

5

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

Afstudeerverslag No. 243.

door

H. Van Kuyk. 1951.

5

slechte origineel

26 v Kuyk

H

COPIE

Archief

5

50/2732a/vvvt.

Publiektoelating III.

Voortgezette notingen over de veringsgesteldheid van zuiver ijs.

A.T.A., Springende 5, Den Haag.

Proeven verricht in April - Juni 1950 door H. van Gulik.

Overzicht en conclusies.

In dit deel worden in aansluiting op de rapporten van H. Steenling enkele proeven vermeld over de bepaling van de maximale verdampingsnelheid van zuiver ijs.

Uit de hierbij en door Steenling gevonden waarden van de "verdampingscoëfficiënt" krijgt men de indruk dat onder daarvoor gunstige condities de theoretisch maximale verdampingsnelheid, althans tussen  $-60$  en  $-40^{\circ}\text{C}$  kan worden bereikt. Het feit dat bij de proeven over dit onderwerp ook enigzins lagere waarden van de verdampingsnelheid worden gevonden is vermoedelijk terug te brengen tot de invloed van de cilindrische wand van de verdampingsruimte, die de vrije straling rent en waarvan het effect als stralingsoverstand kan worden opgevat.

Dit remmende effect werd in enkele proeven verbeterd door het aanbrengen van extra wandoppervlak tussen de verdampers en condenser.

Als eind conclusie van alle aan zuiver ijs in vacuo verrichte metingen kan genoemd worden dat het verdampingsmechanisme zelf in de praktijk geen enkele balansering zal vormen voor de droogzaamheid bij sublimatiedroging.

Mer zijn de mogelijkheid van voldoende warmteovervoer en de weerstand van de reeds gedroogde laag product voor dampstroming maatgevend.

Inhoud:

- § 1. Inleiding.
- § 2. Bepaling van de maximale verdampingsnelheid.
- § 3. Discussie van de resultaten vermeld in 2.
- § 4. Proeven met kunstmatig weerstand tussen verdampers en condenser.
- § 5. Discussie van de resultaten vermeld in 4.

## § 1. Inleiding.

De hier beschreven proeven moeten gezien worden als vervolg op de metingen van L. Bismuthing, beschreven in de rapporten "Metingen over de verdampingsgemaktheid van ijs", deel I en II, in het vervolg afdruktedrukking I en II genoemd. Voor de wijze waarop en het toestel waarin gemeten werd, wordt verwezen naar de genoemde rapporten.

Bismuthing bepaalde de maximale verdampingsgemaktheid van ijs, met en zonder vreemd gas in de vacuümrucite. Hij vond, dat bij een ijs-temperatuur tussen  $-4^{\circ}$  en  $-10^{\circ}\text{C}$  deze verdampingsgemaktheid vrijwel overeenstemt met de theoretische waarde volgens de theorie van Lindemann, wanneer de concentratie van niet condenseerbaar gas klein genoeg was in vergelijking met de waterdampconcentratie. De verhouding tussen de praktische en de theoretische verdampingsgemaktheid kan worden voorgesteld door een verdampingscoëfficiënt  $f$  (ook wel accommodatiecoëfficiënt in de theorie van de verdichte gassen, welke ten hoogste de waarde 1 kan hebben).

Deze maximale waarde kan theoretisch slechts bereikt worden, als de moleculen die het ijsoppervlak verlaten geen kans hebben om door botsingen met een vast of met andere moleculen weer terug gestraald te worden. Onder de omstandigheden van Bismuthing's proeven was de druk niet zo laag (d.w.z. de gemiddelde vrije weglengte van de moleculen was kleiner dan de afstand verdampers - condensor) dat hierdoor de waarden van  $f$  tussen 0,6 en 1 konden worden bereikt. De bewaarde zich voltooide moleculen in de dampvacuümrucite, waartegen de verdampende moleculen erden kunnen botsen. De grote  $f$ -waarden kunnen echter verklaard worden door het feit, dat alle botsende moleculen een grote van de verdampers af gerichte systematische snelheid bezitten, die van de orde van de gemiddelde thermische snelheid van de moleculen is. In dat geval is het weinig waarschijnlijk dat een botsing een terugvallet van een molecuul op het verdampend oppervlak tengevolge heeft.

Wanneer de verdampende moleculen echter de kans hebben op hun weg van verdampers naar condensor een vast oppervlak te treffen, waarna ze dat in willekeurige richting verlaten, kan men een waarde van  $f$  verwachten, die kleiner dan 1 is. Dit is echter geen verlaaging van de eigenlijke "accommodatiecoëfficiënt", maar een optreden van weerstand tegen de dampstraling. In de hier gebruikte opstelling was de diameter van de cilindervormige verdampers en condensor resp. o.a. 75 en 90 mm, terwijl de afstand ertussen kan variëren van 15 tot 50 mm. De zijwanden die de verdampingsvacuümrucite afsluit kan dus slechts een klein effect hebben op de waarde van  $f$ .

In het laatste te controleren werden een aantal metingen verricht ter aanvulling van Bismuthing's werk over de maximale verdampingsgemaktheid bij afstanden van o.a. 44 en 12 mm. Over de juistheid van de laatste metingen hoort echter enige onzekerheid, wegens experimentele moeilijkheden. Deze metingen en de discussie ervan zijn beschreven in § 2 en § 3.

Verder worden er enkele metingen verricht, waarbij tussen verdampers en condensor wel-bevult een stralingsweerstand was aangebracht, in de vorm van een siliciumvoer. Inzake dit wordt hierdoor de waarde

van f aanzienlijk lager dan 1. De metingen en resultaten worden in § 4 en § 5 behandeld.

Tenslotte moet opgemerkt worden, dat het in dit gedeelte gepresenteerde onderzoek van theoretisch aard is, doch de resultaten zijn, vooral niet zeer nauwkeurig, wetenschappelijk van belang.

Bij de praktische neutralisatieproef met de bestaande installatie wordt de hier onderzochte maximale verdampingsnelheid niet bereikt, omdat de toevorstingsnelheid van de te leveren verdampingsaandeel steeds onvoldoende is. Maar het is bij, dat bij het drogen van producten de uitgasingsnelheid laag om zeer grote stroomafgevoerdheid voor de watering kan bezitten, want deze niet om de warmtestroom, maar het beschikbare dampingsvermogen de belangrijke factor voor de droogzaamheid is. In het laatste zal in de rapporten "Publicatie droging" IV en V worden ingegaan.

§ 2. Beoordeling van de maximale verdampingsnelheid.

Deze metingen werden gedaan met het doel te zien in de werking van de apparatuur te krijgen en om de aanwijzingen van de fabrikant te controleren.

Speciaal moest uitgegaan worden of verlenging van de afstand tussen condenser en verdamper tot de maximaal beschikbare waarde n.l. 16 cm reeds een verdere verlenging van de accumulatie-coëfficiënt f gaf.

Hierbij werden twee series metingen gedaan n.l.

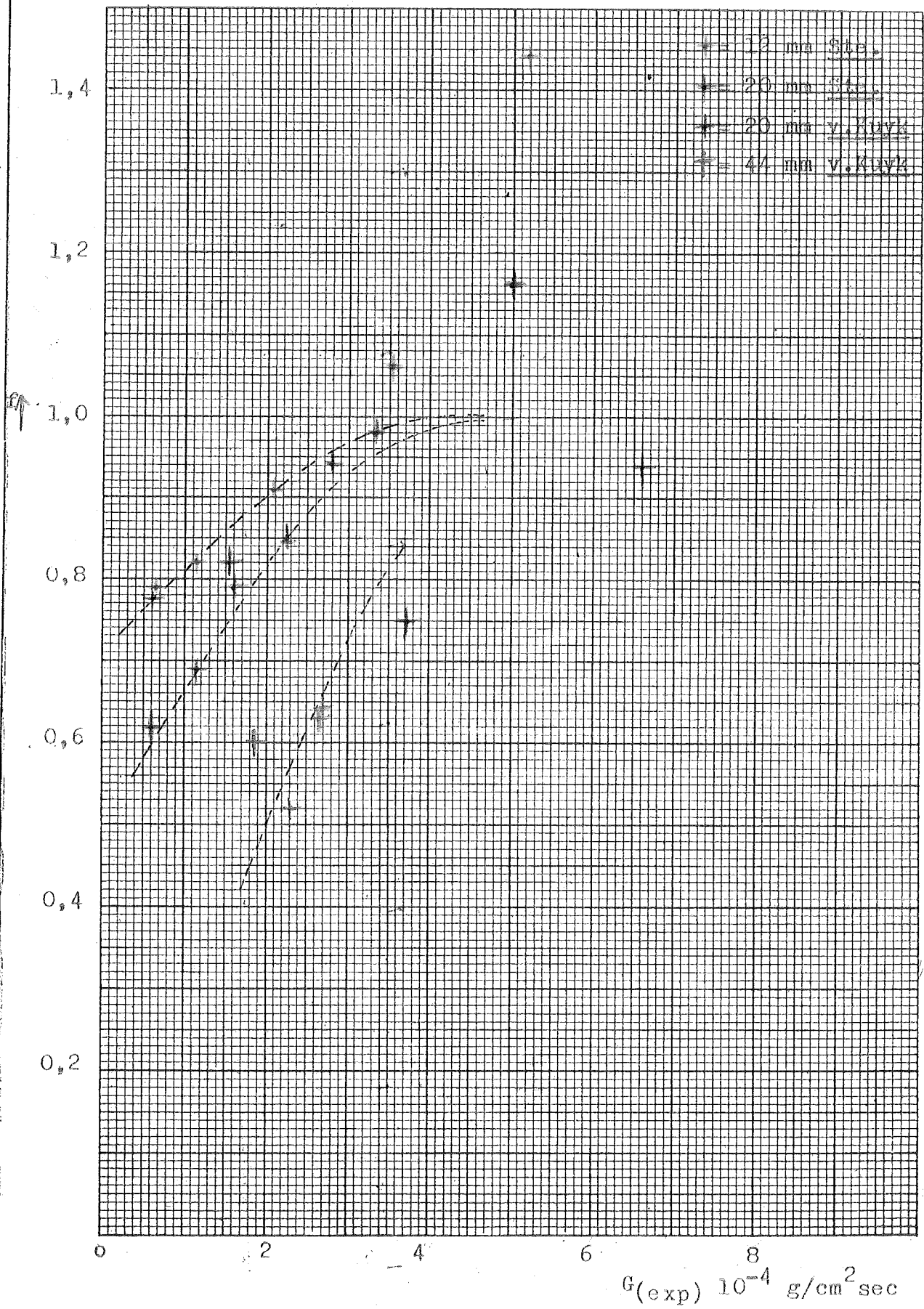
- 1) proeven bij ongeveer  $\frac{1}{2}$  cm afstand (87 t/m 90)
- 2) " " " " " " " " (91 t/m 101).

De betrouwbaarheid van sommige proeven van de laatste serie moet echter betwijfeld worden door de luchtdruk hierbij zeer waarschijnlijk niet laag genoeg was n.l.  $\approx 10^{-2}$  mm Hg (proef 95 99 101).

Vooral meer veel tijd besteed werd aan het opzetten en verstellen van leiding en andere factoren die het vacuüm opzetten en verstellen is het niet zelden gelukken de apparatuur voldoende te verbeteren dat het vacuüm zeer hoog genoeg voor deze speciale proeven werd. De reden kan hiervoor zijn dat:

- a) de weersomkeering van de doorvoeren niet voldoende is.
- b) de geleidingen en het kurvendich leidingmateriaal hiervan zeer veel gas afscheidt.

De metingen zijn in tabel 3 vermeld.



Verdampingscoëfficiënt als functie van  $G_{(exp)}$

Fig 1.  
Sublimatiedroging III

Tabel I

Afstand m	No proef	Stook ener- gie Watt	exp. $\frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dt}$ $\frac{1}{\text{cm}^2 \text{ sec.}}$	Sam.temp. verd.opp. °C	Gen.temp. cond.opp. °C	$\Delta T$ v. kond. °C	$\frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dt}$ $\frac{1}{\text{cm}^2 \text{ sec.}}$	f	druk mm Hg
16 - d dag 2 van	87	57	1,86	-51,2	-51,7	0,5 ± 0,1	0,60 ± 0,02		2.10 <sup>-3</sup>
	88	62	2,37	-50,3	-51,8	1,5 ± -	0,52 ± -		2.10 <sup>-3</sup> v
	89	72	2,70	-49,3	-47,6	1,7 ± 0,7	0,80 ± 0,11		2.10 <sup>-3</sup> v
16 - d	91	72	2,65	-49,2	-50,4	1,2 ± 0,1	0,63 ± 0,02		2.10 <sup>-3</sup> v
	94	54,8	1,59	-52,8	-51,8	1,0 ± 0,2	0,78 ± 0,20		10 <sup>-3</sup> v
	95	57	2,11	-51,7	-51,6	0,1 ± 0,2	0,65 ± 0,05		2.10 <sup>-3</sup>
	99	57	1,70	-46,7	-56,9	10 ± 1,0	0,72 ± 0,13		1.10 <sup>-2</sup>
	100	54,4	1,55	-51,8	-55,5	4 ± 0,5	0,82 ± 0,14		2.10 <sup>-3</sup> v
	101	54	2,07	-51,8	-48,9	2,9 ± 0,5	0,65 ± 0,17		2.10 <sup>-3</sup>

x) Hier is niet de toevallige meetfout bedoeld maar de variaties in  $G_{max}$  berispend op de waargenomen temperatuur variaties.

De lage waarden voor f gevonden bij de proeven 95, 99 en 101 zijn te wijten aan de te hoge druk in de verdampingskamer.

f 1. Afwijking van de simulatie van f 2.

In fig. 1 zijn de hier vermelde waarden van de verdampingcoëfficiënt f, tezamen met die van  $\frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dt}$  uitgezet tegen  $\Delta T_{exp}$ .

Wanneer de betrekkelijk grote spreiding kan hieruit worden geconcludeerd, dat:

- a) f met toenemende  $\Delta T$  tot de waarde 1 nadert.
- b) de afwijking van 1 afhankelijk is van de afstand condensor-verdamper.

Dit is dus zeer waarschijnlijk een vanderwaals effect.

- c) waarden bij relatief grote  $\Delta T$  veel kleiner betroubaar zijn dan bij kleine.

Dit is te begrijpen daar het drukverschil exponentieel toeneemt met het temperatuurverschil en het laatste een constante negatieve fout heeft van enkele tienden graden C.

Verder duist bij grote  $\Delta T$  een proef naar kort.

conclusie

De gemiddelde accommodatiecoëfficiënt is gelijk aan 1.

Dit wil in het algemeen zeggen dat alle moleculen die van het oppervlak afkomen de thermische eigenschappen van dit oppervlak hebben of hebben overgenomen.

Als de verdampingscoëfficiënt hier iets lager dan 1 is kan dit geweten worden aan de een-zijde invloed van de wand. Als de wandinvloed te verwaarlozen is wordt de verdampingscoëfficiënt weer 1, ofschoon de gemiddelde vrije weglengte van de moleculen kleiner is dan de afstand verdampers-condensator. Dit hangt waarschijnlijk samen met het feit dat de systematische eenheid van de moleculen van de orde van grootte van de theoretische moleculaire eenheid is.

§ 4. Experiment met inschakeling waartoe twee verdampers en condensator.

Om de invloed van het zijdelingse wand oppervlak nader te bestuderen werden een serie proeven gedaan (91 t/m 95) waarbij tussen de verdampers en de condensator een extra straalplaaterveld was aangebracht.

Dese waartoe bestond uit een spiraal van aluminium blak met 0,1 mm dikte. De windingen ervan hadden een onderlinge afstand van 4 mm terwijl de hoogte 2 cm was. De diameter van de buitenste winding was o.v.a. 90 mm.

De resultaten van dese proeven zijn vermeld in tabel II.

