelijk bij de reactor gebouwd om in verband met de dynamische metingen looptijden tot een minimum te beperken.

e) Ph-meter en Recorder.

Het spanningsverschil tussen de glas- en calomel-electrode (21) wordt naar de Ph-meter (22) gevoerd, daar afgele-

zen en ook doorgegeven aan een recorder (23). Fabrikaat en eigenschappen van deze apparaten worden behandeld in § VII-1, en § IV-4.

### III-3. Procesgrootheden en stofbalans.

In onderstaande tabel en in figuur III-2 zijn de procesgrootheden vermeld.

Met onafhankelijke variabelen worden de grootheden aangegeven, die men onafhankelijk van de andere grootheden kan regelen. Variaties in de afhankelijke variabelen zijn steeds het gevolg van veranderingen in de onafhankelijke variabelen.

De dimensies van de grootheden worden gegeven in het „Practische Maatstelsel” (m, kg, sec,  $\Omega$ ,  $^{\circ}\text{C}$ ).

Tabel van procesgrootheden.

Grootheid.	Omschrijving.	Dimensie.
$\phi_v$ onafh. variabele	toegevoerd vloeistofdebiet	$\text{m}^3/\text{sec.}$
$\phi_g$ " "	toegevoerd gasdebiet	$\left\{ \begin{array}{l} \text{m}^3/\text{sec.} \\ 1 \text{ atm. } T^{\circ}\text{C} \end{array} \right.$
$C_i$ " "	concentratie aan opgelost $\text{CO}_2$ in de ingaande vloeistof	
$C_{wa}$ " "	concentratie aan opgeloste N-ionen in de ingaande vloeistof	$\text{kmol}/\text{m}^3$
$Y_i$ " "	$\text{CO}_2$ percentage in het toegevoerde gasmengsel	%
$V$ " "	constant gehouden vloeistofholdup in de reactor	$\text{m}^3$
$\phi'_g$ afh. variabele	ontwijkend gasdebiet	$\text{m}^3/\text{sec.}$
$\phi''_g$ " "	opgeloste hoeveelheid $\text{CO}_2$	$\left\{ \begin{array}{l} 1 \text{ atm. } T^{\circ}\text{C} \\ \text{m}^3/\text{sec.} \\ 1 \text{ atm. } T^{\circ}\text{C} \end{array} \right.$
$V_g$ " "	Gas„holdup” als bellen in de vloeistof	$\text{m}^3$
$Y$ " "	$\text{CO}_2$ percentage in het ontwijkend gasdebiet = $\text{CO}_2$ percent. in gasbellen in reactor	%
$C_u$ " "	concentratie aan opgelost $\text{CO}_2$ in de uitgaande vloeistof	$\text{kmol}/\text{m}^3$



### Stofbalans.

Tussen de procesgrootheden bestaat, als het evenwicht zich heeft ingesteld, de volgende z.g. statische CO<sub>2</sub> balans:

$$\bar{\phi}_g = \bar{\phi}'_g + K \phi_v (C_u^- - C_i) \quad \text{vergelijking III-1.}$$

waarin:

- K, het aantal m<sup>3</sup> gas van 1 atm. en T°C voorstelt per grammolecule, zodat de gehele balans in m<sup>3</sup>/sec is neergeschreven.
- Bij  $\bar{\phi}_g$ ,  $\bar{\phi}'_g$  en  $C_u^-$  de streep boven de grootheid aangeeft, dat hiermede de z.g. „statische” grootheid wordt bedoelt.

Bij een kleine toename ~~van~~  $\phi_g$  van  $\bar{\phi}_g$  en de daarbij gepaard gaande kleine veranderingen  $\phi'_g$  en  $C_u$  van de grootheden  $\bar{\phi}'_g$  en  $C_u^-$ , geldt:

$$\begin{aligned} \bar{\phi}_g + \phi_g = \bar{\phi}'_g + \phi'_g + K \phi_v (C_u^- + C_u - C_i) + d \frac{(V_g \cdot Y)}{dt} + \\ + K.V. \frac{d C_u}{dt} \quad \text{vergelijking III-2.} \end{aligned}$$

Uit vergelijking III-2 en vergelijking III-1 ontstaat de z.g. „dynamische” CO<sub>2</sub> balans:

$$\phi_g = \phi'_g + K \phi_v C_u + K.V. \frac{d C_u}{dt} + \bar{Y} \frac{d V_g}{dt} + \bar{V}_g \frac{d y}{dt} \quad \text{vergelijking III-3.}$$

### III-4. Afleiding van $C_u/\phi_g$ uit stofbalans en statische metingen.

Men kan vele combinaties maken tussen de onafhankelijk en afhankelijk veranderende grootheden van het proces en zo nagaan welke invloed een kleine verandering van één van de onafhankelijke veranderlijken teweeg brengt bij een van de afhankelijk veranderlijken, als men alle andere onafhankelijken constant houdt.

Denkt men zich een neutralisatie proces, waarbij een constante alkalische vloeistofstroom tot een bepaald punt wordt geneutraliseerd door een CO<sub>2</sub>-stroom, dan is regeltechnisch de afhankelijkheid van  $C_u$  van een kleine verandering in  $\phi_g$  het interessantste, als men  $\phi_g$  corrigerend wil

laten optreden om kleine wijzigingen in de (andere) debieten en concentraties te compenseren.

Op analoge wijze kan men ook de storingsinvloed berekenen van b.v. een verandering in  $\phi_v$  op  $C_u$  of van een verandering van  $C_i$  op  $C_u$ .

In dit verslag zal verder alleen de afhankelijkheid van de variabele  $C_u$  van de grootheid  $\phi_g$  nader worden beschouwd.

Voor de afleiding van  $C_u/\phi_g$  zal men van enige veronderstellingen moeten uitgaan, die de mathematische beschouwing van het proces belangrijk vereenvoudigen:

a) Aangenomen wordt, dat de grootheden  $V_g$ ,  $\phi_g'$  en  $Y$  zich praktisch onafhankelijk van de tijd instellen als functie van  $\phi_g$  en  $C_u$ , ten opzichte van de traagheid waarmee  $\frac{d C_u}{dt}$  verandert.

In figuur III-2<sup>bis</sup> wordt deze aanname grafisch voorgesteld voor een plotselinge toename van  $\phi_g$  met  $\Delta\phi_g$ , nadat zich een bepaald statisch evenwicht had ingesteld.

b) Verder zal worden aangenomen, dat de verandering  $\bar{V}_g dy/dt$ , ten opzichte van de andere termen in het rechterlid van vergelijking III-3 zeer gering en te verwaarlozen is.

Voor een bepaalde waarde van  $Y_i$ ,  $\phi_v$ ,  $C_{Na}$  en  $C_i$  is dus:

$$C_u^- = f(\bar{\phi}_g)$$

Men kan nu stellen, dat:

$$\bar{\phi}_g' = f_1(\bar{\phi}_g, C_u^-) \quad \text{vergelijking III-4.}$$

$$V_g = f_2(\bar{\phi}_g, C_u^-) \quad \text{vergelijking III-5.}$$

Deze formules zijn met  $\phi_v$  als parameter, bij bepaalde waarden van  $Y_i$ ,  $C_{Na}$  en  $C_i$ , te meten.

Voor kleine variaties  $\phi_g'$  en  $V_g$  geldt:

$$\phi_g' = \left[ \frac{\partial \bar{\phi}_g'}{\partial \bar{\phi}_g} \right]_0 \cdot \phi_g + \left[ \frac{\partial \bar{\phi}_g'}{\partial C_u^-} \right]_0 \cdot C_u = A \phi_g + Q C_u \quad \text{vgl. III-7.}$$

$$V_g = \left[ \frac{\partial \bar{V}_g}{\partial \bar{\phi}_g} \right]_0 \cdot \phi_g + \left[ \frac{\partial \bar{V}_g}{\partial C_u^-} \right]_0 \cdot C_u = B \phi_g + P C_u \quad \text{vgl. III-8.}$$

De vier differentiaalquotienten A, B, Q en P zijn uit de statische waarnemingen te berekenen.

Door de vergelijkingen III-7 en III-8 in vergelijking III-3 in te vullen krijgt men:

$$\begin{aligned} \phi_g = & \phi_g \left[ \frac{\partial \phi_g'}{\partial \phi_g} \right]_0 + C_u \left[ \frac{\partial \phi_g'}{\partial C_u} \right]_0 + K \phi_v C_u + K.V. \frac{d C_u}{dt} + \\ & + \bar{Y} \frac{d \left\{ \phi_g \left[ \frac{\partial V_g}{\partial \phi_g} \right]_0 + C_u \left[ \frac{\partial V_g}{\partial C_u} \right]_0 \right\}}{dt} \end{aligned} \quad \text{vgl. III-10.}$$

of voor harmonisch veranderende grootheden, na het invoeren van de notatie A, B, P en Q voor de differentiaalquotiënten:

$$\phi_g = A \phi_g + Q C_u + K \phi_v C_u + i\omega K V C_u + \bar{Y} i\omega (B \phi_g + P C_u)$$

of:

$$C_u / \phi_g = \frac{1-A}{K \phi_v + Q} \times \frac{1 - i\omega \frac{\bar{Y} B}{1-A}}{1 + i\omega \frac{K V + \bar{Y} P}{K \phi_v + Q}} \quad \text{vgl. III-11.}$$

Voor  $\phi_v$ ,  $\bar{Y}$  en V worden de constante waarden ingevuld die bij de beschouwde instelling van het proces behoren.

De waarden A, B, P en Q worden uit de statische experimentele metingen bepaald.

### III-5. Metingen.

a) De titratiecurven zijn gemeten voor een 0,47 N en een 0,1 N oplossing en zijn in figuur III-3 weergegeven. De gemeten titratiecurven wijken enigszins af van de berekende titratiecurven; het verschil moet worden gezocht in het verschil tussen de activiteit en de concentratie van de ionen, vooral in geconcentreerde oplossingen. In Hoofdstuk VI-1 en VI-2 wordt de meetmethode en de wijze waarop de titratie kromme kan worden berekend, toegelicht.

b) IJking van Flow- en Rota-meters. De ijkgrafieken van de debietmeters zijn in een apart deel van het verslag weergegeven. Gasstromen worden steeds gegeven in  $m^3/sec$ , 1 atm. en  $T^\circ C$ . (kamertemperatuur).

c) Analyse van het CO<sub>2</sub> gehalte in de NaOH oplossing van de tank. Analytisch werd het CO<sub>2</sub> gehalte van de NaOH-oplossing bepaald direct na het bereiden van de oplossing en ook nadat de oplossing enige dagen in de goed afgesloten tank had gestaan.

C<sub>i</sub> werd hierbij gemiddeld bepaald op 10 mol CO<sub>2</sub> per m<sup>3</sup> oplossing voor 0,465 N NaOH en 8 mol/m<sup>3</sup> voor 0,100 N NaOH, voor de metingen met zuiver CO<sub>2</sub>-gas.

Een beschrijving van de analyse methoden wordt gegeven in § VI-3.

d) IJking van de glaselectroden. De ijking geschiedde buiten het meetvatje in bufferoplossingen met bekende Ph van 4,0, 6,96 en 9,24. Tevens werd de Ph gesteld op een 0,100 N en een 0,47 N NaOH-oplossing.

Een juist ingestelde Ph-meter geeft boven Ph 13 een afwijking, deze is vastgesteld en de enkele gemeten Ph-waarden boven Ph 13,0 zijn voor deze afwijking gecorrigeerd.

Bovendien gaat een glaselectrode die te lang in een sterk alkalische oplossing heeft gestaan ook afwijkingen vertonen. Hiermede is rekening gehouden door de elektroden af en toe in een milieu met lagere Ph te laten „uitrusten“.

e) Metingen van neutralisatie met 100% CO<sub>2</sub>-gas.

Statische metingen van Ph en  $\bar{V}_g$  bij diverse vloeistof- en gasstromen.  $V = 8,18 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3$ , temperatuur = 17°C.

C <sub>i</sub>	C <sub>Na</sub>	$\bar{\phi}_v$	$\bar{\phi}_g$	Ph	$\bar{C}_u$	$\bar{V}_g$	C <sup>x</sup>
mol/m <sup>3</sup> 10 <sup>3</sup>	mol/m <sup>3</sup> 10 <sup>3</sup>	m <sup>3</sup> /sec. 10 <sup>-6</sup>	m <sup>3</sup> /sec. 10 <sup>-6</sup>	eenh.	mol/m <sup>3</sup> 10 <sup>3</sup>	m <sup>3</sup> 28 10 <sup>-6</sup>	mol/m <sup>3</sup> 10 <sup>3</sup>
0,010	0,465	7,7	39	12,70	0,192	nihil	0,515
"	"	7,7	79	9,20	0,390	1,5	"
"	"	7,7	120	7,46	0,515	15,2	"
"	"	7,7	162	7,46	0,515	23,0	"
"	"	13,4	79	11,55	0,232	0,7	"
"	"	13,4	120	9,45	0,355	4,6	"
"	"	13,4	162	8,20	0,472	8,0	"
"	"	18,45	79	12,65	0,197	0,3	"
"	"	18,45	120	10,30	0,265	3,8	"
"	"	18,45	162	9,45	0,355	5,8	"

$C_i$	$C_{Na}$	$\bar{\phi}_v$	$\bar{\phi}_g$	$\bar{Ph}$	$\bar{C}_u$	$\bar{V}_g$	$C^{\text{æ}}$
$\text{mol/m}^3$ $10^3$	$\text{mol/m}^3$ $10^3$	$\text{m}^3/\text{sec.}$ $10^{-6}$	$\text{m}^3/\text{sec.}$ $10^{-6}$	eenh.	$\text{mol/m}^3$ $10^3$	$\text{m}^3$ 28 $10^{-6}$	$\text{mol/m}^3$ $10^3$
0,010	0,465	25,6	79	12,85	0,175	nihil	0,515
"	"	25,6	120	12,45	0,210	2,3	"
"	"	25,6	162	10,15	0,275	3,0	"
0,008	0,100	7,7	14	9,55	0,0816	nihil	0,1700
"	"	7,7	31	6,80	0,1470	ong.1	"
"	"	13,4	14	11,35	0,0507	nihil	"
"	"	13,4	31	8,52	0,0986	ong.1	"
"	"	18,45	14	12,18	0,0422	nihil	"
"	"	18,45	31	9,80	0,0740	nihil	"
"	"	18,45	62,5	6,86	0,1418	nihil	"
"	"	23,5	14	12,43	0,0363	nihil	"
"	"	23,5	31	10,33	0,0610	nihil	"
"	"	23,5	62,5	7,26	0,1162	nihil	"

De gemeten waarden zijn in de grafieken van figuur III-4 en III-4<sup>bis</sup> uitgezet.

figuur	$C_{Na}$ $10^3$	parameter	x-as	y-as
III-4	0,465	$\phi_v$	$C_u$	$\phi_g$
III-4	0,465	$\phi_g$	$C_u$	$\phi_v$
III-4	0,100	$\phi_v$	$C_u$	$\phi_g$
III-4	0,100	$\phi_g$	$C_u$	$\phi_v$
III-4 <sup>bis</sup>	0,465	$\phi_v$	$\phi_g$	$V_g$
III-4 <sup>bis</sup>	0,465	$\phi_g$	$\phi_v$	$V_g$

De gasholdup voor de metingen bij 0,100 N NaOH konden niet worden gemeten. Deze gasholdups waren van de orde van grootte van de meetfouten.

f) Metingen van neutralisatie met CO<sub>2</sub>-gas-lucht mengsels.

In tabelvorm zijn de statische waarnemingen verenigd voor  $Y_i = 0,70$  en  $Y_i = 0,30$ .

Voor de berekening van  $C_u$  uit de Ph-waarden is wederom gebruik gemaakt van figuur III-3.  $\phi_{CO_2}$  en  $\phi_L$  geven de CO<sub>2</sub>- en luchthoeveelheden aan, die tesamen het gasmengsel vormen.

Voor alle waarnemingen geldt verder:

$$C_{Na} = 0,100 \times 10^3 \text{ mol/m}^3 ; \text{Temp.} = 21^\circ\text{C} ; V = 8,30 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3.$$

	$C_i$	$\phi_v$	$\phi_{CO_2}$	$\phi_L$	Ph	$C_u$	$V_g$
dim.	mol/m <sup>3</sup>	m <sup>3</sup> /sec.	m <sup>3</sup> /sec.	m <sup>3</sup> /sec.		mol/m <sup>3</sup>	m <sup>3</sup>
factor	10 <sup>3</sup>	10 <sup>-6</sup>	10 <sup>-6</sup>	10 <sup>-6</sup>		10 <sup>3</sup>	280 × 10 <sup>-7</sup>
$Y_i = 0,70$	0,011	7,7	14	6	9,60	0,0798	5,0
		7,7	31	13	7,12	0,1245	8,2
		13,4	14	6	11,43	0,0503	4,0
		13,4	31	13	8,81	0,0959	7,2
		13,4	62	26	7,10	0,1249	11,5
		18,45	14	6	12,30	0,0395	2,9
		18,45	31	13	9,88	0,0717	5,3
		18,45	62	26	7,50	0,1090	10,8
		18,45	106	45	7,10	0,1249	17,7
		18,45	137	50	7,05	0,1280	23,8
		23,5	14	6	12,42	0,0366	3,1
		23,5	31	13	10,42	0,0594	5,2
		23,5	62	26	8,50	0,0988	9,5
		23,5	106	45	7,30	0,1145	16,8
	23,5	137	59	7,16	0,1218	22,4	
		7,7	overmaat CO <sub>2</sub> en lucht, $Y_i = 0,7$		6,72	0,1532	

	$C_i$	$\phi_v$	$\phi_{CO_2}$	$\phi$	Ph	$C_u$	$V_g$
Dimensie	$\text{mol/m}^3$	$\text{m}^3/\text{sec.}$	$\text{m}^3/\text{sec.}$	$\text{m}^3/\text{sec.}$		$\text{mol/m}^3$	$\text{m}^3$
factor	$10^3$	$10^{-6}$	$10^{-6}$	$10^{-6}$		$10^3$	$280 \cdot 10^{-7}$
(x)							
$Y_i = 0,30$	0,010	7,7	14	33	9,52	0,0829	7,5
		7,7	31	72	7,85	0,1036	15,0
		7,7	62,5	146	7,36	0,1127	27,5
		7,7	106	247	7,25	0,1166	39,0
		7,7	137	320	7,24	0,1174	42,5
	13,4	14	33	11,78	0,0477	7,5	
	13,4	31	72	9,27	0,0893	13,5	
	13,4	62,5	146	8,28	0,1004	23,5	
	13,4	106	247	7,98	0,1027	33,5	
	13,4	137	320	7,83	0,1038	41,5	
	18,45	14	33	12,40	0,0370	7,5	
	18,45	31	72	9,95	0,0699	11,5	
	18,45	62,5	146	8,93	0,0947	20,0	
	18,45	106	247	8,47	0,0990	33,5	
	18,45	137	320	8,38	0,0997	39,0	
	23,5	14	33	12,54	0,0333	8,5	
	23,5	31	72	10,53	0,0576	13,5	
	23,5	62,5	146	9,27	0,0893	21,0	
	23,5	106	247	8,78	0,0962	30,5	
	23,5	137	320	8,74	0,0966	33,5	

De gemeten waarden zijn in grafiekvorm uitgezet.

Figuur	$Y_i$	uitgezet op x-as.	uitgezet op y-as.	parameter.
III-5	0,70	$\phi_v$	$C_u$	$\phi_{CO_2}$
III-5	0,70	$C_u$	$\phi_{CO_2}$	$\phi_v$
III-5	0,70	$\phi_v$	$V_g$	$\phi_{CO_2}$
III-5	0,70	$\phi_{CO_2}$	$V_g$	$\phi_v$
III-6	0,30	$\phi_v$	$C_u$	$\phi_{CO_2}$
III-6	0,30	$C_u$	$\phi_{CO_2}$	$\phi_v$
III-6	0,30	$\phi_v$	$V_g$	$\phi_{CO_2}$
III-6	0,30	$\phi_{CO_2}$	$V_g$	$\phi_v$

III-6. Het berekenen van  $C_u/\phi_g$  uit de statische metingen.

In vergelijking III-11 :

$$\frac{C_u}{\phi_g} = \frac{1 - A}{K \phi_v + Q} \frac{1 - i \omega \frac{\bar{Y} B}{1-A}}{1 + i \omega \frac{K V + \bar{Y} P}{K \phi_v + Q}}$$

betekent een berekening van  $C_u/\phi_g$  uit de experimentele statische metingen, een bepalen van de differentiaalquotienten A, B, P en Q uit de waarnemingen bij een constante waarde van V,  $C_i$  en  $C_{Na}$ . en bij de waarden  $Y_i = 100\%$ ,  $Y_i = 70\%$  en  $Y_i = 30\%$ .

Bovendien zullen de waarden van  $\bar{Y}$  uit de statische waarnemingen moeten worden berekend.

III-6<sup>a</sup>. Berekening van vergelijking III-11 voor:  
 $C_{Na} = 0,1 \text{ kmol/m}^3$ ,  $C_i = 0,008 \text{ kmol/m}^3$  en  $Y_i = 70\%$ .

Statisch is gemeten:

$$C_u = f(\phi_g) \text{ met } \phi_v \text{ als parameter, figuur III-5.}$$

$$\bar{V}_g = f(\phi_g) \text{ met } \phi_v \text{ als parameter, figuur III-5.}$$

Uit deze grafieken kan door eliminatie van  $\phi_v$  worden geconstrueerd:

$$\bar{V}_g = f(\phi_g) \text{ met } C_u \text{ als parameter, figuur III-7.}$$

$$\text{en } \bar{V}_g = f(C_u) \text{ met } \phi_g \text{ als parameter, figuur III-9.}$$

Beschouwt men figuur III-7, dan blijkt uit de waarnemingen, dat:

$$\bar{V}_g = a \phi_g + b. \quad \text{vergelijking III-14.}$$

waarin: a en b afhankelijk zijn van  $C_u$  en:

$$a = \left[ \frac{\partial \bar{V}_g}{\partial \phi_g} \right]_0 = B.$$

Zet men de tangenten van de rechte lijnen in figuur III-7 uit in een grafiek als functie van  $C_u$ , dan krijgt men een rechte lijn, die in figuur III-8 is weergegeven.



Hieruit laat zich berekenen:

$$B = \left[ \frac{\partial \bar{v}_g}{\partial \bar{\phi}_g} \right]_0 = d C_u^- + e = 54 C_u^- - 3,0 \text{ (in sec.)}$$

vergelijking III-15.

Uit figuur III-9 kan men  $P = \left[ \frac{\partial \bar{v}_g}{\partial C_u^-} \right]_0$  berekenen als functie van  $\bar{\phi}_g$  en  $C_u^-$ , hetgeen figuur III-10 oplevert:

$$P = g \bar{\phi}_g + h \quad \text{vergelijking III-16.}$$

$$g = \text{constant} = 40.$$

$$h = f(C_u^-)$$

De functie  $h = f(C_u^-)$  is in figuur III-11 weergegeven.

$$h = 2,5 \cdot 10^{-3} - 2,5 \cdot 10^{-2} C_u^- \quad \text{vergelijking III-17.}$$

Uit de vergelijkingen III-16 en III-17 volgt:

$$P = \left[ \frac{\partial \bar{v}_g}{\partial C_u^-} \right]_0 = 40 \bar{\phi}_g + 2,5 \cdot 10^{-3} - 2,5 \cdot 10^{-2} C_u^-$$

vergelijking III-18.

Uit:  $\bar{\phi}_g' = \bar{\phi}_g - K \phi_v \times (C_u^- - C_i)$  vergelijking III-1.

en  $C_u^- = f(\bar{\phi}_g)$  met  $\phi_v$  als par., figuur III-5.

kan men constueren:

$$\bar{\phi}_g' = f(\bar{\phi}_g) \text{ met } C_u^- \text{ als parameter. figuur III-12.}$$

Hieruit blijkt, dat  $\bar{\phi}_g'$  bij benadering onafhankelijk is van  $C_u^-$  en dat men de functie kan voorstellen door:

$$\bar{\phi}_g' = m \bar{\phi}_g^n \quad \text{vergelijking III-19.}$$

In figuur III-13 is uitgezet:

$$\log \bar{\phi}_g' = n \log \bar{\phi}_g + m' \quad \text{vergelijking III-20.}$$

Waaruit te berekenen valt, dat:

$$\phi_g' = 6,3 \cdot 10^3 \bar{\phi}_g^2 \quad \text{vergelijking III-19.}$$

voor het gebied waarin metingen zijn verricht.

Hieruit volgt:

$$A = \left[ \frac{\partial \phi_g'}{\partial \bar{\phi}_g} \right]_0 = 12,6 \cdot 10^3 \bar{\phi}_g \quad \text{vergelijking III-21.}$$

$$\text{en } Q = \left[ \frac{\partial \bar{\phi}'_g}{\partial \bar{C}_u} \right]_0 \quad \text{is bij benadering gelijk nul.} \quad \text{vergelijking III-22.}$$

III-6-b. Berekening van vergelijking III-11 voor  
 $\bar{C}_{Na} = 0,1 \text{ kmol/m}^3$ ,  $Y_i = 30\%$ ,  $C_i = 0,0 \text{ kmol/m}^3$ .

Een berekening, geheel analoog aan § III-6-a, kan voor  $Y_i = 30\%$  opgezet worden. De resultaten hiervan worden weergegeven in figuren en vergelijkingen met overeenkomstige nummers en het achtervoegsel a (figuur III-6,  $-7^a$ ,  $-9^a$ ,  $-10^a$ ,  $-12^a$ ,  $-13^a$ ).

Hierbij moet worden opgemerkt, dat:

$$1) \quad B = \left[ \frac{\partial \bar{v}_g}{\partial \bar{\phi}_g} \right]_0 \quad \text{vergelijking III-15}^a.$$

practisch onafhankelijk is van  $\bar{C}_u$  voor niet te extreme omstandigheden. Onder extreme omstandigheden worden hier verstaan: het bereiken van een bepaalde  $C_u$ -waarde (Ph) door een relatief grote vloeistofstroom met een grote gasstroom in de reactor te neutraliseren.

$$2) \quad P = \left[ \frac{\partial \bar{v}_g}{\partial \bar{C}_u} \right]_0 \quad \text{vergelijking III-16}^a.$$

is praktisch onafhankelijk van  $\bar{C}_u$  en alleen een functie van  $\bar{\phi}_g$ .

3)  $\bar{\phi}'_g$  blijkt wederom alleen een functie van  $\bar{\phi}_g$  te zijn van de vorm  $\bar{\phi}'_g = m \bar{\phi}_g^n$ .

De resultaten zijn:

$$B = \left[ \frac{\partial \bar{v}_g}{\partial \bar{\phi}_g} \right]_0 = 9 \quad \text{vergelijking III-15}^a.$$

$$P = \left[ \frac{\partial \bar{v}_g}{\partial \bar{C}_u} \right]_0 = 115 \bar{\phi}_g - 2 \cdot 10^{-3} \quad \text{vergelijking III-16}^a.$$

$$A = \left[ \frac{\partial \bar{\phi}'_g}{\partial \bar{\phi}_g} \right]_0 = 10^4 \bar{\phi}_g \quad \text{vergelijking III-21}^a.$$

$$Q = \left[ \frac{\partial \bar{\phi}'_g}{\partial \bar{C}_u} \right]_0 = 0 \quad \text{vergelijking III-22}^a.$$

III-6-c. Berekening van  $C_u/\phi_g$  voor  $C_{Na} = 0,10 \text{ kmol/m}^3$   
 $Y_i = 100\%$  en  $C_i = 0,01 \text{ kmol/m}^3$ .

In de berekeningen zullen de figuren en vergelijkingen, voor zover mogelijk, weer dezelfde nummers krijgen als de overeenkomstige figuren en vergelijkingen in de paragrafen III-6<sup>a</sup> en III-6<sup>b</sup>, met het achtervoegsel b (figuur III-4, -5<sup>b</sup>, -14 en vergelijking III-15<sup>b</sup>, -16<sup>b</sup>, -23, -24, -25, -26, -27, -21<sup>b</sup>, -22<sup>b</sup>).

$\bar{V}_g$  was bij alle metingen zo gering, dat het bepalen van de grootte van  $\bar{V}_g$  met de beschreven apparatuur niet mogelijk was. Bij benadering kan men daarom stellen, dat:

$$B = \left[ \frac{\partial \bar{V}_g}{\partial \bar{\phi}_g} \right]_0 = \text{nihil} \quad \text{vergelijking III-15}^b.$$

$$\text{en } P = \left[ \frac{\partial \bar{V}_g}{\partial \bar{C}_u} \right]_0 = \text{nihil} \quad \text{vergelijking III-16}^b.$$

Uit figuur III-5<sup>b</sup> blijkt, dat er, voor constante waarden van de parameter  $\phi_v$ , een lineair verband bestaat tussen  $(\bar{C}_u - C_i)$  en  $\bar{\phi}_g$  en wel:

$$(\bar{C}_u - C_i) = \alpha \cdot \bar{\phi}_g \quad \text{vergelijking III-23.}$$

waarin:

$$\alpha = f(\phi_v) \quad \text{vergelijking III-24.}$$

Volgens figuur III-14 kan deze functie worden beschreven als:

$$1/\alpha = 23,75 \phi_v + 40 \cdot 10^{-6} \quad \text{vergelijking III-25.}$$

Een combinatie van vergelijking III-23 en vergelijking III-25 levert:

$$\phi_v = 4,2 \cdot 10^{-2} \frac{\bar{\phi}_g}{(\bar{C}_u - C_i)} - 1,7 \cdot 10^{-6} \quad \text{vgl. III-26.}$$

en tezamen met de stofbalans:

$$\bar{\phi}_g = \bar{\phi}'_g + K \phi_v (C_u^- - C_i) \quad \text{vergelijking III-1.}$$

leidt dit tot:

$$\bar{\phi}'_g = 0,01 \bar{\phi}_g + 40,8 \cdot 10^{-6} (C_u^- - C_i) \quad \text{vgl. III-27.}$$

Hieruit volgt:

$$A = \left[ \frac{\partial \bar{\phi}'_g}{\partial C_u^-} \right]_0 = \text{constant} = -0,01 \quad \text{vergelijking III-21}^b.$$

$$Q = \left[ \frac{\partial \bar{\phi}'_g}{\partial C_u^-} \right]_0 = \text{const.} = 41 \cdot 10^{-6} \quad \text{vergelijking III-22}^b.$$

III-6-d. Berekening van  $C_u/\phi_g$  voor  $C_{Na} = 0,47 \text{ kmol/m}^3$ ,  
 $Y_i = 100\%$  en  $C_i = 0,01 \text{ kmol/m}^3$ .

Bij deze metingen was de grootte van  $\bar{V}_g$ , voor de meeste combinaties van  $\phi_v$  en  $\phi_g$ , te meten als gevolg van de grotere alkaliteit van de vloeistof en de daardoor vereiste grotere gasstromen om een bepaalde Ph te bereiken.

Zoals ook in de §§ III-6-a  $t/m$  c is geschied, zullen ook hier overeenkomstige figuren en vergelijkingen hetzelfde nummer krijgen met het achtervoegsel c. (Fig. III-4, -4<sup>bis</sup>, -7<sup>c</sup>, -8<sup>c</sup>, -9<sup>c</sup>, -10<sup>c</sup>, -14<sup>c</sup> en vgl. III-14<sup>c</sup>, -15<sup>c</sup>, -9<sup>c</sup>, -16<sup>c</sup>, -21<sup>c</sup>, -22<sup>c</sup>, -23<sup>c</sup>, -25<sup>c</sup>, -27<sup>c</sup>).

