

1146
+
1173

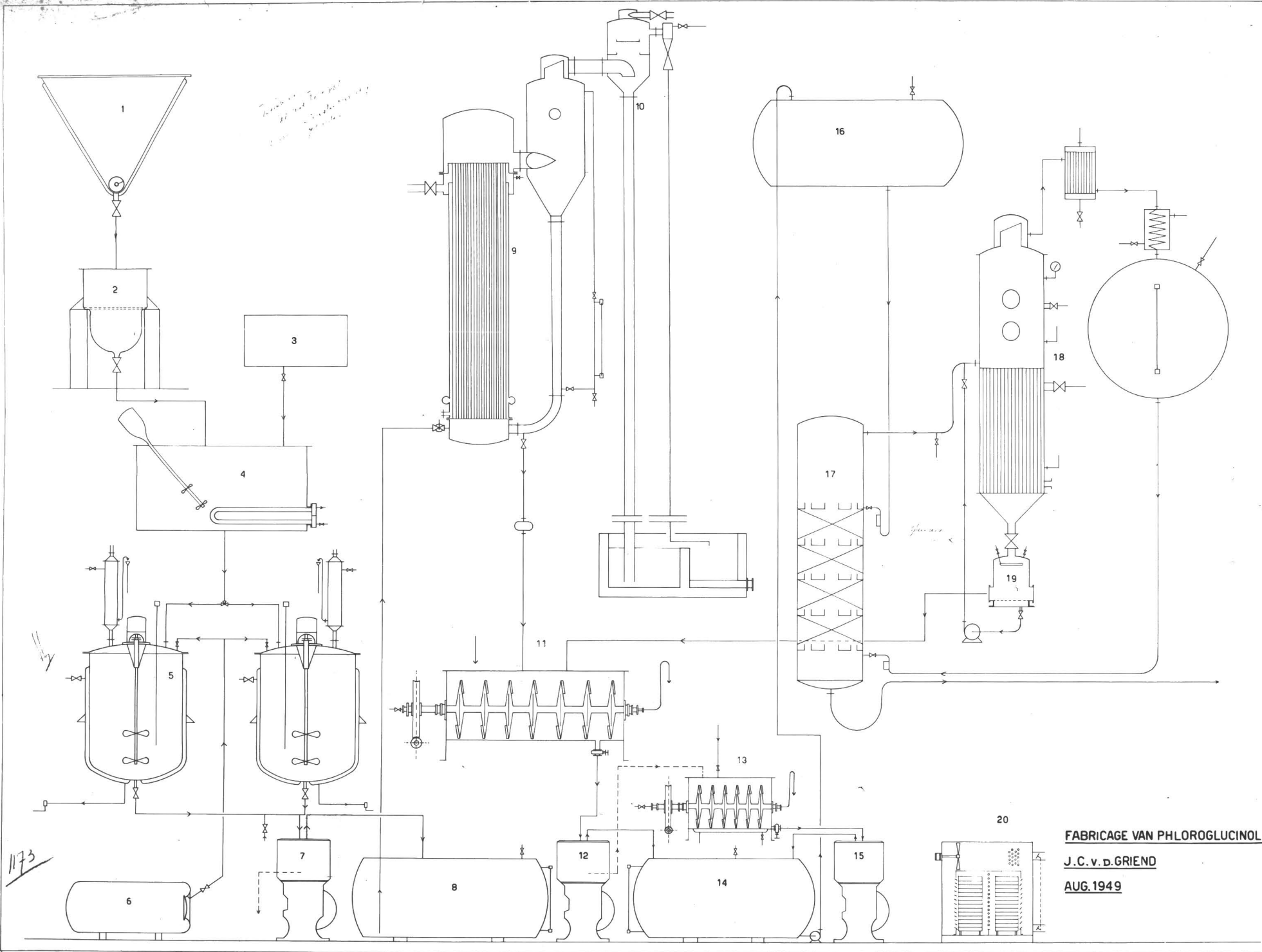
F A B R I E K S C H E M A .

Bereiding van phloroglucinol.

J.C.van de Griend.

J.Geerling.

Juli - Augustus. 1949.



Handwritten notes:
 Tank 10
 Tank 11
 Tank 12
 Tank 13

1173

FABRICAGE VAN PHLOROGLUCINOL
J.C.v.d.GRIEND
AUG. 1949

I N D E L I N G .

Bereidingsmethoden	blz.	2
Fabricageschema		5
Beschrijving der fabriek		6
Materiaalbalans		11
Tijdschema		19
Berekening van de ijsfabriek		
a) ammoniak cyclus		20
b) ammoniak condensor		24
c) ammoniak verdamper		32
Literatuurlijst		37

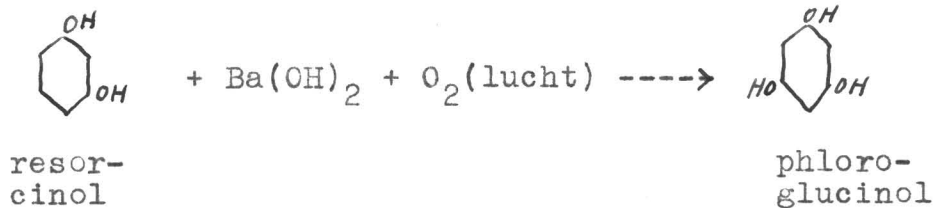
Bereidingsmethoden

De bereiding van phloroglucinol (1.3.5.trihydroxybenzeen) kan als volgt geschieden:

1. hydrolyse van 1.3.5.triaminobenzeenhydrochloride (2)
2.4.6.triaminobenzoëzuurhydrochloride (1)
in water
2. alkalismelt uitgaande van:
 - 1.3.5.benzeentrisulfonzuur (13)
 - 3.5.dibroomphenol (14)
 - phenol (11)
 - resorcinol (12)
 - verschillende plantaardige producten (8) (9) (10)

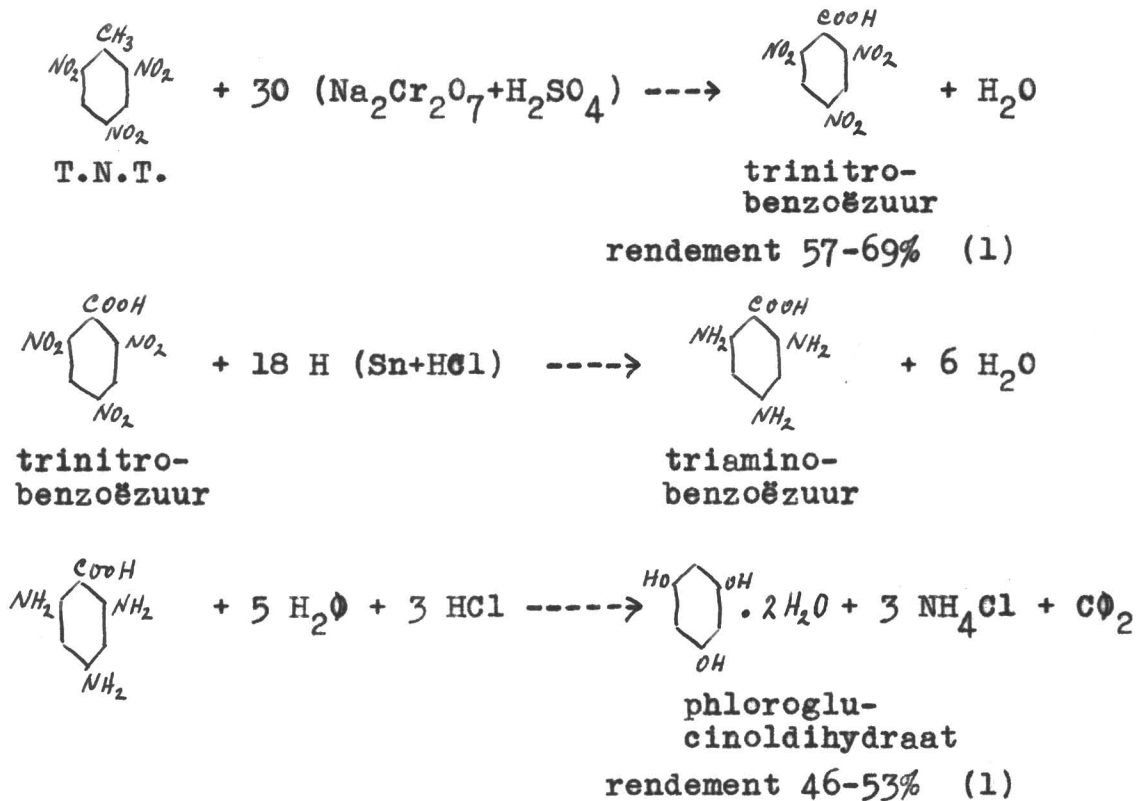
met NaOH, KOH of Ba(OH)₂

De oude technische bereidingswijze was de alkalismelt van resorcinol met KOH of Ba(OH)₂ onder luchtdoorleiding



Het rendement van deze bereidingswijze was echter niet groot.

Bij de moderne technische bereiding van phloroglucinol gaat men uit van T.N.T. (trinitrotolueen) volgens onderstaand schema:



Het totaal rendement van deze bereidingsmethode, uitgaande van T.N.T. wordt dus

$$\begin{array}{l} \text{minimaal } 57\% \times 46\% = 26\% \\ \text{maximaal } 69\% \times 53\% = 36\% \end{array} \quad \text{gemiddeld dus } 31\%$$

Deze bereiding geschiedt dus in drie trappen, een oxydatie, een reductie en een hydrolyse. Een gedetailleerd voorschrift voor deze bereiding staat vermeld in (1)

Het CIOS rapport (2) geeft verder een weinig gedetailleerde fabricatiemethode voor Phloroglucinol in vier trappen. De hydrolyse wordt daar in twee trappen uitgevoerd, namelijk eerst het trinitrobenzoëzuur hydrolyseren tot trinitrobenzeen, daarna reduceren met tin en zoutzuur tot triaminobenzeen en vervolgens nogmaals hydrolyseren tot phloroglucinol.

Aangezien geen directe voordelen aanwijsbaar zijn voor deze omweg en in dit fabrieksvoorschrift bovendien verschillende onjuistheden staan, werden de gegevens voor dit schema hoofdzakelijk gebaseerd op het voorschrift vermeld in Organic Synthesis (1)

Productie

Bij het vaststellen van de productie is uitgegaan van de gedachte dat het hier een pharmaceutisch product betreft Als doel werd gesteld een productie van ongeveer 100 kg per etmaal.

Als we uitgaan van 400 kg T.N.T. per etmaal zal volgens (1) een gemiddeld rendement bereikt worden van 31%, dus een opbrengst van

$$\frac{162}{227} \times 400 \times \frac{31}{100} = 88,5 \text{ kg phl.dihydraat}$$

Door toepassing van extractie van de moederloog (zie later) wordt nog extra verkregen

24,5 kg "

Totale productie

113,- kg

" p.etm.

=====

Teneinde de rentabiliteit van de fabriek zo hoog mogelijk op te voeren, moet op de volgende punten gelet worden:

1. De moederloog welke overblijft na de oxydatie met bichromaat bevat waardevolle chroomzouten welke geregenereerd kunnen worden tot bichromaat.

Het eenvoudigst kan dit geschieden door electrolyse, hierover zijn verschillende patenten bekend.

Een mogelijkheid welke hier toegepast zou kunnen worden is als volgt:

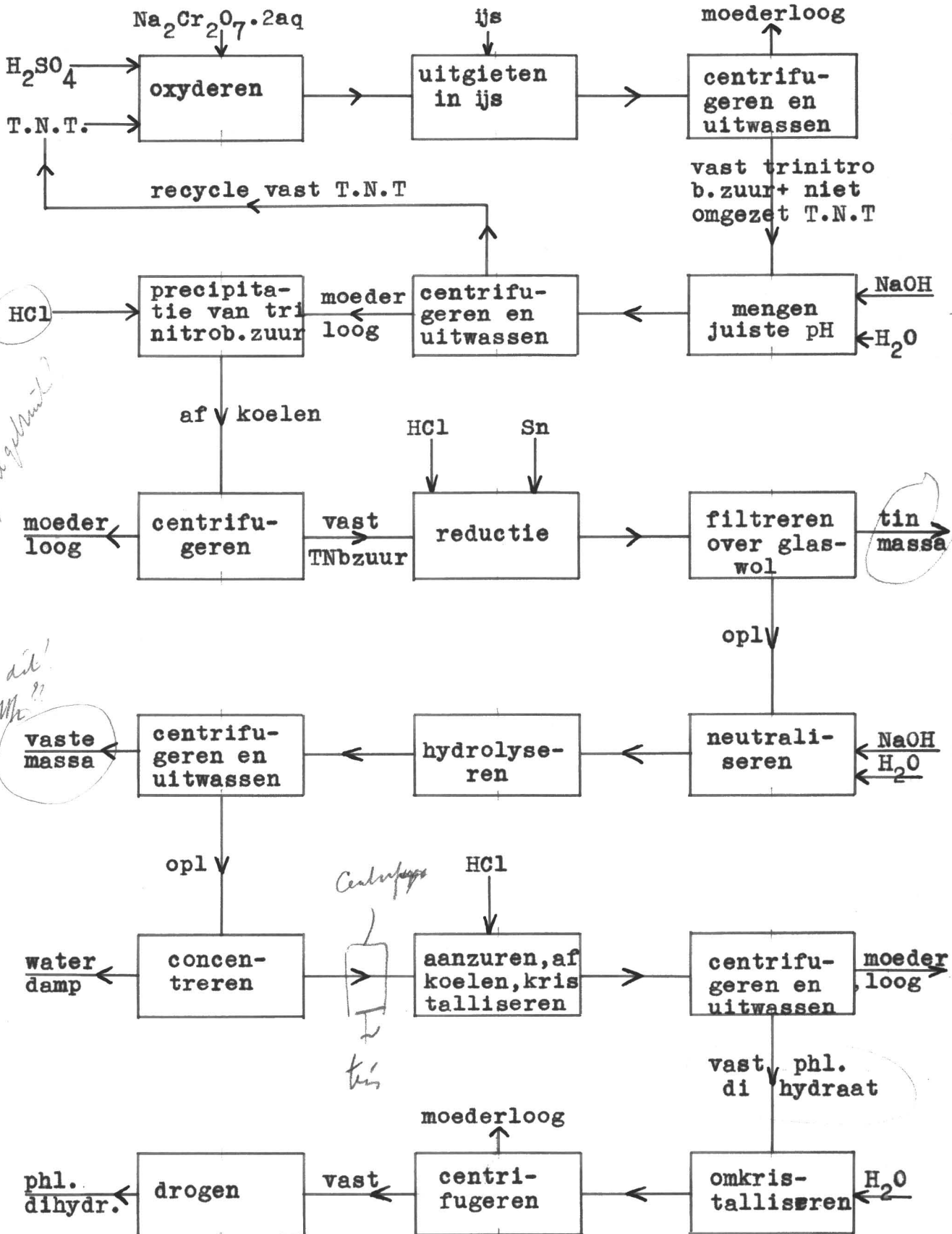
De chroomoplossing wordt geconcentreerd in een verdampert tpt de extra hoeveelheid water, welke van het smelten van ijs afkomstig is, verwijderd is en de aldus verkregen oplossing tussen loden platen, geëlectrolyseerd,

die door een diafragma gescheiden zijn, *geleiderstof*
Aan de anode wordt nu chroomzuur gevormd, aan de kathode
waterstof. Bovendien wordt de concentratie van het zwavelzuur
aan beide zijden van het diafragma veranderd, deze wordt gro-
ter aan de anode, kleiner aan de kathode.