Tabel II

(afstand verdampers - condensator = 16 mm)

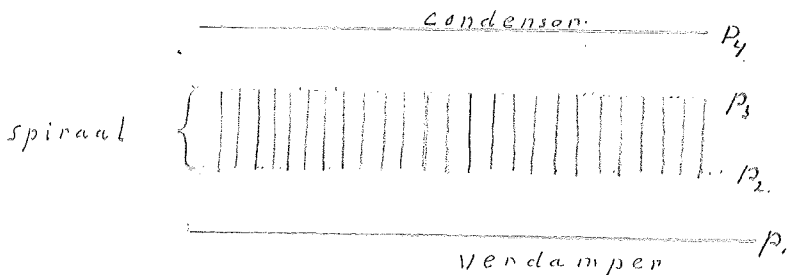
Proef no.	stroom-charge - sett	1. exp. $\frac{10^{-4} \text{ gr}}{\text{cm}^2 \text{ sec.}}$	2. exp. temp. v.h. d. j. - exp. °C.	3. exp. temp. v. d. j. - exp. °C.	4. exp. $\frac{10^{-4} \text{ gr}}{\text{cm}^2 \text{ sec.}}$	$\beta$
91	30,5	1,10	-51,6	-57,0	3,90	0,28
		1,24	-49,5	-57,0	5,17	0,28
92	42	1,55	-40,5	-55,2	5,22	0,38
		1,55	-47,1	-55,3	6,21	0,26
95	71	2,62	-40,7	-42,0	8,28	0,32
		2,62	-41,9	-52,0	11,9	0,22

Het blijkt dat door inschakeling van deze waartoe de verdampings-eenheid o.v.a. 25 à 30% van de maximale waarde is geworden.

§ 4. Bespreking van de voorgaande resultaten.

Het is niet mogelijk het gevonden effect kwantitatief te verklaren.

Vol kan een exacte beeld worden ontworpen dat het waarschijnlijk is althans in principe juist weersprekt.



In bovenstaande fig. zijn 4 vlakken van constante druk getekend  $P_1, P_2, P_3$  en  $P_4$ .

De vlakken  $P_2$  en  $P_3$  kunnen nu beschouwd worden als een condensator- resp. verdampers-oppervlak.



De waarde van  $\beta_2$  zal zich zodanig instellen dat  $G$  de maximale verdampingssnelheid is behorend bij  $\beta_1 = \beta_2$ , daar we over deze korte afstand  $l = 1$  mogen stellen. Evenso is  $\beta_3$  bepaald doordat  $G$  tevens de maximale verdampingssnelheid is van  $\beta_3$  naar  $\beta_4$ .

Dan is dus

$$G = \frac{0,24G}{\beta_2} \left( 1 - \beta_2 \right) = \frac{0,24G}{\beta_3} \left( \beta_3 - \beta_4 \right)$$

Merkt men is  $G$  uitgedrukt in  $g/cm^2 \text{ sec}$  en  $\beta$  in  $ms$ .

Kiesmen is het dus mogelijk om bij elk der genoemde proeven het drukverschil  $\beta_2 - \beta_3$  te berekenen dat als stralingsweerstand van de spiraal moet worden opgevat. Met de gegevens uit tabel II kunnen we nu de volgende resultaten afleiden (tabel III)

Voor de temperaturen van  $G$  is hier het gemiddelde per proef genomen

proef no	$G$ exp. $10^{-4} g/cm^2 \text{ sec}$	$\beta_1$ $10^{-3} ms$	$\beta_2$	$\beta_3$	$\beta_4$	$\beta_2 - \beta_3$	$\beta_2 - \beta_3$
91	1,17	27,5	30,5	9,8	3,0	10,7	15,2
92	1,55	36,8	29,4	9,9	3,9	19,5	19,7
93	2,62	66,2	51,1	21,4	6,1	36,7	35,8

Indien nu de stralingsweerstand wordt bepaald door viscoze stranding (Poiseuille) dan zou de volgende evenredigheid moeten gelden:

$$G \sim (\beta_2 - \beta_3)^{1/2}$$

Bij Knudsen stranding geldt daarentegen

$$G \sim (\beta_2 - \beta_3)$$

Uit de tabel blijkt dat het laatste type stranding overheerst. Dit is ook te verwachten op grond van de gemiddelde vrije weglengte die  $\pm 25$ ,  $\pm 20$ ,  $\pm 15$   $\mu$ s bedraagt voor de proeven 91, resp. 92 resp. 93, terwijl de dikte van de spiraal slechts  $\frac{1}{2}$   $\mu$ s bedraagt.

Een zeer ruwe berekening volgens Knudsen levert waarden van  $(\beta_2 - \beta_3)$  die o.a. 2x hoger zijn dan de gevonden waarden.

Ofschoon een nadere discussie van dit probleem hier niet op zijn plaats is moet toch worden geconstateerd, dat deze proeven hebben bijgedragen tot een beter begrip van de rol van de stralingsweerstand, die zich ook in het uitgebrachte proefet manifesteert.

Delft, 8 November 1954.

Technisch Physische Dienst,

*H. v. Kuyk*

H. v. Kuyk.

COPIE

*prof. Kromers*

50/2970a/vk/2.

Substantieleving IV.

A.P.A., Dorlingakade 9, Den Haag.

## METIEKEN OVER DE DROOGSNELHEID VAN OPLOSSINGEN EN SUSPENSIES.

Proeven verricht in Juni - Juli 1950 door

H van Kriek.

### Overzicht en conclusies

In dit verslag worden enkele proeven vermeld over de droging van oplossingen en suspensies in water.

Uit de gevonden waarden van het dampspanningsverschil over de poreuze laag blijkt dat de stromingsweerstand van de poreuze laag relatief groot kan zijn.

Uit deze voorlopige proeven krijgt men de indruk, dat het voornamelijk de permeabiliteit van de uitgedroogde laag voor waterdamp is, die de verdampingsnelheid beperkt. Een onderzoek van deze permeabiliteit is dus zeker van belang.

### INHOUD.

1. Inleiding.
2. Meetinrichting.
3. Resultaten der proeven.
4. Discussie.

Aanhangsel; betreffende de resultaten der proeven met handelsmelk.

### NOEMVALATUUR.

Aanduiding	Betekenis	Eenheid
$\dot{G}_{exp}$	verdampingsnelheid	$g/cm^2 \text{ sec}$
$G_0$	massa van de te drogen stof aan het begin van de proef.	g
$G$	idem tijdens een proef	g
$T_{vg}$	temperatuur verdamper, gemeten	$^{\circ}C$
$T_{vo}$	temperatuur verdamper oppervlak	$^{\circ}C$
$T_{cg}$	temperatuur condensor, gemeten	$^{\circ}C$
$T_{co}$	temperatuur condensor oppervlak	$^{\circ}C$
$\Delta T_v$	temperatuur verschil over te verdampen bevroren laag	$^{\circ}C$
$\Delta T_c$	temperatuur verschil over ijslaag op de condensor	$^{\circ}C$
$\Delta p$	drukverschil over uitgedroogde laag	mm Hg.
$x$	dikte uitgedroogde laag	(mm)

## § 1. INLEIDING:

Vorige onderzoeken aan zuiver ijs hadden uitgewezen dat de sublimatiesnelheid van ijs, bij lage temperatuur en bij afwezigheid van stromingsweerstand tussen verdampers en condensers, voldoet aan de formule van Knudsen met verdampingscoëfficiënt = 1. (zie Mindconclusies "Sublimatiedroging III") Hierna werden metingen gedaan aan oplossingen en suspensies om de invloed van de poreuze laag op de droging na te gaan. Bij deze proeven, die dus ten doel hadden de stromingsweerstand van de uitgedroogde laag te bepalen, werd het temperatuurverschil tussen verdampers en condensers gemeten bij constante verdampingsnelheid en als functie van de hoeveelheid verdampt ijs. Hieruit kon bij benadering het drukverval  $\Delta p$  over de poreuze laag berekend worden. Dit bleek in verschillende gevallen bij constante verdampingsnelheid ongeveer lineair met de dikte  $x$  ervan toe te nemen. Er werden echter ook sterk afwijkende resultaten gevonden.

Deze spreiding was een gevolg van experimentele omstandigheden, niet alleen bij de proef zelf maar vermoedelijk ook bij het bevroren van het monster. Tevens is het mogelijk dat de monsters van de onderzochte stoffen (voornamelijk standaardmelk) onderling zeer verschillen.

De proeven werden gedaan met verschillende oplossingen nl.  
serie a: 2 proeven met ondermelk met 13% resp. 9% droge stof.  
" b: 2 " " caseïne oplossing met 7% droge stof.  
" c: 10 " " handelsmelk (Sterovita).

De series a en b waren van oriënteerende aard om na te gaan of de bestaande opstelling voor het meten aan oplossingen en suspensies geschikt was.

## § 2. MEETOPSTELLING:

Het werd op grond van de proeven van de series a en b wenselijk geoordeeld een condensortemperatuur van ca  $-30^{\circ}\text{C}$  aan te houden. Dit is een temperatuur die ook in de praktijk zonder veel moeite kan worden verwezenlijkt.

Hi bleek echter dat de temperatuur van het koelcircuit in dit bereik niet goed regelbaar was. Practisch alle petroleumether die van de condensor kwam werd nl in de bestaande opstelling zonder afgekoeld te zijn weer naar de condensor gepompt, terwijl slechts een klein deel van de petroleumether uit het bad van  $-75^{\circ}\text{C}$  werd betrokken. Variaties in deze kleine hoeveelheid konden aanzienlijke veranderingen in de condensortemperatuur ten gevolge hebben.

Om deze temperatuurregeling soepeler te maken werd tussen de afvoer van de condensor en de toevoer uit het bad naar de pomp een koelspiraal aangebracht, zodat de koelvloeistof voor de condensor nu indirect gekoeld werd. De spiraal werd gemaakt van roodkoperen pijp van 9 mm diameter en met een lengte van 1,70 m.

Het de reeds bestaande mengkraan kon nu de condensor temperatuur bij  $-30^{\circ}\text{C}$  redelijk constant gehouden worden.

Een moeilijkheid, die bij deze tamelijk hoge condensortemperatuur optrad was, dat de condensor zijn nuttig effect als zodanig ging verliezen, daar, door de hoge waterdampspanning in de verdampingsruimte, een groot deel van de gevormde waterdamp er niet op condenseerde maar meegenomen werd naar de knikval in de hoogvacuumleiding.

Gedurende de proef werd hier geen hinder van ondervonden. Alleen moest telkens als dit water ontbeoid was, het uit de kokval verwijderd worden.

§ 3. RESULTATEN DEEL PROEVEN MET OPLASSTIKKEN EN SUSPENSIES:

In tabel I zijn de omstandigheden verenigd, waaronder de proeven van de series a, b en g zijn uitgevoerd. Voor de proeven waarbij bij benadering een lineair verband bleek te bestaan tussen de dikte van de poreuze laag  $x$  en het drukverval hierover is in de laatste kolom van de tabel de toename van het drukverval per mm uitgedroogde laag aangegeven ( $d\Delta p/dx$  in mm Hg/mm). Van de proeven 107 t/m 116 is in het A nhangsel het verloop van de temperaturen en drukken geheel aangegeven. Grafieken I en II geven van deze proeven  $\Delta p$  als functie van  $x$ . Zij worden in § 4 besproken.

Tabel I.

Stof	no proef	Stoekener- gie Watts	$Q_{exp}$ $10^{-4}$ g/cm <sup>2</sup> sec.	$-T_c$ °C	$-T_{vo}$ °C	$d\Delta p/dx$ mm Hg/mm.
serie a						
melk 18% dr.stof	96	14	0,42	50-49	24,1-22,2	0,30
melk 9% dr.stof	97	20,6	0,59	60-35	47,3-18,2	0,44
serie b						
cascine 7% dr.stof	105	16	0,55	61-41	40 - 28	0,17
" " "	106	29,4	0,82	43-39	33 - 24	0,44
serie g						
Handels- melk	107	20	0,66	26,3-25,7	23,2-16,9	0,32
(Sterovita	108	30	0,92	32,5-26,7	25,9-19,0	0,39
volle fles	109	30	0,90	32,1-27,7	25,4-19,5	0,37
son melk)	110	40	1,15	32,1-31,5	24,5-20,9	0,38
	111	30	0,92	32,8-32,3	29,4-21,6	0,40
	112	30	0,90	30,2-28,5	22,4-18,3	0,11
	113	50	1,69	32,1-29,0	17,8-15,3	2)
	114	60	1,82	33,6-30,2	19,6-12,6	0,33
	115	80	2,44	32,3-29,1	16,4-15,6	2)
	116	100	2,93	28,9-26,8	16,2-14,3	2)

- 1) Hier is aangegeven tussen welke temperaturen de oppervlaktetemperaturen verliepen. De eerst en laatst genoemde waarden in beide kolommen behoeven dus niet bij elkaar te horen.
- 2) zie grafiek II on § 4.

Er zijn drie effecten aan te wijzen, die deze metingen minder betrouwbaar maken dan de bepalingen met zuiver ijs.

a) Het drukverval over de damprijste zelf is onbekend doch wegens de constante vertarpingsnelheid tijdens een proef onveranderlijk. Tevens is onder de gegeven condities dit drukverschil zeer klein vergeleken met het drukverschil over de poreuze laag, zodat dit effect geen extra onzekerheid met zich meebrengt.

b) De bekende hoeveelheid ijs, die door verdamping is verdwenen, komt gedeeltelijk op de condensor en gedeeltelijk in de lading van de vacuumpomp terecht. Bij een condensortemperatuur van  $-30^{\circ}\text{C}$  is de laatste hoeveelheid relatief groot, zodat enige onzekerheid bestaat over de dikte van de ijslaag op de condensor, en dus ook over de oppervlakte-temperatuur van het ijs op de condensor  $T_{\text{co}}$ . De laatste moet immers verstoren worden door bij de gemeten condensortemperatuur  $T_{\text{co}}$  op te tellen de volgende correctie:

$$\Delta T_{\text{co}} = \frac{\text{onzeker gedeelte van de warmtestroomdichtheid} \times \text{onzekere dikte.}}{\text{warmtegeleidingsvermogen van ijs}}$$

Bij de verwerking van de metingen is getracht deze correctie zo goed mogelijk te schatten. Niettemin moet de totale onzekerheid in de temperatuur van het ijsoppervlak op  $\pm 0,4^{\circ}\text{C}$  worden gesteld. Dit is bij  $-30^{\circ}\text{C}$  een onzekerheid van  $\pm 0,02$  mm Hg in de druk.

c) Het warmtegeleidingsvermogen van de bevroren oplossing of suspensie is niet bekend, doch zeker iets lager dan dat van zuiver ijs. Bij gebrek aan gegevens hierover werd het temperatuurverval  $\Delta T_{\text{v}}$  over de bevroren oplossing met de laatst genoemde waarde berekend.

Is bijvoorbeeld het werkelijke warmtegeleidingsvermogen 10% lager dan dat van zuiver ijs, dan worden de correcties  $\Delta T_{\text{v}}$  (zie tabellen in het ahangsel) 10% groter. Naarmate de verdamping van een monster voortschrijdt wordt  $\Delta T_{\text{v}}$  kleiner, en dus ook de fout die men in  $\Delta p$  maakt.

De in grafiak I en II aangegeven waarden van  $\Delta p$  kunnen dus te groot zijn, en wel des te meer naarmate  $\lambda$  kleiner is. Verhoedelijk zal dus  $d\Delta p/dx$  groter zijn dan aangegeven in tabel I.

Het is niet in het algemeen aan te geven hoe groot de invloed van een bijv. 10% lager warmtegeleidingsvermogen op  $\Delta p$  is. Voor de eerste waarneming van proef 116 zou  $\Delta p = 0,73$  mm Hg worden i.p.v. de nu aangegeven waarde van 0,62. Bij proef 112 zou de nu zeer lage waarde van  $d\Delta p/dx = 0,11$  mm Hg/cm dan 0,17 mm Hg/cm worden, d.w.z. bijna 30% hoger.

Toch kan niet geconcludeerd worden dat het zo mogelijk in rekening brengen van de effecten  $h$  en  $g$ , de gevonden resultaten waardevoller zouden maken. *o.a.* wegens de reeds genoemde verschillen in de monsters zelf.