Statisch is weer gemeten:

$$C_u^- = f(\bar{\phi}_g) \quad \text{met } \phi_v \text{ als parameter.} \quad \text{figuur III-4.}$$

$$\bar{V}_g = f(\bar{\phi}_g) \quad \text{met } \phi_v \text{ als parameter.} \quad \text{figuur III-4}^{\text{bis}}.$$

Uit deze figuren kan worden geconstrueerd:

$$\bar{V}_g = f(\bar{\phi}_g) \quad \text{met } C_u \text{ als parameter.} \quad \text{figuur III-7}^c.$$

Beschouwt men in figuur III-7<sup>c</sup> het middengedeelte van de grafiek met als grenzen  $70 \cdot 10^{-6} < \phi_g < 130 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{sec}$ , dan kunnen de waarnemingen weer worden beschreven door de vergelijking:

$$\bar{V}_g = a \bar{\phi}_g + b \quad \text{vergelijking III-14}^c.$$

waarin a en b functies van  $C_u^-$  zijn en

$$a = \left[ \frac{\partial \bar{v}_g}{\partial \bar{\phi}_g} \right]_0 = B.$$

Uit fig. III-8<sup>c</sup> blijkt, dat:

$$\underline{B = 2,9 C_u^- + 1,1} \quad (\text{m.sec.}) \quad \text{vgl. III-15}^c.$$

In werkelijkheid is de functie ingewikkelder en is  $a = f(\bar{\phi}_g \text{ en } C_u^-)$ . Voor de beschrijving van de metingen zal echter gebruik worden gemaakt van de eenvoudigere interpretatie:

$$\text{voor } 170 \cdot 10^{-6} < \bar{\phi}_g < 50 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{sec.} \quad B = 0$$

$$\text{voor } 70 \cdot 10^{-6} < \bar{\phi}_g < 130 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{sec.} \quad B = 2,9 C_u^- + 1,1 \text{ sec.}$$

$$\text{voor } \bar{\phi}_g \text{ waarden hiertussen} \quad 0 < B < 2,9 C_u^- + 1,1.$$

Analoog aan fig. III-9 kan men construeren:

$$\bar{v}_g = f(C_u^-) \text{ met } \bar{\phi}_g \text{ als parameter} \quad \text{fig. III-9}^c.$$

Uit deze figuur blijkt, dat:

$$P = \left[ \frac{\partial \bar{v}_g}{\partial C_u^-} \right]_0 = f(\bar{\phi}_g).$$

In fig. III-10<sup>c</sup> zijn de tangenten van de rechten uit fig. III-9<sup>c</sup> tegen  $\bar{\phi}_g$  uitgezet:

$$P = \left[ \frac{\partial \bar{v}_g}{\partial C_u^-} \right]_0 = g \bar{\phi}_g + h = 8,5 \bar{\phi}_g - 450 \times 10^{-6} \quad \text{vgl. III-16}^c$$

Uit fig. III-4 blijkt, dat  $\alpha$  er voor constanten waarden van  $\phi_v$ , wederom een lineair verband bestaat tussen  $(C_u^- - C_i)$  en  $\bar{\phi}_g$ , analoog aan III-6<sup>b</sup>:

$$\alpha = (C_u^- - C_i) / \bar{\phi}_g \quad \text{vgl. III-23}^c$$

waarbij:

$$\alpha = f(\phi_v)$$

Volgens fig. III-14<sup>c</sup> kan deze functie worden beschreven als:

$$1/\alpha = 20 \cdot 10^{-6} + 24.2 \phi_v \quad \text{vgl. III-25}^c$$

Een combinatie met de vgl.<sup>en</sup> III-23<sup>c</sup>, -25<sup>c</sup>, -1 levert:

$$\bar{\phi}_g' = 0,008 \bar{\phi}_g + 20 \cdot 10^{-6} C_u^- - 20 \cdot 10^{-8} \quad \text{vgl. III-27}^c$$

Hieruit volgen de gezochte waarden voor A en Q:

$$A = \left[ \frac{\partial \bar{\phi}_g'}{\partial \bar{\phi}_g} \right]_0 = 0,008 = \text{const.} \quad \text{vgl. III-21}^c$$

---


$$\text{en } Q = \left[ \frac{\partial \bar{\phi}_g'}{\partial C_u^-} \right]_0 = 20 \cdot 10^{-6} = \text{const.} \quad \text{vgl. III-22}^c$$


---

#### IV. Sinusresponsie-metingen.

##### IV-1. Apparatuur voor dyn. metingen.

Bij verschillende gemiddelde Ph instellingen is de overbrengverhouding  $C_u/\phi_g$  van het proces gemeten door een harmonisch fluctuerende gasstroom van zuiver CO<sub>2</sub> of van een CO<sub>2</sub>-lucht mengsel in de reactor te brengen en de sinusvormige C<sub>u</sub> waarde als Ph-waarde op een Brown Recorder te registreren.

De opstelling, zoals deze in § III-2 beschreven is, werd uitgebreid met enige apparaten:

a) Gas-stroom: De sinusvormige gasstroom werd gerealiseerd door een goed lineaire regelklep (24) met behulp van een sinusvormige variërende druk te sturen. Afsluiter (25 of 26) staat hierbij geheel open en de fluctuerende gasstroom wordt afgelezen op de debiet meter (27 of 28). Door een zeer bepaalde druk voor de regelklep te handhaven, kan men het gebied waarin de regelklep werkt, gunstig kiezen. Enige ijkgrafieken van de regelklep zijn in een apart deel van het verslag opgenomen. Het CO<sub>2</sub> reduceerventiel (8) kon de druk niet constant houden bij een fluctuerend gas-debiet. Daarom werd een buffervat (29) tussengeschakeld en met behulp van een magneetklep (30) de druk in het vat via een kwikmanometer (31) constant gehouden. Bij te hoge druk maakt een stalen

spits in de manometer electricisch contact met het stijgende Hg-niveau. Via een relais (32) wordt de magneetklep hierna bediend. Afsluiter (33) dient om deze aan-uit regeling verder in te stellen. Het buffervat kan electricisch worden verwarmd (34), om bij verschillende temperaturen van de buitenlucht, het gas de temperatuur te geven waarbij de debietmeter was geijkt. Door de debietmeters (11), (43) en (44) wordt weer de samenstelling van het gas bepaald. Het gas wordt naar het buffervat geleid door punt a met d te verbinden in fig. III-1. De sinusvormige CO<sub>2</sub> stroom wordt na de regelklep in de reactor gestuurd door punt c en b met elkaar te verbinden. De debietmeters 27 en 28 zijn geijkt voor de betreffende gassamenstellingen bij een bepaalde temperatuur en druk, die apart kunnen worden ingesteld. Op deze debietmeters wordt de sinusvormige variërende gasstroom afgelezen

b) Sinusgenerator: De sinusgenerator (35) produceert een harmonische heen en weer gaande beweging, de veer (36) maakt hiervan een sinusvormige kracht, die op een stift van een zogenaamde drukdoos, fabriek de Wit (37), wordt overgebracht. De drukdoos is een reduceerventiel met de eigenschap dat de gereduceerde druk evenredig is met de kracht op de stift. Deze harmonisch variërende gereduceerde druk stuurt de klep via een klepsteller (38). De klepsteller is aangebracht omdat de regelklep een kleine hysteresis had. Hierdoor zou dit deel van het systeem niet lineair zijn en kan men daarmee geen sinusresponsies meten. De klepsteller heft de hysteresis op.

c) Recorder: Het uitgangssignaal  $\overline{C_u} + C_u$  bepaalt tezamen met de constant gehouden grootte  $C_{Na}$ , de  $\overline{Ph} + Ph$ . Deze fluctuerende waarde wordt op de Brown-schrijver (23) geregistreerd.

d) Phase meet-apparatuur: De phase-achterstand van  $\overline{Ph} + Ph$  ten opzichte van de sinusgenerator wordt op de volgende wijze bepaald.

Sluit men het ingangssignaal van de Brown-schrijver kort, dan loopt de pen van zijn eigenlijke stand naar de nulstand terug. Sluit men de schrijver ongeveer  $10^{-1}$  sec kort, dan zal de pen slechts 1 cm uit zijn aanwysstand bewegen, en direct

daarop weer terugkeren in zijn oude stand. De kortsluiting van  $10^{-1}$  sec wordt verkregen via een programmaregelaartje (39), dat op het begin van een spannings-stoot reageert. Deze spannings-stoot wordt teweeg gebracht door 2 contactpuntjes (40) en (41), die electricisch met elkaar worden verbonden bij  $0^\circ$  en  $180^\circ$  van elke sinus uit de sinusgenerator.

Via 2 andere contactpuntjes, die ook electricisch contact met elkaar maken bij  $0^\circ$  en  $180^\circ$  van iedere sinus, kan men achter de Flow-meter, die het sinusvormige  $\text{CO}_2$ -debiet aangeeft, een lampje laten branden. Statisch kan men de stand van de vlotter in de Flow-meter bepalen, die behoort bij  $\bar{\phi}_g$  ( $\phi_g = 0$ ). Bij de dynamische metingen zal de vlotter in phase achter zijn bij de sinusgenerator. Door de stand van sinusgenerator en vlotter met elkaar te vergelijken, kan men deze phase-achterstand  $\varphi_2$  meten.

Met behulp van deze methode kan dus de phase-achterstand van generator tot Ph-signaal  $\varphi_1$ , en die van generator tot Flow-meter  $\varphi_2$ , worden gemeten. ( $\varphi_1 - \varphi_2$ ) is dan de phase-achterstand van Flow-meter tot Ph-signaal en komt grotendeels door het proces in de reactor.

e) Opmeten van het  $(\overline{\text{Ph}} + \text{Ph})$ -signaal: Op de Brown-schrijver wordt een sinusachtig signaal geregistreerd. Doordat o.a. de eerste afgeleide van de titratiekromme, de Buffer-Index, veranderlijk is, is het signaal niet zuiver sinusvormig. Men wil komen tot het signaal  $C_u^- + C_u$ . Daartoe worden  $\text{Ph}_{\max}$  en  $\text{Ph}_{\min}$  van de harmonische beweging bepaald en de hierbij behorende  $C_{u\max}$  en  $C_{u\min}$  uit de titratie-kromme opgezocht. Dit geeft de waarde  $\Delta C_u$ .

De maximale en minimale gas-stromen worden op de debietmeter afgelezen, het verschil is  $\Delta \phi_g$ .

Hieruit vindt men:  $\Delta C_u / \Delta \phi_g = C_u / \phi_g$ .

Voor de phasemeting construeert men door de op een sinus gelijkende  $\overline{\text{Ph}} + \text{Ph}$  kromme, de basis van de sinus. Deze basis wordt door de sinus in steeds gelijke stukken gesneden, die overeen komen met  $180^\circ$ . Door het punt  $0^\circ$  en  $180^\circ$  te vergelijken met de overeenkomstige punten uit de sinus van de sinusgenerator (dit punt is dus aangegeven door de kortsluitinkjes) kan men het phaseverschil  $\varphi_1$  meten. In figuur IV-1 is deze meetwijze uitgebeeld.



Door steeds enige sinussen te registreren en op te meten kon men vrij nauwkeurige  $C_u$  en  $\varphi$  waarden berekenen. De metingen uit § IV-2 zijn steeds het gemiddelde van een drietal sinussen. De reproduceerbaarheid van de metingen na enige dagen was goed.

#### IV-2. Dynamische metingen met zuiver CO<sub>2</sub>-gas.

De volgende metingen met zuiver CO<sub>2</sub>-gas werden verricht:

Serie	$C_{Na}$	$C_i$	$\overline{Ph}$
	kmol/m <sup>3</sup>	kmol/m <sup>3</sup>	gem.eenh.
a	0,465	0,010	8,6
b	0,465	0,010	9,4
c	0,465	0,010	10,8
d	0,465	0,010	12,1
e	0,100	0,008	8,85
f	0,100	0,008	9,25
g	0,100	0,008	11,6

Bij alle series werden de constant gehouden grootheden gelijk van grootte genomen.

$$V = 8180 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3.$$

$$\varnothing_v = 13,4 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{sec}.$$

Van iedere serie werd de sinusresponsie onderzocht bij de volgende sinusperioden:

$$T = 925 ; 520 ; 290 ; 160 ; 90 ; 51 ; 29 ; 16 ; 9 ; 5.$$

De metingen werden gesplitst in de overbrengverhouding van de sinusgenerator tot de Flow-meter,  $Z_2$ , en de overbrengverhouding van deze debietmeter tot het  $\overline{Ph} + Ph$  signaal,  $Z_4$  (de hierbij behorende versterkingsfactor is  $\alpha_4$ ).

De eerstgenoemde overbrengverhouding  $Z_2$  is enige malen gemeten onder de verschillende omstandigheden van de genoemde series. De uitkomsten zijn gemiddeld en verwerkt in de overbrengverhouding  $Z_4$ .

Ter berekening van de overbrengverhouding  $Z_4$  zijn de waarnemingen van de verschillende series in onderstaande tabel uitgezet.

In deze tabel zal niet de waarde  $\Delta C_u / \Delta \phi_g$  worden berekend, maar de dimensieloze grootheid

$$\frac{\Delta C_u \cdot \phi_v \cdot K}{\Delta \phi_g} = \frac{\Delta \phi_g''}{\Delta \phi_g}$$

Deze grootheid geeft de verhouding weer van de variatie in de CO<sub>2</sub>-stroom die is opgelost, tot de va-

riatie in de CO<sub>2</sub>-stroom die wordt ingevoerd.

Voor  $\Delta \phi_g$  werd de dynamisch gemeten waarde ingevuld en niet de „statisch“ ingestelde  $\Delta \phi_{gstat}$ .

Niet vermelde frequenties in de verschillende series, geven niet meetbaar (kleine)  $\Delta Ph$ .

In de tabel zijn voorts alleen de waarden  $\psi_1 - \psi_2$  en  $\psi_1 - \psi_2 - \psi_3$  opgenomen. De afleiding van de waarde  $\psi_3$  volgt uit § IV-3. De waarnemingen zijn verenigd in de frequentiekaracteristieken fig. IV-7 en IV-8.

Serie	T	Ph max	Ph min	$\Delta \phi_g''$	$\Delta \phi_g$	$\alpha_4$	$(\psi_1 - \psi_2)$	$(\psi_1 - \psi_2 - \psi_3)$
	sec.	eenh.	eenh.	m <sup>3</sup> /sec 10 <sup>-6</sup>	m <sup>3</sup> /sec 10 <sup>-6</sup>	---	gr.	gr.
a	29	8,55	8,52	0,760	91	0,00835	136	100
a	51	8,53	8,48	1,265	90	0,0141	128	106
"	90	8,61	8,54	1,775	91	0,0195	102	89
"	160	8,66	8,51	3,80	91	0,0418	97	90
"	290	8,67	8,40	6,82	90	0,0760	84	81
"	520	8,68	8,11	12,65	90	0,141	80	79
"	925	9,04	8,34	19,30	91	0,217	77	77
b	29	$\Delta Ph = 0,01$		0,44	94	0,0048		
"	51	9,41	9,38	1,33	92	0,0145		
"	90	9,44 <sup>8</sup>	9,39	2,20	94	0,0234	107	99
"	160	9,41 <sup>5</sup>	9,32	4,17	94	0,0444	102	95
"	290	9,45 <sup>5</sup>	9,29	7,42	94	0,0790	96	93
"	520	9,53	9,23	13,00	94	0,138	90	89
"	925	9,64	9,10	21,85	94	0,232	79	79

Serie	T	Ph max.	Ph min.	$\Delta\phi_g''$	$\Delta\phi_g$	$\alpha_4$	$(\psi_1-\psi_2)$	$(\psi_1-\psi_2-\psi_3)$
	sec.	eenh.	eenh.	$\text{m}^3/\text{sec}$ $10^{-6}$	$\text{m}^3/\text{sec}$ $10^{-6}$	---	gr.	gr.
c	5	10,85	10,81	0,29	55	0,0058		
"	9	10,67	10,61	0,61	87,5	0,00685		
"	16	10,82	10,74	0,66	94	0,00696	148	79
"	29	10,77	10,66	0,97	89	0,0109	124	88
"	51	11,24	10,99	1,58	89,5	0,0177	150	(128)
"	90	10,94	10,58	2,97	89	0,0333	88	75
"	160	11,19	10,50	5,55	89	0,0622	86	79
"	290	11,34	10,30	9,50	89,5	0,107	96	93
"	520	11,96	10,25	13,30	89	0,150	90	79
"	925	12,22	10,12	18,65	89	0,209	84	84
d.	29	12,11 <sup>5</sup>	12,08	0,266	94	0,00283	162	
"	51	12,24	12,20	0,405	94	0,00428	-	
"	90	12,13	12,04	0,682	93	0,00734	124	
"	160	12,35	12,24	1,39	94	0,0148	106	
"	290	12,20	11,85	1,90	94,5	0,0202	97	
"	520	12,31	11,24	6,00	92,5	0,0648	86	
"	925	12,82	10,70	22,1	92,5	0,238	79	
e	51	8,83	8,80	0,0919	21,2	0,00434	174	152
"	90	8,90	8,82 <sup>5</sup>	0,247	21,2	0,0116	137	124
"	160	8,97	8,82	0,529	22,0	0,0241	116	109
"	290	8,98 <sup>5</sup>	8,66 <sup>5</sup>	1,049	22,3	0,0470	104	101
"	520	9,08	8,48	2,06	23,1	0,0890	92	91
"	925	9,27 <sup>5</sup>	8,37	3,36	21,2	0,159	85	85
f	29	$\Delta$ Ph = 0,017		0,085	25,8	0,00329	171	135
"	51	= 0,025		0,133	24,5	0,00542	163	141
"	90	9,23	9,16	0,373	25,2	0,0148	139	126
"	160	9,29 <sup>5</sup>	9,16	0,743	26,2	0,0284	107	100
"	290	9,34 <sup>5</sup>	9,11	1,313	24,8	0,0528	100	97
"	520	9,46	9,01 <sup>5</sup>	2,815	25,1	0,112	95	94
"	925	9,52	8,74	4,33	23,5	0,185	80	80

Serie	T	Ph max.	Ph min.	$\Delta\phi_g''$	$\Delta\phi_g$	$\alpha_4$	$(\psi_1 - \psi_2)$	$(\psi_1 - \psi_2 - \psi_3)$
	sec	eenh.	eenh.	$\frac{\text{m}^3}{\text{sec}}$ $10^{-3}$	$\frac{\text{m}^3}{\text{sec}}$ $10^{-3}$	--	gr	gr
g	16	11,72	11,67	0,124	25,0	0,0050	140	71
"	29	11,57	11,47	0,186	24,6	0,0075	116	80
"	51	11,61	11,41	0,374	24,2	0,0155	109	87
"	90	10,96	10,72	0,615	25,8	0,0238	99	86
"	160	11,31	10,75	1,22	28,5	0,0427	93	86
"	290	12,25	11,80 <sup>5</sup>	2,22	25,8	0,086	90	87
"	520	12,25	11,02	3,85	23,8	0,162	85	84
"	925	12,43	11,64	6,14	25,0	0,246	74	74

IV-3. Dynamische metingen met CO<sub>2</sub> gas-lucht mengsels.

De volgende metingen werden verricht:

Serie h	$Y_i = 0,70$	gem. Ph = 11,1	} $\Delta\phi_{\text{gas}}$ is voor deze metingen gelijk.
serie i	$Y_i = 0,70$	gem. Ph = 8,8	
serie j	$Y_i = 0,30$	gem. Ph = 11,2	
serie k	$Y_i = 0,30$	gem. Ph = 8,8	

Omstandigheden waaronder de dynamische metingen werden gedaan:

$$\phi_V = 13,4 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{sec.}$$

$$V = 8,3 \times 10^{-6} \text{ m}^3.$$

$$C_i = 0,01 \times 10^3 \text{ mol/m}^3.$$

$$C_{\text{Na}} = 0,100 \times 10^3 \text{ mol/m}^3.$$

$$\text{Temp.} = 21^\circ\text{C.}$$

$\Delta\phi_{\text{gas}}$  werd steeds zo groot mogelijk genomen als voor de serie met hoogste gemiddelde Ph mogelijk was.

$$(\phi_{\text{gas}} = \phi_g + \phi_{\text{lucht}}).$$

Bij iedere serie werd de sinusresponsie onderzocht bij 10 frequenties en  $\alpha$  en  $\psi$  uit een drietal sinussen bepaald en gemiddeld. (Analoog als in § iV-2 beschreven is).

In tabelvorm zijn de dynamische waarnemingen verenigd, waarbij gebruik is gemaakt van de tekens die in § IV-2 zijn toegelicht.

De overbrengverhouding  $Z_4$  van iedere serie is tenslotte als frequentie karakteristiek uitgebeeld in fig. IV-9.

Serie	T	Ph max.	Ph min.	$\Delta\phi''_{\text{gas}}$	$\Delta\phi_{\text{gas}}$	$\alpha_4$	$(\psi_1 - \psi_2)$	$(\psi_1 - \psi_2 - \psi_3)$
dimen- sie factor	sec.	eenh.	eenh.	$\text{m}^3/\text{sec}$ $10^{-3}$	$\text{m}^3/\text{sec}$ $10^{-3}$	---	gr	gr
serie	9	11,147	11,130	0,032	25,0	0,00127	$\approx 200^\circ$	$\approx 90^\circ$
h	16	10,800	10,765	0,101	35,5	0,00286	157	88
	29	11,032	10,950	0,182	33,5	0,0054	112	76
	51	10,957	10,820	0,334	38,3	0,0087	106	82
	90	10,99	10,760	0,567	37,1	0,0153	96	83
	160	11,21	10,78	0,95	35,2	0,0270	93	86
	290	11,03	11,53	1,80	36,3	0,050	89	86
	510	11,61	10,36	3,61	35,6	0,102	82	80
	925	10,69	11,90	5,82	38,3	0,152	78	78
serie	29	8,74	8,73	0,041	38,3	0,00108	161	135
i	51	8,60	8,56	0,116	40,4	0,00286	167	145
	90	8,83	8,74	0,266	36,3	0,0073	131	118
	160	8,85	8,66	0,55	36,3	0,0151	116	109
	290	8,90	8,52	1,12	37,5	0,0300	102	99
	510	9,18	8,62	2,18	37,5	0,0581	89	88
	925	9,23	8,07	3,80	39,2	0,0967	76	76
serie	16	10,98	10,97	0,079	76,7	0,00103	170	105
j	29	11,05	11,00	0,111	76,7	0,00145	161	125
	51	11,19	11,06	0,254	73,4	0,00346	133	111
	90	11,18	10,97	0,421	75,6	0,00558	113	100
	160	11,25	10,86	0,81	75,6	0,0107	101	99
	290	11,12	10,61	1,32	72,8	0,0181	94	90
	510	11,70	10,55	3,00	75,6	0,0397	89	88
	925	12,16	10,40	5,55	73,4	0,0755	79	79

#### IV-4. Dynamisch gedrag van de onderdelen van de apparatuur.

Alvorens het gemeten dynamische gedrag van het proces in de reactor vergeleken kan worden met de theorie, die uit de statische waarnemingen volgt, zal eerst bepaald moeten worden welk deel van de gemeten overbrengverhouding  $Z_4$  op rekening van dit proces komt.

In analogie met het in § II-3 behandelde, zal de apparatuur waarmee de dynamische metingen verricht zijn, in blokschema voorgesteld worden: figuur IV-3.

De gemeten totale overbrengverhouding is de vectoriële vermenigvuldiging van deze partiële overbrengverhoudingen.

Achtereenvolgens zullen de partiële overbrengverhoudingen behandeld worden. De gegevens hieruit kunnen eveneens gebruikt worden voor de beschrijving van het regelcircuit, omdat vele van deze overbrengverhoudingen ook hierin zullen voorkomen.

a)  $Z_{rk}$  ; Regelklep: Het dynamisch gedrag kan in principe gekarakteriseerd worden door 2 eerste orde systemen in cascade, waarvan de eerste voorstelt: de overbrengverhouding van persluchtvariatie op de klepstang-stand variatie. Dit

Serie	T	Ph max	Ph min.	$\Delta \phi''_{\text{gas}}$	$\Delta \phi_{\text{gas}}$	$\alpha_4$	$(\psi_1 - \psi_2)$	$(\psi_1 - \psi_2 - \psi_3)$
dimen- sie factor	sec. eenh.	eenh.	eenh.	$\frac{\text{m}^3/\text{sec.}}{10^{-3}}$	$\frac{\text{m}^3/\text{sec.}}{10^{-3}}$	----	gr	gr
serie	51	8,64	8,62	0,095	103,6	0.00092	132	110
k	90	8,68	8,61	0,207	103	0.00201	127	114
	160	8,71	8,58	0,396	102,4	0.00387	113	106
	290	8,74	8,52	0,65	100,8	0.00645	94	91
	510	8,86	8,46	1,22	101,3	0.0120	71	70
	925	8,90	8,38	1,92	105,8	0,0181	49	49

Door de klepsteller wordt de responsie nog verbeterd !  
 Het tweede systeem wordt veroorzaakt door de overbren-  
 verhouding van klepstang op het debiet, dat door de regel-  
 klep wordt gevariëerd. In litt. (4) is een formule hiervoor  
 afgeleid. Voor dit geval levert het een tijdconstante die  
 volkomen te verwaarlozen is.

b)  $Z_w \times Z_{rk}$  : Bij de metingen is het product van  $Z_w$  en  $Z_{rk}$   
gemeten en in figuur IV-2 uitgezet. Hieruit  
 blijkt, dat dit product ongeveer overeenkomt met een eerste  
 orde systeem met tijd-constante 1 sec.

In werkelijkheid is de Flow-meter vóór de regelklep ge-  
 plaatst en wordt de variatie in de gasstroom dus voor de  
 regelklep afgelezen, voor dit geval gaat de gegeven be-  
 schouwing echter op.

c)  $Z_{g.1}$  : pneumatische looptijd in gasleiding:

Voor dit geval kan men de overbrenghverhouding bij de  
 beschouwde frequenties gelijk 1 stellen.

d)  $Z_{v.1}$  : looptijd vloeistofleiding:

Van de reactor voert een korte leiding de uitgaande  
 vloeistof naar het electroden-vaatje. In figuur IV-4 is de  
 toestand geschetst. In de reactor was bovendien een kleine  
 geperforeerde wand (1) aangebracht om te voorkomen, dat te  
 veel bellen door de uitgaande vloeistof worden meegesleurd  
 ook dit zal een kleine looptijd tot gevolg hebben. Bij de be-  
 rekening zullen leiding en vaatje als één leiding worden

beschouwd, met als gevolg één looptijd  $\tau_{v.l.}$ .

Neemt men aan: een  $9 \times 10^{-2}$  m lange leiding met een oppervlak in doorsnede van  $1,5 \times 10^{-4}$  m<sup>2</sup> en een vloeistof-debiet van  $13,4 \times 10^{-6}$  m<sup>3</sup>/sec, dan volgt hieruit een looptijd met een tijdconstante van  $\tau_{v.l.} = 1$  sec.

$$Z_{v.l.} = e^{-i\omega\tau_{v.l.}}$$

e)  $Z_{B.I.}$  van de titratiekromme: Men gaat hierbij over van het signaal  $Cu + Cu$ , op het daaruit ontstane signaal  $\overline{Ph} + Ph$ .

Dit kan worden gekarakteriseerd door een overbrengverhouding  $Z_{B.I.} = H_{B.I.}$ , waarbij  $H_{B.I.}$  de buffer index voorstelt.

f)  $Z_{el.}$  electroden: Voor de overbrengverhouding van de electroden is gebruik gemaakt van het gedrag van de electroden zoals dit in litt. 3 beschreven is, mede omdat voor beide proeven dezelfde electroden waren gebruikt. Hierbij is niet gebruik gemaakt van de metingen aan het gebufferde NaOH-H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> systeem, maar van de overbrengverhouding die voor de electroden uit alle metingen is afgeleid

Voor dit geval zijn zowel de phasevertraging als de frequentie-afhankelijkheid van de versterkingsfactor van de electroden in het gemeten frequentie-gebied van de orde van grootte van de meetfouten en worden verwaarloosd.

g)  $Z_{Ph.m.}$  Ph meter: De Ph-meter kan voor het beschouwde frequentiegebied ( $T > 5$  sec.) met voldoende nauwkeurigheid worden gekarakteriseerd door een 1<sup>e</sup> orde systeem met tijdconstante van omstreeks 1 sec. (litt. 3)

$$(\tau_{Ph.m.} = 1 \text{ sec}).$$

h)  $Z_{rec.}$  Recorder: De recorder kan eveneens op deze wijze worden gekarakteriseerd.

Tijdconstante ongeveer 1 sec.

$$(\tau_{rec.} = 1 \text{ sec}).$$

Nadat de totale gemeten overbrengverhouding  $Z_1$  reeds gedeeld was door de overbrengverhouding  $Z_2$  van sinusgene-



rator tot en met regelklep; moet nu het overblijvende deel nog worden gedeeld door de overbrengverhouding  $Z_3$ , die de hierboven besproken apparatuur representeert.

$$Z_3 = Z_{v.l.} \times Z_{Ph.m.} \times Z_{rec.} = \frac{1}{(1+i\omega T_{Ph.m.})} \times \frac{1}{(1+i\omega T_{rec.})} \times e^{-i\omega T_{v.l.}}$$

Voor verschillende waarden van  $\omega$  is de phase-achterstand  $\varphi_3$ , behorende bij  $Z_3$ , berekend en in tabel fig.IV-5 vermeld.

$\alpha_3$  heeft voor  $\omega < 0,1$  rad/sec. ongeveer de waarde 1,0, voor de metingen bij  $T = 5$  sec.,  $T = 9$  sec. en  $T = 16$  sec. moet  $\alpha_3$  worden gecorrigeerd (zie tabel fig.IV-6).

Tabel fig. IV-5.

in radialen	2	1	0,7	0,5	0,2	0,1	0,05	0,02	0,01
berekende phase achterstand in graden									
door Ph.meter	63	45	35	27	11	6	3	1	$\frac{1}{2}$
door recorder	63	45	35	27	11	6	3	1	$\frac{1}{2}$
door vloeistof looptijd	115	57	40	28	11,5	6	3	1	$\frac{1}{2}$
Totaal berekende phase achterstand $\varphi_3$ in graden	241	147	110	82	34	18	9	3	$1\frac{1}{2}$

In onderstaande tabel wordt de berekende  $\varphi_3$  en  $\alpha_3$  weergegeven voor de frequenties  $T = 925$  sec  $t/m$   $T = 9$  sec, waarbij de experimentele proeven zijn gedaan:

Tabel fig. IV-6.

T in sec.	9	16	29	51	90	160	290	520	925
$\varphi_3$ in graden	110	69	36	22	13	7	3	1	0
$\alpha_3$	0.67	0.85	0.95	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0

In de tabellen en figuren met de dynamische metingen zijn de waarden  $\varphi_4 = (\varphi_1 - \varphi_2 - \varphi_3)$  en  $\alpha_4 = \alpha_1/\alpha_3$  uitgezet.

Dit zijn dus de uiteindelijke waarden van  $\alpha$  en  $\varphi$  voor het "proces".

## V. Correlatie tussen "statische" en "dynamische" waarnemingen.

### V-1. Algemeen.

Het doel van de correlatie tussen de berekende en gemeten overbrengverhoudingen van het proces is in § I-3<sup>b</sup> geschetst.

Om na te gaan of de vergelijking:

$$C_u/\phi_g = \frac{1 - A}{K \phi_v + Q} \cdot \frac{1 - i\omega \bar{y}B/1 - A}{1 + i\omega KV + \bar{y}P/K \phi_v + Q} \quad \text{vgl. III-11}$$

met de daarin voorkomende differentiaalquotienten die met behulp van de "statische" metingen zijn berekend, overeenkomt met de "dynamische" gemeten frequentiekromme, zal van de z.g. karakteristieke punten van de frequentiekromme  $\log \alpha - \log \omega$  en  $\log \omega - \text{phase-achterstand}$ , gebruik worden gemaakt.

De grootheden zullen weer door dezelfde lettertekens worden weergegeven als in § II-1.