De vloeistof die aan de anode geoydeerd is kan zonder meer
weer voor oxydaties gebruikt worden, waardoor chroomzuur we-
der tot chroomsulfaat wordt. Deze gereduceerde oplossing
wordt nu aan de kathode gebracht, terwijl de daar zich bevind-
ende vloeistof in de anoderuimte wordt gegoten. Als de stroom
nu weder gesloten wordt, geeft de kathodevloeistof, die bij
het begin dezer tweede bewerking meer zwavelzuur bevatte dan
de thans aan de anode zich bevindende haar overmaat H_2SO_4
aan deze laatste af. Op deze wijze wordt een opeenhoping van
zwavelzuur voorkomen en kan dezelfde oplossing voortdurend
voor oxydaties dienen.

2. Het verdient aanbeveling na de reductie met tin het opgelos-
te tinchloride te regenereren tot metallisch tin.
Dit zou op eenvoudige wijze kunnen geschieden door een zink-
staaf in de oplossing te zetten, er zal dan metallisch tin
neerslaan en zinkionen zullen in oplossing gaan.
Men voert dus uiteindelijk zinkchloride af en het tin wint
men terug.
3. De moederlogen welke overblijven na de uitkristallisatie van
het phloroglucinol bevatten nog opgeloste phloroglucinol.
In 1946 was de marktprijs van phl. reeds \$ 65,- per kg
en deze zal thans nog wel hoger zijn.
Het verdient dus aanbeveling de phloroglucinol uit de moe-
derloog terug te winnen. Hiertoe is een extractiesysteem ont-
worpen dat in het schema naderis uitgewerkt. Bij de beschrij-
ving van de fabriek wordt hierop nader ingegaan.

Fabricage schema



Beschrijving der fabriek.

Het phloroglucinol wordt bereid uitgaande van trinitrotolueen (T.N.T.), via oxydatie met natriumchromaat en zwavelzuur omgezet tot trinitrobenzoëzuur. Na zuiveren van dit zuur wordt het gereduceerd met tin en zoutzuur tot triaminobenzoëzuur en vervolgens na gedeeltelijke neutralisatie gehydrolyseerd tot phloroglucinol.

In de speciale gietijzeren autoclaaf (1) wordt 100 kg T.N.T. (2) vermengd met 1000 kg 98 %ig zwavelzuur (4). De hoeveelheid zwavelzuur is met de rotameter precies af te meten. Men roert tot men een homogene massa heeft verkregen, zet het koelwater aan en doseert vervolgens 150 kg natriumchromaat 2 aq. zodanig (3), dat de temperatuur niet boven de 55° C. stijgt. Na toevoeging van al het chromaat, wordt de dikke visceuse oplossing nog twee uur nageroerd op 55° C. en daarna in de met 1100 kg gebroken ijs gevulde geïsoleerde bak (5) afgeleten. Deze roestvrij stalen bak is voorzien van een roestvrij stalen holle as, waarop holle schoepen zijn gemonteerd. Door deze holle as kan men desgewenst nog koelwater laten stromen.

Door het afschrikken van het reactiemengsel kristalliseert het trinitrobenzoëzuur en ongereageerd T.N.T. uit.

De vaste stof wordt in een Laval centrifuge, met een grote neerslag ruimte, gescheiden. (7). Het filtraat, dat chromozouten bevat wordt eventueel nog geregeneerd tot natriumchromaat 2 aq.

De vaste stof, d.i. het "ruwe trinitrobenzoëzuur" wordt uit de centrifuge gehaald en in de roestvrij stalen bak (10) behandeld met 15 %ig natronloog. Het natronloog is bereid door verdunnen van 40 %ig natronloog in de roestvrij stalen bak (11) met water. Met behulp van de loogvaste Silicium ijzeren centrifugaalpomp (12) wordt de suspensie naar centrifuge (8) gepompt. Hier wordt het onoplosbare T.N.T. afgescheiden en vervolgens naar de meetbak (2) bij de autoclaaf (1) teruggevoerd.

Het filtraat van de centrifuge (8) bevat het oplosbare natriumzout van trinitrobenzoëzuur. In de roestvrij nikkelstalen voorraad tank (13) wordt het onoplosbare trinitrobenzoëzuur weer teruggevormd door behandeling met 36 %ig HCl (15). Door middel van de zuurvaste centrifugaalpomp (14) wordt deze suspensie naar de centrifuge (9) gepompt. Het filtraat hiervan wordt verwijderd en het neerslag in de meettank (17) afgewogen en vervolgens in de "glasslined" autoclaaf (16) met een berekende hoeveelheid zoutzuur 36%ig (15), af te meten met behulp van een rotameter, tot een homogene massa vermengd, Na toevoeging van ongeveer 15 kg tin (18) wordt de oplossing tot ongeveer 80° C. verwarmd, door stoom in de dubbele wand toe te laten. De rest van het tin wordt zodanig gedoseerd, dat de reactie vlot verloopt.

De reflux (19) gemaakt van Hastelloy metaal zorgt er voor dat het zuurgehalte van de oplossing niet terugloopt. Na toevoeging van al het tin wordt de oplossing nog een uur na verwarmd op kookhitte om de reactie af te laten lopen en vervolgens afgeleten in de "glasslined" geïsoleerde tank (20). Deze bak is voorzien van een transportschroef om het ongereageerde tin weg te voeren. De warme oplossing gaat nu naar een filter (21).

*Autoclaaf met
glasvoering*

7

Beschrijving der fabriek

De van de reductie afkomstige massa, welke nog ongereageerd tin bevat, wordt opgezameld in de bak (1) van zuurbestendig materiaal (bv. geëmailleerd gietijzer) voorzien van een warme isolerende mantel en een transportschroef om de massa naar de uitlaatleiding te transporteren.

De massa wordt nu heet gefiltreerd over het zuurbestendige filter (2) dat een zeefbodem, bedekt met glaswol, bezit. De tinmassa, welke hier op achter blijft, wordt af en toe uitgeschept en de oplossing stroomt in de zuurbestendige neutralisatietank (4)

In deze tank (4) wordt het vrije zoutzuur plus 60% van het HCl aanwezig in de complexe verbinding $\text{HOOC.C}_6\text{H}_2(\text{NH}_2\text{HCl})_3.3\text{SnCl}_2$ geneutraliseerd door toevoeging van een 40% NaOH-oplossing uit de loogtank (3)

Een titratieproefje wordt vooraf uitgevoerd om de juiste hoeveelheid NaOH welke nodig is te bepalen.

Een roerder zorgt voor een goede menging, terwijl de reactiewarmte welke hierbij vrijkomt afgevoerd wordt door een koeler, waar doorheen koelwater stroomt.

Na de neutralisatie wordt de gehele inhoud van de tank (4) afgelaten in twee autoclaven (5) voor de hydrolyse. Om de gehele dagproductie te verwerken zijn 9 autoclaven nodig (8 + 1 reserve) slechts twee er van zijn getekend.

De hydrolyse van het 2.4.6-triaminobenzoëzuur vindt nu plaats door opwarmen van de autoclaven met stoom. Een refluxcondensator doet de ontwijkende damp weer condenseren. De hydrolyse van elke charge duurt ongeveer 20 uur en moet geschieden in een atmosfeer van inert gas om oxydatie van het amine door luchtzuurstof te voorkomen.

Als inert gas is hier CO_2 gekozen dat uit de bombe (6) in de autoclaven toegelaten wordt.

Na beëindiging der hydrolyse, wordt de inhoud der twee autoclaven heet afgelaten en loopt via de centrifuge (7) waar vaste bestanddelen (waarschijnlijk tinhydroxyde) verwijderd worden, naar de opslagtank (8) Hierin wordt ook het waswater van de centrifuge opgevangen.

De inhoud van deze tank wordt daarna opgezogen in de verdamper (9) en aldaar onder vacuüm ingedampt tot de helft van het oorspronkelijke volume. Het vacuüm wordt onderhouden door een stoomejecteur, terwijl de door koelwater gecondenseerde damp afgevoerd wordt door de barometrische valbuis (10)

De verdamper is zodanig ingericht dat hij desgewenst continu kan werken met een continue aanvoer van verse oplossing en een continue afvoer van concentraat door middel van een schroefpomp.

De aldus geconcentreerde oplossing van phloroglucinol komt in de kristallisator (11) (type Werkspoor) terecht, wordt door toevoeging van wat zoutzuur aangezuurd en vervolgens door pekkel, welke door de bladen van de schoepen stroomt gekoeld tot 0°C , waardoor phl.dihydraat uitkristalliseert.

De kristallen worden daarna in de centrifuge (12) gescheiden van de moederloog. Deze moederloog wordt verzameld in tank (14)

Het

Genetivus van Nominis

De van de vrees in het algemeen, maar vooral in het bijzonder, is
een gevoel dat voortvloeit uit de vrees voor de afwijking van de
normale toestand, en het is een gevoel dat voortvloeit uit de vrees
voor de afwijking van de normale toestand, en het is een gevoel dat
voortvloeit uit de vrees voor de afwijking van de normale toestand.
... (The rest of the text is mirrored and mostly illegible due to bleed-through)

*Verduldig, onfficient
angstige, is onbedruid
door onbedruid, want 't is het
patius oppogen*

... (The rest of the text is mirrored and mostly illegible due to bleed-through)

Het aldus verkregen nog onzuivere phl.dihydraat wordt uit de centrifuge (12) geschept in de kristallisator (13) Hierin wordt het omgekristalliseerd door het eerst op te lossen in heet water (als warmtebron voor dit oplossen is nog een stoommantel om de kristallisator aangebracht) en daarna te koelen met pekkel door de bladen van de kristallisator tot 0°C. Na afscheiding van de kristallen door de centrifuge (15) waarbij de moederloog weer in tank (14) verzameld wordt, wordt het eindproduct tenslotte gedroogd in de drooginrichting (20)

In deze drooginrichting van het type "Proctor" kunnen twee wagentjes geplaatst worden. Elk van deze wagentjes bevat een aantal laden waar de kristallen op uitgespreid worden om vervolgens door er over strijkende warme lucht gedroogd te worden.

De in tank (14) verzamelde moederlogen der beide kristallisaties bevatten nu nog een aanzienlijke hoeveelheid phloroglucinol. Om een indruk te krijgen van deze hoeveelheid werd de volgende schatting gemaakt:

Per charge van 100 kg T.N.T. verkrijgt men circa 1200 kg moederloog uit de centrifuges (12) en (15)

De oplosbaarheid van phloroglucinoldihydraat in water bij 20°C bedraagt 1,13 g per 100 cc (Perry)

Stel nu de oplosbaarheid bij 0°C de helft hiervan, dus 0,57 g per 100 cc, dan bevat de moederloog per charge $1200 \times 0,0057 = 6,8 \text{ kg phl.h}$

En bij 4 charges per etmaal dus $4 \times 6,8 \text{ kg} = 27,2 \text{ kg}$

De marktwaarde hiervan is $27,2 \times \$ 65,- = \$ 1768,-$ per etmaal dit is $1768 \times f 2,65 = f 4685,20$

Indien dus geen regeneratie van de moederloog toegepast zou worden, ging deze waarde aan phloroglucinol per etmaal verloren.

De regeneratiemethode is gezocht in de richting van een vloeistof-vloeistof extractie met een organisch oplosmiddel.

Het gaat immers om de terugwinning van een organische stof (phloroglucinol) naast voornamelijk anorganische verontreinigingen (NH_4Cl , SnCl_2 en NaCl)

Als extractiemiddel is gekozen amylalcohol. Enerzijds lost hierin phl. veel beter op dan in water en anderzijds zijn de wederzijdse oplosbaarheden van amylalcohol en water ook gering. Zo geeft Seiddell op:

100 cc water bij 22°C lost op 3,284 cc amylalcohol tot s.g. 0,9949
100 cc amylalcohol " " " 2,214 cc water tot s.g. 0,8248

Er is dus waarschijnlijk een voldoende groot s.g. verschil aanwezig om een scheiding in twee lagen mogelijk te maken.