#### β. DISCUSSIE VAN DE VOORGAANDE RESULTATEN.

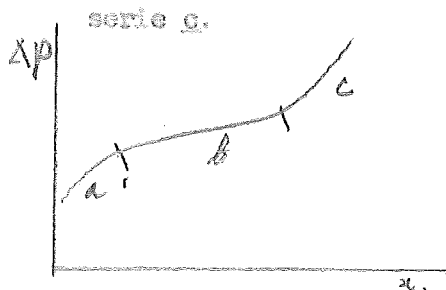
serie a en b.

Deze bevatten te weinig proeven om hier kwantitatieve gegevens uit te halen. Zij geven slechts de orde van grootte van  $d\Delta p/dx$  nl. 0,10 mm Hg/cm bij ca  $0,7 \cdot 10^{-4}$  g/cm<sup>2</sup>sec. Dit komt overeen met de volgende temperatuurgradiënt over de poreuze laag bij een bepaalde gemiddelde temperatuur van de verdampers  $T_{\text{v}}$

$T_{\text{v}}$	-10	-20	-30	-40	$^{\circ}\text{C}$
$\frac{dT}{dx}$	2,5	6	16	73	$^{\circ}\text{C/cm}$ .

Voor een effectief proces is het de moeite waard de invloed van de verdampertemperatuur op het optredende temperatuurverschil over de poreuze laag nader te bekijken.

De eerste indruk is dat een zo hoog mogelijke verdampertemperatuur gunstig zal zijn.



Bij een nadere beschouwing van grafiek 2 blijkt dat de krommen meestal de nevenstaande vorm hebben. De kromme bestaat dus in het algemeen uit drie delen, nl;

a) een tamelijk steil oplopend deel voor kleine  $x$ . Bij extrapolatie van dit stuk naar  $x = 0$  blijkt er een positief drukverschil over te blijven.

b) Een min of meer recht deel met een helling die de gevraagde  $d\Delta p/dx$  geeft voor dat gedeelte der proef <sup>waar</sup> inloopverschijnselen of nadroging geen invloed hebben.

c) Nadroging. Het temperatuurverschil en het daaruit berekende dampspanningsverschil loopt snel op doordat de stof op de verdamper geen massief ijs meer bevat dat in goed geleidend contact staat met de verdamper.

ad a. Dit verloop wordt waarschijnlijk veroorzaakt door het feit dat ten gevolge van het bevriezingsproces er een concentratieverschuiving heeft plaats gevonden, waardoor de meest naar de condensor gekeerde laag in droge toestand een kleinere permeabiliteit heeft.

Dit kan o.a. een gevolg zijn van opromen van de melk waarbij de room dus een dichte, veel minder water bevattende laag vormt, die op de melk drijft of wel van een segregatie van de in de melk aanwezige zouten door het uitvriezen.

Het genoemde feit dat er bij  $x = 0$  toch een eindig drukverschil uit de extrapolatie zou volgen, kan worden verklaard doordat niet meteen na het begin der proef het temperatuurverschil gemeten werd (wachten tot het vacuüm bereikt is enz) zodat dus in het geheel geen gegevens over de allereerste laag bekend zijn.

ad b. We hebben hier dus te maken met de droging van een homogene massa, waardoor dus een regelmatige toename van  $\Delta p$  met  $x$  te verwachten is.

Bij de proeven 115 en 116 en eventueel ook 113 moeten we wegens de wel zeer vreemde resultaten aannemen dat hier ofwel een fout in de meetopstelling heeft gezeten ofwel dat de correcties verkeerd berekend zijn. Een afnemend drukverschil bij toenemende weglengte is immers hoogst onwaarschijnlijk, tenzij zich bij de droging structuurveranderingen hebben voorgedaan.

ad c. Deel c wordt veroorzaakt doordat er geen ijs meer aanwezig is op de verdamper. De warmteafvoer is dan dus sterk afgenomen daar de sublimatiewarmte van het ijs niet meer geleverd behoeft te worden. Hierdoor zal de temperatuur van de droge stof dus geen stijgen. De dampspanning van het hierin verspreid aanwezige ijs zal dus ook stijgen waardoor we een nadroging krijgen van de poreuze stof. De gemeten verdampertemperatuur is dan geen maat meer voor de dampspanning.

Bezien we nu grafiek I welke de geëgaliseerde krommen geeft van alle proeven met een verdampingsnelheid van  $0,91 \cdot 10^{-1} \text{ g/cm}^2 \text{ sec}$  dan valt ons op dat ze twee aan twee een ongeveer gelijk verloop hebben.

De twee verschillende typen van krommen tonen een opvallend verschil. Bij 108 en 111 wordt de weerstand gelijkmatig groter bij toenemende dikte van de droge laag. Bij 109 en 112 schijnt vooral aan het oppervlak een lage permeabiliteit aanwezig te zijn. Dit laatste zou dus met een concentratieverschuiving tijdens het bevriesen kunnen samenhangen.

Grafiek II geeft de overige krommen met de krommen die door middeling verkregen zijn uit de proeven 108 + 111 en 109 + 112. Hierin komt wel zeer sterk de afwijking van het verwachte verloop van de waarde van  $\Delta p$  bij verschillende  $G_{exp}$  en oenzelfde  $x$  tot uiting.

Uit de gegevens, die ons nu ter beschikking staan is geen verband af te leiden tussen  $G$  en  $d\Delta p/dx$ .

Afgezien van het merkwaardige verloop van de krommen 113, 115 en 116 krijgt men wel de indruk, dat  $\Delta p$  niet alleen met de laagdikte  $x$ , maar ook met de verdampings snelheid  $G$  toeneemt. Maar in de poreuze massa kapillairstroming heerst moet men zelfs verwachten dat  $\Delta p$  evenredig met  $G$  is en betrekkelijk weinig afhankelijk van de temperatuur.

Men nader onderzoek in deze verschijnselen is echter zeer gewenst. (Eertij zal uitgegaan moeten worden van een grondstof van een meer reproducteerbare samenstelling dan "Standaard" melk.

Tevens zullen de condities van de bevroering beter moeten worden vastgelegd.

Delft, 16 December 1950.

Technisch Physische Dienst,



H. van Kuyk.



Aanhangsel betreffende de proeven met handelsmelk.

Gegevens voor graf. I en II uit proefresultaten afgeleid.  $G$  is niet proefresultaten zelf.  $G$  in  $\gamma$ . Temp. in  $^{\circ}C$   $\Delta p$  in  $10^{-3}$  mm Hg.

107 $G_0 = 9,0 \gamma$							
G.	$\frac{x}{100}$	T <sub>vo</sub>	$\Delta T_v$	-T <sub>vo</sub>	-T <sub>co</sub>	-T <sub>co</sub>	$\Delta p$
7,5	0,37	21,7	1,5	23,2	26,3	26,3	151
7	0,49	20,4	1,4	21,8	25,8	25,7	208
6,5	0,62	20,8	1,3	22,1	26,5	26,3	215
6	0,75	20,3	1,2	21,5	26,5	26,3	254
5,5	0,87	19,8	1,1	20,9	26,4	26,2	290
5	1,01	19,1	1,0	20,1	26,5	26,2	347
4,5	1,13	18,3	0,9	19,2	26,5	26,2	416
4	1,26	17,7	0,8	18,5	26,5	26,1	469
3,5	1,38	16,2	0,7	16,9	26,2	25,8	602
108 $G_0 = 6,5 \gamma$							
5,5	0,24	24,5	1,4	25,9	32,6	32,5	215
5,0	0,37	22,9	1,3	24,2	31,1	30,9	255
4,5	0,49	21,7	1,2	22,9	29,8	29,6	288
4,0	0,62	20,5	1,1	21,6	28,5	28,2	321
3,5	0,75	19,5	1,0	20,5	27,6	27,3	363
3,0	0,87	18,1	0,9	19,0	27,1	26,7	453
109 $G_0 = ca 10,0 \gamma$							
9,5	0,12	23,0	2,4	25,4	32,1	32,1	227
9	0,24	19,8	2,2	22,0	29,6	29,5	339
8,5	0,37	18,3	2,1	20,4	27,8	27,7	385
8,0	0,49	19,9	2,0	21,9	31,5	31,3	396
7,5	0,62	19,6	1,9	21,5	31,1	30,8	409
7,0	0,75	19,6	1,8	21,4	31,0	30,7	412
6,5	0,87	19,6	1,7	21,3	31,0	30,7	419
6,0	1,01	19,3	1,6	20,9	30,8	30,4	437
5,5	1,13	18,4	1,5	19,9	30,0	29,6	485
5,0	1,26	18,1	1,4	19,5	29,6	29,2	503

<u>110</u>	$G_0 = 8,0 \text{ g}$						
$G$	$x$	$-T_{VE}$	$\Delta T_V$	$-T_{VO}$	$-T_{0g}$	$-T_{00}$	$A \cdot P$
7,5	0,12	22,1	2,4	21,5	32,1	32,1	270
7,0	0,24	20,7	2,2	22,9	31,8	31,7	376
6,5	0,37	20,4	2,1	22,5	31,8	31,6	367
6,0	0,49	20,0	2,0	22,0	31,8	31,6	394
5,5	0,62	19,6	1,8	21,4	31,8	31,5	433
5,0	0,75	19,2	1,7	20,9	31,8	31,5	467
<u>111</u>	$G_0 = 6,5 \text{ g}$						
6,4	0,02	27,7	1,7	29,4	32,8	32,8	91
6,0	0,12	25,7	1,6	27,3	32,5	32,5	157
5,5	0,24	24,8	1,5	26,3	32,5	32,4	196
5,0	0,37	23,8	1,3	25,1	32,5	32,4	249
4,5	0,49	23,2	1,2	24,5	32,5	32,3	275
4,0	0,62	22,3	1,1	23,2	32,5	32,3	344
3,5	0,75	20,7	0,9	21,6	32,5	32,3	440
<u>112</u>	$G_0 = 10,3 \text{ g}$						
9,8	0,12	20,1	2,3	22,4	30,0	30,0	329
9,3	0,24	18,6	2,2	20,8	28,6	28,6	389
8,8	0,37	18,2	2,2	20,4	28,6	28,6	417
8,3	0,49	18,5	2,1	20,6	29,0	28,9	413
7,8	0,62	18,3	2,0	20,3	27,0	28,9	474
7,3	0,75	18,6	1,9	20,5	28,5	28,5	406
6,8	0,87	18,6	1,8	20,4	30,4	30,2	467
6,3	1,01	18,7	1,7	20,4	30,2	30,0	461
5,8	1,13	18,5	1,6	20,1	30,0	29,7	474
5,3	1,26	18,5	1,4	19,9	30,0	29,7	488
4,8	1,38	18,4	1,3	19,7	30,0	29,7	504
4,3	1,52	18,2	1,2	19,4	30,0	29,7	527
3,8	1,64	17,8	1,1	18,9	29,9	29,5	561
3,3	1,76	17,3	1,0	18,3	29,9	29,5	611

113  $G_0 = 12,0 \text{ g.}$

G	$\frac{x}{G_0}$	$-T_{vg}$	$\Delta T_v$	$-T_{vo}$	$-T_{cg}$	$-T_{co}$	$A_p$
11,0	0,24	12,5	5,3	17,8	32,3	32,1	726
10,5	0,37	12,4	5,1	17,5	31,3	31,0	726
10,0	0,49	12,4	4,8	17,2	30,5	30,1	729
9,5	0,62	12,8	4,6	17,4	30,2	29,7	698
9,0	0,75	12,8	4,4	17,2	29,8	29,2	701
8,5	0,87	12,9	4,1	17,0	29,8	29,1	717
8,0	1,01	13,3	3,9	17,2	30,3	29,5	711
7,5	1,13	13,4	3,6	17,0	30,4	29,5	730
7,0	1,26	13,4	3,4	16,8	30,2	29,2	740
6,5	1,38	13,8	3,2	17,0	30,4	29,3	724
6,0	1,52	13,8	2,9	16,7	30,4	29,2	749
5,5	1,64	13,6	2,7	16,3	30,4	29,1	787
5,0	1,76	12,8	2,5	15,3	30,5	29,0	891

114  $G_0 = 9,5 \text{ g.}$

8	0,37	15,2	4,4	19,6	33,8	33,6	610
7,5	0,49	13,3	4,0	17,3	32,9	32,6	784
7,0	0,62	12,6	3,8	16,4	31,4	31,0	833
6,5	0,75	12,4	3,5	15,9	30,9	30,4	867
6,0	0,87	12,5	3,2	15,7	31,5	30,9	904
5,5	1,01	12,6	2,9	15,5	31,9	31,2	934
5,0	1,13	12,4	2,7	15,1	31,5	30,7	979
4,5	1,26	11,9	2,4	14,3	31,6	30,6	1055
4,0	1,38	11,9	2,2	14,1	32,1	31,0	1090
3,5	1,52	12,2	1,9	14,1	32,6	31,4	1101
3,0	1,64	11,0	1,6	12,6	32,2	30,9	1286
2,5	1,76	6,4	1,4	7,8	31,6	30,2	2087

115  $G_0 = 9,8 \text{ g.}$

G	x mm	$-T_{VG}$	$\Delta T_V$	$-T_{VO}$	$-T_{CG}$	$-T_{\infty}$	$\Delta P$
8,8	0,24	10,1	6,3	16,4	32,5	32,3	866
8,3	0,37	10,0	6,0	16,0	30,9	31,6	863
7,8	0,49	9,8	5,6	15,4	29,5	29,1	862
7,3	0,62	10,9	5,2	16,1	30,1	29,6	823
6,8	0,75	11,2	4,9	16,1	30,5	29,9	832
6,3	0,87	11,9	4,5	16,4	30,8	30,1	808
5,8	1,01	11,9	4,1	16,0	30,8	30,0	846
5,3	1,13	12,3	3,8	16,1	30,9	29,9	832
4,8	1,26	12,6	3,4	16,0	31,0	29,9	843
4,3	1,38	12,5	3,1	15,6	31,1	29,9	886
3,8	1,52	10,0	2,7	12,7	31,0	29,7	1237

116  $G_0 = 11,3 \text{ g.}$

10,3	0,24	7,0	8,9	15,9	29,2	28,9	822
9,8	0,37	6,7	8,5	15,2	29,1	28,7	892
9,3	0,49	7,2	8,0	15,2	29,0	28,4	882
8,8	0,62	7,8	7,6	15,4	29,0	28,3	855
8,3	0,75	8,5	7,1	15,6	28,9	28,0	824
7,8	0,87	9,3	6,7	16,0	28,8	27,8	773
7,3	1,01	9,8	6,3	16,1	28,6	27,4	747
6,8	1,13	10,3	5,9	16,2	28,7	27,4	737
6,3	1,26	10,5	5,4	15,9	28,8	27,3	765
5,8	1,38	10,3	5,0	15,3	28,7	27,1	823
5,3	1,52	9,7	4,6	14,3	28,7	27,0	933
4,8	1,64	8,3	3,9	12,2	28,7	26,8	1205

#### Bijlage Sublimatiedroging IV.

Zie § 2.

Berekening van de koelspiraal in het condensor koelcircuit.

Stel om praktische redenen de maximaal bereikbare verdampings-snelheid op

$$6 \cdot 10^{-4} \text{ gr/cm}^2 \text{ sec.}$$

Het oppervlak van de verdamper is  $1/3 \text{ m}^2$ . Per sec. verdampen dus maximaal  $2,66 \cdot 10^{-5} \text{ kg}$ . Stel de sublimatiewaarde op  $300 \text{ kJ/kg}$ . Dan moeten dus  $90 \text{ J/sec}$  afgevoerd worden door de condensor.

Stel de condensortemperatuur op  $-30^\circ\text{C}$  en die van het bad op  $-75^\circ\text{C}$ . Voor de koelspiraal geldt dan

$$Q = U \cdot A \cdot T$$

$Q$  = warmestroom in  $\text{J/sec}$ .