### V-2. Karakteristieke punten van de frequentie karakteristieken.

Beschouwt men:

$$Z_\omega = \frac{C_u \cdot \phi_v \cdot K \cdot Y_i}{\phi_{\text{gas}}} = H G = H \cdot \frac{1 - i\omega \tau_1}{1 + i\omega \tau_2} \quad \text{vgl. V-1}$$

dan kan men het rechterlid splitsen in een imaginair deel en reëel deel, analoog aan § II-2.

$$Z = H \cdot \frac{1 - \omega^2 \tau_1 \tau_2}{1 + \omega^2 \tau_2^2} + H \frac{-i(\omega \tau_1 + \omega \tau_2)}{1 + \omega^2 \tau_2^2}$$

waaruit volgt:

$$\alpha = H \cdot \sqrt{(1 + \omega^2 \tau_1^2) / (1 + \omega^2 \tau_2^2)} \quad \text{vgl. V-2}$$

$$\log \alpha = \log H + \frac{1}{2} \log (1 + \omega^2 \tau_1^2) - \frac{1}{2} \log (1 + \omega^2 \tau_2^2) \quad \text{vgl. V-3}$$

$$\text{en } \text{tg } \varphi = - (\omega \tau_1 + \omega \tau_2) / (1 - \omega^2 \tau_1 \tau_2) \quad \text{vgl. V-4}$$

Indien de waarden van  $\tau_1$  en  $\tau_2$  ver genoeg uit elkaar liggen, hetgeen bij de metingen het geval is ( $\tau_2 \gg \tau_1$ ), kan men de volgende karakteristieke punten in de frequentie-kromme vinden:

voor  $\omega = 0$ ,  $\alpha = H$ ,  $-\varphi = 0^\circ$  (fig.V-1, lijn IX).

voor  $\omega = \infty$ ,  $\alpha = \frac{\tau_1}{\tau_2} \cdot H$ ,  $-\varphi = 180^\circ$  (fig.V-1, lijn X).

voor  $\omega = 1/\tau_2$ ,  $\alpha \approx H\sqrt{1/2}$ ,  $-\varphi = 45^\circ$  (fig.V-1, punt II).

voor  $1/\tau_1 > \omega > 1/\tau_2$ ,  $\log \alpha \approx \log H - \log \omega \tau_2$ ,  
 $d \log \alpha / d \log \omega = -1$ ,  $45^\circ < -\varphi < 135^\circ$  (fig.V-1, lijn VIII).

voor  $\omega = 1/\sqrt{\tau_1 \tau_2}$ ,  $-\varphi = 90^\circ$  (fig.V-1, punt III).

voor  $\omega = 1/\tau_1$ ,  $-\varphi = 135^\circ$  (fig.V-1, punt IV).

voor  $\omega > 1/\tau_1$ ,  $\log \alpha \approx \log H + \log \omega \tau_2 - \log \omega \tau_1$ ,

$$d \log \alpha / d \log \omega = 0$$

$$135^\circ < -\varphi < 180^\circ, \alpha \approx \frac{\tau_1}{\tau_2} \cdot H \quad \text{(fig.V-1, lijn X)}.$$

De karakteristieke punten zijn in fig. V-1 weergegeven voor frequentie karakteristieken van de vorm:

$$H = H \cdot (1 - i\omega\tau_1) / (1 + i\omega\tau_2) \quad \text{vgl. V-1.}$$

$$H = H (1 + i\omega\tau_1) / (1 + i\omega\tau_2) \quad \text{vgl. V-5.}$$

$$H = H \cdot 1/(1 + i\omega\tau_2) \quad \text{vgl. V-6.}$$

Bij de gemeten frequentie karakteristieken kunnen de waarden van  $\tau_1$ ,  $\tau_2$  en H uit de karakteristieke punten worden afgeleid. Deze waarden zullen worden vergeleken met de  $\tau_1$ ,  $\tau_2$  en H waarde die uit vergelijking III-11 en de statische metingen zijn gevonden.

Door niet de gemeten en berekende krommen in een  $\log \alpha - \log \omega$  en  $\log \omega - \varphi$ -grafiek met elkaar te vergelijken, maar de overeenkomst te beschouwen tussen de karakteristieke punten van de gemeten en berekende kromme, zal men beter de invloed van de verschillende factoren kunnen nagaan.

V-3. De correlatie van de waarden  $\tau_1$ ,  $\tau_2$  en H voor de series h en i.

Berekening van  $\tau_1$ ,  $\tau_2$  en H uit vgl. III-11 en de „statische“ metingen.

In § III-6<sup>a</sup> is berekend, dat voor de series h en i geldt:

$$A = 12,6 \cdot 10^2 \bar{\rho}_g \text{ (dimensieloos).}$$

$$Q = \text{nihil.} \quad M^6/\text{kmol} \cdot \text{sec.}$$

$$B = 54 C_u^- - 3,0 \text{ sec.}$$

$$P = 40 \bar{\rho}_g + 2,5 \cdot 10^{-3} - 2,5 \times 10^{-2} C_u^- \text{ m}^6/\text{kmol}.$$

Verder hebben de constante procesgrootheden de waarden

serie h	serie i.
$C_u^- = 0,0528 \text{ kmol/m}^3$	$C_u^- = 0,096 \text{ kmol/m}^3$
$\bar{\rho}_g = 15 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{sec.}$	$\bar{\rho}_g = 30 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{sec.}$
$\bar{y} = 0,175 \text{ dim.loos.}$	$\bar{y} = 0,210 \text{ dim.loos.}$

Hieruit is voor de beide series te berekenen:

serie h.	serie i.
$\tau_2 = 610 \text{ sec.}$	$\tau_2 = 610 \text{ sec.}$
$\tau_1 = - 0,03 \text{ sec.}$	$\tau_1 = 0,7 \text{ sec.}$
$H = (1 - A)/(K \bar{\rho}_v + Q) = 2520 \frac{\text{kmol} \cdot \text{sec.}}{\text{m}^6}$	$H = (1 - A)/(K \bar{\rho}_v + Q) = 1930 \text{ kmol} \cdot \text{sec.}/\text{m}^6$

Aangezien bij de dynamische metingen niet  $\frac{\Delta C_u}{\Delta \phi_g}$  is gemeten, maar de dimensieloze grootheid  $\Delta C_u \times \phi_v \times K \times y_i / \phi_{gas}$ , moet de statische factor H nog worden vermenigvuldigd met  $\phi_v K y_i$

Serie h :  $H' = 0,567$  ; serie i :  $H' = 0,434$

#### Berekening van $\bar{\tau}_1$ , $\bar{\tau}_2$ , en H uit de dynamische metingen.

Uit fig. IV-9 zijn de volgende waarden voor  $\bar{\tau}_1$ ,  $\bar{\tau}_2$  en H te bepalen naar analogie van hetgeen in § V-2 is beschreven en in fig. V-1 is weergegeven:

##### Serie h.

$H' = (C_u - C_i) \times \phi_v \cdot K \cdot y_i / \bar{\phi}_g = 0,64$ . fig.V-1, lijn IX.  
(nauwkeurig te bepalen waarde).

fig.V-1, punt I geeft  $\bar{\tau}_2 = 620$  sec. (nauwkeurig te bepalen waarde).

fig.V-1, punt II geeft  $\bar{\tau}_2$  ongeveer 600 sec. (aanwijzing).

fig.V-1, punt VI geeft  $-1,8 > \bar{\tau}_1 > -0,2$  sec. (onnauwkeurig te bepalen waarde).

fig.V-1, punt VII geeft  $\bar{\tau}_1$  ong. 0,3 sec. (aanwijzing).

fig.V-1, punt V geeft  $\bar{\tau}_1 < 1$  sec. (aanwijzing).

##### Serie i.

$H' = (C_u - C_i) \times \phi_v \cdot K \cdot y_i / \bar{\phi}_g = 0,59$  fig.V-1, lijn IX  
(nauwkeurig te bepalen waarde).

fig.V-1, punt I geeft  $\bar{\tau}_2 = 1000$  sec. (nauwkeurig te bepalen waarde).

„ II geeft  $\bar{\tau}_2$  ong. 1000 sec. (aanwijzing).

„ III geeft  $\bar{\tau}_1 = 6$  sec. (nauwkeurig te bepalen waarde).

„ IV geeft  $\bar{\tau}_1 = 6$  sec. (onnauwkeurig te bepalen waarde).

„ V geeft  $(\bar{\tau}_1) = 10$  sec. (aanwijzing).

#### Algemene opmerkingen.

In fig. IV-9 zijn de uit de statische waarnemingen berekende  $\alpha$ lijnen getrokken. Gecoördineerd kan worden, dat de „berekende" en „gemeten"  $\alpha$ -lijnen voor beide series goed overeenstemmen. De gemeten  $\alpha$ -waarden zijn voor de serie h

gemiddeld 10% hoger dan de berekende  $\alpha$ -waarden. Voor de serie i zijn de gemiddelde gemeten  $\alpha$ -waarden 5% lager dan de overeenkomstige berekende waarden.

De gemeten H-waarden zijn voor beide series vrij veel hoger dan de berekende H-waarden: serie h, verschil 12%. Serie i, verschil 30%.

Voor beide series geldt, dat er een goede overeenstemming bestaat tussen  $\tau$ -waarden, die uit de  $\alpha$ -kromme worden afgeleid en de  $\tau$ -waarden die volgen uit de snijpunten van de  $\psi$ -lijn met de lijnen  $-\psi = 45^\circ$ ,  $-\psi = 90^\circ$  en  $-\psi = 135^\circ$ .

Voor de serie h komen gemeten en berekende  $\tau$ -waarden goed met elkaar overeen.

Voor de serie i zijn de gemeten  $\tau_1$  en  $\tau_2$ -waarden vrij veel groter dan de berekende waarden. Hieruit kan men verschillende gevolgtrekkingen maken over de invloed van de differentiaalquotienten A, B, P en Q in de vgl. IV-11.

V-4. De correlatie van de waarden  $\tau_1$ ,  $\tau_2$ , H' en  $\alpha_\omega$  voor de series a t/m k.

Geheel analoog aan § V-3 kan men de gemeten en berekende waarden voor  $\tau_1$ ,  $\tau_2$ , H' en  $\alpha_\omega$  van de andere series met elkaar vergelijken. DE UITKOMSTEN ZIJN IN TABELLEN VERENIGD

Volledigheidshalve zijn de series h en i, die in § V- zijn behandeld, ook in deze tabellen opgenomen.

In tabel fig. V-2 zijn de constanten en differentiaalquotienten, benodigd om de waarden voor  $\tau_1$ ,  $\tau_2$  en H te bepalen, tezamen met de „berekende” waarden voor  $\tau_1$ ,  $\tau_2$  en H die hieruit volgen, voor alle series verenigd. (fig. IV-7, -8, -9).

In tabel fig. V-3 zijn de „gemeten” waarden voor  $\tau_1$ ,  $\tau_2$  en H samengevat, op dezelfde wijze als in § V-3 is beschreven.

In tabel fig. V-4 worden de „gemeten” en „berekende” waarden voor  $\tau_1$  en  $\tau_2$  met elkaar vergeleken.

Uit tabel fig. V-5 kan men de overeenkomst bepalen tussen de „gemeten” en „berekende” H-waarden en de „gemeten” en „berekende”  $\alpha$ -lijnen.

TABEL fig-V-2. „Berekende" waarden voor  $\bar{t}_1$ ,  $\bar{t}_2$  en H

Serie	A dim.loos.	Q m <sup>6</sup> /kmol.sec. × 10 <sup>-6</sup>	B sec.	P m <sup>6</sup> /kmol × 10 <sup>-3</sup>	$\bar{c}_u$ kmol/m <sup>6</sup>	$\bar{\phi}$ m <sup>3</sup> /sec. × 10 <sup>-6</sup>	$\bar{y}$ dim.loos	H' dim.loos	$\bar{t}_2$ sec.	$\bar{t}_1$ sec.
a	0,01	20	2.40	0.88	0.448	157	1.00	0.942	576	2.4
b	0.01	20	2.16	0.64	0.365	128	1.00	0.942	576	2.2
c	0.01	20	1.82	0.28	0.247	86	1.00	0.942	576	1.8
e	-0.02	41	nihil	nihil	0.096	30	1.00	0.905	540	nihil
f	-0.02	41	nihil	nihil	0.090	28	1.00	0.905	540	nihil
g	-0.02	41	nihil	nihil	0.049	13.3	1.00	0.905	540	nihil
	0.38	nihil	2.20	1.3	0.096	30	0.21	0.434	610	0.7
h	0.19	nihil	-0.15	1.8	0.053	15	0.175	0.567	610	-0.03
k	0.38	nihil	10	35	0.096	38	0.085	0.186	609	1.4
j	0.17	nihil	10	0.95	0.052	17	0.055	0.243	609	0.6

TABEL fig.V-3. „Gemeten" waarden voor  $\bar{L}_1$ ,  $\bar{L}_2$  en H. De karakteristieke punten, waaruit  $\bar{L}_1$ ,  $\bar{L}_2$  en H worden afgeleid, zijn weergegeven in figuur V-1.

Serie	H'	$\bar{L}_2$ punt I	$\bar{L}_2$ punt II	$\bar{L}_1$ punt III	$\bar{L}_1$ punt IV	$\bar{L}_1$ punt V	$\bar{L}_1$ punten VI en VII	meest waarsch. $\bar{L}_2$ waarde	meest waarsch. $\bar{L}_1$ waarde
a	0.895	576	$\approx 570$	0.4 à 1.1	$\bar{L}_1 < 1$	$(\bar{L}_1) < 5$	—	576	0.7
b	0.890	563	$\approx 560$	7.8	$\bar{L}_1 < 2$	$(\bar{L}_1) < 5$	—	563	7
c	0.890	377	$\approx 560$	nih. of neg.	—	$(\bar{L}_1) \approx 1\frac{1}{2}$	?	377	$0 > \bar{L}_1 > -0.03$
e	0.94	910	$\approx 900$	13.5	12	$(\bar{L}_1) < 10$	—	910	13
f	0.94	780	$\approx 800$	13	5 à 10	$(\bar{L}_1) < 3$	—	780	13
g	0.98	590	$\approx 600$	nih. of neg.	—	$(\bar{L}_1) < 2.5$	$0 > \bar{L}_1 > -0.2$	590	$0 > \bar{L}_1 > -0.1$
	0.59	1000	$\approx 1000$	5.9 à 6.5	5 à 8	$(\bar{L}_1) < 10$	—	1000	6
h	0.64	620	$\approx 600$	neg.	—	$(\bar{L}_1) < 1$	$-0.2 > \bar{L}_1 > -1.8$	620	-0.3
k	0.22	1400	$\approx 160$	1.5 à 12	2.5 à 6	$(\bar{L}_1) < 12$	—	?	6
j	0.24	610	$\approx 600$	3.5	1.2 à 3.3	$(\bar{L}_1) < 2.5$	—	610	3



TABEL fig. V-4. Overeenkomst tussen „berekende” en „gemeten”  $\tau_1$  en  $\tau_2$  waarden.

Serie	$\tau_2$ gemeten	$\tau_2$ berekend	overeen- komst	$\tau_1$ gemeten	$\tau_1$ berekend	overeen- komst.
a	576	576	zeer goed	0.7	2.4	matig
b	563	576	goed	4	2.2	goed
c	377	574	matig	nihil of neg.	1.8	slecht
e	910	540	matig	13	nih.	slecht
f	780	540	matig	13	nih.	slecht
g	590	540	goed	nihil of neg.	nih.	goed
i	1000	610	matig	6	0.7	slecht
h	620	610	zeer goed	-0.3	-0.03	goed
k	1400 ?	609	slecht	6	1.4	matig
j	610	610	zeer goed	3	0.6	matig

TABEL fig. V-5. Overeenkomst tussen „gemeten” en „berekende”  $\alpha$ -lijnen en H-waarden.

Serie	H gemeten	H berekend	overeenkomst. (verschilwaarde in procenten.)	$\alpha$ -lijn gemeten t.o.v. $\alpha$ -lijn berekend.	
				lager/hoger	verschil waarde in procenten
a	0.895	0.942	+ 5%	goede over- eenkomst	0%
b	0.890	0.942	+ 6%	goede over- eenkomst	0%
c	0.890	0.942	+ 6%	veel hoger	+ 45%
e	0.940	0.905	- 5%	veel lager	- 40%
f	0.940	0.905	- 5%	veel lager	- 30%
g	0.980	0.905	- 8%	goede over- eenkomst	0%
i	0.59	0.434	- 30%	g. overeenk.	- 5%
h	0.64	0.567	- 12%	g. overeenk.	+ 10%
k	0.22	0.186	- 17%	veel lager	- 55%
j	0.24	0.243	0%	g. overeenk.	0%

C. Diverse onderwerpen, die betrekking hebben op de proef.

VI-1. Het meten van de titratie-curven.

De titratiecurven werden gemeten met behulp van een opstelling als in fig. VI-1 is afgebeeld.

Voor het meten van de titratiecurve bij  $C_{Na} = 0.465 \cdot 10^3 \text{ mol/m}^3$ , werden 150 cc 0.465 N NaOH p.a. in het bekglas gebracht. Hierna werden steeds enige cc van een oplossing van  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , met gelijke Na-concentratie, uit de buret toegedruppeld. Een luchtroerder zorgde voor goede menging, zonder de elektroden te beïnvloeden. Voor het meten van de Ph werden dezelfde elektroden gebruikt als voor de statische- en dynamische metingen. Op een thermometer kon de vloeistof-temperatuur worden afgelezen en de Ph-meter kon voor deze temperatuur worden gecorrigeerd.

Deze metingen geven dus het verband tussen de Ph in de vloeistof bij  $C_{Na} = 0.465 \cdot 10^3 \text{ mol/m}^3$  en een  $C_{\text{CO}_2}$  van bekende waarde, af te leiden uit het aantal cc  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , die werden toegedruppeld.

Na toevoeging van 150 cc  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  oplossing, had men een oplossing van  $\text{NaHCO}_3$  verkregen en het deel van de titratiecurve tussen  $\text{Ph} = 13.7$  en  $\text{Ph} = 8.25$  was gemeten.

Hierna werd de apparatuur gereinigd en in het bekglas 150 cc  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ( $C_{Na} = 0.465 \cdot 10^3 \text{ mol/m}^3$ ) gedaan en uit de buret 0.465 N NaOH toegedruppeld, om het deel van de kromme te meten met lagere Ph.

Voor het meten van de titratiecurve van 0.1 N NaOH werd een analoge procedure gevolgd.

VI-2. Berekenen van de titratiecurve.

Bij het berekenen van de titratiecurve heeft men te maken met de volgende ionen:  $\text{Na}^+$ ;  $\text{H}^+$ ;  $\text{OH}'$ ;  $\text{CO}_3''$ ;  $\text{HCO}_3'$  en moleculen  $\text{H}_2\text{CO}_3$  ( $\text{CO}_2$  in opgeloste toestand).

Tussen deze grootheden bestaan de betrekkingen;  
 Waterevenwicht,  $20^\circ\text{C}$  :  $K_w = \text{H}^+ \text{OH}' = 10^{-14}$  (vgl. VI-1)

electrisch evenwicht :  $\text{H}^+ + \text{Na}^+ = \text{OH}' + \text{HCO}_3' + 2 \text{CO}_3''$

1<sup>e</sup> dissociatie evenwicht :  $3,5 \cdot 10^{-7} = \frac{\text{HCO}_3' \cdot \text{H}^+}{\text{H}_2\text{CO}_3}$  (vgl. VI-2)

$$2^{\text{e}} \text{ dissociatie evenwicht : } 4,5 \cdot 10^{-11} = \frac{H^{\circ} \cdot CO_3''}{HCO_3'} \quad (\text{vgl. VI-4})$$

$$\text{totaal opgelost aan } CO_2 \quad X = H_2CO_3 + HCO_3' + CO_3'' \quad (\text{vgl. VI-5})$$

$$\text{totaal opgelost aan } Na^{\circ} \quad Na^{\circ} = 0,465 = Y. \quad (\text{vgl. VI-6})$$

Hieruit volgt:

$$X = \left\{ \begin{array}{l} -77 \cdot 10^{11} \cdot (OH')^4 + 7,7 \cdot 10^{-11} \cdot Y (OH')^3 + 1,75 \cdot \\ 10^{-14} \cdot Y (OH')^2 + 0,5 \cdot 10^{-21} \cdot Y \cdot (OH') + 0,5 \cdot 10^{-35} \end{array} \right\} /$$

$$/ \left\{ 15,4 \cdot 10^{-11} (OH')^3 + 1,75 \cdot 10^{-14} \cdot (OH')^2 \right.$$

Deze vergelijking geeft in principe dus de vorm van de kromme weer. Immers  $Ph = -\log H^{\circ} = 14 + \log OH'$ .

De gemeten en berekende kromme zijn niet geheel gelijk. Dit zal liggen aan het feit, dat hier met concentraties is gewerkt en de activiteitscoëfficiënt van de ionen dus gelijk 1 is gesteld. Vooral bij hogere waarden van de concentratie zal de activiteit van deze waarde afwijken.

De gemeten titratiekromme is gebaseerd op NaOH en  $Na_2CO_3$  p.a. De statische- en dynamische metingen bij  $C_{Na^{\circ}} = 0,465 \text{ Kmol/m}^3$  geschieden met technische NaOH. De metingen bij  $C_{Na^{\circ}} = 0,100 \text{ Kmol/m}^3$  met z.g. "zuiver" NaOH.

### VI-3. Meting van $C_i$ .

De  $CO_2$  concentratie in de ingaande vloeistofstroom wordt titrimetrisch bepaald volgens Winkler of Warder, zoals beschreven in litt.6, blz. 9 en 10.

Het principe van de bepaling volgens Winkler is het neerslaan van  $CO_3''$  uit  $Na_2CO_3$  naast NaOH m.b.v.  $BaCl_2$ , waarna men het NaOH apart kan titreren. Men titreert eveneens het NaOH +  $Na_2CO_3$  mengsel op methyloranje en bepaalt daarmee het totaal  $Na^{\circ}$ -gehalte. Uit deze 2 metingen is de  $CO_2$  concentratie te berekenen.

#### VI-4. Aarden van vloeistof in reactor.

In het begin van de metingen is grote last ondervonden van het feit, dat de vloeistof niet goed geaard was.

Beschouwt men de weg die de vloeistof gaat van tank tot afvoergoot, dan komt de oplossing daarbij herhaaldelijk in contact met metaaloppervlakken. Hierbij ontstaat een potentiaalsprong tussen vloeistof en metaalwand die o.a. afhankelijk is van het metaal. Heeft men nu 2 verschillende metalen, die beide geaard zijn en contact maken met de vloeistof, dan zal de vloeistof op die plaatsen een verschillende pot. hebben t.o.v. de aarde en bestaat tussen de 2 contactplaatsen een pot.val.

Indien de glas- en calomel electroden zich nu bevinden tussen deze contactplaatsen, dan kan een deel van de bovengenoemde pot.sprong tussen de electroden liggen. Deze pot.sprong is van de orde van grootte van de pot.sprong tussen de 2 electroden als gevolg van de  $H^+$  concentratie en kan dus de metingen beïnvloeden.

Om deze storingen te vermijden werd de vloeistof vóór en na de electroden door een zelfde metaal goed geaard. (fig. III -I, no 42).

Het electricisch veld van de motor, die de rotor aandrijft, geeft geen storingen bij de Ph-meting.

De relaiskast, die nodig was om de druk in het buffervat constant te houden bij de dynamische metingen (fig. III-1), en dergelijke apparaten moesten wel enige meters van de Ph-meter verwijderd zijn en waren bovendien niet direct op hetzelfde lichtnet aangesloten.

#### VI-5. IJken debietmeters.

De gasdebiet-meters werden in het begin geijkt met z.g. natte gasmeters. Deze ijkingen zijn niet zeer nauwkeurig en vrij bewerkelijk.

Later werden de debietmeters voor bepaalde druk, temperatuur en gassamenstelling geijkt m.b.v. een opstelling als in fig. VI-2 is weergegeven.

Een constante stroom van het gas wordt, na passeren van de debietmeter, verzadigd met waterdamp. Het  $H_2O$ -verzadigde gas laat men vervolgens door een wijde en lange verticale

glazen buis ontsnappen. Onder in de glazen buis bevindt zich een geconcentreerde typol-oplossing. Door de trechter (zie fig. VI-2) naar boven te bewegen stijgt het teepol-opervlak, totdat een beetje hiervan, in de vorm van een horizontaal vlies, door het gas wordt medegenomen. Men meet nu de tijd waarin het vlies zich van merkstreep (2) naar streep (3) beweegt. De inhoud van de buis tussen de 2 strepen is gemeten.

Uit deze waarnemingen is de hoeveelheid, met  $H_2O$  verzadigd, gas per secunde te meten. Men corrigeert voor de hoeveelheid waterdamp bij de temperatuur waarbij wordt gemeten.

De buizen zijn zó groot genomen, dat voor de grootste gasstromen op de stopwatch een tijd van minstens 15 sec. werd afgelezen.

-----

VII-1.      Laboratorium-nummer en merk van gebruikte  
apparatuur.

Omschrijving apparaat	Fig. III-1/ No.	Lab.no L of P.T.L.	Fabr.No.	Fabrieks-naam.
Ph-meter	(22)	1441	6-C-50-2	Electrofact N.V.
Klepsteller	(38)	1106	--	Vermer Valvac- tor. Foxboro-Voxall-
Regelklep	(24)	1475	--	Hammel-Dahl
Magneet-klep	(30)	1120	V.S. 34	Fr.Sauter. Bâle.
Brown-recorder	(23)	1218	153-X-12V- X-30R	Brown-electro- nik.
Drukdoos	(32)	--	max $1\frac{1}{2}$ ato	De Wit
Sinusgenerator	(35)	1362	--	Lab.Phys.Techn.
Rotor-motor	( ? )		synchroon	
		1343	1460 omw./ min.	Emi - Utrecht.
Stabl.Vis-Flow-Rator	(18)	161 <sup>B</sup>		Fischer and Porter.
" " " "	(28)	66		" "
" " " "	(27)	162		" "
Flow-Rator	(44)	1490		Fischer van Winkel.
" "	(43)	1493		" "
Rota-meter	(11)	1441		Rota-Apparate A.G.
Glas-electrode	(20)	--	6-C-28	Electrofact N.V.
Calomel-electrode	(21)	--	6-C-3	" "

VII-2. Literatuurlijst.

- Litt.1. Beet Sugar Technology; Mc Ginnes; 1951
- Litt.2. Ind.Eng.Chem., 36, 1944, pg. 517 e.v. (Foust)
- Litt.3. Onderzoek ir M.W.Geerlings: Statistische en dynamische eigenschappen van neutralisatieprocessen; Laboratorium voor Fysische Technologie.
- Litt.4. Grondslagen van de Regeltechniek;  
Prof. ir E.F.Boon.
- Litt.5. Alkalimetriscie titraties; Handleiding van  
Prof.dr ir C.J.van Nieuwenburg.
- Litt.6. Volumetriscie Bepalingen; Handleiding van  
Prof.dr ir C.J.van Nieuwenburg.

-=====

VII-3. Lijst van gebruikte symbolen.

Symbool.	Omschrijving.	Dimensie.
A	Differentiaal quotient vgl. <b>III-11</b>	dim.loos.
B	idem	sec.
H	Frequentie onafhankelijk deel van de overbrengverhouding Z	---
H'	idem, dimensieloos	dim.loos.
G	Frequentie afhankelijk deel van de overbrengverhouding Z	dim.loos.
K	aantal m <sup>3</sup> gas, 1 atm., 20°C per grammol.	m <sup>3</sup> /mol.
P	Differentiaalquotient vgl. <b>III-11</b>	m <sup>6</sup> /kmol.
Q	idem	m <sup>6</sup> /kmol.sec.
T	Temperatuur	°C
V	Volume reactor ingenomen door vloeistof-phase	m <sup>3</sup>
V <sub>g</sub>	Totaal volume gasbellen in reactor	m <sup>3</sup>
Z, Z(iω)	Overbrengverhouding	---
a	Constante uit vergelijkingen van § <b>III-6</b>	---
a, a <sub>m</sub>	Amplitude sinusbeweging	---
b	Constante uit vergelijking van § <b>III-6</b>	---
C <sub>i</sub>	CO <sub>2</sub> concentratie ingaande vloeistofstroom	kmol/m <sup>3</sup>
C <sub>Na</sub>	Na concentratie in vloeistof	kmol/m <sup>3</sup>
C <sub>u</sub>	CO <sub>2</sub> concentratie uitgaande vloeistofstroom	kmol/m <sup>3</sup>
Δ C <sub>u</sub>	Verschil max. en min. CO <sub>2</sub> conc. in uitgaande vloeistofstroom bij sinusfreq.met.	kmol/m <sup>3</sup>
d	Constante uit vergelijking van § <b>III-6</b>	---
f	Ingangs- en uitgangssignalen blokschema	---
e	Constante uit vergelijking van § <b>III-6</b>	---
g	idem	
h	idem	
m, m'	idem	
n	idem	
t	tijd	sec.
Y	CO <sub>2</sub> gehalte uitgaande gasstroom	%
Y <sub>i</sub>	CO <sub>2</sub> gehalte ingaande gasstroom	%



$\phi_g$	Toegevoegd CO <sub>2</sub> debiet (20°C, 1 atm.)	m <sup>3</sup> /sec.
$\phi_{gas}$	Toegevoegd CO <sub>2</sub> -lucht mengsel (20°C, 1 atm.)	m <sup>3</sup> /sec.
$\phi_l$	Toegevoegd lucht debiet (20°C, 1 atm.)	m <sup>3</sup> /sec.
$\phi_{g'}$	Uitgaande CO <sub>2</sub> -gas stroom (20°C, 1 atm.)	m <sup>3</sup> /sec.
$\phi_{g''}$	In loog opgelost deel van de CO <sub>2</sub> stroom (20°C, 1 atm.)	(m <sup>3</sup> /sec.)
$\phi_v$	Toegevoegd vloeistofdebiet	m <sup>3</sup> /sec.
$\Delta \phi_g$	Verschil in max. en min. toegevoegd CO <sub>2</sub> debiet bij sinusvormige variatie	m <sup>3</sup> /sec.
$\alpha$	Versterkingsfactor bij bepaalde $\omega$ -waarde	---
$\epsilon$	Ingangssignaal blokschema	---
$\omega$	Frequentie sinusvormige beweging	{ rad/sec.
$\omega_c$	Frequentie waarbij instabiliteit optreedt	{ gr/sec. rad/sec.
$\tau_1$	Kleine tijdconstante uit proces	sec.
$\tau_2$	Grote tijdconstante uit proces	sec.
$\varphi$	Phase-achterstand (phase) harm.beweging	rad, graden.

