

MASTER

De invloed van enkele procescondities op de verblijftijd in een tegenstroomkolom

Brink, E.A.

*Award date:*  
1988

[Link to publication](#)

**Disclaimer**

This document contains a student thesis (bachelor's or master's), as authored by a student at Eindhoven University of Technology. Student theses are made available in the TU/e repository upon obtaining the required degree. The grade received is not published on the document as presented in the repository. The required complexity or quality of research of student theses may vary by program, and the required minimum study period may vary in duration.

**General rights**

Copyright and moral rights for the publications made accessible in the public portal are retained by the authors and/or other copyright owners and it is a condition of accessing publications that users recognise and abide by the legal requirements associated with these rights.

- Users may download and print one copy of any publication from the public portal for the purpose of private study or research.
- You may not further distribute the material or use it for any profit-making activity or commercial gain

**Take down policy**

If you believe that this document breaches copyright please contact us providing details, and we will remove access to the work immediately and investigate your claim.

Technische Universiteit Eindhoven  
Faculteit Scheikundige Technologie  
Vakgroep Fysische Technologie

De invloed van enkele proceskondities op de verblijftijd  
in een tegenstroomkolom.

Afstudeerverslag van : E. A. Brink

Afstudeerhoogleraar: Prof. Ir. M. Tels

Afstudeercoach: Ir. B.J.W. Tuin

Eindhoven, 19 oktober 1988

## Samenvatting.

Aan de Technische Universiteit te Eindhoven wordt binnen de vakgroep Fysische Technologie onderzoek verricht naar de extractieve reiniging van kleigronden, die verontreinigd zijn met zware metalen.

In dit deel van het onderzoek is nagegaan of de verblijftijd van de klei en het extractiemiddel in een tegenstroomkolom te bepalen zijn. Voor de klei is bovendien gekeken naar de mogelijkheid om de verblijftijd te beïnvloeden met behulp van zeefplaten. Een hogere verblijftijd zal gunstigere extractierendementen in de kolom opleveren.

Het natuurlijke kalkgehalte in de klei blijkt geen goede tracer te zijn voor verblijftijdspreidingsexperimenten van klei. Daarentegen zijn de metaalionen  $\text{Cu}^{2+}$  en  $\text{Cr}^{3+}$  wel geschikt als tracer voor de klei.

Ondanks de verstoring door het aanbrengen van een stapfunctie in de klei, is het mogelijk om de verblijftijdspreiding te bepalen. De door mij gebruikte zeefplaten kunnen de verblijftijd van de klei niet beïnvloeden. De oorzaak hiervan moet gevonden worden in de grote omtrek van de gaten in de zeefplaten. De omtrek van de gaten zal een grotere invloed op de verblijftijd hebben dan het oppervlak van de zeefplaten.

Verder wordt de verblijftijd van geflocculeerde klei in de tegenstroomkolom beïnvloed door de valsnelheid van de vlokken. Het is mogelijk deze valsnelheid te regelen met de flocculantdosis en het droge-stofgehalte.

De verblijftijd van het extractiemiddel kan bepaald worden met een 1 g/l Na Cl-oplossing als tracer. Het extractiemiddel kan in het tegenstroomgedeelte van de kolom als een propstromer worden beschouwd.

## Inhoud.

### Samenvatting

1. Inleiding	1
1.1. Algemeen	1
1.2. Bodemverontreiniging	2
1.3. Extractieve reiniging van met zware metalen verontreinigde kleigronden	4
2. De kolomopstelling bij de VTS-experimenten	8
2.1. Inleiding	8
2.2. De hydrocycloon	9
2.3. Beschrijving van de installatie	12
2.3.1. De flocculatie-eenheid	12
2.3.2. De tegenstroomkolom	14
3. Flocculatie van kleisuspensies	17
3.1. Inleiding	17
3.2. Theorie	18
3.2.1. Flocculatie door polymeren	18
3.2.2. Flocculatiesnelheid	20
3.3. Valsnelheid van geflocculeerde klei	24
3.3.1. Experimentele uitvoering en resultaten	24
3.3.2. Discussie	28
4. Uitvoering van de verblijftijdspreidings experimenten	36
4.1. Inleiding	36
4.2. Experimentele opzet	37
4.2.1. Beschrijving van de VTS-experimenten	37
4.2.2. Werkwijze tijdens de VTS-experimenten	42
4.3. IJkingen en analyses	45
4.3.1. Tracer	45
4.3.2. Geleidbaarheid	56
4.3.3. Bepaling van de processtromen	58
4.3.4. Deeltjesgrootteverdeling	61

5. Verblifftijdspreiding	65
5.1. Inleiding	65
5.2. Gemiddelde verblifftijd en variantie	67
5.3. Eén-parametermodellen	72
5.4. Stromingspatroon van de klei in de tegen- stroomkolom	74
6. Resultaten verblifftijdspreidingsexperimenten en discussie	86
6.1. Inleiding	86
6.2. Resultaten van de stapfuncties in klei	86
6.3. Discussie van de stapfuncties in klei	92
6.4. Resultaten en discussie van de stapfuncties in het extractiemiddel	106
7. Conclusies en aanbevelingen	110
7.1. Conclusies	110
7.2. Aanbevelingen	111
Literatuur	113
Symbolen	115
Bijlagen:	
B.1. Zeefplaten type I en II	121
B.2. Methode "Pietertje"	122
B.3. Model voor de adsorptie- en desorptiekinetiek	123
B.4. Ijklijnen voor $\text{Cu}^{2+}$ en $\text{Cr}^{3+}$	126
B.5. Werkwijze bij ontsluitingen	127
B.6. Ijklijn voor de geleidbaarheid	128
B.7. Berekening tijdstip waarop klei de conus binnenkomt	129
B.8. Deeltjesgrootteverdeling	131
B.9. Massabalansen over het stromingspatroonmodel	132
B.10. Verblifftijdspreidingscurven van VTS-experiment 880317	133
B.11. Meetresultaten van de VTS-experimenten	136
B.12. VTS-curven van de positieve stap tijdens VTS- experiment 880121	152

## 1. Inleiding.

### 1.1. Algemeen

Binnen de vakgroep Fysische Technologie van de Technische Universiteit Eindhoven wordt sinds 1985 onderzoek verricht naar de extractie van zware metalen uit kleigronden. Dit onderzoek moet uiteindelijk leiden tot een procesinstallatie, waarin op grote schaal met zware metalen verontreinigde kleigronden in de praktijk kunnen worden gereinigd.

In het verleden zijn batchexperimenten<sup>(15)</sup> uitgevoerd om meer zicht te krijgen in de extractie van zware metalen uit kleigronden onder verschillende omstandigheden. Op grond van de zo verkregen resultaten is er een extractie-installatie gebouwd<sup>(3)</sup>. In deze installatie is de extractie van kunstmatig verontreinigde gronden en praktijkgronden onderzocht. In deze proefinstallatie is de extractie in twee verschillende procesuitvoeringen onderzocht. Er zijn experimenten uitgevoerd in twee continu doorstroomde geroerde vaten in serie<sup>(19)</sup> en in een continu bedreven tegenstroomkolom<sup>(10,13)</sup>. Een probleem bij de interpretatie van de verkregen resultaten wordt veroorzaakt door de onbekendheid van de verblijftijd in de tegenstroomkolom.

In dit deel van het onderzoek wordt gekeken of deze verblijftijd te bepalen en te beïnvloeden is. Voor de klei zijn twee soorten tracers, namelijk kalk en metaalionen, onderzocht op hun geschiktheid (hoofdstuk 4.). Naast klei is ook de verblijftijdspreiding van het extractiemiddel bepaald. Er is enig inzicht verkregen in een aantal procesvariabelen, die de verblijftijdspreiding in de tegenstroomkolom beïnvloeden. De invloed van de valsnelheid van geflocculeerde klei (hoofdstuk 3.) en de bewegingen van de zeefplaten in de tegenstroomkolom (hoofdstuk 6.) op de verblijftijd is nader onderzocht.

Het stromingspatroon van de klei kan met behulp van een model worden beschreven (hoofdstuk 5.). Dit model dient ervoor een beter begrip van dit stromingspatroon te verkrijgen. Verder kan hiermee worden nagegaan in hoeverre de verblijftijdspreidingsresultaten van klei ermee worden beschreven.

In dit hoofdstuk wordt verder kort ingegaan op bodemverontreiniging door zware metalen (§1.2.). In deze paragraaf worden ook verschillende reinigingsmethoden in het kort besproken. In §1.3. wordt verder een algemene beschrijving gegeven van het extractieproces, dat voor verontreinigde grond toegepast kan worden.

### 1.2. Bodemverontreiniging.

De laatste jaren is in Nederland het probleem van de omvangrijke verontreiniging van de bodem naar voren gekomen. Deze bodemverontreiniging is vaak in het verleden ontstaan door het ongecontroleerd storten van chemisch afval en het lozen van niet gezuiverde afvalstromen in het milieu.

Inventarisatie van in de grond voorkomende verontreinigingen heeft tot de onderstaande indeling geleid<sup>(1)</sup>:

- alifatische en enkelvoudige aromatische koolwaterstoffen
- polycyclische aromaten
- gehalogeneerde koolwaterstoffen
- zware metalen
- cyaniden

Op verontreinigde grond kan men isolatie- en reinigingstechnieken toepassen. Omdat de eerste technieken alleen ten doel hebben de verspreiding van de verontreinigingen te beperken en niet deze verontreinigingen te verwijderen, is het aan te bevelen het gebruik van isolatietechnieken zoveel mogelijk te beperken.

Reinigingstechnieken kunnen zowel in-situ als na afgraven worden toegepast. Verder is de toepassing afhankelijk van de grondsoort en de soort verontreiniging.

Voor bodemreiniging zijn een aantal methoden beschikbaar<sup>(2)</sup>:

*-Thermische reiniging*

Vluchtige componenten kunnen met behulp van stoom of hete lucht uit de grond gestript worden. Een andere methode is het verbranden van de verontreinigingen uit de grond. Dit is geschikt voor alle soorten verontreinigingen, uitgezonderd zware metalen. Bij thermisch reinigen is altijd nabehandeling van de uitgedampte verontreinigingen nodig door condensatie of (na)verbranding.

*-Chemische reiniging*

Door toevoeging van een reagens in vaste vorm of in oplossing worden de verontreinigingen zodanig omgezet dat het reactieproduct geen negatieve effecten op het milieu heeft. Vrije cyaniden, organische verbindingen en zure of basische verontreinigingen kunnen bijvoorbeeld door middel van respectievelijk natriumhypochloriet, waterstofperoxide en neutralisatie worden verwijderd.

*-Microbiologische reiniging*

Een groot aantal organische verontreinigingen kunnen met behulp van micro-organismen worden afgebroken tot H<sub>2</sub>O en CO<sub>2</sub>. Het is nodig om voedingsstoffen en zuurstof toe te voegen voor een goede reactiesnelheid.

*-Extractieve reiniging*

Extracties met extractiemiddelen op waterbasis of van organische oorsprong worden verder in §1.3. behandeld. Deze methode is voor alle soorten verontreinigingen toepasbaar en voor zware metalen zelfs de enige. Een andere methode is flotatie. Hierbij worden meestal olieachtige verontreinigingen door middel van kleine luchtbelletjes vanuit de suspensie naar het oppervlak getransporteerd.



Voor de meeste soorten bodemverontreinigingen, die aanwezig zijn in verschillende grondsoorten, bestaan er operationele reinigingsinstallaties die gebaseerd zijn op de hierboven beschreven technieken. Echter, voor met zware metalen verontreinigde kleigronden bestaat nog geen installatie die geschikt is om op grote schaal toe te passen.

### 1.3. Extractieve reiniging van met zware metalen verontreinigde kleigronden.

De fraktie van een bodem die kleiner dan 2 mm is, bestaat uit een mengsel van klei, silt en zand, met daarnaast organisch materiaal. De kleifraktie bestaat uit deeltjes die kleiner zijn dan 2  $\mu\text{m}$ . Klei heeft twee eigenschappen die bij het verwijderen van zware metalen problemen geven. Zandgronden hebben deze eigenschappen en dus de problemen in mindere mate. Deze eigenschappen zijn:

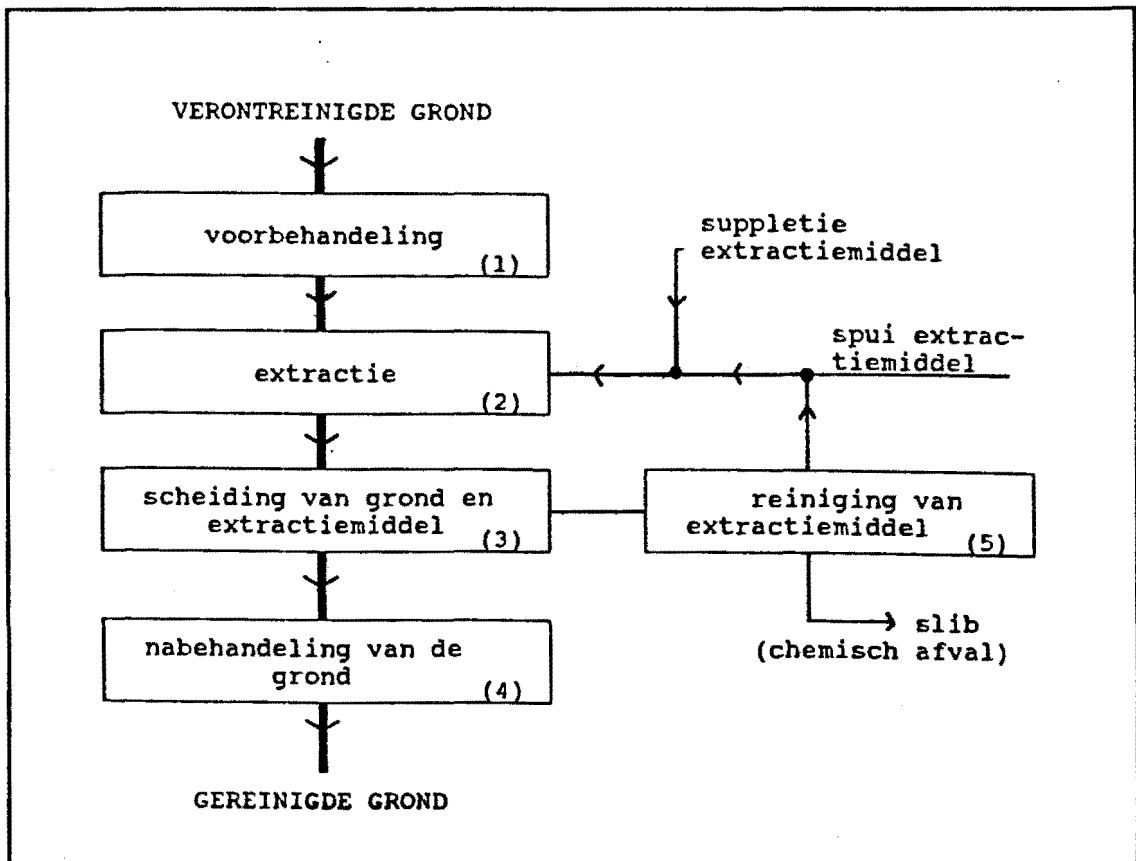
- De sterke chemische binding van metaalionen aan kleideeltjes. Hierdoor is de klei in verhouding sterker verontreinigd en moeilijker te verwijderen.

- Kleideeltjes zijn door hun kleine afmeting moeilijk van het extractiemiddel te scheiden.

Een extractieproces voor grond is meestal uit een vijftal processtappen opgebouwd (figuur 1.1.). Op de in deze figuur genummerde processtappen zal in het kort worden ingegaan.

#### (1) Voorbehandeling van de grond

Grote voorwerpen, zoals hout en stenen, worden nat afgezeefd, waarbij tevens harde klonten grond worden verkleind.



Figuur 1.1. Algemeen processchema voor de extractie van grond.

### (2) Extractie van de grond

De grond wordt intensief gemengd met het extractiemiddel, waarbij de verontreinigingen overgaan naar het extractiemiddel. Het extractiemiddel is op water gebaseerd waaraan chemicaliën, zoals zuren of complexvormers, worden toegevoegd. Een andere mogelijkheid is dat het extractiemiddel een organische vloeistof is.

### (3) Scheiding van grond en extractiemiddel

De scheiding van grond en extractiemiddel kan zowel in de extractor zelf als in speciale bezinkbassins plaatsvinden.

Kleine gronddeeltjes ( $< 50 \mu\text{m}$ ) kunnen door hun lage bezinksnelheid niet via deze methoden effectief worden afgescheiden. Deze kleine deeltjes kan men met behulp van hydrocyclonen, centrifuges of bezinking na toevoegen van flocculant wel afscheiden.

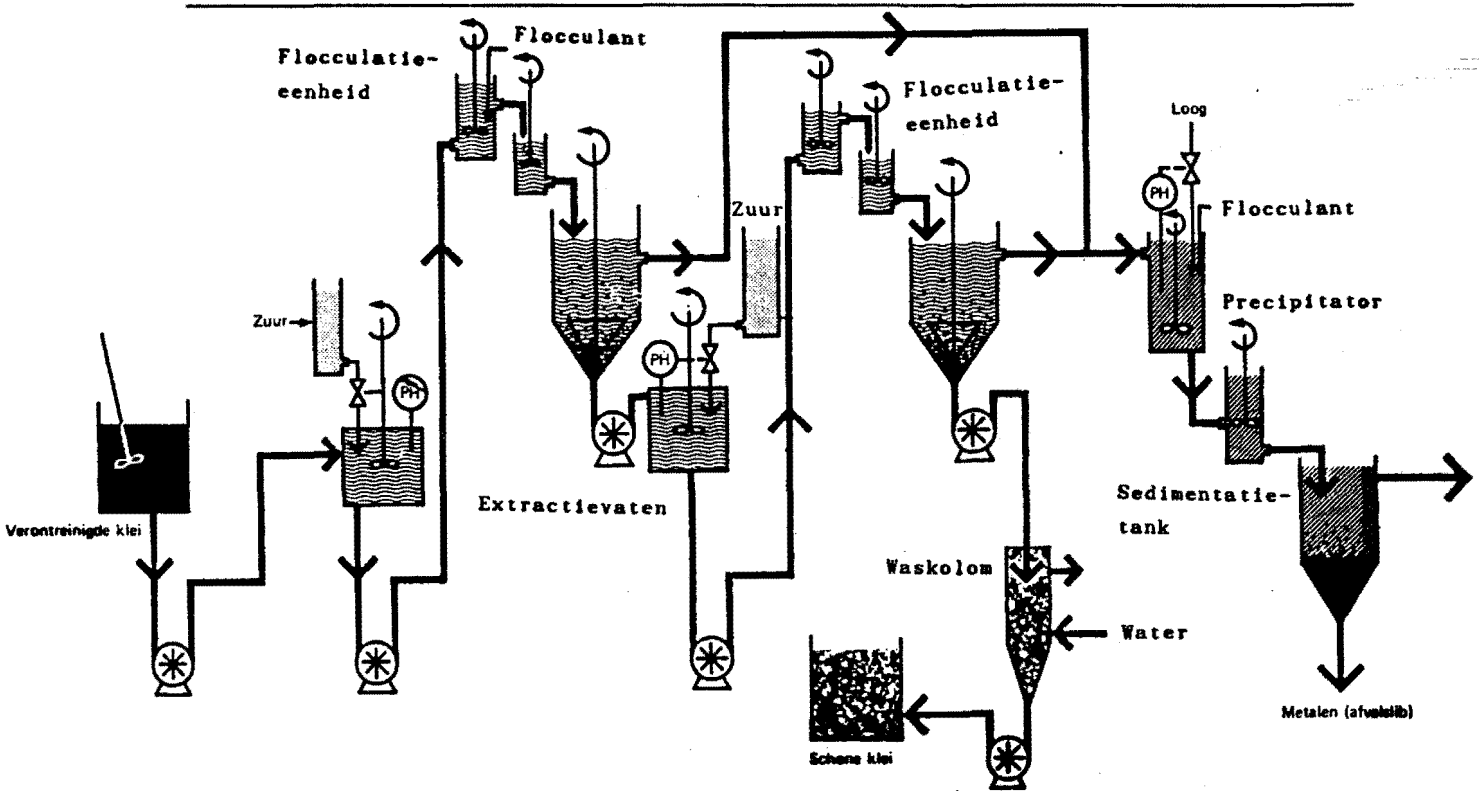
(4) *Nabehandeling van de grond*

De grond wordt gewassen met schoon extractiemiddel, dat verwijderd wordt indien het schadelijke gevolgen heeft voor het milieu.

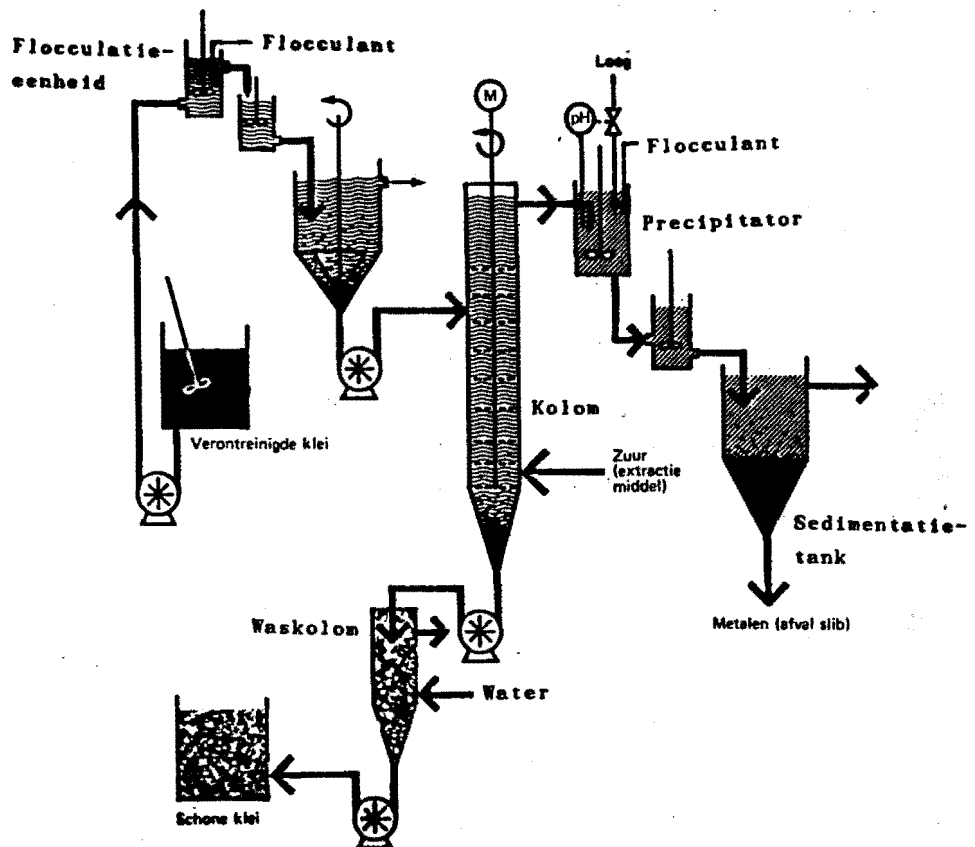
(5) *Zuivering van het extractiemiddel*

Het verontreinigde extractiemiddel wordt gereinigd en na eventuele toevoeging van nieuwe chemicaliën hergebruikt.

Voor met zware metalen verontreinigde zandgronden bestaan enkele extractie-installaties, die op grote schaal kunnen reinigen<sup>(2)</sup>. Kleigronden die verontreinigd zijn met zware metalen kunnen nog niet op grote schaal gereinigd worden. Er bestaan al wel pilot plants. Van de Mast<sup>(3)</sup> heeft een proefinstallatie gebouwd, waarmee twee verschillende uitvoeringen kunnen worden onderzocht. De extractie kan in twee continu doorstroomde geroerde vaten in serie (figuur 1.2.) en in een continu bedreven tegenstroomkolom (figuur 1.3.) worden uitgevoerd. Tevens kan er een extractie worden uitgevoerd, waarbij deze procesuitvoeringen achter elkaar geschakeld zijn. Aan de continu bedreven tegenstroomkolom wordt in dit verslag verder aandacht besteed. In het hieropvolgende hoofdstuk 2 komt de beschrijving van de tegenstroomkolom aan bod.



Figuur 1.2. Processchema van twee continu doorstroomde geroerde extractievaten in serie.



Figuur 1.3. Processchema van een continu bedreven extractie-tegenstroomkolom.

## 2. De kolomopstelling bij de VTS-experimenten.

### 2.1. Inleiding.

De continu bedreven tegenstroomkolom is ontworpen en gebouwd door Van de Mast<sup>(3)</sup>. De hoofddoelstelling van de tegenstroomkolom is het onderzoeken van de mogelijkheid om metalen uit gevlokte kleideeltjes te extraheren in een tegenstroomproces. Het onderzoeken van deze mogelijkheid is op de volgende manieren gebeurd:

- Het extraheren van kunstmatig verontreinigde kleigronden.
- Het extraheren van niet kunstmatig verontreinigde kleigronden (= praktijkgronden).
- Het extraheren van praktijkgronden, voorafgegaan door één of twee continu doorstroomde geroerde vaten in serie.
- Het bepalen van de verblijftijdspreiding in een aantal onderdelen van de tegenstroomkolom.

Het (hydrodynamisch) gedrag van gevlokte klei wordt onder andere bestudeerd door het bepalen van de verblijftijdspreiding in de kolom. De verblijftijdspreiding van zowel klei als extractiemiddel zal in dit verslag bepaald worden in de tegenstroomkolom zelf. Nonhebel<sup>(10)</sup> heeft de verblijftijdspreiding van de vloeistof in de flocculatie-eenheden bepaald.

Indien er experimenten worden uitgevoerd om de verblijftijdspreiding te bepalen, zijn niet alle procesonderdelen zoals weergegeven in figuur 1.3. van belang. In een VTS-experiment wordt gesuspendeerde klei van een voorraadvat naar een flocculatie-eenheid gepompt. Hierin wordt de klei geflocculeerd, waarna het via een bezinkvat de tegenstroomkolom wordt ingepompt. De klei verlaat de kolom aan de onderzijde. Het extractiemiddel wordt onderin de kolom ingepompt en verlaat de kolom via de kleiafvoer en via de overloop. De procesonderdelen (precipitator, sedimentatietank en waskolom) zijn niet van belang voor een VTS-experiment.

In dit hoofdstuk zullen de onderdelen die van belang zijn voor een VTS-experiment afzonderlijk worden behandeld. Voor de uitvoering van een VTS-experiment wordt naar hoofdstuk 4. verwezen.

Voordat de klei in de voorraadvaten van de installatie wordt gedaan, ondergaat deze een voorbehandeling. Deze voorbehandeling, het hydrocycloneren, wordt in §2.2. behandeld. In de daaropvolgende §2.3. zullen twee aspecten van de installatie worden behandeld. De flocculatie-eenheid, waarin de klei geflocculeerd wordt alvorens de kolom te worden ingepompt, wordt als eerste behandeld. In deze paragraaf komt de werkwijze en de opbouw van de flocculatie-eenheid aan bod. De theorie van het flocculeren wordt in hoofdstuk 3 behandeld. Het ontwerp van de tegenstroomkolom wordt tenslotte in §2.3.2. beschreven.

### 2.2. De hydrocycloon.

De kleigrond die voor de verblijftijdspreidingsexperimenten gebruikt wordt, gaat van te voren door een hydrocycloon. Deze voorbehandeling van de kleigrond zorgt ervoor dat de kleisuspensie in twee frakties wordt gescheiden. De fractie met de fijne deeltjes wordt voor de VTS-experimenten gebruikt. De reden hiervoor is dat voor verontreinigde grove deeltjes reeds reinigingstechnieken voorhanden zijn. Hierdoor is het niet nodig deze deeltjes in de tegenstroomkolom schoon te maken. Bovendien is de kans op verstoppingen in de installatie groter bij het gebruik van de grove deeltjes.

Het principe van de hydrocycloon is als volgt:

Een vloeistofstroom met deeltjes komt onder druk bovenin de hydrocycloon tangentieel aan de wand binnen. Hierna zal de stroom in het buitenste gedeelte van de cycloon een roterende en ten gevolge van de drukval over de cycloon een dalende beweging maken.

Het kleinste deel van de stroom verlaat de cycloon via de bodemafvoer. De rest van de stroom, die in het binnenste gedeelte is, zal via de vortex-finder de cycloon met een roterende en stijgende beweging verlaten. Doordat de cycloonwand conisch toeloopt naar de bodemafvoer, wordt de vloeistofstroom gedwongen naar de as van de cycloon toe te bewegen. Hierdoor zullen de gesuspendeerde deeltjes zich scheiden in een grove en een fijne fraktie. Door de centripeetaalkracht van de vloeistof worden de deeltjes in de vloeistof naar binnen afgebogen. Deeltjes met een grote traagheid, de grove fraktie, zullen minder worden afgebogen dan deeltjes met een kleine traagheid. De fijne fraktie komt hierdoor in het binnenste gedeelte van de cycloon terecht en zal deze via de topstroom verlaten. Daarentegen zal de grove fraktie in het buitenste gedeelte van de cycloon terechtkomen en deze via de bodemafvoer verlaten.

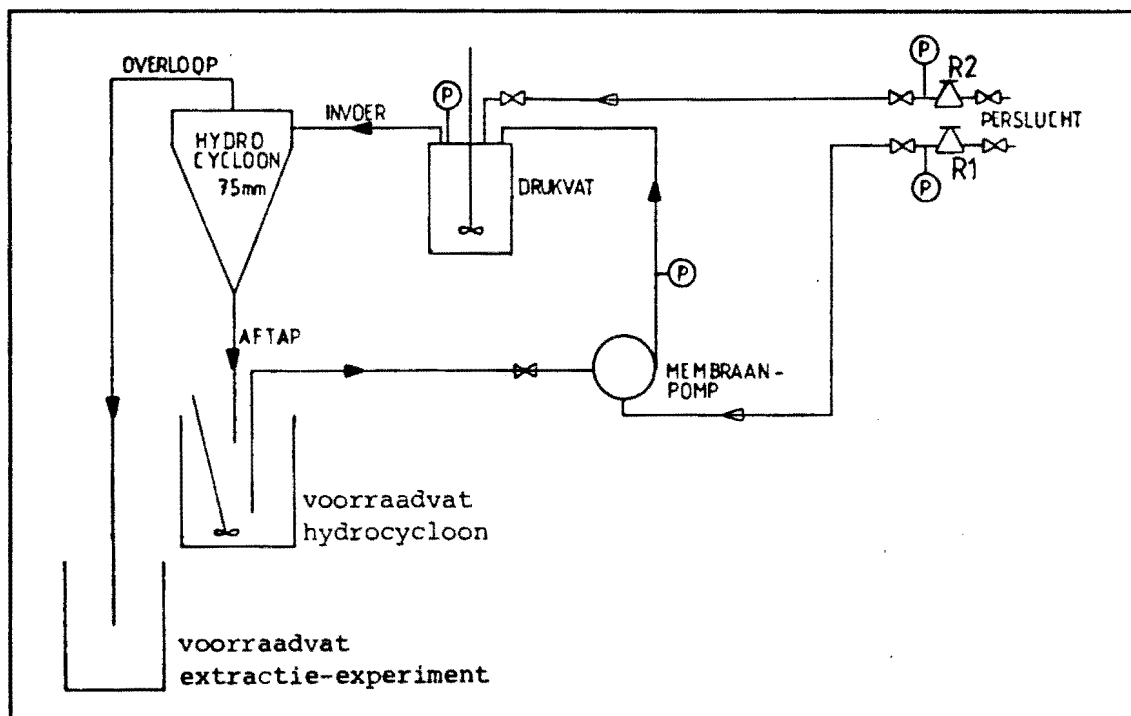
De scheidende werking van hydrocyclonen wordt bepaald door de diameters van invoerpijp, beide afvoerpijpen en cycloon en door de drukval over de cycloon.

De opstelling waarmee klei wordt gehydrocycloneerd, is in figuur 2.1. weergegeven. Aan de hand van deze figuur wordt hieronder een korte beschrijving van de werkwijze gegeven. In het voorraadvat van de hydrocycloon wordt een kleisuspensie met een hoog droge-stofgehalte ( $\pm 20$  m%) gemaakt. Deze suspensie wordt met een dubbelwerkende membraanpomp via een aanzuigstang uit het voorraadvat gepompt. De aanzuigstang is voorzien van een RVS-gaasje ter bescherming van de membraanpomp en de hydrocycloon. De aanzuigstang wordt in het meest turbulente gedeelte van het voorraadvat gehouden. De kleisuspensie wordt vervolgens via een buffervat (inhoud: 7 liter) naar de hydrocycloon gestuurd. Het buffervat is nodig, om de drukschommelingen ten gevolge van de pulserende werking van de membraanpomp in de invoer van de cycloon te vermindern.

De druk in het buffervat ( $\pm 1,3$  ato) is een klein beetje hoger dan de druk in de aanvoerleiding naar dit vat ( $\pm 1,1$  ato).

De grove deeltjes worden in de hydrocycloon via de bodemstroom gerecirculeerd in het voorraadvat van de cycloon, terwijl de fijne deeltjes via de topstroom in het voorraadvat van het VTS-experiment terecht komen. De hydrocycloon heeft een hoogte van 200 mm en een inwendige diameter van 75 mm. Van Poppel<sup>(12)</sup> heeft voor Rijnklei aangetoond dat een aftapdiameter van 8 mm de gewenste kleifractie opleverde.

De hydrocycloon wordt gebruikt voor het scheiden van Winsum- en Rijnsuspensies. Van de fijne fractie wordt met een Malvern pulsed spray droplet sizer (type: 2600) de deeltjesgrootteverdeling bepaald (zie §4.3.4.).



Figuur 2.1. Schema van de hydrocycloon.

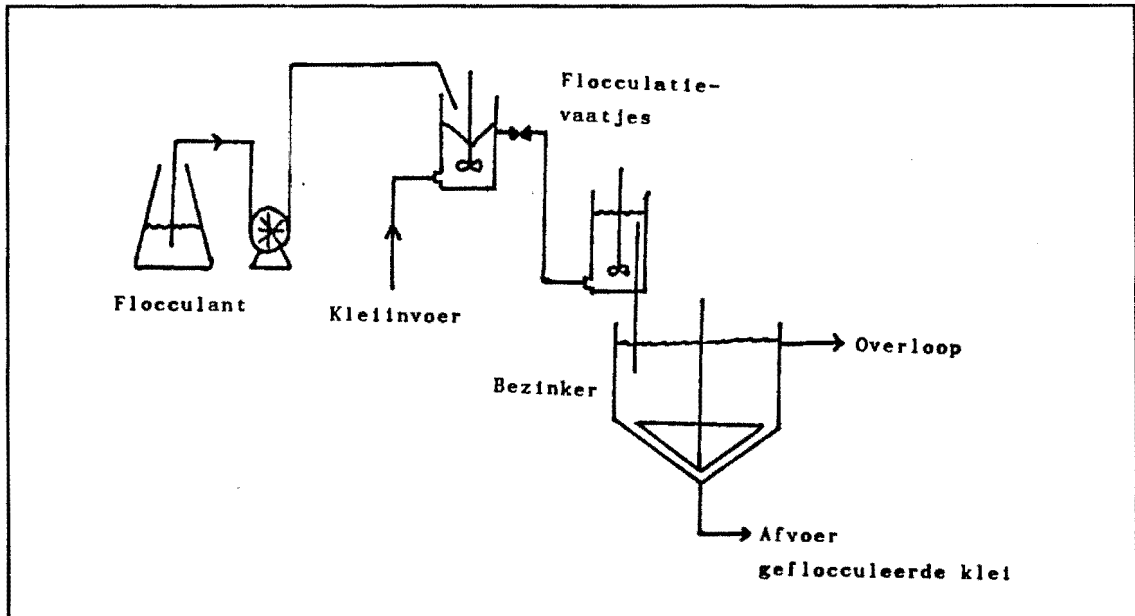


### 2.3. Beschrijving van de installatie.

#### 2.3.1. De flocculatie-eenheid.

In deze paragraaf wordt de werking van de flocculatie-eenheid behandeld. Voor theoretische aspecten van de flocculatie wordt verwezen naar hoofdstuk 3. Figuur 2.2. geeft een schema van de flocculatie-eenheid, zoals die in de installatie wordt gebruikt.

Vanuit het voorraadvat wordt een kleisuspensie van ongeveer 5 m% via een slangepomp naar de flocculatie-eenheid gepompt. De flocculatie-eenheid bestaat uit twee geroerde vaatjes in serie gevolgd door een bezinker. Er is voor twee vaatjes gekozen, omdat de verblijftijdspreiding van de klei in de vaatjes dan kleiner zal zijn en vooral omdat hierdoor een getrapte flocculatie mogelijk wordt waarbij de vlokvorming maximaal is<sup>(4,10)</sup>. Elk vaatje heeft een diameter van 10 cm en een hoogte van 20 cm, waardoor het bruikbaar volume voor een suspensie ongeveer 1 l per vaatje is. Onder in het eerste vaatje wordt ongeveer 8,5 l/h kleisuspensie gepompt, terwijl bovenin dit vaatje de flocculantoplossing (0,143 g Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/l) wordt gepompt. De flocculantoplossing wordt met ongeveer 1.5 l/h vanuit een voorraadvat via een membraanpomp in de vortex van het eerste vaatje gepompt. In het eerste vaatje wordt hard geroerd (750 r.p.m.) om ervoor te zorgen dat de flocculantoplossing goed gemengd wordt met de kleisuspensie. Via de overloop van het eerste vaatje komt de kleisuspensie onderin het tweede vaatje. Hierin wordt rustig geroerd (300 r.p.m.), zodat de bewegingen in de suspensie voldoende zijn om orthokinetische flocculatie op te laten treden, maar onvoldoende om de vlokken massaal te laten opbreken (zie ook §3.2.2.). De berekende gemiddelde verblijftijden van de vloeistof in de twee vaatjes zijn analoog aan Nonhebel<sup>(10)</sup> respectievelijk 3½ en 5 minuten.



