

1358

POLYMERISATIE VAN VINYLCHLORIDE.

-----

TOELICHTING OP HET FABRIEKSSHEMA.

-----

R. FEITSMA.

DECEMBER 1952.

R. Feitsma.

Dec. 1952.

Polymerisatie van vinylchloride.Toelichting op het fabrieksschema.

Inleiding: Het door de polymerisatie van vinylchloride (V.C.) verkregen polyvinylchloride (P.V.C.) is een van de bekende kunsthar-  
sen die de laatste jaren zo sterk naar voren komen.

Haar toepassingen zijn velerlei, o.a. zuur- en alkalibestendige bekleding voor apparaten, zuur- en alkalibestendige leidingen, gemengd met weekmaker als vervangingsmiddel van rubber, b.v. als isolatiemateriaal en als mengpolymeer voor het persen van velerlei gebruiksvoorwerpen.

Afhankelijk van de gewenste toepassingen kan men de eigenschappen van het polymeer variëren. Deze eigenschappen worden bepaald door het gemiddeld molgew., de verdelingskromme van het mol.gew., de structuur d.w.z. rechte of vertakte ketens, en de zuiverheid.

In de jaren na 1930 is er omtrent het polymerisatieproces een tamelijk groot aantal <sup>betreft</sup> patenten verschenen, waaruit blijkt dat dit onderwerp terdege is onderzocht en gezien de ontwikkeling, met succes. De technische literatuur over de polymerisatie is echter gering zodat het moeilijk is de verschillende uitvoeringen met elkaar te vergelijken.

De eerste kennis over de polymerisatie van V.C. is reeds veel ouder: in 1872 vond Baumann de polymerisatie van V.C. in verzegelde buizen onder invloed van zonlicht. Deze ontdekking was toevallig en veel aandacht werd er niet aan besteed.

In 1912 echter deed Ostromislensky onderzoekingen over de polymerisatie van vinylverbindingen met het doel te komen tot een product geschikt voor technische toepassingen.

In 1914 vonden Klätte en Rollett de katalytische werking van peroxyden. Tevens vond men in die tijd dat voor een goede kleur van het P.V.C. de polymerisatietemperatuur zo laag mogelijk gehouden moet worden en contact met Fe vermeden.

Technisch kan de polymerisatie op 4 manieren worden uitgevoerd:

- |                     |                  |
|---------------------|------------------|
| 1) in <u>bulk</u> . | 2) in oplossing. |
| 3) in emulsie.      | 4) in suspensie. |

1) in bulk. Hierbij is de moeilijkheid de warmte-afvoer. Tijdens de polymerisatie stijgt de viscositeit, het roeren en daarmee de warmte-afvoer worden bemoeilijkt en plaatselijke oververhittingen kunnen niet worden voorkomen. Dit heeft tengevolge een laag gemiddeld mol.gew. en een grote spreiding.

De mechanische eigenschappen worden hierdoor ongunstig beïnvloed.

Een voordeel kan zijn dat een zuiver product verkregen wordt met veelal uitstekende optische eigenschappen.

2) in oplossing. Het monomeer wordt met de kat. opgelost in een indifferent oplosmiddel. De max.temp. wordt bepaald door het kookpunt van het oplosmiddel en de warmte-afvoer geschiedt door het verdampen van het oplosmiddel, de damp wordt door koelen gecondenseerd en vloeit terug.

De afscheiding van het polymeer is eenvoudig: men verdampst het oplosmiddel of laat door toevoegen van een tweede vloeistof het polymeer neerslaan.

Het nadeel van deze methode is een langzame reactie door de verdunning van het monomeer en een laag gemiddeld mol.gew.

3) in emulsie. De bezwaren van de hierboven genoemde methoden n.l. een moeilijke warmte-contrôle, laag gemiddeld mol.gew. en lage reactiesnelheid worden overwonnen door de emulsie polymerisatie. Het monomeer wordt doorgaans met behulp van een emulgator in een waterige emulsie gebracht en in deze vorm gepolymeriseerd. Door de grote hoeveelheid water blijft het geheel ook bij praktisch volledige polymerisatie goed te roeren en de warmte-contrôle levert geen moeilijkheden op. Daar het monomeer niet verdund is zoals in een oplossing vindt een snelle reactie plaats, het gemiddeld mol.gew. is hoger dan bij de 3 andere methoden. Door de geringe oplosbaarheid van V.C. in water, n.l. 0.09 % bij 20° C en 1 atm. is deze methode zeer geschikt voor de bereiding van P.V.C.

Polymerisatie bij lage temp. is mogelijk, b.v. bij 20° C, indien geen O<sub>2</sub> aanwezig is. De reactie kan desgewenst worden versneld door toevoeging van reducerende reagentia <sup>Zon.</sup> als Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>, NaHSO<sub>3</sub>, SO<sub>2</sub> Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Het polymeer wordt verkregen in de vorm van een fijnverdeelde, stabiele suspensie, latex genaamd.