FIG. II\_1

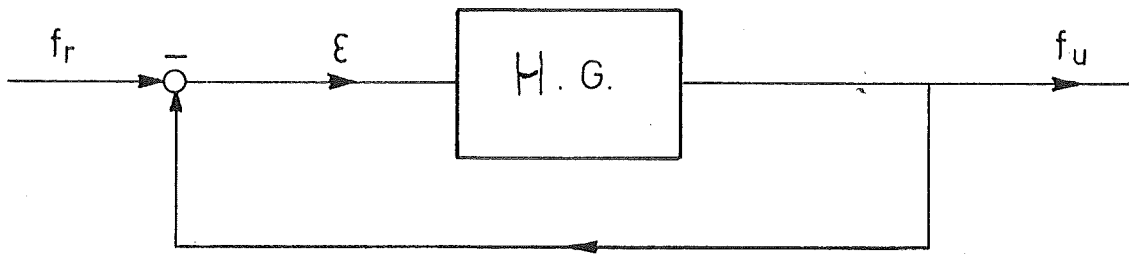


FIG. II\_2

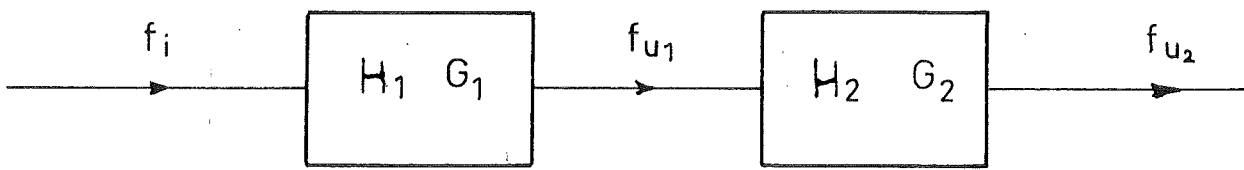
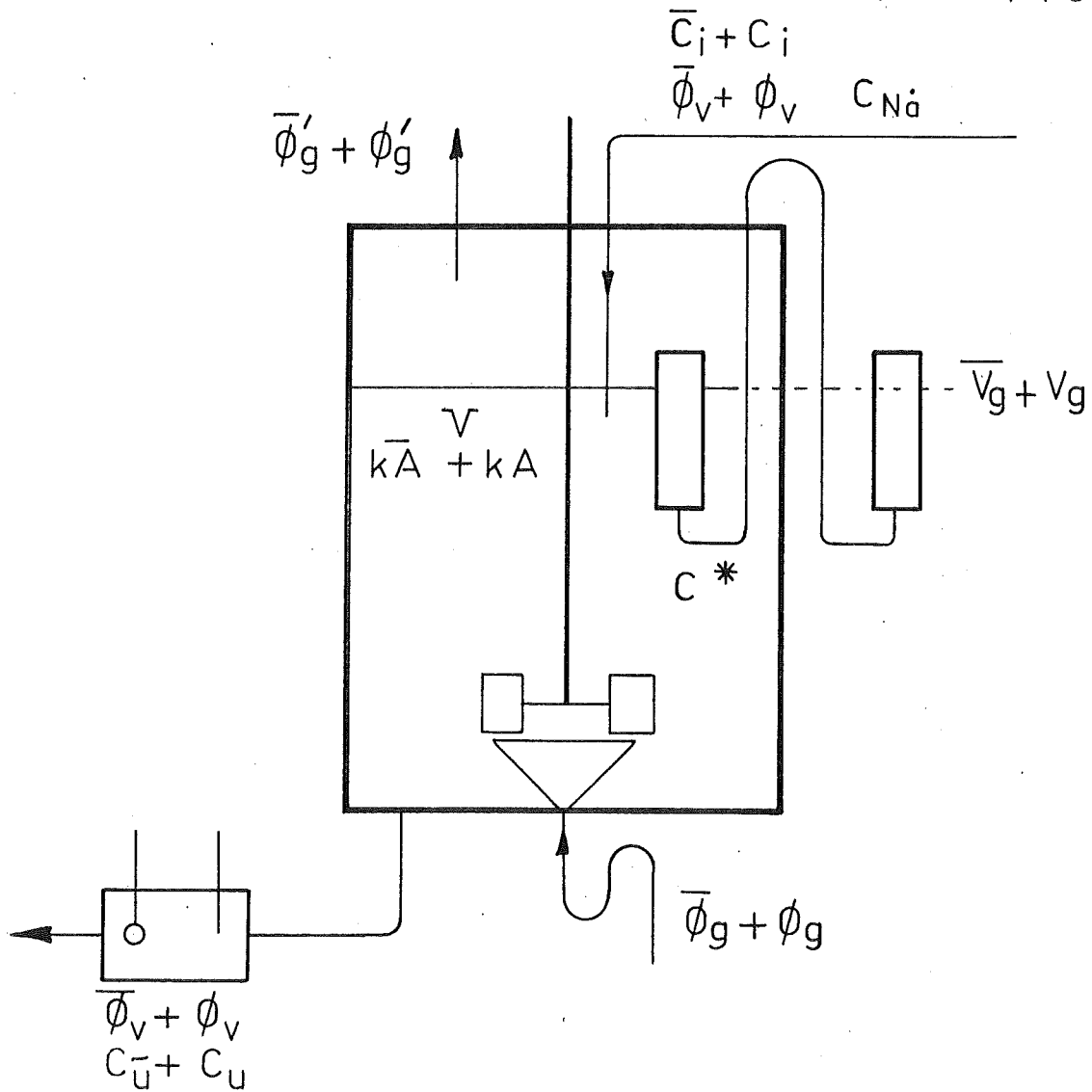


FIG. III\_2



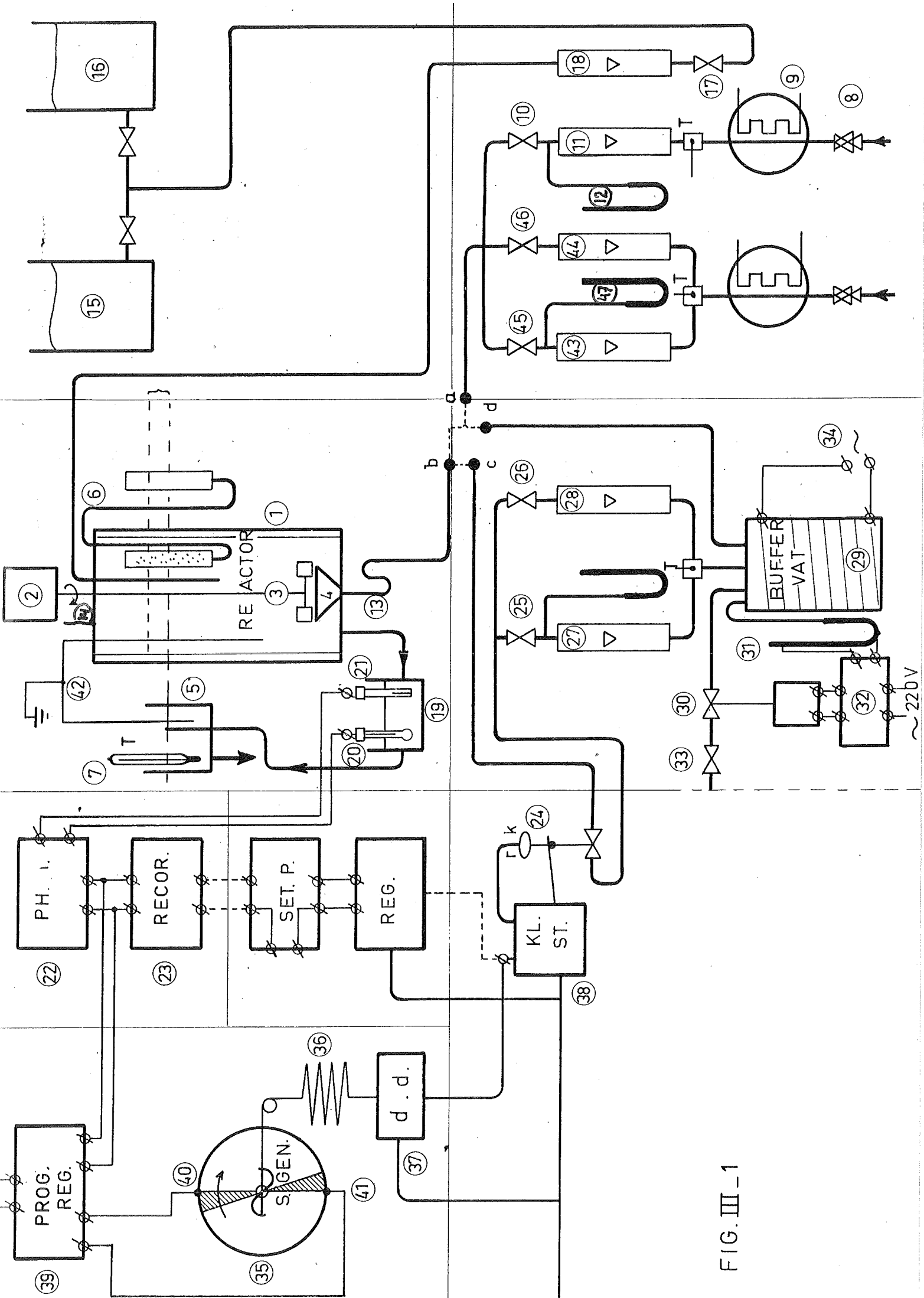


FIG. III-1

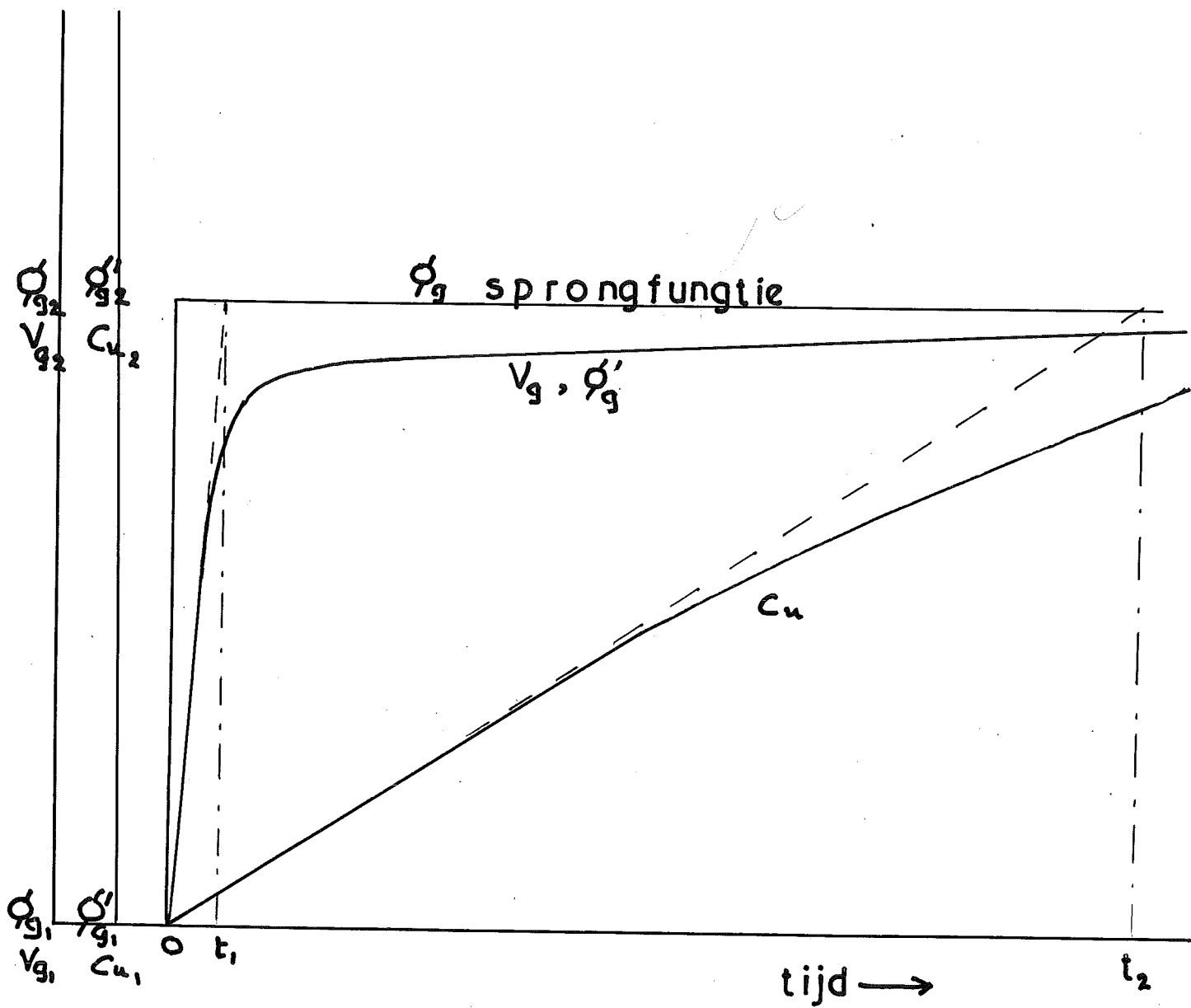
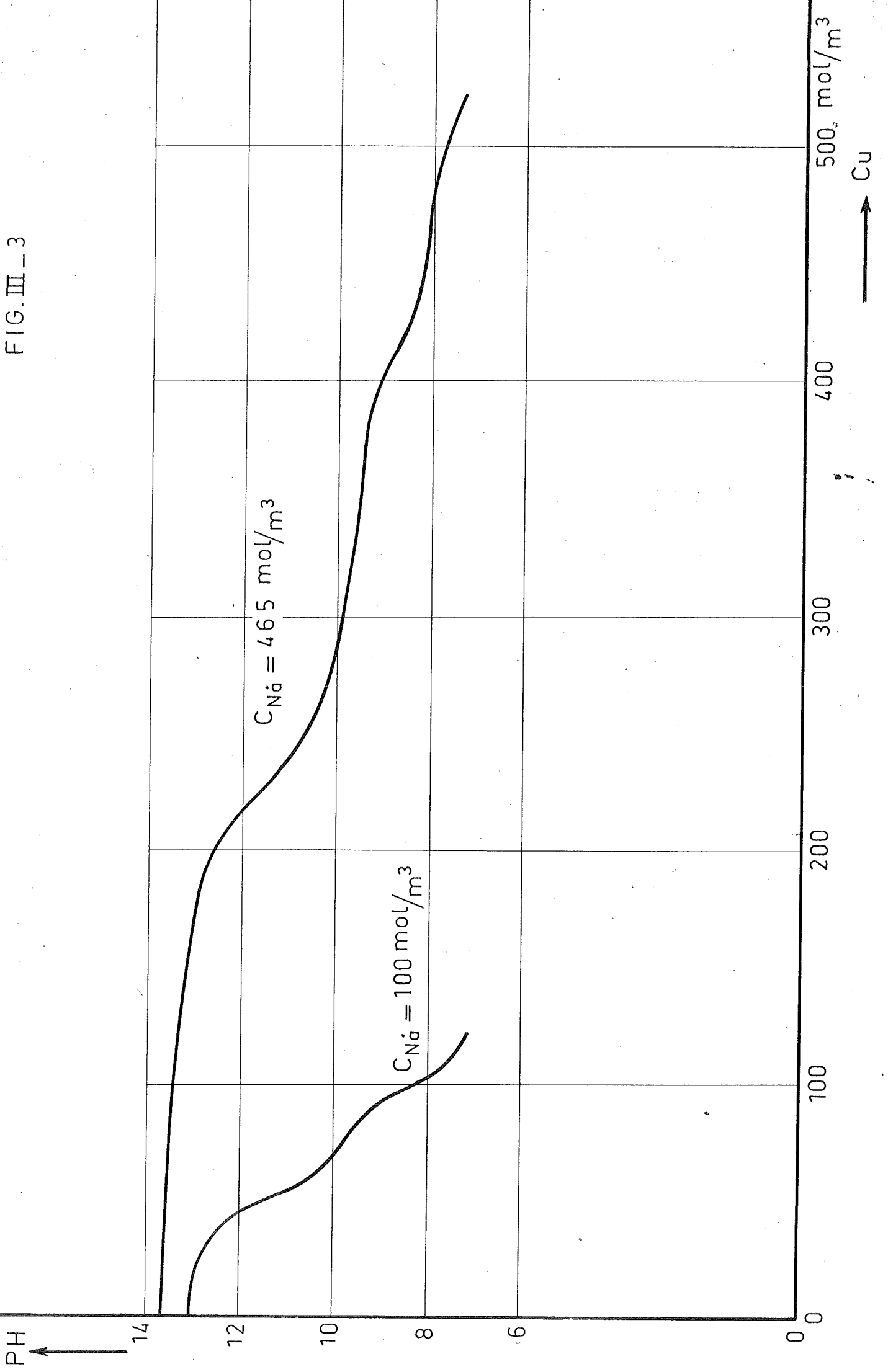
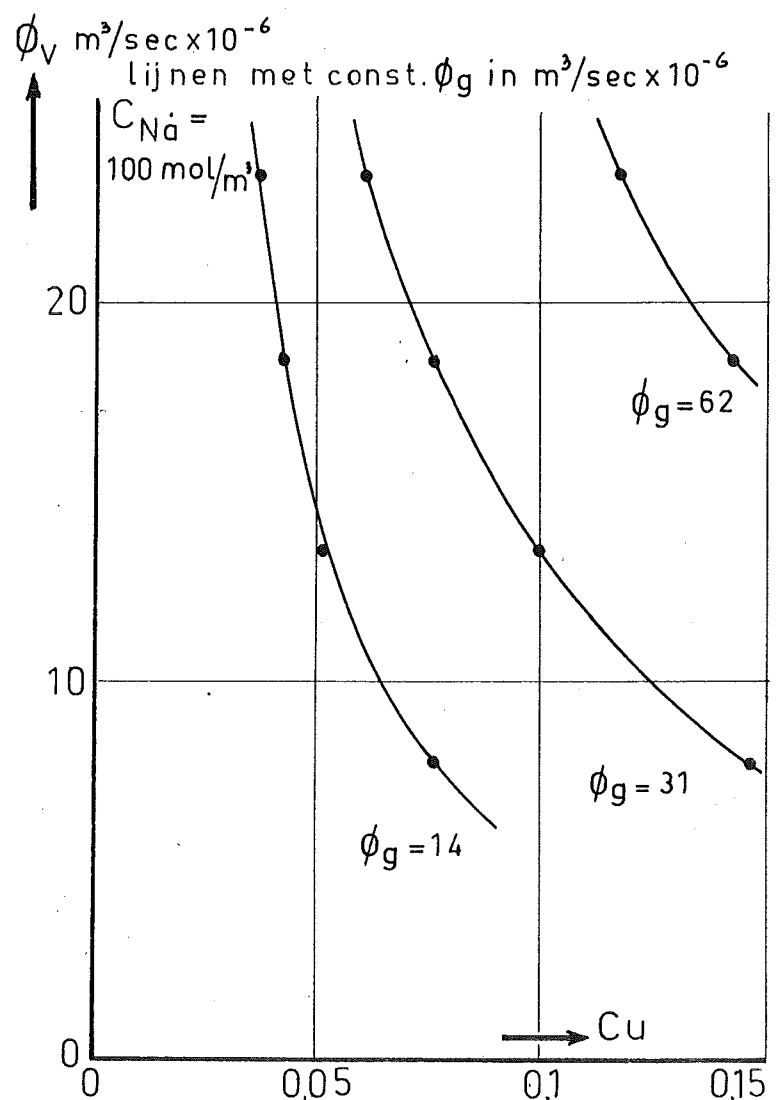
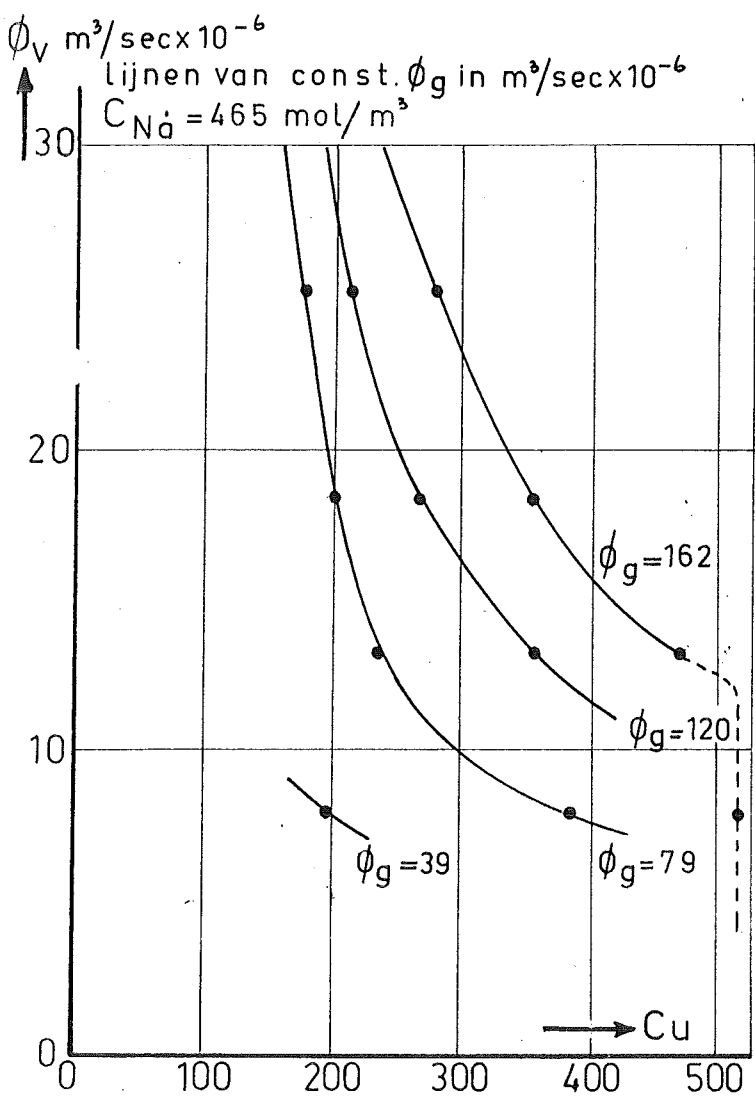
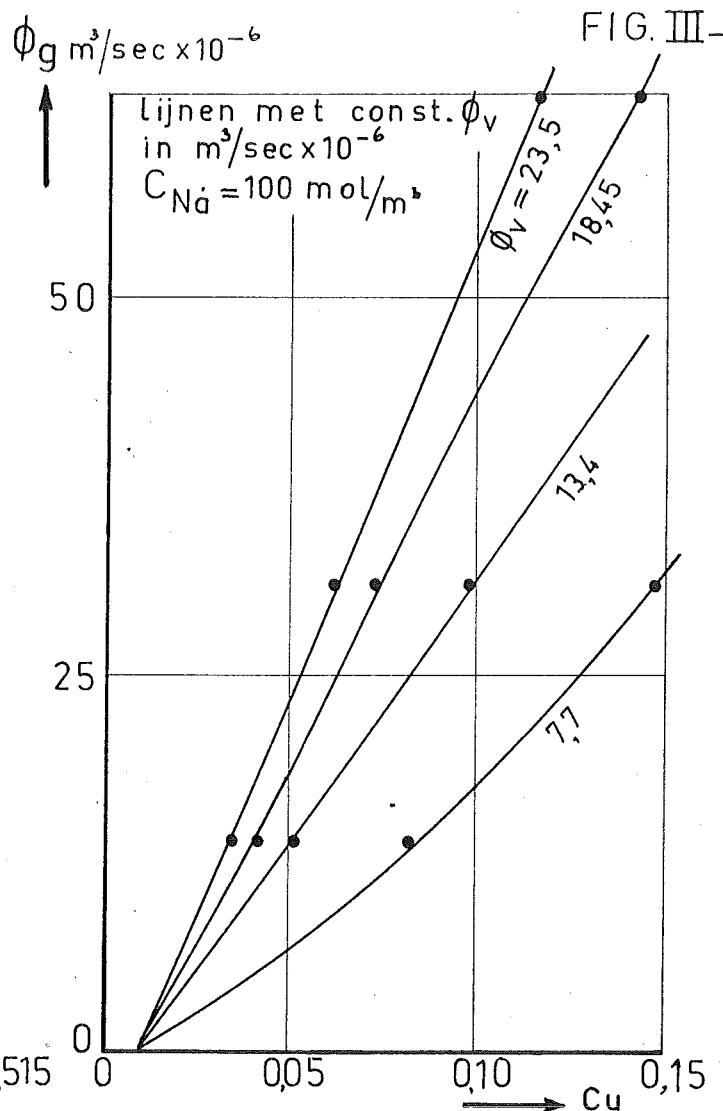
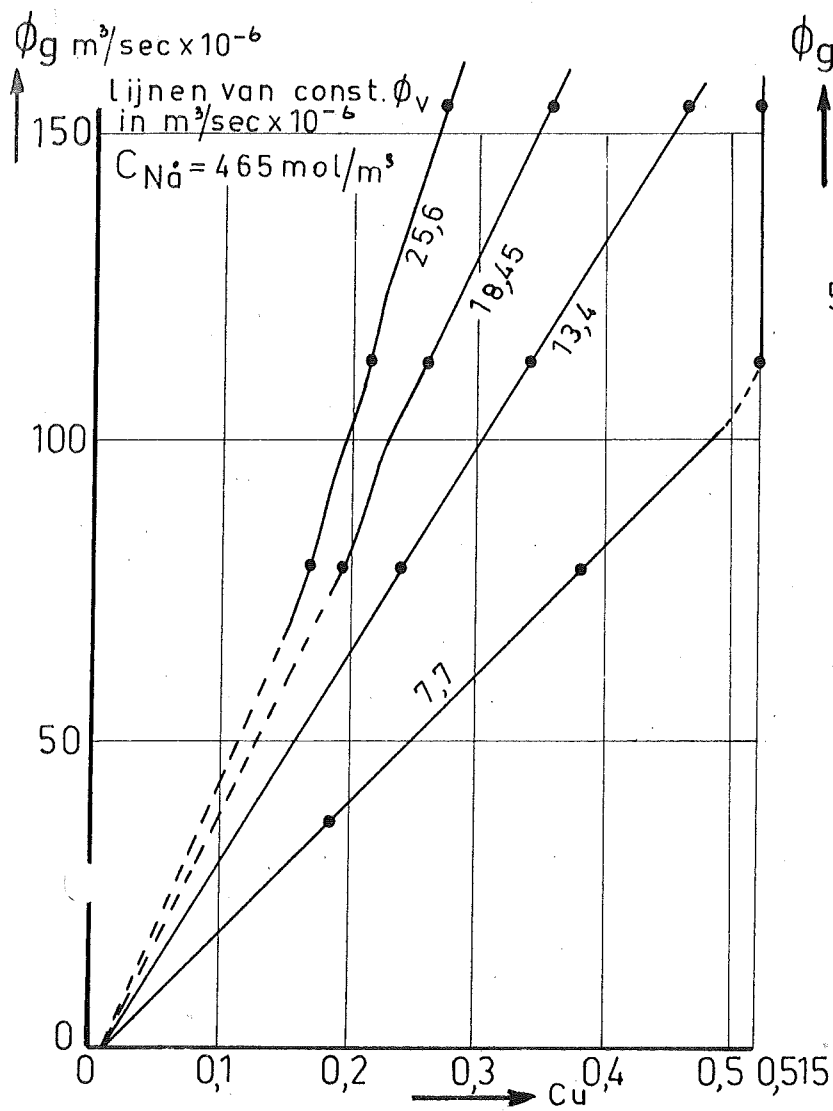
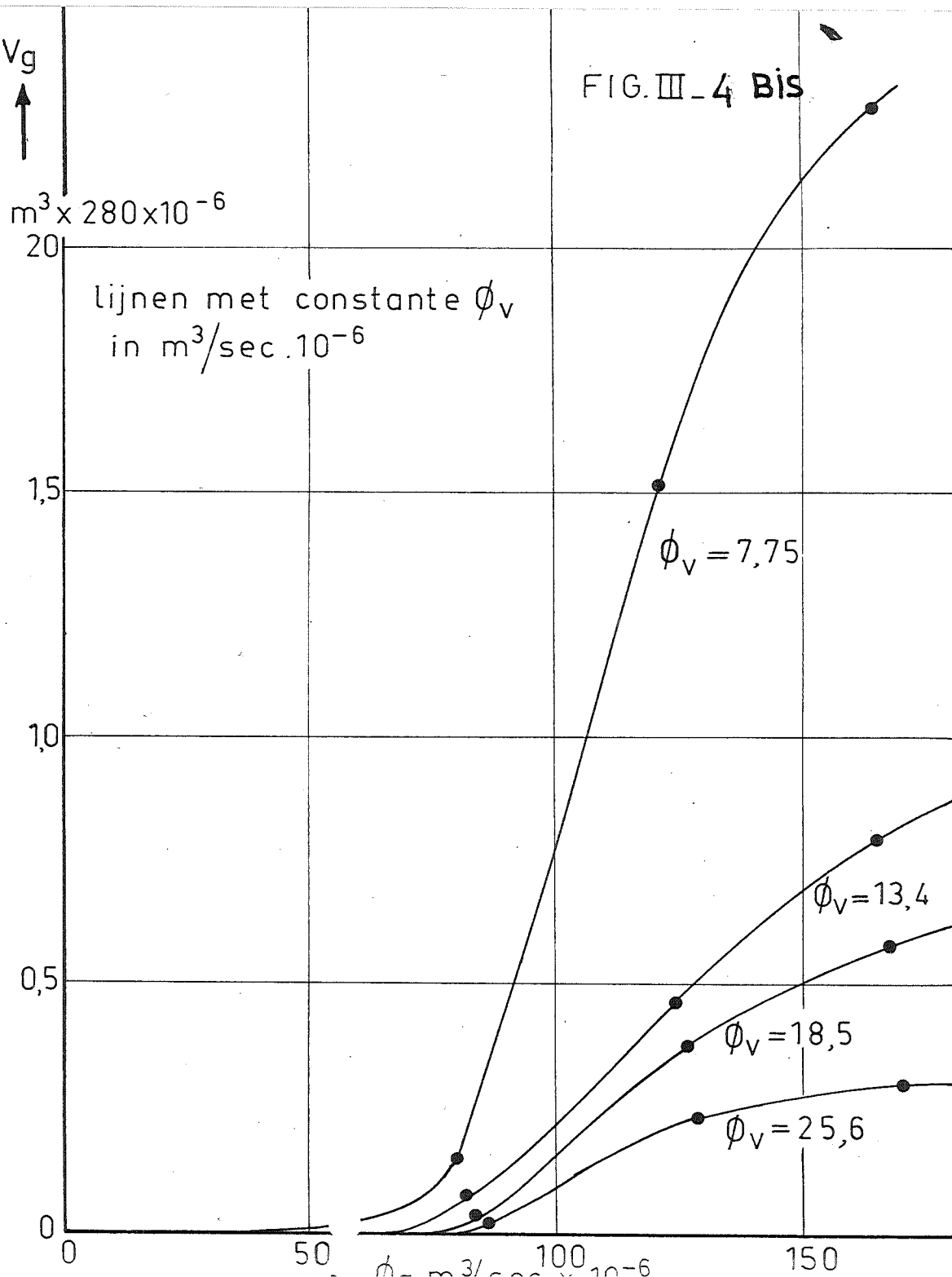
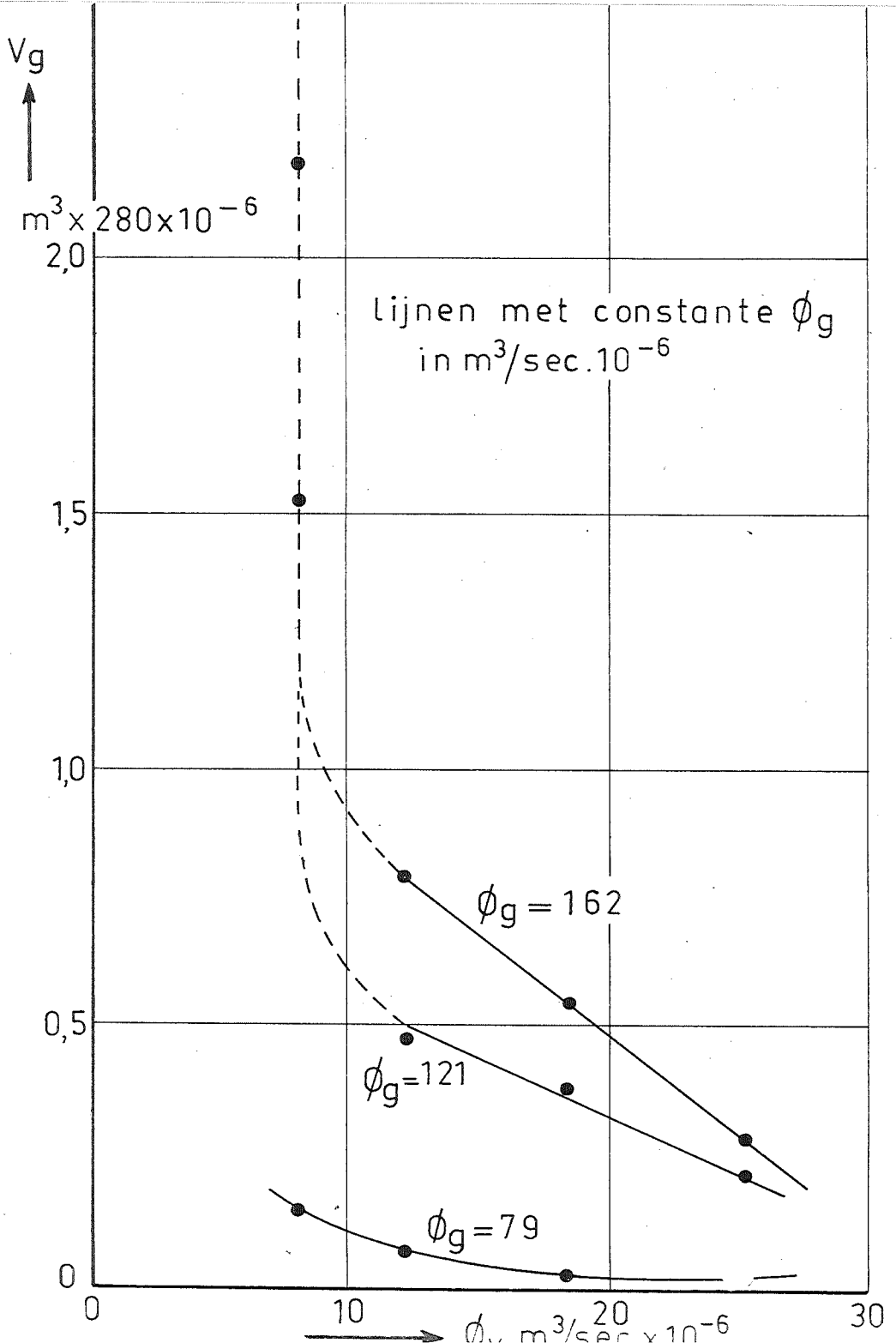