Als extractiemethode is gekozen een continue tegenstroom-extractie met regeneratie van het oplosmiddel (amylalcohol) uit het extract door middel van een verdamper (18) en afscheiding van het vaste phl. onderaan de verdamper door een zoutfilter (19).

Om het systeem, waarover toch al niet veel bekend is, aanvankelijk niet te ingewikkeld te maken, is afgezien van een

*Werk in de
verduidelijking*

terecht
een reflux van raffinaat en van extract, terwijl ook de regeneratie van amyralcohol uit de waterlaag niet verder uitgewerkt is.

Zoals de extractie thans geschetst is treedt een verlies aan amyralcohol in het raffinaat op.

Per etmaal is dit $4 \times \frac{1200}{0,1} \times 0,003284 \text{ L} = 157 \text{ Liter}$ en bij een marktprijs van F 2,80 per liter, vertegenwoordigt dit een waarde van $157 \times f 2,80 = f 440,-$

Dit bedrag moet dus in mindering gebracht worden van het voordeel dat de winst aan phl. oplevert.

Zoals in het schema is aangegeven, wordt de verzamelde moederloog opgepompt met een centrifugaalpomp naar een verzameltank (16) en stroomt van daaruit boven in de extractietoren. Deze is opgevuld met Raschig ringen en bevat bovendien enkele geperforeerde platen om het wandeffect te verminderen

De amyralcohol stroomt door hydrostatisch drukverschil in tegenstroom van onder naar boven door de kolom en komt in de verdamper (18) terecht, waar zij onder atmosferische druk afgedestilleerd wordt. De amyralcohol damp wordt gecondenseerd en gekoeld en stroomt in een reservoir om van daar weer in de extractietoren te treden.

Het afgescheiden vaste phl. uit de verdamper wordt door af en toe rondpompen van de vloeistof door het filter (19) verwijderd, vervolgens uit het filter geschept en daarna teruggevoerd in de kristallisatiecyclus.

We stellen ons voor dat 90% van de in de moederloog aanwezige phl. aldus geëxtraheerd kan worden en winnen dus door de extractie 90% van 27,2 kg = 24,5 kg per etmaal aan phl.dih. Hierbij moet echter in het oog gehouden worden dat in de moederloog naast phl. ook andere organische producten aanwezig zijn, welke ook geëxtraheerd kunnen worden door de amyralcohol. Indien deze nevenproducten zich zodanig gaan ophopen in de kristallisatoren dat geen zuiver eindproduct meer verkregen wordt, zal men de moederloog moeten spuien.

Beschrijving van de ijsfabriek.

De hoeveelheid ijs, die gebruikt wordt voor het afschrikken van het oxydatiemengsel wordt in een kleine ijsfabriek met een capaciteit van zes ton per etmaal gefabriceerd.

In een betonnen kuip (22) zit een Calciumchloride oplossing die gekoeld wordt door de roestvrij stalen ammoniakverdamp(er) (23). Deze verdamp(er) bevindt zich aan één der lengtezijden van de kuip (22). De calciumchloride oplossing wordt doormiddel van pomp (28), van Monellmetaal, langzaam rondgepompt.

De roestvrij stalen ijsbakken (26) worden door de automatische vulinrichting (29) gevuld met 25 kg water elk en vervolgens met behulp van de loopkraan in de kuip geplaatst. Op deze wijze wordt periodiek een rij van 9 bakken in de kuip gebracht en aan het andere eind eruit gehaald. Hefboom (27) zorgt er voor, dat alle 20 rijen steeds een stuk ter grootte van de breedte van een ijsbak op schuiven. Een rij bakken verblijft ongeveer 15 tot 18 uur in de kuip en wordt dan met behulp van de loopkraan eruit getrokken en in een bak met warm water gedompeld (24) om het ijs van de wanden los te smelten. Het water in deze bak wordt met directe stoom verwarmd. Vervolgens worden de bakken op de kiepinrichting (26) geplaatst en op de ijsstafel (25) gedepon(e)erd. Het ijs gaat nu via een wagentje en een lift naar de ijsbreker (6) en wordt in de geïsoleerde bak (5) zo lang opgeslagen.

Om de zes uur moeten 1125 kg ijs in bak (5) aanwezig zijn. (dat zijn 5 rijen van 9 bakken).

De ammoniak cyclus voor het leveren van de koude verloopt als volgt. De verdamp(er)te ammoniak wordt in de compressor (31) tot 170 lbs/sq.in. samengeperst en via een olieafscheider (32) gaat de ammoniak naar de condensor (30). Deze dubbele pijp condensor, van gietijzer gemaakt, wordt in tegenstroom gekoeld met water. Uit de condensor komt vloeibare ammoniak van 86° F. Via een smoorklep wordt deze ammoniak geëxpandeerd tot 35 lbs/sq.in. (dit komt overeen met een temperatuur van 6° F.) De verdamp(er)ende ammoniak staat zijn koude af aan het calciumchloride in de verdamp(er) (23).

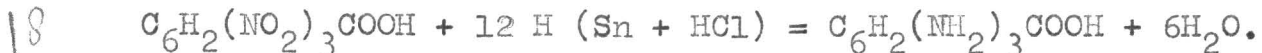
De olie, die van de ammoniak gescheiden is in de olieafscheider (32) wordt in de olieontvanger (33) gekoeld op kamertemperatuur en weer naar de compressor teruggevoerd.

20 rijen
in bakken op
16 mm

6000 = 1500
u ?

Materiaalbalans deel I.

In het voorschrift van Organic Synthesis is een fout geslo-
pen. Bij de reductie wordt/daar gebruik gemaakt van de volgen-
de reactievergelijking:



Deze is niet in overeenstemming met de werkelijke reactie-
vergelijking; (zie blz 2) er zijn nog waterstofmoleculen nodig
om de aminogroepen te vormen.

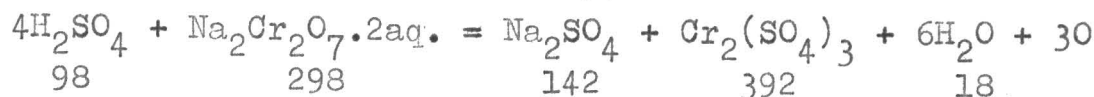
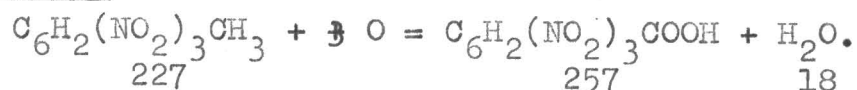
Hoofdzakelijk om deze reden werd besloten een materiaal-
balans op te stellen, tevens geeft deze balans een inzicht over
de verschillende te gebruiken hoeveelheden der reactiestoffen.

De volgende syntheses hebben plaats:

- 1) Oxydatie.
- 2) Zuivering van trinitrobenzoëzuur.
- 3) Reductie.
- 4) Zuivering van triaminobenzoëzuur.
- 5) Hydrolyse.
- 6) Zuivering van phloroglucinol.

Als uitgangspunt is genomen het voorschrift van Organic
Synthesis voor 100 kg. trinitrotolueen (T.N.T.). Bij de reductie
zijn echter andere verhoudingen gebruikt, dan die in het voor-
schrift gebruikt zijn.

Oxydatie.



Volgens Organic Synthesis verkrijgt men uit 360 g. T.N.T.
gemiddeld 255 gram zuiver trinitrobenzoëzuur. De reactie ver-
loopt dan voor (255/257 : 360/227) x 100 = 62,5 %. Aangenomen
is, dat de zuivering voor 100 % verloopt.

Het verlies is voornamelijk te wijten aan nevenreacties, die
niet bekend zijn. De uitgangsstoffen, die voor deze nevenreac-
ties verbruikt worden, zijn in de balans gemerkt met (n.r.).

Uitgangsstoffen.

trinitrotolueen	100 kg.
zwavelzuur 98 %	1000 kg.
$Na_2Cr_2O_7 \cdot 2aq.$	150 gr.
	1250 kg.

Producten.

trinitrobenzoëzuur: $0,625 \times \frac{100}{227} \times 257$	=	70,8 kg
natriumsulfaat: $0,625 \times \frac{100}{227} \times 142$	=	39,0 kg
chromsulfaat: $0,625 \times \frac{100}{227} \times 392$	=	107,9 kg
water: $0,625 \times \frac{100}{227} \times 7 \times 18$	=	34,7 kg
ongereageerd T.N.T.: $\frac{330}{360} \times 100 - 70,8$	=	20,9 kg

op. byathens

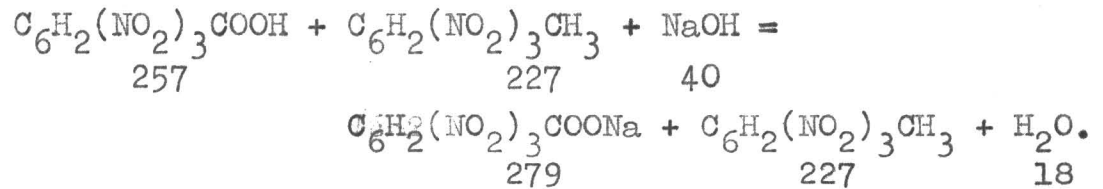
Voor de vorming van nevenproducten en overmaat der uitgangsstoffen is nodig geweest:

T.N.T.: $100 - 0,625 \times \frac{100}{227} \times 227 - 20,9$ (n.r.)	=	16,6 kg
H ₂ SO ₄ .98%: $1000 - 0,625 \times \frac{100}{227} \times 4 \times 98$ (n.r.)	=	892,2 kg
Na Cr O .2aq.: $150 - 0,625 \times \frac{100}{227} \times 298$ (n.r.)	=	67,9 kg
Totaal:		<u>1250,0 kg</u>

Deze massa wordt uit de reactieketel in ijs gestort, de hoeveelheid hiervan bedraagt: $4 \times 100/0,36 = 1111$ kg.

Zuivering van trinitrobenzoëzuur.

a) Vorming van het natriumzout.



Deze reactie verloopt voor 100 %. Er is gerekend op een overmaat van 5 % NaOH 15 %ig.

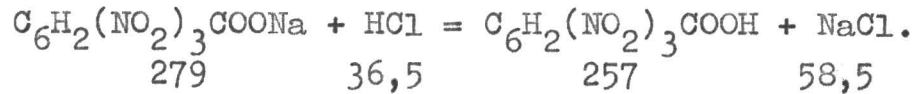
Uitgangsstoffen.

trinitrobenzoëzuur	70,8	
ongereageerd T.N.T.	20,9	
"ruw" trinitrobenzoëzuur:	<u>91,7</u>	= 91,7 kg.
NaOH: $70,8/257 \times 40$	= 11,0	
water: $85/15 \times 11,0$	= 62,3	
NaOH 15 %ig.	<u>73,3</u>	= 73,3 kg
5 % overmaat NaOH 15 %ig: $0,05 \times 73,3$	=	3,7 kg
Totaal		<u>168,7 kg</u>

Producten.

T.N.T. :		= 20,9 kg
Na zout : $\frac{70,8}{257} \times 279$		= 76,9 kg
5 % overmaat NaOH 15 %ig.		= 3,7 kg
reactiewater: $\frac{70,8}{257} \times 18$	= 4,9	
van 15 % NaOH	62,3	
Water aanwezig	<u>67,2</u>	= 67,2 kg
Totaal		<u>168,7 kg</u>

b) Terugwinning van trinitrobenzoëzuur.



Ook deze reactie verloopt voor 100 %. Inplaats van zwavelzuur is hier gebruikt HCl, daar deze stof goedkoper is.

Uitgangsstoffen.

Na zout:	=	76,9 kg
5 % overmaat NaOH 15 %ig	=	3,7 kg
water	=	67,2 kg
HCl droog: $76,9/279 \times 36,5$	=	10,1
water: $64/36 \times 10,1$	=	17,9
HCl 36 %ig	=	<u>28,0</u> kg
Zoutzuur voor neutralisatie 5 % overmaat NaOH		
droog HCl: $\frac{0,15 \times 3,7}{40} \times 36,5$	=	0,5
water: $64/36 \times 0,5$	=	0,9
5 % overmaat zoutzuur: $0,05 \times 29,4$	=	1,5 kg
Totaal	=	<u>178,6 kg.</u>

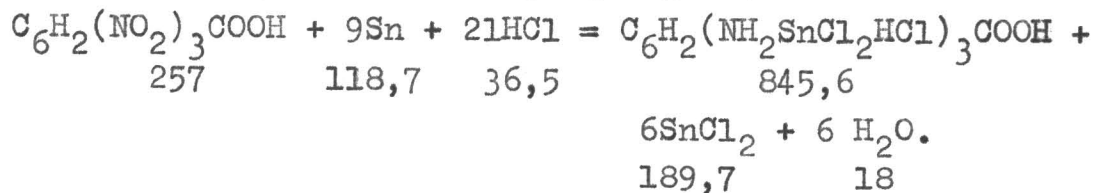
Producten.

trinitrobenzoëzuur.	=	70,8 kg
5 % overmaat zoutzuur 36 %ig	=	1,5 kg
Natriumchloride		
neutralisatie Na zout: $\frac{76,9}{279} \times 58,5$	=	16,1
neutralisatie NaOH: $\frac{0,15 \times 3,7}{40} \times 58,5$	=	0,8
Water		
reeds aanwezig	=	67,2
van HCl: $17,9 + 0,9$	=	18,8
neutr. NaOH: $\frac{0,15 \times 3,7}{40} \times 18$	=	0,3
van 5 % overmaat NaOH: $0,85 \times 3,7$	=	3,1
Totaal	=	<u>89,4 kg</u>
		<u>178,6 kg</u>

Reductie.