De afscheiding is mogelijk door versproeien en door coaguleren door toevoegen van electrolyt of uitvriezen. Electrophorese is ook mogelijk doch voor technische toepassing te duur.

4) in suspensie. Het monomeer wordt door heftig roeren in afwezigheid van een emulgator gesuspendeerd gehouden. In de bolletjes, met afmetingen van 1/2-3 mm., treedt de polymerisatie op. Een suspensiestabilisator wordt toegevoegd om te voorkomen dat de bolletjes tijdens die phase van het proces waarin ze erg visceus zijn, samenklonteren. Door deze wijze van uitvoering zijn de voordelen van de bulk polymerisatie: zuiver, helder product en die van de emulsiepolymerisatie: goede warmte-afvoer met een verhoogd gemiddeld mol.gew. hier verenigd. Een

*Suspensie  
- emulsie?*

ander voordeel is nog dat het polymeer, in de vorm van parels, gemakkelijk kan worden afgescheiden.

Vergeleken met de emulsiopolymerisatie is het mol.gew. echter lager.

#### Keuze van het proces.

Bij de keuze van ons proces werd als eis gesteld een zuiver product met een hoog gemiddeld mol.gew. en een kleine spreiding in het mol.gew. daar de fracties met lager mol.gew. meer dan evenredig de eigenschap van het polymeer ongunstig beïnvloeden. Het proces moet bovendien continu en snel verlopen.

Zoals reeds opgemerkt wordt het hoogste gemiddeld mol.gew. verkregen in een emulsiopolymerisatie.

Deze uitvoeringsvorm werd dan ook gekozen en wel in een vorm waarbij het mogelijk was bij lage temp. een snelle reactie te verkrijgen wat een polymeer geeft met een hoog gemiddeld mol.gew. voornamelijk door het nagenoeg geheel ontbreken van fracties met een laag mol.gew.

Bij normale emulsiopolymerisatie treedt op

- a) polymerisatie in de geëmulgeerde monomeerdruppeltjes.
- b) polymerisatie in het opgeloste polymeer.

(b) geeft een lage polymerisatiegraad (totaal aantal monomeer moleculen in het begin: totaal aantal moleculen na zekere tijd), bij lage temp. d.w.z.  $< 25^{\circ} \text{C}$  is de snelheid van deze reactie zeer klein.

(a) geeft een hogere polymerisatiegraad, de snelheid daalt eveneens bij verlaagde temp., doch minder sterk dan die van (b).

Door op verschillende plaatsen in het reactieproces een nieuwe hoeveelheid monomeer toe te voegen wordt de snelheid van (a) sterk verhoogd en die van (b) slechts weinig, zodat bij een lage temp. van b.v.  $23^{\circ} \text{C}$  de polymerisatiesnelheid toch sneller is dan bij een normaal uitgevoerde continue emulsiopolymerisatie.

De invloed van het toevoegen van een nieuwe hoeveelheid monomeer is des te groter naarmate de verhouding tot het reeds aanwezige monomeer groter is en naarmate het monomeer gedurende kortere tijd aan de polymerisatie is onderworpen.

Om deze reden wordt begonnen met een lage monomeerconcentratie, n.l. slechts weinig hoger dan de grensconcentratie waar beneden de polymerisatiesnelheid van de monomeerconcentratie afhankelijk is. Hierna wordt op verschillende plaatsen een geconcentreerde emulsie toegevoegd.

Uitgangproducten: Vinylchloride.

Dit moet zeer zuiver zijn, > 99.8 %. Resten HCl geven een verlaging van het mol.gew., resten  $C_2H_2$  werken als inhibitor, en geven dus een lagere omzetting.

Water: Al het bij de polymerisatie gebruikte water moet (inclusief de oplossingen) gezuiverd worden in ionenuitwisselaars. Vele ionen geven een inductieperiode en maken de polymerelatex instabiel, b.v. Ca en Al of verminderen de thermische stabiliteit van het polymeer, b.v. Fe.

Korte beschrijving van het proces.

De polymerisatie heeft plaats in 2 groepen van 7 in serie staande reactoren. De temperatuur wordt hier d.m.v. een koelmantel op  $23^{\circ} C$  gehouden, de druk is 3 atm. In de 1<sup>e</sup> reactor wordt continu een verdunde emulsie ingevoerd, terwijl in de 2<sup>e</sup>, 3<sup>e</sup>, 4<sup>e</sup> en 5<sup>e</sup> reactor een meer geconcentreerde emulsie wordt toegevoegd. Het polymeriserende mengsel doorstroomt achtereenvolgens de 7 reactoren met een gemiddelde verblijftijd van ca. 1 uur per reactor.