Figuur 2.2. Schema van de flocculatie-eenheid.

De geflocculeerde kleisuspensie komt via de overloop van het tweede vaatje in de bezinker terecht. De bezinker bestaat uit een cilindrisch gedeelte met een diameter van 23 cm met daaronder een conisch gedeelte (totale hoogte 40 cm). In de bezinker zal de kleisuspensie tot ongeveer 20 m% indikken. Dit kan gebeuren door de geflocculeerde klei te laten bezinken en het overtollige water via de overloop van de bezinker af te voeren. In de bezinker is een langzaam draaiend roerwerk (1 r.p.m.) aanwezig, waarvan de bladen enigszins getordeerd zijn. Dit roerwerk dient ervoor te zorgen dat de klei naar de afvoer wordt getransporteerd en dat er geen channeling onderin de bezinker plaatsvindt. Vanuit de afvoer van de bezinker wordt de geflocculeerde klei door een slangepomp naar de kolom gepompt. Voor de debieten en instelling van de pompen wordt naar §6.2. verwezen.

### 2.3.2. De tegenstroomkolom.

De opbouw van de tegenstroomkolom en een aantal onderdelen ervan worden in deze paragraaf nader bekeken. In eerste instantie zal de invoer van de kolom worden behandeld. Vervolgens worden de kolom zelf en het transportmechanisme in de kolom behandeld.

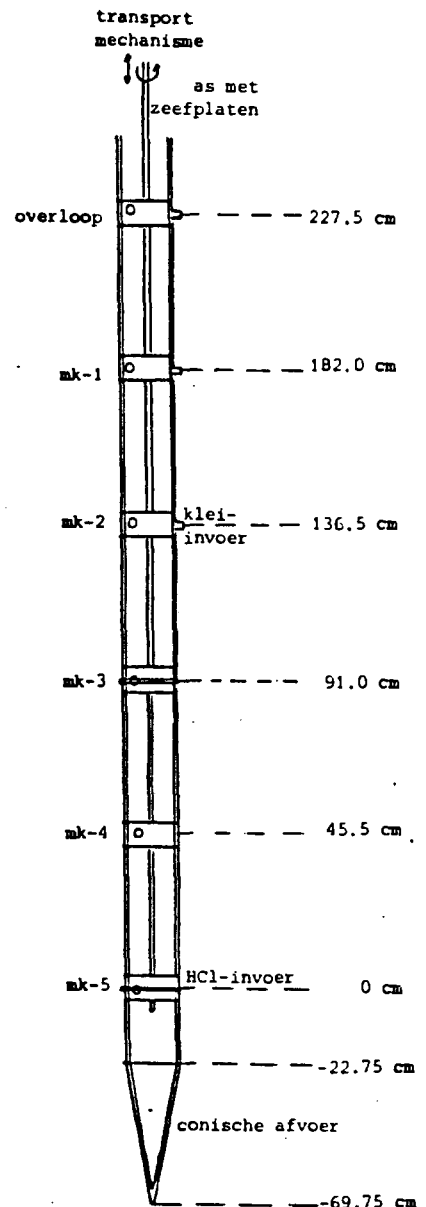
De geflocculeerde kleisuspensie die uit de bezinker komt, wordt via een slangepomp naar een magnetische flowmeter (Endress + Hauser, type: Picomag) gepompt. De flowmeter is zodanig afgesteld dat hierdoor een vloeistofdebiet kan stromen van maximaal 5 l/h. Het signaal van de meter wordt digitaal en op een recorder (Kipp&Zonen, type: BD40) weergegeven. Dit laatste wordt gedaan omdat de digitale waarde sterk fluctueert in de tijd. Verder bestaat de mogelijkheid om uit het signaal het vloeistofvolume cumulatief in de tijd te meten. Nadat de kleisuspensie door de flowmeter is gegaan, wordt het de tegenstroom kolom ingevoerd.

De tegenstroomkolom is evenals de rest van de installatie (inklusief leidingen) slechts opgebouwd uit glas en kunststof. Dit is gedaan om corrosie van de installatie door onder andere het extractiemiddel te voorkomen. Een extra voordeel dat hierbij ontstaat, is dat er een visuele indruk kan worden verkregen van het gedrag van de klei. De kolom (figuur 2.3.) is opgebouwd uit 6 glazen cilinders, die door kunststofringen worden gescheiden, en aan de onderkant een glazen conus. De totale lengte van de kolom is 3 m, terwijl de inwendige diameter 10 cm is. De zijkant van de conus maakt een hoek van 5° met de as van de kolom.

In de kunststofringen bevinden zich doorvoeropeningen, waarin leidingen, centreerstaafjes en meetinstrumenten kunnen worden aangebracht. Op een hoogte van 182,0 cm (zie figuur 2.3.) bevindt zich een weerstandsmeter.

## 2. Tegenstroomkolom

De temperatuur van de vloeistof in de kolom wordt met behulp van deze meter gemeten en op een Philips Multipoint Data recorder (type: PM8237A) geregistreerd. In de kolom is er een invoer voor geflocculeerde klei op een hoogte van 136,5 cm en een invoer voor een extractiemiddel (zuur, water of een zoutoplossing) op 0,0 cm. Het extractiemiddel wordt via een slangepomp uit een voorraadvat de kolom ingepompt. Verder is er een afvoer voor de klei op het einde van de conus (-69,75 cm) en een overloop op 227,5 cm. De klei in de conus wordt via een slangepomp uit de kolom gepompt. Via de overloop verlaat er zeer weinig klei de kolom. Deze stroom mag rechtstreeks op het riool geloosd worden, omdat bij de VTS-experimenten geen extractie van metalen uit de kleigrond plaatsvindt. De mogelijkheid bestaat om de verschillende afvoer- en invoerstromen op een andere hoogte in de kolom aan te brengen dan hierboven beschreven. De tegenstroom in de kolom wordt veroorzaakt, doordat het grootste deel van het extractiemiddel van beneden naar boven stroomt en van de ingevoerde klei van boven naar beneden.



Figuur 2.3. Schema van de tegenstroomkolom

In de kolom is een kunststofas met daaraan 18 zeefplaten gebracht. Deze as kan via een transportmechanisme worden bewogen. Een aantal centreerstaafjes op een hoogte van 0 en 45,5 cm houden de as op zijn juiste plaats. De eerste zeefplaat is vlak boven de invoer van het extractiemiddel aanwezig, terwijl elke volgende zeefplaat zich om de 10 cm bevindt. De invoer van de klei bevindt zich op gelijke afstand (= 5 cm) van twee platen. Er zijn 13 platen beneden de klei-invoer en dus 5 platen erboven. Doordat de platen verwisselbaar zijn, kan de diameter van de plaat, het aantal en de diameter van de gaten in de plaat worden veranderd. Voor de maten van de gebruikte zeefplaten wordt verwezen naar §4.2.1 en bijlage 1.

De zeefplaten zorgen ervoor dat de verblijftijd van de klei wordt vergroot. Om ervoor te zorgen dat er geen dood volume op de platen wordt gevormd en om de verblijftijd van de deeltjes in de kolom te kunnen regelen, is er een aandrijfmechanisme aan de platen bevestigd dat de platen periodiek laat bewegen. Het met perslucht aangedreven mechanisme kan een slag (vertikale beweging) en/of een draai (horizontale beweging) veroorzaken. De frequentie van de slag en/of draai kan door twee elektronisch gestuurde regelventielen (Martonair, type: IP65/IEC144) worden ingesteld. Ten gevolge van een slag gaan de zeefplaten 5 mm omhoog, waarna ze bij een volgende slag dezelfde afstand omlaag afleggen. Bij een draai draaien de platen om de as 49° naar links en bij de volgende draai weer terug naar de uitgangspositie. Een slag of een draai vindt in een tijdsbestek van 0,2 sec. plaats.

In dit hoofdstuk is een beschrijving gegeven van de hydrocycloon, de flocculatie-eenheid en de tegenstroomkolom. De uitvoering van een VTS-experiment met onder ander gebruik van deze procesonderdelen wordt in hoofdstuk 4. gegeven.

### 3. Flocculaties van kleisuspensies.

#### 3.1. Inleiding.

De bezinksnelheid van klei in een kleisuspensie is zeer laag. Om deze snelheid te verhogen kan men flocculatie toepassen. Wanneer de bezinksnelheid voldoende groot is, kan in de extractiekolom de geflocculeerde klei in tegenstroom worden gebracht met het extractiemiddel. De valsnelheid (=bezinksnelheid) van geflocculeerde klei blijkt van invloed te zijn op de verblijftijd van deze klei in de kolom (zie §6.3.). Het is om deze reden belangrijk dat de valsnelheid op reproduceerbare wijze bepaald wordt.

In dit hoofdstuk wordt eerst enige theorie omtrent flocculatie behandeld. In §3.2.1. wordt de valsnelheid van ongeflocculeerde klei behandeld. Daarna wordt in deze paragraaf een model behandeld dat het flocculatiegedrag van een aantal polymeren verklaard. Hierna zal aandacht besteed worden aan de snelheid en de wijze van zowel vlokvorming als van opbreking. Na deze theoretische aspecten wordt bekeken hoe de valsnelheid van geflocculeerde klei bepaald kan worden en welke problemen hierbij om de hoek komen kijken. Tevens zal de diameter van een vlok uit de valsnelheid berekend worden.

De valsnelheid zal in dit hoofdstuk gebruikt worden om de mate van flocculatie vast te stellen. De door velen, onder wie Van de Mast<sup>(3)</sup>, gebruikte jar-test<sup>(4-5)</sup> is minder geschikt, wanneer men de mate van flocculatie in verband wil brengen met de verblijftijd. In de jar-test wordt de optimale flocculantdosis bepaald aan de hand van een bepaling van het droge-stofgehalte van de bovenstaande vloeistof na een bepaalde bezinkingstijd. Er wordt een ruw verband verwacht tussen het droge-stofgehalte en de verblijftijd. Wanneer vaste stoffen worden verwijderd uit een vloeistof (bijvoorbeeld waterzuivering), is deze methode van bepaling zeer

geschikt. Dit is niet de reden waarom er geflocculeerde klei in de extractiekolom aanwezig is. Daarentegen zal er een direkter en beter verband tussen de verblijftijd van de klei en de valsnelheid worden verwacht.

### 3.2. Theorie.

#### 3.2.1. Flocculatie door polymeren

De lage bezinksnelheid van niet geaggregeerde klei wordt veroorzaakt door de zeer kleine diameter van de kleideeltjes. Met behulp van de wet van Stokes, die voor een enkel bolvormig deeltje geldt, kan de bezinksnelheid in water berekend worden (vergelijking 3.1.). Deze vergelijking geldt indien de vloeistof tijdens het bezinken van het deeltje laminair er langs stroomt ( $Re < 0,1$ ).

$$v = \frac{g * d^2 * (\rho - \rho_1)}{18\eta} \quad (3.1.)$$

Rijnkleideeltjes, die een dichtheid  $\rho$  van  $2,60 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$  en een gemiddelde diameter  $d$  van  $3,4 \cdot 10^{-6} \text{ m}$  hebben<sup>(6)</sup>, bezinken met een snelheid van 2,2 cm/h. Door deze lage bezinksnelheid kan klei niet in tegenstroom worden gebracht met een fluïdum. Bovendien kan klei niet op een effectieve manier gescheiden worden uit een kleisuspensie.

Om de valsnelheid van kleideeltjes te verhogen kan men deze deeltjes door coagulatie of flocculatie laten aggregeren tot vlokken. Coagulatie treedt op, wanneer aan een suspensie ionen worden toegevoegd, die de afstotende krachten tussen de deeltjes voldoende verkleinen en ten gevolge daarvan de suspensie destabiliseren. Indien aan een suspensie polymeren worden toegevoegd die aggregatie van deeltjes tot gevolg hebben, spreekt men van flocculatie.

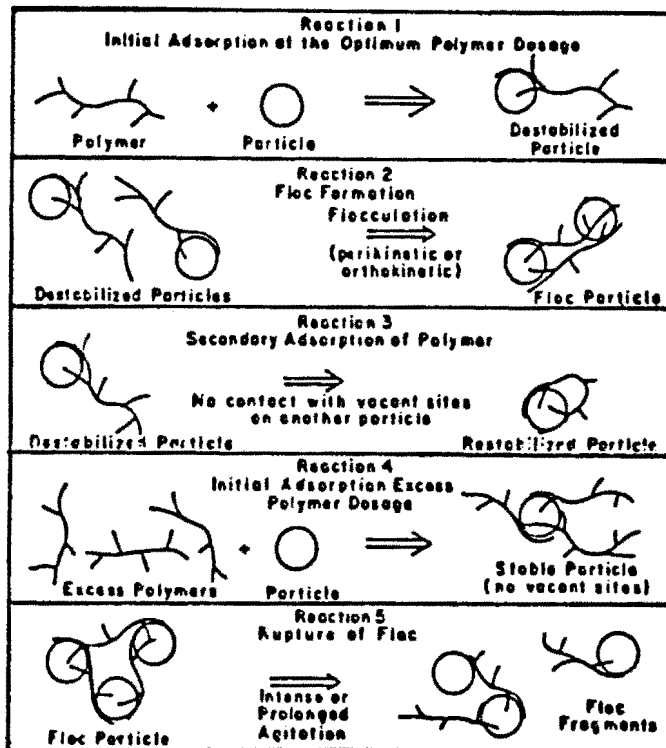
Van de Mast<sup>(3)</sup> heeft een aantal coagulanten en flocculanten onderzocht op hun kwaliteit van aggregatie van kleideeltjes.

Hierbij is met behulp van de jar-test de optimale dosis van de verschillende coagulanten en flocculanten voor kleisuspensies in zuur milieu bepaald. Van de Mast vond dat de anionogene polyelektrolyt A100 van Cyanamid B.V. de beste resultaten gaf. De optimale dosis van A100 ligt voor verschillende kleisoorten tussen 10 en 25 mg A100 per kg klei.

Anionogene polymeren worden gekarakteriseerd door het gemiddelde molekulgewicht, door hun structuur en door hun ladingsdichtheid binnen het molecuul. Verder bepalen onder andere de oplosbaarheid van het polymeer, de concentratie aan polymeer, de zuurgraad en temperatuur van de suspensie, de wijze van samenvoeging en de tijd van contact of en in welke mate er flocculatie optreedt. In de literatuur worden deze parameters onder andere door Vincent<sup>(7)</sup> behandeld.

Coagulatie en flocculatie kunnen vanuit verschillende gezichtspunten benaderd worden<sup>(10)</sup>. Flocculatie kan met behulp van het "brugvormingsmodel" verklaard worden (figuur 3.1.). Door het hoge gemiddelde molekulgewicht en daardoor de lage diffusiesnelheid van het polymeer, moet dit in een zeer verdunde oplossing aan de suspensie worden toegevoegd. Na deze toevoeging adsorberen de actieve groepen van het polymeer aan het oppervlak van de kleideeltjes, waardoor deze gedestabiliseerd worden (reactie 1). Het polymeer kan op verschillende manieren aan het oppervlak geadsorbeerd zijn. Een gedestabiliseerd deeltje vormt, door middel van de lange uiteinden van een polymeerketen, een brug met een ander deeltje (reactie 2). Wanneer er weinig geroerd wordt en/of er polymeer in overmaat aanwezig is, wordt een deeltje gerestabiliseerd (reactie 3 respectievelijk 4). Het gevolg hiervan is dat het polymeer in de eerste situatie niet meer als brug kan fungeren. Tenslotte breekt een eenmaal gevormde vlok door hard en/of langdurig roeren op (reactie 5).





Figuur 3.1. Schematische weergave van het "brugvormingsmodel" bij flocculatie van deeltjes.

### 3.2.2. Flocculatiesnelheid.

De snelheid waarmee kleideeltjes vlokken vormen, bepaalt de gemiddelde vlok diameter op het tijdstip  $t$  en daardoor de valsnelheid. De flocculatiesnelheid is afhankelijk van hoe vaak en hoe de deeltjes in contact met elkaar komen. Deze afhankelijkheid uit zich in de botsingskans tussen de deeltjes en de effectiviteit van de botsingen. De invloed van deze effectiviteit op de flocculatiesnelheid wordt in deze paragraaf buiten beschouwing gelaten. Botsingen tussen deeltjes kunnen tot stand komen door thermische bewegingen (= Brownse bewegingen) of door vloeistofbewegingen (bijvoorbeeld door roeren). Bij flocculaties, die ten gevolge van deze bewegingen tot stand komen, spreekt men van perikinetische- respectievelijk orthokinetische flocculaties.

Naast het vormen van vlokken in een geroerde suspensie worden er ook vlokken opgebroken. Dit komt door de interactie van individuele vlokken met de afschuifkrachten in de vloeistof.

In een suspensie waar geen snelheidsgradiënt aanwezig is wordt de flocculatiesnelheid bepaald door Brownse bewegingen van de deeltjes. Indien men aanneemt dat er geen elektrostatistische afstoting tussen de deeltjes optrdt en dat elke botsing leidt tot aggregatie, dan kan de perikinetische flocculatie beschreven worden met vergelijking 3.2.:

$$- \frac{dN}{dt} = k_p * N^2 \quad (3.2.)$$

De verdwijning van deeltjes verloopt via een tweede orde kinethiek. In de snelheidskonstante  $k_p$  zit de thermische energie  $k * T$  van de Brownse beweging (vergelijking 3.3.).

$$k_p = \frac{4k * T}{3\eta} \quad (3.3.)$$

Indien de suspensie geroerd wordt, treedt er orthokinetische flocculatie op. Vergelijking 3.4. geldt voor deze flocculatie, als elke botsing tot aggregatie leidt en éénmaal gevormde vlokken door het roeren niet opbreken.

$$- \frac{dN}{dt} = \frac{2}{3} * G * d^3 * N^2 \quad (3.4.)$$

De snelheid van orthokinetische flocculatie is ook evenredig met  $N^2$ . De gemiddelde snelheidsgradiënt  $G$  kan met behulp van vergelijking 3.5. berekend worden uit het gedissipeerde vermogen  $P$  en het volume  $V_f$  van het flocculatievat. Het gedissipeerde vermogen kan voor bepaalde roerderconfiguraties uit vermogenskengetalrelaties worden berekend.

$$G = \sqrt{\frac{P}{V_f * \eta}} \quad (3.5.)$$

Uit de verhouding van de hierboven beschreven flocculaties (vergelijking 3.6.) blijkt dat beide typen flocculaties voor 50 % optreden, indien deeltjes van 1  $\mu\text{m}$  bij kamertemperatuur en rustig roeren ( $G = 10 \text{ s}^{-1}$ ) worden geflocculeerd. Uit vergelijking 3.6. volgt dat perikinetische flocculatie vooral bij kleine deeltjes optreedt en dat orthokinetische flocculatie in een later stadium bij grotere deeltjes belangrijk is.

$$\frac{\text{orthokinetische snelheid}}{\text{perikinetische snelheid}} = \frac{G * \eta * d^3}{2kT} \quad (3.6.)$$

In een suspensie waarin vlokken gevormd worden, kunnen deze ook opbreken. De snelheid en de manier waarop dit gebeurt, is van belang, omdat vlokopbreking de effectiviteit van flocculatie sterk kan verlagen. Pandya en Spielman<sup>(9)</sup> hebben de snelheid van vlokopbreking bekeken. Zij gaan ervan uit dat vlokken op twee manieren kunnen opbreken:

- Splitsing in een relatief klein aantal fragmenten, die elk even groot zijn
- Continue erosie, waardoor extreem fijne deeltjes geproduceerd worden.

Pandya en Spielman nemen bij het bepalen van de opbreeksnelheid aan dat er een willekeurige periodieke splitsing plaatsvindt, er een quasi continue erosie aan het buitenoppervlak van de vlok plaatsvindt en de dichtheid van de vlok constant is.

Pandya en Spielman hebben een vergelijking afgeleid voor de opbreeksnelheid van vlokken met een volume  $V$  op het tijdstip  $t$  in een systeem waarin geen aggregatie plaatsvindt (vergelijking 3.7.).

$$\begin{aligned} \frac{\partial n}{\partial t} = & \int_V^\infty \{F * f_s * p_s(V, V_m) * n_m\} dV_m - f_s * n \\ & + e * G * \int_V^\infty \{p_e(V) * n_m\} dV_m + \frac{\partial}{\partial V} \left\{ - \frac{dV}{dt} * n \right\} \end{aligned} \quad (3.7.)$$

Hierin is  $n$ , de deeltjesconcentratiewaarschijnlijkheidsdichtheid, zodanig gedefinieerd dat  $ndV$  de concentratie aan vlokken is op het interval  $(V, V+dV)$  per volumeëenheid op het tijdstip  $t$ . De eerste term geeft de snelheid aan waarmee fragmenten met volume  $V$  ontstaan door splitsing van de "moedervlokken" met volume  $V_m$ . De snelheid waarmee "moedervlokken" met volume  $V$  verdwijnen door splitsing wordt door de tweede term weergegeven. De derde en vierde term van de vergelijking geven de snelheden aan, waarmee respectievelijk fijne deeltjes ontstaan met volume  $V$  en "moedervlokken" met volume  $V$  verdwijnen door erosie.

Vergelijking 3.7. kan geïntegreerd worden over vlokken met een volume  $V=0$  tot een volume  $V=\infty$ . Indien dit uitgewerkt wordt, levert dit vergelijking 3.8. op.

$$\frac{dN}{dt} = F * f_s * N - f_s * N + e * G * N \quad (3.8.)$$

In deze vergelijking is de vierde term uit vergelijking 3.7. weggefallen, doordat het totale aantal "moedervlokken" tijdens het eroderen niet verandert.

Vergelijking 3.2., 3.4. en 3.8. mogen niet aan elkaar gelijk gesteld worden, omdat de kondities waaronder elke vergelijking is afgeleid verschillend zijn.

Kwalitatief kunnen we vergelijking 3.4. en 3.8. wel met elkaar vergelijken. Bij een grotere vloeistofbeweging (groter  $G$ ) zal de vlokvorming toenemen door orthokinetische flocculatie, maar tevens zullen er sneller vlokken worden afgebrouwen. Hierdoor zal er in een geroerd vat een gemiddelde snelheidsgradiënt  $G$  zijn, waarbij de vlokdiаметer maximaal is.

### 3.3. Valsnelheid van geflocculeerde klei.

#### 3.3.1. Experimentele uitvoering en resultaten

De hoeveelheid flocculant toegevoegd aan een kleisuspensie beïnvloedt de valsnelheid van de vlokken. Er is daarom in het verleden reeds onderzoek gedaan om de optimale hoeveelheid flocculant per kg klei te bepalen. Van de Mast<sup>(3)</sup> heeft met behulp van de jar-test de optimale dosis voor verschillende flocculanten en kleisoorten bepaald in een zuur milieu. Hij vond voor verschillende kleisuspensies met 2 m% klei een optimale dosis van 25 mg flocculant A100 per kg klei. Nonhebel<sup>(10)</sup> heeft later de optimale flocculantdosis bepaald voor een suspensie in neutraal milieu bestaande uit 5 m% Winsumklei, die continu aan twee geroerde vaatjes in serie werd toegevoegd. Als criterium hanteerde hij de frontdaalsnelheid, die overeenkomt met de gemiddelde valsnelheid. De optimale dosis, dat wil zegen de dosis waarbij de frontdaalsnelheid maximaal is, was 250 mg A100 per kg klei. Tijdens de extractie-experimenten, die hierna in de kolom werden uitgevoerd, werd de flocculantdosis in een aantal stappen verhoogd van 250 naar ongeveer 450 mg/kg klei. Deze toename van de flocculantdosis is op visuele waarnemingen van de vlokform en grootte tijdens de experimenten gebaseerd.

Tijdens de al door mij uitgevoerde verblijftijdspreidings-experimenten in de kolom is er van een flocculantdosis van 480 mg A100 per kg klei uitgegaan.

Daarentegen is er tijdens een aantal batch-experimenten, die uitgevoerd werden om de valsnelheid van Rijnklei te bepalen, van een dosis van 242 mg flocculant per kg klei uitgegaan.

Er zijn een aantal batch-experimenten uitgevoerd om de valsnelheid van Rijnklei te bepalen. De valsnelheid werd van suspensies Rijnklei met een droge-stofgehalte van 1,2 en 4,7 m% bepaald. De 1,2 m% suspensie kwam overeen met het droge-stofgehalte in de kolom tijdens de uitgevoerde VTS-experimenten. De 4,7 m% suspensie kwam overeen met het droge-stofgehalte in de flocculatie-eenheden en ongeveer met het droge-stofgehalte dat gewenst is om de capaciteit van de kolom efficiënter te benutten.

De suspensie van 250 ml werd achtereenvolgens 2 min geroerd (750 r.p.m.), 2 min getrild in een ultrasoonbad en weer 2 min geroerd (750 r.p.m.). Hierna vond de flocculatie plaats door een A100 flocculantoplossing (0,143 g/l) langzaam aan de vortex toe te voegen. De suspensie werd na de flocculatie nog een aantal minuten geroerd met 750 r.p.m. en een aantal minuten met 300 r.p.m.. De suspensie werd in een maatcilinder van 250 ml overgegoten. Na een paar keer rustig kantelen van de afgesloten cilinder werd de frontdaalsnelheid (= valsnelheid) in het lineaire gedeelte bepaald. Het lineairgedeelte van de valsnelheid is dat gedeelte waarin, door hindered settling en een konstante droge-stofgehalte, de valsnelheid konstant is. De valsnelheid werd bepaald door de tijdsduur te meten die het front erover deed om een bepaalde hoogte af te leggen. Van één en dezelfde suspensie werd meestal drie keer de valsnelheid bepaald.

Achtereenvolgens zijn er een aantal experimenten onder verschillende omstandigheden uitgevoerd om de valsnelheid van Rijnklei te bepalen. De resultaten van deze experimenten zijn in tabel 3.1. weergegeven. De valsnelheid is bij elk experiment een aantal keren bepaald ( $N_v$  keer) en gemiddeld.

De suspensies voor de eerste 2 experimenten zijn direkt na het suspenderen van de klei gebruikt om de valsnelheid te bepalen. Bij de andere experimenten (3. t/m 6.) heeft de suspensie na het suspenderen eerst 24 uur staan weken voordat de valsnelheid werd bepaald.

Tabel 3.1. Valsnelheden van geflocculeerde Rijnklei, die door middel van batch-experimenten bepaald zijn.

Exp.	flocc.dosis (mg/kg Rn)	d.s. (m%)	$t_r^{750}$ (min)	$t_r^{300}$ (min)	$N_v$	$v$ (cm/s)	$\sigma_v$ (cm/s)
1.	242	4,8	2	2	12	0,27	0,183
2.	242	1,2	2	2	9	0,47	0,071
3.	242	4,8	2	2	15	0,25	0,117
4.	242	4,8	4	4	12	0,23	0,014
5.	242	1,2	4	4	15	0,49	0,021
6.	144	1,2	4	4	8	0,35	0,066

Tijdens de laatste twee VTS-experimenten 880317 en 880428 is de valsnelheid van de geflocculeerde klei bepaald. Er werd geflocculeerde klei van de kolominvoer afgetapt in een maatcilinder van 250 ml, die vervolgens verdund werd tot ongeveer 1 m%. De cilinder werd afgesloten en een paar keer rustig gekanteld. Direkt hierna werd de frontdaalsnelheid (= valsnelheid) van de klei in het lineaire gedeelte bepaald, door de tijdsduur te meten die het front nodig had om een bepaalde hoogte af te leggen. De valsnelheid werd van één monster steeds drie keer gemeten.

De valsnelheden die gemeten zijn tijdens de verblijftijd-spreidingsexperimenten, zijn weergegeven in tabel 3.2. De valsnelheden zijn ook hier gemiddelden met een variantie  $\sigma_v$ . Doordat het droge-stofgehalte van de kleisuspensies en de pompafstellingen in iedere situatie een klein beetje anders waren, was de flocculatiedosis (mg A100/kg klei) bij elke bepaling van de valsnelheid niet hetzelfde. Uit tabel 3.2. blijkt dat de effecten hiervan op de valsnelheid te verwaarlozen zijn, waardoor voor de experimenten in deze tabel uitgegaan kan worden van 480 mg A100/kg klei.

Tabel 3.2. Valsnelheden van gefloculeerde Rijnklei met een droge-stof gehalte van 1 m%, die afkomstig zijn van de verblijftijdspreidingsexperimenten 880317 en 880428.

Exp.	tijdstip	soort klei	flocc. dosis (mg/kg)	$N_v$	v (cm/s)	$\sigma_v$ (cm/s)
880317	15.37	RnCr	484	3	0,32	0,005
880317	17.15	RnCu	481	6	0,29	0,033
880428	12.00	RnCu	489	6	0,40	0,017
880428	12.20	RnCr	473	6	0,31	0,024
880428	15.14	RnCu	489	3	0,30	0,003



### 3.3.2. Discussie.

Tijdens de kolomexperimenten is er van een flocculantdosis van 480 mg A100 per kg klei uitgegaan. Deze waarde is niet bijgesteld, ondanks dat er aanwijzingen waren om dit wel te doen. De flocculantdosis is konstant gehouden om de experimenten onderling goed te kunnen vergelijken.

Tijdens de batch-experimenten is er van een lagere flocculantdosis (242 mg/kg) uitgegaan. Dit is gedaan, omdat de verblijftijd van de klei in de kolom bij de gebruikte flocculantdosis laag was. Deze lage verblijftijd werd onder andere veroorzaakt door de valsnelheid van de klei (zie §6.4.). De gedachte was de valsnelheid te verlagen door de flocculantdosis te verminderen.

Tijdens de batch-experimenten is er veel aandacht besteed aan de reproduceerbaarheid. Er was goede overeenstemming tussen de valsnelheden gemeten aan één en dezelfde suspensie.

Echter, wanneer de valsnelheden werden bepaald van verschillende suspensies, dan was in eerste instantie (experimenten 1. t/m 3.) de reproduceerbaarheid zeer gering. Dit blijkt uit de hoge waarden van de variantie  $\sigma_v$  bij deze experimenten.

Opvallend is dat de uiteindelijk verkregen valsnelheden voor vergelijkbare experimenten wel hetzelfde zijn. De valsnelheden van de experimenten 1., 3. en 4. komen goed met elkaar overeen, evenals die van de experimenten 2. en 5.

Om de reproduceerbaarheid te verbeteren, hebben de suspensies na de eerste 2 experimenten eerst 24 uur staan weken in plaats van ze direkt te flocculeren. De gedachte was, dat als na het suspenderen van de klei het batch-experiment direkt uitgevoerd werd, niet alle klei volledig gesuspenderd was in het water. De niet volledig gesuspenderde klei zal een grotere deeltjesdiameter hebben en anders flocculeren. Deze verandering van werkwijze gaf niet voldoende verbeteringen te zien in de reproduceerbaarheid (experiment 3.).

Hierna is de roertijd na flocculatie verhoogd van 2 naar 4 minuten. Bij een langere roertijd is er meer gelgenheid voor orthokinetische flocculatie. De variantie  $\sigma_v$  is in de experimenten met een roertijd van 4 minuten (experimenten 4. t/m 6.) lager dan in de experimenten met een roertijd van 2 minuten (experimenten 1. t/m 3.). Deze verandering gaf wel de nodige verbeteringen te zien in de reproduceerbaarheid (experimenten 4. t/m 6.).

De valsnelheid op reproduceerbare wijze bepalen, is lastig. Een groot aantal factoren bepalen de flocculatie en daarmee de valsnelheid. Bij de batch-experimenten is gebleken dat de roertijd van invloed is op de reproduceerbaarheid. Indien deze te kort is, zal de flocculatie nog niet voltooid zijn en daardoor onbetrouwbare valsnelheden geven. Hierbij is het opvallend dat de roertijd geen invloed lijkt te hebben op de valsnelheid. Bij zowel de batch- als kolomexperimenten is gebruik gemaakt van een vat dat snel geroerd en daarna één die rustig wordt geroerd. De wijze en de snelheid van het mengen is van invloed op de flocculatie. In eerste instantie roeren met hoge snelheid zorgt ervoor dat flocculant en klei goed gemengd worden en dat de vlokken klein zijn doordat ze continu opbreken. Door daarna langzaam te roeren kunnen overal in de suspensie gelijkmatig gevormde vlokken groeien. Deze vlokken zorgen voor een grotere reproduceerbaarheid van de valsnelheid dan vlokken die wisselend van vorm zijn, doordat de roerwijze zodanig is dat er een grote variatie aan vlokken ontstaat.

Uit de literatuur blijkt dat bij het bepalen van valsnelheden op reproduceerbare wijze vaak problemen ontstaan. Vincent<sup>(7)</sup> laat zien dat de gebruikte mengmethode van invloed is op het reproduceerbaar bepalen van de valsnelheid.

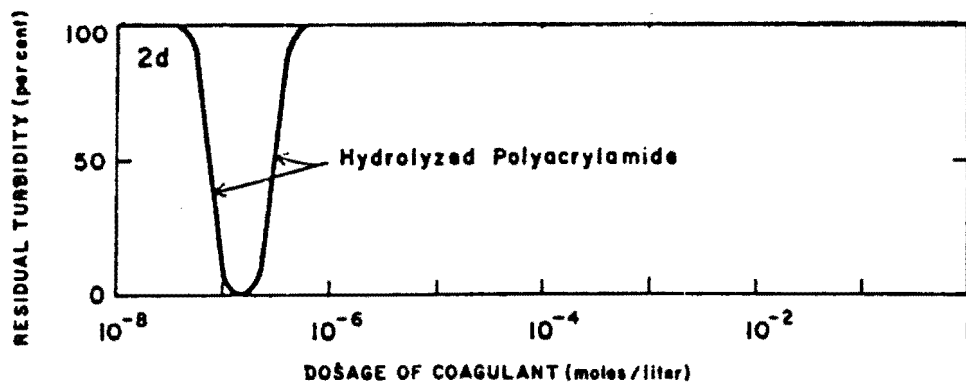
Verder maakt hij melding van een methode waarbij een reproduceerbare valsnelheid te bepalen valt. Aan de helft van de geroerde suspensie wordt alle flocculant toegevoegd. De deeltjes verwijderen in deze stap de flocculant uit de bulk (reactie 4 van een gedestabiliseerd deeltje in figuur 3.1.). Hierna wordt de andere helft van de suspensie toegevoegd. De aanwezige vlokken vangen de nieuwe "onbeschermde" deeltjes. Het is aan te bevelen om te bekijken of met deze methode die Vincent beschrijft op reproduceerbare wijze de valsnelheid van kleideeltjes te bepalen valt. Des te meer, omdat deze wijze van mengen veel lijkt op die in de flocculatie-eenheden van de kolom. In de flocculatie-eenheden wordt op continu wijze ongeflocculeerde klei toegevoegd aan een geflocculeerde suspensie.

De invloed van de flocculantdosis op de valsnelheid blijkt uit de resultaten bij verschillende flocculantdoses, maar bij een konstante droge-stofgehalte (1 - 1,2 m%). Indien de flocculantdosis wordt verhoogd van 144 naar 242 mg/kg klei, dan neemt de valsnelheid toe van 0,35 naar 0,49 cm/s (experimenten 6. en 5. in tabel 3.1.). Voor een nog hogere flocculantdosis kunnen de resultaten van de VTS-experimenten (tabel 3.2.) erbij worden betrokken. Hierbij moet rekening gehouden worden met het feit dat de wijze waarop de klei geflocculeerd wordt bij de experimenten in tabel 3.1. anders is dan die in tabel 3.2. De valsnelheid neemt af van 0,49 naar 0,30 cm/s, wanneer de flocculantdosis wordt verhoogd van 242 naar 480 mg/kg klei.

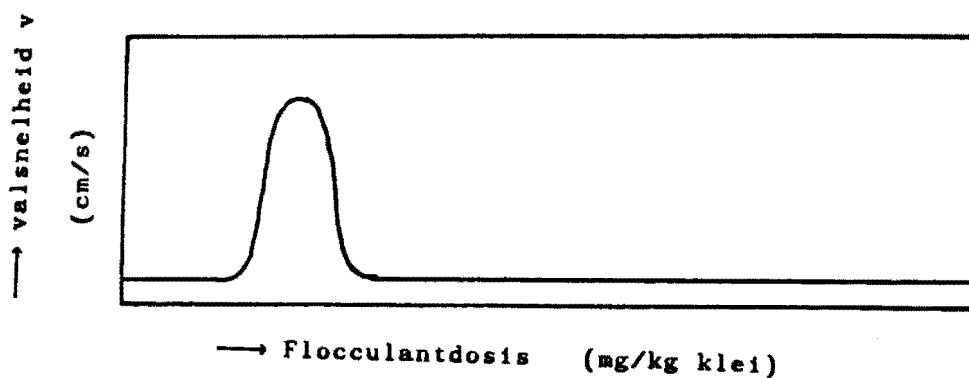
Samenvattend kan gezegd worden dat in eerste instantie de valsnelheid stijgt bij een toenemende flocculantdosis. Bij een bepaalde dosis zal de valsnelheid maximaal zijn. Bij nog grotere doses zal de valsnelheid afnemen.