Geen gegevens zijn bekend voor hoever deze reactie aflopend is, daarom werd een omzetting van 90 % aangenomen voor deze speciale reductie. (Vergelijk ook (17))

De uiteindelijke reactievergelijking is:



Volgens Organic Synthesis wordt een molaire overmaat Sn genomen

*bevestigd
by synthese?*

nomen groot: $\frac{7 - 6 \times 0,87}{6 \times 0,87} \times 100 = 35 \%$. Voor deze materiaalbalans werd een overmaat van $33 \frac{1}{3} \%$ aangenomen. De overmaat HCl (s,g, 1,17) is volgens Organic Synthesis als volgt te berekenen: zoutzuur s,g, 1,17 bevat $33 \frac{1}{2} \%$ gew.% droog HCl. In het voorschrift werd 1800 ccm gebruikt, d.i. $1800 \times 1,17 \times 0,3325 = 700$ g. droog HCl. Volgens de (foutieve) reductievergelijking is nodig $225/257 \times 12 \times 36,5 = 383,5$ g. droog HCl. De overmaat bedraagt: $(700 - 383,5)/383,5 \times 100 = 82,5 \%$. Dit werd voor deze materiaalbalans ook aangenomen.

Uitgangsstoffen:

trinitrobenzoëzuur:	=	70,8 kg
tin: $70,8/257 \times 9 \times 118,7$	=	392,5 kg
zoutzuur 36 %		
droog HCl: $\frac{70,8}{257} \times 21 \times 36,5 \times 1,825 = 385,4$		
water: $64/36 \times 385,4$	=	685,2 = 1070,6 kg
Totaal:		<u>1533,9 kg</u>

Producten.

trinitrobenzoëzuur: $0,1 \times 70,8$	(n.r.)	=	7,1 kg
niet gereageerd Sn (geschat op 2 %)		=	7,9 kg
ontweken droog HCl (geschat op 2 %)		=	7,7 kg
water:			
van 36 %ig zoutzuur:		685,2	
reactiewater: $0,9 \times \frac{70,8}{257} \times 6 \times 18 = 26,8$	=	712,0 kg	
complexe aminoverbinding: $0,9 \times \frac{70,8}{257} \times 845,6 = 209,6$	=	209,6 kg	
totaal SnCl ₂ (in oplossing en in complex):			
in oplossing: $\frac{0,98 \times 392,5}{118,9} \times 189,7 = 614,5$			
in complex: $3 \times 189,7 \times \frac{0,9 \times 70,8}{257} = 141,1$	=	473,4 kg	
"droog HCl" in oplossing en in complex:			
in complex: $\frac{0,9 \times 70,8}{257} \times 3 \times 36,5 = 27,1$			
in oplossing: $0,98 \times 385,4 -$			
$-\frac{0,98 \times 392,5}{118,9} \times 2 \times 36 \frac{1}{2} = 141,3$	=	114,2 kg	
waterstof verdwenen door reflux:			
to totaal H ₂ gevormd: $\frac{0,98 \times 392,5}{118,9} \times 2 = 6,5$			
voor reductie verbruikt:			
$\frac{0,9 \times 70,8}{257} \times 9 \times 2 = 4,5$	=	2,0 kg	
totaal product			<u>1533,9 kg</u>

Materiaalbalans Dl.II.

Uitgangproduct, aanwezig in bak (1)

ongereageerd tin	7,9	kg
water	712,	
complexe verb. $\text{HOOC.C}_6\text{H}_2(\text{NH}_2\text{HCl})_3\text{SnCl}_2$	209,6	
SnCl_2 in oplossing	473,4	
droog vrij HCl in opl.	114,2	
nevenproducten	7,1	
	<hr/>	
	1524,2	kg

In (2) wordt afgefiltreerd over glaswol 7,9 kg tin

neutralisatie

Volgens het voorschrift moet men zoveel 40% NaOH toevoegen dat het vrije HCl plus 60% van het in het complex gebonden HCl geneutraliseerd is.

Benodigde NaOH:

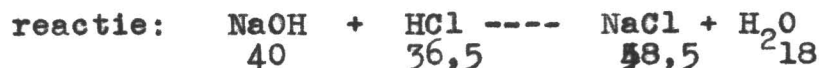
voor neutr. 114,2 kg vrij HCl
 $\frac{114,2}{36,5} \times 40 = 125,1$ kg

voor neutralisatie 60% v/h geb.HCl
 $\frac{60}{100} \times \frac{27,1}{36,5} \times 40 = 17,8$

Totaal NaOH 142,9

water $\frac{60}{40} \times 142,9 = 214,3$

40% NaOH 357,2 kg



NaCl gevormd: $\frac{58,5}{40} \times 142,9 = 208,9$ kg

H_2O gevormd $\frac{18}{40} \times 142,9 = 64,3$ kg

HCl verbruikt $\frac{36,5}{40} \times 142,9 = 130,4$ kg

hydrolyse uitgangproduct komt in autoclaaf (5)

reeds aanwezige nevenproducten 7,1 kg

water 712 kg oorspr.aanwezig

64,3 bijgevormd

214,3 uit 40% NaOH ----- 990,6

triaminobenzoëzuur 209,6 - (141,1 + 27,1) = 41,4

 SnCl_2 473,4 + 141,1 = 614,5 NaCl 208,9

HCl 141,3 - 130,4 = 10,9

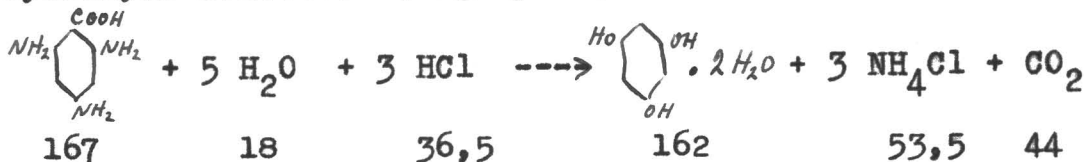
1873,4 kg

De materiaalbalans klopt, want we zijn uitgegaan van

	1524,2	kg
afgefiltreerd	7,9	kg tin
	<hr/>	
toegevoegd 40%NaOH	1516,3	
	357,2	
	<hr/>	
	1873,5	kg

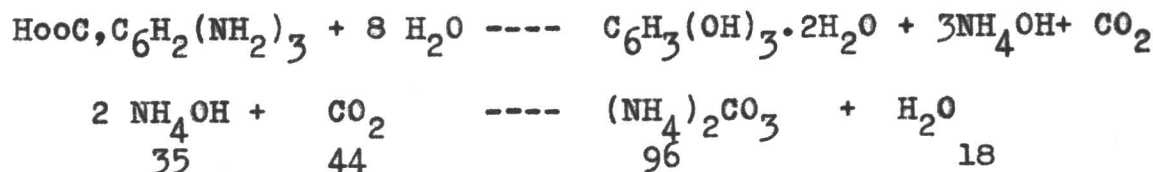
0,72 x 64% = 64%
hiet 50%

hydrolyse reactie: (Org.Synth)



Het rendement van deze omzetting wordt geschat op 72 %

Er is echter niet voldoende vrij HCl aanwezig om deze reactie geheel volgens deze vergelijking te laten verlopen. Nadat het HCl is opgebruikt, moet de reactie a.v. verlopen



hydrolyseproduct:

phl.dihydraat	$\frac{72}{100} \times \frac{41,4}{167} \times 162 =$	28,9 kg
NH ₄ Cl	$\frac{10,9}{36,5} \times 53,5 =$	16,-
CO ₂	gevormd volgens 1 ^e reactie	
	$\frac{72}{100} \times \frac{41,4}{167} \times 44 =$	7,9 kg
	verbruikt voor 2 ^e reactie	
	$\frac{12,6}{53,5} \times \frac{44}{2} =$	<u>5,2</u> --- 2,7 kg
water	oorspr.aanw. - - -	990,6 kg
	gevormd volgens 2 ^e reactie	
	$\frac{12,6}{53,5} \times \frac{18}{2} =$	2,1
		<hr/>
	verbruikt	
	$\frac{72 \times 41,4}{100 \times 167} \times 5 \times 18 + \frac{12,6}{53,5} \times 18 =$	<u>20,3</u> --- 972,4 kg
reeds aanwezige nevenproducten	- - -	7,1
nieuw gevormde	$\frac{28}{100} \times 41,4 =$	11,6
(NH ₄) ₂ CO ₃ gevormd	$\frac{12,6}{53,5} \times \frac{96}{2} =$	11,3

SnCl ₂	614,5	kg
NaCl ²	208,9	
	<hr/>	
Totaal hydrolyseproduct (klopt met toegev.hoeveelh)	1873,4	kg

Deze hydrolyse geschiedt in een CO₂ atmosfeer, dus er zal nog wel meer CO₂ oplossen in de vloeistof, bovendien zal er wel een verlies² aan waterdamp optreden door de refluxkoeler. Deze hoeveelheden zijn niet bij benadering te schatten en worden daarom bij deze materiaalbalans buiten beschouwing gelaten.

Na afcentrifugeren van vaste bestanddelen, waarvan de hoedanigheid niet vermeld wordt en uitwassen met heet water gaat de oplossing naar de verdamper (9)

Na hydrolyse aanwezig waswater gesteld op	1873,4 126,6	kg
	<hr/>	
Totaal	2000,-	kg
indampen tot een volume van	1000	liter
te verdampen hoeveelheid water per charge ca.	1000	liter

kristallisator (11)

Hierin stroomt een oplossing, bevattend

phl.dihydraat	28,9	kg
NH ₄ Cl	16	
CO ₂ ⁴ - zal uitgedampt zijn nevenproducten	7,1 11,6	
(NH ₄) ₂ CO ₃ (11,3)	11,3	
SnCl ₂ ⁴	614,5	
NaCl ²	208,9	
water - de rest	101,7	
	<hr/>	
	1000,	kg

Aangezien in deze balans de hoeveelheid SnCl₂ en NaCl veel te groot is om opgelost te zijn in de aanwezige hoeveelheid water (de oplosbaarheid van SnCl₂ is 100g op 100g H₂O bij 0°C en " " " " NaCl² " 37,5" " " " ") is het dus duidelijk dat deze stoffen uitgekristalliseerd zijn en gedeeltelijk afgescheiden in centrifuge (7) Het Sn waarschijnlijk als SnCl₂ en als Sn(OH)₂.

Wegens het ontbreken van voldoende gegevens kan deze materiaal balans dus niet voortgezet worden.

In de eerste kristallisator (11) zal zich afscheiden phl.dihydraat, verontreinigd met een weinig SnCl₂, NaCl, NH₄Cl en (NH₄)₂CO₃.

Volgens het voorschrift zal deze hoeveelheid bedragen:
circa

*afgevoerd
kristallisator*

circa	$\frac{70}{0,225} \times 0,075$	=	23,2	kg
extra door extractie moederloog			6,1	
			<hr/>	
			29,3	kg (droog gew.)

overblijft ongeveer 925 kg moederloog

Het onzuivere phl. wordt omgekristalliseerd in de tweede kristallisator door oplossen in $\frac{29,3}{0,075} \times 0,7 = 274$ liter water

Bij uitkristallisatie zal hieruit verkregen worden

	$\frac{70}{0,225} \times 70$	=	21,9	kg phl.dihydr.
extra door extractie			6,1	
			<hr/>	
			28,-	kg per charge

Van deze kristallisatie blijft dus aan moederloog over
 $274 + 29,3 - 28 = 275,3$ kg

De totale hoeveelheid moederloog welke opgezameld wordt in tank (14) en geëxtraheerd wordt, bedraagt dus
 $925 + 275 = 1200$ kg

Opmerkingen t.a.v. de materiaalbalans

Deze balans kan geen aanspraak maken op exactheid, omdat onvoldoende gegevens beschikbaar zijn en pas beschikbaar komen indien de bereiding werkelijk op technische schaal uitgevoerd wordt. Ten aanzien van verschillende onbekende grootheden zijn schattingen gemaakt.

Desondanks heeft het opstellen van deze balans toch zeer zeker zijn nut, aangezien een idee verkregen is van de grootte der vereiste apparatuur en de hoeveelheden der verschillende stoffen in de tussenstadia van het proces.

Tijdschema

Teneinde een indruk te krijgen van de tijd, welke de apparaten tijdens de fabricage in gebruik zijn is een schatting gemaakt van de duur der verschillende bewerkingen.

Tijdschema

<u>Bewerking</u>	<u>aantal uren</u>	<u>% bezettingstijd</u>	<u>opmerkingen</u>
oxyderen	4½	autoclaaf $\frac{4 \cdot 5 \cdot 100}{24} = 83\%$	per 24 u zijn 4 charges T.N.T. te ver- werken
uitgieten in ijs	½		
reserve	1		
centrifugeren	½	elke cen- trifuge $\frac{4 \cdot \frac{1}{2} \cdot 100}{24} = 8\%$	eventueel is 1 centrifuge voldoende; met bezetting tijd 24% Thans is re- serve cap. aanwezig
vorming Na-zout	½		
centrifugeren	½		
pp.T.N.b.zuur	½		
centrifugeren	½		
reserve	1		
reductie + koken	5	Voor 4 charges T.N.T zijn 8 autoclaven no- dig. $\frac{22 \cdot 100}{24} = 91\%$	Een 9 ^e re- serve auto- claf nodig
filtreren	½		
neutraliseren	1		
hydrolyseren	20		
centrifugeren	½		
reserve	1½		
verdampen	3		Bij continu verdampen 6u toegestaan
afkoelen, en kristalliseren	1½	elke centri- fuge $\frac{4 \cdot \frac{1}{2} \cdot 100}{24} = 8\%$	reserve aan centrifuges is aanwezig eventueel slechts 2 tegelijk in bedrijf.
centrifugeren	½		
oplossen	½		
kristalliseren	1½		
centrifugeren	½		
drogen	5		
reserve	4½		
Totaal	55 uur		

J.G. + J.E.v.d.g.