Via een drukklep stroomt de latex uit de 2 groepen reactoren, daarna in een gasafscheider waar het niet-gepolymeriseerde V.C. als damp wordt afgescheiden en teruggevoerd naar de V.C.-fabriek. Door de verdamping daalt de temp. ca.  $5^{\circ} C$ . De latex wordt vanuit de gasafscheider gepompt naar de coagulatietanks, waar ze bij ca.  $20^{\circ} C$  wordt gecoaguleerd door toevoegen van een 20%-ige oplossing van azijnzuur.

Daar het zo neergeslagen polymeer moeilijk te filtreren is wordt de suspensie gevoerd door een Merco centrifugaalseparator, waarin de hoeveelheid water wordt teruggebracht van 44 op 7 tot 2 op 1 (polymeer), en het polymeer tevens gewassen wordt. De geconcentreerde suspensie wordt vervolgens in met stoom verhitte tanks verwarmd tot  $80^{\circ} C$ , waardoor de filtreerbaarheid sterk verbeterd wordt en daarna op een continu roterende filter gefiltreerd. Het aldus afgescheiden polymeer wordt tenslotte in een droogtunnel gedroogd.

Stofbalans:

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| Invoer 1 <sup>e</sup> reactor        | 3750 l gec.emulsie, bevattende 390 kg V.C. |
| Toegevoegd in 2 <sup>e</sup> reactor | 607 l verd. emul., bevattende 195 kg V.C.  |
| toegevoegd in 3 <sup>e</sup> reactor | 404 l verd. emul., bevattende 130 kg V.C.  |
| toegevoegd in 4 <sup>e</sup> reactor | 404 l verd. emuls, bevattende 130 kg V.C.  |
| toegevoegd in 5 <sup>e</sup> reactor | 404 l verd. emul., bevattende 130 kg V.C.  |
|                                      | <hr/>                                      |
|                                      | 5570 l/hr emulsie, bevattende 975 kg V.C.  |
| of                                   | 4490 l waterige opl. + 1082 l V.C.         |

*Handwritten note:*  
 Polymerisatie  
 (toevoeging)  
 23°C

Door polymerisatie hieruit 700 kg P.V.C. = 500 l  
275 kg V.C. terug.

Bij deze latex voegen 175 l 20 %-ige azijnzuur.

Dit geeft 4675 l waterige vloeistof + 700 kg = 500 l  
gecoaguleerd P.V.C.

In de separator wordt deze suspensie geconcentreerd tot  
1400 l water + 700 kg P.V.C., daarna gefiltreerd tot 700 kg  
P.V.C. + 140 kg water en tenslotte gedroogd.

### Uitvoering.

#### Productie.      Bereiding van de emulsies.

De productie bedraagt 1400 kg/hr = 12000 ton/jaar.

Bij emulsiëpolymerisaties wordt in vele gevallen hinder  
ondervonden van het uitzakken der emulsies, vooral bij een  
pH < 5, en dientengevolge het zich afzetten van polymeer in  
de reactoren. Met een bijzonder fijn disperse emulsies is dit  
echter te voorkomen. Hiervan is door ons gebruik gemaakt. De  
bereiding van deze emulsies geschiedt als volgt:

##### a) de verdunde emulsie:

In een stalen geëboniteerde roerautoclaaf van 1500 l,  
Ø 1.20 m, hoogte 1.30 m, wordt in een uur ingepompt 780 kg =  
867 l zuiver V.C. + 331 kg 30 %-ige oplossing van Na-cetyl-  
sulfaat. Door roeren tijdens deze invoer wordt hieruit een ge-  
lei-achtige massa gevormd, die daarna in een uur wordt ge-  
pompt naar een turbomenger.

In dit uur wordt in een tweede roerautoclaaf eenzelfde  
hoeveelheid gelei-achtige massa gevormd, die daarna naar de  
turbomenger wordt gepompt.

De turbomenger heeft dus een continue aanvoer.

In de turbomenger wordt de gelei verdund met 450 l zui-  
ver water tot een geconcentreerde emulsie met een continue  
waterfase.

Na de turbomenger wordt deze emulsie verder, door toe-  
voer via een T-stuk, ↓ verdund met 5600 l water + salpeterzuur.  
De hoeveelheid salpeterzuur dient zo groot te zijn dat de pH  
van de verdunde emulsie 2.9 bedraagt.

Deze lage pH bevordert de stabiliteit van de latex, geeft  
een hogere polymerisatiegraad en gaat de ontleding van het  
als katalysator toe te voegen  $H_2O_2$  tegen.

Na deze verdunning wordt nog toegevoegd 262 l 5 %-ige  
 $H_2O_2$  oplossing waardoor 7430 kg = 7500 l verdunde emulsie  
verkregen is.

##### b) de geconcentreerde emulsie:

Deze wordt op analoge wijze gemaakt; in een stalen geëbo-  
niteerde roerautoclaaf van 2000 l, Ø 1.30 m, hoogte 1.50 m.,

wordt in een uur ingepompt 1170 kg = 1300 l zuiver V.C. + 175 kg 30 %-ige oplossing van Na-cetylsulfaat.