$U$  = totale warmteoverdrachtscoëfficiënt in  $\text{J/m}^2 \text{ sec } ^\circ\text{C}$ .

$A$  = oppervlak van de koelspiraal in  $\text{m}^2$ .

$T$  = temperatuurverschil in  $^\circ\text{C}$ .

In verschillende tabellen (o.a. in Hestrenardicaal 2<sup>nd</sup> ed. de Adams tabel (I blz 251)) vinden we dat voor deze omstandigheden ongeveer geldt

$$U = 90 \text{ J/m}^2 \text{ } ^\circ\text{C sec.}$$

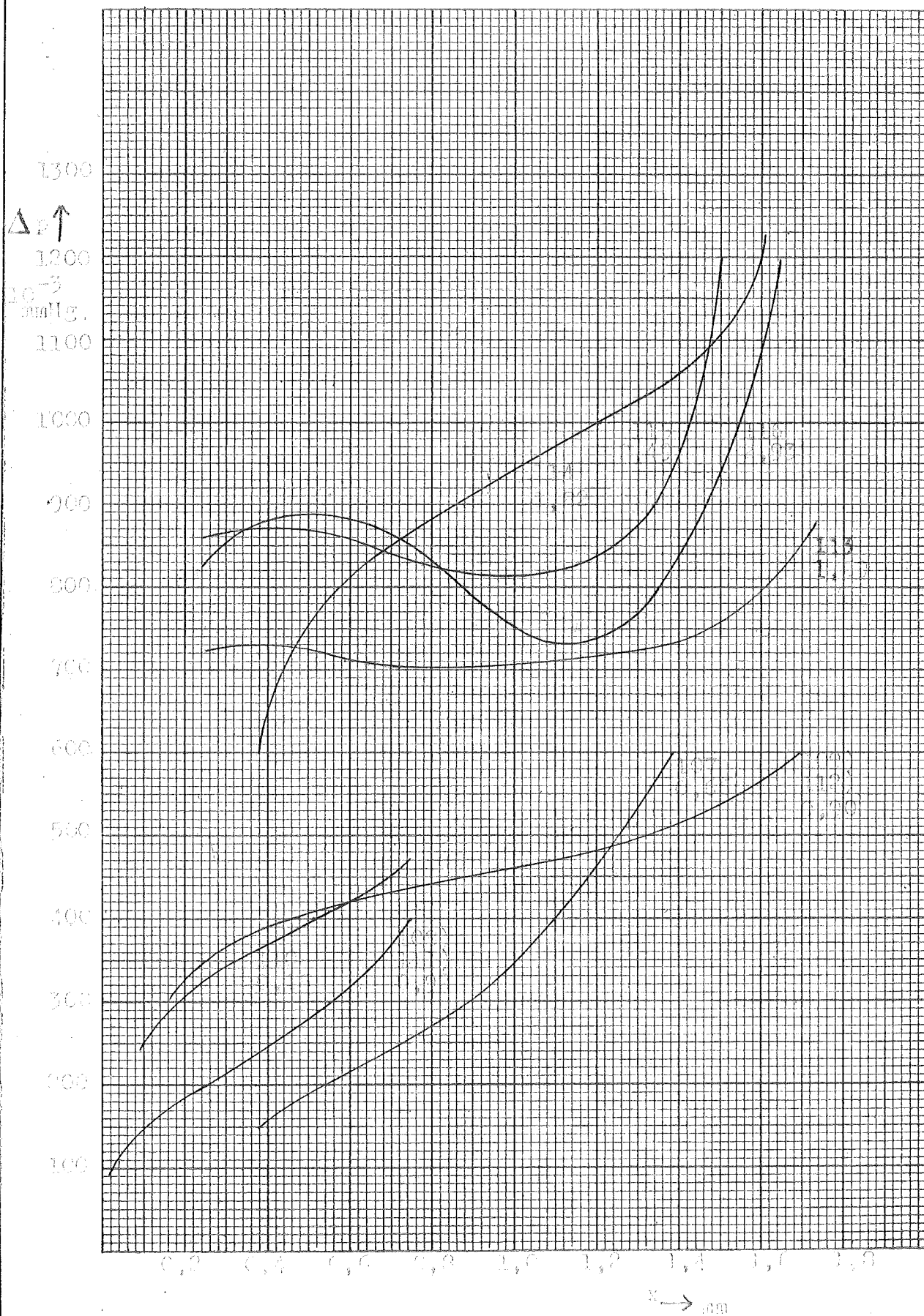
Hieruit volgt voor het vereiste oppervlak van de koelspiraal

$$A = \frac{Q}{U \cdot T} = 0,02 \text{ m}^2$$

De omtrek van de buis =  $0,03 \text{ m}$ .

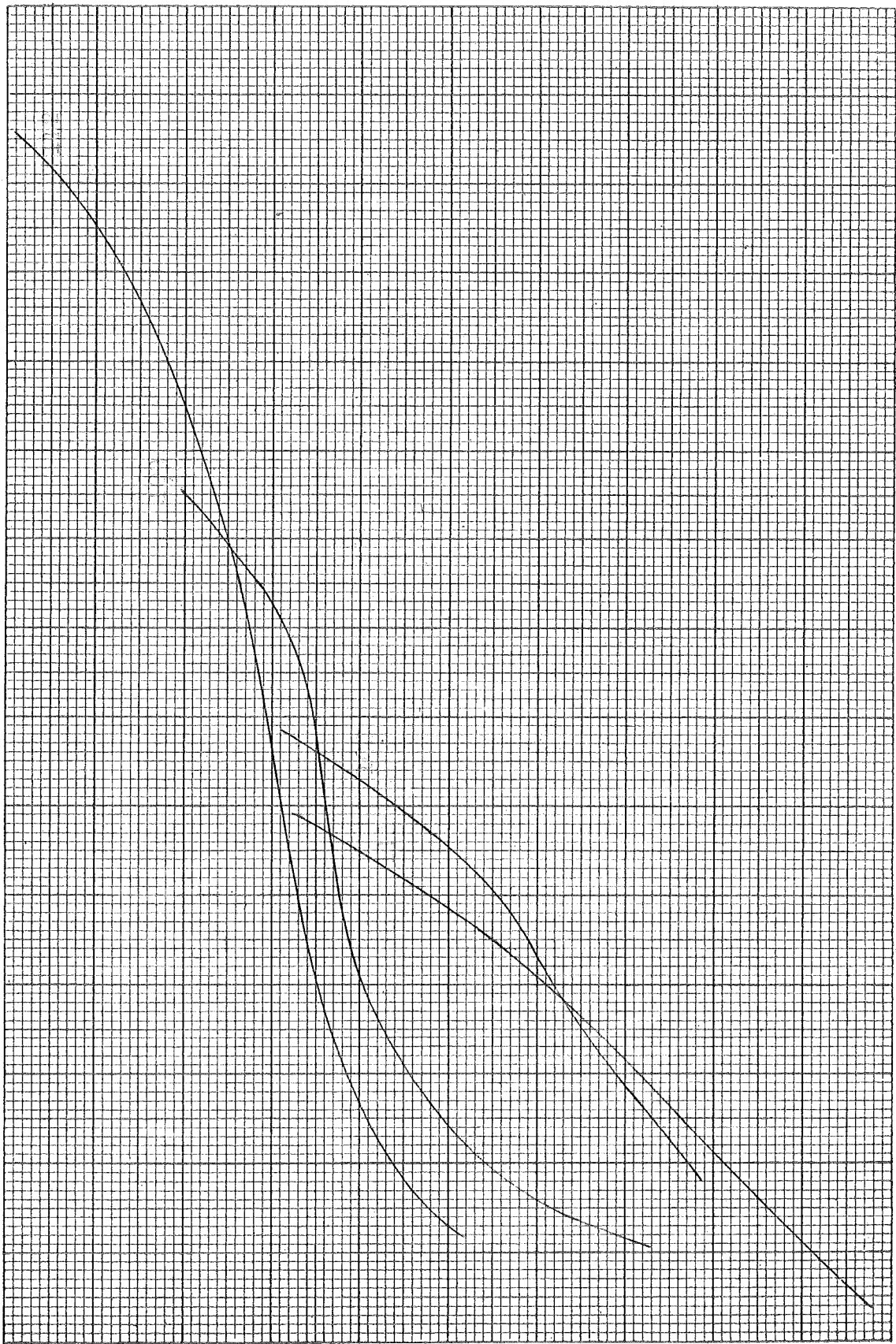
De lengte moet dus  $1,70 \text{ m}$  zijn.

Om echter ook bij  $-50^\circ\text{C}$  te kunnen meten werd de koelspiraal  $1,70 \text{ m}$  lang gemaakt.



Het drukverval  $\Delta p$  over de uitgedroerde laag  
 is functie van de dikte  $x$  van de geleidende laag  
 in functie van het nummer van de groep en de van  
 de gistingen. Het  $\Delta p$  is  $10^{-3} \text{ g/cm}^2 \text{ sec}$ .

graf. II  
 Sublimatie groep IV



$\Delta p$  ↑  
 600  
 500  
 400  
 300  
 200  
 100  
 0

0  
 100  
 200  
 300  
 400  
 500  
 600  
 700  
 800  
 900  
 1000

Het verloop van het drukverval  $\Delta p$  over de  
 diepte lang bij sublimatie droging van stabili-  
 ficeerde v.l.z.  
 Proeven met  $d_{sp} = 0,91 \text{ mm}^2/\text{sec}$ .

graf. I  
 Sublimatie reactor IV

COPIE

51/73Ra/E/vR/z.

Sublimatiedroging V.  
"Semitechnische voorbereiding voor continue absorptiedroger".

Algemene Technische Afdeling T.N.O.,  
Zoningskade 5,  
Den Haag.



## Samenvatting.

In dit rapport worden enkele problemen behandeld, die de wenselijkheid en mogelijkheid van een methode van continue sublimatiedroging toelichten.

De tot nu toe opgedane ervaringen over het mechanisme van sublimatiedroging leiden tot de conclusie, dat snelle droging alleen bij laagdikten van enkele mm mogelijk is. Dit wordt o.m. kwantitatief uiteengezet in § 1, waarin een basis is gegeven voor de berekening van droog snelheden.

In § 2 wordt uiteengezet, dat het verdampen van dunne lagen een continue werkwijze onvermijdelijk maakt. De hierbij optredende technische moeilijkheden kunnen voor een groot deel worden opgevangen door voor de verwijdering van de waterdamp ~~van~~ een absorberende vloeistof te kiezen. Een geschikte absorberer is glycol (§ 3) wegens de grote affiniteit voor water, relatief lage viscositeit en onschadelijkheid.

In § 4 is een semi-technische, discontinu/ werkende opstelling beschreven, waarin zal worden nagegaan of door gebruik van glycol als medium voor gelijktijdige bevroering, vooraftevoer van sublimatiemateriaal en absorptie van waterdamp voldoende grote droog snelheden kunnen worden bereikt. Deze opstelling wordt thans in gereedheid gebracht in het laboratorium voor Fysische Technologie der T.U.

Aan het verslag is een Appendix toegevoegd, waarin wordt nagegaan aan welke voorwaarden de glycol moet voldoen om voldoende snelle absorptie, en dus verdamping te garanderen. Het blijkt, dat een watergehalte van minder dan 3% wenselijk is en dat verstuving tot een gemiddelde deeltjes-grootte van enkele tienden millimeters voldoende is.

## Inhoud.

- 1 Inleiding en berekening van de droogtijd
  - 2 Voorgestelde continue werkwijze met verwijdering van de waterdamp door absorptie.
  - 3 Keuze van de absorptie vloeistof.
  - 4 Voorlopige beschrijving van de proefopstelling
- Appendix:
- Berekeningen in verband met de absorptie van waterdamp in de droogruimte.
- 3 figuren
  - 6 grafieken
  - 1 opstellingschema's.

§ 1. Inleiding en berekening van de droogtijd.

Uit de vorige rapporten over sublimatiedroging <sup>+) )</sup> is gebleken, dat onder practijk-condities de werkelijke verdampingsnelheid aanzienlijk lager moet zijn dan de theoretisch maximale waarde. De laatste zou bij een verdampertemperatuur van  $-50^{\circ}\text{C}$  en een condensor temperatuur van  $-30^{\circ}\text{C}$  ca.  $0.4 \text{ kg/m}^2\text{sec.}$  bedragen, overeenkomende met een diktevermindering van de bevroren laag van ca.  $0.4 \text{ mm/sec.}$ )

De reden hiervan is, dat de verdampingsnelheid uitsluitend wordt bepaald door een serie van weerstanden tussen de plaatzen, waar de warats wordt toegevoerd aan de verdampers en afgevoerd aan de condensor. Deze weerstanden zijn:

- a) warmteweerstand van bevroren, nog te drogen product.
- b) stromingsweerstand voor de gevormde damp van het gedroogde product.
- c) stromingsweerstand in de ruimte tussen verdampers en condensor, of door wrijving aan wanden, of door aanwezigheid van een niet condensabel gas.
- d) warmteweerstand van de ijelaag op de condensor, of, indien de waterdamp voor absorptie wordt verwijderd, diffusieweerstand in het absorberende materiaal.

Wij zullen thans een berekeningsmethode uitwerken voor de droogtijd van een laagje materiaal, waarbij wordt verondersteld, dat alleen de weerstanden a) en b) belangrijk zijn, en c) en d) verwaarloosbaar klein. Tevens wordt hierbij aangenomen, dat het ijs van het bevroren materiaal geen dampspanningsverlaging heeft en dus niet sterk aan de overblijvende vaste stof is geadsorbeerd. Wij krijgen dan onderstaand beeld (fig. 1):

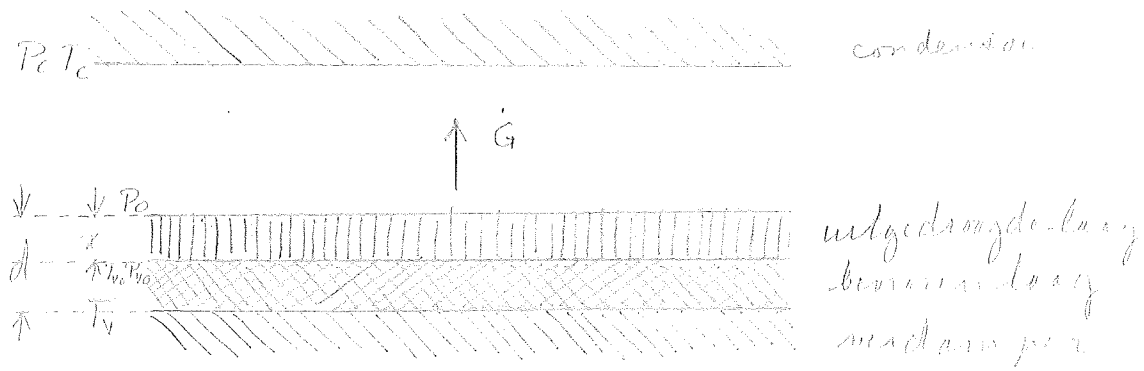


fig. 1.

- + ) Sublimatiedroging II, "Metingen over de verdampingsnelheid van ijs" door S. Steenbergh.
- Sublimatiedroging III, "Voortgezette metingen over de verdampingsnelheid van zuiver ijs" door H. van Ruyk.
- Sublimatiedroging IV, "Metingen over de droogeneligheden van oplossingen en suspensies" door H. van Ruyk.

De verdamper heeft een temperatuur  $T_v$ , het verdampende ijs-oppervlak  $T_{vo}$  met bijbehorende verdaadigde dampspanning  $p_{vo}$ . Bij de condensortemperatuur  $T_c$  behoort een dampspanning  $p_c$ , die wegens het veronderstelde ontbreken van weerstanden c) en d) gelijk is aan de druk van het oppervlak van de uitgedroogde laag. Het drukverval over deze laag is dus  $\Delta p = p_{vo} - p_c$ . Onder bepaalde omstandigheden is  $\Delta p$  evenredig met de verdampingsmelheid  $\dot{G}$  (bijv.  $\text{kg}/\text{m}^2\text{sec}$ ) en de laagdikte  $x$ , dus

$$\Delta p = p_{vo} - p_c = c \dot{G} x \quad (1)$$

De specifieke weerstand  $c$  hangt af van het materiaal en eventueel van het drukgebied, waarin gewerkt wordt. +)

Er is tevens een relatie tussen  $\dot{G}$  en het warmte-transport door de bevroren laag:

$$\dot{G} r = \frac{\lambda}{d - x} (T_v - T_{vo}) \quad (2)$$

$r$  = sublimatievarate; de temperatuurverandering van het materiaal is verwaarloosd.