Berekening Ysfabriek

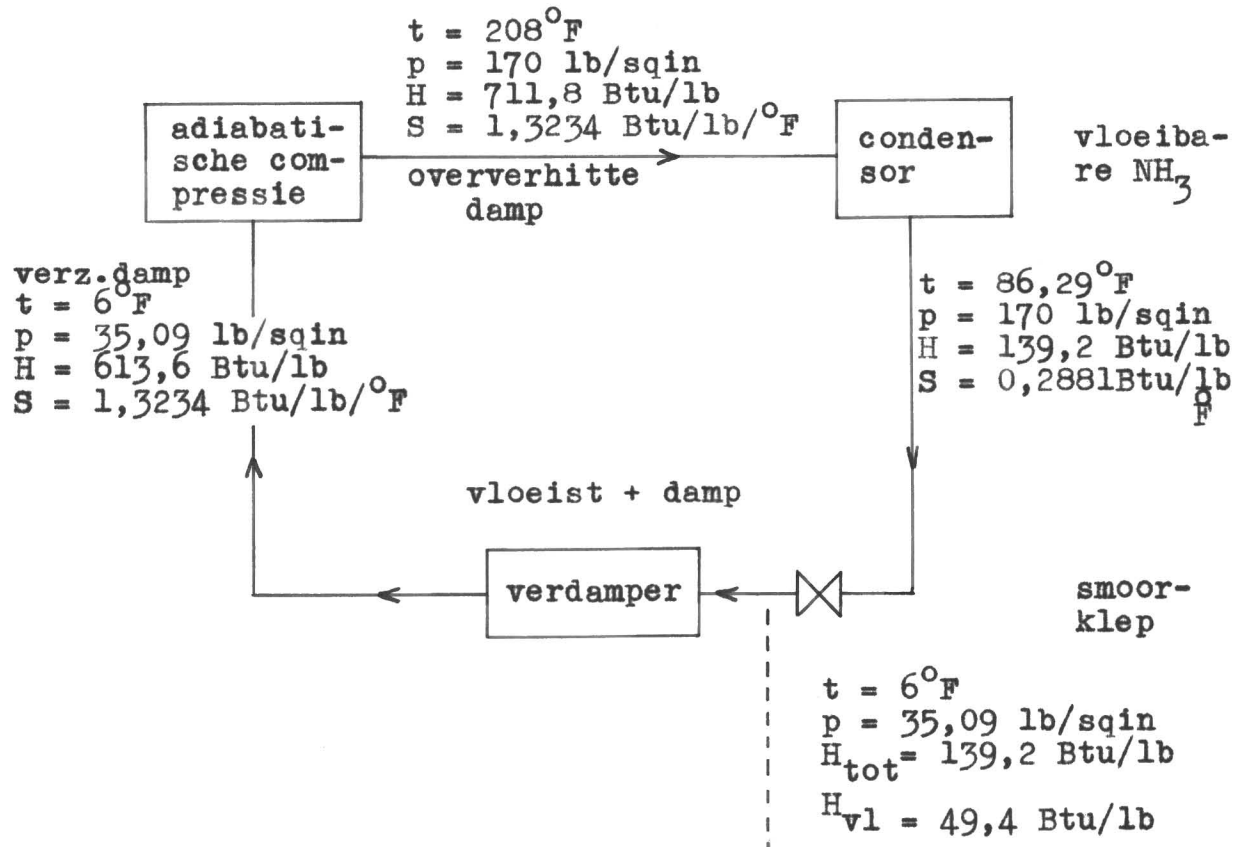
Nodig is 6 ton ijs per dag = 250 kg per uur.

Ammoniak cyclus

Aangenomen is, overeenkomstig praktijkgevallen:
 aanzuigtemperatuur NH_3 6°F (verzadigde damp)
 comprimeren tot een druk 170 lb/sq.in

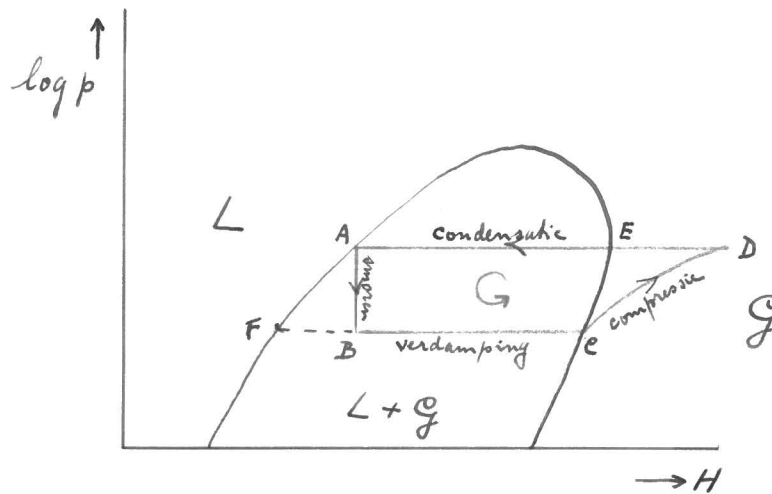
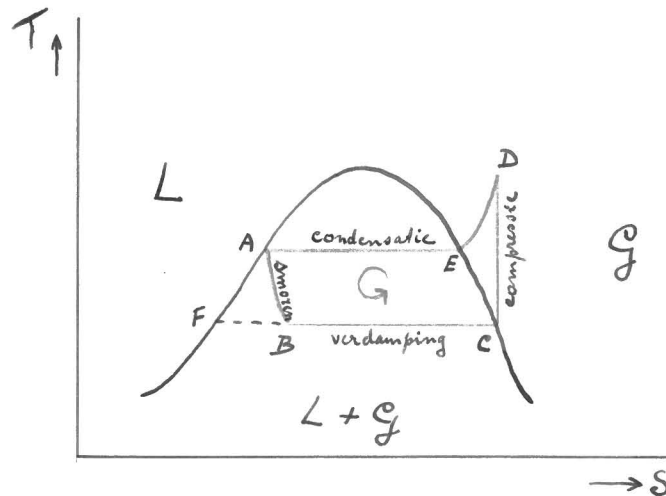
Uit deze gegevens is met behulp van tabellen uit Perry de gehele ammoniakcyclus te berekenen.

De thermodynamische gegevens van de cyclus zijn samengevat in onderstaand schema:



betekenis der symbolen:
 t = temperatuur
 p = druk
 H = enthalpie
 S = entropie

De compressie is beschouwd als adiabatisch dus $S = \text{constant}$
 Het smoren geschiedt bij const. enthalpie dus $H_{\text{tot}} = \text{constant}$
 Het verdampen geschiedt bij constante druk $p = \text{constant}$
 en bij constante temp $t = \text{constant}$



In bovenstaande T-S en log p - H diagrammen is het verloop van de NH₃ cyclus meteen rode lijn aangegeven (19)

Met behulp van de thermodynamische gegevens kunnen verschillende grootheden berekend worden. bv. (18)

- a. arbeid compressor per lb.NH₃ = $H_D - H_C = 711,8 - 613,6 = 98,2 \text{ Btu/lb}$
- b. "coëfficiënt of performance" =

$$\frac{\text{onttrokken warmte}}{\text{verrichte arbeid}} = \frac{H_C - H_B}{H_D - H_C} = \frac{613,6 - 139,2}{711,8 - 613,6} = 4,83$$

- c. aantal pk nodig per st.comm.ton of refrigeration"

$$\frac{4,713}{4,83} = 0,975 \text{ pk}$$

d.

d. aantal lb. NH_3 dat moet circuleren per minuut per
 "ton of refrigeration" $\frac{200}{H_C - H_B} = \frac{200}{613,6 - 139,2} =$
 $= 0,4216$

e. "quality" = % van de vloeibare NH_3 die verdampt is bij
 het passeren door de smoorklep

$$\frac{H_A - H_F}{H_C - H_F} \cdot 100\% = \frac{139,2 - 49,4}{613,6 - 49,4} \cdot 100\% = 15,9\%$$

Capaciteit van de installatie

Deze wordt in de Amerikaanse litteratuur aangegeven in
 de volgende eenheden:

1 standard ton = 288000 Btu (eenheid van warmte of liever
 van koude)

1 standard commercial ton of refrigeration =
 = 200 Btu/min = 12000 Btu/hr = 288000 Btu/24h
 (eenheid van vriescapaciteit)

litt.(22) bevat een tabel op blz 34 die het aantal st.comm.
 ton of refr. vermeldt bij een pekeltemperatuur 14° F bij ver-
 schillende vrieswatertemperaturen, waarbij rekening gehouden
 is met een totaal warmteverlies in de installatie van 20%.

Bij onze installatie stellen we de vrieswatertemperatuur
 20°C (=68° F) en vinden dan in de tabel aangegeven:

capaciteit der installatie: 1,58 ton of refr. per short ton ijs

Onze productie is 6000 kg/24u = $\frac{6000}{0,4536 \cdot 2000} = 6,61$ short ton
 p.dag

Dus benodigde capaciteit 1,58 . 6,61 = 10,42 st.comm.ton of
 refr.
 (= 10,42 . 288000 = 3000960 Btu/dag)

litt.(21) bevat een tabel op blz 218 waar als capaciteit aan-
 gegeven staat voor 6 ton ijs per dag, uitgaande van vrieswa-
 ter van 20°C ----- 35550 kcal/h Omgerekend is dit

$$\frac{35550 \cdot 24 \cdot 3,968}{288000} = 11,76 \text{ st.comm.ton of refr.}$$

Dus hoger dan de Amerikaanse opgave. Voor de zekerheid is de-
 ze laatste waarde aangehouden.

We kunnen nu ook de capaciteit van de compressor berekenen,
 deze is 11,76 . 0,975 pk = 11,46 pk (zie boven onder c.)

De totale NH_3 circulatie moet bedragen (zie d.)

$$0,4216 \cdot 11,76 = 4,95 \text{ lb } \text{NH}_3/\text{min}$$

Warmteverlies der installatie

We berekenen de theoretische hoeveelheid warmte die nodig is om het vrieswater af te koelen van 20°C tot ijs van -10°C (=pekelt temperatuur 14 F)

vrieswater 20°C	---	water 0°C	20 kcal/kg
water 0°C	---	ijs 0°C	80 "
ijs 0°C	---	ijs -10°C	5 "
			<hr/>
			105 kcal/kg

Dus voor 250 kg/h ijs is theor. nodig 250 . 105 = 26250 kcal/h
capaciteit koelmachine: 35550 kcal/h
warmteverlies : 35550 - 26250 = 9300 kcal/h

d.i. $\frac{9300}{35550} \cdot 100\% = 26,1\%$

Vriestijd der ijskannen

(21) vermeldt voor deze installatie voor kannen van 25 kg met afmetingen 190² . 160² . 1115 mm een vriestijd van 18 - 22 uur.

(22) vermeldt een empirische formule voor de vriestijd

$$H = \frac{At^2}{32 - T}$$

H = vriestijd in uur
t = wijdte van de ijskan (kortste afmeting) inch
T = temperatuur van de pekelt F
A = constante = 7

In dit geval is dus A = 7 ; T = 14°F ; t = 160 mm = 6,29 inch

$H = \frac{7 \cdot 6,29^2}{18} = 15,4$ uur

*4 dikke ijskannen
berekening?*

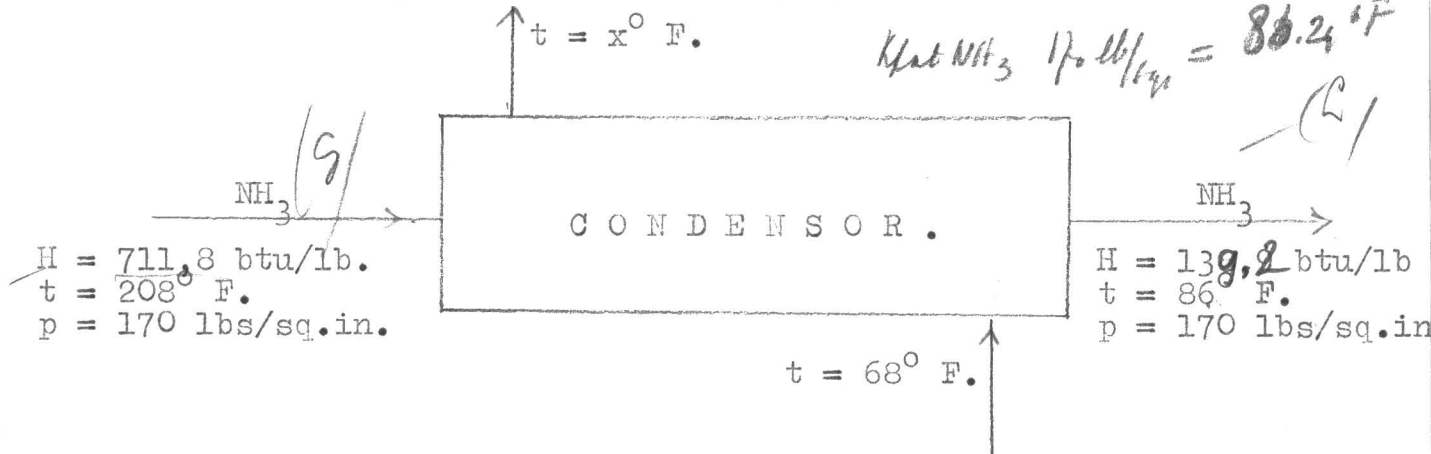
Berekening van de ammoniak condensor.