De hierin gevormde gelei wordt in een turbomenger verdund met 360 l zuiver water, gedurende welke tijd (1 uur) in een tweede roerautoclaaf eenzelfde hoeveelheid gelei-achtige massa wordt gevormd.

Na de turbomenger wordt de emulsie verder verdund met 1675 l water + salpeterzuur. De pH moet weer op 2.9 gebracht worden. Tenslotte wordt nog toegevoegd: 139 l 5 %-ige  $H_2O_2$ -oplossing. Dit geeft een totaal van 3520 kg = 3640 l geconcentreerde emulsie.

De invoer in de roerautoclaven heeft plaats onder  $N_2$ -druk, daar de aanwezigheid van  $O_2$  een inductieperiode tengevolge zou hebben. Voor deze invoer worden 2 dubbele proportiepompen gebruikt, één voor het V.C. en één voor de emulgatoroplossing. Deze pompen zijn inwendig geëboniteerd, evenals de andere pompen tot en met de reactoren. Alle leidingen zijn van geëmailleerd ijzer.

#### Voorverwarmer:

Om de omstandigheden, met name de temperatuur in de reactoren zo goed mogelijk constant te houden, is het gewenst dat de temp. van de voeding steeds dezelfde is. Om dit te bereiken worden beide emulsies geleid door buisvormige voorverwarmers, waarin de temp. wordt gebracht van ca.  $15^\circ C$  op  $23^\circ C$ .

De verwarming geschiedt in tegenstroom met warm water van  $60^\circ C$ , dat daardoor afkoelt tot  $40^\circ C$ .

Globale berekening van de voorverwarmers:

voor de verdunde emulsie:

aantal benodigde cal  $8 \times 7430 = 59440 \text{ kcal/u} = 238000 \text{ BTU/u.}$

$\Delta t_p = 37^\circ C$      $\Delta t_e = 25^\circ C$      $\Delta t_{lm} = 30^\circ C = 54^\circ F.$

Doorgangscoeff.  $U = 200 \text{ BTU/hr.sq.ft.}^\circ F$

Benodigd verwarmend oppervlak  $\frac{238.000}{200 \times 54} = 22.0 \text{ ft}^2.$

Genomen wordt  $\frac{5}{4}$ " ft buis met een V.O. van  $0.362 \text{ ft}^2/\text{ft}$ ,

hiervan nodig  $\frac{22.8}{0.362} = 60.8 \text{ ft}$ , ofwel 10 buizen van  $6.08 \text{ ft} = 1.85 \text{ m.}$

Door de gekozen afmetingen is een turbulente stroming verzekerd. De hoeveelheid warm water wordt automatisch zodanig geregeld dat de temperatuur van de uitgaande emulsie steeds  $23^\circ C$  is.

Voor de geconcentreerde emulsie:

aantal benodigde kcal:  $8 \times 3520 = 28160 \text{ kcal/u} = 112.600 \text{ BTU/u.}$

$\Delta t_{lm} = 54^\circ F.$      $u = 200 \text{ BTU/hr.sq.ft.}^\circ F.$

Benodigd V.O.  $\frac{112.600}{200 \times 54} = 10.4 \text{ ft}^2$ , dus  $10.4 = 28.7 \text{ ft } \frac{5}{4}$ " buis.

Hiervoor genomen 5 buizen van  $5.7 \text{ ft} = 1.75 \text{ m.}$

### Reactoren:

Na de voorverwarmer wordt de verdunde emulsie in tweeën gesplitst en naar de twee groepen reactoren geleid.

De invoer van 3750 l emulsie geschiedt boven in de 1<sup>e</sup> reactor.

Onderaan wordt eenzelfde hoeveelheid, 3750 l/u, afgevoerd en bovenin de 2<sup>e</sup> reactor gepompt, enz. tot de 7 reactoren doorlopen zijn. In de zuigleiding van de pomp die de verdunde emulsie boven in de 2<sup>e</sup> reactor pompt, wordt 607 l/u gec. emulsie ingevoerd en op analoge wijze wordt bovenin de 3<sup>e</sup>, 4<sup>e</sup> en 5<sup>e</sup> reactor nog 404 l/u gec. emulsie ingevoerd. De reactoren zijn cilindervormig met conische bodem, ze zijn van staal met glas bekleed en worden omgeven met een 3 cm dikke koelmantel waarin een spiraalvormige strip met een speed van 35 cm. De hoogte van alle reactoren is 4.20 m., de diameter van de 1<sup>e</sup> en 2<sup>e</sup>: 1.20 m, van de 3<sup>e</sup> en 4<sup>e</sup>: 1.30 m, van de 5<sup>e</sup>, 6<sup>e</sup> en 7<sup>e</sup>: 1.35 m., de inhoud resp. 4800 l, 5600 l en 6000 l.