De literatuur geeft aanwijzingen dat dit verband klopt.

Black, Birkner en Morgan <sup>(8)</sup> geven het verband tussen de flocculantdosis en de troebelheid voor polymeren bij de jar-test (figuur 3.2.). De troebelheid is een ruwe maat voor de valsnelheid. Op grond hiervan en figuur 3.2. kan er een verband gelegd worden tussen de flocculantdosis en de valsnelheid (figuur 3.3.).



Figuur 3.2. De flocculantdosis van een anionogene poly-elektrolyt als functie van de troebelheid, bepaald met de jar-test, voor een negatief geladen dispersie.



Figuur 3.3. De flocculantdosis A100 als functie van de valsnelheid bij een konstant droge-stofgehalte.

Figuur 3.3. komt overeen met het verband dat gevonden is tussen de valsnelheid en de flocculantdosis uit de tabellen 3.1. en 3.2. Nonhebel<sup>(10)</sup> heeft een relatie afgeleid tussen de valsnelheid van geflocculeerde Winsumklei en de flocculantdosis in de flocculatievaatjes van de tegenstroomkolom. In eerste instantie vond Nonhebel dat de valsnelheid toenam indien de flocculantdosis toenam. Bij verdere verhoging van de flocculantdosis nam echter de valsnelheid af. De resultaten van Nonhebel komen overeen met figuur 3.3. en de resultaten uit de tabellen 3.3. en 3.2. Figuur 3.3. kan verklaard worden met het "brugvormingsmodel" (§3.2.1.). Indien de flocculantdosis wordt verhoogd, zal de diameter van de vlokken toenemen en daardoor de valsnelheid. De vorming van vlokken verloopt volgens reactie 1. en 2. uit figuur 3.1. Bij verdere verhoging van de flocculantdosis zal de valsnelheid afnemen. Dit komt waarschijnlijk doordat de vlokken een ijlere structuur krijgen (reactie 4. in figuur 3.1.). Hierdoor zal de hindered settling groter zijn. Bij het toenemen van hindered settling zal ook de opstroomsnelheid van het fluïdum toenemen, waardoor de valsnelheid van de vlokken afneemt.

De wijze van flocculeren tijdens de batch-experimenten is zo gekozen, dat deze zoveel mogelijk overeenkomt met die van de flocculatie-eenheden in de kolom. Echter, bij het vergelijken van de valsnelheden van de batch- en kolomexperimenten moet wel in de gaten worden gehouden, dat de wijze van flocculeren niet exact hetzelfde is. De geschiedenis van de klei die de kolom ingaat is anders dan van de klei die uiteindelijk in de batch-experimenten wordt verkregen. De flocculatie voorafgaand aan de kolom vindt continu plaats, waarna de klei ongeveer 1 uur in een bezinker verblijft, voordat via een slangepomp de klei de kolom wordt ingevoerd. Naast dit probleem is er de moeilijkheid van de mate van representatie van de valsnelheidsbepaling in de maatcilinder.

Geflocculeerde klei zal in een maatcilinder anders vallen dan in de extractiekolom, dus is de valsnelheid niet hetzelfde. Wand- en plaafeffekten zullen ervoor zorgen dat de valsnelheid in de kolom niet eenduidig is vast te stellen. Wanneer valsnelheden met elkaar vergeleken moeten worden, moet de bepaling altijd met een maatcilinder van dezelfde vorm gedaan worden. In het stromingspatroon van de klei (zie §5.4.) zal de valsnelheid in de kolom praktisch moeten worden vervangen door de valsnelheid bepaald in een standaardmaatcilinder.

Uit de resultaten van de batch-experimenten 4. en 5. kan een verband worden gehaald tussen het droge-stofgehalte en de valsnelheid bij een bepaalde flocculantdosis. In alle experimenten trad hindered settling op, dat wil zeggen merkbare opwaartse vloeistofstroming als gevolg van tijdens het vallen van de klei verplaatste hoeveelheid vloeistof. De valsnelheid zal hierdoor lager zijn dan die van een enkele bezinkende vlok. Ottengraf<sup>(11)</sup> geeft een verband tussen gehinderde valsnelheid  $v$  en ongehinderde valsnelheid  $v_{\max}$  van bolvormige deeltjes (vergelijking 3.9.).

$$\frac{v}{v_{\max}} = \frac{\epsilon^2}{10^{1.82(1-\epsilon)}} \quad (3.9.)$$

Hierin is  $\epsilon$  de volumefractie vloeistof, waarbij de aanhangende vlokvloeistof niet wordt meegerekend. De volumefractie vlok  $(1-\epsilon)$  kan berekend worden uit de verhouding tussen het vlokvolume en het totale volume (vergelijking 3.10.). In deze vergelijking kan  $\rho_v$ , de dichtheid van de vlok, berekend worden met vergelijking 3.11. Na enig omrekenen van de vergelijkingen 3.10. en 3.11. wordt het verband tussen de volumefractie  $\epsilon$  en het droge-stofgehalte in vergelijking 3.12. verkregen.

$$1 - \epsilon = \frac{\frac{100d.s.}{d.s.v * \rho_v}}{\frac{100d.s.}{d.s.v * \rho_v} + \frac{100(1 - d.s./d.s.v)}{\rho_l}} \quad (3.10.)$$

$$\rho_l = \frac{1}{\frac{d.s.v}{100\rho_k} + \frac{1}{\rho_l} - \frac{d.s.v}{100\rho_l}} \quad (3.11.)$$

$$\epsilon = \frac{\frac{1}{d.s.} - \frac{1}{d.s.v}}{\frac{\rho_l}{100\rho_k} - \frac{1}{100} + \frac{1}{d.s.}} \quad (3.12.)$$

Het droge-stofgehalte van een vlok wordt geschat op 30 m%. Dit is gebaseerd op het maximale droge-stofgehalte dat vanuit de bezinkers de kolom werd ingevoerd (zie experiment 880121 in §6.2.). De dichtheid van een vlok wordt konstant verondersteld. De dichtheid van het fluïdum (water) is 1000 kg/m<sup>3</sup>. Indien de resultaten van de batchexperimenten 4. en 5. in de vergelijkingen 3.12. en 3.9. worden ingevuld, volgt er voor  $v_{\max}$  respektievelijk 0,54 en 0,60 cm/s. Deze waarden komen redelijk overeen. De vergelijkingen 3.9. en 3.12. geven een verband tussen het droge-stofgehalte en de valsnelheid indien de flocculantdosis konstant is.

De flocculatiekondities zijn bij experiment 6. (tabel 3.1.) en de VTS-experimenten (tabel 3.2.) anders dan bij de experimenten 4. en 5. uit tabel 3.1. De ongehinderde valsnelheid van experiment 6. en de VTS-experimenten (respektievelijk 0,43 en 0,36 cm/s) verschillen van die van de experimenten 4. en 5. Het lijkt erop dat  $v_{\max}$  geschikt is als parameter voor de karakterisering van de flocculatie.

Verschillende flocculatiekondities kunnen worden weergegeven door  $v_{\max}$ , waarbij het droge-stofgehalte geen invloed meer heeft op  $v_{\max}$ .

Uit de valsnelheid van een ongehinderd deeltje  $v_{\max}$  (gemiddeld = 0,57 cm/s) en vergelijking 3.1. kan de diameter van de vlok berekend worden. De diameter van een vlok, die ontstaan is met flocculantdosis 242 mg/ kg klei, is 0,2 mm. Visuele waarnemingen van de diameter van een vlok komen uit op ongeveer 1 mm. Dit verschil kan veroorzaakt worden door de ijle structuur van de vlok. Vergelijking 3.1. gaat namelijk uit van massieve bolvormige deeltjes.

Tenslotte kan deze methode om de valsnelheid van een ongehinderd deeltje en daaruit de diameter te berekenen ook op experiment 6 (tabel 3.1.) en op de VTS-experimenten (tabel 3.2.) worden toegepast. Voor deze experimenten wordt ook een vlokdiаметer van 0,2 mm gevonden. Het is onwaarschijnlijk dat de vlokdiаметer gelijk blijft als de flocculantdosis verandert van 144 naar 480 mg/kg klei. De oorzaak dat de vlokdiаметer toch hetzelfde is, kan aan een aantal onnauwkeurigheden in de parameters (bijvoorbeeld bepaling d.s. $v$ ) liggen.



#### 4. Uitvoering van de verblijftijdspreidingsexperimenten.

##### 4.1. Inleiding.

In de tegenstroomkolom zijn een aantal extractie-experimenten uitgevoerd met (kunstmatig) verontreinigde grond door Nonhebel<sup>(10)</sup> en Van Dijck<sup>(13)</sup>. Om hun extractieresultaten goed te kunnen interpreteren is het noodzakelijk de verblijftijd(spreiding) van de klei en het extractiemiddel te weten. Nonhebel is begonnen met het bepalen van de verblijftijdspreiding van klei in de tegenstroomkolom. Dit heeft hij gedaan door een stapfunctie uit te voeren van kalkrijke klei (Rijnklei) naar kalkloze klei (Winsumklei). Van de resultaten van Nonhebel ben ik uitgegaan bij het uitvoeren van een aantal verblijftijdspreidingsexperimenten. De eerste twee VTS-experimenten zijn uitgevoerd op basis van het kalkgehalte en in samenwerking met Van Poppel<sup>(12)</sup>. In het verslag van Van Poppel staat ook de uitvoering van deze VTS-experimenten beschreven.

In de tegenstroomkolom zijn in totaal vijf VTS-experimenten uitgevoerd. Deze experimenten zijn genummerd naar de datum waarop deze plaatsvonden. In elk experiment werd de verblijftijdspreiding bepaald door middel van een stapfunctie van een tracer. In de eerste twee VTS-experimenten (experiment 871014 en 871021) is het natuurlijke kalkgehalte in de klei de tracer. De experimenten 880121, 880317 en 880428 zijn uitgevoerd met een geadsorbeerd metaalion aan de klei als tracer. Hiervoor zijn  $\text{Cu}^{2+}$ - en  $\text{Cr}^{3+}$ -ionen gekozen vanwege hun goede adsorberende eigenschappen aan de klei. De vijf experimenten hebben bij verschillende slag- en draaifrequentie en met verschillende zeefplaten plaatsgevonden.

Naast de VTS-bepaling van klei werd ook de VTS bepaald van het extractiemiddel. De verblijftijdspreiding van het extractiemiddel werd bepaald door een stapfunctie uit te voeren met een NaCl-oplossing als tracer.

In dit hoofdstuk komt de uitvoering van de VTS-experimenten aan bod. De experimentele opzet zal in §4.2.1. worden weergegeven. Hierin worden de verschillen tussen en de doelen van de experimenten behandeld. Tevens zal gekeken worden naar procesparameters die voor alle experimenten hetzelfde waren. In de volgende paragraaf wordt ingegaan op de werkwijze voor, tijdens en na een VTS-experiment. In §4.3. worden onder andere analyses en ijkingen behandeld. In deze paragraaf zal bekeken worden of de desorptie van  $\text{Cu}^{2+}$  en  $\text{Cr}^{3+}$  aan de klei voldoende gering is om deze als tracer te gebruiken. Verder komen methoden aan bod, waarmee een aantal procesparameters bepaald kunnen worden. Hierbij valt te denken aan de deeltjesgrootteverdeling en de berekening van de verblijftijd in de conus van de kolom.

#### 4.2. Experimentele opzet.

##### 4.2.1. Beschrijving van de VTS-experimenten.

De onderstaande vijf VTS-experimenten zijn uitgevoerd. Onder de naam van elk experiment volgt een opsomming, die de verschillen weergeeft tussen de vijf experimenten.

Experiment 871014. Uittesten van gekozen opstelling voor VTS meting

- doel: -Uittesten van gekozen opstelling voor VTS-meting.  
-Nagaan of kalk een goede tracer voor de verblijftijdspreiding van de klei is door een stapfunctie en kalkloze naar een kalkrijke klei te maken. Dit is een stapfunctie die de tegenovergestelde richting maakt aan die van Nonhebel<sup>(10)</sup>; (Nonhebel van kalkrijk naar kalkarm).  
-Verblijftijdspreiding van de klei in de kolom bepalen, indien kalk een goede tracer is.

- Bepalen van de verblijftijdspreiding van het extractiemiddel door een stapfunctie van water naar een zoutoplossing.

klei: Winsum en Rijn.

1<sup>ste</sup> stapfunctie:

- klei: Winsum naar Rijn.

- extractiemiddel: water naar NaCl-oplossing.

zeefplaten: -type: I (zie bijlage 1.)

- draaifrequentie:  $2,90 \text{ min}^{-1}$

- slagfrequentie:  $1,80 \text{ min}^{-1}$

Experiment 871021.

doel: -Nagaan of kalk een goede tracer voor de VTS van de klei is, door zowel een stapfunctie van kalkloze naar kalkrijke klei te maken als vice versa.

- Bepalen of een NaCl-oplossing een goede tracer voor de VTS van het extractiemiddel is, door zowel een stapfunctie van water naar een NaCl-oplossing te maken als vice versa.

- VTS van de klei en het extractiemiddel in de kolom bepalen, indien respectievelijk kalk en de NaCl-oplossing goede tracers zijn.

klei: Winsum en Rijn.

1<sup>ste</sup> stapfunctie:

- klei: Winsum naar Rijn.

- extractiemiddel: water naar NaCl-oplossing.

2<sup>de</sup> stapfunctie:

- klei: Rijn naar Winsum.

- extractiemiddel: NaCl-oplossing naar water.

zeefplaten: -type: I (bijlage 1.)

- draaifrequentie:  $2,90 \text{ min}^{-1}$

- slagfrequentie:  $1,80 \text{ min}^{-1}$

---

Experiment 880121.

- doel: -Nagaan of het  $\text{Cu}^{2+}$ -ion een goede tracer voor de VTS van de klei is, door zowel een stapfunctie van Rijnklei (Rn) naar Rijnklei verontreinigd met  $\text{Cu}^{2+}$  en (RnCu) te maken als vice versa.
- Invloed bepalen van een hoge draaifrequentie op de VTS van de klei, indien het  $\text{Cu}^{2+}$ -ion een goede tracer is.
  - Invloed bepalen van een hoge draaifrequentie op de VTS van het extractiemiddel.
  - Bepalen of zeefplaten van het type II de VTS van de klei en het extractiemiddel beïnvloeden.

klei: Rn en RnCu.

1<sup>ste</sup> stapfunctie:

- klei: Rn naar RnCu.
- extractiemiddel: water naar NaCl-oplossing.

2<sup>de</sup> stapfunctie:

- klei: RnCu naar Rn.

zeefplaten: -type: II (zie bijlage 1.)

- draaifrequentie:  $6,82 \text{ min}^{-1}$
- slagfrequentie:  $0 \text{ min}^{-1}$

Experiment 880317.

- doel: -Nagaan of het  $\text{Cr}^{3+}$ -ion een goede tracer voor de VTS van de klei is, door deze te vergelijken met de tracer  $\text{Cu}^{2+}$ .
- Invloed bepalen van een lage draaifrequentie op de VTS van de klei en het extractiemiddel in de kolom.

klei: RnCu en RnCr.

1<sup>ste</sup> stapfunctie:

- klei: RnCu naar RnCr.
- extractiemiddel: water naar NaCl-oplossing.

2<sup>de</sup> stapfunctie:

- klei: RnCr naar RnCu.

zeefplaten: -type: II (zie bijlage 1.)  
-draaifrequentie:  $1,43 \text{ min}^{-1}$   
-slagfrequentie:  $0 \text{ min}^{-1}$

Experiment 880428.

doel: -Invloed bepalen van een hoge slagfrequentie op de VTS van de klei en het extractiemiddel in de kolom.

klei: RnCu en RnCr.

1<sup>ste</sup> stapfunctie:

-klei: RnCu naar RnCr.

-extractiemiddel: water naar NaCl-oplossing.

2<sup>de</sup> stapfunctie:

-klei: RnCr naar RnCu.

zeefplaten: -type: II (zie bijlage 1.)  
-draaifrequentie:  $0 \text{ min}^{-1}$   
-slagfrequentie:  $8,93 \text{ min}^{-1}$

Tijdens de VTS-experimenten zijn twee verschillende typen zeefplaten gebruikt. Het aantal en de afstand tussen de zeefplaten is wel in alle experimenten hetzelfde gebleven. In de eerste twee experimenten (871014 en 871021) is gebruik gemaakt van zeefplaten type I, terwijl in de andere experimenten van type II gebruik is gemaakt. Een zeefplaat van type I heeft een diameter van 90 mm, terwijl de 24 gaten elk een diameter van 5 mm hebben. Een zeefplaat van type II heeft daarentegen een grotere plaatdiameter (98,5 mm) en meer gaten (36) die elk een grotere diameter (7 mm) hebben. De dikte van de zeefplaten is bij beide typen 3 mm. Deze twee zeefplaten zijn weergegeven in bijlage 1.

Bij de uitvoering van de VTS-experimenten zijn er ook veel overeenkomsten. De procesomstandigheden van de vijf experimenten zijn zo gekozen dat de debieten en de droge-stofgehalten zo veel mogelijk met elkaar overeenstemmen.

Hieronder volgt een opsomming van de proceskondities, waar vanuit is gegaan bij de vijf VTS-experimenten.

Het voorraadvat voor het VTS-experiment bevat klei met een droge-stofgehalte van 5 m%. In de experimenten 880121, 880317 en 880428 wordt klei gebruikt, die kunstmatig verontreinigd is met  $\text{Cu}^{2+}$ - of  $\text{Cr}^{3+}$ -ionen. De verontreinigingsconcentratie van de klei is zowel voor de  $\text{Cu}^{2+}$ - als de  $\text{Cr}^{3+}$ -ionen ongeveer 4000 ppm.  $\text{RnCu}$  wordt verkregen door een oplossing van  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  aan het voorraadvat, waarin geroerd wordt, toe te voegen en dit dan 24 uur laten adsorberen.  $\text{RnCr}$  wordt op dezelfde wijze gemaakt, maar dan door een oplossing van  $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  toe te voegen aan het voorraadvat.

Vanuit het voorraadvat gaat een debiet van 8,7 kg/h naar de flocculatie-eenheid. In de flocculatie-eenheid wordt 1,5 l/h flocculant in het eerste flocculatievatje gepompt. De flocculant heeft een concentratie van 0,143 g Al<sub>100</sub>/l.

De geflocculeerde klei wordt met 3,7 kg/h in de kolom ingevoerd en heeft een droge-stofgehalte van 15 m%. Het extractiemiddel kan uit water of een NaCl-oplossing bestaan. De NaCl-oplossing heeft een concentratie van 1 g/l. Het extractiemiddeldebiet dat onder in de kolom wordt ingevoerd, is 13,3 kg/h.

De stroom die via de overloop de kolom verlaat, heeft een debiet van 12 kg/h en bevat geen klei. Daarentegen bevat de stroom die de kolom via de aftap verlaat 11 m% klei. Het debiet van deze stroom is 5 kg/h.

Van de hierboven gegeven proceskondities wordt tijdens de VTS-experimenten uitgegaan. Een aantal van deze kondities, onder ander het droge-stofgehalte van de kolominvoer, is niet volledig in de hand te houden. In de loop van een experiment kunnen deze variëren. De gegeven waarden moeten in deze gevallen dan ook als gemiddelden worden gezien.

---

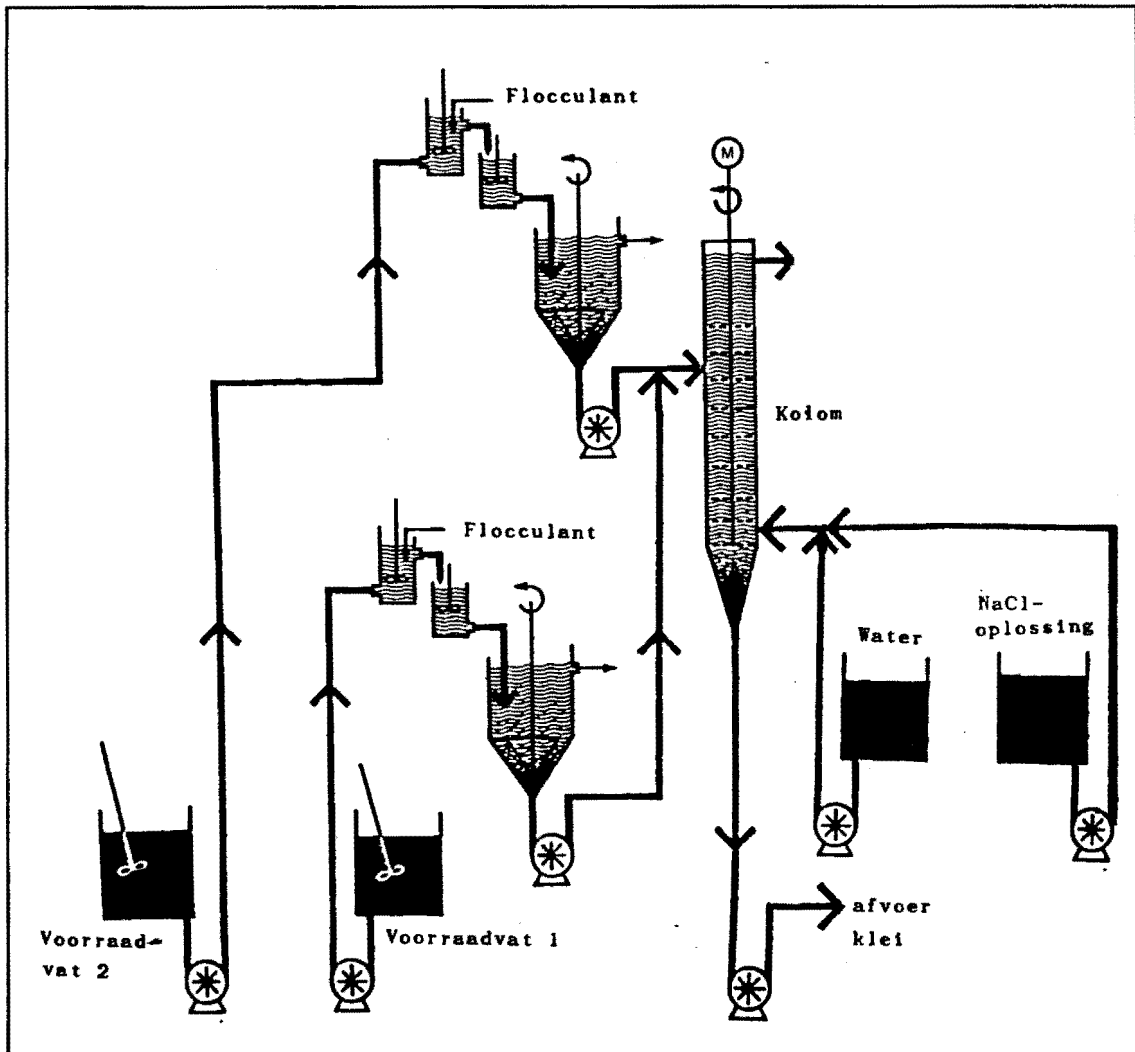
Verder dient erop gewezen te worden dat sommige proceskondities van elkaar afhankelijk zijn. Indien bijvoorbeeld het debiet van de aftap wordt vergroot, zal het debiet van de overloop kleiner worden.

#### 4.2.2. Werkwijze tijdens de VTS-experimenten.

In deze paragraaf zal het uitvoeren van een stapfunctie, het opstarten en het beëindigen van een VTS-experiment in de kolom worden behandeld. Voor werking en dimensionering van de verschillende onderdelen in de kolom wordt naar hoofdstuk 2. verwezen, terwijl de proceskondities in de vorige paragraaf (§4.2.1.) vermeld staan. In figuur 4.1. is de installatie schematisch weergegeven, zoals die gebruikt wordt tijdens een VTS-experiment.

Voor het opstarten op de dag van het VTS-experiment werd de onderstaande procedure gevolgd. De hele installatie (flocculatiewaatsjes, bezinkers en de kolom) werd met water gevuld. De kleisuspensie in het voorraadvat 1, die een droge-stofgehalte van 5 m% had en eventueel van tevoren verontreinigd was, werd geroerd. Nadat er een flocculantoplossing in de leidingen van het flocculantvoorraadvat naar het eerste flocculatiewaatsje aanwezig was, werd de pomp van het voorraadvat 1 naar de flocculatie-eenheid en die van het flocculantvoorraadvat naar het eerste flocculatiewaatsje tegelijk ingeschakeld.

In de twee flocculatiewaatsjes stonden de roeders aan. De kleisuspensie stroomde via de overloop van het eerste flocculatiewaatsje naar het tweede en van daaruit naar de bezinker. De kraan in de aftap van de bezinker stond dicht.



Figuur 4.1. Schema van de tegenstroomkolom tijdens een VTS-experiment.

De bezinker werd gedurende ongeveer een  $\frac{1}{2}$  uur gevuld met geflocculeerde klei, totdat het niveau van deze klei de rand van het conisch gedeelte had bereikt. Ondertussen werd het bewegingsmechanisme van de zeefplaten aangeschakeld en ervoor gezorgd dat er geen luchtbellens in de kolom aanwezig waren. De geflocculeerde klei werd op 91 cm onder de overloop en het water werd als extractiemiddel onderin de kolom ingevoerd.



Terwijl de kolomaftap dicht was, werd de kolom met klei gevuld totdat het kleiniveau in de conus ongeveer een hoogte van 20 cm had bereikt. Hierna werd de pomp van de kleiaftap zodanig ingeschakeld dat het kleiniveau in de conus konstant bleef. De kolom draaide gedurende minimaal 1 uur in deze situatie, waarna deze als stationair draaiend beschouwd mocht worden.

In de tijd dat de kolom draaide om de stationaire toestand te bereiken, werd klei vanuit voorraadvat 2 naar de andere flocculatie-eenheid gepompt. Het vullen van de bezinker uit deze flocculatie-eenheid gebeurde analoog aan dat van de andere flocculatie-eenheid. Van deze geflocculeerde klei en van de geflocculeerde klei uit voorraadvat 1 werd in een aantal experimenten de valsnelheid bepaald (zie §3.3.1.). Verder werden er debietmonsters genomen van de kleiïnvvoer, de overloop en de aftap van de kolom.

Op het moment dat aangenomen werd dat de kolom de stationaire toestand had bereikt, werd er een stap gemaakt. Vlak voor het moment van de stap werd gecontroleerd of alles was ingeschakeld en of er geen storingen waren opgetreden. De weerstandsmeter en de geleidbaarheidscellen voor de overlopen in de aftap stonden ingeschakeld en waren aangesloten op de diverse recorders. Op het moment van de stap werd het extractiemiddel water omgeschakeld naar een NaCl-oplossing en werd de klei, die op dat moment in de kolom werd ingevoerd, omgeschakeld naar de geflocculeerde klei die uit de andere flocculatie-eenheid kwam.

Direkt na de stap werden aan de aftap van de kolom om de 3 minuten monsters genomen, die later geanalyseerd werden op het kalk, het  $\text{Cu}^{2+}$ - of het  $\text{Cr}^{3+}$ -gehalte. Er werd geprobeerd het niveau van de conus konstant te houden. Het conusniveau werd tevens genoteerd. Verder werden er een groot aantal debietmonsters genomen van de overloop en de aftap en enkele van de kleiïnvvoer.

Tijdens het VTS-experiment 871021 werd er twee keer een stap in het extractiemiddel gemaakt. Verder werd er, behalve in VTS-experiment 871014, altijd twee keer een stap in de kleinvoer gemaakt.

Op het einde van het VTS-experiment werd de kolominhoud opgevangen. Deze inhoud werd in twee stukken opgevangen: de inhoud van de conus en de inhoud van de rest van de kolom. Aan de hand hiervan kon het droge-stofgehalte in de conus en in de kolom bepaald worden.

### 4.3. IJkingen en analyses.

#### 4.3.1. Tracer.

Tijdens de VTS-experimenten worden kalk,  $\text{Cu}^{2+}$  en  $\text{Cr}^{3+}$ -ionen als tracer gebruikt. In de experimenten 871012 en 871021 wordt kalk gebruikt, terwijl in de andere drie experimenten 881021, 880317 en 880428 een metaalion ( $\text{Cu}^{2+}$  of  $\text{Cr}^{3+}$ ) wordt gebruikt. Deze verandering van tracerkeuze hangt samen met de problemen die kalk veroorzaakt als tracer (zie §6.3.). In eerste instantie wordt de tracer kalk in het kort behandeld. Hierna zal uitvoeriger aandacht besteed worden aan het metaalion als tracer.

Kalk is als tracer te gebruiken door een kalkloze en een kalkrijke klei, respectievelijk Winsum- en Rijnklei, te nemen. Het kalkgehalte in Rijnklei is 8,3 m%, terwijl dit in Winsumklei 0,0 m% is<sup>(6)</sup>. Bij een VTS-experiment bevatten de monsters die uit de aftap genomen zijn zowel Winsum- als Rijnklei. Door het kalkgehalte van de monsters te bepalen, kan men de fraktie Rijnklei te weten komen. Nonhebel<sup>(10)</sup> heeft een methode, genaamd methode "Pietertje", ontwikkeld waarmee op eenvoudige wijze de fraktie Rijnklei bepaald kan worden. In bijlage 2. staat methode "Pietertje" beschreven zoals Van Poppel<sup>(12)</sup> de methode beschrijft.

Voordat  $\text{Cu}^{2+}$  of  $\text{Cr}^{3+}$  als tracer gebruikt kunnen worden, moet de mate van uitwisseling van deze ionen met de vloeistoffase en met "schone" klei bepaald worden. Er mag nauwelijks uitwisseling van de ionen plaatsvinden. Om de mate van uitwisseling te bepalen, zijn er desorptie/adsorptie-experimenten uitgevoerd. Verder is het tweefilmmodel (zie Tels<sup>(14)</sup>) gebruikt om de mate van uitwisseling te bepalen. Eerst wordt er op de desorptie/adsorptie-experimenten ingegaan en daarna zal het tweefilmmodel behandeld worden.

Er zijn een aantal desorptie/adsorptie-experimenten uitgevoerd, om in water en in 1,0 g/l NaCl-oplossing de mate van uitwisseling van het  $\text{Cu}^{2+}$ - en het  $\text{Cr}^{3+}$ -ion te bepalen. Een suspensie van 5 m% verontreinigde klei (metaalconcentratie bekend) in water of NaCl-oplossing werd 30 minuten lang in een schudmachine (Edmund Balu, type: SM10) intensief gemengd. Hierna werd in een centrifuge (Homef, type: LC30) de suspensie in 45 minuten gescheiden in een klei- en een vloeistofdeel. Na deze desorptiestap werd de metaalconcentratie in de vloeistoffase met A.A.S. bepaald. Hierna vond er een adsorptie-experiment plaats. Het in de desorptiestap verkregen vloeistofdeel werd in contact met schone klei gebracht. Deze suspensie werd ook 30 minuten in de schudmachine gemengd en vervolgens in 45 minuten in de centrifuge gescheiden. Ook van het vloeistofdeel verkregen uit de adsorptiestap werd de metaalconcentratie bepaald. De resultaten van deze experimenten staan in tabel 4.1. vermeld.

Het droge-stofgehalte in de desorptie/adsorptie experimenten is ongeveer 5 m%. Deze waarde is gebaseerd op de extractie-experimenten in de tegenstroomkolom uitgevoerd door Nonhebel<sup>(10)</sup>. De metaalconcentratie ( $\text{Cu}^{2+}$  en  $\text{Cr}^{3+}$ ) van de schone klei aan het begin van het adsorptie-experiment ( $C_{k,0}^0$ )

Tabel 4.1. Desorptie/adsorptie-experimenten met verschillende klei-vloeistofkombinaties.							
Experiment	desorptie				adsorptie		
	$\frac{m_l}{m_k}$ (-)	$C_{k,0}$ (ppm)	$C_{l,30}$ (ppm)	$C_{k,30}$ (ppm)	$\frac{m_l}{m_k^0}$ (-)	$C_{l,30}$ (ppm)	$C_{k,30}^0$ (ppm)
WiCu↔H <sub>2</sub> O	19,4	3982	4,78	3889	20,0	0,39	88,0
WiCu↔NaCl	19,3	3982	8,49	3817	19,7	0,76	152,2
RnCu↔H <sub>2</sub> O	18,9	5250	0,59	5239	19,8	0,07	10,3
RnCu↔NaCl	19,5	5250	0,98	5231	20,3	0,23	15,2
RnCr↔H <sub>2</sub> O	19,4	3736	0,04	3735	23,4	0,01	0,70
RnCr↔NaCl	19,6	3736	0,05	3735	21,5	0,01	0,86

blijkt bij de door mij gevolgde ontsluitingsmethode en gebruikte AAS-apparatuur beneden de detektiegrens te liggen. Tijdens deze experimenten wordt daarom uitgegaan van een beginwaarde van 0 ppm, omdat bij deze waarde te verwachten valt dat de adsorptie het grootst is. Het ½ uur dat de suspensies intensief gemengd worden, komt overeen met de verblijftijd in de tegenstroomkolom van de experimenten 871014 en 871021. De waarden  $C_{k,30}$  en  $C_{k,30}^0$  kunnen uit de grond-vloeistofverhouding en de metaalconcentratie in de vloeistof berekend worden (vergelijking 4.1. respectievelijk 4.2.). Hierin is  $C_{k,0}$  een gemeten waarde, die bepaald is na de ontsluiting van de klei.

$$C_{k,30} = C_{k,0} - C_{l,30}^{des} * \frac{m_l}{m_k} \quad (4.1.)$$

$$C_{k,30}^o = (C_{1,30}^{des} - C_{1,30}^{ads}) * \frac{m_l}{m_k} \quad (4.2.)$$

Op grond van de desorptie/adsorptie-experimenten uitgevoerd door Smeets<sup>(15)</sup> zijn de metaalionen  $Cu^{2+}$  en  $Cr^{3+}$  gekozen voor de hierboven beschreven experimenten. Aan de hand van de resultaten in tabel 4.1. zal nu nagegaan worden of deze ionen geschikt zijn voor het gebruik als tracer bij VTS-experimenten.

In eerste instantie is gekeken naar  $Cu^{2+}$  als tracer. Uit tabel 4.1. volgt dat de desorptie van  $Cu^{2+}$  in Winsumklei groter is dan die in Rijnklei; in een klei-watersuspensie na een ½ uur in Winsumklei 2,3 % tegen 0,2 % in Rijnklei. Op grond van dit resultaat is gekeken in welke mate  $Cr^{3+}$  desorbeert in Rijnklei. De desorptie van  $Cr^{3+}$  is ongeveer 10 keer kleiner dan van  $Cu^{2+}$  in Rijnklei (0,03 tegen 0,2 %). Verder blijkt uit de tabel dat zowel de desorptie van Rijn- als Winsumklei in een NaCl-oplossing groter is dan die in water. De concentratie aan metaalionen na desorptie is in de NaCl-oplossing ongeveer 1½ keer groter dan in water.

Welke invloed de resultaten in tabel 4.1. op de uitvoering van een VTS-experiment hebben, staat in tabel 4.2. vermeld. Indien in een VTS-experiment uitwisseling optreedt van metaalionen tussen de verschillende kleideeltjes, zal dit in de metaalbepalingen niet onderscheiden kunnen worden van concentratieveranderingen door menging. De uitwisseling moet dus zo gering mogelijk zijn.

In tabel 4.2. wordt de uitwisseling in twee situaties bekeken, namelijk de situatie na een ½ uur van een kleimengsel dat oorspronkelijk voor 50 m% uit verontreinigde- en voor 50 m% uit schone klei bestaat en een mengsel dat 90 m% verontreinigde- en 10 m% schone klei bevat.