Om eenig idee te krijgen van de uitlaat temperatuur van het koelwater passen we een thermodynamische berekening toe. (19).

Af te voeren warmte: $4,95 \times (711,8 - 139,2) = 2835 \text{ btu/min.}$

Koelwaterverbruik $\dot{Q} = 5,8 \text{ m}^3/\text{hr.} \quad (21) = 213,1 \text{ lbs/min.}$

Inlaat temperatuur koelwater (21) $20^\circ \text{ C.} = 68^\circ \text{ F.}$



We veronderstellen, dat de condensor geen verliezen geeft.

$$(nH)_{\text{NH}_3}^{208^\circ \text{F}} + (nH)_{\text{H}_2\text{O}}^{68^\circ \text{F}} = (nH)_{\text{NH}_3}^{86^\circ \text{F}} + (nH)_{\text{H}_2\text{O}}^{x^\circ \text{F}}$$

$$n_{\text{NH}_3} (H_{208} - H_{86})_{\text{NH}_3} = n_{\text{H}_2\text{O}} (H_x - H_{68})_{\text{H}_2\text{O}}$$

$$\frac{n_{\text{NH}_3}}{n_{\text{H}_2\text{O}}} = \frac{x - 68}{572,6}$$

n_{NH_3} is aantal lbs $\text{NH}_3 = 4,95 \text{ lbs } \text{NH}_3/\text{min.}$

$n_{\text{H}_2\text{O}}$ is aantal lbs water = $213,1 \text{ lbs } \text{H}_2\text{O}/\text{min.}$

$$x - 68 = \frac{4,95 \times 572,6}{213,1} = 13,3^\circ \text{ F.}$$

De uitlaat temperatuur van het koelwater bedraagt $68 + 13,3 = 81,3^\circ \text{ F.}$

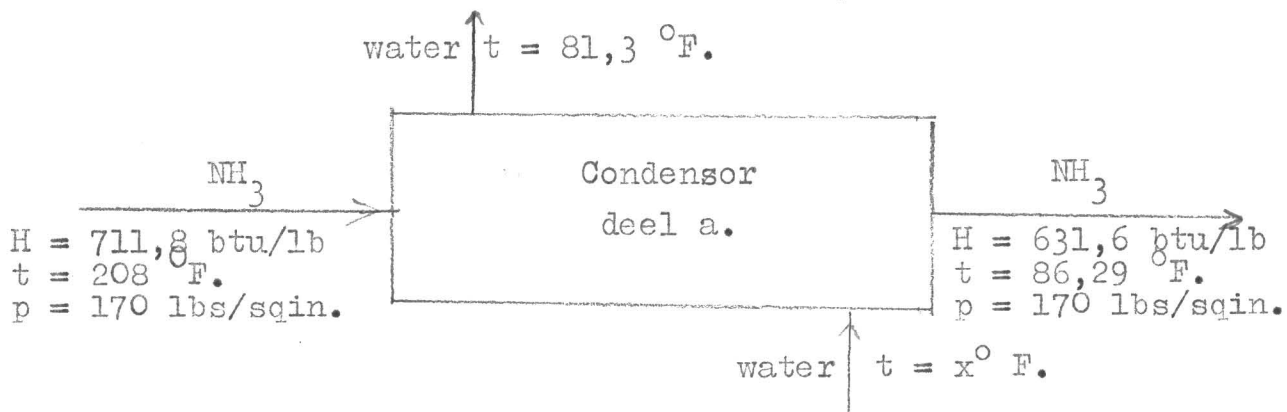
Als controle van de temperatuur kunnen we het aantal lbs water dat per lbs NH_3 verbruikt wordt berekenen, dit bedraagt: $(711,8 - 139,2)/14$ (zie 18) = $40,92 \text{ lbs } \text{H}_2\text{O}/\text{lbs } \text{NH}_3$. Voor deze condensor wordt dit $4,95 \times 40,92 = 202,5 \text{ lbs } \text{H}_2\text{O}/\text{min.}$ Dit bedrag komt ongeveer overeen met de gegeven hoeveelheid koelwater

Voor een nadere berekening van de condensor is het gewenst het apparaat in drie stukken te verdelen (20).

- a) Afkoelen van de oververhitte NH_3 damp tot verzadigde NH_3 damp.
- b) Condensatie van de NH_3 damp.
- ~~c) Onderkoelen van de vloeibare NH_3 .~~

Om weer eenig idee te krijgen van de respectievelijke koelwater temperaturen passen we opnieuw de thermodynamische berekening toe.

- a) Afkoelen van de oververhitte NH_3 damp.

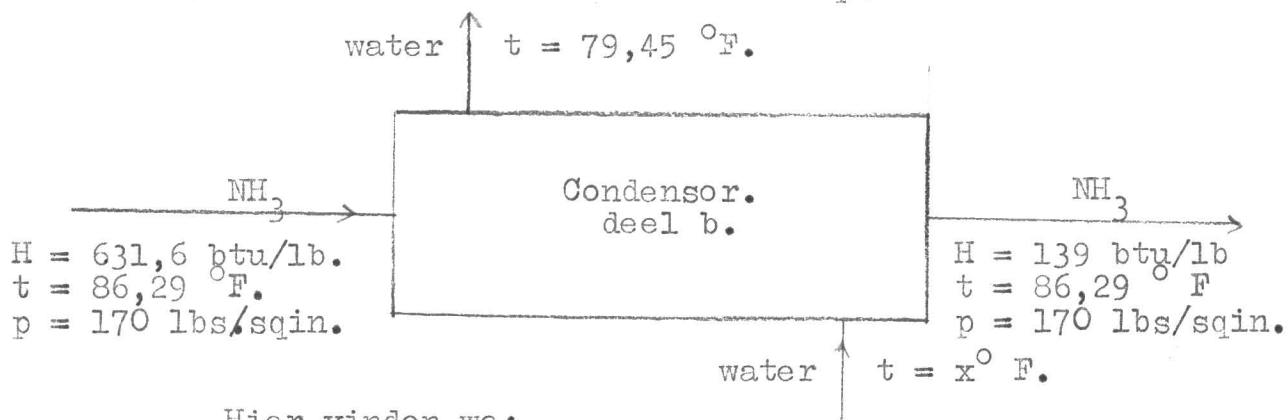


Opdezelfde wijze als hiervoor vinden we:

$$81,3 - x = \frac{4,95 \times (711,8 - 631,6)}{213,1} = 1,86^\circ \text{ F.}$$

De temperatuur van het koelwater bij het begin der condensatie van het ammoniak bedraagt dan $81,3 - 1,86 = 79,45^\circ \text{ F.}$

- b) Condensatie van de ammoniak damp.



Hier vinden we:

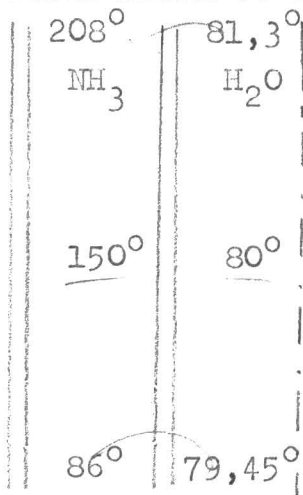
$$79,45 - x = \frac{4,95 \times (631,6 - 139)}{213,1} = 11,45^\circ \text{ F.}$$

De temperatuur van het koelwater na afloop van de condensatie van het ammoniak bedraagt $79,45 - 11,45 = 68^\circ \text{ F.}$ Dit houdt in, dat de condensor de vloeibare ammoniak niet meer onderkoelt.

Berekening van de afmetingen van de condensor.

We beschouwen de condensor als een horizontale rechte stalen pijp voorzien van een $1\frac{1}{8}$ inch "16 gage wall", met er omheen een 3 inch stalen pijp. Door de binnenpijp stroomt water. De invloed van de lucht ~~in~~ de warmteafvoer is te verwaarlozen, daar de filmcoefficient van deze luchtlaag zeer klein is. Verder stellen we de "overall-coefficient" ~~en~~ de soortelijke warmte van het NH_3 in het beschouwde traject als constanten voor. Voor deel a verschillen deze waarden in elk geval bij de inlaat en uitlaat zeer weinig.

Voor de bepaling van de filmcoefficienten van water en ammoniak nemen we een gemiddelde watertemperatuur van $80^\circ F$ en een gemiddelde ammoniak temperatuur van $150^\circ F$. Het is nodig om te weten of het water en het ammoniak in laminaire of in turbulente stroming is. Hiertoe wordt het getal van Reynolds berekend.



$$R_e = \frac{Du\rho}{\mu}$$

D = diameter in ft.

u = snelheid in ft/hr.

ρ = dichtheid in lbs/ft³.

μ = viscositeit in lbs/ft.hr.

a) Voor water van $80^\circ F$.

D = 1,37 : 12 (zie 20) 0,1141 ft

u = $\frac{213,1 \times 60}{62,22} \times \frac{4}{3,14 \times 0,1141^2} = 20080$ ft/hr.

$\rho =$ (zie 18) 62,22 lbs/ft³

$\mu = 0,862 \times 2,42$ (zie 18) 2,085 lb/ft.hr.

$$R_e = \frac{0,1141 \times 20080 \times 62,22}{2,085} = 68390$$

De waterstroming is dus turbulent. Daar de watersnelheid gelijk is aan $20080/3600 = 5,6$ ft/sec, zal er zich geen anorganische stof op de buizen afzetten.

b) Voor ammoniakdamp bij $150^\circ F$.

De diameter der buis is 4 x de hydraulische straal, voor ons geval wordt dit (zie ook 18).

$$D = 4 \times \frac{3,068 - 1,50}{4} = \quad (\text{zie ook 20}) \quad 0,1306 \quad \text{ft.}$$

$$u = \frac{4,95 \times 60 \times 2,081}{1} \times \frac{4 \times 144}{3,14 \times (3,068^2 - 1,5^2)} = 15840 \quad \text{ft/hr.}$$

$$\rho = 1/2,081 \quad (\text{zie ook 18}). \quad 0,4805 \quad \text{lbs/ft}^3.$$

$$\mu = 0,0116 \times 2,42 = \quad 0,02807 \quad \text{lbs/fthr}$$

$$R_e = \frac{0,1306 \times 15840 \times 0,4805}{0,02807} = 35430$$

De stroming van de ammoniak damp is turbulent.

Voor de berekening van de filmcoefficient maken we gebruik van de volgende formules:

a) Voor water (zie 18).

$$h = 160 (1 + 0,01 t_m) \frac{u^{0,8}}{D^{0,2}}$$

$$t_m = 0,9 t_{\text{water}} + 0,1 t_{\text{wand.}}$$

u = snelheid in ft/sec.

D = diameter in inches.

t = temperatuur in °F.

h = filmcoefficient in btu/ft²hr.°F.

De wandtemperatuur is gelijk aan $\frac{150 + 80}{2} = 115^\circ \text{ F.}$

$$t_m = 0,9 \times 80 + 0,1 \times 150 = 87^\circ \text{ F.}$$

$$h = \frac{160 \times 1,87 \times \left(\frac{20080}{3600}\right)^{0,8}}{(0,1141 \times 12)^{0,2}} = 1117 \quad \text{btu/ft}^2\text{hr } ^\circ\text{F.}$$

b) Voor ammoniak. (zie 20).

$$h = 0,0225 \times \frac{k}{D} \times \left(\frac{Du}{\mu}\right)^{0,8} \times \left(\frac{C_p \mu}{k}\right)^{0,3}.$$

k = overgangscoefficient (zie 20).

$$0,0166 + 118 \times 0,000034 = 0,02061 \quad \text{btu/ft}^2\text{hr } ^\circ\text{F/ft.}$$

C_p = soortelijke warmte (zie tabel in 23).

$$0,65 \quad \text{btu/lb } ^\circ\text{F.}$$

$$h = 0,0225 \times \frac{0,02061}{0,1306} \times 35430^{0,8} \times \left(\frac{0,65 \times 0,02807}{0,02061}\right)^{0,3}$$

$$h = \frac{0,0225 \times 0,02061 \times 4360 \times 0,964}{0,1306} = 14,9 \quad \text{btu/ft}^2\text{hr } ^\circ\text{F.}$$

De berekening van de gemiddelde "overall-coefficient" geeft ons:

$$U_g = \frac{1}{\frac{D}{D_1 h_1} + \frac{L}{k} + \frac{D}{D_2 h_2}}$$

k voor staal = 26 btu/hr.ft² °F/ft.

D₁ = binnendiameter = 0,1141 ft

D₂ = buitendiameter = 0,1250 ft

D = (D₁ + D₂)/2 = 0,1196 ft.

h₁ = filmcoefficient van water = 1117 btu/hr.ft² °F/ft.

h₂ = filmcoefficient van NH₃ = 14,9 btu/hr.ft² °F.

L = (D₂ - D₁)/2 = 0,0055 ft.

$$U_g = \frac{1}{\frac{0,1196}{1117 \times 0,1141} + \frac{0,0055}{26} + \frac{0,1196}{0,1250 \times 14,9}} = \frac{1}{0,06528} = 15,32.$$

$$\Delta t_m = \frac{\Delta t_1 - \Delta t_2}{2,303 \log \frac{\Delta t_1}{\Delta t_2}} = \frac{(208-82)-(86-80)}{2,303 \log \frac{208,82}{86,80}} = \frac{126 - 6}{2,303 \log \frac{126}{6}} =$$

$$\Delta t_m = 38,52 \text{ } ^\circ\text{F.}$$

$$A_g = D_g = 3,14 \times 0,1196 = 0,3758 \text{ ft}^2$$

$$q = U_g \times L \times A_g \times \Delta t_m$$

$$L = \frac{4,95 \times 60 \times (711,8 - 631,6)}{15,32 \times 0,3758 \times 38,52} = 107,4 \text{ ft}$$

Hierin is A_g het gemiddelde oppervlak van de buis met een lengte van 1 ft.