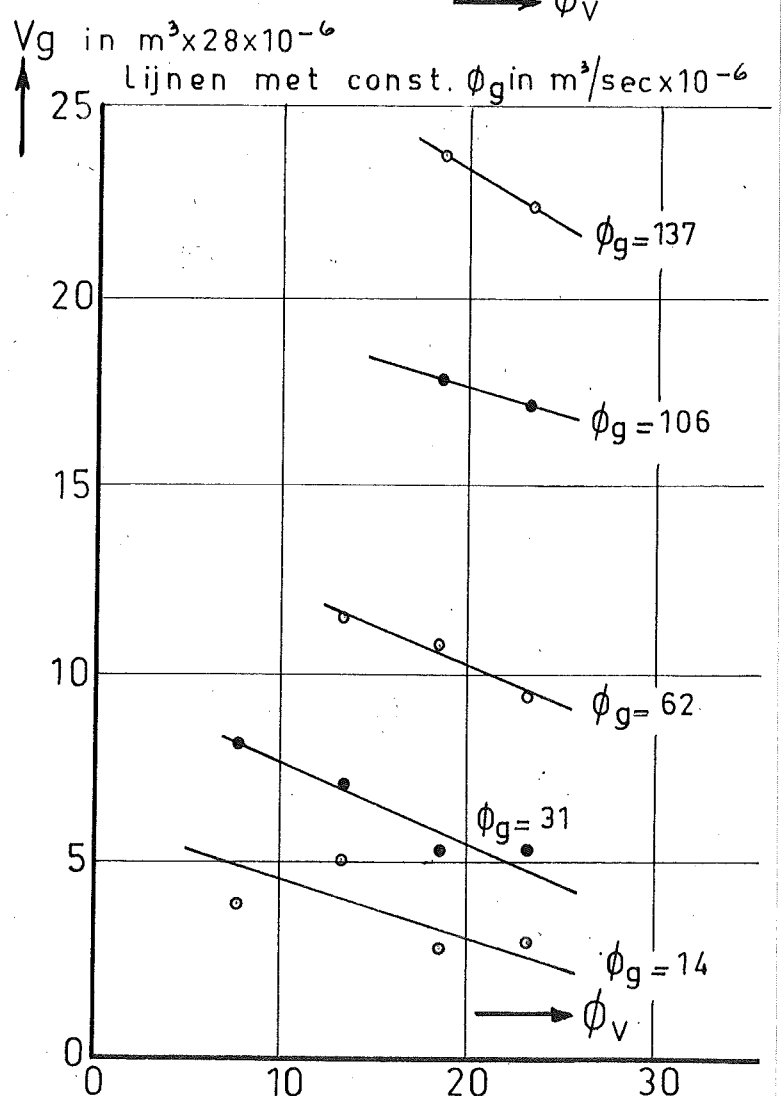
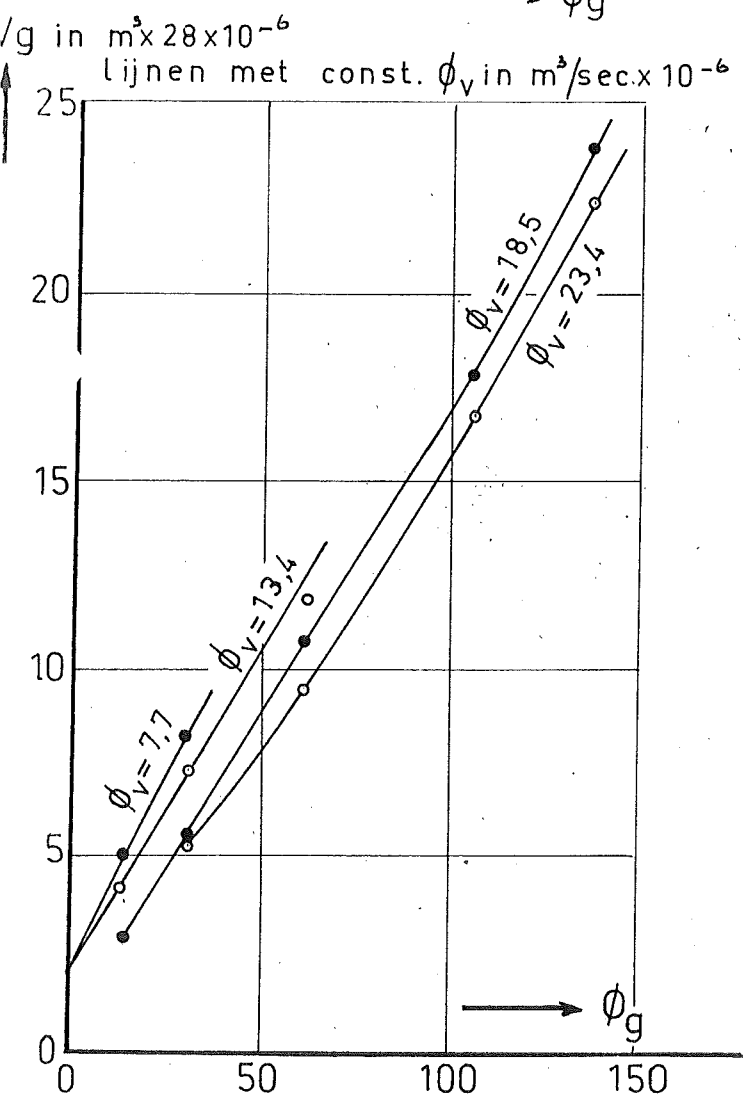
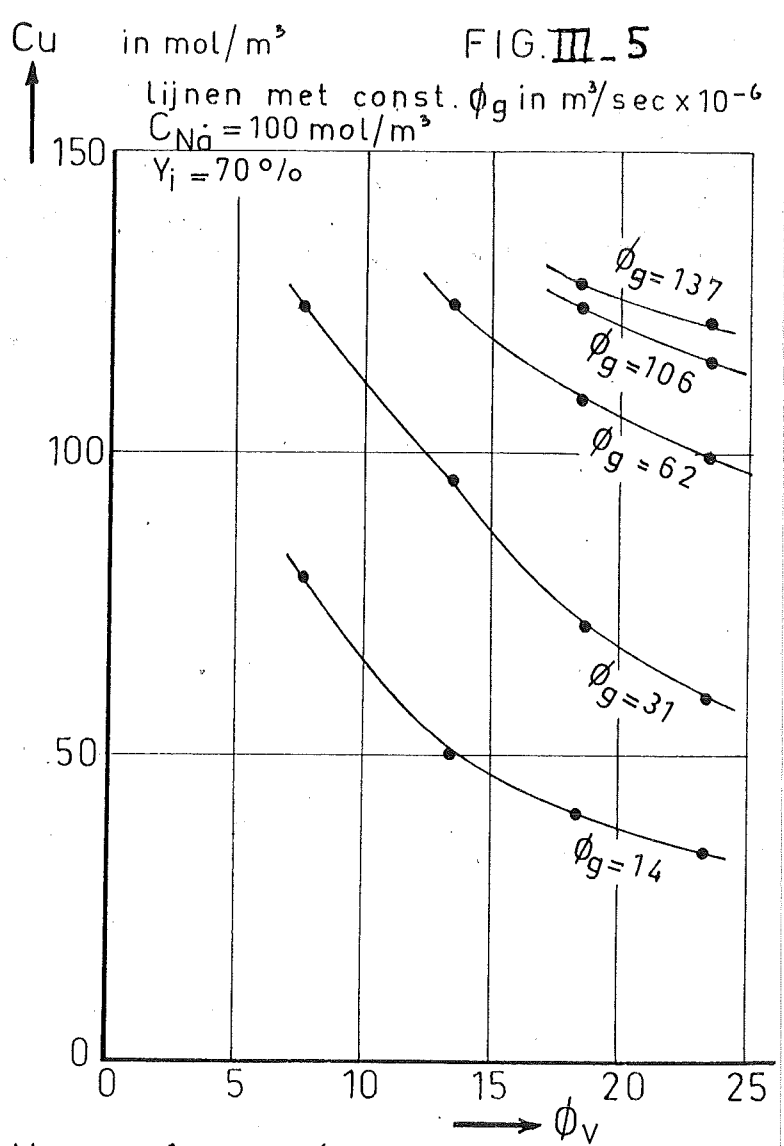
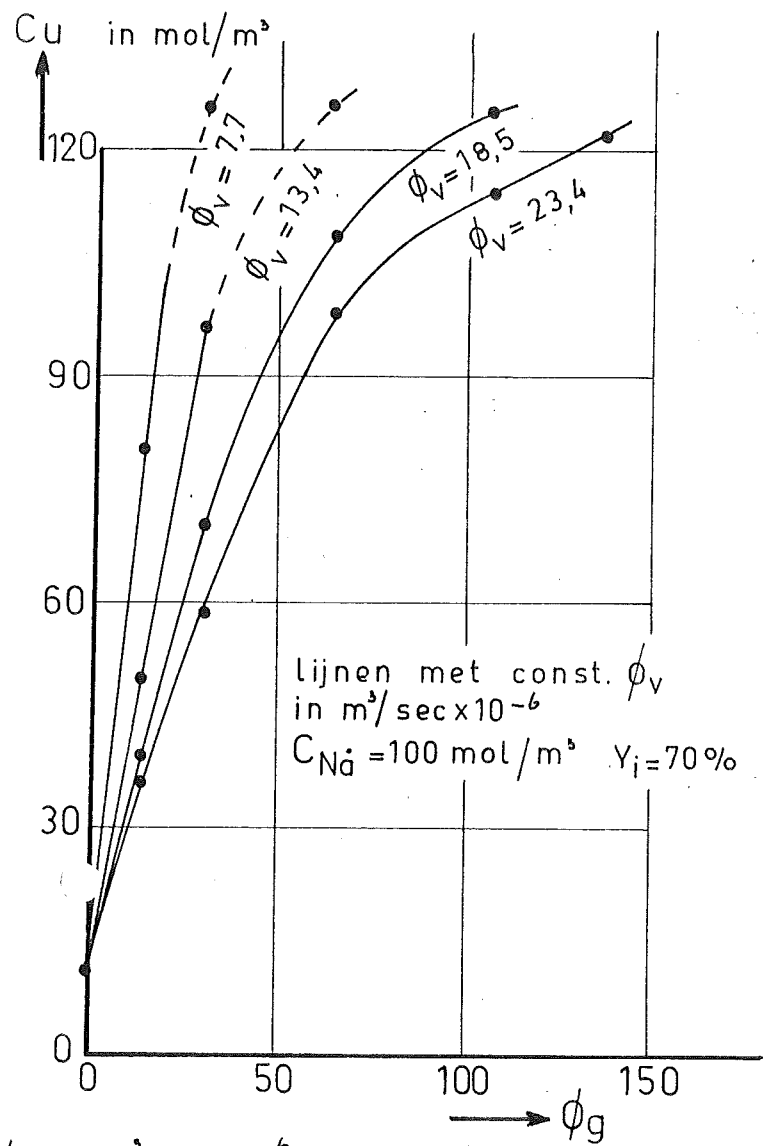
FIG III-2-Bis

FIG. III\_3

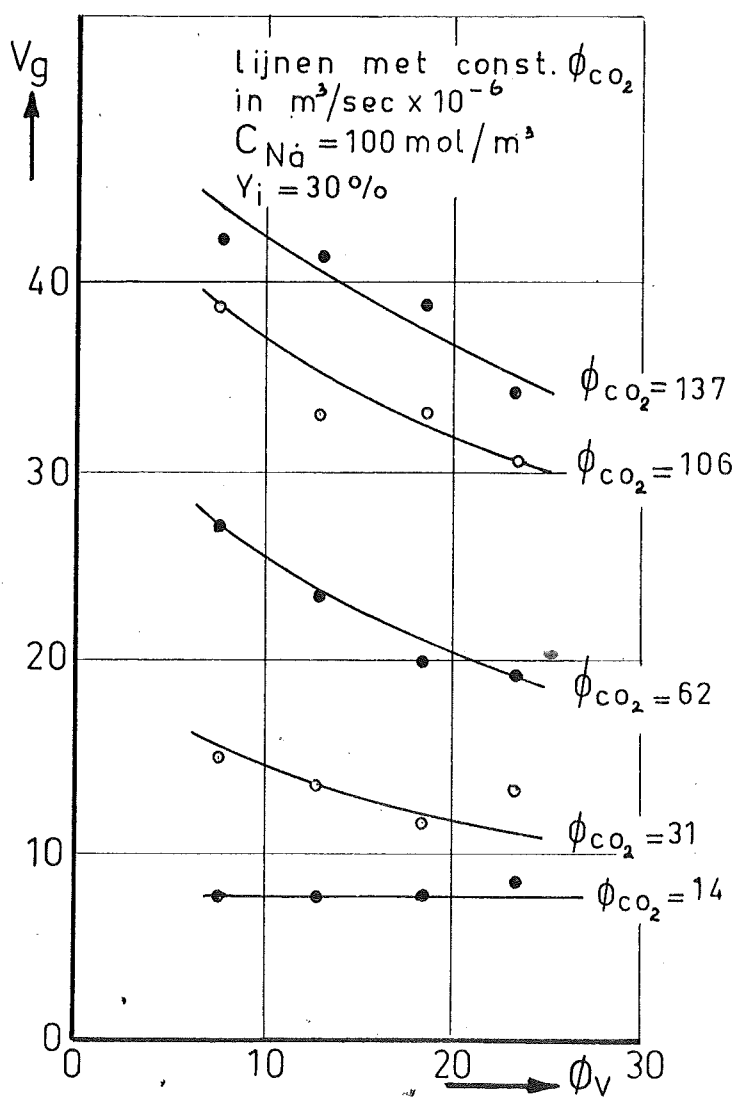
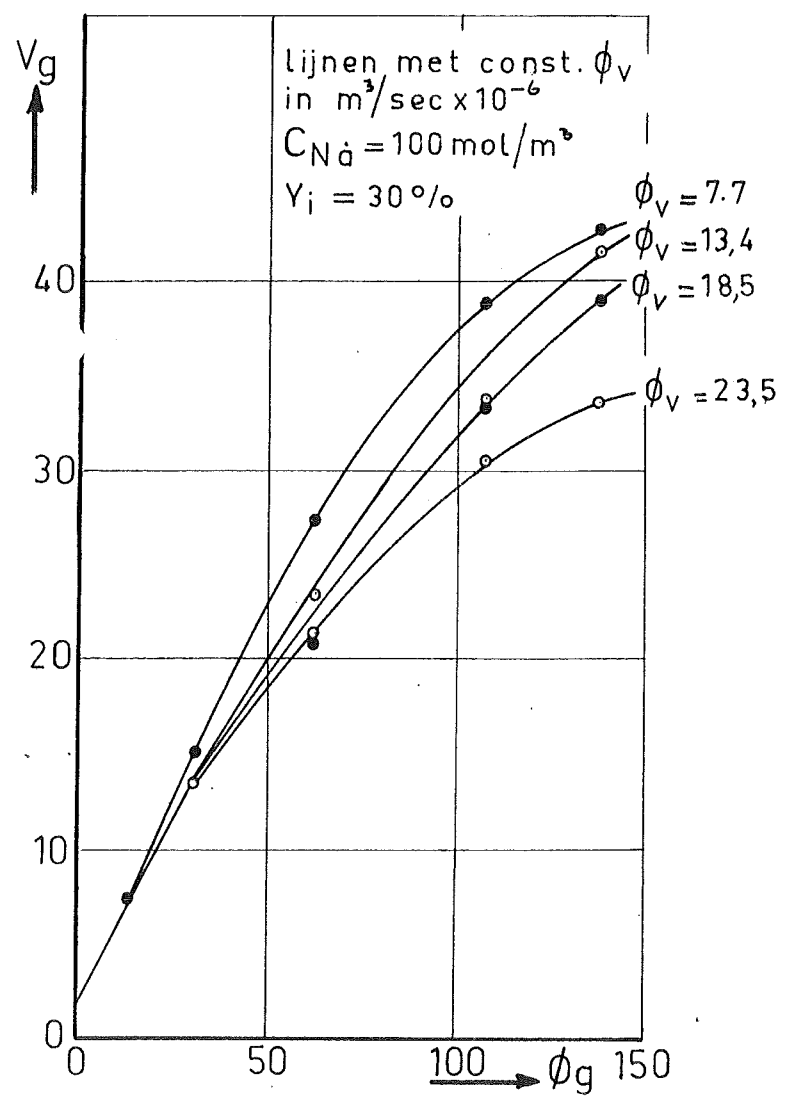
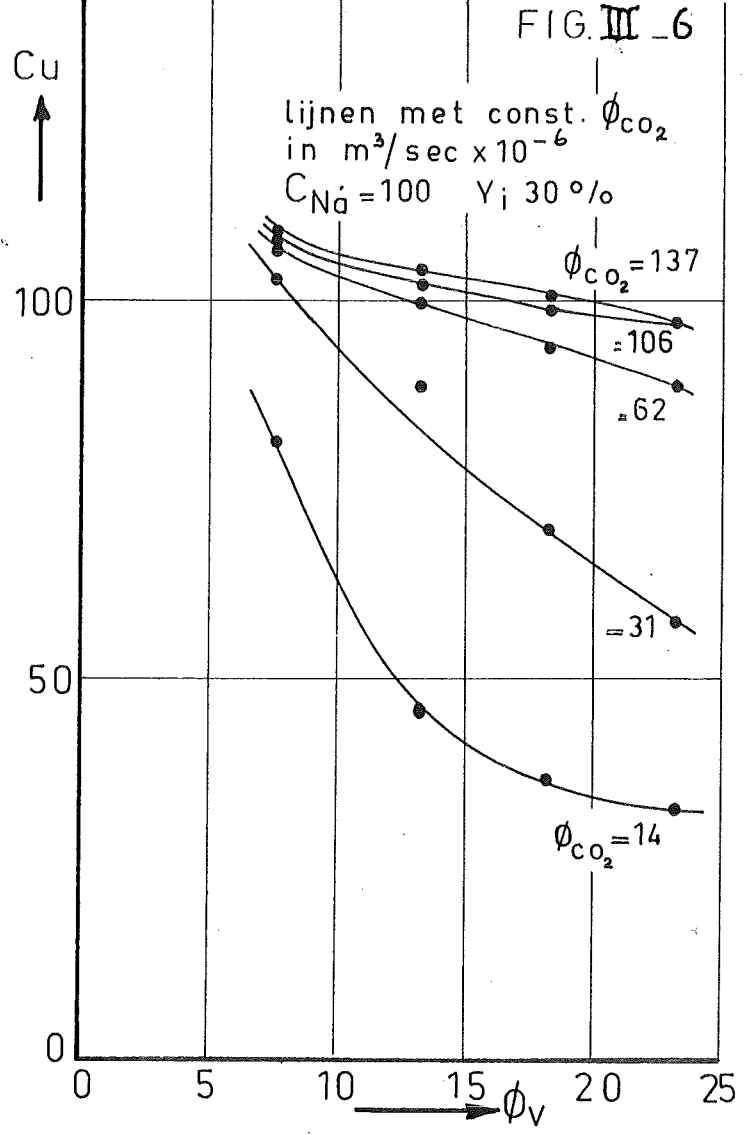
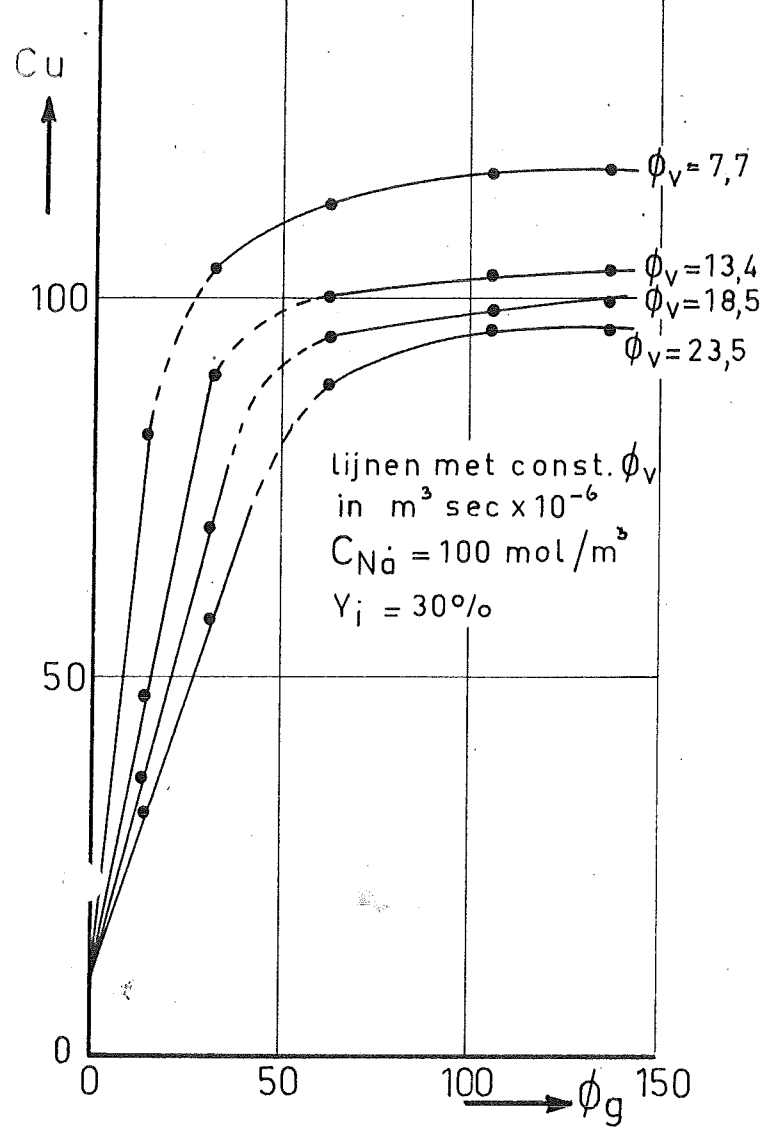












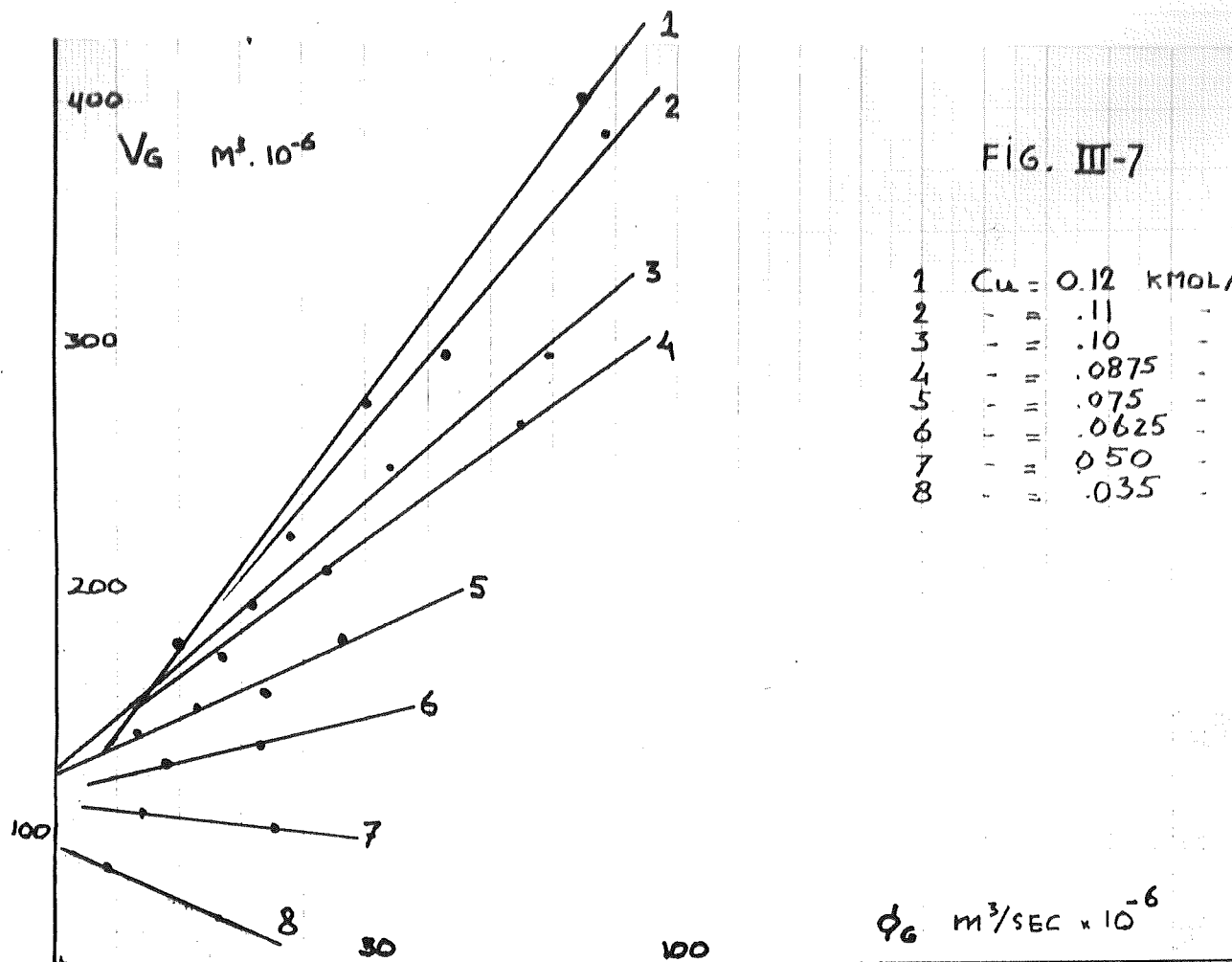


FIG. III-7

1	$C_u = 0.12 \text{ kmol/m}^3$
2	$= .11$
3	$= .10$
4	$= .0875$
5	$= .075$
6	$= .0625$
7	$= 0.50$
8	$= .035$

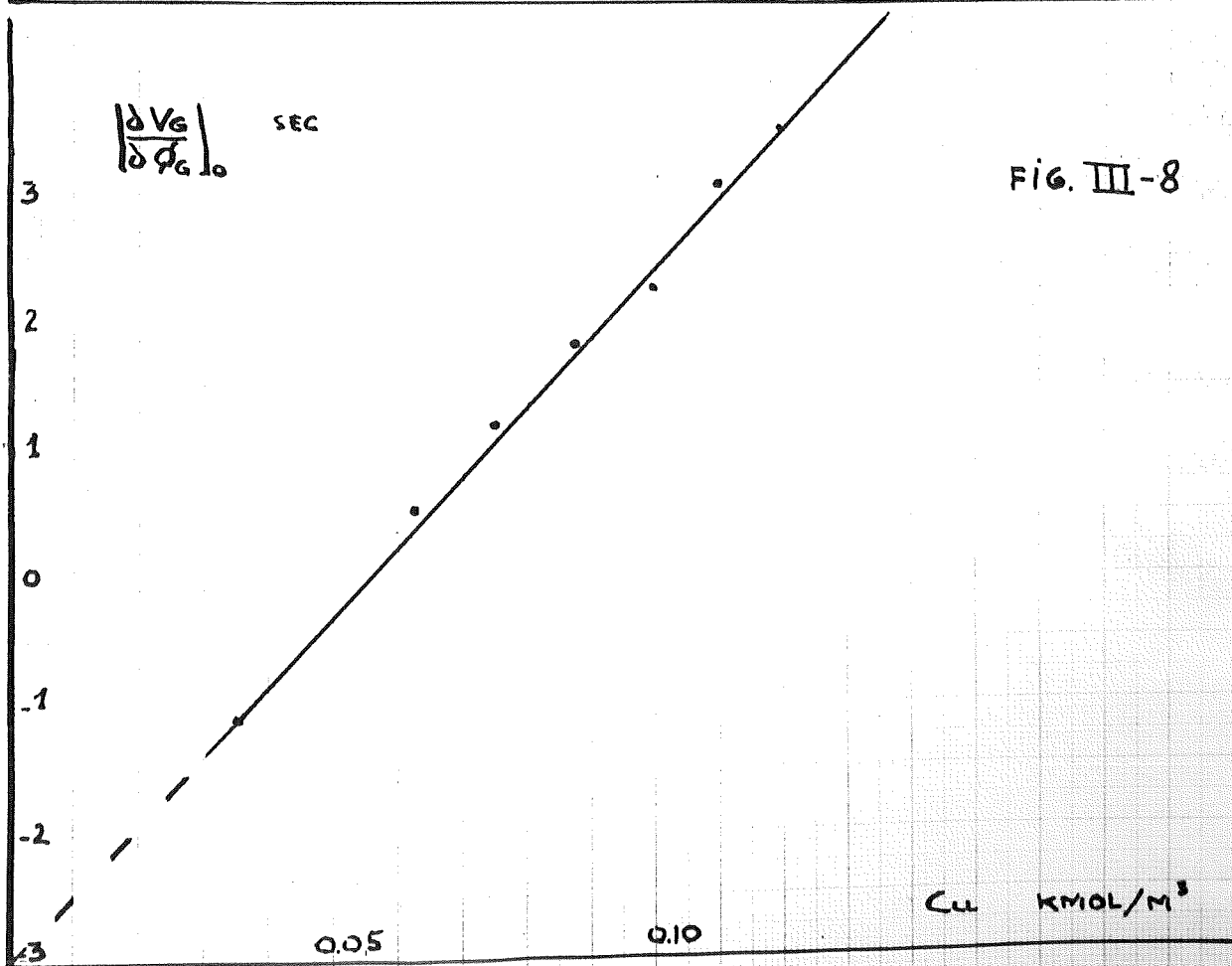


FIG. III-8

$V_0 \text{ M} \cdot 10^{-6}$

FIG. III-9

- |     |   |
|-----|---|
| 1 : | $\dot{q}_0 = 10 \cdot 10^{-6} \text{ M}^3/\text{SEC}$ |
| 2 : | = 20  |
| 3 : | = 30  |
| 4 : | = 40  |
| 5 : | = 50  |
| 6 : | = 60  |
| 7 : | = 70  |
| 8 : | = 80  |