In de reactoren wordt geroerd met een bladroerder, aantal bladeren: 7, aantal omwentelingen: 50/min.

De roerder is eveneens van staal met glas bekleed, de roeras komt via een drukkpackingbus de reactor binnen. De aandrijving geschiedt via een gemeenschappelijke as.

Warmte-effect. Dit bedraagt 27 kcal/mol V.C.

De productie aan P.V.C. en de warmte-ontwikkeling, beide per uur, zijn in de reactoren als volgt:

|                        | kg.P.V.C.              | mol. | aantal B.T.U. |
|------------------------|------------------------|------|---------------|
| 1 <sup>e</sup> reactor | 91                     | 1456 | 157.250       |
| 2 <sup>e</sup> reactor | 156                    | 2496 | 269.570       |
| 3 <sup>e</sup> reactor | 130                    | 2080 | 224.640       |
| 4 <sup>e</sup> reactor | 130                    | 2080 | 224.640       |
| 5 <sup>e</sup> reactor | 104                    | 1664 | 179.700       |
| 6 <sup>e</sup> reactor | 65                     | 1040 | 112.300       |
| 7 <sup>e</sup> reactor | 26                     | 416  | 44.930        |
|                        | <u>702 kg P.V.C./u</u> |      |               |

De invoer is 975 kg V.C./u, de omzetting verloopt dus voor 72 %.

Teneinde de temperatuur in de reactoren op 23° C te houden, moet de reactiewarmte worden afgevoerd. Dit geschiedt door koeling met koud water, dat spiraalsgewijs door een koelmantel om de reactoren stroomt. Door deze stroming is turbulentie verzekerd. De hoeveelheid koelwater wordt automatisch geregeld door de temperatuur in de reactoren.

De laatste reactor wordt niet gekoeld, de vrijkomende warmte bedraagt hier 44930 BTU/hr = 11250 kcal/hr, wat een temp.stijging zal geven van ca.  $11250 : 5570 \approx 2^{\circ} \text{C}$ .

*De total heat in  
reactor 7 is 702 kg P.V.C./u*



### Afscheiding monomeer:

Vanuit de laatste reactoren van de 2 series wordt de latex naar de gemeenschappelijke monomeer-afscheider gevoerd.

Via een drukklep wordt de latex,  $2 \times 5565 = 11130$  l/hr, in de afscheider gespoten, waar de druk wordt gereduceerd tot ca. 1 atm. Het niet gepolymeriseerde V.C. verdampt en wordt teruggevoerd naar de V.C.-fabriek. Deze hoeveelheid bedraagt:  $2 \times (975 - 700) = 550$  kg/hr. Nemen we de verdampingswarmte van het V.C. op 90 kcal/kg, dan treedt een temp.daling op van ca  $\frac{550 \times 90}{2 \times 5260} = 4.7^\circ$  C.

### Afscheiding polymeer:

Technisch komen voor de afscheiding van het polymeer 2 methoden in aanmerking, n.l. sproeidrogen en coaguleren.

In ons geval is de coagulatie te verkiezen om 2 redenen: 1<sup>e</sup> coaguleren geeft door de mogelijkheid tot uitwassen een zuiverder product met b.v. betere elektrische eigenschappen.

2<sup>e</sup> het sproeidrogen van de verdunde latex (44 delen water op 7 delen P.V.C.) zou zeer veel warmte vragen.

De coagulatie geschiedt met azijnzuur, zonder verwarmen, dus bij ca.  $20^\circ$  C. Een koude coagulatie heeft boven een warme het voordeel dat het uitwassen veel beter gaat en het polymeer bij het volgende drogen minder snel verkleurt.

Uit de monomeerafscheider wordt in een  $\frac{1}{2}$  u. ca. 5000 l latex in een coagulatietank gepompt. Dan wordt toegevoegd 176 l 20 %-ig azijnzuur, ca.  $\frac{1}{2}$  uur geroerd en tenslotte de ge-coaguleerde inhoud in  $\frac{1}{2}$  uur gepompt naar de centrifugaalseparator.

Er zijn <sup>tens</sup> minstens 3 coagulatietanks nodig. Daar het mogelijk moet zijn om 1 tank tijdelijk buiten bedrijf te hebben, b.v. voor verwijderen van afgezet polymeer, zijn 4 tanks aanwezig.

De tanks zijn vervaardigd van staal, inwendig met glas bekleed en voorzien van een propeller-roerder.

De diameter is 1.80 m., hoogte 2.60 m., volume 6000 l.