Tweede deel der buis: condensatie van de NH₃ damp.

86	79,45
NH ₃	H ₂ O
86	74
86	68

We nemen weer aan dat de "overall-coefficient" en de C_p weinig veranderen. Het water is nog steeds in turbulente stroming. Ook de vloeibare NH₃ aan het eind van de condensor is in turbulente stroming want: het getal van Reynolds is hiervoor:

$$D = 0,1306 \text{ ft}$$

$$\rho = 37,16 \text{ lbs/ft}^3$$

$$u = \frac{4,95 \times 60}{37,16} \times \frac{4 \times 144}{3,14 \times 7,16} = 257,9 \frac{\text{ft}}{\text{hr}}$$

$$\mu = 0,0675 \times 2,42 = 0,1603 \text{ lbs/ft.hr.}$$

$$R_e = \frac{0,1306 \times 37,16 \times 257,9}{0,1603} = 7666.$$

Voor de berekening van de filmcoefficienten, maken we gebruik van de volgende formules:

$$h = 160 (1 + 0,01 t_m)^{0,8} \frac{u^{0,8}}{D^{0,2}}$$

$$t_m = 0,9 t_{\text{water}} + 0,1 t_{\text{wand}}$$

t_m

$$t_m = 0,9 \times 74 + 0,1 \times 80 = 66,6 + 8 = 74,6 \text{ } ^\circ\text{F.}$$

$$h = \frac{160 \times 1,746 \times \left(\frac{213,1}{60 \times 62,26} \times \frac{4}{3,14 \times 0,1141^2} \right)^{0,8}}{(0,1141 \times 12)^{0,2}} =$$

$$h = 1037 \text{ btu/ft}^2\text{hr } ^\circ\text{F.}$$

Voor ammoniak:

$$h = 0,725 \sqrt[4]{\frac{k^3 \rho^2 g \lambda}{D \mu \Delta t}}$$

k = doorgangscoefficient = $0,29 \text{ btu/hr ft}^2 \text{ } ^\circ\text{F/ft.}$

ρ = $37,32 \text{ lbs/ft}^3$

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

λ = $631,6 - 139 = 492,6 \text{ btu/lbs.}$

D = $0,1306 \text{ ft.}$

μ = $0,068 \times 2,42 = 0,1645 \text{ lbs/ft.hr.}$

Δt = $86 - 80 = 6 \text{ } ^\circ\text{F.}$

$$h = 0,725 \frac{0,29^3 \times 37,32^2 \times 4,18 \times 10^8 \times 492,6}{0,1306 \times 0,1645 \times 6} =$$

$$h = 1964 \text{ btu/ft}^2 \text{ hr } ^\circ\text{F.}$$

Voor de formule van de "overall-coefficient" zie vorige blz.

$$U_g = \frac{1}{\frac{0,1196}{0,1141 \times 1037} + \frac{0,0055}{26} + \frac{0,1196}{0,1250 \times 1964}} = \frac{1}{0,002059}$$

$$U_g = 485,6 \text{ btu/hr.ft}^2 \text{ } ^\circ\text{F.}$$

$$\Delta t_m = \frac{\Delta t_1 - \Delta t_2}{2,303 \log \frac{\Delta t_1}{\Delta t_2}} = \frac{(86-80) - (86-68)}{2,303 \log \frac{10}{6}} = 10,92 \text{ } ^\circ\text{F.}$$

$$q = U_g \times L \times A_g \times \Delta t_m$$

$$L = \frac{4,95 \times 60 \times (631,6 - 139)}{485,6 \times 0,3758 \times 10,92} = 73,47 \text{ ft.}$$

Totale lengte van de condensor is: $107,4 + 73,47 = 181 \text{ ft} = 181 \times 0,3048 = 55,2 \text{ meter.}$

De gegevens van Kältetechniek (21) geven aan:

filmcoefficient van NH_3 gas:

$$h = 54 \times w^{0,8} \quad (w = \text{snelheid in m/sec}).$$

$$h = 54 \times \left(\frac{15840}{3600} \times 0,305 \right)^{0,8} = 54 \times 1,27 = 68,45 \frac{\text{kcal.}}{\text{m}^2\text{hr } ^\circ\text{C.}}$$

Omgerekend op Britsche eenheden:

$$h = 68,45 \times 0,205 = 14,0 \text{ btu/ft}^2 \text{ hr } ^\circ\text{F.}$$

Dit is in overeenstemming met wat wij gevonden hebben.

Voor condenserende NH₃ vinden zij voor de "overall-coefficient" 8000 - 10.000 kcal/m²hr °C. d.i. 1640 - 2050 btu/ft² hr °F.

De dimensie omrekening verloopt als volgt:

1 kcal = 3,97 btu.

1 m² = 10,76 ft².

1 °C = 9/5 °F.

1 $\frac{\text{kcal}}{\text{m}^2\text{hr } ^\circ\text{F}}$ = $\frac{3,97}{10,76 \times 9/5}$ x $\frac{\text{btu}}{\text{ft}^2\text{hr } ^\circ\text{C}}$ = 0,205 btu/ft² hr °F.

Verkeken

De berekende condensor heeft een positieve warme- en koude uiteinde Δt. Dit wil echter nog niet zeggen, dat de condensor uitvoerbaar is. Pas indien de condensor niet in strijd is met de tweede hoofdwet der thermodynamica, is deze goed.

Hiervoor is nodig, dat op elk niveau van de condensor de enthalpieverschillen positief zijn. Het vlugst komt men tot het doel door in een grafiek de temperatuur van NH₃ en het koelwater op de abscis uit te zetten en de enthalpie van NH₃ en water t.o.v. van een bepaalde nulstand (meestal die stand die de kleinste enthalpiewaarde heeft) op de ordinaat. Voor zes punten is dit in de grafiek uitgevoerd.

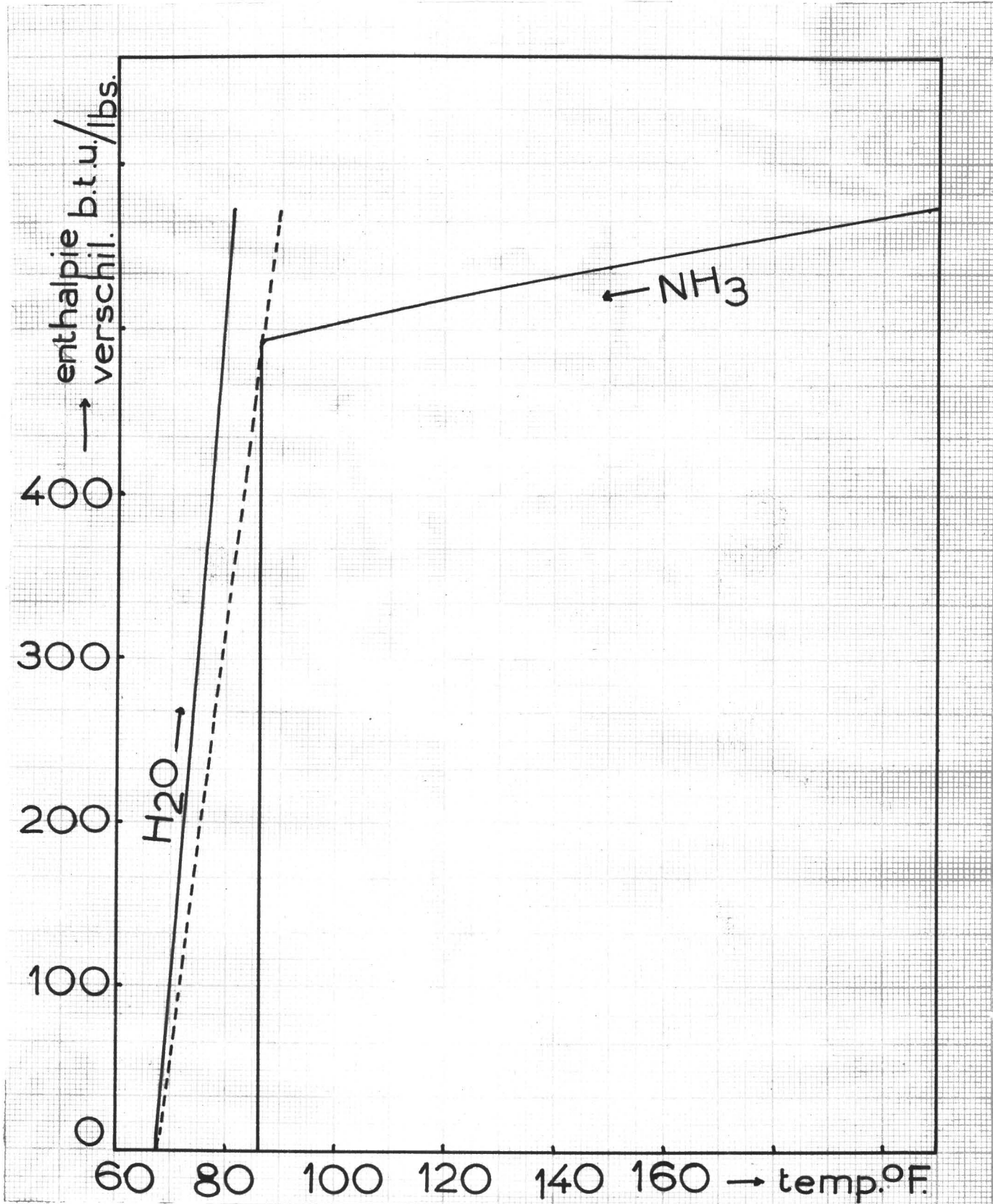
1) inkomst NH ₃	208 °F	H = 711,8	btu/lbs.
2)	150 °F	H = 675,9	"
3) begin cond.	86 "	H = 631,6	"
4) 0,3 gecond.	86 "	H = 484,0	"
5) 0,7 gecond.	86 "	H = 287,0	"
6) einde cond.	86 "	H = 139,0	"

Als nulstand is aangenomen H = 139,0 btu/lbs. Voor water is de nulstand de enthalpie bij 68 °F. De verhouding water tot NH₃ is 213,1 : 4,95 = 43.

Uitgewerkt vindt men de lijnen in de grafiek. Hieruit blijkt dat de condensor praktisch uitvoerbaar is.

De minimum hoeveelheid koelwater, die men door de condensor kan laten stromen, bepaalt men uit de helling van de waterlijn (stippellijn). De eindtemperatuur van die hoeveelheid koelwater bedraagt 89 °F. De minimum hoeveelheid koelwater vindt men als volgt: enthalpieverschil NH₃ 711,8 - 139 = 572,8 btu/lbs. enthalpieverschil water 89 - 68 = 21 btu/lbs. De water hoeveelheid is dan 572,8/21 = 27,28 x zoveel als de ammoniak hoeveelheid d.i. 27,28 x 4,95 = 135,1 lbs/min.

Het temperatuur verschil (Δt) voor elke sectie van de condensor wordt in de grafiek weergegeven, door de horizontale afstand der twee lijnen.



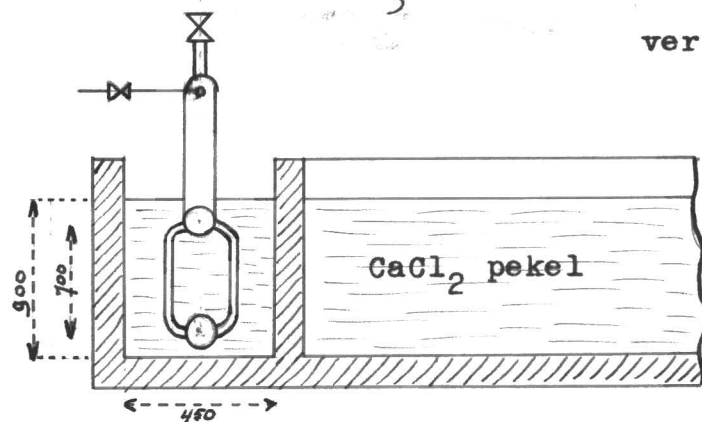
12

Berekening ammoniakverdamer

Tot doel wordt gesteld de berekening van het benodigde oppervlak van de verdamer.

Deze bestaat uit twee horizontale buizen verbonden door een aantal verticale, omspoeld door CaCl_2 pekels.

NH_3 verdamer: hor. buizen $\phi_{\text{uitw}} = 110 \text{ mm}$
 vert. " $\phi_{\text{uitw}} = 32 \text{ mm}$



keuze van de pekels: (22)

We kiezen het vriespunt van de pekels 15°F beneden de laagste temperatuur welke in het systeem voorkomt, dus 15°F beneden de expansietemperatuur der NH_3 : $6 - 15 = -9^\circ\text{F}$. De gegevens van deze CaCl_2 pekels zijn bekend en worden vermeld in (22)

We hebben nu een warmteoverdrachtsprobleem, dat gesplitst wordt in drie stukken:

- a. warmteoverdracht pekelszijde
- b. warmteoverdracht metaalwand
- c. warmteoverdracht NH_3 zijde

Uit deze gegevens is de overall-coëfficiënt te berekenen en daarmee het benodigde oppervlak.