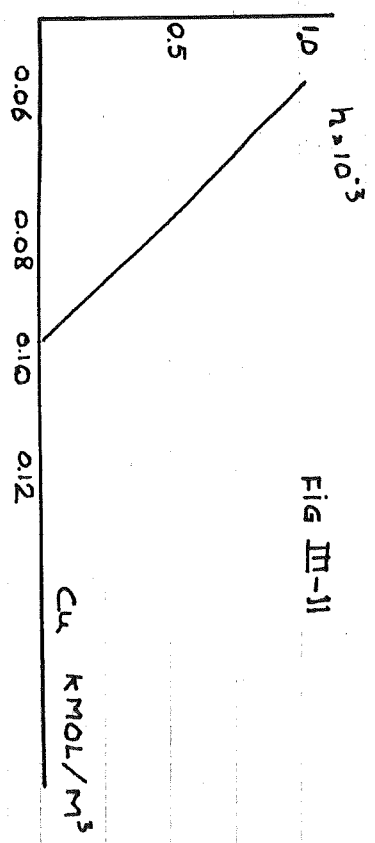
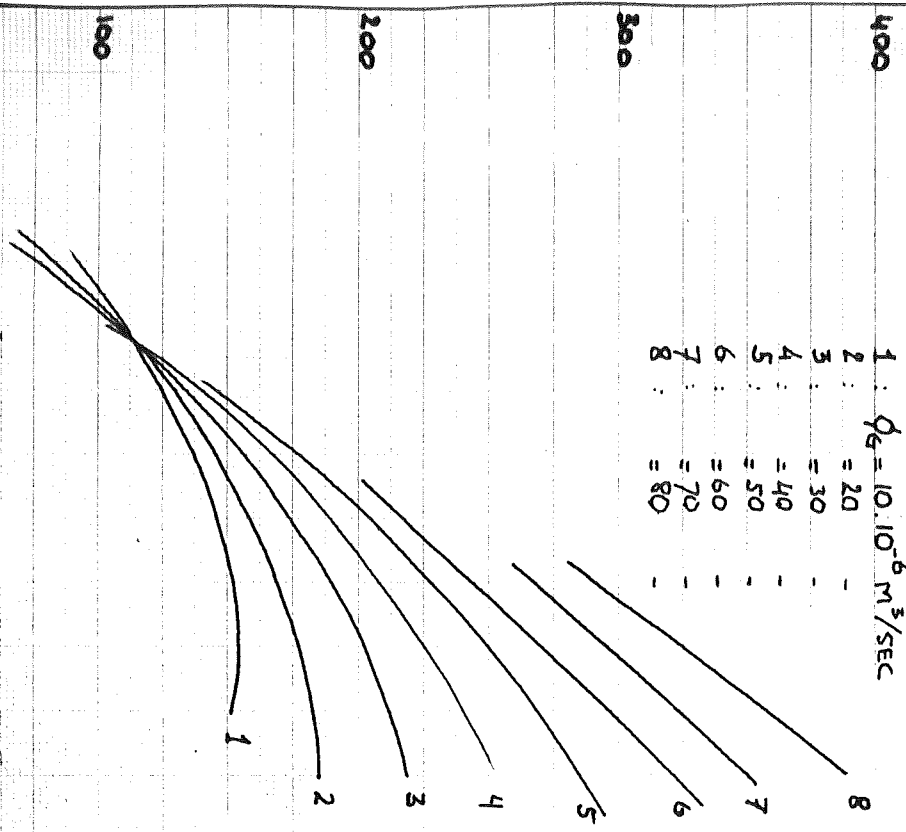
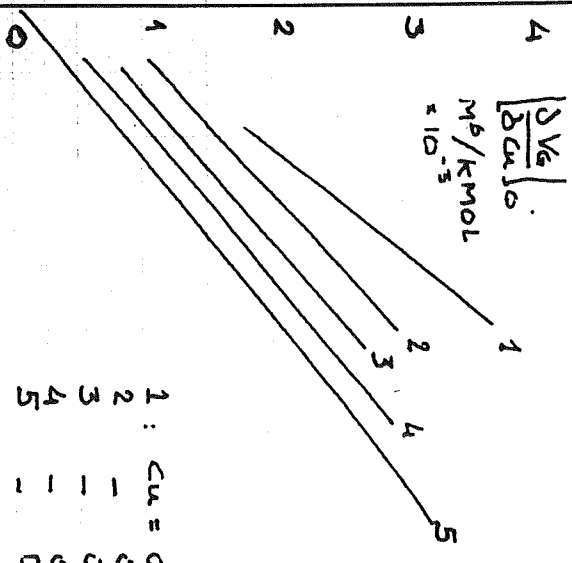


FIG III-11

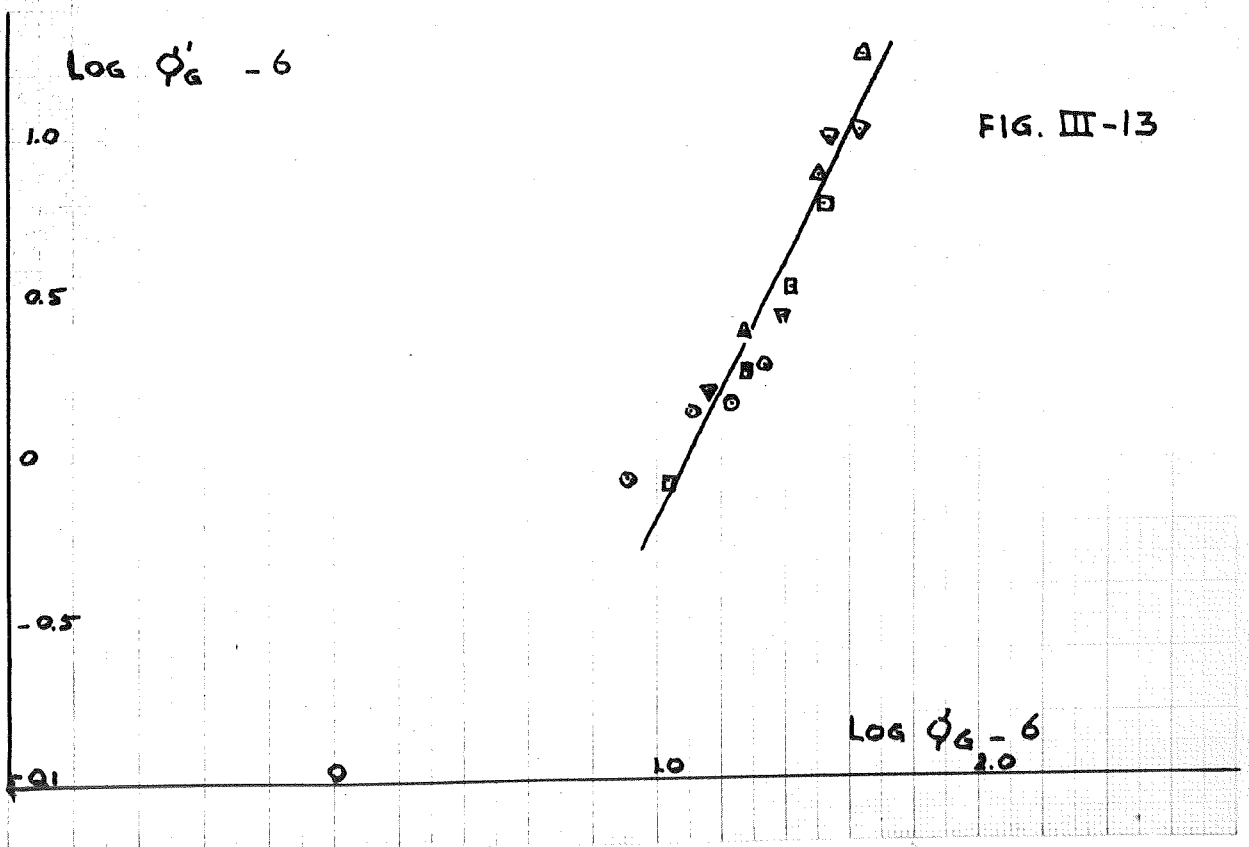
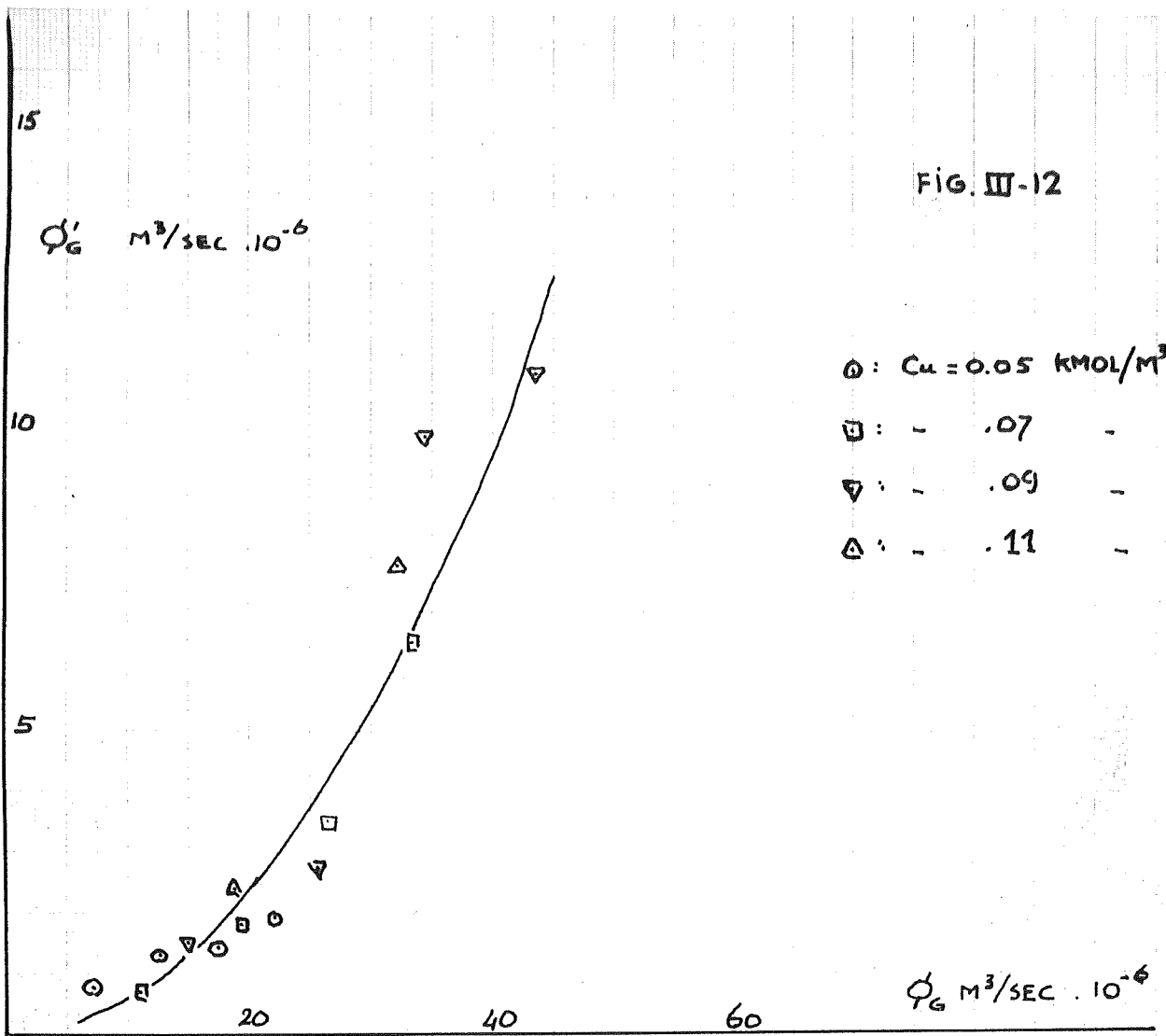
$\left| \frac{\partial V_0}{\partial Cu} \right|_0$   
 $\text{M}^6/\text{KMOL}$   
 $\times 10^{-3}$

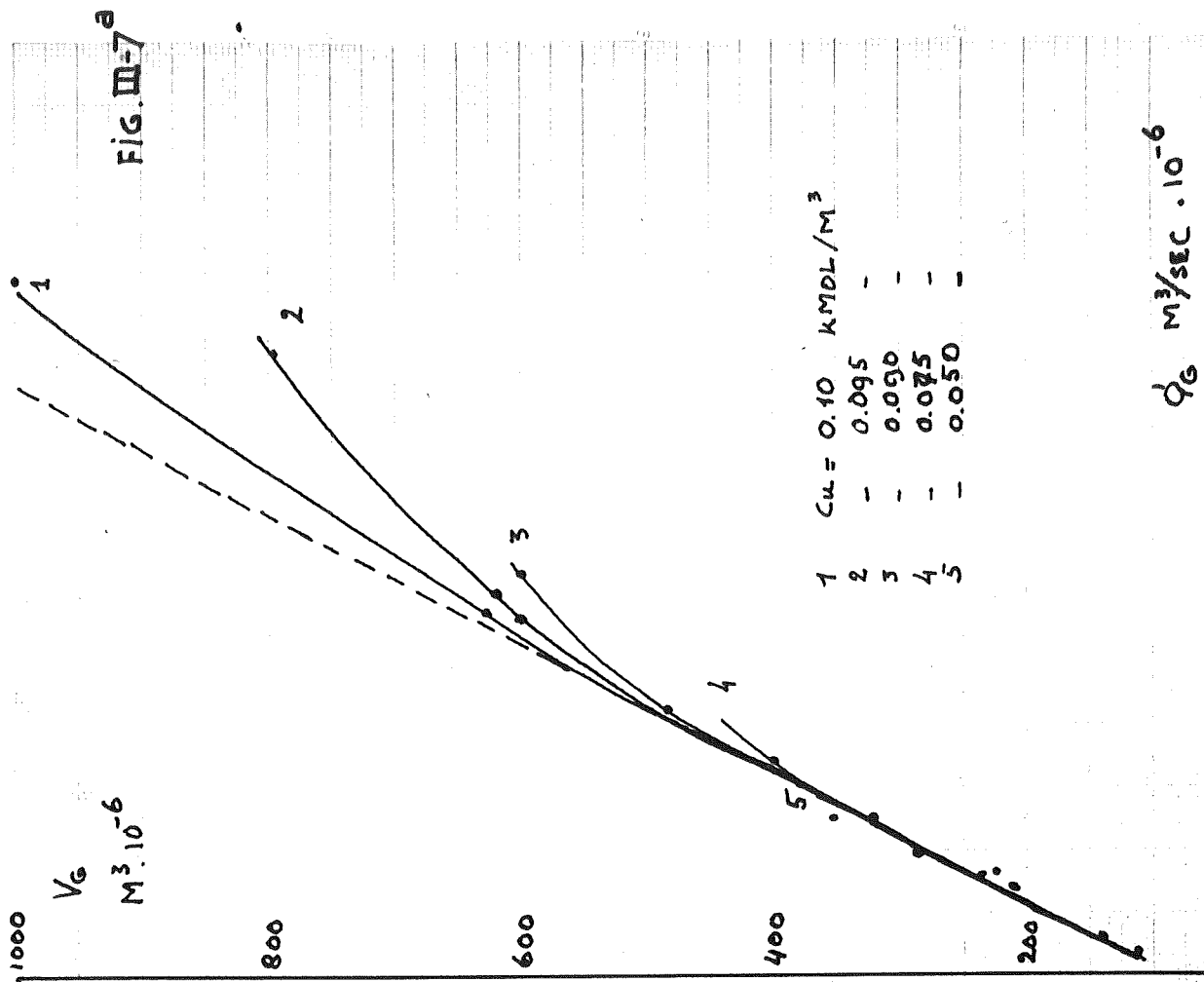
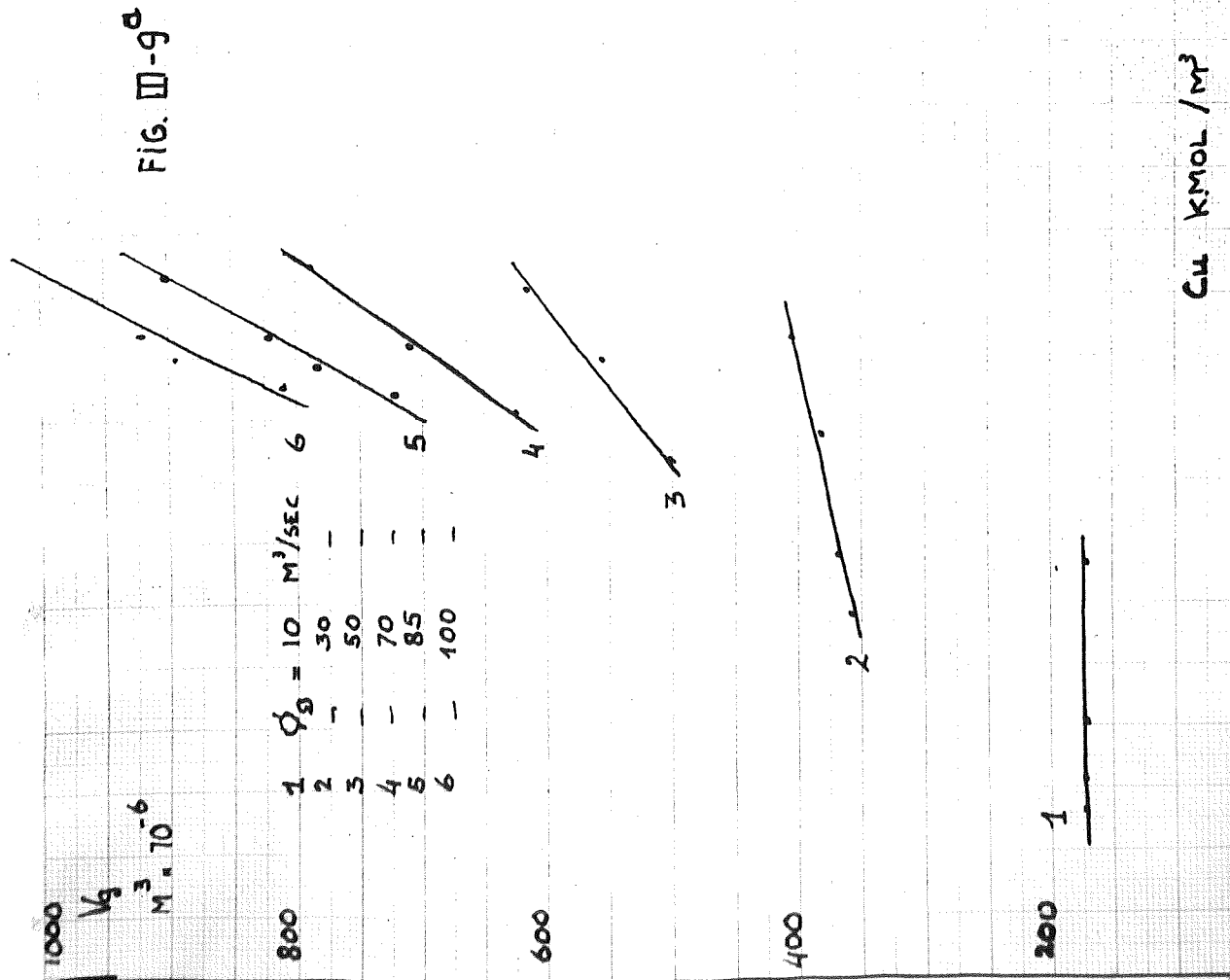


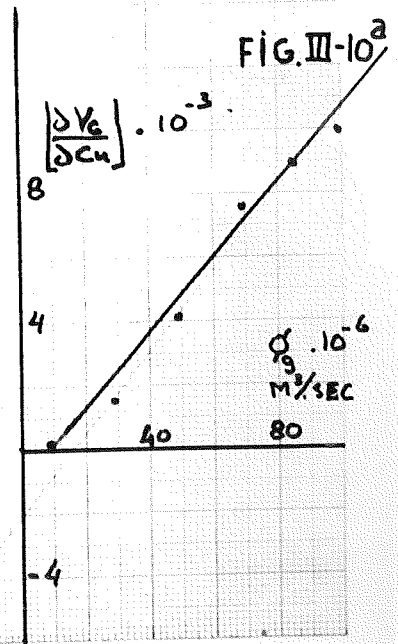
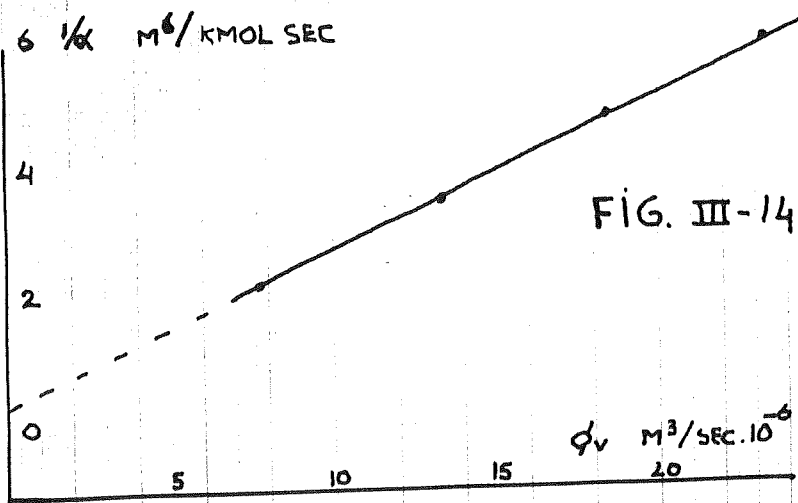
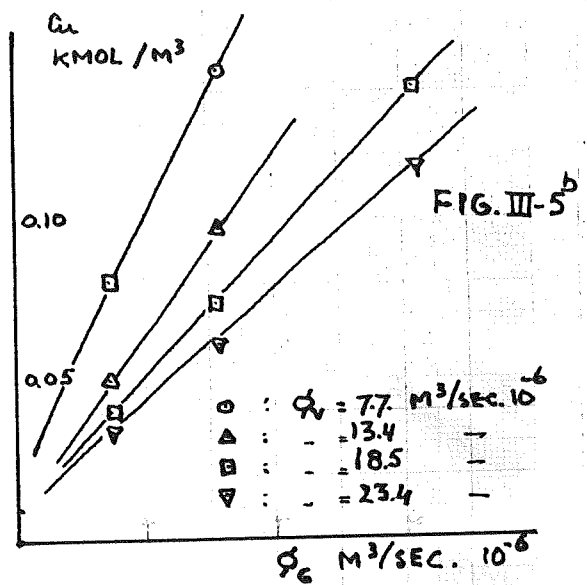
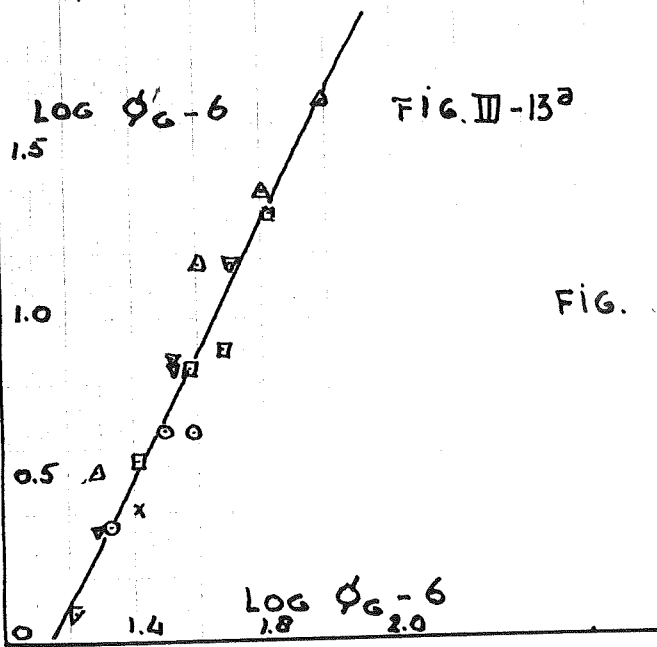
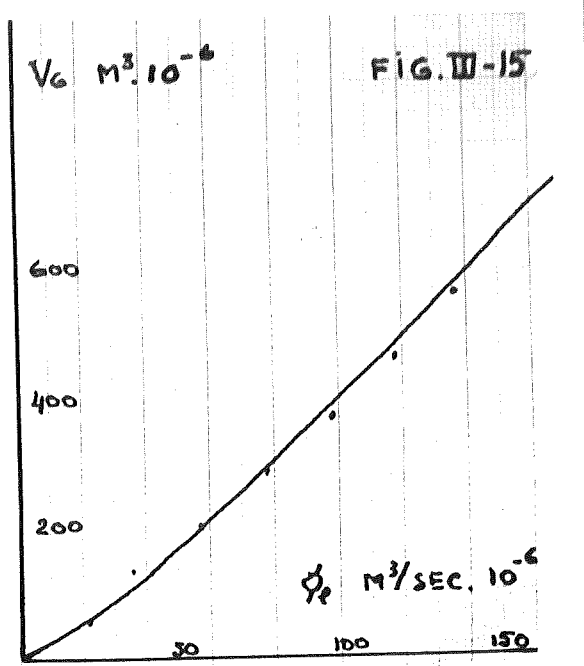
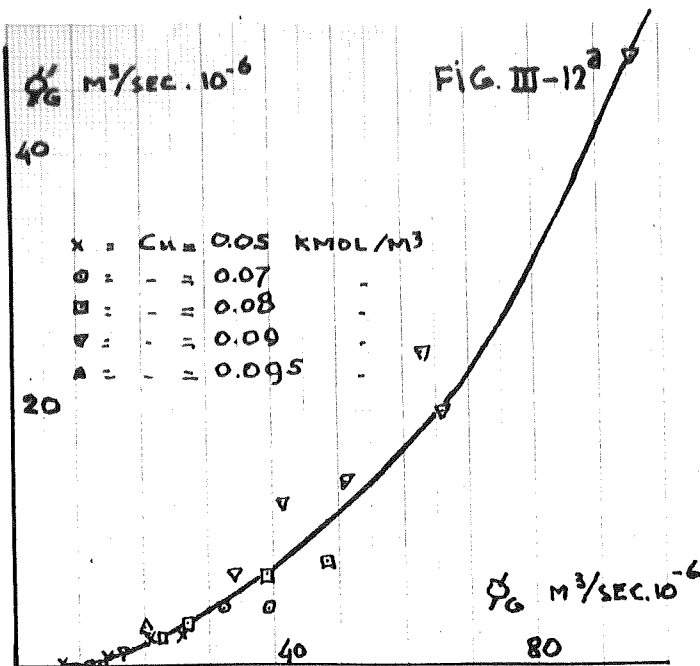
- |     |             |                          |
|-----|-------------|--------------------------|
| 1 : | $Cu = 0.06$ | $\text{KMOL}/\text{M}^3$ |
| 2 : | 0.07        | —                        |
| 3 : | 0.08        | —                        |
| 4 : | 0.09        | —                        |
| 5 : | 0.10        | —                        |

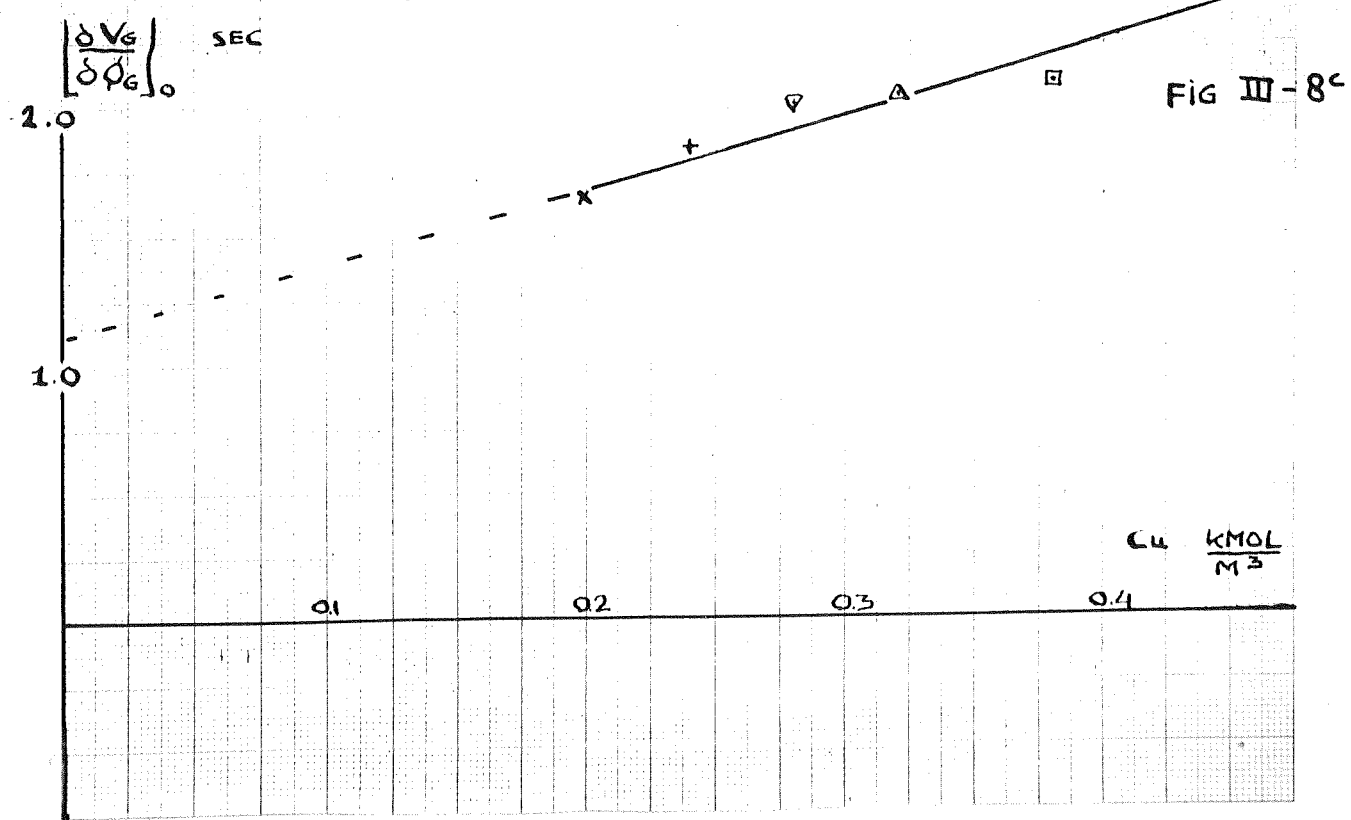
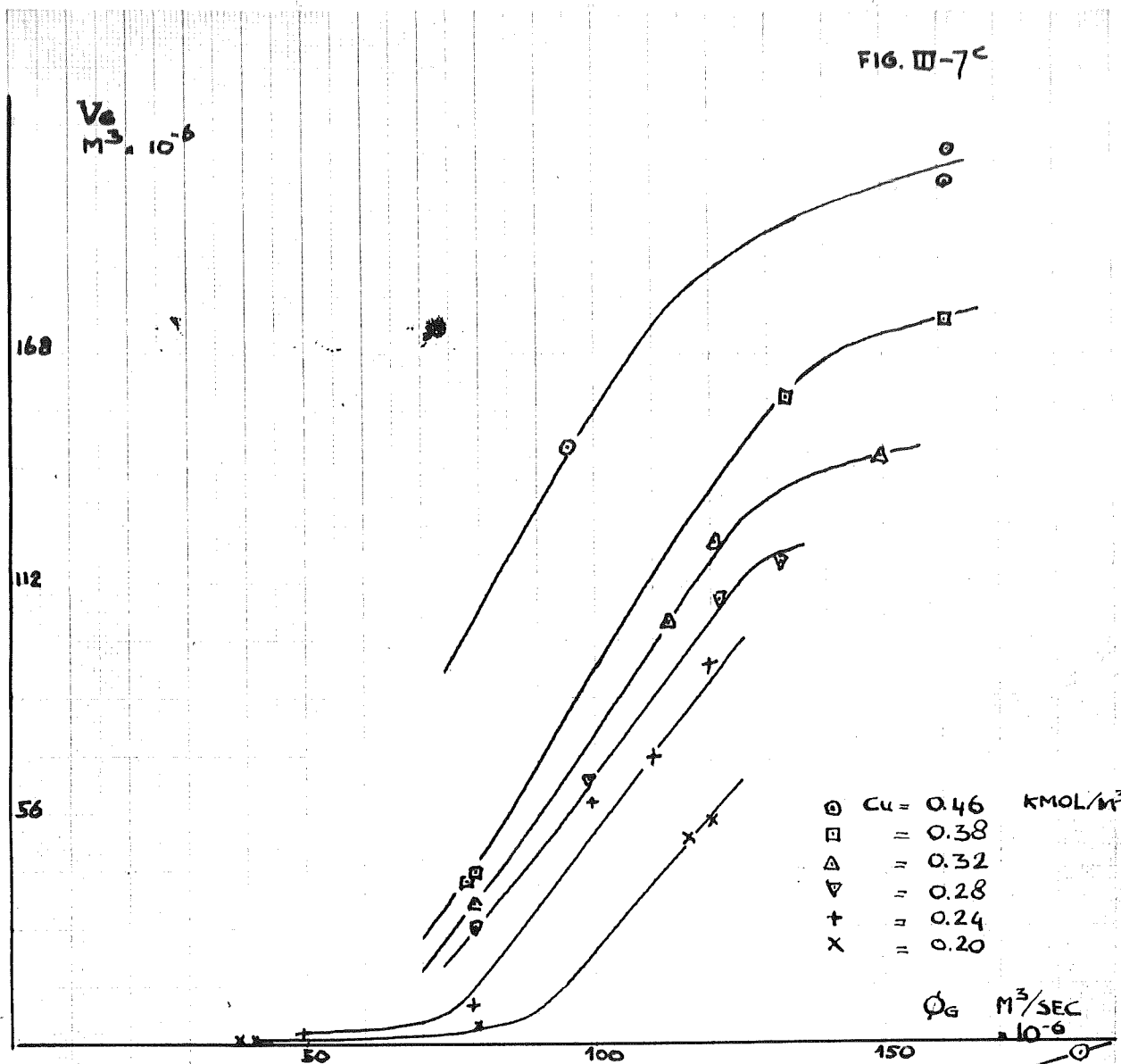
FIG. III-10