### Separator:

Om het ge-coaguleerde P.V.C. goed te kunnen affiltreren is het gewenst het coagulum vooraf te verwarmen op ca.  $80^\circ$  C. Om warmte te besparen wordt eerst het grootste deel van het water verwijderd. Dit geschiedt in de centrifugaalseparator waar de hoeveelheid water teruggebracht wordt tot 2 delen water op 1 deel P.V.C. en het polymeer gelijktijdig gewassen wordt. Per uur wordt in de separator ingevoerd een suspensie van 1400 kg P.V.C. + ca. 9350 l waterige vloeistof en afgevoerd een suspensie van 1400 kg P.V.C. + 2800 l water.

Verwarmingstanks:

Deze geconcentreerde suspensie wordt nu gepompt naar een stalen verwarmingsketel voorzien van roerder en verwarmingsmantel.  $\varnothing$  1.70 m., hoogte 2.40 m., inhoud 5400 l.

De suspensie wordt met stoom van  $105^{\circ}$  C verwarmd van  $15^{\circ}$  C op  $80^{\circ}$  C. Benodigde hoeveelheid warmte ca.  $4200 \times 65 \times 1 \approx 273.000$  kcal  $\approx 1.092.000$  BTU. De doorgangscoeff.  $U = 100$ .

$$\Delta T_b = 85^{\circ} \text{ C.} \quad \Delta T_e = 25^{\circ} \text{ C.} \quad \Delta T_{lm} = 50^{\circ} \text{ C} = 90^{\circ} \text{ F.}$$

Wil deze warmte-overdracht in een uur plaats hebben, dan is nodig een V.O. van  $\frac{1.090.000}{100.90} = 122 \text{ ft}^2$ . Het V.O. van de wand is  $\pi \times 1.7 \times 2.4 = 12.80 \text{ m}^2 = 138 \text{ ft}^2$ , en dus ruim voldoende.

Hierna wordt nog ca. 15 min, doorgeroerd en de suspensie vervolgens in een uur naar de continu roterend filter gepompt.

Daar het verwarmen + roeren, nadat de tank gevuld was, een uur in beslag zal nemen, zijn 3 verwarmingstanks nodig.

Van hieruit wordy de slurry warm gepompt naar een continu roterend Imperial vacuum-filter.

Filter en droogtunnel:

Per uur wordt gefiltreerd 1400 kg P.V.C. en afgevoerd met een watergehalte van 20 % = 280 kg. De dichtheid van de pasta bedraagt 1.2. Volume/hr dus  $\frac{1680}{1.2} = 1400 \text{ dm}^3$ .

De snelheid waarmee het product hierna door de droogtunnel wordt geleid moet ca. 2.5 cm/sec. bedragen. Dit is dus ook de omtreksnelheid van de filtertrommel. De laagdikte is 1.5 cm. Hieruit volgt een trommelbreedte van 1 m. ( $0.15 \times 0.25 \times 6 \times 3600 \text{ dm}^2 = 1400 \text{ dm}^3$ .  $b = 10 \text{ dm}$ ).

De filtertrommel heeft een diameter van 2 m. Ontrek 628 cm.

$$\text{Omwentelingstijd } \frac{628}{2.5} \approx 25 \text{ sec.}$$

Op het filter wordt nog met water nagewassen.

Van de filtertrommel wordt de koek gevoerd naar een gegroefde rol + schraper met behulp waarvan de P.V.C. in stukjes wordt gebroken en in deze vorm in de droogtunnel gevoerd, waar ze met verwarmde lucht gedroogd wordt.

Literatuur:

Ned. Pat. 64.982.

BIOS Final report No 1509.

BIOS Final report No 811.

BIOS FIAT No 862.

CIOS XXIX-62.

Chem. Eng. 57 (1950) 12 . 102.

Ned. Pat. 64.985.

BIOS Final report No 1105.

BIOS Final report No 999.

CIOS XXVIII-29.

F.P. 763.460

*Meer* →

Berekening luchtverhitter voor de droogtunnel.

In de droogtunnel moet per uur 1400 kg PVC. met een watergehalte van 20 % gedroogd worden. Dit geschiedt door verwarmde lucht 10 x over de gekorrelde PVC. te trekken. Er wordt aangenomen dat de lucht na 2 x over de PVC getrokken te zijn een relatieve vochtigheid heeft gekregen van 80 %.

Hierna wordt de lucht opnieuw verwarmd, 2 x over de P.V.C. getrokken waarna de relatieve vochtigheid weer 80 % is, opnieuw verwarmd enz.

De 1<sup>e</sup> en 2<sup>e</sup> maal wordt verwarmd tot 100° C, de 3<sup>e</sup> maal tot 90° C, de 4<sup>e</sup> maal tot 80° C en de 5<sup>e</sup> maal tot 70° C.

De uitgaande lucht heeft tenslotte een temperatuur van 134° F = 57° C en bevat 0.095 lb H<sub>2</sub>O damp/lb droge lucht.

De ingaande lucht van 10° C = 50° F en 80 % relatieve vochtigheid bevat 0.006 lb H<sub>2</sub>O damp/lb droge lucht.