Tabel 4.2. Foutenanalyse van de resultaten uit de desorptie/adsorptie-experimenten in tabel 4.1.						
Exp.	$X_{\text{schoon}} = 0,5$			$X_{\text{schoon}} = 0,1$		
	$\bar{C}_{k,30}^z$ (ppm)	$\bar{C}_{k,30}^m$ (ppm)	$Y_{\text{schoon}}$ (-)	$\bar{C}_{k,30}^z$ (ppm)	$\bar{C}_{k,30}^m$ (ppm)	$Y_{\text{schoon}}$ (-)
WiCu↔H <sub>2</sub> O	1991	1989	0,501	3584	3509	0,119
WiCu↔NaCl	1991	1985	0,502	3584	3451	0,133
RnCu↔H <sub>2</sub> O	2625	2625	0,500	4725	4716	0,102
RnCu↔NaCl	2625	2623	0,500	4725	4709	0,103
RnCr↔H <sub>2</sub> O	1868	1868	0,500	3362	3362	0,100
RnCr↔NaCl	1868	1868	0,500	3362	3362	0,100

Indien er geen uitwisseling is, zal  $(1 - X_{\text{schoon}}) * C_{k,o}$  ( $= \bar{C}_{k,30}^z$ ) de waarde zijn die na een ½ uur gevonden wordt voor de metaalconcentratie in de klei. Als er wel desorptie en adsorptie plaatsvindt, zal een kleimonster dat een gehalte van  $X_{\text{schoon}}$  aan schone klei bevat na een ½ uur een metaalconcentratie hebben, die wordt gegeven door vergelijking 4.3. Wanneer de metaalconcentratie bekend is in het geval dat er uitwisseling optreedt, kan een gewichtsfractie schone klei  $Y$  berekend worden waarin geen rekening is gehouden met deze uitwisseling (vergelijking 4.4.).

$$\bar{C}_{k,30}^m = (1 - X_{\text{schoon}}) * C_{k,30} + X_{\text{schoon}} * C_{k,30}^o \quad (4.3.)$$

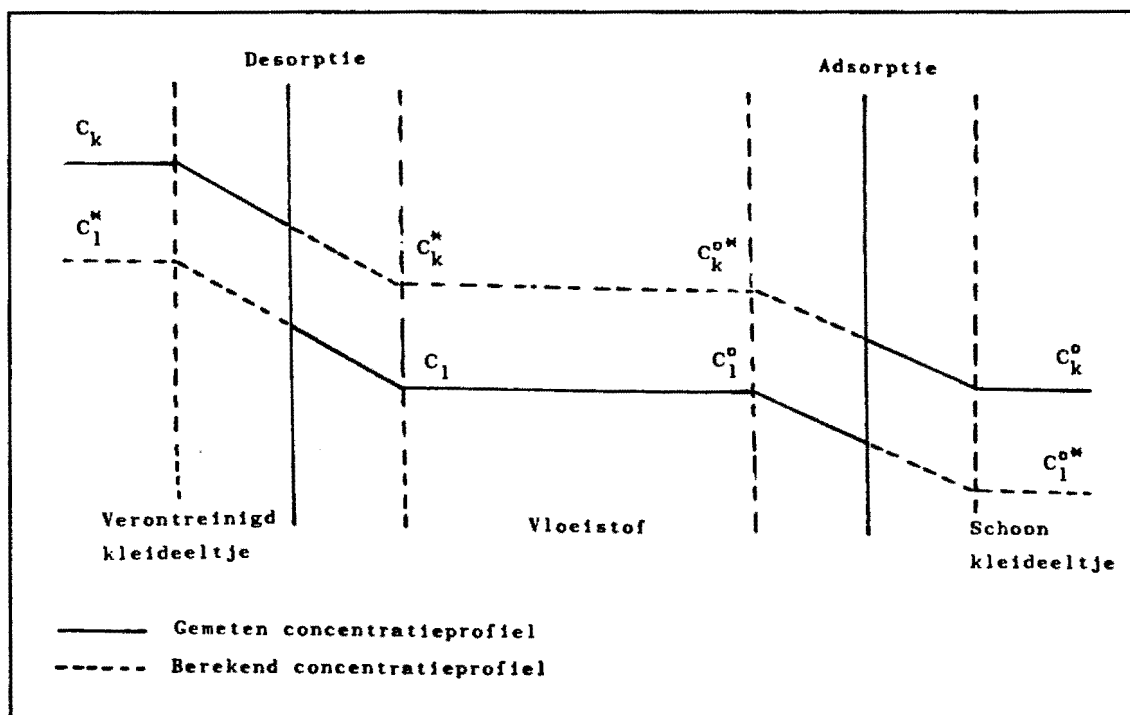
$$Y_{\text{schoon}} = 1 - \frac{\bar{C}_{k,30}^m}{C_{k,0}} \quad (4.4.)$$

Tijdens een VTS-experiment worden  $\bar{C}_{k,30}^m$  en  $Y_{\text{schoon}}$  bepaald. Om niet te grote fouten door de uitwisseling van metaalionen te krijgen, mogen  $X_{\text{schoon}}$  en  $Y_{\text{schoon}}$  niet te ver uit elkaar liggen.

Uit tabel 4.2. blijkt dat indien de verhouding tussen schone en verontreinigde klei verder van 1 verwijderd is, het verschil tussen  $X_{\text{schoon}}$  en  $Y_{\text{schoon}}$  groter is. Dit houdt in dat tijdens een VTS-experiment grotere fouten worden gemaakt met een monster dat een fraktie van 10 of 90 m% schone klei heeft dan een monster met 50 m% schone klei. Het absolute verschil tussen  $X_{\text{schoon}}$  en  $Y_{\text{schoon}}$  loopt uiteen van 0 m% bij RnCr en RnCu ( $X_{\text{schoon}} = 0,5$ ) tot enkele procenten bij WiCu ( $X_{\text{schoon}} = 0,1$ ).

Uit de fouten in tabel 4.2. kan de betrouwbaarheid van de tracer in een VTS-experiment bepaald worden. Hieruit volgt dat RnCu en RnCr betrouwbaar zijn als tracer, zowel in water als in een NaCl-oplossing. Terwijl WiCu met een  $X_{\text{schoon}}$  van 50 m% betrouwbaar is als tracer, maar minder betrouwbaar wordt indien  $X_{\text{schoon}}$  af- of toeneemt. Op grond van deze resultaten is voor RnCu en RnCr als tracer gekozen.

Een verschil tussen een VTS-experiment en de hierboven uitgevoerde desorptie/adsorptie-experimenten is dat in deze laatste experimenten de desorptie en adsorptie gescheiden heeft plaatsgevonden, terwijl dit in een VTS-experiment niet het geval is. De desorptie en adsorptie van metaalionen is waarschijnlijk groter indien deze tegelijk plaatsvinden. Deze situatie kan met het tweefilmmodel voor stofoverdracht bepaald worden<sup>(14)</sup>.



Figuur 4.2. Het tweefilmmodel toegepast op de desorptie en vervolgens weer adsorptie van een metaalion aan een kleideeltje.

Het tweefilmmodel wordt toegepast op een met metaalionen verontreinigd kleideeltje. Dit kleideeltje staat in contact met een vloeistof, terwijl de vloeistof weer in contact staat met een schoon kleideeltje. Het metaalconcentratieprofiel in klei en vloeistof wordt in figuur 4.2. weergegeven.

Bij het tweefilmmodel wordt aangenomen dat aan het grensvlak van de twee fasen thermodynamisch evenwicht heerst, dat het grensvlak geen weerstand biedt tegen stofoverdracht en dat er geen accumulatie optreedt in de filmlagen. Verder wordt aangenomen dat de metaalionen homogeen verdeeld zijn in zowel de kleideeltjes als in de vloeistofbolk en dat het thermodynamisch evenwicht voor desorptie en adsorptie hetzelfde is.



De getrokken lijn in figuur 4.2. geeft het gemeten concentratieprofiel weer. Vanuit deze lijn kan met vergelijkingen 4.5. t/m 4.8. het gestippelde concentratieprofiel berekend worden. Het gestippelde concentratieprofiel geeft de metaalconcentratie in de andere fase (klei of vloeistof) weer, in een situatie van chemisch evenwicht. De vergelijkingen 4.5 t/m 4.8. zijn de evenwichtslijnen.

$$C_k^* = m * C_l + b \quad (4.5.)$$

$$C_k^{o*} = m * C_l^o + b \quad (4.6.)$$

$$C_l^* = \frac{C_k^* - b}{m} \quad (4.7.)$$

$$C_l^{o*} = \frac{C_k^{o*} - b}{m} \quad (4.8.)$$

De verdelingscoëfficiënt  $m$  is voor zowel desorptie als adsorptie hetzelfde. De konstante  $b$ , is op te vatten als het restmetaalgehalte van de klei. Deze konstante  $b$  wordt in de hier gevolgde afleiding verwaarloosd, omdat voor metaal-desorptie gegevens bekend zijn indien  $b = 0$  en omdat het bepalen van  $b$  een aantal tijdrovende experimenten vereist. De aanname dat het metaal homogeen verdeeld is in de vloeistofbolk, houdt in dat de concentratie op een bepaald tijdstip konstant is en dus dat  $C_l = C_l^o$ .

De kinetiek van desorptie en adsorptie kan volgens het tweefilmmodel beschreven worden met respectievelijk vergelijking 4.9. en 4.10. In deze vergelijking is  $a$  het specifiek oppervlak, dat wil zeggen het oppervlak aan stofuitwisselend grensvlak per volumeëenheid klei. Naast deze vergelijkingen kan er een massabalans over het metaal worden opgesteld (vergelijking 4.11.).

$$-\frac{dC_k}{dt} = a * k_{ok} * (C_k - C_k^*) \quad (4.9.)$$

$$\frac{dC_k^o}{dt} = a * k_{ok}^o * (C_k^{o*} - C_k^o) \quad (4.10.)$$

$$m_k * (C_{k,0} - C_k) = m_1 * (C_1 - C_{1,0}) + m_k^o * (C_k^o - C_{k,0}^o) \quad (4.11.)$$

Na substitutie van de evenwichtslijnen (vergelijking 4.5. en 4.6.) en de massabalans (vergelijking 4.11.) in vergelijking 4.9. en 4.11. worden de vergelijkingen 4.12. respectievelijk 4.13. verkregen.

$$\begin{aligned} \frac{dC_k}{dt} = & - \left\{ a * k_{ok} * \left( 1 + \frac{m * m_k}{m_1} \right) \right\} * C_k \\ & + \{ S * k_{ok} * m_k^o \} * C_k^o + R * k_{ok} \end{aligned} \quad (4.12.)$$

$$\begin{aligned} \frac{dC_k^o}{dt} = & \{ S * k_{ok}^o * m_k \} * C_k - \left\{ a * k_{ok}^o * \left( 1 + \frac{m * m_k^o}{m_1} \right) \right\} * C_k^o \\ & + R * k_{ok}^o \end{aligned} \quad (4.13.)$$

$$\text{waarin: } R = (C_{1,0} + \frac{m_k * C_{k,0} + m_k^o * C_{k,0}^o}{m_1}) * a * m \quad (4.14.)$$

$$S = - \frac{a * m}{m_1} \quad (4.15.)$$

Door het hierboven beschreven model op te lossen, kan de mate van uitwisseling worden nagegaan. Bij het oplossen van deze differentiaalvergelijkingen is gebruik gemaakt van de computerprogrammatuur TUTSIM.

De uitwisseling wordt bepaald voor de kleisoorten RnCu en RnCr. Voor deze kleisoorten is het specifiek oppervlak, bepaald door glycerol adsorptie  $2,26 \cdot 10^8 \text{ m}^2/\text{m}^3$  <sup>(6)</sup> en er zal worden aangenomen dat de metaalconcentratie in de schone klei  $C_{k,0}^0$  en in de vloeistof  $C_{l,0}$  0 ppm is op het tijdstip  $t = 0$  min. Uit de resultaten van Smeets <sup>(15)</sup> blijkt dat de verdeelingscoëfficiënt voor RnCu 8000 en voor RnCr 15000 is. Verder zijn met behulp van het door Smeets gegeven model voor de extractiekinetiek de overall stofoverdrachtcoëfficiënten berekend (zie bijlage 3.). De verhouding tussen verontreinigde en schone klei  $\frac{m_k}{m_k^0}$  is 9, terwijl de verhouding tussen de vloeistof en schone klei  $\frac{m_l}{m_k}$  200 is. In tabel 4.3. staan de resultaten ( $C_{k,30}$  en  $C_{k,30}^0$ ) vermeld, die verkregen zijn door de differentiaalvergelijkingen 4.12 en 4.14 op te lossen met TUTSIM.

Tabel 4.3. Oplossing van de differentiaalvergelijkingen 4.13. en 4.14. met behulp van TUTSIM.						
Exp.	$k_{ok}$ ( $10^{-16} \text{ m/s}$ )	$k_{ok}^0$ ( $10^{-16} \text{ m/s}$ )	$C_{k,0}$ (ppm)	$C_{k,30}$ (ppm)	$C_{k,30}^0$ (ppm)	$C_{l,30}$ (ppm)
RnCu+H <sub>2</sub> O	126	6,00	5250	5237	0,73	0,58
RnCu+NaCl	126	3,54	5250	5237	0,40	0,58
RnCr+H <sub>2</sub> O	6,00	1,60	3736	3735	0,02	0,045
RnCr+NaCl	5,94	1,60	3736	3735	0,02	0,045

De metaalconcentratie in de vloeistof na een ½ uur ( $C_{1,30}$ ) is berekend met een massabalans (vergelijking 4.11.). Uit tabel 4.2. volgt dat de  $C_{k,30}$ , berekend met TUTSIM, ongeveer even groot is als die berekend uit de desorptie/adsorptie-experimenten in tabel 4.1. De metaalconcentratie in de vloeistof  $C_{1,30}$  in tabel 4.3. ligt tussen de vloeistofwaarden in van de desorptie en de adsorptie in tabel 4.1. Hierbij valt op dat de  $C_{1,30}$  in tabel 4.3. slechts een klein beetje lager is dan de  $C_{1,30}$  van de desorptie in tabel 4.1. Wanneer er naar de  $C_{k,30}^0$  gekeken wordt, dan blijkt de  $C_{k,30}^0$  van TUTSIM veel lager te zijn dan die van de desorptie/adsorptie-experimenten.

Een mogelijke verklaring voor deze waarden is de volgende: De desorptie van metaalionen in een suspensie waarin zowel schone als verontreinigde klei aanwezig is, is hetzelfde als in een suspensie met alleen verontreinigde klei. De metaalconcentratie in de vloeistof neemt toe (beginwaarde 0 ppm) in het ½ uur van het experiment, waarin zowel schone als verontreinigde klei aanwezig is. In dit experiment zullen in het begin geen metaalionen kunnen worden geadsorbeerd ( $C_{1,0} = 0$  ppm), terwijl tegen het einde van het experiment de metaalconcentratie voldoende hoog is om een klein beetje adsorptie te veroorzaken. Daarentegen kunnen in de desorptie/adsorptie-experimenten in tabel 4.1. vanaf het begin in de adsorptiestap metaalionen worden geadsorbeerd. Hierdoor zal na een ½ uur  $C_{k,30}^0$  hoger en  $C_{1,30}$  lager uitkomen. De gevonden verschillen kunnen ook veroorzaakt worden door de aannames in de berekening van de concentraties in tabel 4.3.

De aanwezigheid van schone klei in een suspensie met verontreinigde klei zorgt er dus niet voor dat de desorptie van metaalionen uit de verontreinigde klei toeneemt, doordat de adsorptie aan schone klei de metaalconcentratie in de vloeistof verlaagt. Kennelijk is de desorptie de snelheidsbepalende stap.

$\text{Cu}^{2+}$  en  $\text{Cr}^{3+}$  kunnen voor Rijnklei als tracer dienen, doordat er een verwaarloosbare uitwisseling plaatsvindt tussen schone en verontreinigde klei. Tijdens de VTS-experimenten 88021, 880317 en 880428 wordt de metaalconcentratie in kleimonsters bepaald. De verblijftijdspreiding wordt echter bepaald door de verhouding schone en verontreinigde Rijn.

Er bestaat een lineair verband tussen de metaalconcentratie en de fractie verontreinigde Rijn. Dit blijkt uit de ijklijnen die in bijlage 4. gegeven zijn.

In de aftap worden tijdens een VTS-experiment monsters genomen om de verblijftijdspreiding te bepalen. Voordat de tracerconcentratie in het monster bepaald wordt, wordt het droge-stofgehalte bepaald (zie §4.3.3.). Indien de tracer een metaalion is, worden hierna de monsters ontsloten. De werkwijze bij ontsluitingen staat in bijlage 5. vermeld. Na de ontsluitingen wordt de metaalconcentratie bepaald met Atomaire Absorptie Spectrometrie (A.A.S.).

### 4.3.2. Geleidbaarheid.

Naast de bepaling van de verblijftijdspreiding van de klei is deze ook bepaald van het extractiemiddel. De verblijftijdspreiding van het extractiemiddel wordt bepaald door de geleidbaarheid van de vloeistof te meten met een 1 g/l NaCl-oplossing als tracer. Er wordt een stapfunctie gemaakt van water naar de NaCl-oplossing (en eventueel vice versa).

Doordat er voor geleidbaarheidsmetingen is gekozen, mag het extractiemiddel geen zuur bevatten. Zuur zou een zodanig hoge geleidbaarheid veroorzaken dat daardoor het geleidbaarheidssignaal van de tracer, de NaCl-oplossing, niet duidelijk genoeg meetbaar meer zou zijn. De NaCl-concentratie is 1 g/l, omdat hogere concentraties tot grotere dichtheidsverschillen leiden met water. Dichtheidsverschillen verstoren het stromingsprofiel en daardoor de verblijftijdspreiding in de kolom.

Bij de invoer van het extractiemiddel bestaat de mogelijkheid een stap te maken van water naar een 1 g/l NaCl-oplossing. De geleidbaarheid wordt tijdens een VTS-experiment vlak voor de overloop en vlak na de aftap gemeten. In het eerste VTS-experiment 871014 is het meten van de geleidbaarheid na de aftap achterwege gelaten. De geleidbaarheid wordt gecorrigeerd voor de temperatuur naar 20 °C. De geleidbaarheid in de overloop wordt gemeten met een meetcel (Philips, type: PW9510) die een celkonstante  $\kappa$  heeft van 0,75 cm<sup>-1</sup>. De geleidbaarheidsmeter (Philips, type: PW9501) stuurt het signaal door naar een schrijver (Kipp&Zonen, type: BD8) en naar een Philips Multipoint Data Recorder (type: PM8237A). Op deze recorder wordt ook het signaal van de geleidbaarheidsmeter (Philips, type: PR9501) van de aftap geprint. De gebruikte meetcel na de aftap tijdens experiment 871021 heeft een celkonstante van 0,68 cm<sup>-1</sup>, terwijl de meetcel tijdens de experimenten 880121, 880317 en 880428 een celkonstante van 0,75 cm<sup>-1</sup> heeft.

Door middel van een ijking moet bekeken worden of de NaCl-concentratie recht evenredig is met de geleidbaarheid G. Uit bijlage 6. blijkt dat de NaCl-concentratie lineair is met de geleidbaarheid.

Niet alleen moet de geleidbaarheid lineair zijn, ook zal er geen invloed van de klei op de geleidbaarheid mogen zijn.

De hieronder beschreven discussie is gebaseerd op metingen. Toevoeging van  $W_i$ ,  $Rn$ ,  $RnCu$  of  $RnCr$  (tot 15 m%) aan een geroerde zoutoplossing geeft geen verhoging van de geleidbaarheid. De geleidbaarheid zal zelfs iets dalen door het verdunningseffekt en daarna zijn de veranderingen van de geleidbaarheid in de tijd te verwaarlozen (0 - 0,5 % verhoging van  $G$ ). De invloed van de tijd is bij grotere  $NaCl$ -concentraties nog minder dan bij lagere concentraties. Uit het feit dat de geleidbaarheid in de tijd konstant is, volgt dat er geen  $Na^+$ -ionen adsorberen aan de klei of uitwisselen met andere ionen in de klei. Naast de klei blijkt ook de flocculant geen invloed op de geleidbaarheid te hebben. Enige invloed van de klei op de geleidbaarheid verkrijgt men, wanneer de meetcel in een laag bezonken klei wordt gezet. In dit geval zal de geleidbaarheid afnemen. De invloed van klei op de geleidbaarheid is zo uitgebreid bekeken, omdat tijdens een aantal VTS-experimenten problemen zijn ontstaan bij het meten van de geleidbaarheid. (zie §6.4.)

#### 4.3.3. Bepaling van de processtromen.

In deze paragraaf zal hoofdzakelijk aandacht besteed worden aan de bepaling van de verschillende debieten en de verblijftijd in de conus.

Van de verschillende processtromen van en naar de tegenstroomkolom zijn monsters genomen om de debieten, drogestof-, kalk- en metaalgehalten te bepalen. De debieten werden bepaald door gedurende een bepaalde tijd de processtroom te onderbreken en deze op te vangen in een bekersglas. Uit de tijd en de massa van de opgevangen processtroom kan dan het debiet berekend worden. Van de meeste processtromen worden debietmonsters genomen.

Regelmatig worden de debieten bepaald van de aftap en de overloop van de kolom, terwijl van de invoer het debiet bepaald wordt in een periode wanneer een onderbreking van de processtroom geen invloed heeft op de metingen van de verblijftijdspreiding. Om praktische redenen wordt het debiet van het extractiemiddel niet gemeten, maar berekend uit de andere processtromen.

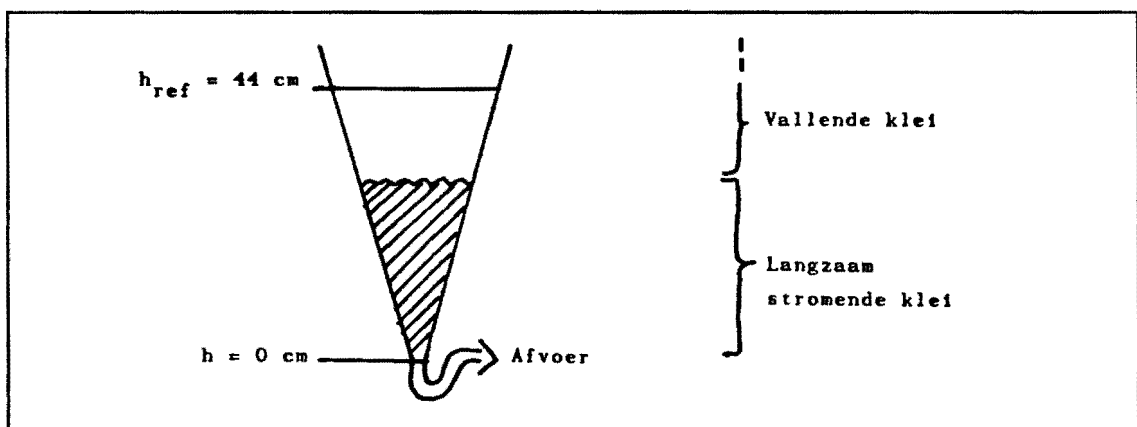
Het droge-stofgehalte wordt bepaald door de boven beschreven debietmonsters bij 100 °C in een oven droog te dampen. Uit de massa van het overgebleven monster en de oorspronkelijke massa van het debietmonster kan dan het droge-stofgehalte bepaald worden. Omdat de kleistroom in de overloop zeer gering is ten opzichte van de andere kleistromen, wordt hiervan het droge-stofgehalte slechts een paar keer bepaald. Naast het bepalen van het droge-stofgehalte uit de debietmonsters is ook het droge-stofgehalte bepaald van de monsters waarmee de verblijftijdspreiding bepaald werd. Tenslotte wordt ook het droge-stofgehalte bepaald van de voorraadvaten met klei en na afloop van een VTS-experiment van de kolom en de conus.

Bij het bepalen van de verblijftijdspreiding van de klei dan de kolom in drie delen worden opgesplitst. Een deel tussen de kolominvoer en de overloop, waarin de klei "zweeft" of meegenomen wordt door het extractiemiddel. Dit deel is voor de VTS-experimenten niet van belang, omdat de hoeveelheid klei die uiteindelijk via de overloop de kolom verlaat zeer klein is. De verblijftijd van deze klei is lang in de kolom, waardoor er voldoende gelegenheid voor de extractie bestaat. Wel moet erop gelet worden dat de klei zich niet te veel ophoopt in dit gedeelte. Het tweede deel bestaat uit het stuk tussen de kolominvoer en het begin van de conus, waarin de geflocculeerde klei met een zekere valsnelheid door de kolom valt.



Het laatste stuk is het gedeelte dat de conus van de kolom omvat. In dit gedeelte is een sedimentatielaag van de geflocculeerde klei aanwezig en stroomt deze laag langzaam richting de aftap.

Omdat de extractiecondities in de drie delen van de kolom verschillend zijn, is het van belang te weten wanneer een bepaald kleideeltje in de conus terecht komt en wanneer dit de conus weer verlaat. Er is een methode ontwikkeld waarbij het tijdstip  $t_1$  dat een deeltje de conus binnenkomt gerelateerd is aan het tijdstip  $t_2$  dat dit deeltje de conus weer verlaat. Deze methode is toegepast in de VTS-experimenten 880121, 880317 en 880428. Bij deze methode is aangenomen dat de inhoud van de conus zich als een propstromer gedraagt. Verder wordt aangenomen dat de valsnelheid veel groter is dan de snelheid waarmee de klei zich in de conus beweegt. Door deze laatste aanname kan een referentiehoogte  $h_{ref}$  worden vastgesteld, ondanks het feit dat de hoogte van de scheiding tussen vallende klei en langzaam stromende klei varieert. De referentiehoogte is hier 44 cm, waarbij het nulniveau bij de aftap van de conus ligt (figuur 4.3.).



Figuur 4.3. De conus, het onderste gedeelte van de tegenstroomkolom.

Een geflocculeerd kleideeltje komt op tijdstip  $t_1$  de conus binnen, die op dat moment een hoogte  $h_1$  en een volume  $V_1$  heeft. Het afvoerdebiet van de conus op tijdstip  $t_1$  is  $Q_1$ . Na een verblijftijd  $\tau_c$  in de conus verlaat het deeltje de conus op tijdstip  $t_2$ . Uit het volume  $V_1$  en het afvoerdebiet  $Q$  kan de verblijftijd  $\tau_c$  van dat deeltje berekend worden. Hierbij moet erop gelet worden dat het afvoerdebiet in de tijd kan veranderen. Nadat de verblijftijd  $\tau_c$  berekend is, is het verband tussen het tijdstip van binnenkomst  $t_1$  en verlaten  $t_2$  van de conus bekend. Zodra dit verband bekend is, kan van een deeltje dat op tijdstip  $t_2$  de kolom verlaat langs grafische weg tijdstip  $t_1$  worden bepaald.

Het op korrekte wijze bepalen van  $t_1$  is rekenkundig gezien arbeidsintensief. Daarom wordt deze berekeningswijze met behulp van een macro in het computerprogramma Lotus uitgevoerd (zie bijlage 7.) voor de experimenten 880121, 880317 en 880428.

Met deze methode kan de  $\tau$  van de klei in het tegenstroomgedeelte van de kolom berekend worden.

#### 4.3.4. Deeltjesgrootteverdeling.

Van de voorraadvaten klei in de VTS-experimenten zijn monsters genomen voor de bepaling van de deeltjesgrootteverdeling. Deze bepaling wordt gedaan om na te gaan of alle grote deeltjes bij het hydrocycloneren verwijderd zijn en of de kleideeltjes van de verschillende VTS-experimenten vergelijkbaar met elkaar zijn. De bepaling van de deeltjesgrootteverdeling gebeurt met een Malvern Pulsed Spray Droplet Sizer (type: 2600). De werking van dit apparaat berust op laser diffractie spectrometrie. De verstrooiing van laserlicht in een geroerde suspensie is gerelateerd aan de deeltjesgrootteverdeling.

In eerste instantie is gekeken naar de omstandigheden voor het optimaal meten van de deeltjesgrootteverdeling. Een kleisuspensie met een droge-stofgehalte van 0,05 m% kan eventueel 2½ min. ultrasoon trillen als voorbehandeling ondergaan. Hierna wordt ongeveer 0,5 ml van deze suspensie toegevoegd aan de meetcel van de Malvern, waarin zich water of een 0,9 g/l natriumpyrofosfaatoplossing (NPP) bevindt. Na het moment van toevoeging wordt de deeltjesgrootteverdeling na 1 en 10 minuten gemeten. Een voorbeeld van de zo verkregen deeltjesgrootteverdeling is in bijlage 8. weergegeven. De onder deze omstandigheden uitgevoerde bepalingen aan Winsumklei (experiment 871014) en Rijnklei (RnCu uit experiment 880121) zijn in tabel 4.4. weergegeven. Hierbij is de gemiddelde diameter  $d_{50}$  als criterium genomen van de bepalingen.

Tabel 4.4. Bepaling van de gemiddelde diameter $d_{50}$ onder verschillende omstandigheden voor Winsum- en Rijnklei.				
	Winsumklei		Rijnklei	
	t = 1 min	t = 10 min	t = 1 min	t = 10 min
Experiment.	$d_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )	$d_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )	$d_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )	$d_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )
geen USB; H <sub>2</sub> O	5,30	4,28	4,94	4,44
2½min USB; H <sub>2</sub> O	4,43	4,24	4,42	3,95
geen USB; NPP	6,81	4,69	6,55	5,53
2½min USB; NPP	5,75	5,01	4,89	4,57

opmerking: -USB staat voor ultrasoonbad als voorbehandeling.  
 -NPP en H<sub>2</sub>O staan voor het milieu waarin gemeten wordt.

Uit de resultaten in tabel 4.4. blijkt dat NPP zowel bij Winsum- als Rijnklei de gemiddelde diameter  $d_{50}$  vergroot. Dit komt doordat de kleideeltjes agglomereren in een milieu met NPP. Ook is duidelijk dat de gemiddelde diameter van kleideeltjes kleiner is als deze een ultrasoonbad als voorbehandeling hebben gehad. De kleideeltjes zullen doode trillingen van het ultrasoonbad opbreken. Verder blijkt dat de metingen na 10 minuten kleinere gemiddelde diameters opleveren dan na 1 minuut. De oorzaak hiervan moet gezocht worden in de langere meettijd, waardoor de kleideeltjes meer kans hebben om op te breken. Wanneer al deze resultaten worden vergeleken met de omstandigheden waarin de kleisuspensies in de kolom worden gebruikt dan lijkt het dat de bepaling zonder ultrasoon trillen, in water en na 10 minuten meten goed voldoet.

Van de kleideeltjes die in de VTS-experimenten gebruikt zijn, is de gemiddelde diameter  $d_{50}$  bepaald. Deze bepaling is gebeurd zonder ultrasoonbad, in water en na 10 minuten meten. De resultaten van deze metingen staan in tabel 4.5. vermeld en zijn uit meestal vier metingen bepaald. Van de Rijn- en Winsumklei uit VTS-experiment 871021 zijn niet de deeltjesgrootteverdelingen bepaald. De gemiddelde diameter van de verschillende kleideeltjes komen redelijk met elkaar overeen. De gemiddelde  $d_{50}$  van alle VTS-experimenten is voor Rijn ongeveer  $4,7 \mu\text{m}$ . De verschillen tussen de  $d_{50}$  van de kleideeltjes worden door het hydrocycloneren veroorzaakt. De kleisuspensies bestaan voor 20 à 30 m% uit kleideeltjes die kleiner zijn dan  $2 \mu\text{m}$ . Vaak wordt voor de kleifractie van een grond ervan uitgegaan dat deze bestaat uit deeltjes kleiner dan  $2 \mu\text{m}$  (zie §1.3.). Verder is gebleken dat in de kleisuspensies alle kleideeltjes kleiner zijn dan  $50 \mu\text{m}$ .

Tabel 4.5. Bepaling van de gemiddelde diameter $d_{50}$ van kleideeltjes uit de VTS-experimenten.			
Experiment	$d_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )	Experiment.	$d_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )
Wi Exp.871014	4,31	RnCr Exp.880317	4,04
Rn Exp.871014	4,60	RnCu Exp.880317	4,40
Rn Exp.880121	5,49	RnCr Exp.880428	4,47
RnCu Exp.880121	4,96	RnCu Exp.880428	5,22

Naast de deeltjesgrootteverdeling van kleideeltjes is men ook geïnteresseerd in de verdeling van geflocculeerde klei. De deeltjesgrootteverdeling van geflocculeerde klei zal namelijk invloed hebben op de valsnelheid van de vlokken. De deeltjesgrootteverdeling van de vlok (242 g A100/kg Rijnklei) is op dezelfde wijze bepaald als die van kleideeltjes. Na 1 minuut heeft de vlok een  $d_{50}$  van 52,3  $\mu\text{m}$ , terwijl na respectievelijk 10 en 30 minuten de  $d_{50}$  42,1 en 30,0  $\mu\text{m}$  is. Deze waarden zijn veel kleiner dan de visuele waarnemingen van ongeveer 1 mm. De oorzaak kan gevonden worden in de roerder van de meetcel. Deze roerder breekt de vlokken op, waardoor de  $d_{50}$  in de tijd sterk daalt. De Malvern is niet geschikt om deeltjesgrootteverdelingen van vlokken te bepalen. Er zal naar andere methoden moeten worden gezocht om de vlok diameter te bepalen. Een methode die geschikter lijkt, is de vlok diameter bepalen onder een microscoop. Bij deze methode worden de vlokken niet opgebroken.

### 5.1. Verblijftijdspreiding.

#### 5.1. Inleiding.

Door de verblijftijdspreiding van een procesinstallatie te meten kan men de menging en verblijftijd in deze installatie bepalen. De mate van menging wordt direkt door het stromingspatroon bepaald. Het stromingspatroon ligt in de praktijk tussen twee uitersten in: enerzijds de propstroom (geen menging) en anderzijds de ideale menger (volledige menging). Menging en verblijftijd bepalen de efficiëntie waarmee een proces uitgevoerd kan worden.

In een tegenstroomkolom wordt het rendement van een extractie bepaald door de menging en de verblijftijd van de geflocculeerde klei en het extractiemiddel. Het rendement is dus gekoppeld aan de verblijftijdspreiding.

Door een tracer toe te voegen aan de klei- en de vloeistofstroom kan de verblijftijdspreiding gemeten worden. Het hydrodynamisch gedrag van een goede tracer komt overeen met dat van de deeltjes, waarvan de VTS bepaald wordt. Verder moet de tracer inert en makkelijk meetbaar over een groot traject zijn. Kleurstoffen, zouten, en radioactieve stoffen worden vaak als tracer gebruikt. In de tegenstroomkolom kunnen geen kleurstoffen als tracer gebruikt worden, omdat kleideeltjes het meten van de kleurintensiteit verstoren. Radioactieve stoffen zijn op zichzelf goede tracers, maar door de straling ongeschikt om deze in de tegenstroomkolom te gebruiken.

De verblijftijdspreiding is bepaald voor het extractiemiddel en voor de geflocculeerde klei. Door middel van de geleidbaarheid van een NaCl-oplossing kan de VTS van het extractiemiddel bepaald worden. Voor de kleideeltjes is gezocht naar minder gebruikelijke tracers. De gebruikte tracers voor de klei tijdens de VTS-experimenten zijn kalk,  $\text{Cu}^{2+}$  en  $\text{Cr}^{3+}$  ionen.

De tracer voor het extractiemiddel wordt in § 4.3.2. en voor de klei uitgebreid in §4.3.1. behandeld.

De bepaling van de verblijftijdspreiding kan gebeuren door middel van een puls- of stapinjektie van de tracer. Bij een pulsinjektie voegt men instantaan, dat betekent in de praktijk in een zeer korte tijd een hoeveelheid tracer toe, terwijl men bij een stapinjektie de invoerstroom zonder tracer verandert naar één met tracer of vice versa. Voor de VTS-experimenten in de tegenstroomkolom is gekozen voor de stapinjektie van de tracer. De pulsinjektie is een zeer gevoelige methode, waardoor onder andere kleine debiet-schommelingen van de in- en uitvoerstroom grote invloed hebben op de vorm van de traceruitvoer. Het hydrodynamisch gedrag in de kolom zelf komt hierdoor niet goed tot uiting. Verder is er bij de pulsinjektie een hoge invoerconcentratie van de tracer nodig om een redelijk uitgangssignaal te krijgen. Een hoge NaCl-concentratie in het extractiemiddel zal leiden tot dichtheidsverschillen met water, waardoor de tracer het stromingspatroon in de kolom beïnvloedt. Een hoge kalk- of metaalconcentratie in de klei is om praktische redenen niet haalbaar.

In dit hoofdstuk worden in §5.2. in eerste instantie de begrippen gemiddelde verblijftijd en variantie uitgelegd, waarna wordt weergegeven hoe deze begrippen in een VTS-experiment met een stapfunctie te bepalen zijn. Hierna zal in §5.3. een tweetal modellen, namelijk het cascade-van-ideale-mengers-model en het propstroming-met axiale-dispersie model, worden behandeld. Met deze één-parametermodellen kan de mate van menging op eenvoudige wijze worden weergegeven. Tenslotte komen in §5.5.4. modellen ter sprake, die mogelijk het stromingspatroon in de kolom weergeven.