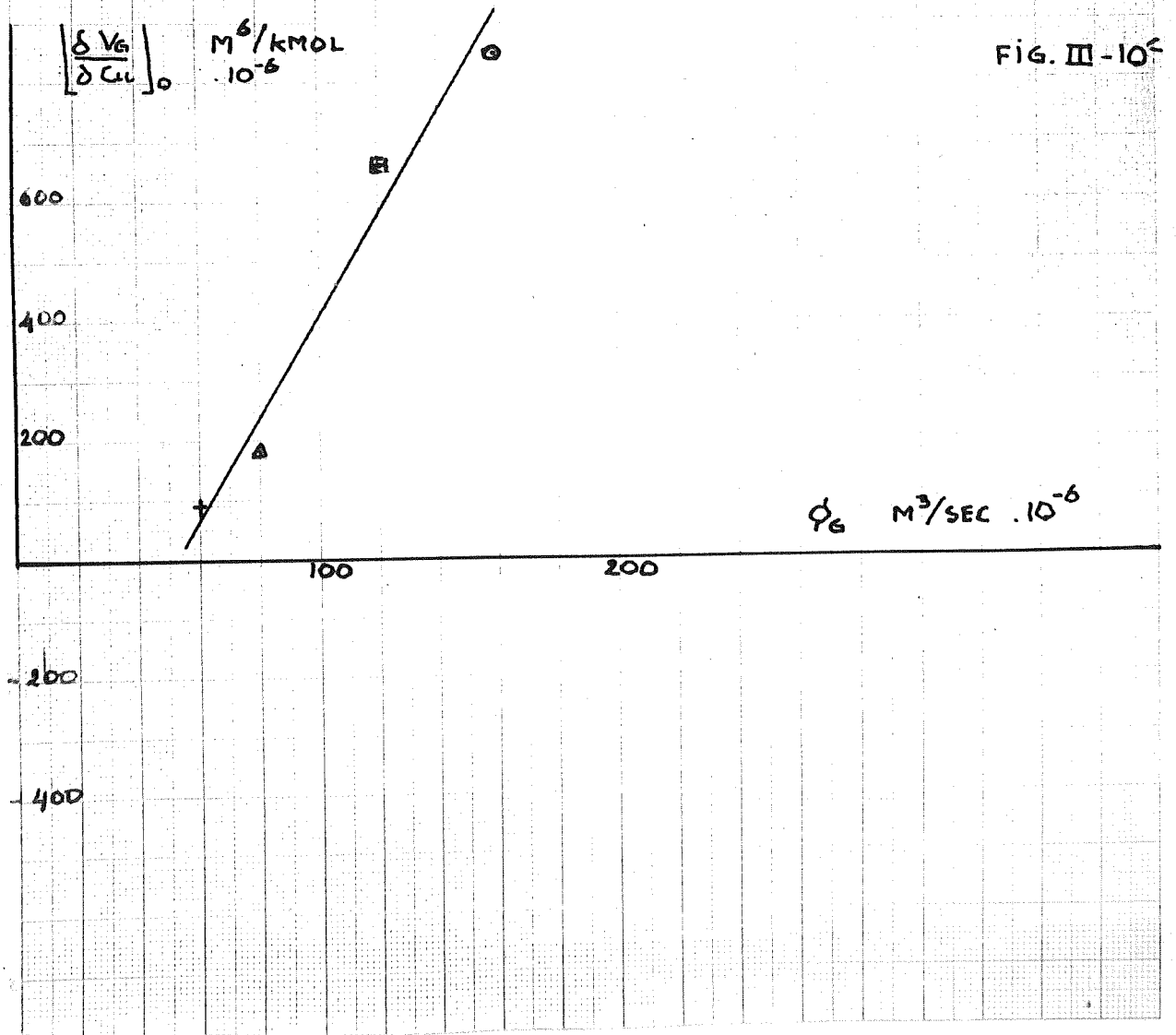
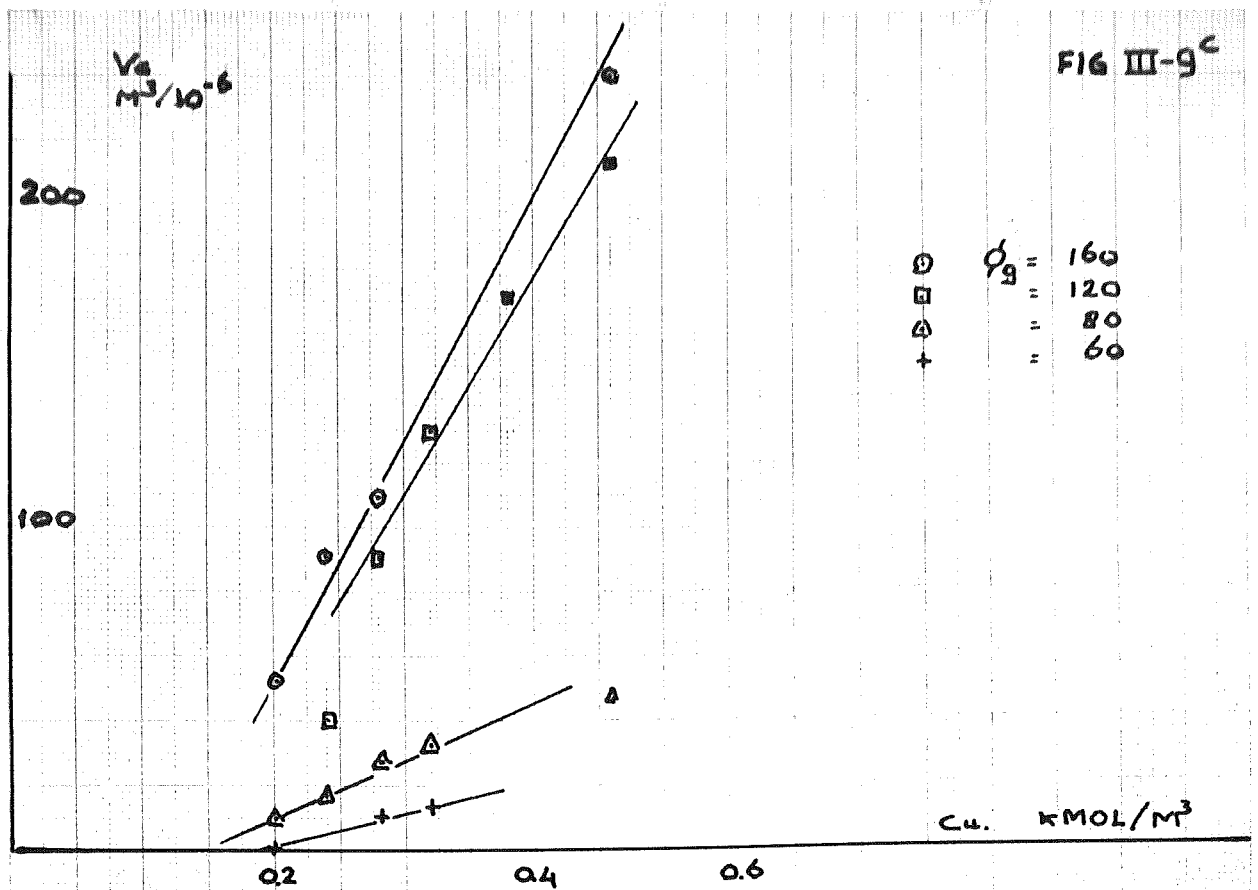
$\dot{q}_0 \text{ M}^3/\text{SEC}$







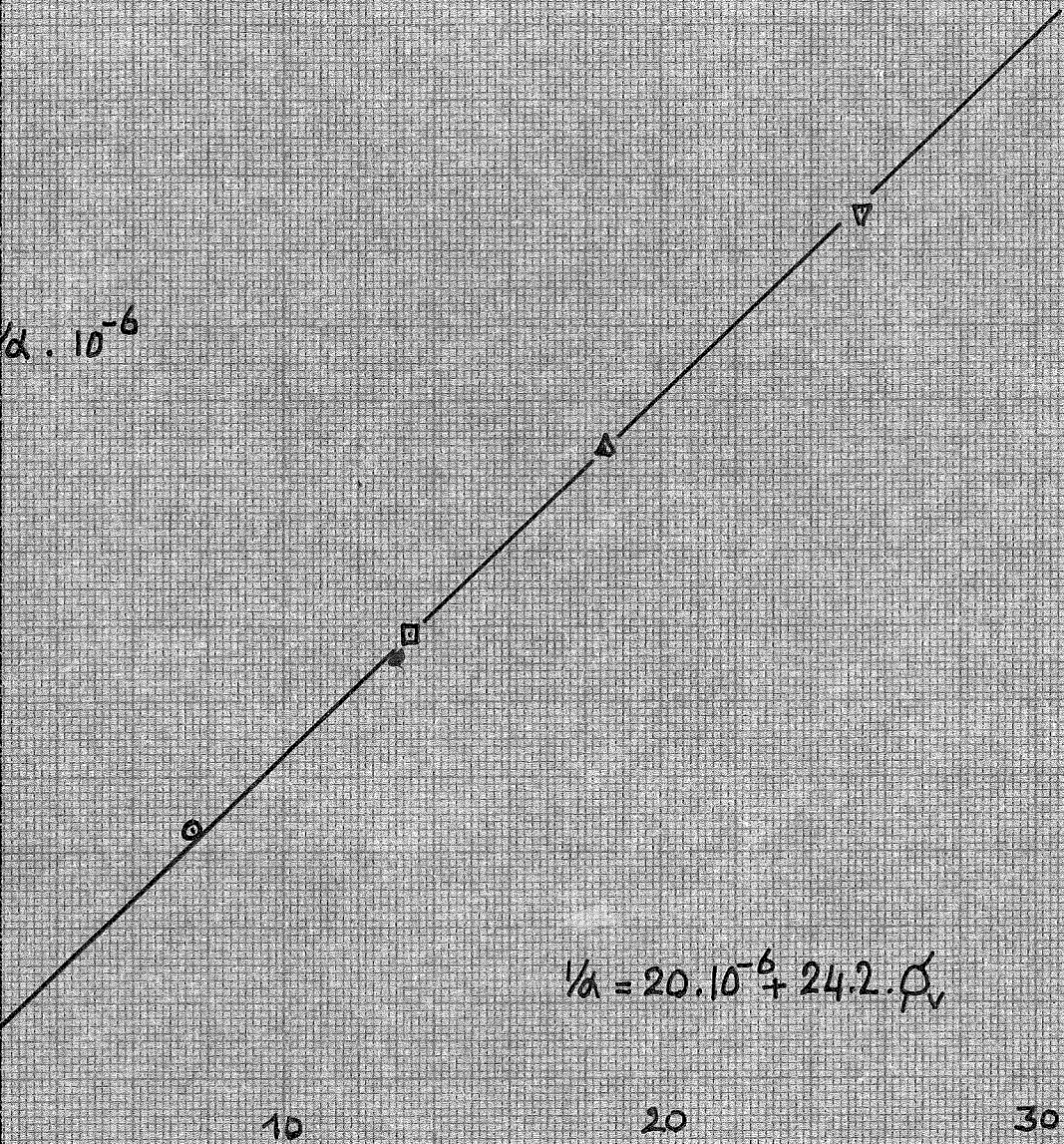






$\frac{1}{\alpha} \cdot 10^{-6}$

FIG. III-14<sup>c</sup>



$$\frac{1}{\alpha} = 20 \cdot 10^{-6} + 24.2 \cdot Q_v$$

10

20

30

$Q_v \cdot 10^{-6}$   
 $\text{M}^3/\text{SEC}$

PH max. gem. = 9,10

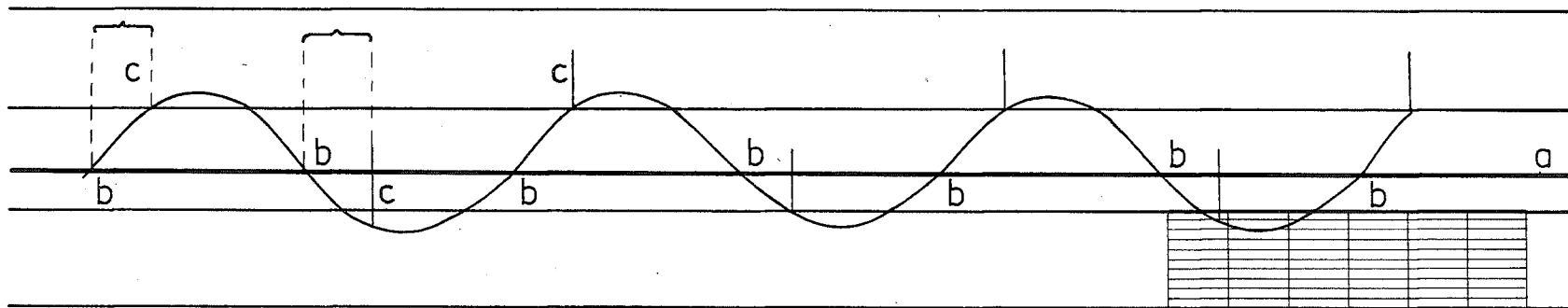
FIG. IV\_1

PHmin. gem. = 8,90

1 periode = 60 mm

basis a geconstrueerd

snijpunten b bepaald



pieken c geven phase sinusgenerator aan

gem. afstand tussen overeenkomstige punten b en c bepaald

Hieruit is  $\varphi_1$  te berekenen

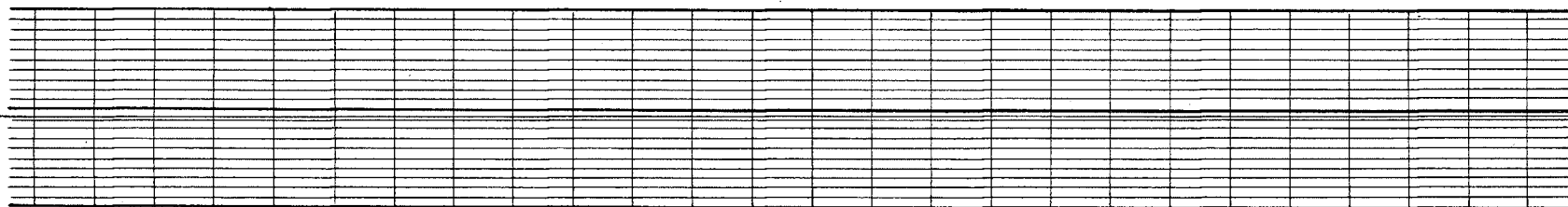


FIG. IV - 3

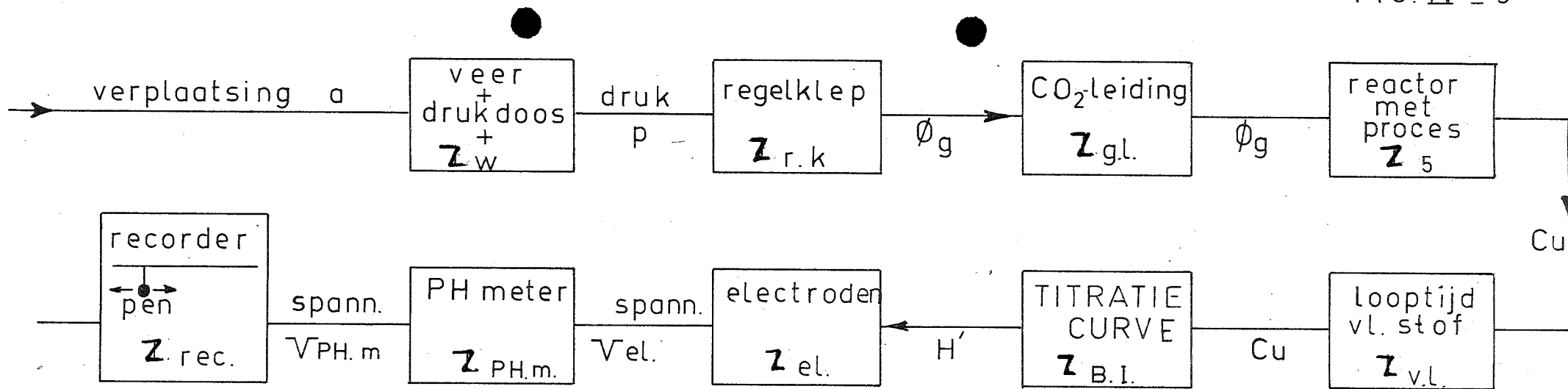


FIG. IV - 4

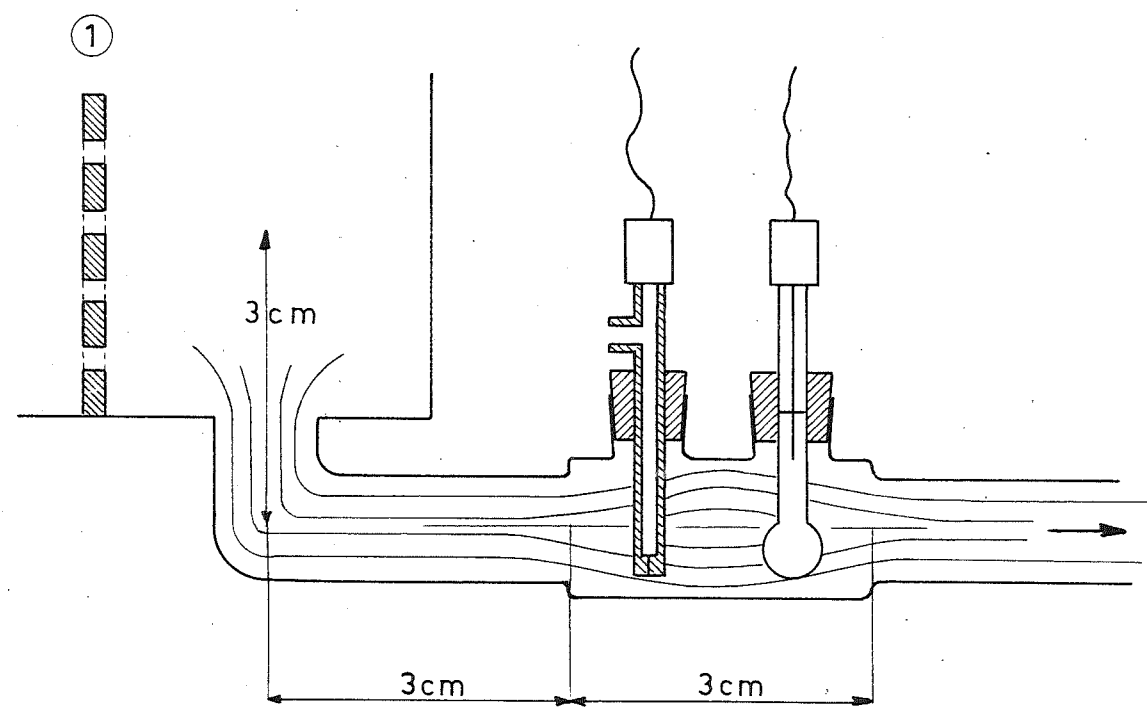


FIG IV-7

$C_{Ni} = 0.47 \text{ kmol/m}^3$   
 $\nu_1 = 1.00$

Log  $\alpha$

gemeten serie b  
 serie a  
 serie c  
 berekend serie a  
 serie b  
 serie c

$\Delta$  gemeten serie c  
 $\square$  " " b  
 $\circ$  " " a

0.001                      0.01                      0.1                      1                      10  
 Log  $\omega$

45°

90°

135°

180°

- $\varphi$

+ : Gemeten serie c  
 $\square$  : " " b  
 $\circ$  : " " a

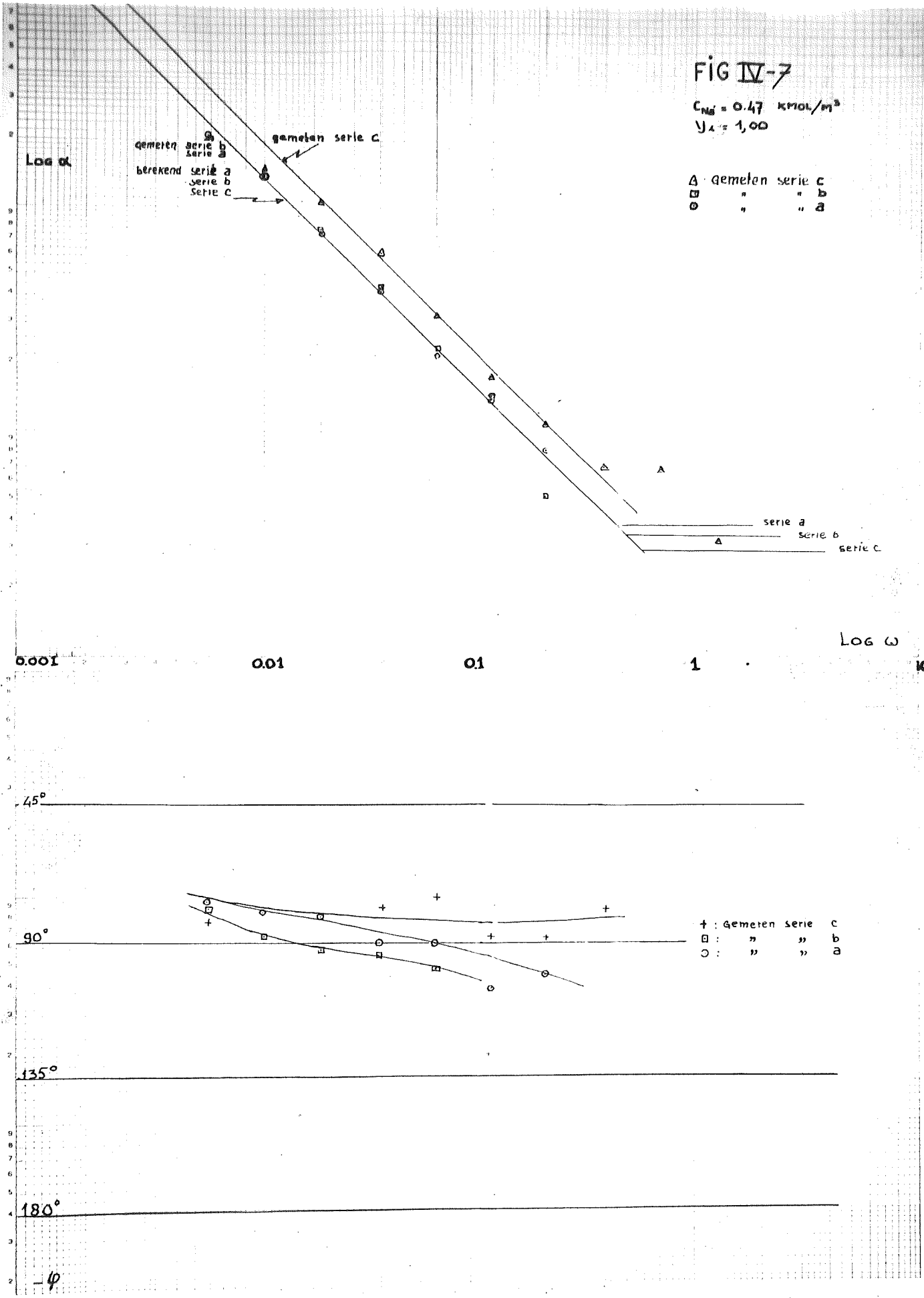
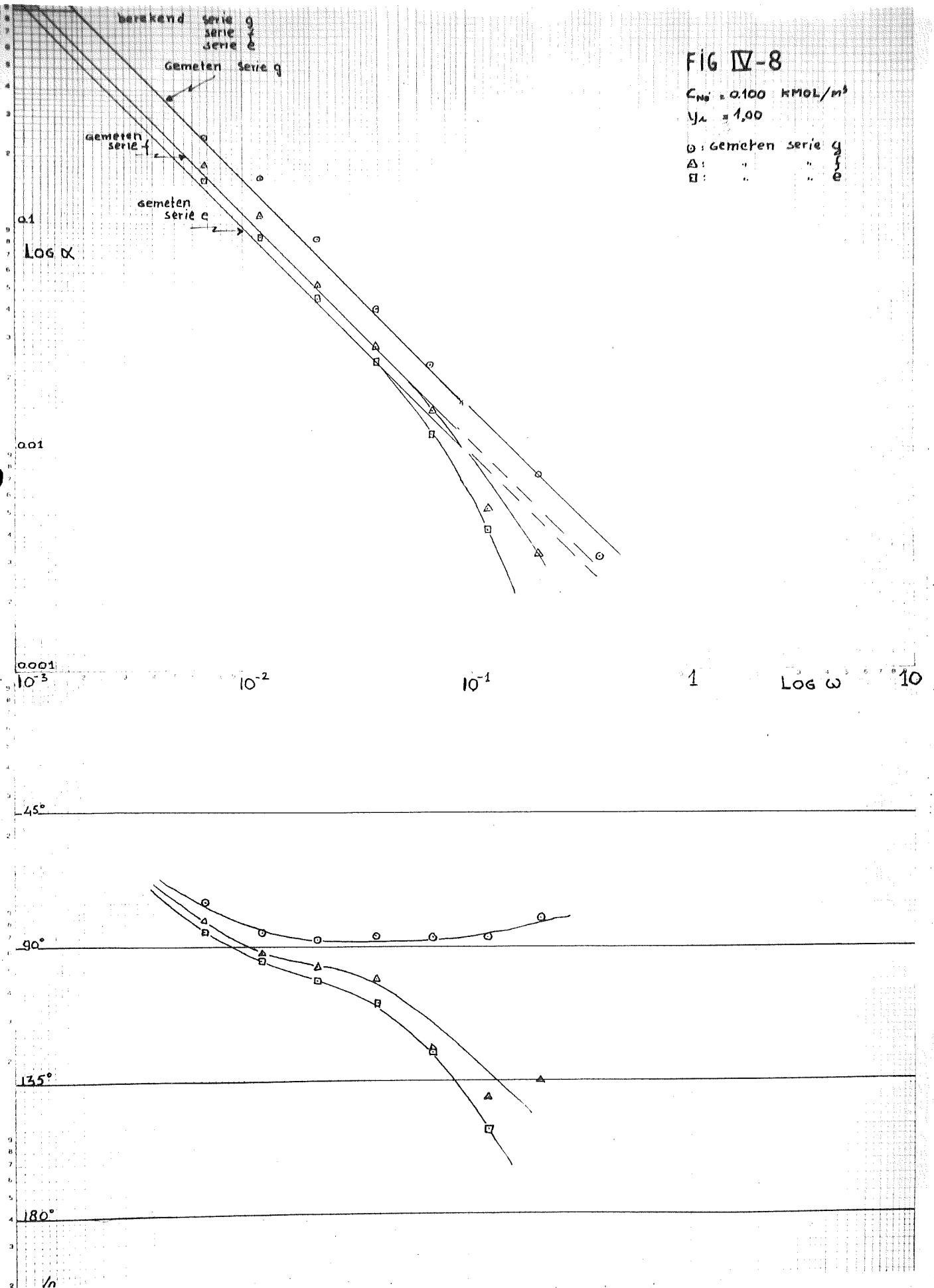


FIG IV-8

$C_{N_2} = 0.100 \text{ kmol/m}^3$   
 $\nu_A = 1.00$

$\circ$ : Gemeten serie g  
 $\Delta$ : " " " f  
 $\square$ : " " " e



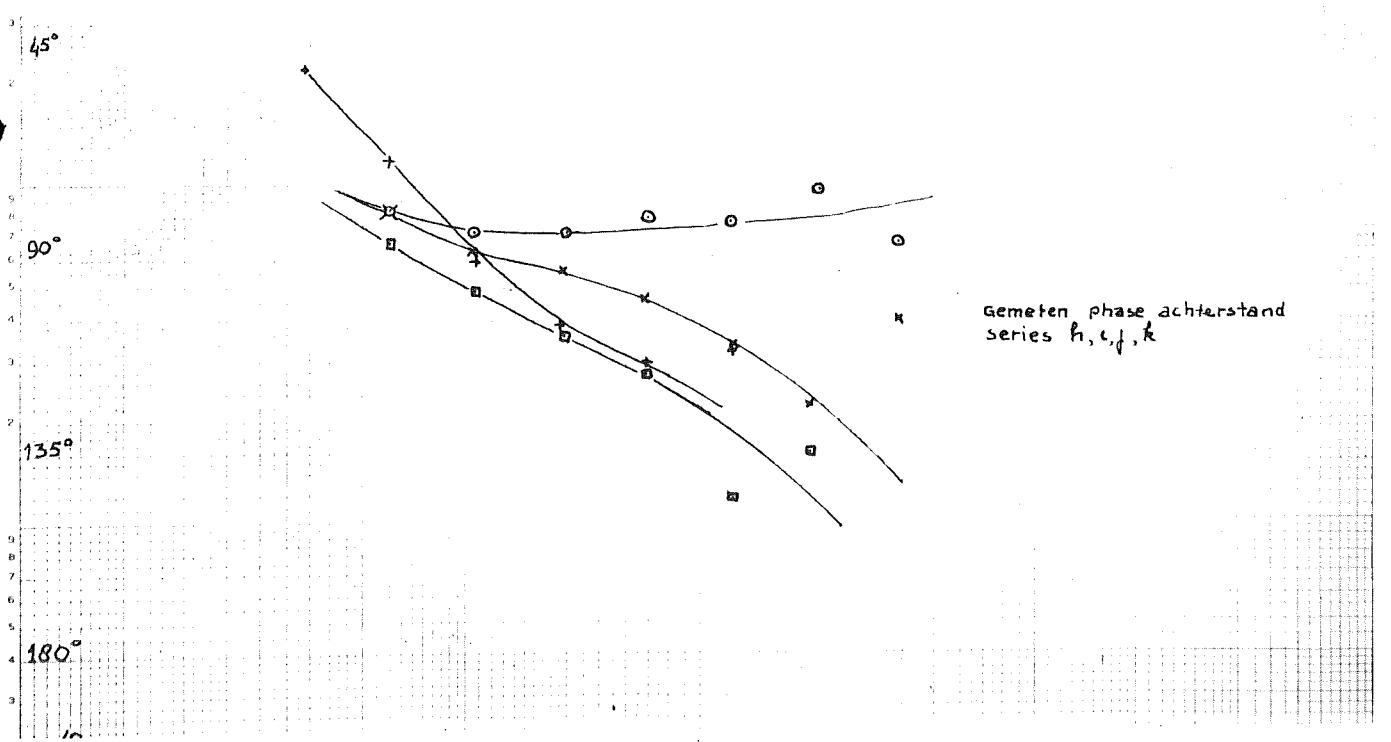
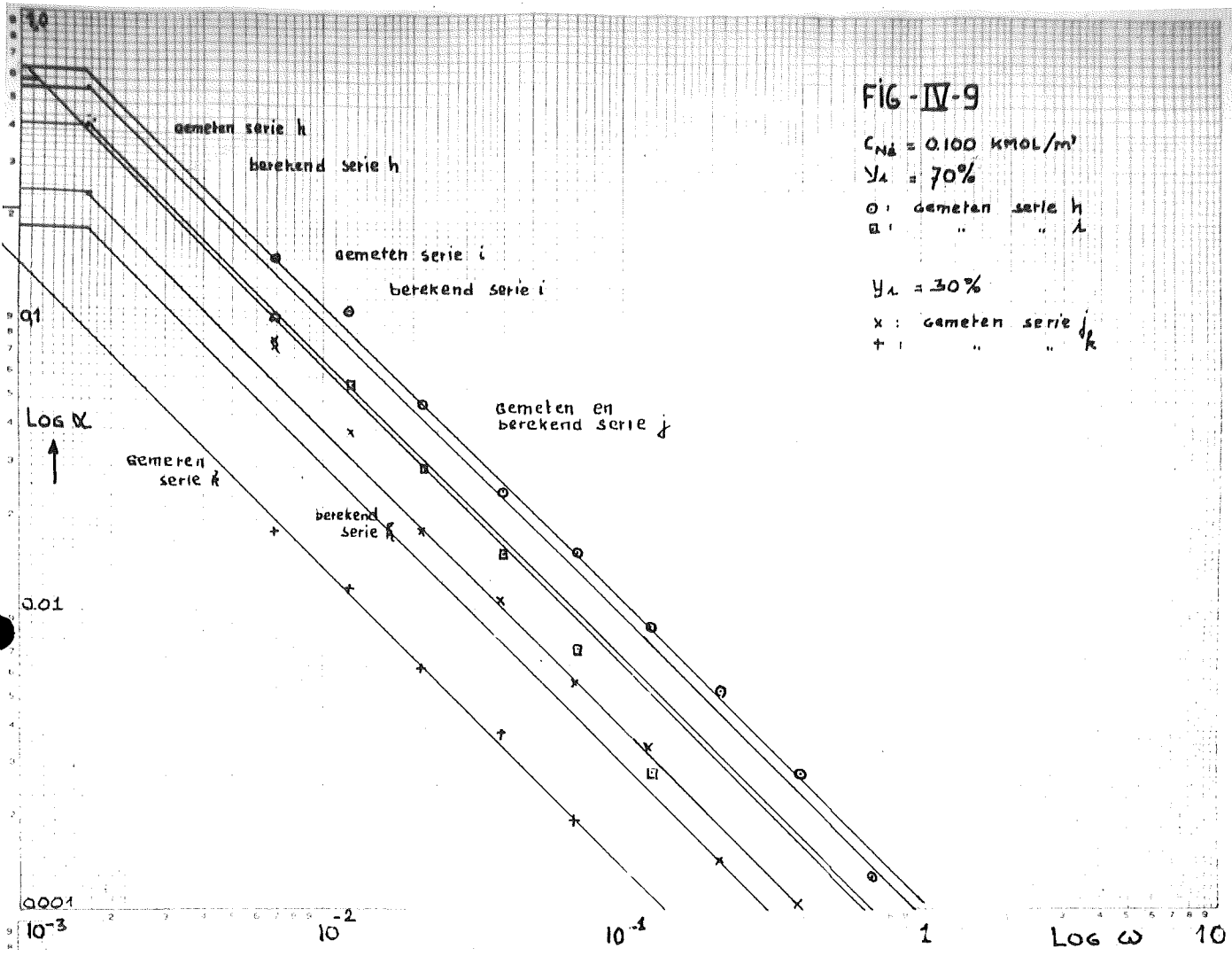