Eliminatie van  $\dot{G}$  uit (1) en (2) levert:

$$\frac{p_{vo} - p_c}{T_v - T_{vo}} = \frac{x}{d - x} \frac{c \lambda}{r} \quad (3)$$

We voeren nu de volgende dimensieloze grootheden in:

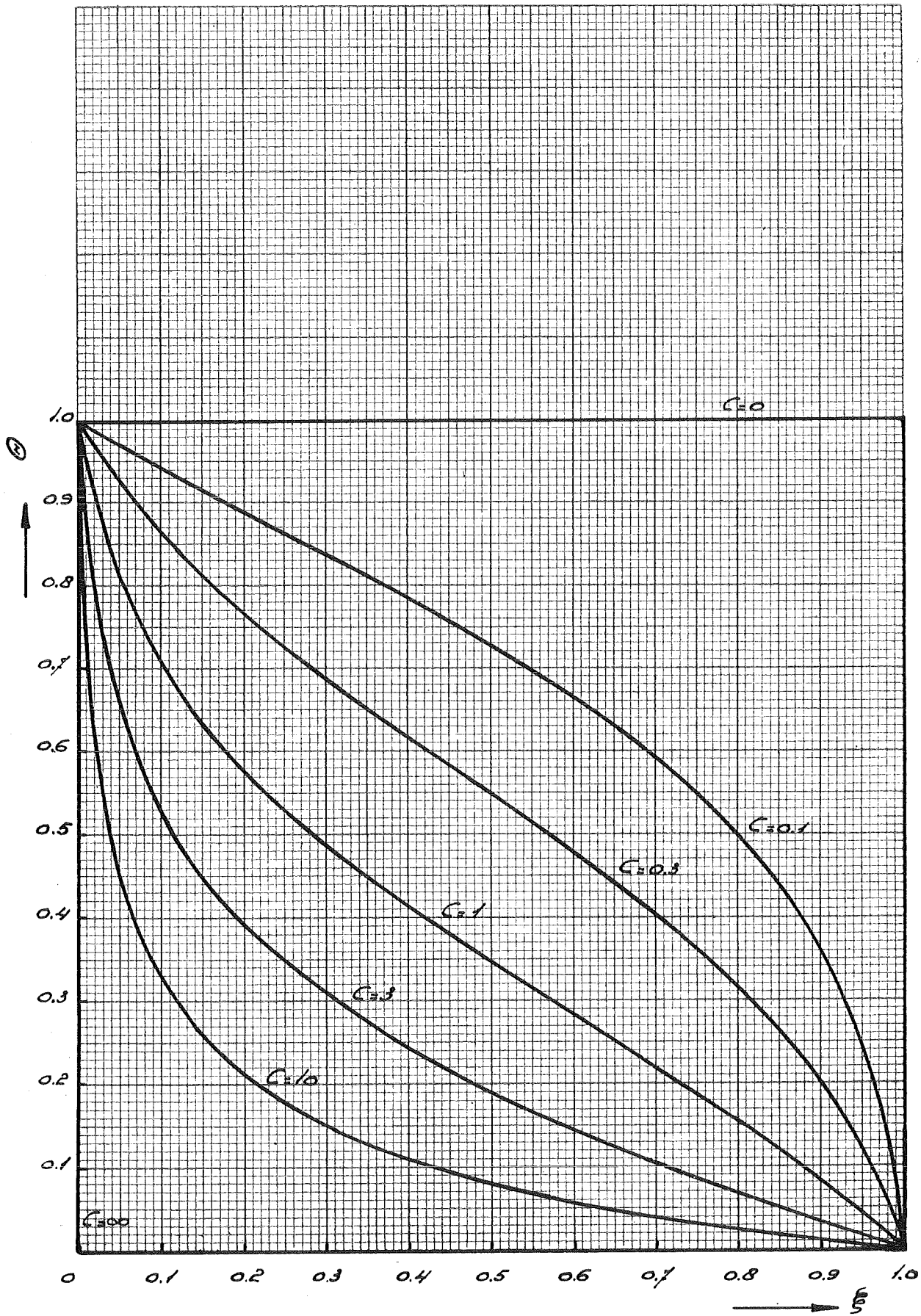
$$\frac{x}{d} = \xi$$

$$\frac{p_{vo} - p_c}{p_v - p_c} = \pi = 0 \rightarrow 1 \quad \text{voor } \xi = 0 \rightarrow 1$$

$$\frac{T_v - T_{vo}}{T_v - T_c} = \Theta = 1 \rightarrow 0 \quad \text{voor } \xi = 0 \rightarrow 1$$

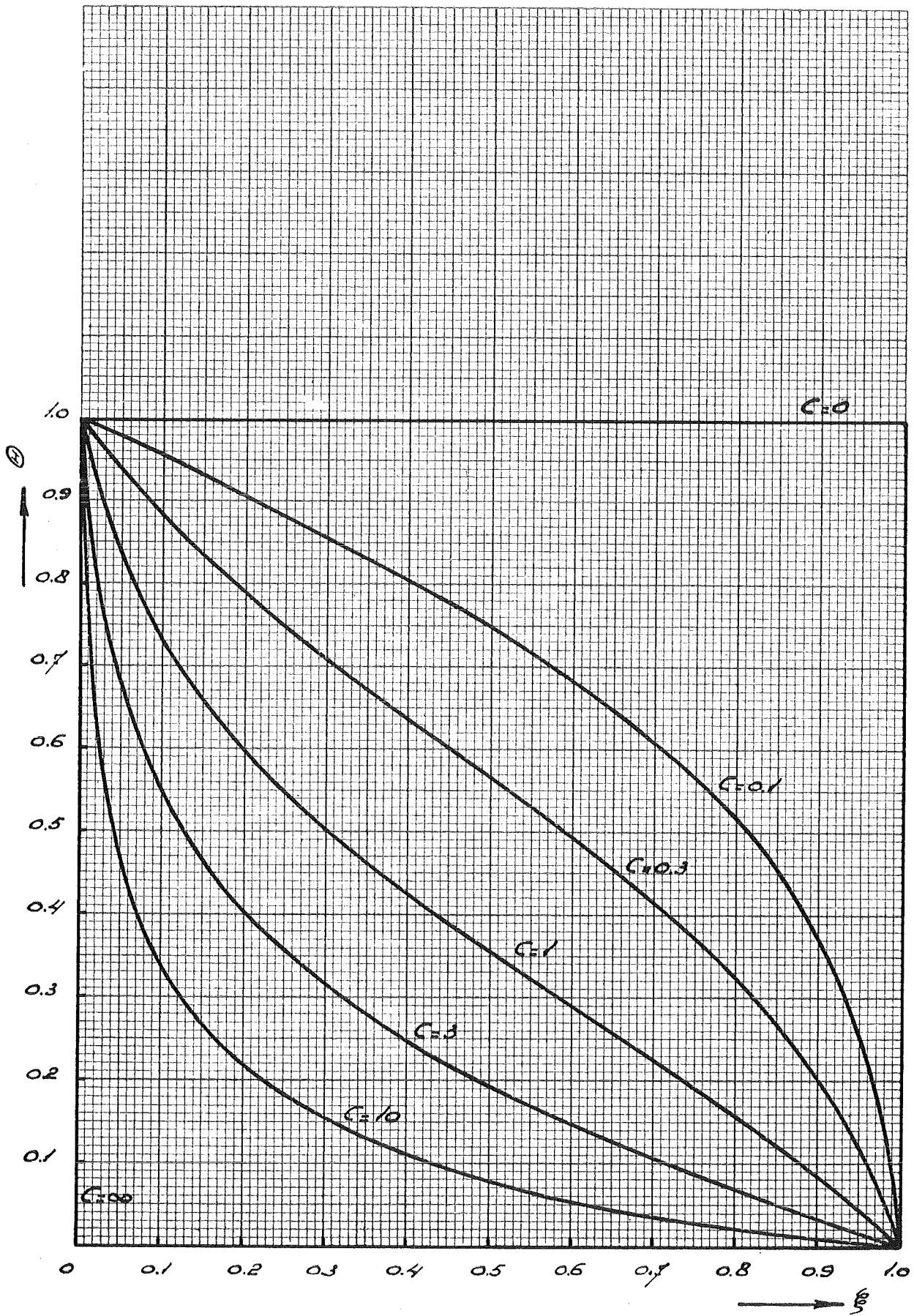
$$\frac{c \lambda}{r} \frac{T_v - T_c}{p_v - p_c} = C, \text{ bepaald door omstandigheden en materiaal.}$$

+ ) In "Sublimatiedroging IV" zijn enkele voorlopige metingen vermeld, waaruit  $c$  kan worden afgeleid.



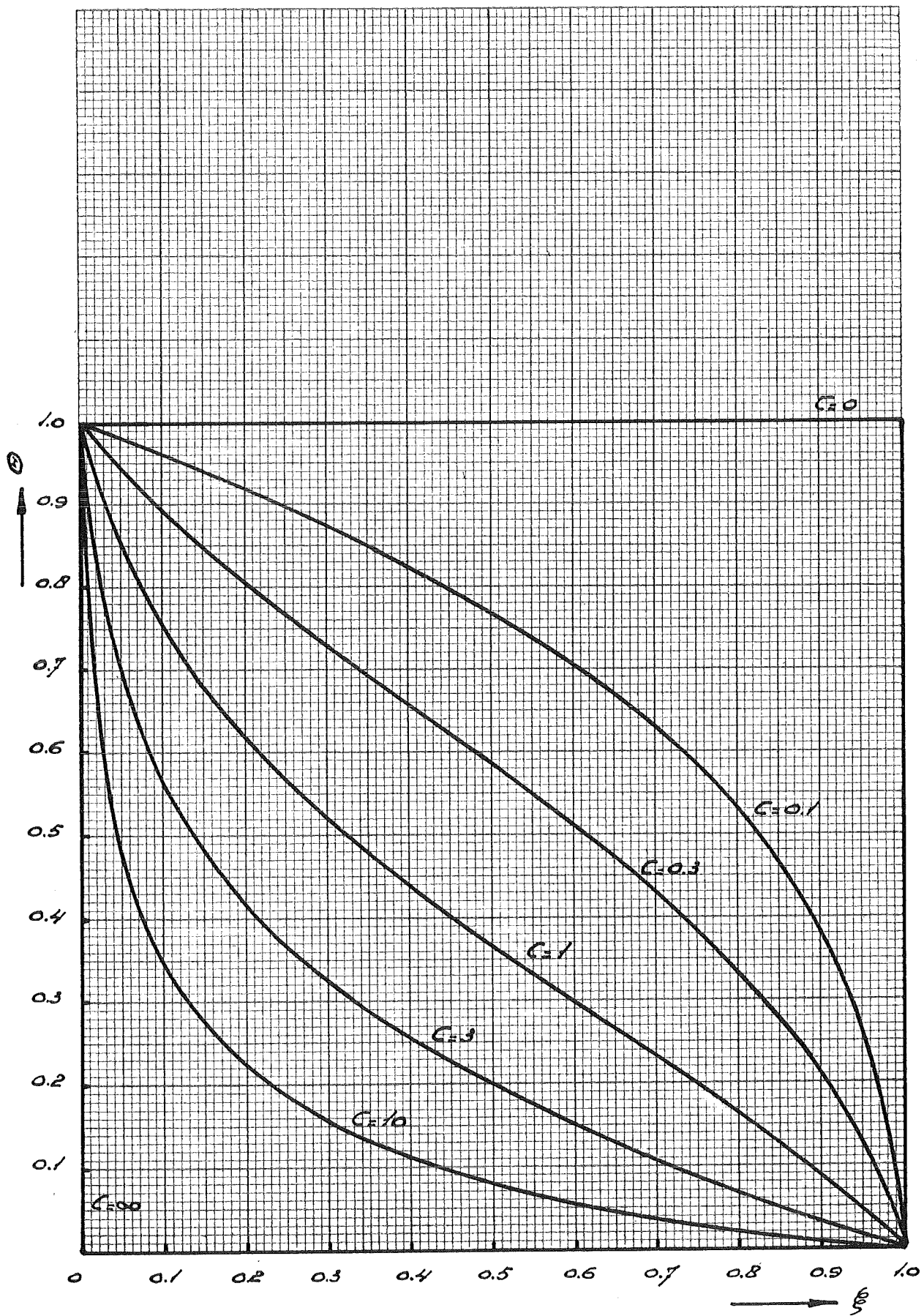
Verband tussen  $\theta$  en  $\phi$  voor  
 $T_v = -4^\circ\text{C}$ ,  $T_c = -36^\circ\text{C}$ .

Sublimatiedroging II  
 Grafiek 1



Verband tussen  $\Theta$  en  $\xi$  voor  
 $T_v = -7^\circ\text{C}$ ,  $T_c = -36^\circ\text{C}$ .

Sublimatiedroging V  
 Grafiek 2



Verband tussen  $\Theta$  en  $\xi$  voor  
 $T_v = -10^\circ\text{C}$ ,  $T_c = -36^\circ\text{C}$ .

Sublimatiedroging V  
 Grafiek 3

Hiermee wordt (3):

$$\pi = \Theta \cdot C \frac{\xi}{1-\xi} \quad (4)$$

Bij gegeven  $T_V$  en  $T_C$  bestaat er bovendien een verband tussen  $\pi$  en  $\Theta$ , omdat  $p_{v0}$  de verzadigde dampspanning bij  $T_{v0}$  is. Hieruit en uit (4) kan een verband tussen  $\Theta$  en  $\xi$  worden afgeleid voor bepaalde waarden van  $T_V$ ,  $T_C$  en  $C$ . Dit is gebeurd voort

$$\left. \begin{aligned} T_C &= -36^\circ\text{C} \\ T_V &= -4, -7, -10^\circ\text{C} \\ C &= 0.1, 0.3, 1, 3 \text{ en } 10 \end{aligned} \right\} \text{Zie graf. 1, 2 en 3.}$$

Om nu de droogtijd  $\tau$  te berekenen, bedenken we, dat

$$\dot{q} = \bar{\rho} \frac{dx}{dt} \quad (5)$$

waarin  $\bar{\rho}$  = de schijnbare dichtheid van het ijs in het bevroren materiaal. Dit gecombineerd met (2) geeft

$$\frac{(d-x)dx}{T_V - T_{v0}} = \frac{\lambda}{\bar{\rho} r} dt,$$

of na integratie en invoering van  $\xi$  en  $\Theta$  voor de droogtijd  $\tau$ :

$$\tau = \frac{d^2 \bar{\rho} r}{\lambda (T_V - T_{v0})} \int_0^1 \frac{(1-\xi)d\xi}{\Theta} \quad (6)$$

De hierin voorkomende integraal is uit de grafieken 1, 2 en 3 grafisch bepaald, met Tabel I als resultaat.

Tabel I.  $\int_0^1 \frac{(1-\xi)d\xi}{\Theta}$ ,  $T_C = -36^\circ\text{C}$

$T_V (^\circ\text{C})$	$C \rightarrow \Theta$	0.1	0.3	1	3	10
-4	0.50	0.65	0.83	1.33	2.45	6.11
-7	0.50	0.64	0.81	1.30	2.42	6.06
-10	0.50	0.62	0.79	1.26	2.39	6.01

Uit de tabel ziet men, dat de integraal weinig afhankelijk is van de hier gekozen verdampertemperatuur, maar groter wordt naarmate de specifieke stromingweerstand toeneemt t.o.v. de warsteweestand. Verder blijkt uit (6), dat de droogtijd evenredig is met de oorspronkelijke laagdikte in het kwadraat. Voor snelle droging "in batch" is een kleine laagdikte dus zeer bevorderlijk, doch brengt een grote frequentie van de onderbrekingen (laden en ontladen) met zich mede.