5.2. Gemiddelde verblijftijd en variantie

De verblijftijd van een deeltje is de tijd die verloopt tussen het tijdstip, waarop het deeltje de kolom binnenkomt en het tijdstip, waarop het deeltje de kolom verlaat. Vaak is men niet geïnteresseerd in de verblijftijd van één deeltje, maar in de gemiddelde verblijftijd  $\bar{\tau}$  en variantie  $\sigma^2$  van alle deeltjes. De gemiddelde verblijftijd  $\bar{\tau}$  kan met behulp van een genormaliseerde verblijftijdverdeling  $f_t(t)$  berekend worden uit vergelijking 5.1.

$$\bar{\tau} = \frac{\int_0^{\infty} \{t * f_t(t)\} dt}{\int_0^{\infty} f_t(t) dt} = \int_0^{\infty} \{t * f_t(t)\} dt \quad (5.1.)$$

Indien de verblijftijdspreiding bepaald wordt met een puls-injectie, dan zal vergelijking 5.1. gebruikt worden. Vaak wordt een stapinjectie gebruikt, waardoor vergelijking 5.1. niet handig te gebruiken is. Met behulp van het verband tussen de verblijftijdverdeling  $f_t(t)$  in een pulsinjectie en de cumulatieve verblijftijdverdeling  $F(t)$  in een stapinjectie (vergelijking 5.2.) worden de vergelijkingen 5.4. en 5.5. voor respectievelijk een positieve en een negatieve stap verkregen. Hierbij is ook gebruik gemaakt van vergelijking 5.3., die het verband geeft tussen de cumulatieve verblijftijdverdeling van een positieve stap  $F_t^\uparrow(t)$  (figuur 5.1.a.) en een negatieve stap  $F_t^\downarrow(t)$  (figuur 5.1.b.) indien de procesomstandigheden verder identiek zijn.

$$f_t(t) = \frac{dF_t^\uparrow(t)}{dt} = - \frac{dF_t^\downarrow(t)}{dt} \quad (5.2.)$$

$$F_t^\uparrow(t) + F_t^\downarrow(t) = 1 \quad (5.3.)$$



$$\bar{\tau} = \int_0^{\infty} F_t^{\downarrow}(t) dt \quad (5.4.)$$

$$\bar{\tau} = \int_0^{\infty} \{1 - F_t^{\uparrow}(t)\} dt \quad (5.5.)$$

De standaarddeviatie  $\sigma$  van de verblijftijd is een maat voor de spreiding rond de gemiddelde verblijftijd. De variantie  $\sigma_t^2$  en daaruit de standaarddeviatie  $\sigma_t$  kunnen berekend worden uit vergelijking 5.6. Deze vergelijking is gebruikt om de variantie te berekenen van een experiment met een pulsinjectie. Voor een stapinjectie kunnen vergelijkingen 5.7. en 5.8. worden afgeleid voor de variantie  $\sigma_t^2$ , analoog aan de afleiding voor de gemiddelde verblijftijd van een stapinjectie.

$$\sigma_t^2 = \int_0^{\infty} \{(t - \bar{\tau})^2 * f_t(t)\} dt = \int_0^{\infty} \{t^2 * f_t(t)\} dt - \bar{\tau}^2 \quad (5.6.)$$

$$\sigma_t^2 = 2 \int_0^{\infty} \{t * F_t^{\downarrow}(t)\} dt - \bar{\tau}^2 \quad (5.7.)$$

$$\sigma_t^2 = 2 \int_0^{\infty} \{t * [1 - F_t^{\uparrow}(t)]\} dt - \bar{\tau}^2 \quad (5.8.)$$

Om verschillende VTS-experimenten goed met elkaar te kunnen vergelijken, worden vaak dimensieloze grootheden gebruikt. Zo wordt de dimensieloze tijd  $\theta$  verkregen door de gemiddelde verblijftijd  $\bar{\tau}$  te delen op de tijd  $t$  (vergelijking 5.9.). Hieruit volgt dat de dimensieloze gemiddelde verblijftijd altijd gelijk aan 1 is. De dimensieloze standaarddeviatie (vergelijking 5.10.), ook variatiecoëfficiënt genoemd, biedt de mogelijkheid om verschillende (cumulatieve) verdelingsfuncties met elkaar te vergelijken.

De cumulatieve verblijftijdverdeling blijft daarentegen na het normaliseren onveranderd (vergelijking 5.11.).

$$\theta = \frac{t}{\tau} \quad (5.9.)$$

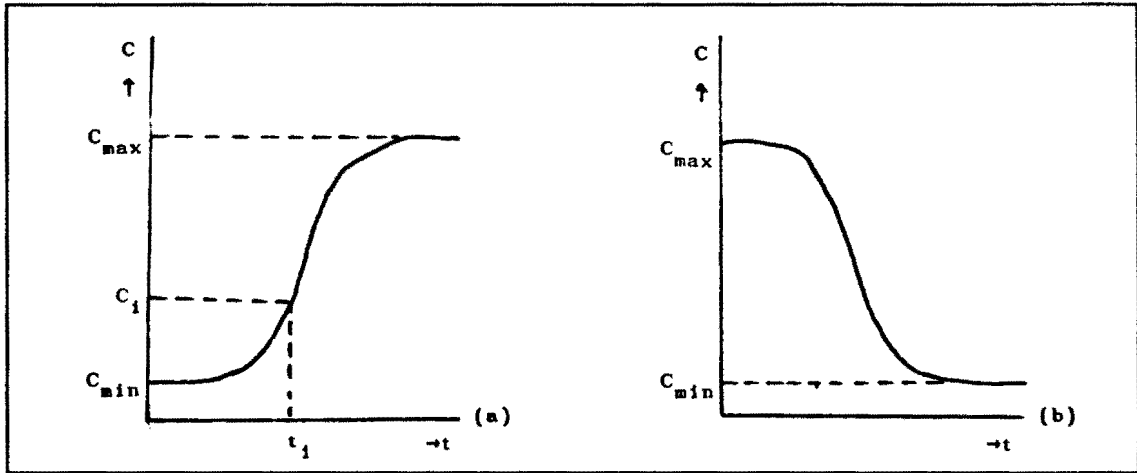
$$\sigma_{\theta} = \frac{\sigma_t}{\tau} \quad (5.10.)$$

$$F_{\theta}(\theta) = F_t(t) \quad (5.11.)$$

Om de gemiddelde verblijftijd en variantie te bepalen gaat men als volgt te werk. Bij het VTS-experiment wordt om de drie minuten kleimonsters aan de uitvoer van de kolom genomen voor de klei, waarvan de tracerconcentratie met behulp van de ontsluiting en A.A.S. bepaald wordt. De kleimonsters zijn zogenaamde "mixing-cup" monsters. De "mixing-cup"-methode beïnvloedt de verblijftijdspreiding niet doordat de tijdsduur van een monstername (ongeveer 20s) veel kleiner is dan de totale tijdsduur van een VTS-experiment (8-30 min).

Voor de verblijftijdspreiding van het extractiemiddel is in de tijd een groot aantal keren de geleidbaarheid gemeten om vervolgens daaruit de gemiddelde verblijftijd en de variantie te berekenen. Hierna is er door de meetpunten van klei en extractiemiddel een vloeiende curve getrokken. De zo verkregen curven zijn voor een positieve en een negatieve stap weergegeven in figuur 5.1.

De curven in figuur 5.1. worden in diskrete stappen verdeeld en vervolgens worden door middel van lineaire interpolatie de gemiddelde verblijftijd en de variantie bepaald.



Figuur 5.1. Verblijftijdspreidingscurve voor een positieve stap (a) en voor een negatieve stap (b).

De vergelijkingen 5.4., 5.7., 5.5., en 5.8. worden hierdoor respectievelijk 5.12. en 5.13. voor een negatieve stap en 5.14. en 5.15. voor een positieve stap.<sup>(18)</sup> De combinatie  $C_0$  en  $t_0$  geldt op het tijdstip waarop de stap wordt uitgevoerd, terwijl de combinatie  $C_n$  en  $t_n$  geldt op het tijdstip waarop  $C_{\max}$  of  $C_{\min}$  wordt bereikt.

Negatieve stap.

$$\bar{t} = \frac{\sum_{i=1}^n \{(C_i + C_{i-1} - 2C_{\min}) * (t_i - t_{i-1})\}}{2(C_{\max} - C_{\min})} \quad (5.12.)$$

$$\sigma_t^2 = \frac{\sum_{i=1}^n \{(t_{i-1} + t_i) * (C_i + C_{i-1} - 2C_{\min}) * (t_i - t_{i-1})\}}{2(C_{\max} - C_{\min})}$$

$$- \bar{t}^2 \quad (5.13.)$$

Positieve stap.

$$\bar{\tau} = \frac{\sum_{i=1}^n \{(2C_{\max} - C_{i-1} - C_i) * (t_i - t_{i-1})\}}{2(C_{\max} - C_{\min})} \quad (5.14.)$$

$$\sigma_t^2 = \frac{\sum_{i=1}^n \{(t_{i-1} + t_i) * (2C_{\max} - C_{i-1} - C_i) * (t_i - t_{i-1})\}}{2(C_{\max} - C_{\min})} - \bar{\tau}^2 \quad (5.15.)$$

De vergelijkingen 5.12. tot en met 5.15. kunnen direkt worden gebruikt in enkelvoudige systemen. Een enkelvoudig systeem heeft slechts één ingang en één uitgang. Indien de kleiafvoer via de overloop verwaarloosd wordt, kan de klei in de tegenstroomkolom als een enkelvoudig systeem worden beschouwd. Het extraktiemiddel is een meervoudig systeem (één ingang en twee uitgangen), waardoor de vergelijkingen 5.12. tot en met 5.15. niet direkt toepasbaar zijn om de totale verblijftijd en variantie van het extraktiemiddel te bepalen. Wel zijn deze vergelijkingen toepasbaar voor het extractiemiddel, indien er alleen wordt gekeken naar de  $\bar{\tau}$  en  $\sigma_t^2$  van de vloeistofstroom die van de EM-invoer naar de overloop of naar de afvoer van de kolom stroomt.

De theorie van verblijftijdspreiding wordt onder andere door Tels<sup>(16)</sup> en Nauman&Buffham<sup>(17)</sup> uitvoerig beschreven. Voor meer informatie over de verblijftijdspreiding wordt naar deze boeken verwezen.

5.3. Eén-parametermodellen.

Met behulp van één-parametermodellen kan op eenvoudige wijze de verblijftijdspreiding worden uitgedrukt in één mengparameter. In deze paragraaf worden de twee meest gebruikte modellen beschreven, namelijk het cascade-van-ideale-mengers-model en het propstroming-met axiale-dispersie-model.

Met het cascade-van-ideale-mengers-model wordt de menging van de geflocculeerde klei of het extractiemiddel zo beschreven, alsof deze wordt veroorzaakt doordat de fase door een serie van  $n$  achter elkaar geplaatste ideale mixers met ieder een volume  $V$  stroomt. Naarmate het aantal ideale mixers in de cascade toeneemt, zal de verblijftijdspreiding afnemen. Het aantal mixers  $n$  is dus een maat voor de menging in dit model. Voor  $n=1$  is de menging in de installatie volledig, terwijl er geen menging is indien de cascade uit een oneindig aantal ideale mixers bestaat. Deze laatste situatie komt overeen met een propstroombuis. In een cascade van  $n$  ideale mixers neemt de graad van menging dus af met toenemende  $n$ . Onder andere Nauman&Buffham<sup>(17)</sup> leiden de samenhang af tussen enerzijds de mengparameter  $n$  en anderzijds de variantie  $\sigma_t^2$  en de gemiddelde verblijftijd  $\bar{\tau}$ . Dit verband wordt door vergelijking 5.17. gegeven, waarbij erop gelet moet worden dat  $n$  slechts uit gehele getallen kan bestaan.

$$\frac{1}{n} = \left[ \frac{\sigma_t}{\bar{\tau}} \right]^2 = \sigma_\theta^2 \quad (5.17.)$$

Het propstroming-met-axiale-dispersie-model heeft daarentegen niet het nadeel dat de mengparameter slechts uit gehele getallen kan bestaan. In dit model wordt de mate waarin de verblijftijdspreiding afwijkt van die van een propstroombuis weergegeven door het getal van Peclet  $Pe$ . Het getal van Peclet is een dimensieloze grootte, waarvoor geldt:

$$Pe = \frac{v_x * L}{D} \quad (5.18)$$

De afwijking van propstroom wordt in het model beschreven door op de propstroming axiale dispersie te superponeren. Het getal van Peclet, een parameter die de mate van menging weergeeft, neemt toe indien de menging afneemt. Naarmate Pe in de tegenstroomkolom groter is, benadert deze dus de stroming van een propstroombuis met gelijke afmetingen. In de literatuur<sup>(17)</sup> worden vergelijkingen gegeven, die het verband weergeven tussen het getal van Peclet en de dimensieloze variantie  $\tau_\theta^2$ . Er wordt bij deze vergelijkingen van verschillende systemen uitgegaan. Met welk type systeem men te maken heeft, is afhankelijk van zowel de plaats in het systeem waar de stapinjectie wordt uitgevoerd als die waar de responsie wordt gemeten. Voor de tegenstroomkolom kan voor alle in- en uitgangen bij benadering worden uitgegaan van een gesloten systeem.

In een gesloten systeem vindt geen axiale dispersie plaats buiten het systeem, maar alleen in het systeem. De verblijftijdspreiding van de geflocculeerde klei wordt in de tegenstroomkolom gesplitst in twee delen; verblijftijdspreiding van vallende geflocculeerde klei en die van bezonken geflocculeerde klei in de conus. De overgang tussen deze twee delen wordt ook als gesloten beschouwd. Vergelijking 5.19. geeft het verband tussen het getal van Peclet en de dimensieloze variantie voor een gesloten/gesloten systeem.

$$\sigma_\theta^2 = \left[ \frac{\sigma_t}{\tau} \right]^2 = \frac{2}{Pe} - \frac{2}{Pe^2} * (1 - e^{-Pe}) \quad (5.19.)$$

Indien de dimensieloze variantie bekend is, dan kan met behulp van een nulpuntmethode het getal van Peclet berekend worden<sup>(10)</sup>.

Door vergelijking 5.19. gelijk te stellen aan vergelijking 5.17. wordt het verband tussen de in deze paragraaf beschreven modellen verkregen, namelijk het getal van Peclet en het aantal mengers  $n$ . Als de menging gering is, dat wil zeggen voor grote waarden van  $Pe$  ( $Pe > 14^{(10)}$ ), dan kan dit verband vereenvoudigd worden tot vergelijking 5.20.:

$$Pe = 2 * (n - 0,5) \quad (5.20)$$

#### 5.4. Stromingspatroon van de klei in de tegenstroomkolom

Het stromingspatroon in de tegenstroomkolom bepaalt de verblijftijdspreiding van de klei. Het stromingspatroon van de klei wordt beïnvloed door de valsnelheid en de vorm van de klei, de bewegingen van zeefplaten en het stromingspatroon van het extractiemiddel. Het is belangrijk om de invloed van deze factoren op het stromingspatroon van de klei te kennen, omdat het dan mogelijk is de verblijftijdspreiding van de klei te beïnvloeden. Aan de hand van een model zal het stromingspatroon van klei worden beschreven. Hierna zal dit model vereenvoudigd worden, waardoor het toegepast kan worden op de VTS-experimenten.

Het stromingsmodel is door visuele waarnemingen van de klei in de kolom en met behulp van de resultaten uit de VTS-experimenten tot stand gekomen. Uit deze waarnemingen blijkt dat een deel van de klei op de zeefplaat bezinkt en een ander deel door de gaten in de zeefplaten en door de ruimte tussen de zeefplaten en de kolomwand valt. Ten gevolge van een slag- of draaibeweging wervelt de klei op de zeefplaten op. Een deel van de klei wordt omhoog gewerveld en mengt zich met de daar vallende klei, terwijl een ander deel naar beneden gewerveld wordt en met de vallende klei mengt. Tenslotte is er een hoeveelheid klei die niet na een plaatbeweging opgewerveld wordt, maar op de zeefplaat blijft liggen.

Het model is toepasbaar voor het gedeelte van de kolom dat zich tussen de kleiïnvvoer en het begin van de conus (- 25,75cm) bevindt. Het grootste deel van de extractie vindt in dit gedeelte plaats.<sup>(13)</sup> Het stromingspatroonmodel is voor de omgeving van één plaat in figuur 5.2. weergegeven. Dit model geldt voor zowel een slag- als een draaibeweging in de tegenstroomkolom.

Ondanks dat het model de werkelijkheid zo goed mogelijk probeert te benaderen zijn er een aantal aannames gemaakt:

- Een zeefplaat beïnvloedt het stromingspatroon rond een andere plaat niet.
- Het stromingspatroon is rond alle zeefplaten hetzelfde. Dit houdt in dat intree-effekten van het extractiemiddel en van de kleiïnvvoer verwaarloosd zijn.
- Een slag van de zeefplaten in verticale richting die omhoog gericht is, geeft hetzelfde stromingspatroon als één die omlaag gericht is.
- Een draai van de zeefplaten naar rechts geeft hetzelfde stromingspatroon als één naar links.
- De historie van een kleideeltje die in het model bij een beweging van de zeefplaat plaatsvindt, heeft geen invloed op de verblijftijdspreiding. Hiermee wordt bedoeld, het verschijnsel dat klei die als eerste op een zeefplaat bezinkt ook als eerste ten gevolge van een beweging de zeefplaat verlaat. In werkelijkheid wordt door een beweging van de zeefplaat al de daar aanwezige klei in een bepaalde richting homogeen gemengd. Dit houdt in dat er geen tijddiscriminatie is.
- De klei die door de zeefplaat aan het vallen is, ondervindt geen invloed van stromingen die veroorzaakt worden door bewegingen van de zeefplaat.
- De massastroom klei die van de zeefplaat afglijdt, als de plaat niet beweegt, is konstant.

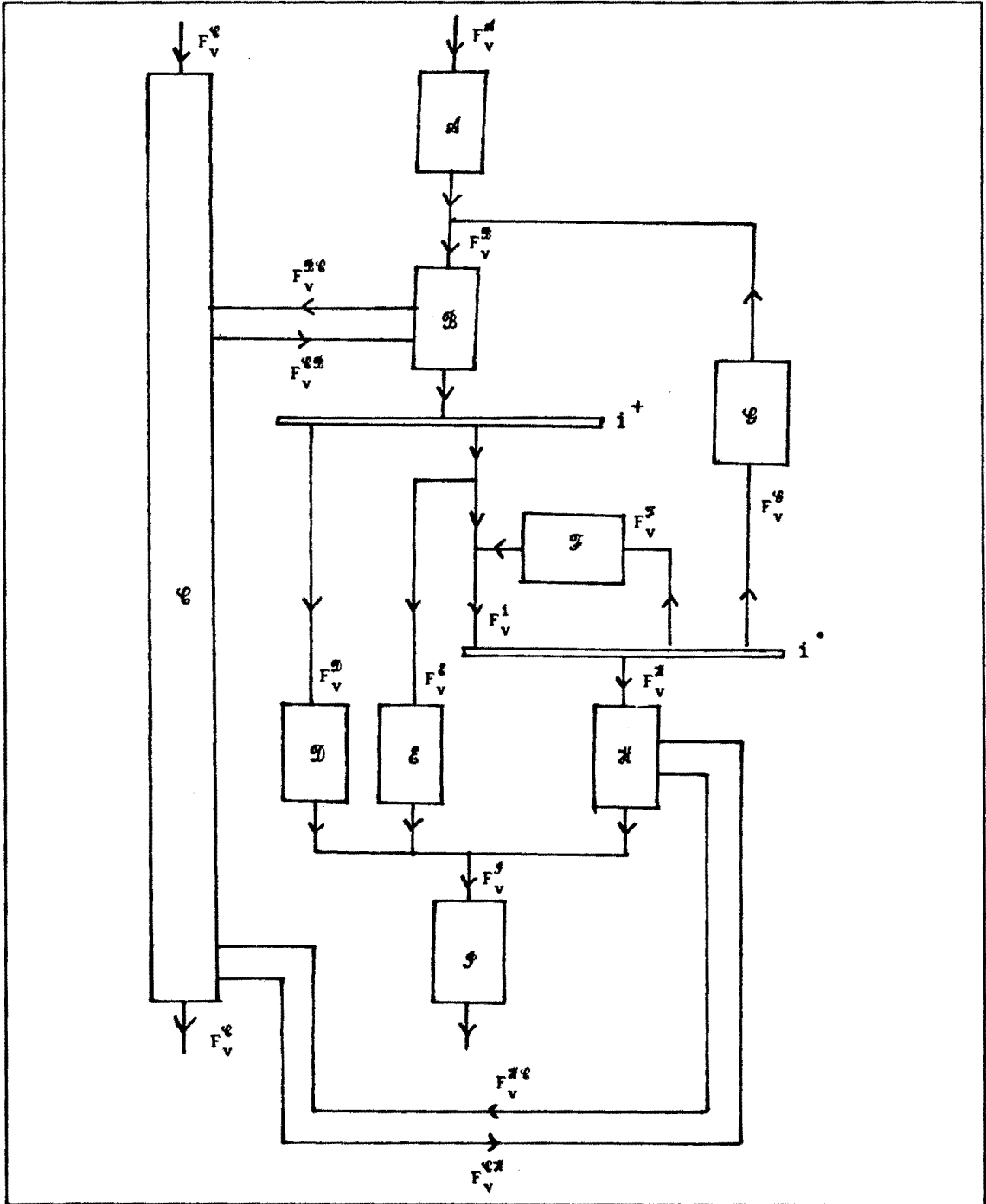


-De massastromen klei tussen  $\mathcal{C}$  (zie figuur 5.2.) en de ruimte boven de plaat zijn in beide richtingen gelijk aan elkaar. Dit geldt ook voor de stromen tussen  $\mathcal{C}$  en de ruimte onder de plaat.

Vanaf nu wordt bij de grootte van verschillende stromen, volumes, verblijftijden etc. uitgegaan van VTS-experiment 880428. In dit experiment is gebruik gemaakt van zeefplaat type II (bijlage 1.)

De omgeving van een zeefplaat wordt in het stromingspatroonmodel weergegeven door een groot aantal propstromers. Een zeefplaat beïnvloedt de kleistroom op twee manieren, namelijk ten eerste doordat de kleistroom bezinkt op de plaat en ten tweede doordat de zeefplaat met een bepaalde frequentie beweegt. Hierom is plaat  $i$  in het model respektievelijk gesplitst in een plaat  $i^+$  en een plaat  $i^-$ .

De geflocculeerde klei komt de sektor rond plaat  $i$  binnen in de propstromers  $\mathcal{A}$  en  $\mathcal{C}$  vanuit de sektor rond plaat  $i-1$  en heeft een droge-stofgehalte van 1 m%. De propstromer  $\mathcal{C}$  geeft de verblijftijd weer van klei die via de ruimte tussen de zeefplaat en de kolomwand valt. Deze propstromer heeft een hoogte van 10 cm (= hoogte van de sektor rond plaat  $i$ ) en een oppervlakte van  $2,34 \text{ cm}^2$ ; dus het volume  $V^{\mathcal{C}}$  is  $23,4 \text{ cm}^3$ . De valsnelheid van de geflocculeerde klei wordt in  $\mathcal{C}$  bepaald door de valsnelheid van geflocculeerde klei in een stilstaande vloeistof en door de snelheid van het extractiemiddel. Deze laatste twee snelheden zijn respektievelijk 0,31 (tabel 3.2.) en 0,049 cm/s (extractiemiddel van 13.3 l/h door een doorsnede van  $75,4 \text{ cm}^2$ ), waardoor de valsnelheid van geflocculeerde klei in  $\mathcal{C}$  0,26 cm/s is. Een deeltje dat vanuit sektor  $i-1$   $\mathcal{C}$  binnenkomt en vervolgens deze weer verlaat om naar de propstromer  $\mathcal{C}$  van sektor  $i+1$  te gaan, heeft een gemiddelde verblijftijd van  $10/0,256 = 39,1 \text{ sec.}$  in  $\mathcal{C}$ .



Figuur 5.2. Model voor het stromingspatroon van geflocculeerde klei rond de  $i^{\text{de}}$  zeefplaat.

De massastroom aan geflocculeerde klei  $F_v$  in een enkelvoudig systeem door een propstromer kan met behulp van vergelijking 5.21. berekend worden

$$F_v = (1 - \epsilon) * \rho_v * Q \quad (5.21.)$$

De volumefractie vloeistof  $\epsilon$  en de dichtheid van de vlok  $\rho_v$  kunnen berekend worden aan de hand van vergelijking 3.12. respectievelijk 3.11.  $Q$  is in vergelijking 5.21. de totale volumestroom, dat wil zeggen de volumestroom van zowel de vlokken als het extractiemiddel. Doordat aangenomen wordt dat de massastromen tussen  $\mathcal{C}$  en de ruimte vlak boven de plaat propstromer  $\mathcal{B}$  in beide richtingen gelijk aan elkaar zijn en evenzo tussen  $\mathcal{C}$  en  $\mathcal{A}$ , kan vergelijking 5.21. gebruikt worden om de massastroom  $F_v^{\mathcal{C}}$  te berekenen. De massastroom door  $\mathcal{C}$  is 1,21 g vlok/min.

Doordat het droge-stofgehalte in zowel propstromer  $\mathcal{A}$  als  $\mathcal{C}$  1 m% is, wordt de verhouding tussen de massastromen bepaald door de verhouding  $q$  tussen de doorsneden van de propstromers. Voor zeefplaat type II is deze verhouding  $q = 7306/234 = 31,2$ . De totale massastroom aan vlok door  $\mathcal{A}$  en  $\mathcal{C}$  is  $(1 + 31,2) * 1,21 = 39,0$  g/min ( $\equiv 2,34$  kg vlok/h). Op grond van bepalingen van het droge-stofgehalte en het debiet in de invoer is de massastroom aan klei gemiddeld 0,54 kg klei/h in VTS-experiment 880426 (tabel 6.3.). Dit komt overeen met een massastroom aan vlok van 0,66 kg vlok/h. Deze massastroom is 3,5 keer zo klein dan de massastroom die gebaseerd is op gegevens van in de kolom. Dit verschil kan veroorzaakt zijn, doordat aangenomen is dat het droge-stofgehalte in  $\mathcal{A}$  gelijk is aan die van  $\mathcal{C}$ . In werkelijkheid zal het droge-stofgehalte van  $\mathcal{A}$  waarschijnlijk lager zijn dan in  $\mathcal{C}$ .

De ruimte tussen de zeefplaten (inklusief gaten) en de sektor  $i-1$  wordt verdeeld door de propstromers  $\mathcal{A}$  en  $\mathcal{B}$ . Hierbij komt de lengte van  $\mathcal{B}$  overeen met de afstand die geflocculeerde klei aflegt in  $t^*$  seconden, terwijl de lengte van  $\mathcal{A}$  het verschil is tussen de hoogte van sektor  $i$  boven de zeefplaat en de lengte van propstroomer  $\mathcal{B}$ . Ten gevolg van een slag van de zeefplaten wervelt de klei vanaf de plaat 5 cm omhoog en 5 cm omlaag, waardoor in het stromingspatroonmodel de hoogte van sektor  $i$  boven de zeefplaat 5 cm is. De lengte van propstroomer  $\mathcal{B}$  is 1,7 cm (afstand die de klei in  $t^*$  seconden aflegt in een kolom zonder zeefplaten) en de verblijftijd in  $\mathcal{B}$ , van een deeltje dat vanuit  $\mathcal{A}$  naar plaat  $i^+$  gaat, komt overeen met  $t^* = 6,7$  sec. Hierdoor is de lengte van  $\mathcal{A}$  3,3 cm en heeft deze een verblijftijd van 12,8 sec.

De invoer van  $\mathcal{B}$  bestaat uit geflocculeerde klei van  $\mathcal{C}$ , de massastroom klei die ten gevolge van een zeefplaatbeweging opwervelt, en van  $\mathcal{A}$ . Doordat de volumestromen door  $\mathcal{A}$  en  $\mathcal{B}$  hetzelfde zijn, zal het droge-stofgehalte in  $\mathcal{B}$  groter zijn dan dit van  $\mathcal{A}$  (d.s.  $\mathcal{A} = 1$  m%).

Vanuit  $\mathcal{B}$  gaat er een massastroom naar de zeefplaat toe. Een deel van deze stroom zal rechtstreeks door de plaat vallen (propstroomer  $\mathcal{D}$ ) en het andere deel zal in eerste instantie bezinken op de plaat. In figuur 5.2. wordt dit weergegeven door plaat  $i^+$ . De verhouding tussen deze twee stromen wordt bepaald door het oppervlak van de totale zeefplaten (inklusief gaten) en het oppervlak van de gaten. Van propstroomer  $\mathcal{B}$  stroomt dus 0,19-de deel (fraktie gaten in de zeefplaten) naar  $\mathcal{D}$ . De verblijftijd en het droge-stofgehalte in  $\mathcal{D}$  zijn zodanig gekozen dat die gelijk zijn aan die van in  $\mathcal{B}$ .

Het deel dat in eerste instantie bezinkt op de zeefplaat, zal hiervan afglijden (propstroomer  $\mathcal{E}$ ) of door een beweging van de zeefplaat opwervelen (propstroomer  $\mathcal{G}$ ), naar beneden wervelen (propstroomer  $\mathcal{F}$ ) of blijven liggen (propstroomer  $\mathcal{H}$ ).

Deze propstromers worden uitsluitend bepaald door de verschillende massastromen en de "afstand" die deze stromen in  $t^*$  sekonden afleggen. Hierdoor hebben het volume  $V$ , de totale volumestroom  $Q$  en de volumefractie vloeistof  $\epsilon$  geen fysische betekenis.

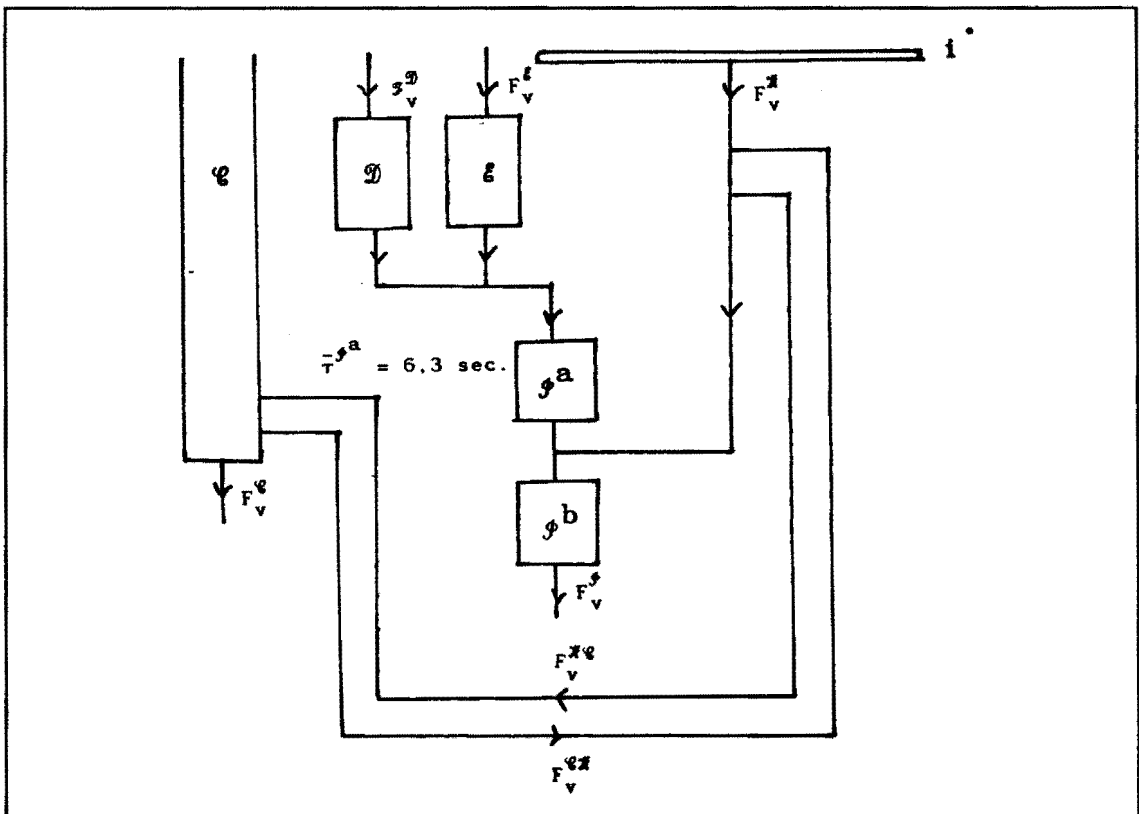
De massastroom  $F_v^{\xi}$  die door propstromer  $\xi$  gaat, kan berekend worden met een massabalans over het gedeelte tussen  $i^+$  en  $i^{\circ}$  (vergelijking 5.22.). In deze vergelijking is de eerste term de stroom vlokken die op de zeefplaat bezinkt, de tweede term de stroom vlokken die na een zeefplaatbeweging blijft liggen en de derde term de aanwezige hoeveelheid vlokken op de plaat vlak voor een zeefplaatbeweging.

$$F_v^{\xi} = \rho_v * (1 - \epsilon^{\mathcal{B}}) * v * A_{pl} + F_v^{\mathcal{F}} - \frac{\rho_v * V_{pl}}{t^*} \quad (5.22.)$$

Indien er geen vlokken van de plaat afglijden en niet door turbulentie van het extractiemiddel worden opgewerveld, dan zal de massastroom  $F_v^{\xi}$  nul zijn. Verder zal de verblijftijd in  $\xi$  groter zijn dan in  $\mathcal{D}$ , doordat de deeltjes in propstromer  $\xi$  eerst bezinken en dan pas door de zeefplaat vallen.

$F_v^i$  in figuur 5.2. geeft de massastroom aan die na een beweging van de zeefplaat opwervelt ( $\mathcal{G}$ ), naar beneden wervelt ( $\mathcal{K}$ ) of blijft liggen ( $\mathcal{F}$ ). De verblijftijd in  $\mathcal{F}$  is gelijk aan die van  $\mathcal{G}$  en dus  $t^* = 6,7$  sec. De verblijftijd in  $\mathcal{K}$  wordt bepaald door de hoogte (5 cm) waarin de vlokken naar beneden wervelen, de valsnelheid ( $v = 0,26$  cm/s) van de vlokken in de kolom indien de zeefplaten niet bewegen en de tijd  $t^*$  (= verblijftijd in  $\mathcal{D}$ ) tussen twee zeefplaatbewegingen. De vlokken in  $\mathcal{K}$  leggen in  $t^*$  sekonden een grotere afstand af dan de vlokken in  $\mathcal{D}$ ; 5,0 cm in  $\mathcal{K}$  tegen 1,7 cm in  $\mathcal{D}$ .

Het punt waar de stromen van  $\mathcal{D}$  en  $\mathcal{K}$  samen komen is hetzelfde, waardoor de verblijftijd in  $\mathcal{K}$  zodanig moet zijn dat hierdoor de vlokken uit  $\mathcal{K}$  op de juiste plaats met die uit  $\mathcal{D}$  mengen. Om dit mogelijk te maken moet de verblijftijd in  $\mathcal{K}$  nul seconden zijn en de massastroom  $F_v^{\mathcal{K}}$  6,3 seconden van de propstroomer  $\mathcal{D}$  "overslaan", omdat in alle propstroomers van dezelfde valsnelheid is uitgegaan. Deze situatie komt niet overeen met figuur 5.2. De situatie tijdens VTS-experiment 880428 voor dit deel van de sektor i wordt in figuur 5.3. weergegeven.



Figuur 5.3. Het stromingspatroonmodel tijdens VTS-experiment 880428 voor het gedeelte van sektor i dat niet met figuur 5.2. overeenkomt.

Analoog aan de redenering om de verblijftijd in  $\mathcal{A}$  te bepalen, kan ook de verblijftijd voor propstroomer  $\mathcal{G}$  bepaald worden. Hierbij blijkt dat voor dit deel van sektor i figuur 5.2. wel te gebruiken valt. De klei wordt 5 cm omhoog opgewerveld. De uitgang van propstroomer  $\mathcal{G}$  komt uit bij de ingang van propstroomer  $\mathcal{A}$ , waardoor de lengte van  $\mathcal{G}$  overeen komt met  $5 + 2 \cdot (5 - 1.7) = 11,6$  cm. De verblijftijd in propstroomer  $\mathcal{G}$  is dus 25,8 seconden.

Het droge-stofgehalte en de totale verblijftijd in  $\mathcal{D}$  ( $= \mathcal{D}^a + \mathcal{D}^b$ ) is in deze situatie toevallig gelijk aan die in propstroomer  $\mathcal{A}$ . De verblijftijd van 12,8 sec. in  $\mathcal{D}$  is opgesplitst in 6,3 sec. voor  $\mathcal{D}^a$  en 6,5 sec. voor  $\mathcal{D}^b$ .

Voor een draaibeweging van de zeefplaten kunnen op analoge wijze de verschillende massastromen, verblijftijden etc. van de propstromers in het stromingspatroonmodel bepaald worden. Hierbij moet rekening worden gehouden dat een draaibeweging de klei 1 cm opwervelt en 9 cm naar beneden wervelt.

Voor een lage bewegingsfrequentie van de platen is het model minder geschikt, omdat de verschillende sectoren elkaars stromen dan beïnvloeden.