Opgenomen 0.089 lb H<sub>2</sub>O damp/lb droge lucht. Opgenomen moet worden ca. 280 kg = 617 lb H<sub>2</sub>O damp.

Benodigde hoeveelheid droge lucht  $\frac{617}{0.089} = 6933$  lb droge lucht/hr. Deze bevat  $6933 \times 0.006 = \frac{42 \text{ lb} \leftarrow \text{waterdamp.}}{6975 \text{ lb}} \leftarrow$  vochtige lucht.

Soortelijk volume 12.8 cu.ft./lb droge lucht.

totaal volume  $6933 \times 12.8 = 88750$  cu.ft./hr.

Uitgerekend wordt nu het eerste verwarmingslichaam, bestaande uit een aantal geribde buizen waar de lucht in dwarsrichting tussen door getrokken wordt. Verwarming heeft plaats door condensatie van stoom in de buizen, die horizontaal geplaatst zijn. Stoomdruk 25 p.s.i., temperatuur 267° F = 130° C, condensatiewarmte 934 BTU/lb.

De soortelijke warmte  $C_1$  van de lucht bedraagt 0.243 BTU/°F.lb droge lucht.

Benodigde warmte  $Q : 6933 \times 0.243 \times \frac{9}{5} \times 90 = 273.000$  BTU/hr.

Hoeveelheid stoom  $W : \frac{273.000}{934} = 292.5$  lb/hr.

Het verwarmingslichaam bestaat uit een aantal ramen van 30" x 12" inwendig. In een raam staan 6 verhittingsbuizen boven elkaar.

Afstand tussen de buizen hart op hart:  $1\frac{7}{8}$ ".

Lengte van de buizen 30".  $\phi_{\text{uitw.}} 0.625$ ",  $\phi_{\text{inw.}} 0.527$ "

Wanddikte 0.049". Op de buizen staan ribben.

Ribafstand hart op hart  $\frac{1}{8}$ ", ribhoogte  $\frac{3}{8}$ ", ribdikte  $\frac{1}{32}$ ".

De equivalent diameter  $D_e = \frac{2(A_f + A_o)}{\pi \text{geprojecteerde omtrek}}$

waarin  $A_f$  = ribopp. per lengte-eenheid buis.

$A_o$  = onbezet buisopp. per lengte-eenheid buis.

$$A_f = \frac{1}{4} \pi \left[ \left( \frac{11}{8} \right)^2 - \left( \frac{5}{8} \right)^2 \right] \times 2 \times 8 \times 12 = 72 \pi \text{ inch}^2/\text{ft.}$$

$$A_o = \pi \times \frac{5}{8} \times 12 - \pi \times \frac{5}{8} \times 8 \times \frac{1}{32} \times 12 = \frac{5.625 \pi \text{ inch}^2/\text{ft.}}{77.625 \pi \text{ inch}^2/\text{ft.}}$$

Geprojecteerde omtrek =

$$2 \times \frac{3}{8} \times 2 \times 8 \times 12 + 2 \left( 12 - 8 \times 12 \times \frac{1}{32} \right) = 162''/\text{ft.}$$

$$D_e = \frac{2 \pi \cdot 77.625}{\pi \cdot 162} = 0.958'' = 0.080 \text{ ft.}$$

De doorstroomde doorsnede aan de ribzijde:

$$a_s = 30 \times 12 - 6 \times \frac{5}{8} \times 30 - 6 \left( 2 \times \frac{1}{32} \times \frac{3}{8} \times 8 \times 30 \right) = 213.75 \text{ inch}^2 = 1.485 \text{ ft}^2.$$

$$\text{De massasnelheid } G_s = \frac{6975}{a_s} = 4700 \text{ lb/hr.ft}^2.$$

De viscositeit van de lucht  $\mu_1$  bij de gemiddelde temp. van  $\frac{100 + 10}{2} = 55^\circ \text{ C} = 131^\circ \text{ F}$  bedraagt 0.0190 centipoises =  $2.42 \times 0.0190 = 0.0460 \text{ lb/ft.hr.}$

$$\text{Getal v. Reynolds } R_e = \frac{D_e \cdot G_s}{\mu_1} = \frac{0.08 \times 4700}{0.046} = 8170.$$

$$j_f = \frac{N_u}{Pr^{1/3}} = 62 \quad (\text{uit grafiek})$$

Thermische geleidbaarheid van lucht  $k$  bij  $130^\circ \text{ F} = 0.017 \text{ BTU/hr.ft}^2 \text{ }^\circ\text{F.}$