In een continue werkende drooginstallatie zal de vulling = verwerkingcapaciteit  $\times$  verblijftijd bij gegeven oppervlak evenredig met  $d$  zijn. Kiesmen we voor de verblijftijd de droogtijd  $\tau_d$  (evenredig  $d^2$ ), dan volgt daaruit, dat de droogcapaciteit evenredig is met  $d^{-1}$ .

Ter illustratie van (6) berekenen wij  $\tau_d$  voor gestandaardiseerde melk onder de volgende omstandigheden:

$$T_c = - 36^\circ\text{C}; \quad T_v = - 10^\circ\text{C}$$

en met de eigenschappen:

$$\lambda = 2.0 \text{ J/m}^\circ\text{C sec}; \quad r = 2830 \text{ kJ/kg}; \quad \bar{\rho} = 900 \text{ kg/m}^3$$

$C = 3.0$  (op grond van metingen in "Sublimatiedroging III")

Het resultaat is:

$$\tau_d = 120 d^2 \text{ sec (d in mm)}.$$

Dit geeft voor verschillende waarden van  $d$  de volgende droogtijden en gemiddelde droognelheden  $\bar{w}$  wijknelheid van de ijelaag in mm/hr

$d$ (mm)	$\tau_d$ (sec)	$\tau_d$ (hr)	$\bar{w}$ (mm/hr)
1	120	0.033	30
5	3000	0.83	6
20	48000	13.3	1.5

In de praktijk worden totdusver droognelheden van de orde van 1 mm/hr normaal gezocht.

## § 2. Voorgestelde continue werkwijze met verwijdering van de waterdamp door absorptie.

Dit het voorgaande is gebleken, dat de capaciteit van een bepaalde drooginstallatie kan worden opgevoerd door de laagdikte van het te drogen materiaal klein te maken. Bij een onderbroken werkwijze kan men daarbij een optimum bereiken bij die laagdikte, waarvoor de droogtijd even lang is als de tijd van de onderbreking voor legen en vullen +).

+ ) Dit kan gemakkelijk worden aangetoond; doch hierop wordt niet verder ingegaan.



Gezien de vele hierbij optredende manipulaties ligt het voor de hand de werkwijze ononderbroken of continu te maken. Hierbij komen echter een aantal technische problemen naar voren, waarvan genoemd moeten worden:

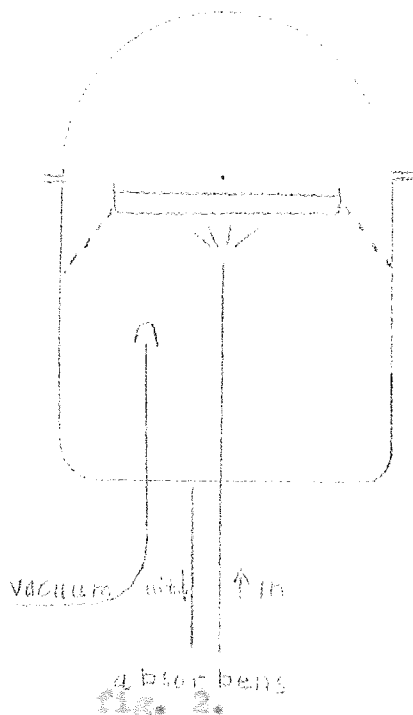
- a) Het maken van een dunne laag bevroren vloeistof op een roterende trommel of lopende band; dit in een ruimte, waar een dampspanning heerst behorende bij een temperatuur beneden het smeltpunt. Of dit mogelijk is, zou moeten worden nagegaan. Op een zekere mate van onderkoeling van de vloeistof en vertraging bij het stollen mag o.i. wel gerekend worden.
- b) Het toevoeren van de sublimatiewarate aan een bewegend oppervlak. Dit dient bij voorkeur door convectie te geschieden. Hierbij is nl. een bepaalde verdamper temperatuur gemakkelijker aan te houden dan bij stralingsverwarming. Aangezien waruteweerstand tussen verwarmingsmedium en verdamper niet wenselijk is, moet voor direct contact gezorgd kunnen worden.
- c) De continue verwijdering van de waterdamp. Als deze als ijs gecondenseerd wordt, is een regelmatig schoonmaken van het condenserooppervlak vereist. Dergelijke condensers worden ook reeds toegepast. Het afgeschraapte ijs moet echter óf meteen uit de vacuümruijte worden verwijderd, óf, indien dit niet het geval is, op de condensor-temperatuur worden gehouden. Voor het continu verwijderen van de waterdamp biedt absorptie in een vloeistof technisch minder moeilijkheden.
- d) De continue verwijdering van de gedroogde stof van het verdamperoppervlak en de periodieke verwijdering ervan uit de droogruimte. Dit probleem is minder moeilijk dan het onder c) genoemde, omdat de gedroogde stof niet op lage temperatuur behoeft te blijven. Het is voor de nadroging zelfs guntiger als het product op omgevingstemperatuur nog enige tijd in de vacuümruijte verblijft.
- e) Controle op de constantheid van de omstandigheden en homogeniteit van het product, hetgeen bij een continu steeds zwaarder weegt dan bij een "batch"-proces.

Het is dus niet te verwonderen, dat alle in de techniek gebruikelijke methoden voor sublimatiedroging discontinu zijn. De oorzaak ligt voornamelijk in de ingewikkeldheid, constructief en technologisch bezien, van een continue installatie, waarvoor bovenstaande problemen zouden zijn opgelost. Als men hierbij van een condensor gebruik maakt, moeten bijzondere voorzieningen getroffen worden voor het bevroren, de toevoer van sublimatie warate en de afvoer van condensatiewarate, d.w.z. de punten a), b) en c).

Gebruikt men nu een absorberende vloeistof voor de verwijdering van de waterdamp in plaats van een oppervlakte condensor, dan is het in principe mogelijk deze vloeistof de volgende functies te laten verrichten:

1. Bevriesting.
2. Warmtetoevoer voor sublimatie.
3. Absorptie en afvoer van de waterdamp.

Hierbij kunnen de constructieve problemen onder b) en c) en ten dele die onder a) worden opgelost op een elegante wijze. Om deze reden werd het besluit genomen een proefopstelling te bouwen, waarin vooral de punten 2 en 3 zouden kunnen worden onderzocht.



Deze proefdroger is nog voor discontinue droging bestemd en is zeer schematisch in fig. 2 weergegeven. In de vacuumkachel bevindt zich een metalen schotel met het bevroren materiaal. Het absorbens wordt met een temperatuur beneden het smeltpunt van de te drogen oplossing onder tegen de schotel gespeten, en stroomt dan in druppelvorm en als vloeistoflaag naar de afvoer. Gedurende deze tijd soet het absorbens waterdamp, afkomstig van het bevroren product kunnen absorberen, als de waterdampspanning ervan lager is dan de aan het materiaal oppervlak heersende dampspanning. Er zal dan een sublimatie van ijs plaats kunnen vinden. De hiervoor benodigde verdampingswarmte zal door het absorbens zelf geleverd moeten worden, dat hierdoor afkoelt. Tenge-

volge van de absorptie zal het weer enigszins in temperatuur stijgen. De droogsnelheid wordt nu bepaald door de temperatuur en de waterdampspanning van het absorbens enerzijds en door de warmte- en stromingweerstand van het materiaal, stromingweerstand in de droogruipte en diffusieweerstand in het absorbens anderzijds. Over de eerste weerstanden is al het een en ander bekend.

De absorptie is in de Appendix aan een nadere beschouwing onderworpen. Hieruit blijkt, dat verstuiving van het absorbens tot een gemiddelde druppelgrootte van ca. 0.5 mm vermoedelijk voldoende zal zijn om een gemiddelde droogsnelheid  $w$  van de orde van 10 cm/h mogelijk te maken. Definitieve conclusies hierover kunnen

echter alleen uit droogproeven met deze opstelling worden verkregen.

### § 3. Keuze van de absorptievloeistof.

Aan het absorberens moeten de volgende eisen worden gesteld:

1. Bij een temperatuur, dicht onder het vriespunt van de oplossing, moet de waterdampspanning laag zijn, ook bij een niet te klein watergehalte. Een dampspanning van 0.2 mm Hg bij -50°C kan als richtlijn worden beschouwd.
2. Het niet-waterige deel van de absorptievloeistof moet een zeer lage dampspanning hebben. Dit ter voorkoming van contaminatie van het te drogen product en tevens van verliezen bij de regeneratie door desorptie van het geabsorbeerde water.
3. De viscositeit mag niet te hoog zijn, mede in verband met een lage gewenste diffusieweerstand.
4. Menselijk zijn nog: onschadelijkheid (i.v.m. voedingsstoffen).

niet corrosief.

lage prijs.

Het gebruik van de volgende stoffen werd overwogen:

- a) Geconcentreerd zwavelzuur.
- b) Geconcentreerde lithium-chloride oplossing.
- c) Glycerol.
- d) Glycol (aethyleenglycol, aethaandiol 1-2).

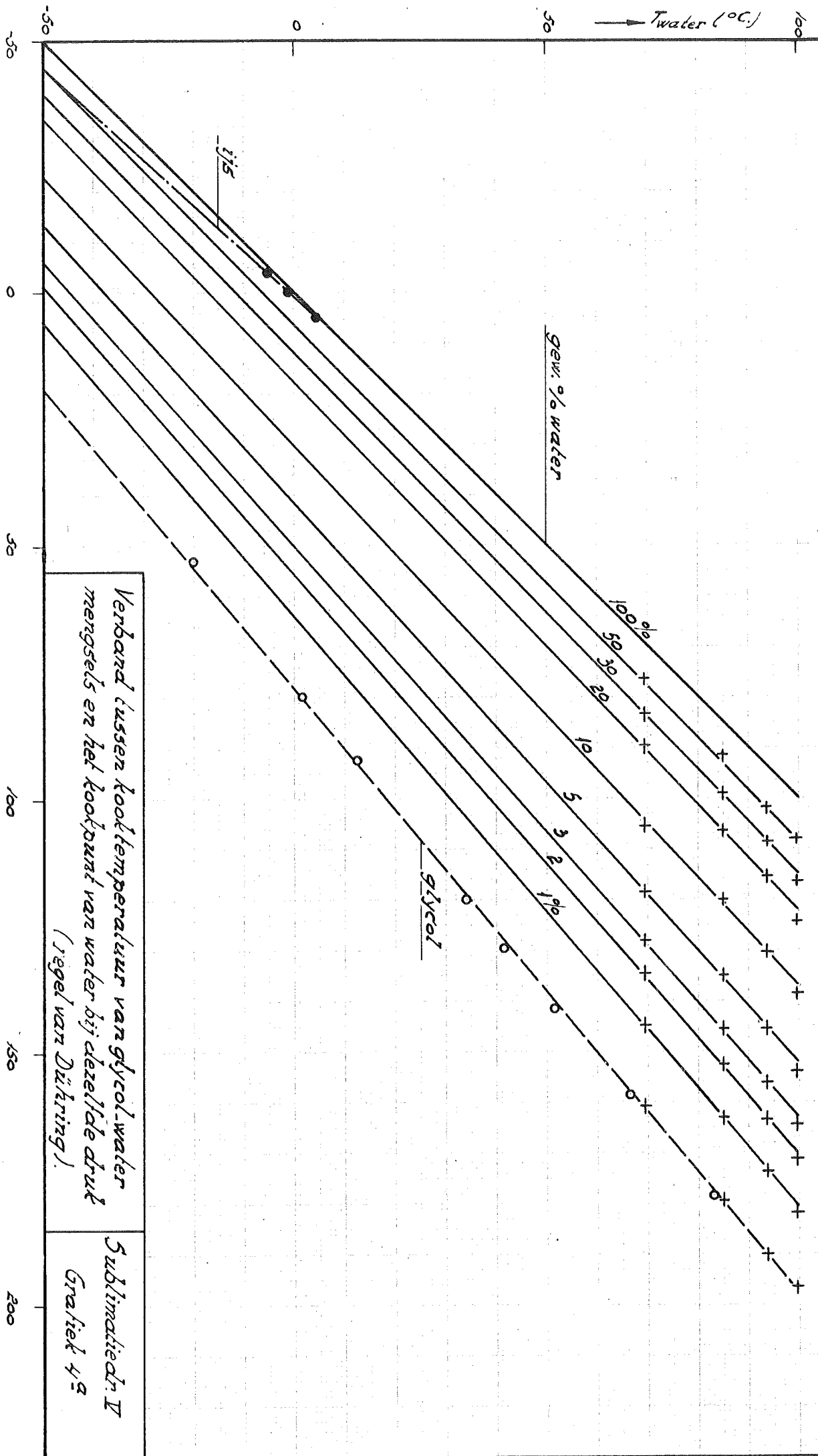
Bij a) wordt niet voldaan aan 3 en 4; b) voldoet niet aan 1 en c) voldoet niet aan 3. Van deze stoffen bleek glycol voor ons de gunstigste eigenschappen te hebben. Tabel II geeft enkele eigenschappen van glycol-water mengsels:

Tabel II.

Gew. % H <sub>2</sub> O	p <sub>H<sub>2</sub>O</sub> mmHg bij -50°C	$\eta$ +) cP bij 50°C	D +) m <sup>2</sup> /sec bij -50°C	n <sub>D</sub> bij 20°C
0	-	58	13 x 10 <sup>-12</sup>	1.4313
5	0.2	41	18	1.4263
10	0.55	35	21	1.4216
15	1.2	31	24	1.4172

+ ) Verkregen door extrapolatie.

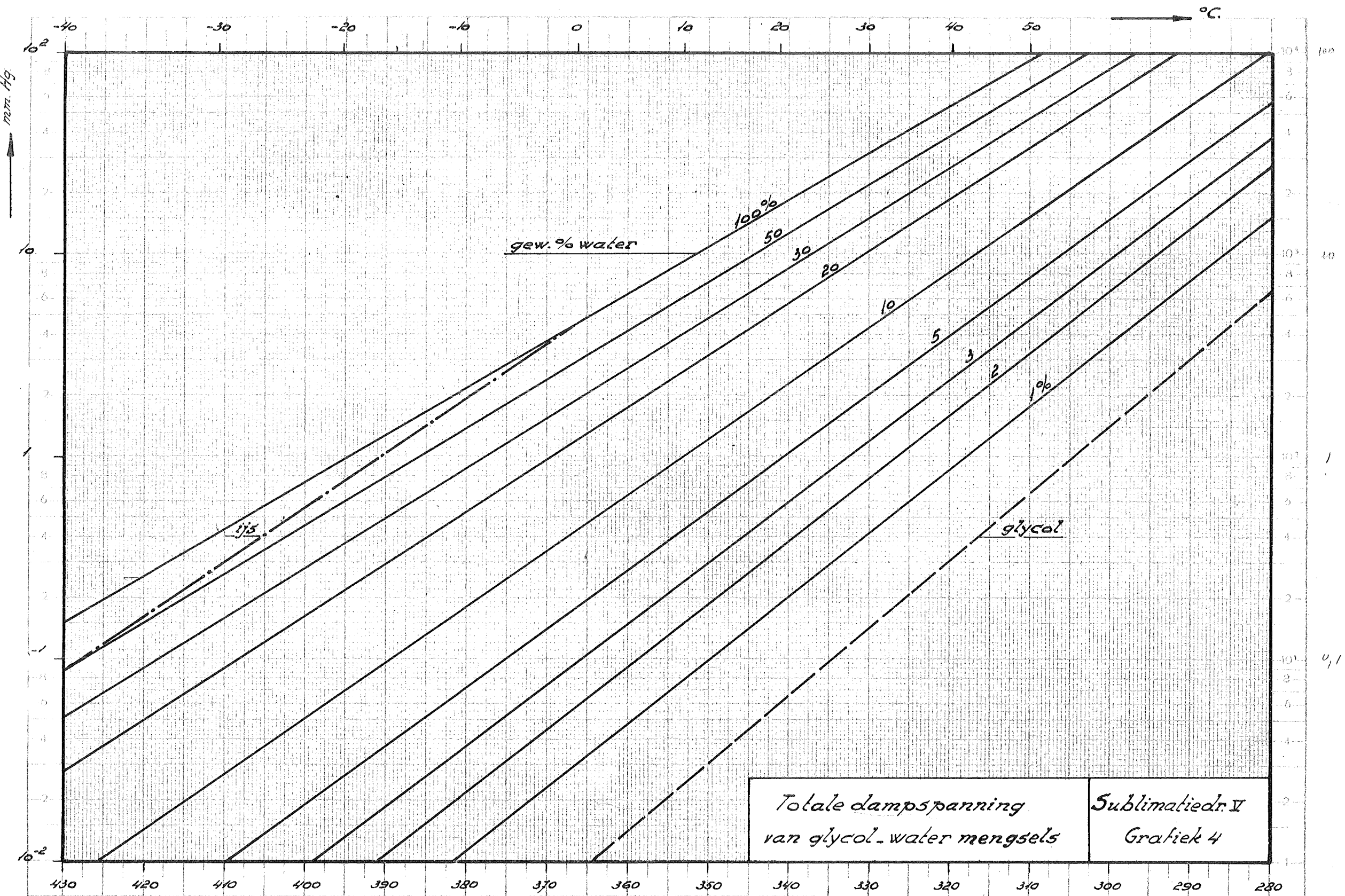
- + Tables Annuelles XII 13-43
- Handboek of Chemistry and Physics 31<sup>st</sup> ed. page 1851-53
- Chemical Engineers' Handbook 3<sup>rd</sup> ed. page 159



Verband tussen kooktemperatuur van glycol-water mengsels en het kookpunt van water bij dezelfde druk (regel van Dühring).