FIG-V-1

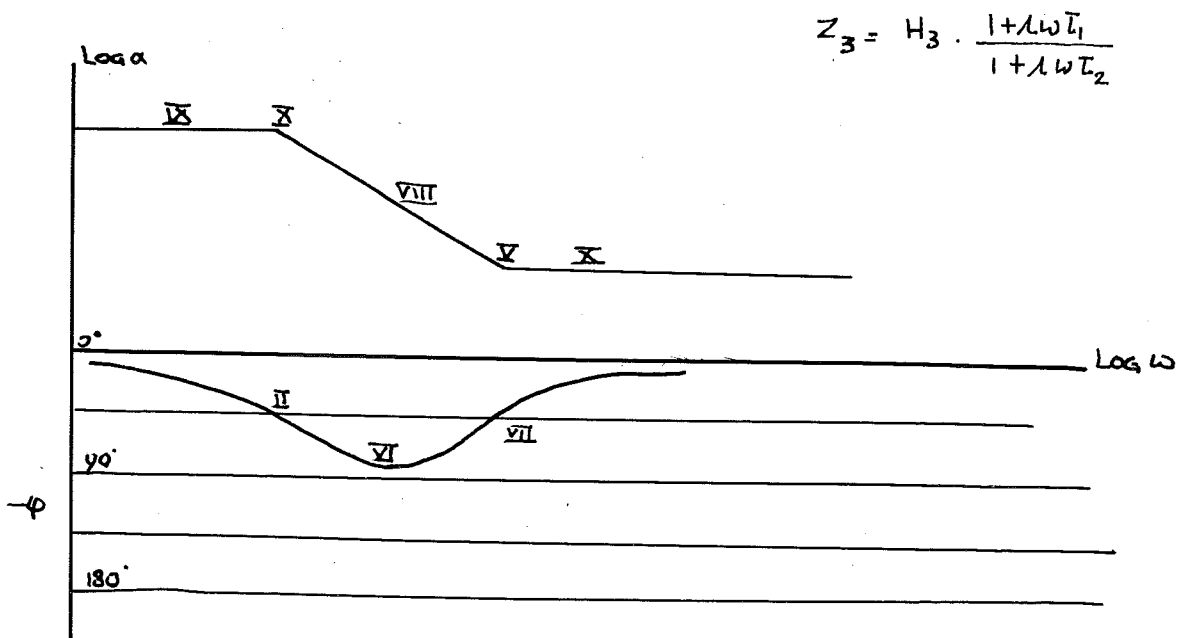
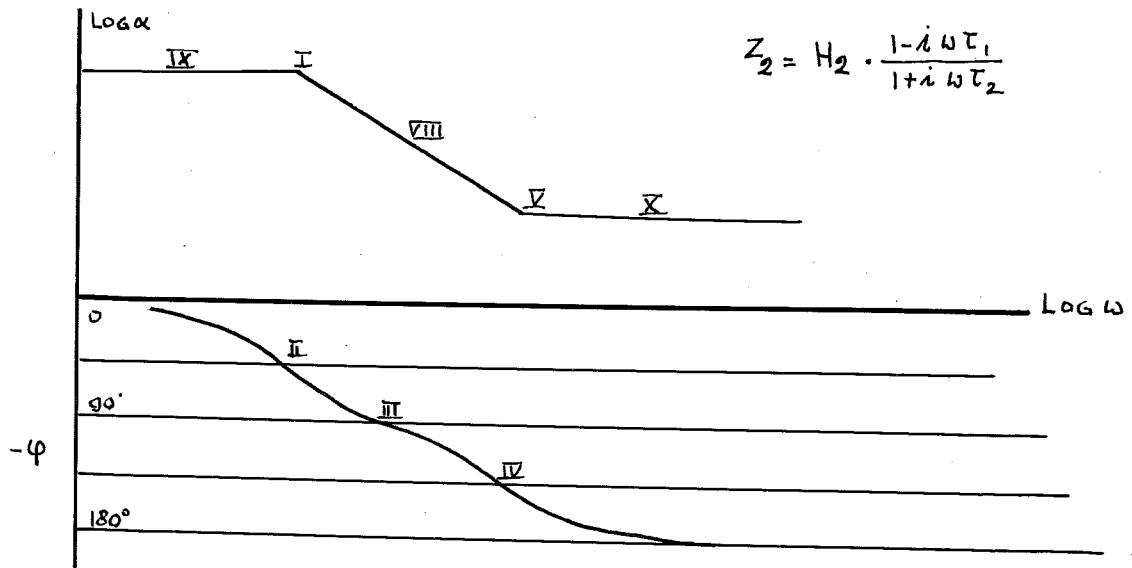
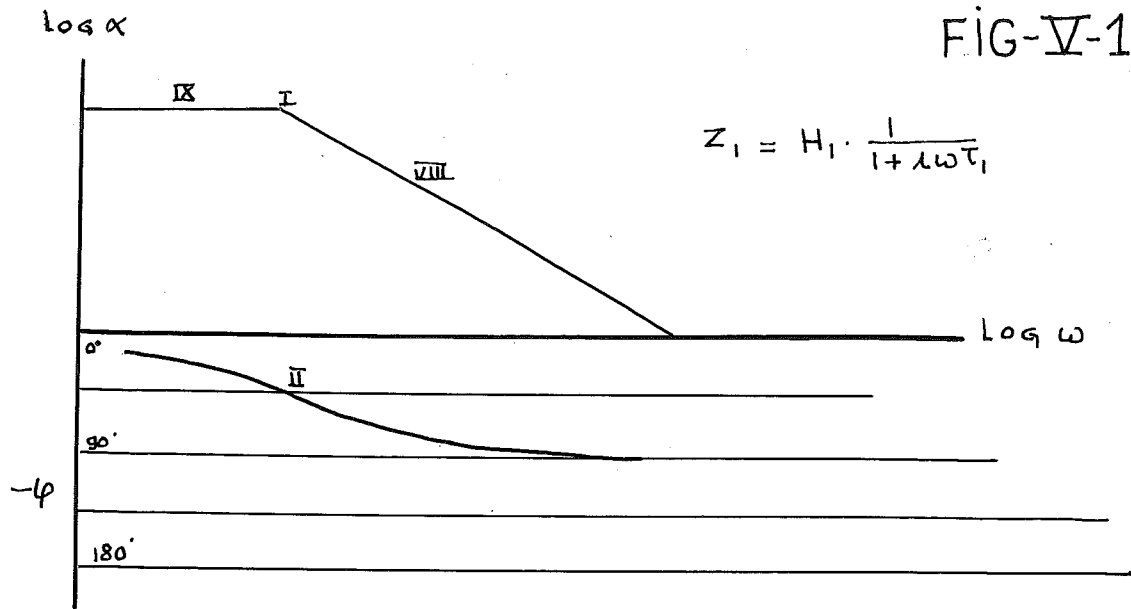


FIG. VI - 1

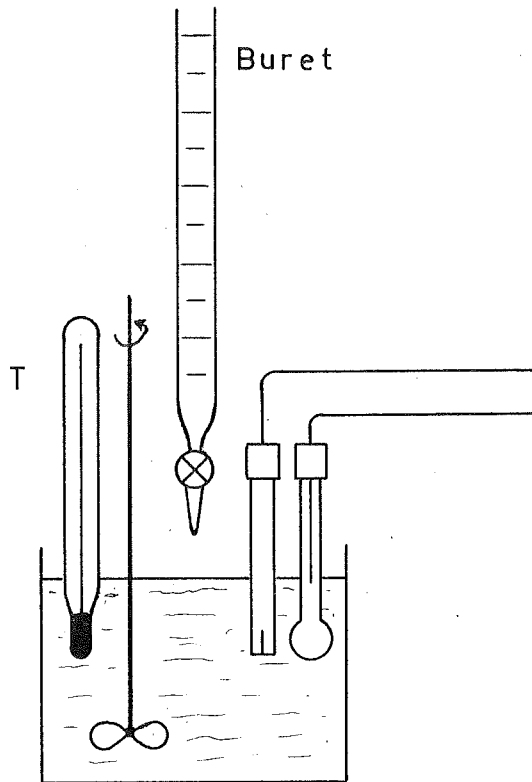
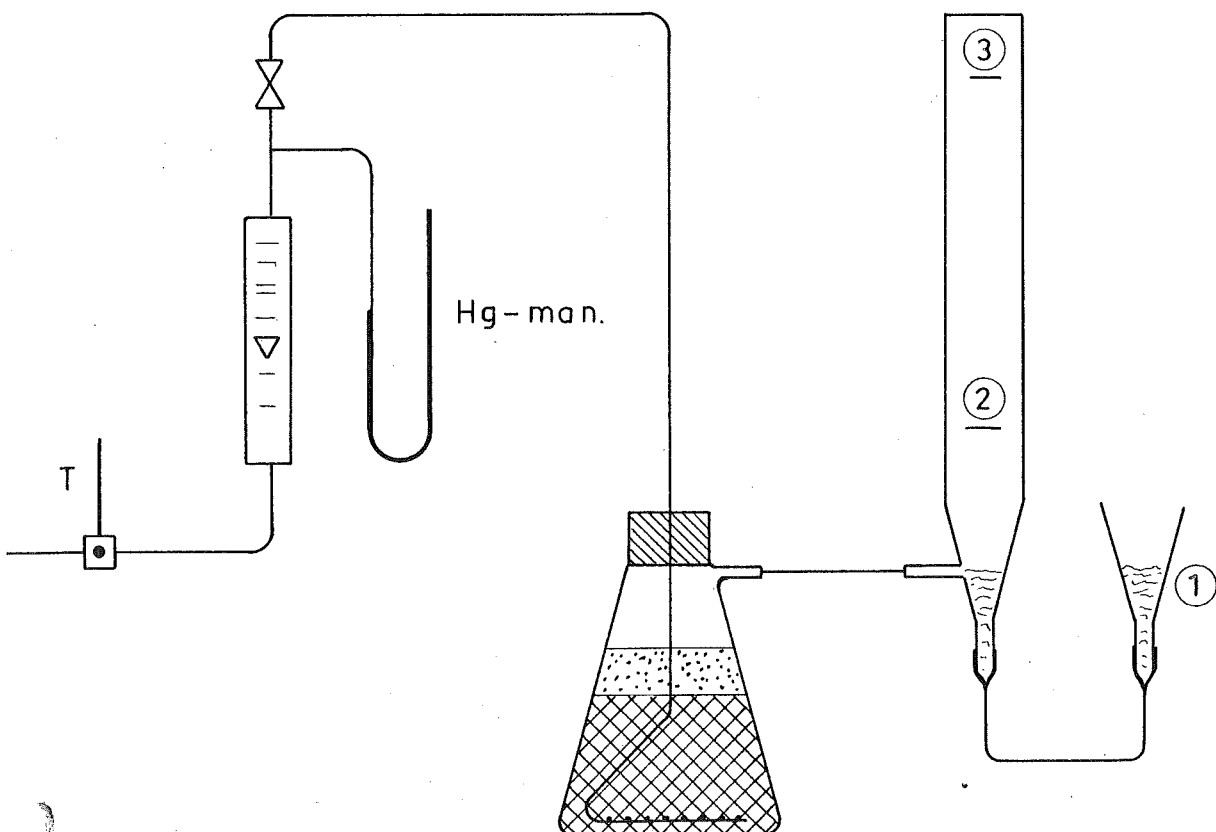


FIG. VI - 2





Eenige voorlopige opmerkingen over  
in § 1 t/m 9 is nergeschreven.

a). Door  $Cu/Cl_2$  op binnestaande wijze te  
heuen wordt het physich gebeuren de  
hier beschreven en heeft men een ber  
oversicht van de factoren die een bel  
por spelen. De methode is binnendien alge

b). De stelling  $\Phi_s = \Phi_s' + \Phi_s'' + kV \frac{Cu}{Cl_2} + \int \frac{V}{R} dt$   
naast  $\Phi_s = Vg = Pcu + B \Phi_s$ .

Zoals voeger gesteld, is misschien minder  
hier wordt n.l. een tijd-afhankelijk verband  
naast een tijd-onafhankelijk verband ( $b$ )  
In  $Vg = f(\Phi_s, Cu, t)$  wordt n.l. de tijd-afhankelijk  
verwaarloosd. Dit wordt in de nieuwe  $Cu$   
berekening niet gedaan.

Men kan binnestaande ook stellen  
indien men benieuwd is naar de invloed  
de pasphase (en de stofoverdracht) op de  
 $Cu/Cl_2$ , dan is het stellen van verband  $Vg \sim \Phi_s$   
onjuist, omdat men daarmee de verduis  
wat men later weten wil.

c) In Vgl 23  $Cu/Cl_2 = \frac{EL}{L\omega} \cdot \frac{1}{(1+j\omega\beta)(1+j\omega\gamma)}$ , w

$\beta$  hoofdzakelijk bepaald wordt door  $Z$ , kan  
in neg 24. Qualitatief kan dus gezegd  
dat Vgl 23 overeen kan komen met de  
frequentebronnen van het proces.

d) In de huidige vorm is vgl (22a) onder  
vereenvoudiging  $\bar{z}$  nog niet met succes  
gepast.

e) Stelling  $\bar{Q}_s' = f(\bar{U}_s, P_A)$  is misschien juist  
als  $\bar{Q}_s' = f(\bar{V}_s, Q_s'')$  zoals in vgl  
geschreven. Dit zou dus een kleine  
andere berekening in de men-  
kening van  $C_{f, Q_s}$ .

f) Getracht zal worden om ook  $Y_u$ , als  
le met invloed op het overdrachtsre-  
me, in te voeren in de berekening van

Procesdynamica van de neutralisatie van  
 een NO<sub>2</sub>-oplossing door een CO<sub>2</sub>-luchtmenging  
 in een ideale reactor

1. Voor de beschrijving van proces en proces-  
 heden en de keuze van de overdrachtsfuncties  
 tussen de grootheden, wordt verwezen naar  
 Oerling's: inertie; july 1957.

v.l. Campagne: Aftudeeravond 1956.

De grootheden worden dus derzelfde  
 aangeduid, als in bovenstaande literatuur.

Als belangrijkste overdrachtsfunctie  
 werd gekozen  $C_u/C_g = H(\omega)$

2. De overdrachtsfunctie  $C_u/C_g = H(\omega)$ :

De CO<sub>2</sub>-stroom  $Q_g$  geeft een gas holdup  $V_g$ , wa-  
 arin de een oppervlakte  $A$  tussen gas en vloeistof,  
 geschapen wordt. Hierdoor ontstaat het de  
 stofoverdracht  $Q_g''$  tot gevolg heeft. Door  
 een slotte  $C_u$  bepaald.

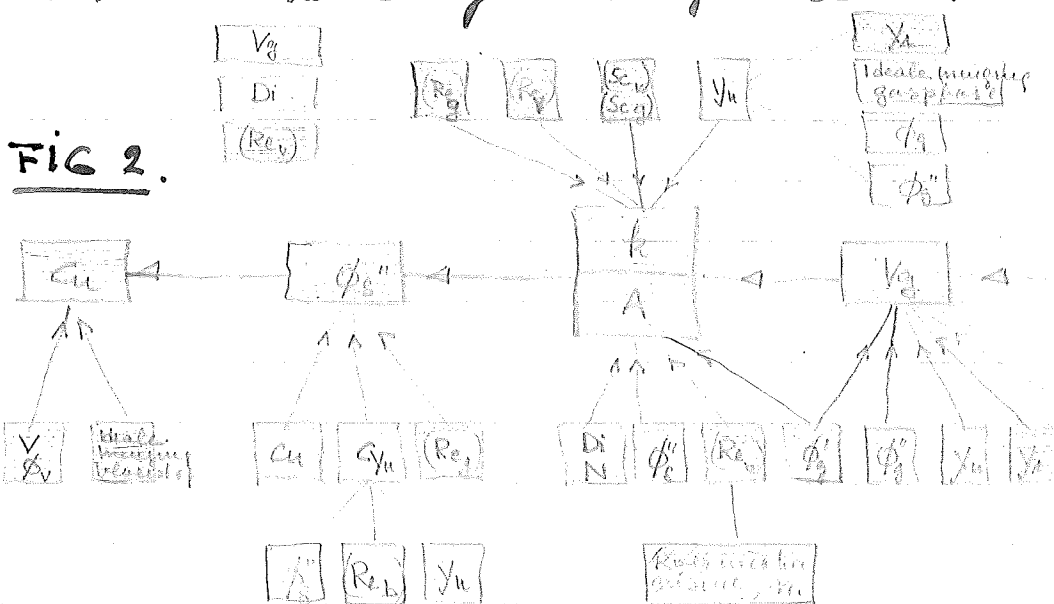
fig. (1).



De overdrachtsfunctie  $C_u/C_g = H(\omega)$   
 men zich gesplitst denken in de partiële  
 overdrachtsfuncties:  $V_g/Q_g = H_2(\omega)$ ;  $kA/V_g = H_3$   
 $Q_g''/kA = H_4(\omega)$ ;  $C_u/Q_g'' = H_5(\omega)$

3. Teke kan gesaemde grootheden sta op allerlei wyzen met elkaar in be-  
 Men kan een schema van afhan-  
 heden opstellen (fig 2) en berekenere  
 welke grootheden in het beschouwde  
 constant blijven of een onbelangrijk  
 functie vervullen. Men houdt dan  
 schema met belangrijkste grootheden  
 (fig 3). Hiervan kan men een blok  
 opstellen (fig 4), door bepaalde afh-  
 heden aan te nemen.

4. Fig 2 geeft van het beschouwde ge-  
 een schema van afhankelijkheden.



- belangrijkste variërende grootheden
- constant gehouden of const. verondersteld
- grootheden die, ter vereenvoudiging v. probleem, constant verondersteld w

Bij fig. 2 kunnen de volgende opz.  
geen gemaakt worden:

a) constant gehouden worden  $V, \Phi_0, \gamma_2, \rho_2, C_{wi}$ .  
Roumelbaan

verder worden, bij kleine veranderingen van  
grootheden, constant verondersteld:

$(Re)$ : stromingstoestand vloeistof

$(Re_g)$ : id. gasbellen.

Ideale menging in de vloeistof

$(Sc_g)$ : stofoverdracht in de gas

$(Sc_v)$ : id. in de vloeistof

b) Ter vereenvoudiging van het probleem  
nog aangenomen, bij kleine variaties van  
en daaruitvolgende kleine variaties van  
andere grootheden en een bepaalde  $\Phi_0, \Phi_2$   
-instelling):

$\gamma_2$  is constant voor  $10\% \gamma_2 > 0.3$ . Deze aanname  
een vrij ruwe benadering en zou, in een  
bepaling van  $C_w/\Phi_2$ , opgenomen kunnen  
in de overdrachtsverhouding.  $\gamma_2 = \text{const.}$  be-  
steht tevens een ideale menging in de

$\beta_{2a}$ : In een gasbel wordt een goede turbul.  
verondersteld, zodat aan het grensvlak  
constante  $\beta_{2a}$  bestaat, die slechts afha-  
ngig is van  $\gamma_2$ .

$D_i$ : wordt constant verondersteld. Een naam van  $V_g$  is dus het gevolg van een toename van het aantal bellen  $N$  met dezelfde snelheid. Hierdoor wordt dus tevens gesteld dat lineair is met  $V_g$ .

$k$  wordt constant verondersteld.  $k$  is  $\sigma$ , met een overdrachtscoëfficiënt van gaszijde en stofzijde. Aan gaszijde is reeds aangenomen dat  $p_{g,0}$  constant is. Aan vloeistofphase wordt verondersteld dat  $(Re_v)$  en  $(Sc_v)$  niet veranderen.

Aangenomen wordt voorts:

$$\bar{\Phi}_g' = f_1(\bar{V}_g, \Phi_s') \dots \dots (1a)$$

$$kA = f_2(\bar{\Phi}_g'', \bar{V}_g) \dots \dots (2a)$$

en voor de beschouwde bandbreedte van frequentie  $0 < \omega < 3$

$$\Phi_g' = F V_g + G \Phi_s'' \dots \dots (1)$$

$$kA = E V_g + D \Phi_s'' \dots \dots (2)$$

5. Na het maken van bovenstaande berekeningen van men een vereenvoudigd schema (fig 3) maken:

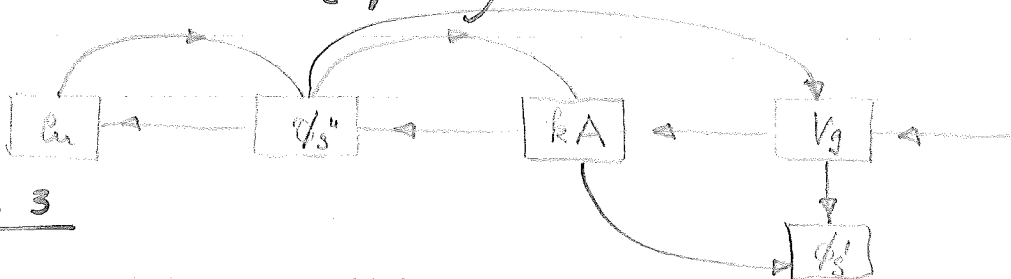


FIG 3

N.B.

a) Notatie  $\boxed{A} \leftarrow \boxed{B}$  wil zeggen: A is afhankelijk van B.

b) De schema's van fig 2 en 3 zijn, vergeleken met schema van fig 1, in omgekeerde volgorde geteekend, omdat bij z.g. teruggekoppeld systemen de berekening van partiële totale overdrachtsfuncties van achter naar voren ( $\Phi_s$ ) eenvoudiger is.

6. Met behulp van bovenstaande gegevens kan men nu de volgende statische en dynamische stofbalansen opstellen.

$$\bar{\Phi}_9'' = k \Phi_1 \bar{C}_u \quad \dots \dots (3) \quad \Phi_9'' = k \Phi_1 C_u + kV \frac{dC_u}{dt}$$

$$\bar{\Phi}_1'' = K \cdot KA \cdot (C_{y_2} - \bar{C}_u) \dots (4) \quad \Phi_1'' = KA \cdot k (-C_u) + (C_{y_2} - \bar{C}_u) \cdot k$$

$$= A C_u + B KA \dots$$

$$\bar{\Phi}_9 = \bar{\Phi}_9' + \bar{\Phi}_9'' \quad \dots \dots (5) \quad \Phi_9 = \Phi_1' + \Phi_1'' + \bar{y} \frac{dV}{dt}$$

7. Men kan hiermede het volgende tekening schema tekenen

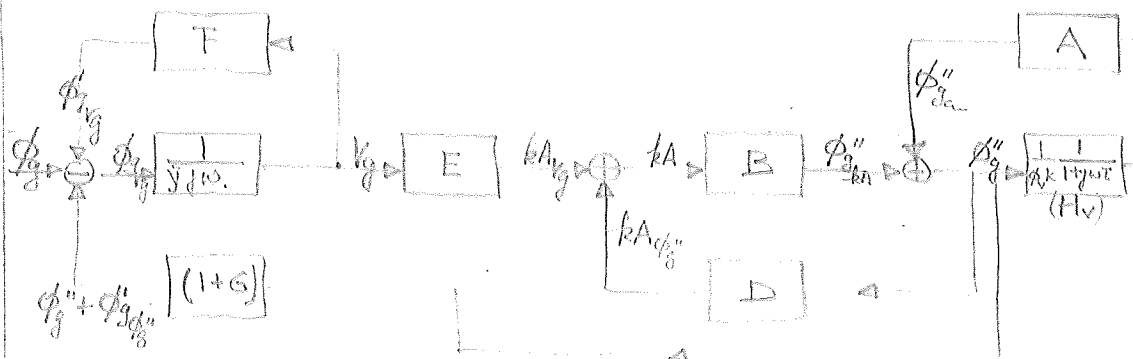


fig 4

8

De berekening van dit blokschema  
 levert de overdrachtfunctie  $C_u/\Phi_s = H(\omega)$

$$C_u = H_v \Phi_s'' \quad \dots \dots \dots (9)$$

$$C_u = \frac{H_v}{1-A+H_v} \cdot \Phi_{sEA}'' \quad \dots \dots \dots (10)$$

$$\Phi_{sEA}'' = B kA \quad \dots \dots \dots (11)$$

$$C_u = \frac{B H_v}{1-A H_v} kA \quad \dots \dots \dots (12)$$

$$kA v_q = kA - kA \Phi_s'' \quad \dots \dots \dots (13)$$

$$kA \Phi_s'' = D \Phi_s'' \quad \dots \dots \dots (14)$$

$$kA v_q = \left( \frac{1-A H_v}{B H_v} \right) C_u - \frac{D}{H_v} \cdot C_u = \frac{1-A H_v - B D}{B H_v} \cdot C_u \quad \dots \dots (15)$$

$$kA v_q = E v_q \quad \dots \dots \dots (16)$$

$$v_q = \frac{1-A H_v - B D}{B E H_v} \cdot C_u \quad \dots \dots \dots (17)$$

$$v_q = \frac{1}{j \omega \bar{y}_u} \cdot \Phi_{svq} \quad \dots \dots \dots (18)$$

$$\Phi_{svq} = \frac{(1-A H_v - B D) j \omega \bar{y}_u}{E B H_v} C_u \quad \dots \dots (19)$$

$$\Phi_s = \Phi_s' + \Phi_g'' + \Phi_{svq} \frac{V_g}{B} \quad \dots \dots (20)$$

$$\Phi_s = F v_q + G \Phi_s''$$

$$\Phi_g = \frac{F(1-A H_v - B D)}{E B H_v} C_u + \frac{(1-A H_v - B D) j \omega \bar{y}_u}{E B H_v} C_u + \frac{(1+G)}{H_v} C_u$$

$$C_u/\Phi_g = \frac{E B H_v}{(F + j \omega \bar{y}_u)(1-A H_v - B D) + E B (1+G)} \quad H_v = \frac{1}{L} \cdot \bar{y}_u$$

$$C_u/\Phi_g = \frac{E B}{L} \cdot \frac{1}{j \omega^2 (\bar{y}_u - \bar{y}_u B D) + j \omega \left\{ F \bar{y}_u - B D F \bar{y}_u + \bar{y}_u - B D \bar{y}_u - \frac{A \bar{y}_u}{L} \right\} + \left\{ F - F B D + E B - \frac{A F}{L} \right\}}$$

$$C_u/\Phi_g = \frac{E B}{L \alpha} \cdot \frac{1}{(1 + j \omega/\beta)(1 + j \omega/\gamma)}$$



$\alpha, \beta, \gamma$  zijn afhankelijk van de constant en de waarden en  $\delta$  differentiaal quotiënt

$$A = \left[ \frac{\partial \bar{\phi}_s''}{\partial \bar{a}} \right]_{kA=0} = -k \bar{kA}$$

$$B = \left[ \frac{\partial \bar{\phi}_s''}{\partial \bar{kA}} \right]_{\bar{a}=0} = (\gamma - \bar{a})k.$$

$$D = \left[ \frac{\partial \bar{kA}}{\partial \bar{\phi}_s''} \right]_{Vq=0}$$

$$E = \left[ \frac{\partial \bar{kA}}{\partial \bar{V}_q} \right]_{\phi_q''=0}$$

$$F = \left[ \frac{\partial \bar{\phi}_q'}{\partial \bar{V}_q} \right]_{kA=0}$$

$$G = \left[ \frac{\partial \bar{\phi}_q'}{\partial \bar{kA}} \right]_{Vq=0}.$$

$$L = \sqrt{\phi_0 k} \quad \tau = \sqrt{\phi_0} \quad 0 \leq \omega < 3.$$

+

# 9 Symbolen

$\Phi_g$	inkomende $CO_2$ stroom
$\Phi_g'$	uitgaande " " gasphase
$\Phi_b$	" " " " bloei- of fase
$V_g$	gashouding ( $CO_2 +$ inert gas)
$D_i$	gem. diam. gasbel.
$N$	tot aant. gasbellen
$A$	tot oppervl. gasbellen
$y_i$	deel $CO_2$ in inkomende gasstroom
$y_u$	" " " " uitgaande
$(R_{g_i})$	representeert stroming gasphase i react.
$(R_{g_b})$	" " " " in gasbel.
$(S_{g_i})$	" " " " stofoverdr. gasphase
$(S_{g_b})$	" " " " bloei- of fase
$C_{y_i}$	$CO_2$ conc in bloei- of " in evenwicht met $y_i$
$C_i$	ingående $CO_2$ conc. in bloei- of fase
$C_u$	uitgaande " " " "
$(R_{e_i})$	representeert stroming i bloei- of fase
$\Phi_b$	bloei- of fase
$V$	bloei- of fase
$n$	toerental rotor

Teken zonder streep : 1) grootheid i.h.a.  
 2) max. ampl. geïmponeerd

Teken met streep : gem. constant deel van de

$\Phi_g''_{KA}$  betekent hydrate aan verhoging  $\Phi_g''$  door  
 verhoging van  $K_A$ .