De soortelijke warmte  $c_e$  van de lucht bij  $130^\circ \text{ F} = 0.243 \text{ BTU/lb. }^\circ\text{F.}$

$$\left( \frac{c_e \cdot \mu_1}{k} \right)^{1/3} = \left( \frac{0.243 \times 0.0460}{0.017} \right)^{1/3} = 0.850.$$

$$\left( \frac{\mu}{\mu_f} \right)^{0.14} \text{ voor lucht} = 1.0$$

De warmte-overdrachtscoëff. aan de ribzijde  $h_f$

$$= j_f \cdot \left( \frac{k}{D_e} \right) \left( \frac{c_e \cdot \mu_1}{k} \right) \left( \frac{\mu}{\mu_f} \right)^{0.14} = 62 \times \frac{0.017}{0.08} \times 0.850 \times 1 = 11.12 \text{ BTU/hr.ft}^2 \text{ }^\circ\text{F.}$$

Buismateriaal : Al met een  $k = 118 \text{ BTU/hr.ft}^2 \text{ }^\circ\text{F.}$

$$y_b = \text{halve ribdikte} = \frac{1}{64}'' = 0.0013 \text{ ft.}$$

$$r_b = \text{ribhoogte} = 0.375'' = 0.03125 \text{ ft.}$$

$$u = r_h \sqrt{\frac{h_f}{k \cdot y_b}} = 0.03125 \sqrt{\frac{11.12}{118 \times 0.0013}} = 0.266 \text{ ft.}$$

$$\frac{r_e}{r_b} = \frac{\text{uitw.straal} + \text{ribhoogte}}{\text{uitw.straal}} = \frac{11}{5} = 2.2$$

De ribefficiency  $\eta$  is dan 0.97. (uit grafiek).

De overdrachtscoëff. aan de ribzijde betrokken op het inw.opp. van de buis =

$$h_{fi} = \left( \eta A_f + A_o \right) \frac{h_f}{A_i}, \text{ waarin } A_i = \text{inw.opp./lengte-eenheid.}$$

$$= \left( 0.97 \times \frac{72\pi}{144} + \frac{5.625\pi}{144} \right) \frac{11.12}{\pi \cdot 0.527} \times 12 = 133 \text{ BTU/hr.ft}^2 \text{ } ^\circ\text{F.}$$

Stoomzijde.

De temp. van de waterfilm in de pijpen wordt geschat op  $250^\circ \text{ F} = 121^\circ \text{ C}$ .

De gemiddelde warmte-overdrachtscoëff.  $h^-$  wordt gegeven door:

$$h^- = 1.51 \cdot \left( \frac{k_f^3 \cdot \rho_f^2 \cdot g}{\mu_f^2} \right)^{1/3} \cdot \left( \frac{\mu_f}{4G} \right)^{1/3}$$

waarin  $k_f$  = thermische geleidbaarheid van de film bij  $250^\circ \text{ F}$   
 $= 0.430 \text{ BTU/hr.ft}^2 \text{ } ^\circ\text{F}$ .

$\rho_f$  = thermische dichtheid van de film bij  $250^\circ \text{ F}$   
 $= 1/0.017 \text{ lb/ft}^3$

$\mu_f$  = viscositeit van de film bij  $250^\circ \text{ F}$   
 $= 0.555 \text{ lb/ft.hr.}$

$g$  = versnelling van de zwaartekracht  
 $= 4.17 \cdot 10^8 \text{ ft/hr}^2$

$G = \frac{2W}{LN} = \frac{2 \times \text{hoeveelheid condensaat}}{\text{buislengte} \times \text{aantal buizen} \times \text{aant.ramen } n}$   
 Stel  $n = 1$ .

$$h^- = 1.51 \times 7200 \times \left( \frac{0.555 \times 6 \times 2.5}{4 \times 2 \times 292.5} \right)^{1/3} = 1660 \text{ BTU/hr.ft}^2 \text{ } ^\circ\text{F.}$$

$$\text{De doorgangscoeff. } U = \frac{h_{fi} \times h^-}{h_{fi} + h^-} = \frac{133 \times 1660}{133 + 1660} = 179 \text{ BTU/hr.ft}^2 \text{ } ^\circ\text{F}$$

Condensatie opp. per raam

$$6 \times 2.5 \times \pi \times \frac{0.527}{12} = 2.07 \text{ ft}^2.$$

Logaritmisch gemiddeld temp.verschil van de lucht:  $\Delta T_{lm}$

$$\frac{(267 - 50) - (267 - 212)}{2.3 \log \frac{267 - 50}{267 - 212}} = 118^\circ \text{ F.}$$

Benodigd condensatie opp.  $A_t$  uit

$$Q = U \cdot A_t \cdot \Delta T_{lm}$$

$$273.000 = 179 \cdot A_t \cdot 118$$

$$A_t = 12.92 \text{ ft}^2$$

Aantal ramen  $\frac{12.92}{2.07} = 6.2$  dus 7 ramen.

Dit klopt niet met de aanname  $n = 1$ .

Met behulp van de „trial and error” methode wordt gevonden dat  $n = 9$ , bij een  $U$  van 128.

*gys*