Hydraulische straal m van de pekels in de verdamperafdeling

$$m = \frac{\text{doorstromingsoppervlak}}{\text{bevochtigde omtrek}} = \frac{\text{opp.rechthoek} - \text{opp.verd.doorsn.}}{\text{bev.omtr.rechth} + \text{bev.omtr.verd.}}$$

$$m = \frac{900 \cdot 450 - (2 \cdot \frac{1}{2} \pi \cdot 110^2 + 2 \cdot 32 \cdot 700)}{450 + 2 \cdot 900 + (2 \cdot \pi \cdot 110 + 2 \cdot 2 \cdot 700)} = 59,4 \text{ mm}$$

Reynolds getal van de pekels

$$Re = \frac{4mu\rho}{\mu} \quad \text{waarin}$$

$m = \text{hydraulische straal} = 59,4 \cdot 0,00328 \text{ ft} = 0,195 \text{ ft}$
 $u = \text{lineaire snelheid} = 0,3 \text{ m/sec} = 0,3 \cdot 3,281 \text{ ft/sec} = 0,984 \text{ ft/sec}$
 (21)

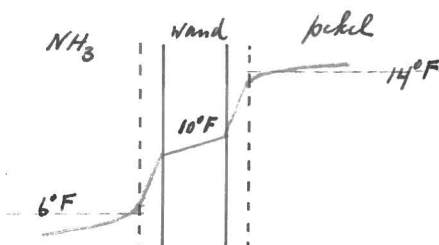
$\rho = \text{soortelijk gew.} = 75,46 \text{ lb/cuft}$ (22)
 $\mu = 5,50 \text{ centipoise} = 0,00370 \text{ lb/ftsec}$ (22)

Re =

$$Re = \frac{4 \cdot 0,195 \cdot 0,984 \cdot 75,46}{0,00370} = 15660$$

De stroming van de pekell in de verdamperruimte is dus zeker turbulent.

a. filmcoëfficiënt pekellzijde



De gemiddelde pekelltemperatuur stellen we 14°F. In werkelijkheid is het echter zo dat de pekell bij hogere temperatuur de verdamperruimte binnenstroomt, daar afgekoeld wordt en daarna in de bak met ijscellen weer een hogere temperatuur krijgt. Voor de gemiddelde filmttemperatuur aan de pekellzijde nemen we 12°F.

We passen de formule van Ulsamer toe. (20)
Deze formule geldt voor vloeistoffen in gedwongen convectie buiten cylindere en onder een rechte hoek hiermede.

$$\frac{hD}{k_f} = K \left(\frac{Du\rho}{\mu_f} \right)^n \left(\frac{C\mu_f}{k_f} \right)^m$$

f betekent dat deze grootheden betrekking hebben op de gemiddelde filmttemperatuur

h = filmcoëfficiënt

$$D = 4m = 4 \cdot 0,195 \text{ ft}$$

$$K = \text{constante} = 0,60$$

$$m = \text{constante} = 0,31$$

$$n = \text{constante} = 0,50$$

$$\mu_f = \text{viscositeit} = 0,003696 \text{ lb/ftsec} = 13,31 \text{ lb/fthr} \quad (22)$$

$$u = \text{lineaire snelheid} = 0,3 \text{ m/sec} = 0,984 \text{ ft/sec} \quad (21)$$

$$\rho = \text{soortelijk gew.} = 75,46 \text{ lb/cuft} \quad (22)$$

$$C = \text{specifieke warmte} = 0,705 \text{ Btu/lb}^\circ\text{F} \quad (22)$$

$$k_f = 0,282 \text{ Btu/hr sqft}^\circ\text{F per ft} \quad (20)$$

$$\text{berekend a.v: } \begin{matrix} \text{bij } -4^\circ\text{F} & k = 0,274 \\ 176^\circ\text{F} & k = 0,368 \end{matrix}$$

$$\text{dus } \Delta k/^\circ\text{F} = \frac{0,368 - 0,274}{176 - (-4)} = 0,000522$$

$$\text{bij } 12^\circ\text{F} \quad k = 0,274 + (12 + 4) \cdot 0,000522 = 0,282$$

Gesubstitueerd

$$h = \frac{0,282}{4 \times 0,195} \times 0,6 \times \left(\frac{4 \times 0,195 \times 0,984 \times 75,46}{0,003696} \right)^{0,5} \left(\frac{0,705 \times 13,31}{0,282} \right)^{0,31}$$

$$h = 0,217 \cdot 15660^{0,5} \cdot 33,28^{0,31} = 80,5 \text{ Btu/sqft}^\circ\text{F h}$$

Ter controle is een dimensieanalyse uitgevoerd welke klopte.

b. warmteoverdracht metaalwand

Stel de wanddikte van de gietijzeren buizen $L = 5 \text{ mm} = 5 \cdot 0,0032808 \text{ ft} = 0,01640 \text{ ft}$.

Voor gietijzer is $k = 32 \text{ Btu/hr sqft}^\circ\text{F}$ per ft bij $^\circ\text{C}$ (18)

$$\text{Dus } \frac{L}{k} = \frac{0,01640}{32} = 0,0005125 \text{ ft.hr.sqft.}^\circ\text{F per ft/Btu}$$

c. filmcoëfficiënt ammoniakzijde

Indien we uit de verdamper verzadigde ammoniakdamp willen afvoeren, zoals bij de thermodynamische berekening van de NH_3 -cyclus is aangenomen, dan heeft deze aanname voor de verdamper de consequentie dat hij grotendeels met vloeibare NH_3 is gevuld. Zou dit niet het geval zijn, dan zou de damp immers op zijn weg naar de zuigzijde van de compressor oververhit worden door de pekelen en zou dus onverzadigde damp aangezogen worden.

We nemen dus aan een grotendeels met vloeibare NH_3 gevulde verdamper, waarbij het vloeistofniveau door een automatische controle constant gehouden moet worden.

De temperatuur binnen de verdamper is dus gelijk aan het kookpunt van de NH_3 bij de heersende druk en is 6°F

We zouden dus moeten kennen een filmcoëfficiënt tussen een metaalwand en een kokende vloeistof in natuurlijke convectie. Helaas zijn hierover geen gegevens bekend, een moeilijkheid die men bij alle verdamperen ondervindt.

De volgende factoren zullen hierbij een rol spelen (20)

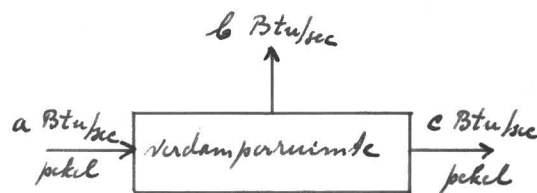
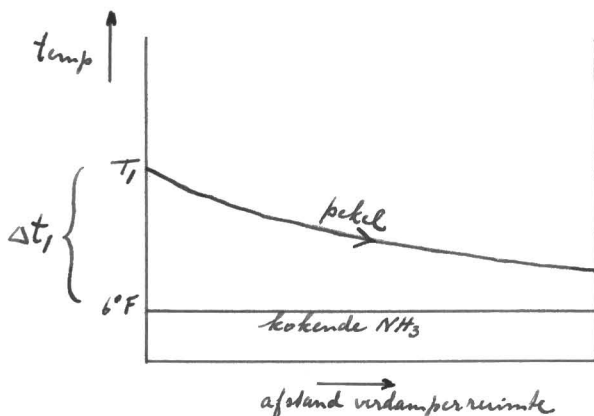
1. de snelheid van de vloeistof langs het oppervlak
2. de viscositeit van de vloeistof
3. de hoedanigheid van het oppervlak

Daar de snelheid van een kokende vloeistof grotendeels afhangt van het roereffect door de dampbellen, zal de filmcoëfficiënt toenemen bij toenemend temperatuurverschil, omdat groter snelheid van warmtedoorgang de snelheid van dampvorming doet toenemen en daardoor ook de roersnelheid.

gemiddeld temperatuurverschil

De pekelen stroomt de verdamperruimte binnen bij hogere temperatuur, wordt daar gekoeld door de NH_3 verdamper en neemt in de ruimte welke met ijscellen gevuld is weer warmte op, om deze weer af te staan in de verdamperruimte.

Onderstellen



Onderstellen we de gemiddelde pekelt temperatuur 14°F , dan kunnen we T_2 berekenen als T_1 bekend is, met behulp van een warmtebalans voor de pekelt in de verdamperruimte.

De warmtebalans eist dat $a = b + c$

We nemen aan dat de pekelt binnenstroomt met een temperatuur $14,1^{\circ}\text{F}$ en stellen de uittredingstemperatuur $x^{\circ}\text{F}$

doorstromingsoppervlak = $341170 \text{ mm}^2 = 3,67 \text{ sqft}$ (zie Re-get
 gem. snelheid v/d pekelt = $0,3 \text{ m/sec} = 0,984 \text{ ft/sec}$
 soortelijk gewicht = $75,46 \text{ lb/cuft}$
 soortelijke warmte = $0,7 \text{ Btu/lb}^{\circ}\text{F}$

Dus massasnelheid = $3,67 \cdot 0,984 \cdot 75,46 \text{ lb/sec} = 272,4 \text{ lb/sec}$

en $a = 272,4 \cdot 0,7 \cdot 14,1 \text{ Btu/sec}$ (nulniveau 0°F)

$c = 272,4 \cdot 0,7 \cdot x \text{ Btu/sec}$

$b = 35500 \text{ kcal/h} = \frac{35500 \cdot 3,968}{3600} \text{ Btu/sec} = 39,18 \text{ Btu/sec}$

$a = b + c$

$272,4 \cdot 0,7 \cdot 14,1 = 39,18 + 272,4 \cdot 0,7 \cdot x$

$x = 13,9^{\circ}\text{F}$

Dus $\Delta t_1 = 14,1 - 6,0 = 8,1^{\circ}\text{F}$

$\Delta t_2 = 13,9 - 6,0 = 7,9^{\circ}\text{F}$

$$\Delta t_m = \frac{\Delta t_1 - \Delta t_2}{\ln \frac{\Delta t_1}{\Delta t_2}} = \frac{8,1 - 7,9}{\ln \frac{8,1}{7,9}} = 8,0^{\circ}\text{F}$$

De overall-coëfficiënt

$$U_1 = \frac{1}{\frac{1}{h_1} + \frac{LD_1}{kD_{av}} + \frac{D_1}{D_2 h_2}}$$

Indien een der beide filmcoëfficiënt groot is t.o.v. de andere wordt deze formule benaderd door:

$$U = \frac{1}{\frac{1}{h_1} + \frac{1}{k} + \frac{1}{h_2}}$$

$h_1 = 80,5$

$\frac{1}{k} = 0,0005125$

$h_2 = \text{onbekend}$

De overall-coëfficiënt is dus niet te berekenen, omdat een filmcoëfficiënt ontbreekt.

Het enige wat we kunnen zeggen is dat U kleiner zal zijn dan 80,5

Perry vermeldt als overall-coëfficiënten voor een vloeistof tov een kokende vloeistof: $U = 50 - 150 \text{ Btu/sqft}^{\circ}\text{F h}$

We kunnen U slechts berekenen indien we aannemen dat h_2 veel groter is dan h_1 . Dit betekent dat de voornaamste weerstand voor de warmtedoorgang aan de pekelzijde ligt.

In dit geval wordt

*h₂ veel groter
h₁ = 0*

$$U = \frac{1}{\frac{1}{h_1} + \frac{1}{k}} = \frac{1}{\frac{1}{80,5} + 0,0005125} = 77,3 \text{ Btu/h sqft}^{\circ}\text{F}$$

en $q = U \cdot A \cdot \Delta t_m$

waarin $q = \text{warmtedoorgang per tijdseenheid} = 39,18 \cdot 3600 = 141048 \text{ Btu/hr}$

$U = \text{overall-coëfficiënt} = 77,3 \text{ Btu/h sqft}^{\circ}\text{F}$

$\Delta t_m = \text{gemiddeld temperatuurverschil} = 8^{\circ}\text{F}$

$A = \text{oppervlak}$

gesubstitueerd: $A = \frac{141048}{77,3 \cdot 8} = 228 \text{ sqft} = 21,2 \text{ m}^2$

Het benodigde verdamperoppervlak moet dan dus ^{ten}minstens 21,2 m² bedragen.

*Is het NH₃ kookpunt bekend?
Hoe zit het met de dampende?*

.....
=====

Litteratuur:

1. Organic Synthesis Vol.II blz 95 (1922)
Vol.IX blz 74 (1929)
2. CIOS Rept. XXXI-16 E.Merck Darmstadt
3. Ullmann Enzyklopädie der Techn.Chem. VIII blz 358
4. Ber.3 223 (1870)
5. D.R.P. 77559 Frdl. 4 34 (1894)
6. D.R.P. 226225 Frdl.10 167 (1910)
7. D.R.P. 127325 Frdl. 6 148 (1901)
8. Hlasiwetz en Pfaundler Ann. 127 357 (1863)
9. Benedikt Ann. 185 114 (1877)
10. Hlasiwetz Ann. 134 122 (1865)
11. Bath en Schreder Ber. 12 417 (1879)
12. " " Ber. 12 503 (1879)
13. " " Ber. 12 422 (1879)
14. Blau Monatsh. 7 632 (1886)
15. Weidel en Pollak Monatsh. 21 20 (1900)
16. D.R.P. 102358 Frdl. V 156 (1897)
17. Gattermann Die Praxis des Org. Chem.
18. Perry.Chemical Engineers' Handbook
19. Dodge. Chemical Engineering Thermodynamics
20. Badger and Mc.Cabe. Elements of Chem. Engineering
21. Pohlmann. Taschenbuch für Kältetechniker
22. Solvay Technical and Engineering Service
Bulletin No.4 Fifth Edition Issued 1941
Calcium chloride in Refrigeration.
23. Circular of the Bureau of Standards No.142
Tables of Thermodynamic properties of Ammonia.