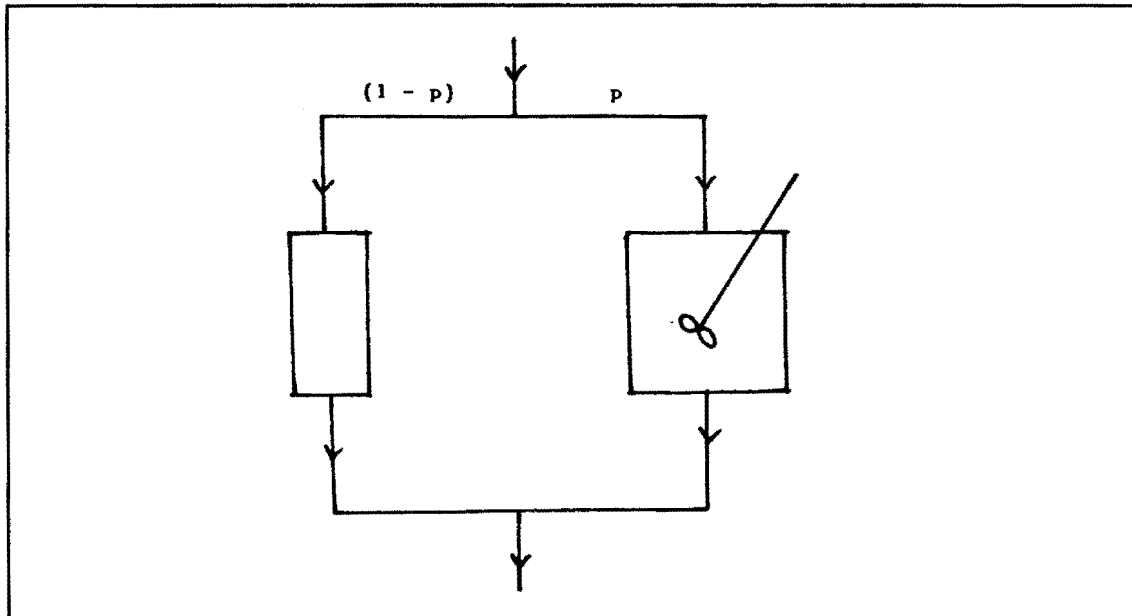
Over het stromingspatroonmodel zoals weergegeven in figuur 5.2. kunnen een groot aantal massabalansen van geflocculeerde klei worden opgesteld. Deze balansen worden in bijlage 9. gegeven. Op dit moment zijn dus niet alle stromen in en lengtes van de propstromers bekend, waardoor er geen totale  $\bar{\tau}_{pl}$  te berekenen valt.

Met het stromingspatroonmodel voor klei kan de invloed van de zeefplaat op de stoming van geflocculeerde klei beter worden begrepen. Dit model kan ook gebruikt worden om na te gaan of het geschikt is de verblijftijdspreiding van klei te beschrijven. Door de uitgebreidheid van het model zal het fitten met behulp van computerprogramma's moeten gebeuren.

Indien het model geschikt is kunnen hiermee parameters, zoals de fraktie geflocculeerde klei die opwervelt, onder verschillende procesomstandigheden worden bepaald. Verder is het dan mogelijk om de verblijftijd(spreiding) onder verschillende procesomstandigheden te voorspellen.

Op dit moment is het uitgebreide hydrodynamische model nog niet volledig beschreven. Daarom zal in dit verslag niet het uitgebreide stromingspatroonmodel worden gebruikt, maar een eenvoudig model van een parallel geschakelde propstomer en ideale menger (figuur 5.4.). Hiermee kan dan geprobeerd worden om de experimentele VTS-resultaten te modelleren.

Dit model beschrijft 10 cm van de tegenstroomkolom, met daarin één zeefplaat. De totale kleistroom wordt nu voor de eenvoud in slechts twee stromen gesplitst.



Figuur 5.4. Model van een zeefplaat weergegeven door een parallel geschakelde propstomer en een ideale menger.



De propstomer omvat de geflocculeerde klei die boven en onder de zeefplaatgaten en de rand tussen de kolomwand en de zeefplaat aanwezig is. De ideale menger daarentegen omvat de klei die boven en onder de zeefplaat aanwezig is en aan bezinking en zeefplaatbewegingen onderhevig is.

Aan de hand van een negatieve stap kan de gemiddelde verblijftijd  $\bar{\tau}_{pl}$  en de variantie  $\sigma_{t,pl}^2$  over één plaat worden bepaald. De cumulatieve verblijftijdverdeling  $F_{t,pl}^\downarrow(t)$  van een negatieve stap wordt in het model gegeven door vergelijking 5.23. Hierin is  $H(t - \bar{\tau}_p)$  de heavy-stepfunctie, die 0 is als de tijd  $t$  kleiner is dan de gemiddelde verblijftijd van de propstomer  $\bar{\tau}_p$  en 1 als  $t$  groter dan of gelijk aan  $\bar{\tau}_p$  is (vergelijking 5.24.). De fraktie zeefplaatoppervlak wordt weergegeven door  $p$ , terwijl de verhouding tussen het volume en de volumestroom van de propstomer en de ideale menger respectievelijk door  $\bar{\tau}_p$  en  $\bar{\tau}_m$  wordt weergegeven.

$$F_{t,pl}^\downarrow(t) = (1 - p) * \{1 - H(t - \bar{\tau}_p)\} + p * e^{-t/\bar{\tau}_m} \quad (5.23.)$$

$$H(t - \bar{\tau}_p) = 0 \quad \text{als } t < \bar{\tau}_p \quad (5.24.a.)$$

$$H(t - \bar{\tau}_p) = 1 \quad \text{als } t \geq \bar{\tau}_p \quad (5.24.b.)$$

De gemiddelde verblijftijd  $\bar{\tau}_{pl}$  en de variantie  $\sigma_{t,pl}^2$  kunnen berekend worden met respectievelijk vergelijking 5.4. en 5.7. Dit heeft als resultaat:

$$\bar{\tau}_{pl} = (1 - p) * \tau_p + p * \tau_m \quad (5.25.)$$

$$\sigma_{t,pl}^2 = \{(1 - p)^2 + (1 - p)\} * \bar{\tau}_p^2 - 2p * (1 - p) * \bar{\tau}_p * \bar{\tau}_m + (2p - p^2) * \bar{\tau}_m^2 \quad (5.26.)$$

Tenslotte kan de gemiddelde verblijftijd  $\bar{\tau}_k$  in de kolom (zonder conus) en de variantie  $\sigma_{t,k}^2$  aan de vergelijkingen 5.25. en 5.26. worden gekoppeld. De verblijftijdspreiding van de klei wordt bepaald door 13 platen en een deel kolom van 26 cm tussen de laatste plaat en de conus. Dit laatste deel kan als een propstomer met een lengte van 26 cm worden beschouwd, terwijl de 13 platen elk door het model in figuur 5.4. worden weergegeven.  $\bar{\tau}_k$  en  $\sigma_{t,k}^2$  kunnen nu berekend worden door vergelijking 5.27. respectievelijk 5.28.

$$\bar{\tau}_k = \bar{\tau}_u + 13\bar{\tau}_{pl} \quad (5.27.)$$

$$\sigma_{t,k}^2 = 0 + 13\sigma_{t,pl}^2 \quad (5.28.)$$

Deze vergelijkingen zullen toegepast worden op experimentele VTS-resultaten. Hierdoor kan beoordeeld worden of het eenvoudige model geschikt is, om de VTS-resultaten mee weer te geven.

## 6. Resultaten verblijftijdspreidingsexperimenten en discussie.

### 6.1. Inleiding.

In dit hoofdstuk zal ingegaan worden op de verblijftijdspreiding in de tegenstroomkolom. De invloed van de bewegingsfrequentie en het oppervlak van de zeefplaten op de VTS van zowel Rijnklei als extractiemiddel is nagegaan in een vijftal experimenten. Indien deze invloed bekend is, kan hiermee de verblijftijdspreiding in de tegenstroomkolom gestuurd worden. Andere procesvariabelen zoals de in- en uitvoerstromen en de valsnelheid van geflocculeerde klei zullen in het kort worden aangestipt. Deze procesvariabelen hebben ook invloed op de VTS van klei en/of extractiemiddel, maar zijn tijdens de VTS-experimenten konstant gehouden. De invloed van flocculatie op de valsnelheid van klei is reeds in hoofdstuk 3. behandeld. Verder staan in hoofdstuk 4. de uitvoering en de procesomstandigheden van de VTS-experimenten beschreven.

Procesomstandigheden, VTS-curven, gemiddelde verblijftijd en variantie van de kleistapfuncties zullen in de volgende paragraaf worden vermeld. Hierna wordt in de discussie in §6.3. ingegaan op de invloed van de zeefplaten op de verblijftijdspreiding van klei. In deze paragraaf worden ook met behulp van de modellen uit hoofdstuk 5. de mate van menging en de geschiktheid van deze modellen voor de VTS van klei bekeken. Tenslotte worden in §6.4. de resultaten van de stapfuncties in het extractiemiddel vermeld en deze in een discussie behandeld.

### 6.2. Resultaten van de stapfuncties in klei.

In tabel 6.1. t/m 6.3. is een overzicht gegeven van de belangrijkste procesomstandigheden gedurende de stapfuncties in klei tijdens de VTS-experimenten 880121, 880317 en 880428.

De procesomstandigheden gedurende de stapfunctie in klei tijdens de VTS-experimenten 871014 en 871021 worden door Van Poppel<sup>(12)</sup> vermeld. Deze worden niet in dit verslag vermeld, omdat uit de resultaten blijkt dat kalk ongeschikt is als tracer (zie §6.3.). De procesomstandigheden van de vijf VTS-experimenten komen overeen met de procesomstandigheden zoals die in §4.2.1. vermeld zijn.

De procesomstandigheden varieerden gedurende de experimenten. Daarom zijn meestal naast over de tijd gewogen gemiddelden ook de range van de waarden gegeven. De procesomstandigheden van de stapfuncties zijn bepaald door waarden van 30 minuten vóór de stap in de invoer tot en met voltooiing van de stap in de uitvoer in beschouwing te nemen. De invoer van het extractiemiddel is berekend uit de totale massabalans over de kolom. De range van verschillende stromen en droge-stofgehalten zijn groot doordat tijdens de experimenten een aantal keren verstoppingen zijn opgetreden en pompen uitgevallen. In het gedeelte boven de kleinvoer van de kolom is accumulatie van fijne kleideeltjes opgetreden. Enkele minuten na het uitvoeren van de stap in de invoer wordt een sterke daling of stijging van ~~HET~~ kleiniveau in de conus waargenomen. Om toch het kleiniveau enigszins konstant te houden, wordt het afvoerdebiet verlaagd of verhoogd. Tenslotte kan over de tabellen 6.1. t/m 6.3. opgemerkt worden, dat het droge-stofgehalte van de conus en de kolom op het einde van de dag is bepaald. Het droge-stofgehalte van de kolom geldt voor het gedeelte tussen de kleinvoer en het begin van de conus.

Tabel 6.1. Procesomstandigheden tijdens VTS-experiment 880121.

draaifrequentie zeefplaten:	6,82 min <sup>-1</sup>
slagfrequentie zeefplaten:	0 min <sup>-1</sup>
voorraadvat: -Rn:	d.s. = 5,02 mX
	$C_k^{Cu}$ = 42 ppm
-RnCu:	d.s. = 4,85 mX
	$C_k^{Cu}$ = 6365 ppm
conus:	d.s. = 16,6 mX
kolom:	d.s. = 1,2 mX

## 6. Resultaten en discussie

1 <sup>ste</sup> stapfunctie klei: Rn naar RnCu								
	F (kg/h)		d.s. (mX)		F <sub>k</sub> (kg/h)		τ <sub>c</sub> (min)	
	range	gemiddelde	range	gemiddelde	range	gemiddelde	range	gemiddelde
Rn-invoer kolom	3,47-3,75	3,63	15,6-18,2	16,9	0,54-0,68	0,61	-	-
RnCu-invoer kolom	3,62-4,10	3,83	18,9-27,0	24,3	0,68-1,07	0,93	-	-
overloop kolom	7,6-13,8	10,8	0,03-0,05	0,04	0,004-0,006	0,004	-	-
afvoer kolom	2,7-5,3	4,0	10,7-16,3	13,6	0,43-0,73	0,54	-	-
invoer extractiemiddel	9,3-14,0	11,1	-	-	-	-	-	-
conus	-	-	-	-	-	-	7,5-15,5	8,7

2 <sup>de</sup> stapfunctie klei: RnCu naar Rn								
	F (kg/h)		d.s. (mX)		F <sub>k</sub> (kg/h)		τ <sub>c</sub> (min)	
	range	gemiddelde	range	gemiddelde	range	gemiddelde	range	gemiddelde
RnCu-invoer kolom	3,69-3,98	3,83	25,3-27,0	25,9	0,93-1,07	0,99	-	-
Rn-invoer kolom	3,41-3,89	3,63	24,4-29,2	26,8	0,63-1,14	0,97	-	-
overloop kolom	11,1-19,8	14,3	0,18-0,20	0,19	0,02-0,04	0,03	-	-
afvoer kolom	3,7-7,9	6,1	9,7-15,0	13,0	0,41-1,18	0,79	-	-
invoer extractiemiddel	14,1-19,9	16,7	-	-	-	-	-	-
conus	-	-	-	-	-	-	4,3-9,6	6,3

Tabel 6.2. Procesomstandigheden tijdens VTS-experiment 860317.

draaifrequentie zeefflaten: 1,43 min<sup>-1</sup>  
 slagfrequentie zeefflaten: 0 min<sup>-1</sup>  
 voorraadvat: -RnCu: d.s. = 4,90 mX  
                   C<sub>k</sub><sup>Cu</sup> = 4227 ppm  
                   C<sub>k</sub><sup>Cr</sup> = 84 ppm  
 -RnCr: d.s. = 5,07 mX  
                   C<sub>k</sub><sup>Cu</sup> = 51 ppm  
                   C<sub>k</sub><sup>Cr</sup> = 3692 ppm  
 conus: d.s. = 23,5 mX  
 kolom: d.s. = 0,2 mX

1 <sup>ste</sup> stapfunctie klei: RnCu naar RnCr								
	F (kg/h)		d.s. (mX)		F <sub>k</sub> (kg/h)		τ <sub>c</sub> (min)	
	range	gemiddelde	range	gemiddelde	range	gemiddelde	range	gemiddelde
RnCu-invoer kolom	3,72-4,13	4,00	8,1-8,9	8,5	0,30-0,37	0,34	-	-
RnCr-invoer kolom	3,26-3,57	3,47	13,4-20,7	17,5	0,43-0,74	0,61	-	-
overloop kolom	10,5-14,7	12,5	-	0,05	0,005-0,007	0,006	-	-
afvoer kolom	3,7-7,6	5,0	7,7-9,0	8,5	0,28-0,68	0,43	-	-
invoer extractiemiddel	12,8-16,2	13,9	-	-	-	-	-	-
conus	-	-	-	-	-	-	3,1-10,6	6,0

2 <sup>de</sup> stapfunctie klei: RnCr naar RnCu								
	F (kg/h)		d.s. (mX)		F <sub>k</sub> (kg/h)		τ <sub>c</sub> (min)	
	range	gemiddelde	range	gemiddelde	range	gemiddelde	range	gemiddelde
RnCr-invoer kolom	3,36-3,55	3,47	13,4-13,9	13,7	0,45-0,49	0,48	-	-
RnCu-invoer kolom	3,19-4,19	3,54	10,1-14,4	12,1	0,32-0,60	0,43	-	-
overloop kolom	11,3-14,4	13,2	-	0,15	0,017-0,022	0,02	-	-
afvoer kolom	2,3-6,5	4,9	7,2-13,6	9,1	0,27-0,53	0,44	-	-
invoer extractiemiddel	12,7-17,8	14,6	-	-	-	-	-	-
conus	-	-	-	-	-	-	2,9-12,0	4,8

Tabel 6.3. Procesomstandigheden tijdens VTS-experiment 880428.								
draanfrequentie zeefflaten: 0 min <sup>-1</sup> slagfrequentie zeefflaten: 8,93 min <sup>-1</sup> voorraadvat: -RnCu: d.s. = 5,15 m% C <sub>k</sub> <sup>Cu</sup> = 4276 ppm C <sub>k</sub> <sup>Cr</sup> = 100 ppm -RnCr: d.s. = 5,25 m% C <sub>k</sub> <sup>Cu</sup> = 40 ppm C <sub>k</sub> <sup>Cr</sup> = 3788 ppm conus: d.s. = 10,4 m% kolom: d.s. = 0,7 m%								
1 <sup>ste</sup> stapfunctie klei: RnCu naar RnCr								
	F (kg/h)		d.s. (m%)		F <sub>k</sub> (kg/h)		τ <sub>c</sub> (min)	
	range	gemiddelde	range	gemiddelde	range	gemiddelde	range	gemiddelde
RnCu-invoer kolom	2,81-3,05	3,14	10,8-11,9	11,4	0,30-0,36	0,36	-	-
RnCr-invoer kolom	3,46-3,81	3,67	17,9-18,9	18,4	0,62-0,72	0,68	-	-
overloop kolom	7,8-13,8	11,7	-	0,06	0,005-0,008	0,007	-	-
afvoer kolom	2,5-8,7	4,9	7,8-16,5	12,6	0,27-1,14	0,62	-	-
invoer extractiemiddel	11,9-17,7	13,1	-	-	-	-	-	-
conus	-	-	-	-	-	-	5,5-16,0	11,2
2 <sup>de</sup> stapfunctie klei: RnCr naar RnCu								
	F (kg/h)		d.s. (m%)		F <sub>k</sub> (kg/h)		τ <sub>c</sub> (min)	
	range	gemiddelde	range	gemiddelde	range	gemiddelde	range	gemiddelde
RnCr-invoer kolom	3,33-3,48	3,40	10,4-10,6	10,5	0,35-0,37	0,36	-	-
RnCu-invoer kolom	3,12-3,65	3,40	20,5-25,0	22,7	0,64-0,91	0,77	-	-
overloop kolom	12,6-13,8	13,3	-	0,15	0,019-0,021	0,02	-	-
afvoer kolom	3,0-4,2	3,9	7,8-14,0	10,4	0,29-0,59	0,41	-	-
invoer extractiemiddel	13,1-14,2	13,8	-	-	-	-	-	-
conus	-	-	-	-	-	-	7,0-10,1	8,6

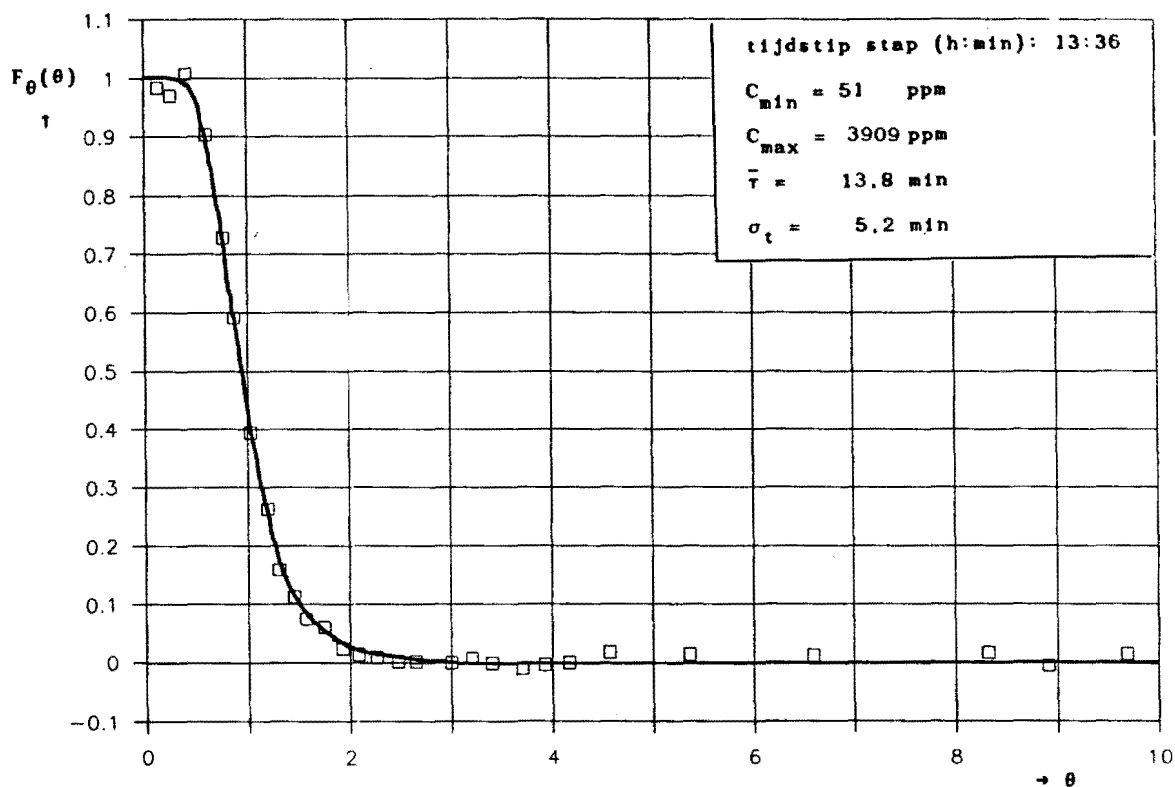
In figuur 6.1. is de dimensieloze verblijftijdspreidingscurve van de negatieve stap in de tracer Cu<sup>2+</sup> tijdens VTS-experiment 880317 als voorbeeld gegeven. Tevens zijn de andere dimensieloze VTS-curven van de stapfuncties in klei tijdens experiment 880317 in bijlage 10. vermeld. De verblijftijdspreiding van klei zoals gegeven in figuur 6.1. wordt gecorrigeerd voor de verblijftijd van de klei in de conus. Het resultaat van deze correctie, die beschreven staat in §4.3.3. en bijlage 7., is in figuur 6.2. gegeven. In bijlage 10. staan ook de VTS-curven van klei tijdens experiment 880317 met correctie van de conus. De resultaten van de afzonderlijke metingen van VTS-experimenten 880121, 880317 en 880428 zijn in bijlage 11. gegeven.

Het verloop van een VTS-curve met een metaaltracer in de klei en gebruik makend van zeefplaten type II, kan in het algemeen na correctie van de conus als volgt worden beschreven. Na het uitvoeren van de stap in de invoer blijft de metaalconcentratie de eerste 2 à 3 minuten konstant. Hierna vindt er een sterke daling of stijging van de metaalconcentratie plaats. De metaalconcentratie zal daarna langzamer naar een konstante waarde gaan. In een aantal VTS-curven wordt een staart waargenomen, die een grote invloed heeft op het verloop van het uiteinde van een VTS-curve.

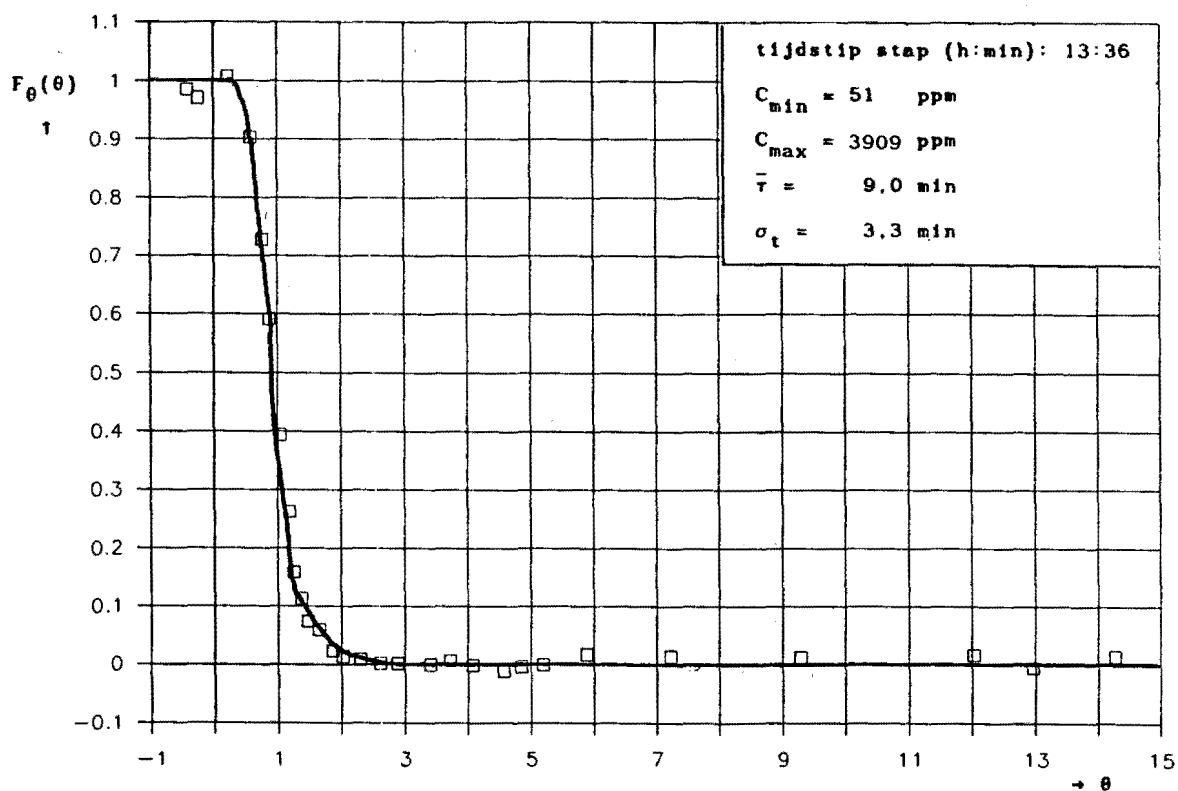
Van de verschillende VTS-curven is de gemiddelde verblijftijd  $\bar{\tau}$  en de standaarddeviatie  $\sigma_t$  met behulp van lineaire interpolatie (vergelijking 5.12. t/m 5.15.) bepaald. Hierbij is onderscheid tussen VTS-curven met en zonder correctie van de conus gemaakt. Het verschil tussen de gemiddelde verblijftijden in deze twee situaties levert de gemiddelde verblijftijd  $\bar{\tau}_c$  in de conus op.

Om de verschillende  $\bar{\tau}$  en  $\sigma_t$  beter te kunnen vergelijken, worden de  $\bar{\tau}$  en  $\sigma_t$  ook van de VTS-curven bepaald, indien de staart buiten beschouwing wordt gelaten. Levenspiel<sup>(18)</sup> beschouwt een VTS-curve met een staart (dood volume) als een ruimte in de kolom waar de massastromen veel langzamer doorheen bewegen dan de massastromen door de rest van de kolom. In een model kan dit opgevat worden als een parallelle schakeling van een dode ruimte (staart) en een doorstroomde ruimte. Op grond hiervan wordt de VTS-curve na een redelijk gekozen tijd buiten beschouwing gelaten, terwijl echter de minimale en maximale tracerconcentratie bij de bepaling van  $\bar{\tau}$  en  $\sigma_t$  hetzelfde blijven. De gemiddelde verblijftijd  $\bar{\tau}$  en de standaarddeviatie  $\sigma_t$  staan voor de verschillende VTS-curven in tabel 6.4. vermeld.

## 6. Resultaten en discussie



Figuur 6.1. Dimensieloze VTS-curve van de negatieve stap in de tracer  $\text{Cu}^{2+}$  tijdens VTS-experiment 880317, waarbij niet voor de conus gecorrigeerd is.



Figuur 6.2. Dimensieloze VTS-curve van de negatieve stap in de tracer  $\text{Cu}^{2+}$  tijdens VTS-experiment 880317, waarbij wel voor de conus gecorrigeerd is.



Tabel 6.4. De gemiddelde verblijftijd  $\bar{t}$  en de standaarddeviatie  $\sigma_t$  van de VTS-experimenten.

Experiment	gehele curve				curve zonder staart			
	zonder conuskorrektie		met conuskorrektie		zonder conuskorrektie		met conuskorrektie	
	$\bar{t}$ (min)	$\sigma_t$ (min)	$\bar{t}$ (min)	$\sigma_t$ (min)	$\bar{t}$ (min)	$\sigma_t$ (min)	$\bar{t}$ (min)	$\sigma_t$ (min)
Exp. 871014, W1→Rn	45.0	14.0	22.6	14.0	-	-	-	-
Exp. 871021, Rn→W1	37.0	6.3	21.7	5.1	-	-	-	-
Exp. 871021, W1→Rn	68.6	31.2	31.8	30.4	-	-	-	-
Exp. 880121, Rn→RnCu	17.2	5.1	8.5	4.0	-	-	-	-
Exp. 880121, RnCu→Rn	20.0	11.3	13.7	12.1	17.9	5.2	11.9	6.7
Exp. 880317, RnCu→RnCr, tracer Cu <sup>2+</sup>	13.8	5.2	9.0	3.3	-	-	-	-
Exp. 880317, RnCu→RnCr, tracer Cr <sup>3+</sup>	13.8	4.5	8.5	2.9	-	-	-	-
Exp. 880317, RnCr→RnCu, tracer Cu <sup>2+</sup>	16.2	7.8	11.3	6.1	15.2	4.7	10.7	4.3
Exp. 880317, RnCr→RnCu, tracer Cr <sup>3+</sup>	15.9	6.6	11.1	5.6	15.1	4.4	10.8	4.7
Exp. 880428, RnCu→RnCr, tracer Cu <sup>2+</sup>	23.3	9.6	12.1	10.4	22.6	5.3	11.4	5.3
Exp. 880428, RnCu→RnCr, tracer Cr <sup>3+</sup>	21.8	4.5	10.7	4.0	-	-	-	-
Exp. 880428, RnCr→RnCu, tracer Cu <sup>2+</sup>	19.0	6.5	10.5	6.5	18.8	5.9	10.4	6.1
Exp. 880428, RnCr→RnCu, tracer Cr <sup>3+</sup>	19.8	5.9	10.0	5.7	18.6	5.2	9.9	5.2

### 6.3. Discussies van de stapfuncties in klei.

De procesomstandigheden tijdens de stapfuncties van klei zijn voor verschillende VTS-experimenten in de tabellen 6.1. t/m 6.3. vermeld. Hierbij is uitgegaan van een ½ uur voor de stap in de invoer tot en met voltooiing van de stap in de uitvoer, omdat dan alle variaties in de procesomstandigheden die invloed hebben op de stapfunctie in deze periode zichtbaar zijn.

Het blijkt dat het uitvoeren van een stap in de invoer duidelijk invloed heeft op de procesomstandigheden in de kolom. Het debiet van de invoer is goed te regelen, maar het droge-stofgehalte hiervan is zeer moeilijk te beïnvloeden. Door de variatie in dit droge-stofgehalte verandert de massastroom klei, waardoor onder andere het kleiniveau in de conus verandert en daardoor ook het afvoerdebiet veranderd moet worden. Opvallend is dat bij een stap, gemaakt vanuit de onderste naar de bovenste bezinker, het niveau in de conus bij een konstant afvoerdebiet sterk stijgt.

Daarentegen daalt het niveau van de conus sterk, indien de stap uitgevoerd wordt vanuit de bovenste naar de onderste bezinker. Hierbij is er echter geen verband tussen het droge-stofgehalte van de kleistroom en de bezinker waaruit deze vandaan komt.

Het uitvoeren van een stapfunctie verstoort het stationair gedrag in de tegenstroomkolom. Deze verstoring wordt waarschijnlijk kleiner, indien de bezinkers op gelijke hoogte geplaatst worden.

Doordat er geen stationair gedrag is bij het uitvoeren van een stapfunctie, is het niet zinvol massabalansen op te stellen met behulp van de procesomstandigheden vermeld in de tabellen 6.1. t/m 6.3. Stationair gedrag kan wel verwacht worden in de periode nadat de stapfunctie in de uitvoer voltooid is. De meeste massabalansen over de klei geven in de verschillende VTS-experimenten echter een afwijking tussen de 15 en 30 %. Hieruit volgt dat de tegenstroomkolom blijkbaar toch niet stationair is; ook niet na voltooiing van de stapfunctie in de afvoer. De oorzaak kan liggen in het feit dat veranderingen in één van de processtromen pas na ongeveer een ½ uur volledig tot uitdrukking komen in de andere stromen. Het ½ uur komt overeen met de tijd dat een stapfunctie, uitgevoerd met zeefplaten type II, in de afvoer voltooid is. Zo zal bijvoorbeeld een schommeling in het droge-stofgehalte van de invoer een verandering van het kleiniveau in de conus geven (accumulatie).

De eerste twee VTS-experimenten (871014 en 871021) zijn uitgevoerd met kalk als tracer voor de klei. Indien de resultaten van een negatieve en positieve stap met behulp van N en Pe met elkaar worden vergeleken (tabel 6.5.), dan is het mogelijk de geschiktheid van kalk als tracer na te gaan. De resultaten van de VTS-experimenten 881014 en 881021 zijn gecorrigeerd voor de conus, waarbij het conusniveau gedurende het uitvoeren van de stapfunctie als konstant wordt

verondersteld. Om na te gaan of de tracer geschikt is, ~~KUNNEN~~ het beste de situaties met elkaar worden vergeleken, waarbij er voor de klei in de conus gecorrigeerd is.

Tabel 6.5. Het getal van Peclet $Pe$ en het aantal mengers $n$ van de VTS-experimenten met kalk als tracer.				
Experiment	zonder conuskorrektie		met conuskorrektie	
	$Pe$	$N$	$Pe$	$N$
Exp. 871014, $W_i \rightarrow R_n$	19,8	10,4	4,0	2,4
Exp. 871021, $R_n \rightarrow W_i$	68,0	34,5	35,3	18,4
Exp. 871021, $W_i \rightarrow R_n$	8,5	4,8	0,3	1,1

Uit tabel 6.5. blijkt dat de positieve stap ( $W_i$  naar  $R_n$ ) een veel lagere  $Pe$  en  $N$  heeft dan de negatieve stap. Uit de negatieve stap volgt dat de kolom zich als een propstromer gedraagt, terwijl de positieve stap door 1 à 2 ideale mengers in serie gekenmerkt wordt.

Een mogelijke verklaring kan gevonden worden in het verschil in valsnelheden van geflocculeerde Rijn- en Winsumklei. Bij een VTS-experiment met een positieve stap valt de Rijnklei sneller dan de Winsumklei, waardoor er een grote menging ontstaat. Daarentegen zal een stap van Rijn- naar Winsumklei tot gevolg hebben dat er een scherpe scheiding tussen de kleisoorten ontstaat, doordat Rijnklei sneller valt dan Winsumklei. Deze scherpe scheiding uit zich in de resultaten in een propstroomgedrag.

Van Poppel<sup>(12)</sup> heeft bekeken of de valsnelheden van geflocculeerde Rijn- en Winsumklei op elkaar af te stemmen zijn.

Hij komt tot de konklusie dat dit mogelijk is, maar dat de valsnelheidsverdeling van de verschillende vloggrootteverdelingen niet op elkaar zijn af te stemmen. Samenvattend kan er geconcludeerd worden, dat kalk geen goede tracer is om er de VTS van klei mee te bepalen.

In VTS-experiment 880121 is bekeken of het metaalion  $\text{Cu}^{2+}$  geschikt is als tracer.

Uit visuele waarnemingen tijdens VTS-experimenten 871014 en 871021 is gebleken dat een deel van de kleistroom in korte tijd via de ruimte tussen de zeefplaat en de kolomwand (propstomer 6: figuur 5.2.) een grote afstand aflegt. Deze klei zal een kortere verblijftijd in de kolom hebben, waardoor het extractierendement minder zal zijn. Om de kortsluiting te verminderen is er tijdens VTS-experiment 880121 gebruik gemaakt van een ander type zeefplaten (type II: bijlage 1.), waarvan het oppervlak tussen de zeefplaten en de kolomwand  $2,34 \text{ cm}^2$  in plaats van  $14,92 \text{ cm}^2$  is. Het oppervlak aan gaten in de zeefplaten is ook toegenomen om ophoping van klei tussen de zeefplaten te voorkomen. Door deze twee veranderingen tezamen wordt het totale open oppervlak minder, waardoor een verhoging van de gemiddelde verblijftijd  $\bar{\tau}$  ten opzichte van de VTS-experimenten 871014 en 871021 ( $\bar{\tau}$  in deze experimenten ongeveer 20 à 30 min.) verwacht wordt.

Tijdens VTS-experiment 880121 zijn andere zeefplaatbewegingen gebruikt dan tijdens de experimenten ervoor. Deze keer is gekozen voor alleen een draaibeweging van de zeefplaten, omdat verwacht wordt dat de menging van de klei bij een draaibeweging (horizontaal) minder is dan bij een slagbeweging (vertikaal). Geringe menging is gunstig voor de extractie van klei. Verder wordt er verwacht dat de extractie van klei die bezonken is op de zeefplaten geringer zal zijn dan klei die valt en dus volledig omringd is door extractiemiddel. Om deze reden is er voor een hoge draaifrequentie van de platen gekozen.

Indien de positieve en negatieve stap van VTS-experiment 880121 met elkaar vergeleken worden, dan blijken de gemiddelde verblijftijd  $\bar{\tau}$  en de standaarddeviatie  $\sigma_{\tau}$  redelijk met elkaar overeen<sup>TE</sup> komen voor de situatie met conuscorrectie en zonder een eventuele staart (tabel 6.4.). Dit is zeker het geval indien eraan gedacht wordt dat de procesomstandigheden variëren en dat het uitvoeren van een stap zeer nadelig is voor de stationaire toestand in de tegenstroomkolom. De in tabel 6.6. gegeven waarden voor  $Pe$  en  $n$  komen voor de positieve en negatieve stap, met conuscorrectie en zonder staart, nog beter met elkaar overeen. Voor de positieve stap zijn  $Pe$  en  $n$  respectievelijk 7,7 en 4,4, terwijl deze waarden voor de negatieve stap 5,0 en 3,1 zijn. Een metaalion, in dit geval  $Cu^{2+}$ , is geschikt om als tracer voor klei te worden gebruikt.

De verkleining van de ruimte tussen de kolomwand en de zeefplaten heeft een positief effect gehad. Uit visuele waarnemingen is gebleken dat de hoeveelheid klei, die via deze ruimte in korte tijd een grote afstand aflegt, zeer sterk gedaald is.