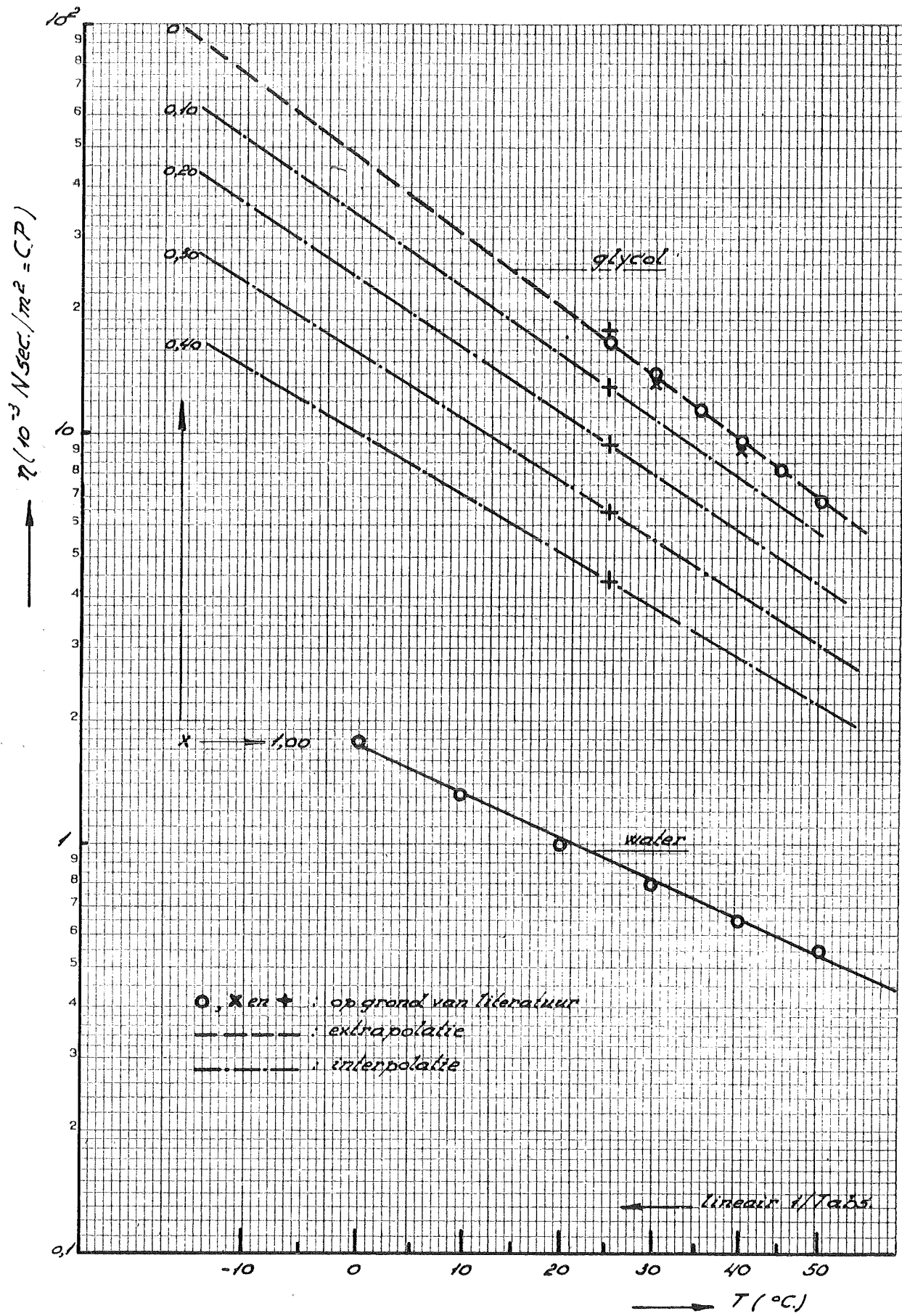
Sublimatiedr. IV  
Grafiek 4g

→ Toplossing (°C.)



Totale dampspanning  
van glycol-water mengsels

Sublimatiedr. V  
Grafiek 4



Voorlopig verband tussen de viscositeit  $\eta$  van glycol-water mengsels en de temperatuur

Sublimatiedr. V  
Grafiek 5

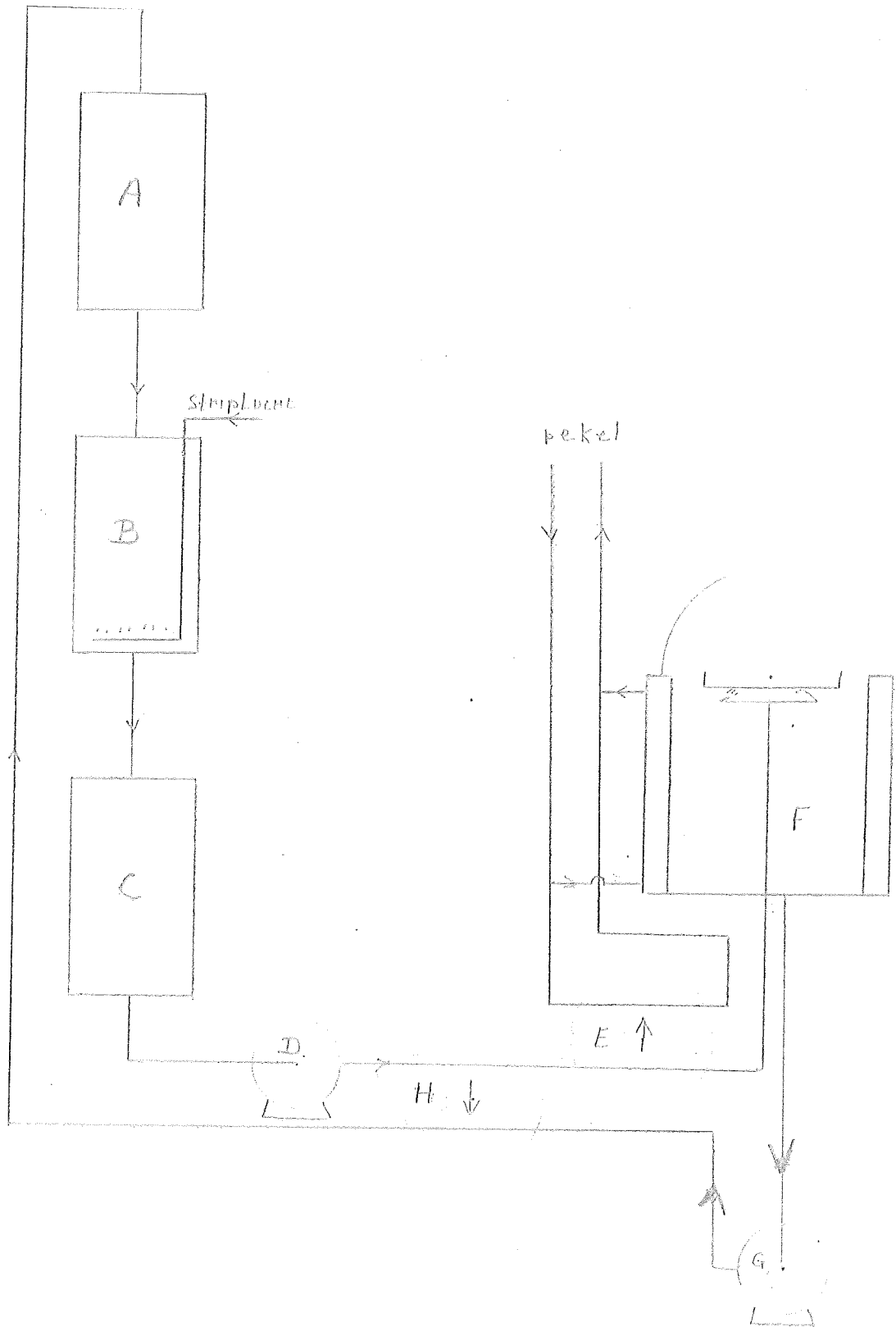


Fig 3

42/ Graf. 4 en 5 geven een vollediger overzicht over de waterdampspanning  $P_{H_2O}$  en de viscositeit  $\eta$  als functie van de temperatuur en het watergehalte. Op de waarden van de diffusie coëfficiënt  $D$  wordt nader teruggekomen. De brekingsindex  $n_D$  is van belang voor de meting van het watergehalte.

Tenslotte is glycol niet giftig en weinig corrosief, zodat constructie in staal toelaatbaar is. De prijs is tamelijk hoog, doch wegens de lage eigen dampspanning kan het verlies bij de regeneratie klein blijven.

#### 4. Voorlopige beschrijving van de proefopstelling. +)

##### a. Hoofdbestanddelen.

De apparatuur bestaat in principe uit de volgende delen (fig. 3).

- 1a. 3 tanke A, B en C resp. voor:
  - A. opslag afgewerkte glycol.
  - B. regeneratie afgewerkte glycol.
- door strippen met op 0.1 *ata* geëxpandeerde perslucht van 6½ atm. en een dauwpunt van  $-4^{\circ}\text{C}$ .
- C. opslag geregenereerde glycol.

Deze drie tanke staan onder voorvacuum (ca. 0.05 *ata*.) Het is immers wenselijk, dat de glycol zo goed mogelijk ontlucht de droogkamer binnenkomt.

- 2a. een tandradpomp (D) om de glycol op een zodanige druk te brengen dat een goede verstuiving in de droogkamer mogelijk is.
- 3a. een warmtewisselaar E, waarin de glycol in tegenstroom met koude pekels tot de gewenste verdampertemperatuur wordt afgekoeld.
- 4a. de eigenlijke droogkamer F, waarin zich de roestvrij stalen schotel met het te drogen materiaal bevindt.

Tegen de onderzijde van deze schotel wordt door middel van drie, in een horizontaal vlak ronddraaiende verstuivers de glycol gespoten, die de benodigde sublimatiematerialen levert.

Tijdens het verblijf in deze ruimte vindt aan de gevornde glycoldruppels absorptie van de gevornde waterdamp plaats.

Deze droogkamer staat onder een goed vacuum. De wand ervan wordt, teneinde te sterke verwarming en dampspanningsverhoging van het absorbers te verhinderen, met pekels gekoeld.

+ ) Zie ook bijgevoegd schema.



- 5e. een schottenpomp 3 voor de verwijdering van de gebruikte glycol uit de droogkamer.
- 6e. een warmtewisselaar H, die de afgewerkte koude glycol gebruikt om de verse glycol in tegenstroom voor te koelen.

b. Afmetingen.

De schotel, waarin zich het te drogen materiaal bevindt, heeft een diameter van 25 cm. Bij een laagdikte van 2 mm wordt dus per charge 100 ml gedroogd.

De perepomp B heeft een maximale capaciteit van 4 liter/ minuut bij ca. 8 ata; een capaciteit, die het bereiken van een droog snelheid van 10 mm/hr niet in de weg staat bij een afkoeling van de glycol van 25°C.

De afmetingen van de overige onderdelen zijn gebaseerd op een verdampingsnelheid van 10 mm/h, waarbij dus een charge van 2 mm laagdikte in ca. 15 min. gedroogd zou kunnen worden.

De tankjes A, B en C hebben alle een inhoud van ongeveer 100 liter en de warmtewisselaars zijn samen zo gedimensioneerd, dat per minuut 4 kg glycol van + 20°C tot - 15°C afgekoeld kunnen worden. Dit is voldoende, ook voor het geval dat de glycol tevens voor het bevriezen van het product gebruikt zou worden.

c. Enkele nadere bijzonderheden.

Naast de in fig. 3 aangegeven onderdelen zijn nog verschillende hulpinrichtingen en appendages aanwezig, die niet met het droogproces zelf te maken hebben.

De koude pekkel wordt verkregen uit een pekkelkoeler, ontworpen door ing. Jeffinga. De verdampers hiervan is aangesloten op een kleine freon-compressor.

Het voorvacuum is afkomstig van een in het laboratorium aanwezige J-traps stroomstraalvacuum pomp van Verkeper, die onbelast een absolute druk van 30 mm Hg kan bereiken. Het vacuum in de droogkamer wordt verkregen door een Edwards Speedivac roterende olie pomp, waarvan de perikant op het voorvacuum is aangesloten. Gebleken is, dat deze pomp onbelast gemakkelijk een druk van 0.01 mm Hg kan bereiken.

Om te beletten, dat glycoldruppels met eventuele lekvlucht naar de vacuum pomp worden meegeslept, is in de vacuumleiding een afscheider aangebracht, waarvan de werking berust op sedimentatie van de meegevoerde druppels. Deze afscheider is hellend opgesteld.

De afgewerkte glycol loopt onder invloed van de zwaartekracht van de droogkamer in een ruim 1 m lager gelegen vat, waarin voorvacuum heerst. Naar dit vat loopt tevens de glycol af, die in de afscheider wordt gevangen. De pomp 3 pompt vervolgens de vloeistof via de warmtewisselaars naar vat A.

De glycol-temperatuur kan op 4 plaatsen worden gemeten, en de druk van de vloeistof op 1 plaats. In de drie tankjes kan de druk van het voorvacuum worden gecontroleerd. De druk in de droogruipte wordt met een kleine draaibare Hc leed gemeten. De glycolstroom wordt gemeten met een oliemeter, die op het verdringerprincipe berust (fabrikaat Siemens en Halske).