De gemiddelde verblijftijd  $\bar{\tau}$  is in VTS-experiment 880121 niet toegenomen of gelijk gebleven, maar ten opzichte van de experimenten ervoor zelfs afgenomen (tabel 6.5.). Voor de positieve stap is  $\bar{\tau}$  8,5 min. en voor de negatieve stap 11,9. Ook hier zijn de waarden voor  $\bar{\tau}$  bekeken in een situatie met conuscorrectie en zonder staart. Het verschil in  $\bar{\tau}$  ligt ook nu waarschijnlijk aan de variatie in de procesomstandigheden tijdens het VTS-experiment. Ondanks dit komen de waarden van  $\bar{\tau}$  redelijk met elkaar overeen.

De oorzaak van de daling in de gemiddelde verblijftijd kan verklaard worden door de hoge draaifrequentie van de zeefplaten. Door deze hoge frequentie zal slechts een geringe hoeveelheid klei de tijd hebben om op de zeefplaten te bezinken.

Hierdoor is  $\bar{\tau}$  lager dan in de VTS-experimenten 871014 en 871021. Tijdens deze experimenten was de frequentie van de draai en slag tezamen ( $4,70 \text{ min}^{-1}$ ) lager dan die in VTS-experiment 880121 ( $6,82 \text{ min}^{-1}$ ).

In VTS-experiment 880317 is de draaifrequentie verlaagd, zodat er voldoende tijd voor de geflocculeerde klei is om op de zeefplaten te bezinken. De draaifrequentie is ten opzichte van VTS-experiment 880121 verlaagd van  $6,82$  naar  $1,43 \text{ min}^{-1}$ . De nieuwe frequentie is zodanig gekozen, dat de tijd tussen twee zeefplaatbewegingen ongeveer overeen komt met de tijd waarin een geflocculeerd kleideeltje  $10 \text{ cm}$  in de kolom valt. Het gevolg hiervan is dat in deze tijd een kompartiment tussen twee zeefplaten kan bezinken op de onderste zeefplaat van de twee. Er wordt verwacht dat de  $\bar{\tau}$  van dit experiment groter zal zijn dan  $20$  à  $30$  minuten (= ongeveer de  $\bar{\tau}$  in VTS-experiment 871014 en 871021). Doordat de frequentie omlaag moet, zal dit waarschijnlijk een nadelige invloed hebben op de extractie van klei, die bezonken is op de zeefplaten. Er mag echter aangenomen worden, dat dit voldoende gecompenseerd wordt door de langere verblijftijd in de kolom.

Tabel 6.6. Het getal van Peclet  $Pe$  en het aantal mengers  $n$  van de VTS-experimenten met een metaalion als tracer.

Experiment	gehele curve				curve zonder staart			
	zonder conuskorrektie		met conuskorrektie		zonder conuskorrektie		met conuskorrektie	
	Pe	n	Pe	n	Pe	n	Pe	n
Exp. 880121, Rn-RnCu	22.1	11.6	7.7	4.4	-	-	-	-
Exp. 880121, RnCu-Rn	5.0	3.1	0.7	1.3	22.6	11.8	5.0	3.1
Exp. 880317, RnCu-RnCr, tracer $\text{Cu}^{2+}$	13.2	7.2	13.4	7.2	-	-	-	-
Exp. 880317, RnCu-RnCr, tracer $\text{Cr}^{3+}$	17.5	9.3	16.6	8.9	-	-	-	-
Exp. 880317, RnCr-RnCu, tracer $\text{Cu}^{2+}$	7.5	4.3	5.7	3.4	19.6	10.4	16.1	8.6
Exp. 880317, RnCr-RnCu, tracer $\text{Cr}^{3+}$	10.7	5.9	6.8	4.0	22.9	12.0	9.4	5.3
Exp. 880428, RnCu-RnCr, tracer $\text{Cu}^{2+}$	10.7	5.9	1.0	1.4	35.9	16.0	8.3	4.7
Exp. 880428, RnCu-RnCr, tracer $\text{Cr}^{3+}$	46.0	23.5	13.0	7.0	-	-	-	-
Exp. 880428, RnCr-RnCu, tracer $\text{Cu}^{2+}$	16.2	8.7	3.9	2.6	19.1	11.1	4.7	3.0
Exp. 880428, RnCr-RnCu, tracer $\text{Cr}^{3+}$	19.0	10.0	4.9	3.1	24.7	12.9	6.0	3.6

Omdat in VTS-experiment 880121 gebleken is dat  $\text{Cu}^{2+}$  een goede tracer is, wordt in dit experiment (880317) een tweede tracer gebruikt, namelijk  $\text{Cr}^{3+}$ . De geschiktheid van deze tracer zal worden nagegaan.

Bij de resultatenbespreking van VTS-experiment 880317 wordt de situatie bekeken waarbij er voor de conus gecorrigeerd is en waarbij de staart van de curve buiten beschouwing wordt gelaten. Rekening houdend met hetgene dat opgemerkt is over de procesomstandigheden bij het nagaan van de geschiktheid van de tracer  $\text{Cu}^{2+}$ , kan voor de tracer  $\text{Cr}^{3+}$  worden vastgesteld dat deze geschikt is voor de VTS-experimenten. <sup>D $\epsilon$</sup> geschiktheid volgt niet uit Pe en n voor de positieve- en negatieve stap, maar uit het feit dat  $\bar{\tau}$  en  $\sigma_t$  van chroom goed overeenkomen met de  $\bar{\tau}$  en  $\sigma_t$  van koper in dezelfde situatie.

De verblijftijd is in VTS-experiment 880317 niet ten opzichte van VTS-experiment 880121 toegenomen, maar ongeveer hetzelfde gebleven. De  $\bar{\tau}$  voor de positieve  $\text{Cr}^{3+}$ -stap is 8,5 min en voor de negatieve  $\text{Cr}^{3+}$ -stap 10,8 min. Er bezinkt blijkbaar in VTS-experiment 880317 niet meer klei op de zeefplaten dan in VTS-experiment 880121, ondanks dat de draaifrequentie omlaag is gegaan. Op de oorzaak hiervan zal hieronder na VTS-experiment 880428 worden ingegaan.

Ter vergelijking van VTS-experiment 880121 en 880317 is er ook een VTS-experiment uitgevoerd met alleen een slagbeweging van de zeefplaten. Er wordt verwacht dat de verblijftijd van dit experiment een klein beetje groter is dan de  $\bar{\tau}$  in de experimenten met alleen een draaibeweging van de zeefplaten. Dit is op visuele waarnemingen gebaseerd. Tijdens een draaibeweging wervelt de klei maximaal ongeveer 1 cm omhoog en 9 cm naar beneden, terwijl tijdens een slag<sup>A</sup>beweging dit ongeveer 5 cm omhoog en 5 cm naar beneden is. Indien de hoeveelheid klei die naar beneden en omhoog wervelt gelijk is bij een slag- en een draaibeweging, dan zal de klei tijdens een draaibeweging netto verder getransporteerd worden in de kolom dan tijdens een slagbeweging.

Een nadeel van de slagbeweging is dat er een grotere menging van de klei wordt verwacht.

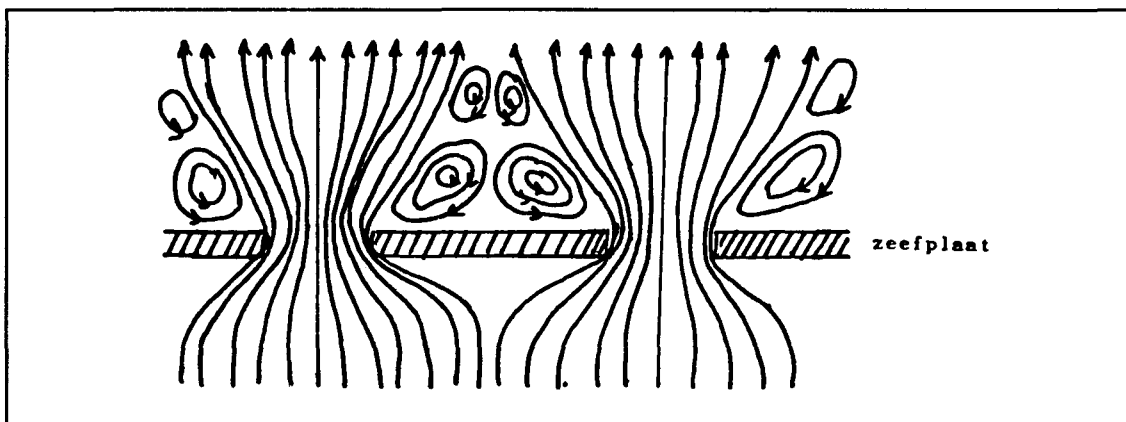
Uit de resultaten van VTS-experiment 880428 blijkt dat de gemiddelde verblijftijd van de curve met conuskorrektie en zonder staart groter is dan de  $\bar{\tau}$  van de VTS-experimenten met een draai. Het verschil in de gemiddelde  $\bar{\tau}$  tussen VTS-experiment 880428 en 880317 is niet groot. De gemiddelde  $\bar{\tau}$  is respectievelijk 10,6 en 9,8 min.

De VTS-experimenten met kalk en zeefplatentype I als tracer geven de indicatie dat de gemiddelde verblijftijd 20 à 30 minuten is. De laatste drie VTS-experimenten, die uitgevoerd zijn met zeefplatentype II, geven als resultaat een  $\bar{\tau}$  van tussen de 8 en 12 minuten. De zeefplaten kunnen tijdens deze laatste experimenten de  $\bar{\tau}$  niet duidelijk beïnvloeden door middel van beweging. Een mogelijke verklaring hiervoor is, dat de hoeveelheid klei klein is die op de zeefplaten type II kan bezinken.

Het extractiemiddel zal in de zeefplaatgaten een verhoogde snelheid hebben. De zeefplaten type I en II hebben in de gaten een snelheid van respectievelijk 1,0 en 1,2 cm/s. Na de zeefplaten zal het extractiemiddel wervels veroorzaken (figuur 6.3.) Deze wervels veroorzaken boven het dichte zeefplatenoppervlak een neerwaartse stroming richting de rand van de zeefplaat. Het gevolg hiervan is, dat door de wervels geflocculeerde klei van boven het dichte zeefplaatoppervlak naar de gaten stroomt. Dit geldt voor zowel klei die aan het vallen is als klei die reeds bezonken is op de zeefplaat.

De hoeveelheid klei die op de zeefplaten kan bezinken is hierdoor aan een maximum gebonden. Tijdens VTS-experimenten met zeefplaten type II zal deze hoeveelheid na een zeefplaatbeweging snel worden bereikt.





Figuur 6.3. Zijaanzicht van het stromingspatroon van het extractiemiddel.

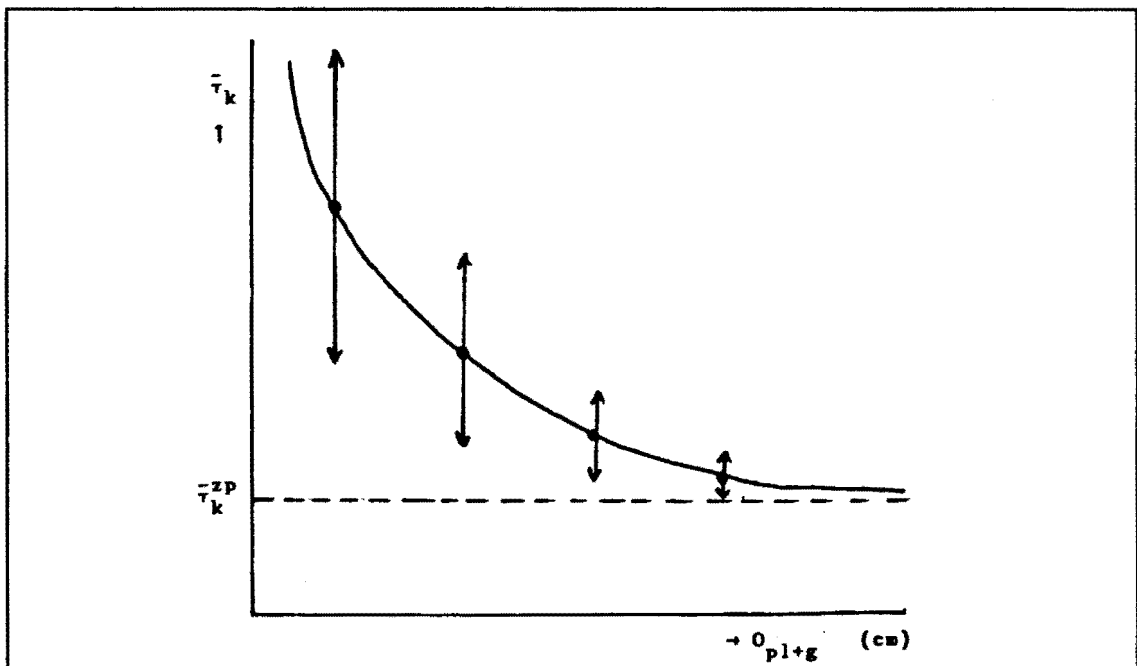
Dit wordt waarschijnlijk veroorzaakt door de grote omtrek van de gaten en de randen van de zeefplaten ( $O = 87,5 \text{ cm}$ ). Des te groter de omtrek, des te meer klei door de wervels naar de gaten en de rand stromen en des te kleiner de hoeveelheid klei bezonken op de platen. Indien er minder klei op de zeefplaten bezinkt, zal de verblijftijd van de klei afnemen.

De omtrek van de gaten en rand van de zeefplaat type I ( $O = 66,0 \text{ cm}$ ) is 25% minder dan die van type II. Hierdoor zal er meer klei op zeefplaat type I bezinken dan op type II, waardoor VTS-experimenten met type I een gotere  $\bar{\tau}$  hebben dan VTS-experimenten met type II. Doordat de  $\bar{\tau}$  van VTS-experiment 880121 (draaifrequentie:  $1,43 \text{ min}^{-1}$ ), is de maximale hoeveelheid klei op de zeefplaat type II al na 8,8 seconden na een zeefplaatbeweging bereikt. Hierdoor zijn er geen grote verschillen in de gemiddelde verblijftijd van VTS-experiment 880121, 880317 en 880428.

Dus niet alleen het dichte zeefplaatoppervlak heeft invloed op de  $\bar{\tau}_k$  van de klei, maar ook de omtrek van de gaten en de rand van de zeefplaten heeft een grote invloed.

Uit de VTS-experimenten blijkt zelfs dat de invloed van de omtrek op de  $\bar{\tau}$  waarschijnlijk groter is dan die van het oppervlak van de zeefplaten. De gemiddelde verblijftijd is sterk gedaald na verandering van de zeefplaten van type I in type II, ondanks het feit dat het dichte zeefplaatoppervlak is toegenomen. De omtrek van de gaten en de rand van de zeefplaat is daarom waarschijnlijk een goede parameter om de invloed van verschillende zeefplaten op de  $\bar{\tau}_k$  mee vast te leggen

Op grond van hierboven geschrevene is figuur 6.4. samengesteld. De curve geeft het gemiddelde verloop tussen de gemiddelde verblijftijd en de omtrek van de gaten en de rand van de zeefplaat aan. De verticale pijlen geven de invloed aan van de slag-en draaibewegingen van de zeefplaat op  $\bar{\tau}_k$ .



Figuur 6.4. Het verband zoals dat waarschijnlijk bestaat tussen de omtrek van de gaten en de rand van de zeefplaten en de gemiddelde verblijftijd van de klei in de kolom.

Indien de omtrek groot is, bezinkt er weinig klei op de platen, waardoor de klei weinig vertraagd wordt door de zeefplaten. Het verschil in de verblijftijd van klei in een experiment met zeefplaten met een grote omtrek met een kolom zonder zeefplaten is gering. De maximale hoeveelheid klei op de zeefplaten is in deze situatie na een plaatbeweging snel bereikt. Het gevolg hiervan is dat de slag- en draaibewegingen slechts geringe invloed kunnen uitoefenen op de  $\bar{\tau}_k$  (VTS-experimenten 880121, 880317 en 880428).

Indien de omtrek gering is, zal daarentegen veel klei op de zeefplaten bezinken, waardoor de gemiddelde verblijftijd van de klei in de kolom toeneemt. De invloed van een slag- of draaibeweging van de zeefplaat is ook groter doordat het langer duurt voordat de hoeveelheid klei op de zeefplaten maximaal is. Er zijn meer VTS-experimenten nodig om het verband tussen  $\bar{\tau}_k$  en de omtrek zoals die in figuur 6.4. is weergegeven te kunnen bevestigen.

De verblijftijden, het getal van Peclet en het aantal mengers  $n$  van de VTS-experimenten 880121, 880317 en 880428 kunnen met elkaar worden vergeleken (tabel 6.4. en 6.6.). Er zullen waarden voor de situatie met conuskorrektie en zonder staart uit deze tabellen met elkaar worden vergeleken. De gemiddelde verblijftijden van alle drie de VTS-experimenten zijn ongeveer even groot. De gemiddelde  $\bar{\tau}$  van VTS-experiment 880428 is het grootst van de drie. Dit kleine verschil kan veroorzaakt zijn door de afstand waarover de klei na een zeefplaatbeweging opwerfelt. Bij een slagbeweging (VTS-experiment 880428) wordt de klei netto hoger op gewerveld (5 cm boven en onder de zeefplaat) dan bij een draaibeweging (1 cm boven en 9 cm onder de plaat).

De mate van menging in de drie VTS-experimenten komt tot uitdrukking in  $Pe$  en  $n$ . Met het aantal mengers  $n$  zal de menging worden vergeleken in de drie VTS-experimenten.

Het aantal mengers  $n$  in VTS-experiment 880317 ( $n$  gem. = 7,5) is groter dan in de andere twee experimenten. In VTS-experiment 880121 en 880428 is het aantal mengers ongeveer even groot, namelijk gemiddeld 3,8 respectievelijk 4,6. Hieruit volgt dat niet de soort beweging (slag of draai) van de zeefplaten van invloed is op de menging maar de bewegingsfrequentie. Door een hoge bewegingsfrequentie kan er maar weinig verschil ontstaan tussen klei die op de platen bezinkt en klei die door de platen heen valt.

De verschillen in zowel  $\bar{\tau}$ ,  $\sigma_t$  als  $Pe$  en  $n$  zijn tussen de VTS-experimenten klein. Ze kunnen ook veroorzaakt worden door bijvoorbeeld variaties in de procesomstandigheden (niet stationair gedrag). De hierboven uitgevoerde vergelijkingen worden daarom ook met de nodige terughoudendheid gegeven.

Alle VTS-experimenten zijn gecorrigeerd voor de conus. Hierbij is aangenomen dat de conus een propstroomgedrag vertoont. Uit de positieve stap, uitgevoerd tijdens VTS-experiment 880121, blijkt dat deze aanname niet klopt (bijlage 12.). Er is namelijk al met  $Cu^{2+}$  verontreinigde klei in de afvoer voordat de stap uitgevoerd is, indien er voor de conus (als propstroom) gecorrigeerd wordt. Een mogelijke verklaring hiervoor is, dat de klei in het midden van de conus sneller naar de afvoer getransporteerd wordt dan de klei aan de buitenkant. Ondanks dat de conus niet als een propstroomer beschreven kan worden, zijn de VTS-curven toch gecorrigeerd voor de conus als propstroomer. Dit is gehandhaafd om toch een idee te krijgen van de verblijftijd van de klei in de rest van de kolom.

De VTS-metwaarden van onder andere de positieve  $Cr^{3+}$ -stap in VTS-experiment 880317 leveren na de stap een golvend karakter op (bijlage 10.). Dit kan verklaard worden, indien ervan uitgegaan wordt dat de klei in het midden van de conus sneller stroomt dan aan de wand. Na de voltooiing van de stap in de kolom (zonder conus) zal via het midden van de conus  $RnCr$  stromen.

Op dat moment is er nog RnCu aan de rand van de conus aanwezig. Als de rand inzakt komt deze klei in het midden van de conus terecht, waarna de klei de conus sneller kan verlaten. Als het in elkaar zakken van de conus af en toe gebeurt, dan veroorzaakt dit het golvend karakter van de meetwaarden. De klei aan de rand van de conus kan ook de oorzaak zijn, dat in een aantal VTS-curven een staart aanwezig is.

De valsnelheid van geflocculeerde klei in de tegenstroomkolom is ongeveer 0,26 cm/s. Met behulp van de valsnelheid kan de verblijftijd van de klei in een kolom zonder zeefplaten in het tegenstroomgedeelte worden berekend. De gemiddelde verblijftijd voor deze situatie is 10,5 min. Deze verblijftijd komt overeen met die van de VTS-experimenten die uitgevoerd zijn met zeefplaten type II. Ook hieruit volgt dat zeefplaten type II de verblijftijd van de klei niet beïnvloeden.

Tot nu toe is hoofdzakelijk gekeken naar hoe de zeefplaten de verblijftijd beïnvloeden. Naast de zeefplaten kan bijvoorbeeld ook de valsnelheid van de klei de verblijftijd in de kolom beïnvloeden. Indien de valsnelheid van de klei vermindert, zal de klei meer tijd nodig hebben om van de ene naar de andere plaat te vallen (stromingspatroonmodel: §5.4.). Het gevolg hiervan is dat de gemiddelde verblijftijd in de kolom toeneemt. De valsnelheid wordt beïnvloed door de flocculantdosis en het droge-stofgehalte van de klei (hoofdstuk 3.). Het droge-stofgehalte in de kolom kan verhoogd worden door het klei-invoerdebiet te verhogen.

Een andere manier om de valsnelheid in de kolom te verlagen is door de snelheid (debiet) van het extractiemiddel te verhogen. Door de tegenstroom van het extractiemiddel zal de valsnelheid van de klei kleiner worden.

In hoofdstuk 5. is een eenvoudig model van een zeefplaat weergegeven door een parallel geschakelde propstomer en een ideale menger.

Voor het deel van de kolom zonder conus gelden de vergelijkingen 5.25. t/m 5.28. Voor de laatste drie VTS-experimenten zal met behulp van de gemiddelde verblijftijd en de variantie (tabel 6.4.) worden nagegaan of het een geschikt model is. Van de VTS-experimenten worden de  $\bar{\tau}$  en  $\sigma_t^2$  gebruikt die voor de conus en de staart gecorrigeerd zijn.

$\bar{\tau}_k$  en  $\sigma_{t,k}^2$  zijn VTS-resultaten, terwijl  $p$ ,  $\tau_p$ ,  $\tau_m$  en  $\bar{\tau}_u$  variabelen van het model zijn. Op grond van de valsnelheid van geflocculeerde klei ( $v = 0,26$  cm/s) en het dichte oppervlak van de zeefplaten (type II:  $p = 0,21$ ) kunnen  $p$ ,  $\tau_p$  en  $\bar{\tau}_u$  worden bepaald. De lengte van de propstromer in de sektor rond een plaat en die tussen de zeefplaten en de conus is respectievelijk 10 en 26 cm. Hieruit volgt voor  $\tau_p$  en  $\bar{\tau}_u$  respectievelijk 39 en 102 sec.

Indien het model voldoet, dan moet uit vergelijking 5.25. en 5.26. dezelfde  $\tau_m$  komen. Uit vergelijking 5.25. volgt voor  $\tau_m$  in de VTS-experimenten 880121, 880317 en 880428 een waarde die steeds tussen de 30 en 50 sec. ligt. Daarentegen volgt uit vergelijking 5.26. een waarde voor  $\tau_m$  die 2 à 3 zo hoog is. Dit zijn fysisch reële waarden. Het model klopt niet voor de gegeven waarden van  $p$ ,  $\tau_p$  en  $\bar{\tau}_u$ .

Het is denkbaar dat voor andere waarden van  $p$ ,  $\tau_p$  en/of  $\bar{\tau}_u$  het model wel geschikt is. Doordat er klei van de zeefplaat afglijdt (propstromer  $\xi$ : figuur 5.2.), lijkt het alsof het dichte zeefplaatoppervlak kleiner is dan 0,21. Door turbulentie en een verhoogde snelheid van het extractiemiddel in de gaten van de zeefplaat kan  $\tau_p$  ook een andere waarde aannemen. Het is tot nu toe onmogelijk gebleken deze waarden van  $p$  en  $\tau_p$  te bepalen. Hierdoor is het niet zinvol het model te testen voor andere waarden van  $p$ ,  $\tau_p$  en  $\bar{\tau}_u$ . Een in principe andere mogelijkheid is twee in plaats van één variabele in het model.

Vergelijking 5.25. en 5.26. zijn dan nog steeds op te lossen. Dit is echter alleen mogelijk indien nagegaan is, dat het model juist is.

$\bar{\tau}_k$  en vooral  $\sigma_{t,k}$  hebben een grote invloed op de variabelen in het model. De verkregen  $\sigma_{t,k}$  in tabel 6.4. wordt sterk bepaald door de staart van een VTS-curve. Hieruit volgt dat ook de wijze waarop een vloeiende lijn door de meetresultaten wordt getrokken van invloed is op  $\sigma_{t,k}$ . De juistheid van het model wordt dus niet alleen bepaald door de waarden voor  $p$ ,  $\tau_p$  en/of  $\bar{\tau}_u$ , maar ook door de nauwkeurigheid waarmee  $\sigma_{t,k}$  bepaald kan worden.

#### 6.4. Resultaten en discussie van de stapfuncties in het extractiemiddel.

Tegelijk met het bepalen van de VTS van klei is ook de VTS van het extractiemiddel bepaald. De procescondities tijdens de VTS-bepaling van het extractiemiddel zijn hetzelfde als die van de negatieve en positieve stap van de klei tezamen. De stap wordt op ongeveer hetzelfde tijdstip uitgevoerd als de eerste VTS-stap van de klei en is ongeveer op het tijdstip van de tweede stap van de klei voltooid. De procesomstandigheden zijn aan de hand van de tabellen 6.1. t/m 6.3. bekend. Voor het VTS-experiment 871014 en 871021 wordt wederom naar Van Poppel<sup>(12)</sup> verwezen.

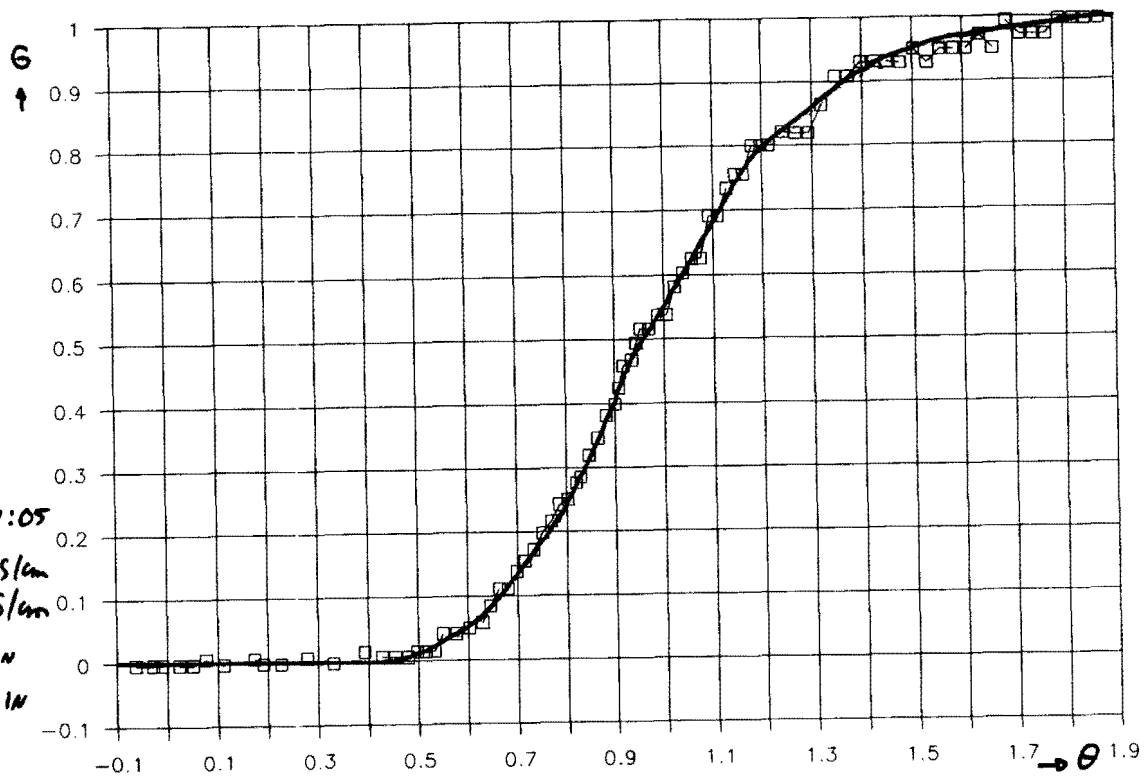
De gemiddelde verblijftijd en standaarddeviatie zijn van een aantal VTS-curven van het extractiemiddel niet bepaald. Dit zijn de VTS-curven van VTS-experiment 871014 en 880428 (overloop).

De reden hiervoor is dat bij VTS-experiment 871014 de tracer niet homogeen gemengd is geweest, terwijl bij experiment 880428 de verhoogde geleidbaarheid van het water te veel storingen in de curve van de overloop gaf. De  $\bar{\tau}$ ,  $\sigma_t$ , n en Pe staan voor de andere curven vermeld in tabel 6.7.

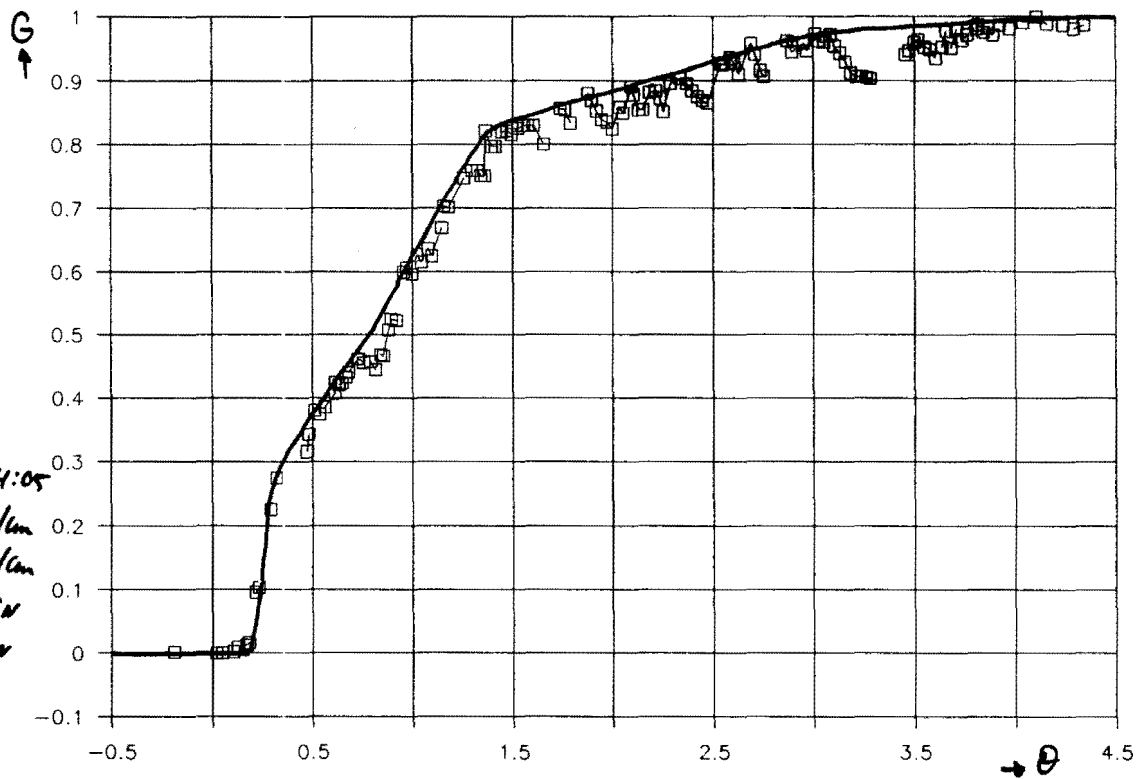
Tabel 6.7. De gemiddelde verblijftijd $\bar{\tau}$ en de standaarddeviatie $\sigma_t$ van het extractiemiddel.								
Experiment	afvoer				overloop			
	$\bar{\tau}$ (min)	$\sigma_t$ (min)	n (-)	Pe (-)	$\bar{\tau}$ (min)	$\sigma_t$ (min)	n -	Pe -
871021, H <sub>2</sub> O→NaCl	57,4	22,7	6,4	11,6	106,7	31,4	11,5	21,9
871021, NaCl→H <sub>2</sub> O	91,3	33,0	7,7	14,2	124,2	47,1	7,0	12,2
880121, H <sub>2</sub> O→NaCl	37,9	31,8	1,4	1,2	114,3	32,9	12,1	23,1
880317, H <sub>2</sub> O→NaCl	41,0	26,4	2,4	3,5	119,8	38,0	10,0	18,9
880428, H <sub>2</sub> O→NaCl	40,4	24,1	2,8	4,3	-	-	-	-

De VTS-curven van het extractiemiddel verkregen tijdens VTS-experiment 880121 van de afvoer en overloop staan in figuur 6.5. en 6.6. De meetresultaten van de VTS-experimenten met zeefplaat type II staan in bijlage 11. vermeld. De VTS-curve van de overloop doorloopt een vloeiende S-curve, terwijl de curve van de aftap meestal uit 2 min of meer lineaire delen bestaat. De curve van de overloop is "normaal" qua vorm. Het extractiemiddel dat uit de aftap van de kolom komt is door twee verschillende delen gestroomd, namelijk een deel met vallende klei en een deel bezonken klei. Dit is waarschijnlijk de oorzaak dat deze curve uit 2 delen bestaat. Voor het verschijnsel dat deze delen lineair zijn is geen verklaring voorhanden.





Figuur 6.5. Dimensieloze VTS-curve voor het extractiemiddel



Figuur 6.6. Dimensieloze VTS-curve voor het extractiemiddel in de aftap tijdens VTS-experiment 880121

De geschiktheid van 1 g/l NaCl-oplossing als tracer komt naar voren uit VTS-experiment 871021.  $\bar{\tau}$ ,  $\sigma_t$ ,  $n$  en  $Pe$  komen redelijk met elkaar overeen van de positieve- en negatieve stap tijdens dit experiment. Dit geldt ook voor de VTS-curven<sup>(12)</sup>. Bij het nagaan van de geschiktheid moeten de variaties in de procesomstandigheden (zie §6.3.) in ogenschouw worden meegenomen.

De massabalansen voor het NaCl over de kolom kloppen niet. De oorzaak hiervoor moet gezocht worden in de variatie van de procesomstandigheden en het instationair geraken van de kolom door een stap. Hetgeen dat in §6.3. hierover is vermeld voor klei geldt ook voor het extractiemiddel.

Tijdens VTS-experiment 880317 en 880428 was de geleidbaarheid van het fluïdum in de kolom hoger dan dat van leidingwater (leidingwater:  $G = 0,24$  mS/cm) voordat de stap van water naar de NaCl-oplossing was uitgevoerd. Voor dit verschijnsel is een verklaring gezocht (zie §4.3.2.), echter deze is niet gevonden.

Het extractiemiddel dat de kolom via de overloop verlaat heeft een  $\bar{\tau}$  van ongeveer 2 uur. Het getal van Peclet is in alle experimenten groter dan 12. Hieruit volgt dat het extractiemiddel de kolom via de overloop verlaat als een propstroom.

De  $\bar{\tau}$  van het extractiemiddel in de afvoer ligt voor de verschillende experimenten tussen de 40 en 90 minuten. Dit grote verschil kan verklaard worden door te bedenken dat het afvoerdebiet sterk varieerde tijdens de experimenten. De menging ligt tussen de situatie van ideale menging en die van propstroom in. Tijdens VTS-experiment 871021 is de curve van de aftap meer een propstroom, terwijl tijdens de latere experimenten dit meer een ideale menger is.

### 7. Conclusies en aanbevelingen.

#### 7.1. Conclusies.

De valsnelheid van geflocculeerde klei beïnvloedt de verblijftijd van klei in de tegenstroomkolom. Indien deze snelheid groter is, dan zal de gemiddelde verblijftijd afnemen. Deze valsnelheid is moeilijk op reproduceerbare wijze te bepalen. Ondanks dit is de valsnelheid in de kolom redelijk konstant. Er is een optimale flocculantdosis, waarbij de valsnelheid van de klei maximaal is. Verder heeft ook het droge-stofgehalte invloed op de valsnelheid. Een hoger droge-stofgehalte van de klei heeft een lagere valsnelheid tot gevolg.

Het kalkgehalte in de klei is ongeschikt om als tracer te dienen bij het bepalen van de verblijftijdspreiding van klei. Daarentegen zijn de geadsorbeerde metaalionen  $\text{Cu}^{2+}$  en  $\text{Cr}^{3+}$  aan de klei hiervoor goede tracers. In water is er nauwelijks desorptie van  $\text{Cu}^{2+}$  en  $\text{Cr}^{3+}$  ionen die in de klei aanwezig zijn. Een 1 g/l NaCl-oplossing is geschikt als tracer voor het extractiemiddel.

De kolom kan voor de klei in drie delen worden gesplitst. Een deel tussen de kleinvoer en de overloop, een ander deel tussen de kleinvoer en de invoer van het extractiemiddel en tenslotte een deel onderin de kolom (conus) waar de klei bezonken is. De verblijftijd van de klei in het middelste deel is belangrijk voor de extractie. Het stromingspatroon in dat deel rond de platen kan in een model worden weergegeven. Dit model is vooral bedoeld om het gedrag van de klei in de kolom beter te kunnen begrijpen.