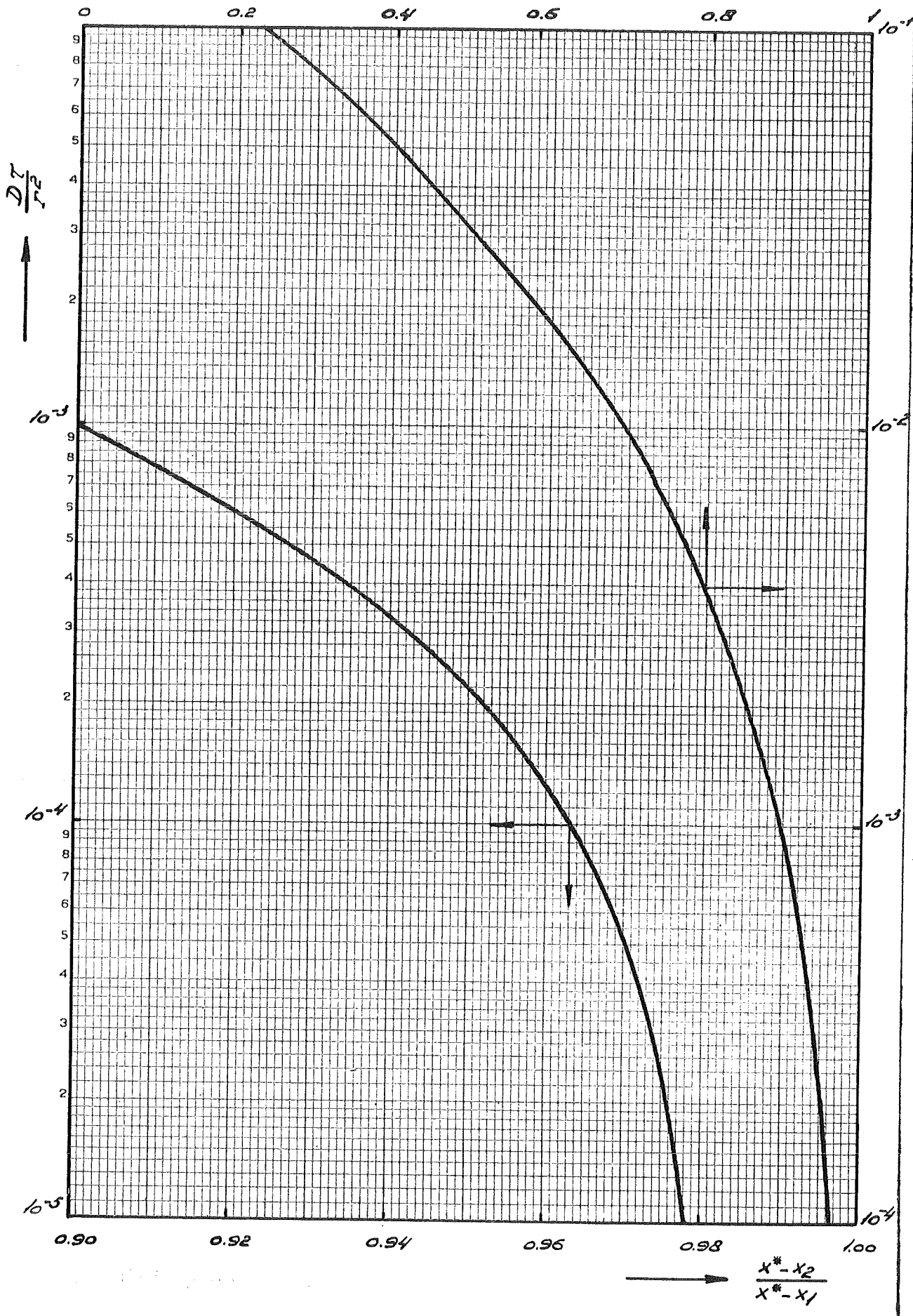
Aangezien de proefopstelling bij de afsluiting van dit rapport nog in montage is en er dus nog geen ervaringen mee zijn opgedaan, meenden wij met deze voorlopige beschrijving te kunnen volstaan.

Delft, 19 maart 1951.

Technisch Fysische Dienst,

I. van Ruyk.

H. Kramers.



Niet stationaire diffusie in een druppel met constante randconcentratie  $x^*$  (zie vgl. A1)

Sublimatiedroging II  
 Grafiek A1

Appendix.Berekeningen in verband met de absorptie van waterdamp in de droogruijste.

Het absorberens (waarvoor in het vervolg glycol, met enkele  $\lambda$  water wordt genomen) moet de sublimatiewarnte van het ijs leveren en tevens in een zodanige diepersiegraad gebracht worden, dat de gevormde waterdamp snel kan worden geabsorbeerd. Wij kunnen aannemen, dat de glycol in de droogkamer in hoofdzak in de vorm van kleine druppeltjes aanwezig zal zijn. De waterdamp beweegt zich naar deze druppeltjes toe, wordt aan het oppervlak geabsorbeerd en diffundeert dan naar het *in-*wendige. Als de druk van niet condensabel gas niet te groot is ( $< 5\%$  van de waterdampspanning) dan ligt de voornaamste weerstand voor dit overdrachtsproces in de diffusie in de vloeistof. †)

Stel nu, dat de glycol met een watergehalte  $x_1$  binnenkomt en de droogruijste met een gemiddelde concentratie  $x_2$  verlaat, en dat aan de rand van de druppels de concentratie  $x^*$  is, in evenwicht met de in de droogruijste heersende waterdampspanning, dan leert de theorie over de niet stationaire diffusie (c.v. warntegeleiding) dat het volgende verband bestaat voor een starre druppel:

$$\frac{x^* - x_2}{x^* - x_1} = \sum_{k=1}^{\infty} \frac{6}{k^2 \pi^2} e^{-k^2 \pi^2 \frac{D \bar{t}}{r^2}} \quad (A1)$$

waarin  $D$  = de diffusie coëfficiënt in de vloeistof,  $r$  = de straal van de druppel en  $\bar{t}$  = de verblijftijd ervan in de droogruijste. Dit verband is in grafiek A1 weergegeven.

†) Feitelijk zal tijdens de absorptie ook absorptiewarnte vrijkomen, die de absorptie zelf tegenwerkt door plaatselijke temperatuurverhoging. In de hier beschouwde omstandigheden is echter de temperatuurvereffeningscoëfficiënt  $\lambda/c\rho$  van de orde van  $10^{-7}$  m<sup>2</sup>/sec en de diffusiecoëfficiënt ongeveer  $10^{-11}$  m<sup>2</sup>/sec. T.a.v. het niet stationaire diffusieverschijnsel kan dus de druppeltemperatuur als homogeen worden beschouwd.

Hieruit kan bij gegeven waarden van  $X_1$ ,  $X_2$  en  $X^*$  de bijbehorende grootte van  $D \tau / r^2$  worden afgeleid. Bij gegeven  $D$  en een redelijke waarde van  $\tau$  kan dan de deeltjesstraal  $r$  worden berekend, waarmee nog een voldoende snelle absorptie mogelijk is. Wij zullen dit thans voor de omstandigheden van de proefdroger uitvoeren, o.m. om na te gaan welke temperatuur en waterdampconcentratie van de glycol het gunstigst is.

Wij gaan hiervoor uit van een verdampend ijsoppervlak van  $1 \text{ m}^2$  met een gemiddelde droog snelheid van  $10 \text{ mm/h}$ . Dit komt neer op een verdampingscapaciteit van ca.  $2,8 \times 10^{-3} \text{ kg/sec}$ . Met een sublimatiewaarde van ijs van  $2840 \text{ kJ/kg}$  is hiervoor een warmtetoevoer nodig van  $7,9 \text{ kJ/sec}$ , welke door de glycol moet worden geleverd.

Stellen wij als eis, dat hierbij de glycol niet meer dan  $2,5^\circ\text{C}$  mag afkoelen, dan vinden we voor de benodigde hoeveelheid glycol (met soortelijke warmte van  $2,3 \text{ kJ/}^\circ\text{C kg}$ ) ca.  $1,4 \text{ kg/sec}$ . Deze hoeveelheid moet  $2,8 \times 10^{-3} \text{ kg/sec}$  gesublimeerd ijs opneemen, waardoor dus de waterconcentratie stijgt met

$$x_2 - x_1 = \frac{2,8}{1,4} \cdot 10^{-3} = 0,002.$$

Wij gaan nu na aan welke voorwaarde  $D \tau / r^2$  moet voldoen, opdat deze concentratieverhoging werkelijk kan optreden, en wel onder de volgende omstandigheden:

- a) Glycol temperatuur gemiddeld =  $50^\circ\text{C}$ .  
 b)  $x^*$  = resp. 0,05    0,10    0,15  
 (in evenwicht met  $\text{PH}_2\text{O}$  = 0,20    0,56    0,91 mm Hg)  
 c)  $x_1$  = resp. 0    0,03    0,06 en 0,09.

De hiervoor berekende waarden van  $D \tau / r^2$  zijn in de Tabel A1 verenigd.

Over de diffusiecoëfficiënt van water in glycol-water-mengsels is niets bekend. Voor de berekening van  $D$  zijn wij uitgegaan van de experimentele waarde van  $D$  voor glycerine in water bij  $20^\circ\text{C}$  nl.  $0,72 \times 10^{-9} \text{ m}^2/\text{sec}$  (bij een viscositeit van het mengsel van  $10^{-3} \text{ Nsec/m}^2$ ). Nu geldt zeer ruw de regel dat

$$D \propto \frac{\text{Tabs}}{\eta}$$

Op grond hiervan, en met verwaarlozing van de variatie in Tabs hebben wij voor glycol-water mengsels gesteld:

$$D = 0,72 \times 10^{-12} \times \frac{1}{\eta}$$

waarin  $\eta$  = de viscositeit van het mengsel. ( $\text{N sec/m}^2$ )  
 De waarden van  $\eta$  en  $D$  zijn in Tabel A1 ingevuld.

Met behulp van de diffusiecoëfficiënt werd voor de verschillende gevallen het quotient  $\tau/r^2$  berekend. De laatste kolom van Tabel A1 geeft tenslotte de maximale druppelstraal, die men bij een verblijftijd  $\tau$  van 1 sec mag toelaten, wil men van een voldoende snelle absorptie verzekerd zijn.

Tabel A1.

Absorptie bij  $-50^\circ\text{C}$ ,  $x_2 - x_1 = 0.002$ 

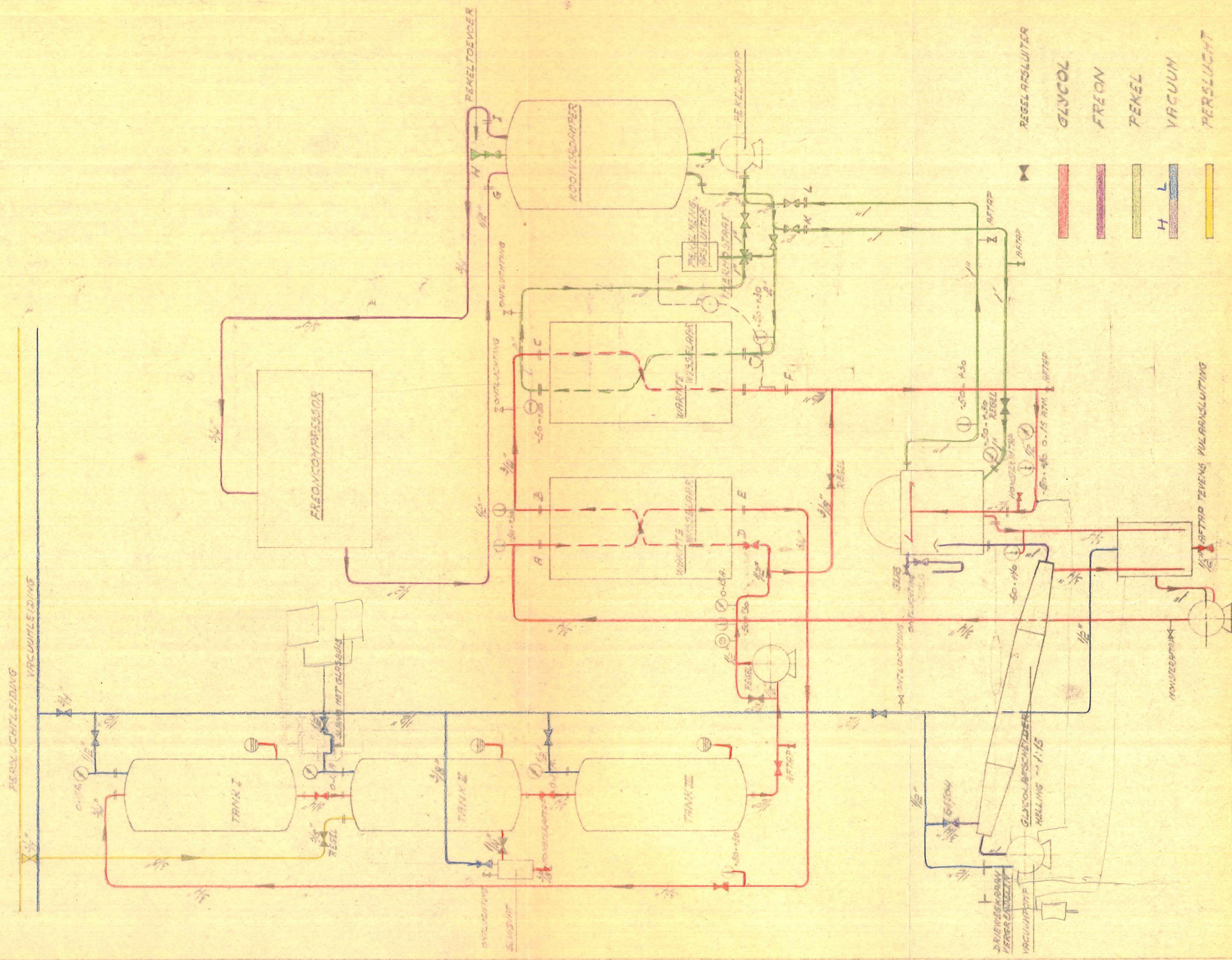
PH <sub>2</sub> O maltig	x*	x <sub>1</sub>	$\frac{x^* - x_2}{x^* - x_1}$	104 $\frac{D\tau}{r^2}$	$\tau$ 10 <sup>-3</sup> 1sec m <sup>2</sup>	D 10 <sup>-12</sup> m <sup>2</sup> sec	$\tau/r^2$ sec/ mm <sup>2</sup>	r, mm
								bij =1 sec.
0.20	0.05	0	0.960	1.25	60	12.0	10.4	0.30
		0.03	0.900	9.8	54	13.3	7.3	0.17
		0.06	-	-	49	14.7	-	-
		0.09	-	-	44	16.4	-	-
0.56	0.10	0	0.980	0.1			0.8	1.1
		0.03	0.972	0.40	↑	↑	3.0	0.58
		0.06	0.950	2.2			15	0.26
		0.09	0.800	40			240	0.06
0.91	0.15	0	0.987	0.1			0.5	1.4
		0.03	0.983	0.1	↑	↑	0.5	1.4
		0.06	0.979	0.1			0.7	1.2
		0.09	0.968	0.65			4.0	0.5

Het blijkt nu, dat redelijke druppelgrootten toelaatbaar zijn. De toelaatbare grootte neemt toe, naarmate de glycol minder water bevat en de waterdampspanning in de ruimte hoger kan zijn. Een waterdampspanning van 0.91 mm Hg komt echter overeen met die van ijs van  $-18.3^\circ\text{C}$ . Het temperatuurverschil over de te drogen laag zou dan dus  $-5 - (-18.3) = 12.3^\circ\text{C}$  bedragen, hetgeen niet veel is. Een waterdampspanning van 0.20 maltig komt daarentegen overeen met ijs van  $-33^\circ\text{C}$  en een beschikbaar temperatuurverval voor de verdampert van  $28^\circ\text{C}$ . Bovendien kan in het laatste geval het eindvochtgehalte van het droge materiaal lager zijn dan in het eerste geval. +)

Het is dus wenselijk, dat de glycol minder dan bijv. 1% water bevat en dat een gemiddelde druppelstraal in de absorber van de orde van 0.2 mm is. Indien de bij deze berekening aangenomen glycolstroem een gem. verblijftijd van 1 sec had en geheel uit deze druppeltjes bestond, dan zou het absorptie oppervlak ca. 22 m<sup>2</sup> bedragen, dus voor 1 m<sup>2</sup> verdampend oppervlak.

+ ) Dit neemt niet weg, dat volgens de absorptie-methode gedroogde producten in hoogvacuum zullen moeten worden nasgedroogd.

# Schema Sublimatiedroger



REGELAFSLUITER  
 GLYCOL  
 FREON  
 PEKEL  
 H L  
 VACUUM  
 PERSLUCHT

tek. no. 10/100