Ten gevolge van het uitvoeren van een stapfunctie in de invoer zal er een instationaire situatie in de kolom ontstaan.

Ondanks dit is het toch mogelijk de gemiddelde verblijftijd en de variantie onder verschillende procesomstandigheden te bepalen. De klei in de conus gedraagt zich niet als een propstromer. Waarschijnlijk is het debiet in het midden van de conus hoger dan aan de rand.

De verblijftijd van de klei in de kolom wordt beïnvloed door de vorm en de beweging van de zeefplaten. De omtrek van de gaten in de platen heeft een grotere invloed op de verblijftijd dan het oppervlak van de platen. Indien deze omtrek groot is zal de hoeveelheid klei op de platen klein zijn. Een grote omtrek van de gaten heeft ook een kortere verblijftijd van de klei in de kolom tot gevolg. Bij een grote omtrek zal er weinig invloed zijn van een zeefplaatbeweging op de verblijftijd van de klei. Het extractiemiddel zorgt er waarschijnlijk voor dat het kleivolume op de zeefplaten met een grote omtrek van de gaten klein is.

Het extractiemiddel dat de kolom via de overloop verlaat, gedraagt zich als een propstromer in de uitgevoerde experimenten. Daarentegen wordt het extractiemiddel dat de kolomafvoer verlaat beter beschreven met een situatie die tussen het model van n ideale mengers en dat van propstroom inzit

### 7.2. Aanbevelingen.

Nagaan of de valsnelheid van geflocculeerde klei op een reproduceerbaardere wijze te bepalen is, zodat de beïnvloeding van de valsnelheid eenvoudiger is. Bekijken of de maximale valsnelheid van geflocculeerde klei, dat wil zeggen een vlok die niet gehinderd wordt, een karakterisering kan zijn voor de dosis en het type flocculant. Het verder onderzoeken van het verband tussen de valsnelheid van de klei en het droge-stofgehalte.

Nagaan of uit het uitgebreide stromingspatroonmodel een geschikt eenvoudig model voor de verblijftijdspreiding te halen is. Hierbij is het zinvol om de grootte van de klei-stromen die ontstaan na een zeefplaatbeweging te bepalen.

Het uitvoeren van een VTS-experiment, waarbij de bezinkers (met daarin de klei voor de kolominvoer) op gelijke hoogte zijn gebracht. De invloed bekijken van de omtrek van gaten in de zeefplaten op de hoeveelheid klei die erop bezinkt in een situatie waarin tegenstroom aanwezig is. Voor een VTS-experiment kan het beste gebruik gemaakt worden van zeefplaten met een kleine omtrek van de gaten. Verder kan een verhoging van het kleinvoerdebiet een gunstige uitwerking op de verblijftijd hebben.

Voor de VTS-bepaling van het extractiemiddel geldt, dat de oorzaak van een verhoogde geleidbaarheid in water dient nagegaan te worden.

---

Literatuur.

1. Hoogendoorn D.; *Ontwikkeling Bodemreinigingstechnieken*; Dictoraat-Generaal voor de Milieuhygiëne (1984).
2. Assink J.W., Brink W.J. van den (editors); *Contaminated Soil*; Martinus Nijhoff Publishers (1986) pag. 645-667.
3. Mast T. van de; *Een installatie voor de extractie van zware metalen uit verontreinigde grond*; afstudeerverslag, Technische Hogeschool Eindhoven (1986).
4. Svarovsky L.; *Solid-liquid separation*; Butterworths&co Publischers Ltd, Londen (1981).
5. Packham R.F.; *The laboratory evaluation of poly-electrolyte flocculants*; Br.Polym.J. (1972) 4, pag. 305-315.
6. Tuin B.J.W.; *Karakterisering van zes Nederlandse kleigronden*; deelrapport 1, Technische Hogeschool Eindhoven (1986).
7. Vincent B.; *The effect of adsorbed polymers on dispersion stability*; J.Colloid Interface Sci. (1974) 4, pag. 193-277.
8. Black A.P., Birkner F.B. & Morgan J.J.; *Destabilization of dilute clay suspensions with labeled polymers*; J.Amer. Water Works Assoc. (1965) 57 pag. 1547-1560.
9. Pandya J.D. & Spielman L.A.; *Floc breakage in agitated suspensions: effect of agitation rate*; A.I.Ch.E.J. (1983) 38 (12) pag. 1983-1992.

10. Nonhebel P.C.; *De extractie van koper uit Winsumklei in een continu bedreven tegenstroomkolom*; afstudeerverslag, Technische Universiteit Eindhoven (1987).
11. Ottengraf S.P.P.; *Afvalwaterreiniging*; collegediktaat, Technische Universiteit Eindhoven (1987).
12. Poppel P.M.F.; *Verblijftijdspreiding in een tegenstroomkolom*; stageverslag, Technische Universiteit Eindhoven (1987).
13. Dijck F.W.H.M. van; *Extractie van zware metalen uit verontreinigde gronden afkomstig uit tijdelijke opslagplaatsen*; afstudeerverslag, Technische Universiteit Eindhoven (1988).
14. Tels M.; *Proceskunde 3, deel A*; collegediktaat, Technische Hogeschool Eindhoven (1985).
15. Smeets L.G.M.; *Het adsorptie- en desorptiegedrag van zware metalen in zes Nederlandse kleigronden*; afstudeerverslag, Technische Hogeschool Eindhoven (1986).
16. Tels M.; *Proceskunde 3, deel B*; collegediktaat, Technische Hogeschool Eindhoven (1984).
17. Nauman E.B. & Buffham B.A.; *Mixing in continuous flow systems*; John Wiley&Sons, New York (1983).
18. Levenspiel O.; *The chemical reactor omnibook*; OSU Book Stores Inc., Corvallis (1979).

Symbolen

a	specifiek oppervlak	(m <sup>2</sup> /m <sup>3</sup> )
a	fractie klei die door een zeefflaatbewe- ging naar beneden werfelt	(-)
A	oppervlakte	(m <sup>2</sup> )
A <sub>k</sub>	doorsnede van de kolom	(m <sup>2</sup> )
b	konstante	(ppm)
b	fractie klei die door een zeefflaatbewe- ging omhoog werfelt	(-)
C <sub>i</sub>	tracerconcentratie	(ppm) of (kg/l)
C <sub>k</sub>	metaalconcentratie in klei	(ppm)
C <sub>k</sub>	metaalconcentratie in verontreinigde klei	(ppm)
C <sub>k</sub> <sup>o</sup>	metaalconcentratie in schone klei	(ppm)
C <sub>k</sub> <sup>*</sup>	metaalconcentratie in verontreinigde klei die in evenwicht is met C <sub>1</sub>	(ppm)
C <sub>k</sub> <sup>o*</sup>	metaalconcentratie in schone klei die in evenwicht is met C <sub>1</sub> <sup>o</sup>	(ppm)
C <sub>k,0</sub>	metaalconcentratie in verontreinigde klei op het tijdstip t = 0 min	(ppm)
C <sub>k,0</sub> <sup>o</sup>	metaalconcentratie in schone klei op het tijdstip t = 0 min	(ppm)
$\bar{C}_{k,30}^z$	gemiddelde metaalconcentratie in klei op het tijdstip t = 30 min indien er wel desorptie en adsorptie plaatsvindt	(ppm)
$\bar{C}_{k,30}^z$	gemiddelde metaalconcentratie in klei op het tijdstip t = 30 min indien er geen desorptie en adsorptie plaatsvindt	(ppm)
C <sub>1</sub>	metaalconcentratie in vloeistof	(ppm)
C <sub>1</sub> <sup>o</sup>	metaalconcentratie in vloeistof	(ppm)



$C_1^*$	metaalconcentratie in vloeistof die in evenwicht is met $C_k$	(ppm)
$C_1^{o*}$	metaalconcentratie in vloeistof die in evenwicht is met $C_k^o$	(ppm)
$C_{1,0}$	metaalconcentratie in vloeistof op het tijdstip $t = 0$ min	(ppm)
$d$	diameter	(m)
$d_k$	diameter van de kolom	(m)
$d_{50}$	gemiddelde diameter	(m)
$d.s.$	droge-stofgehalte	(m%)
$D$	axiale dispersiecoëfficiënt	( $m^2/s$ )
$e$	erosiesnelheidscoëfficiënt	(-)
$f_s$	splitsingsfrequentie van een "moedervlok"	( $s^{-1}$ )
$f_t(t)$	verblijftijdverdeling	(-)
$F$	aantal fragmenten gevormd door een splitsing van een "moedervlok"	(-)
$F$	massastroom	(kg/s)
$F_k$	massastroom klei	(kg/s)
$F_t(t)$	cumulatieve verblijftijdverdeling	(-)
$F_\theta(\theta)$	cumulatieve verblijftijdverdeling gebaseerd op een dimensieloze tijdschaal	(-)
$g$	valversnelling	( $m/s^2$ )
$G$	gemiddelde snelheidsgradiënt	( $s^{-1}$ )
$G$	geleidbaarheid	(mS/cm)
$h$	hoogte	(m)
$H(t-\bar{\tau}_p)$	heavy-stepfunctie	(-)
$k$	konstante van Boltzmann = $1,4 \cdot 10^{-23}$	(J/K)
$k_{ok}$	overall stofoverdrachtscoëfficiënt bij desorptie	(m/s)
$k_{ok}^o$	overall stofoverdrachtscoëfficiënt bij adsorptie	(m/s)

$k_p$	snelheidskonstante voor perikinetische flocculatie	$(m^3/s)$
$L$	specifieke lengte	$(m)$
$m$	verdelingscoëfficiënt	$(-)$
$m_k$	massa verontreinigde klei	$(kg)$
$m_k^o$	massa schone klei	$(kg)$
$m_{klei}$	massa klei	$(kg)$
$m_l$	massa vloeistof	$(kg)$
$n$	deeltjesconcentratiewaarschijnlijkheidsdichtheid	$(m^{-6})$
$n$	aantal ideale mengers	$(-)$
$N$	totale deeltjesconcentratie	$(m^{-3})$
$N_{HCl}$	titer van een HCl-oplossing	$(M)$
$N_{NaOH}$	titer van een NaOH-oplossing	$(M)$
$N_v$	totaal aantal bepalingen van de valsnelheid	$(-)$
$O$	omtrek	$(m)$
$p$	fractie klei die op de zeefplaat bezinkt	$(-)$
$P$	gedissipeerd vermogen	$(W)$
$Pe$	getal van Peclet	$(-)$
$p_e(V)$	waarschijnlijkheidsdichtheid van fijne deeltjes met volume $V$ , die ontstaan zijn ten gevolg van erosie	$(m^{-3})$
$p_s(V, V_m)$	waarschijnlijkheidsdichtheid van fragmenten met volume $V$ die door splitsing ontstaan zijn uit "moedervlokken" met volume $V_m$	$(m^{-3})$
$q$	verhouding tussen het zeefplaatoppervlak (inklusief gaten) en het doorsnede gevormd door propstromer $\varnothing$	$(-)$
$Q$	volumestroom	$(m^3/s)$
$t$	tijd	$(s)$
$t_r^{750}$	mengtijd na flocculatie bij 750 r.p.m.	$(min)$

---

$t_1$	tijdstip waarop een deeltje de conus binnenkomt	(s)
$t_2$	tijdstip waarop een deeltje de tegenstroomkolom verlaat	(s)
$t^*$	tijd tussen twee zeefplaatbewegingen	(s)
$T$	temperatuur	(K)
$v$	valsnelheid	(m/s)
$v_x$	superviciële snelheid	(m/s)
$V$	volume	(m <sup>3</sup> )
$V_f$	volume van het flocculatievat	(m <sup>3</sup> )
$V_{HCl}$	volume van een HCl-oplossing	(l)
$V_{NaOH}$	volume van een NaOH-oplossing	(l)
$V_{pl}$	vlokvolume op de zeefplaten	(m <sup>3</sup> )
$X$	gewichtsfractie	(-)
$Y$	berekend gewichtsfractie klei waarin met de desorptie en adsorptie van metaalionen geen rekening is gehouden	(-)
$Z$	aantal gaten	(-)
$\epsilon$	volume fractie vloeistof (aanhangend vlok-vloeistof niet meegerekend)	(-)
$\eta$	viscositeit van het fluïdum	(kg/ms)
$\kappa$	celkonstante	(cm <sup>-1</sup> )
$\rho$	dichtheid	(kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_k$	dichtheid van de klei	(kg/m <sup>3</sup> )
$\sigma$	variantie	
$\sigma_t$	standaarddeviatie van de verblijftijd	(s)
$\sigma_t^2$	variantie van de verblijftijd	(s <sup>2</sup> )
$\sigma_{t,k}^2$	variantie van de verblijftijd in de kolom (zonder conus)	(s <sup>2</sup> )
$\sigma_v$	variantie van de valsnelheid	(m/s)
$\sigma_\theta$	dimensieloze standaarddeviatie van de verblijftijd = variatiecoëfficiënt	(-)

---

$\sigma_{\theta}^2$	dimensieloze variantie van de verblijftijd	(-)
$\theta$	dimensieloze tijd	(-)
$\tau$	verblijftijd	(s)
$\bar{\tau}$	gemiddelde verblijftijd	(s)
$\bar{\tau}_k$	gemiddelde verblijftijd in de kolom (zonder conus)	(s)
$\bar{\tau}_k^{zp}$	gemiddelde verblijftijd in de kolom (zonder conus) indien er geen zeefplaten aanwezig zijn	(s)
$\bar{\tau}_m$	gemiddelde verblijftijd in een ideale menger	(s)
$\bar{\tau}_p$	gemiddelde verblijftijd in een propstromer	(s)
$\mathcal{A}.. \mathcal{P}$	propstromers (zie figuur 5.2.)	
EM	extractiemiddel	
$i^+$	niet bewegende zeefplaat	
$i^\cdot$	zeefplaatbeweging	
Rn	Rijnklei	
RnCu	Rijnklei die kunstmatig verontreinigd is met koper	
RnCr	Rijnklei die kunstmatig verontreinigd is met chroom	
VTS	verblijftijdspreiding	
Wi	Winsumklei	
WiCu	Winsumklei die kunstmatig verontreinigd is met koper	

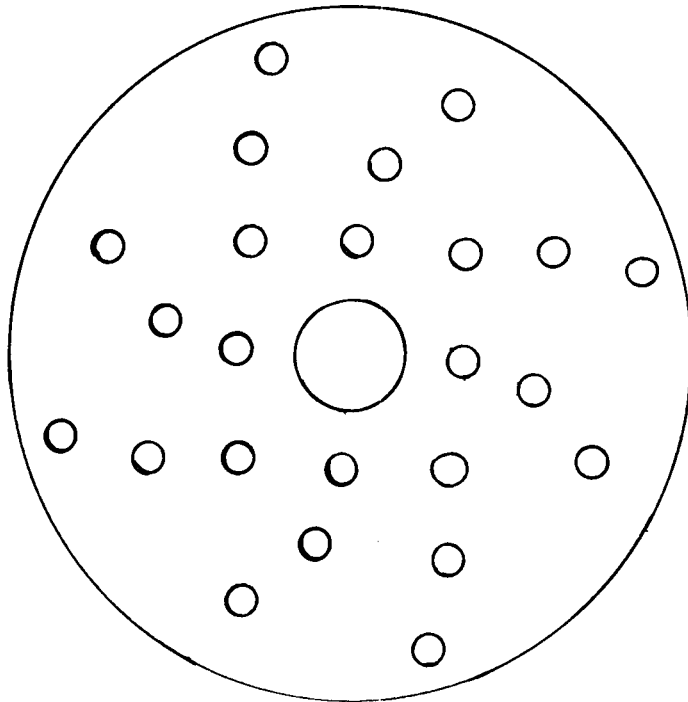
*bovenschriften*

$\mathcal{A}.. \mathcal{P}$	propstromer (zie figuur 5.2.)
$\text{CaCO}_3$	kalk (in klei)
$\text{Cr}^{3+}$	tracer $\text{Cr}^{3+}$
$\text{Cu}^{2+}$	tracer $\text{Cu}^{2+}$
NaCl	NaCl-oplossing (extractiemiddel)
↑	positieve stap
↓	negatieve stap

---

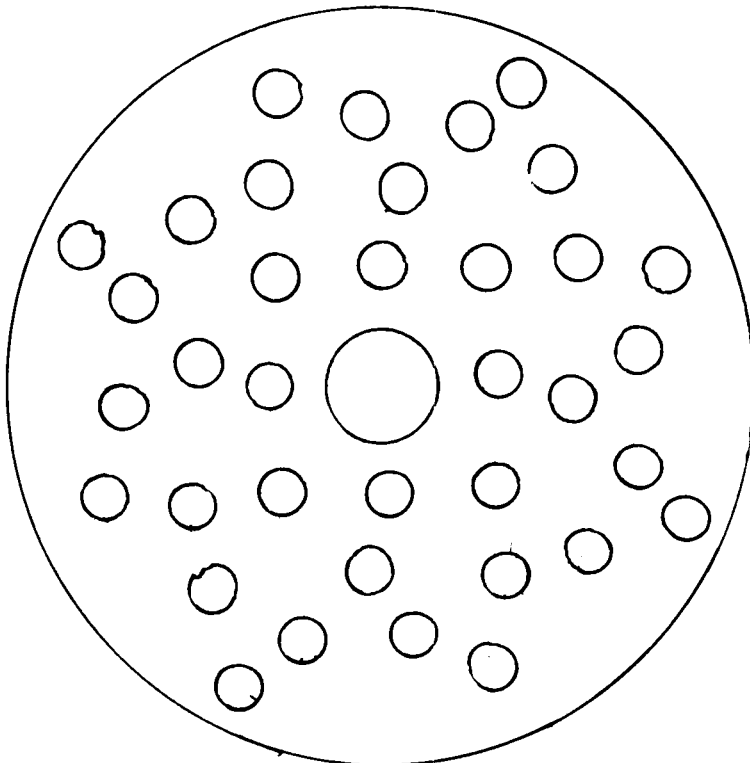
  
*onderschriften*

as	as van de zeefplaat
c	conus
g	gaten in de zeefplaat
l	vloeistof
m	moedervlok
max	maximum
min	minimum
pl	zeefplaat
r	rand tussen de zeefplaat en de kolomwand
u	ruimte tussen de zeefplaten en de conus
v	geflocculeerde klei

**B.1. Zeefplaten type I en II.**

$d_k$	=	100	mm
$d_{pl}$	=	90	mm
$d_g$	=	5	mm
$d_{as}$	=	20	mm
$h_{pl}$	=	3	mm
$Z$	=	24	
$O_{pl+g}$	=	66,0	cm
$A_r$	=	14,92	cm <sup>2</sup>
$A_g$	=	4,71	cm <sup>2</sup>
$1 - p$	=	0,26	

**Figuur B.1. Zeefplaat type I. Type I werd gebruikt in de VTS-experimenten 871014 en 871021.**



$d_k$	=	100	mm
$d_{pl}$	=	98,5	mm
$d_g$	=	7	mm
$d_{as}$	=	20	mm
$h_{pl}$	=	3	mm
$Z$	=	36	
$O_{pl+g}$	=	87,5	cm
$A_r$	=	2,34	cm <sup>2</sup>
$A_g$	=	13,85	cm <sup>2</sup>
$1 - p$	=	0,21	

**Figuur B.2. Zeefplaat type II. Type II werd gebruikt in de VTS-experimenten 880121, 880317 en 880428.**

**B.2. Methode "Pietertje".**

De procedure voor methode "Pietertje" is als volgt:

- Weeg 3 gram gedroogde gemalen klei nauwkeurig af.
  - Voeg 10 ml van een gestelde 2 N HCl-oplossing toe.
  - Laat de suspensie een ½ uur ultrasoon trillen en laat deze dan ongeveer 24 uur staan.
  - Bepaal het gehalte aan kalk in het monster door middel van een terugtitratie met een 1 N NaOH-oplossing.
- Hierbij wordt vergelijking B.1. gebruikt.

$$C_{\text{CaCO}_3} = \frac{V_{\text{HCl}} * N_{\text{HCl}} - V_{\text{NaOH}} * N_{\text{NaOH}}}{20,0 * M_{\text{klei}}} * 100 \quad (\text{B.1.})$$

- De fraktie Rijnklei kan dan berekend worden met vergelijking B.2.

$$C_{\text{CaCO}_3} = 9,7X_{\text{Rn}} + 1,2 \quad (\text{B.2.})$$

**Opmerking:**

Er wordt op gewezen dat bij methode "Pietertje" de tijd waarin de klei reageert met zoutzuur belangrijk is. Verder bepaalt deze methode feitelijk niet het kalkgehalte, maar een soort "zuur oplosbare fraktie".

**B.3. Model voor de adsorptie- en desorptiekinetiek.**

Dit is het model dat door Smeets<sup>(16)</sup> in eerste instantie voor extracties is gegeven.

*Desorptie:*

$$\text{Kinetiek:} \quad - \frac{dC_k}{dt} = a * k_{ok} * (C_k - C_k^*) \quad (\text{B.3.})$$

$$\text{Evenwichtslijn:} \quad C_k^* = m * C_l + b \quad \text{met } b = 0 \quad (\text{B.4.})$$

$$\text{massabalans:} \quad m_k * (C_{k,0} - C_k) = m_l * (C_l - C_{l,0}) \quad (\text{B.5.})$$

Substitutie van de vergelijkingen B.4. en B.5. in vergelijking B.3. en vervolgens oplossen van de differentiaalvergelijking met beginvoorwaarde  $t = 0$  en  $C_k = C_{k,0}$  leidt tot vergelijking B.6. Hierbij is  $C_{l,0} = 0$  aangenomen.

$$- \ln \frac{C_k - P}{C_{k,0} - P} = Q * t \quad (\text{B.6.})$$

$$\text{met } P = \frac{m * C_{l,0} + m * C_{k,0} * m_k/m_l}{1 + m * m_k/m_l} \quad (\text{B.7.})$$

$$Q = a * k_{ok} * (1 + m * m_k/m_l) \quad (\text{B.8.})$$

Analoog aan desorptie kan voor adsorptie vergelijking B.12. worden afgeleid.

*Adsorptie:*

$$\text{Kinetiek:} \quad \frac{dC_k^o}{dt} = a * k_{ok}^o * (C_k^{o*} - C_k^o) \quad (\text{B.9.})$$



$$\text{Evenwichtslijn: } C_k^{o*} = m * C_1^o + b \quad \text{met } b = 0 \quad (\text{B.10.})$$

$$\text{massabalans: } m_k^o * (C_k^o - C_{k,0}^o) = m_1 * (C_1 - C_{1,0}) \quad (\text{B.11.})$$

$$\ln \frac{C_k^o - P}{C_{k,0}^o - P} = Q * t \quad (\text{B.12.})$$

$$\text{met } P = \frac{-m * C_{1,0} + m * C_{k,0}^o * m_k^o/m_1}{m * m_k^o/m_1 - 1} \quad (\text{B.13.})$$

$$Q = a * k_{ok}^o * (m * m_k^o/m_1 - 1) \quad (\text{B.14.})$$

Met behulp van deze modellen kunnen  $k_{ok}$  en  $k_{ok}^o$  berekend worden van een aantal desorptie/adsorptie-experimenten in tabel 4.1. De resultaten hiervan staan vermeld in tabel B.1. Er is gebruik gemaakt van de volgende waarden:

$$\text{Rn: } a = 2,26 \cdot 10^8 \text{ m}^2/\text{m}^3$$

$$\text{RnCu: } m = \frac{C_{k,\infty}}{C_{1,\infty}} = \frac{C_{k,\infty}^o}{C_{1,\infty}^o} = 8000$$

$$\text{RnCr: } m = \frac{C_{k,\infty}}{C_{1,\infty}} = \frac{C_{k,\infty}^o}{C_{1,\infty}^o} = 15000$$

$$\text{desorptie: } C_{1,0} = 0 \text{ ppm}$$

$$\text{adsorptie: } C_{k,0}^o = 0 \text{ ppm}$$

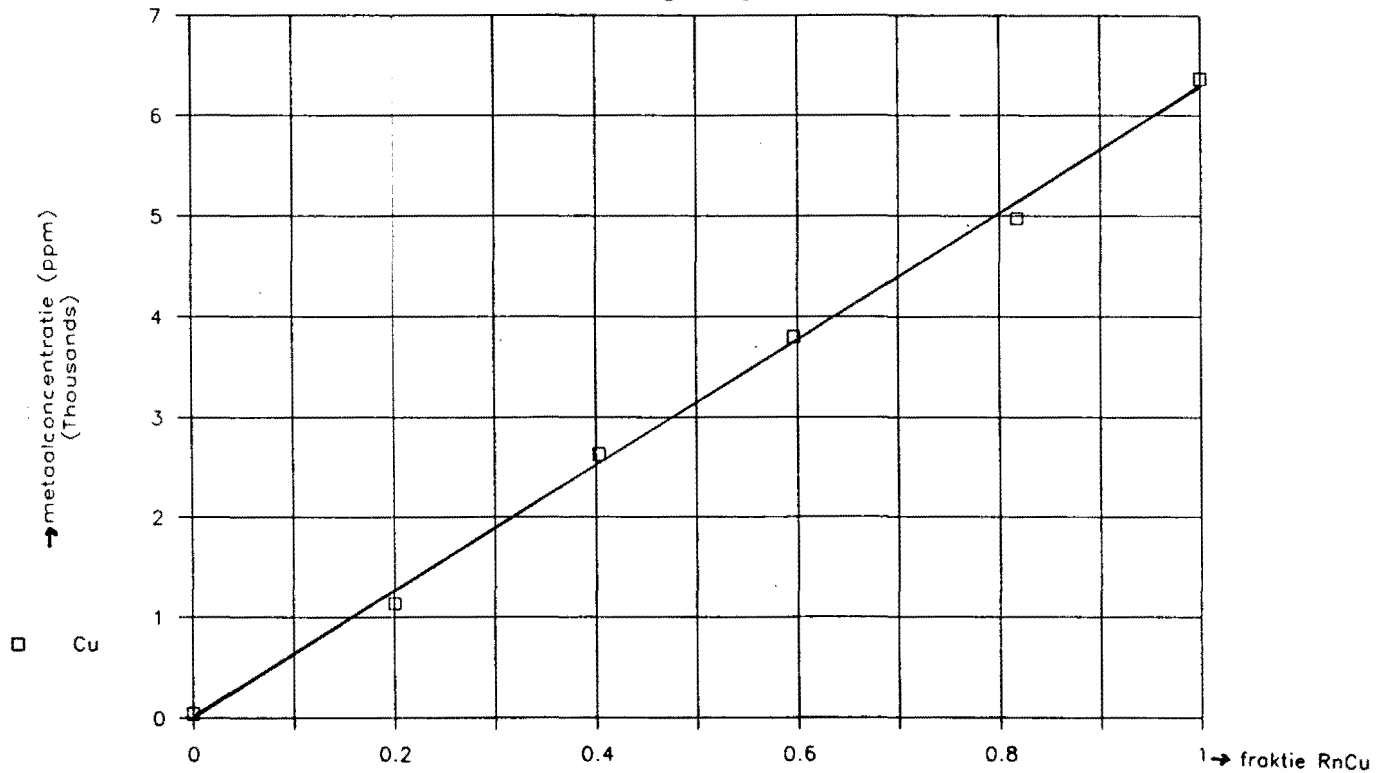
$m$  is berekend uit adsorptie-isothermen, die door Smeets<sup>(15)</sup> gegeven wordt.

Tabel B.1. Berekening van de overall stofoverdrachtscoëfficiënten m.b.v. het model voor adsorptie- en desorptiekinetiek.								
Exp.	desorptie				adsorptie			
	$\frac{m_l}{m_k}$ (-)	$C_{k,0}$ (ppm)	$C_{k,30}$ (ppm)	$k_{ok}$ ( $10^{-16}$ m/s)	$\frac{m_l}{m_k}$ (-)	$C_{l,0}$ (ppm)	$C_{k,30}^o$ (ppm)	$k_{ok}^o$ ( $10^{-16}$ m/s)
RnCu↔H <sub>2</sub> O	18,9	5250	5239	126	19,8	0,59	10,3	6,00
RnCu↔NaCl	19,5	5250	5231	126*	20,3	0,98	15,2	3,54
RnCr↔H <sub>2</sub> O	19,4	3736	3735	6,00	19,4	0,04	0,70	1,50
RnCr↔NaCl	19,6	3736	3735	5,94	19,6	0,05	0,86	1,60

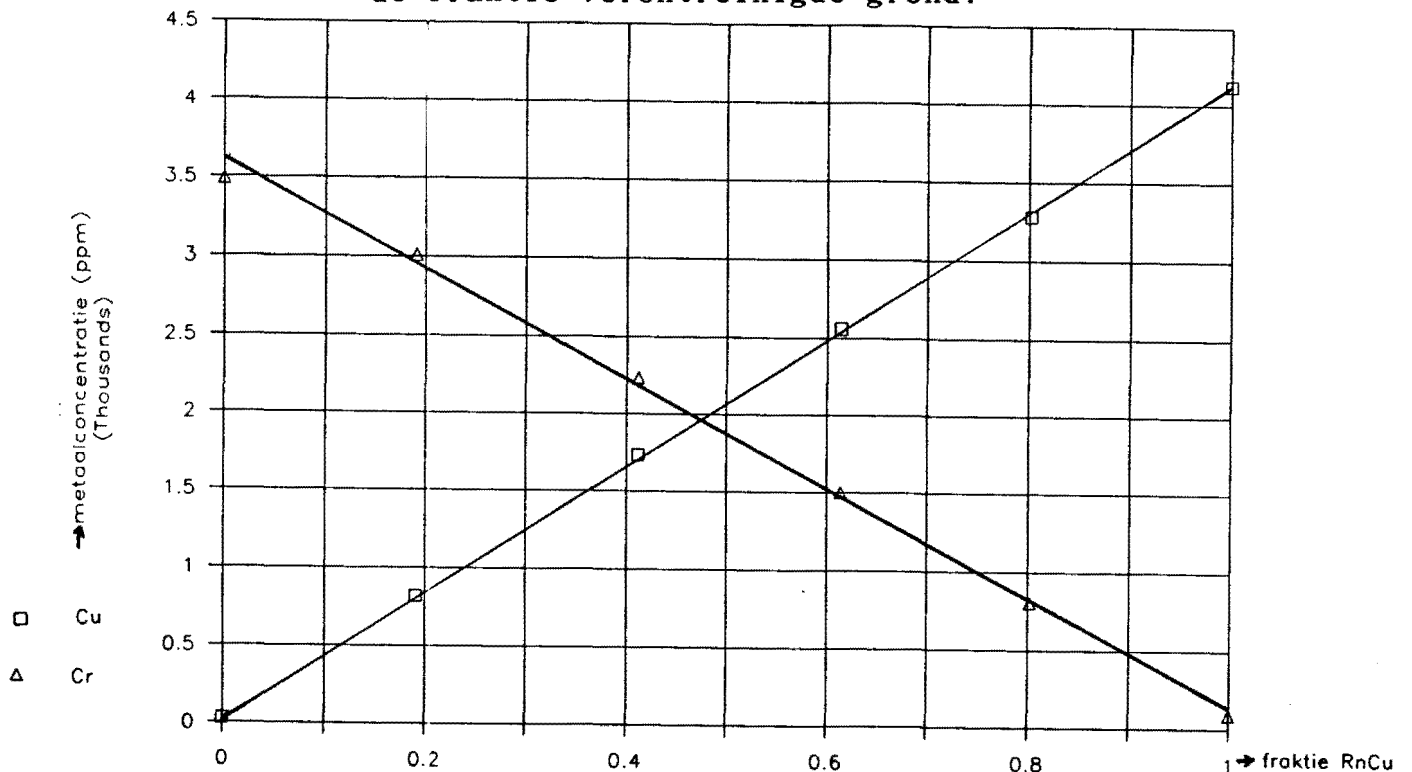
\*  $k_{ok}$  niet op te lossen uit vergelijking B.6. Aangenomen is dat  $k_{ok}$  in dezelfde orde grootte is dan die van RnCu↔H<sub>2</sub>O (desorptie).

#### B.4. IJklijnen voor $\text{Cu}^{2+}$ en $\text{Cr}^{3+}$ .

De ijklijn in figuur B.3. is van toepassing op VTS-experiment 880121, terwijl bij de VTS-experimenten 880317 en 880428 de ijklijnen in figuur B.4. nodig zijn.



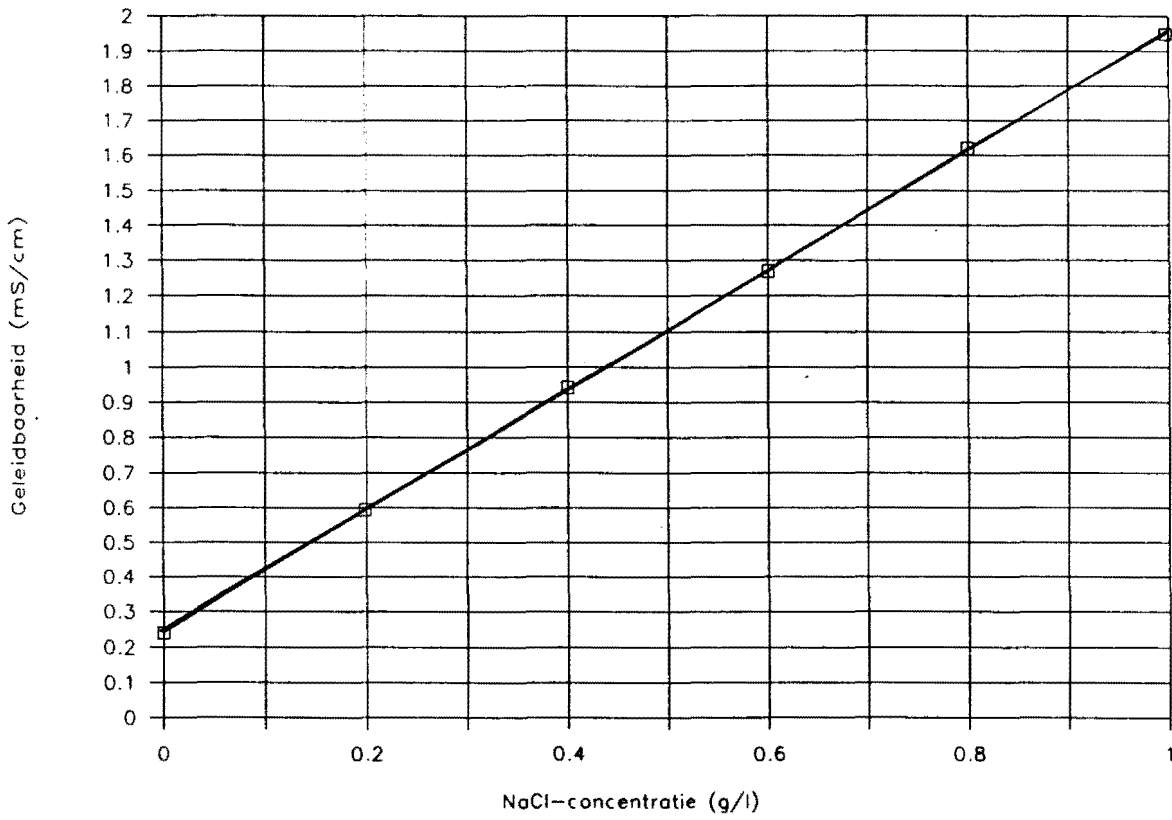
Figuur B.3. Ijklijn van de metaalconcentratie aan  $\text{Cu}^{2+}$  tegen de fractie verontreinigde grond.



Figuur B.4. Ijklijnen van de metaalconcentraties aan  $\text{Cu}^{2+}$  en  $\text{Cr}^{3+}$  tegen de fractie RnCu.

**B.5. Werkwijze bij ontsluitingen.**

- Weeg circa 100 mg fijngemalen kleigrond nauwkeurig af in een 100 ml poly-ethyleen flesje met schroefdop.
- Bevochtig het monster met een 30 %  $H_2O_2$ -oplossing (0,3 - 0,4 ml), plaats het open flesje in een oven bij 50 °C en damp het in circa 2 uur droog.
- Voeg 1,5 ml geconcentreerd  $HNO_3$  -  $HCl$  (1 : 3 v/v) toe en 2 ml geconcentreerd  $HF$  (kunststof maatpipet!). Sluit het flesje en plaats het in de oven bij 50 °C gedurende 2 uur.
- Na afkoeling wordt 25 ml van een boorzuoroplossing (37,5 gram  $H_3BO_3$  per liter) toegevoegd.
- Het flesje wordt nu minimaal 5 uur weggezet.
- De inhoud wordt vervolgens met (dubbel) gedestilleerd water aangevuld tot 100 ml door aanvulling op gewichtsbasis (waarbij het gewicht van het lege flesje bekend moet zijn).

**B.6. Ijklijn voor de geleidbaarheid.**

**Figuur B.5. Ijklijn voor de geleidbaarheid  $G$  tegen de NaCl-concentratie bij een temperatuur van 20 °C.**

B.7. Berekening tijdstip waarop klei de conus binnenkomt.

De hier gegeven makro's zijn bedoeld om vanuit een aantal tijdstippen  $t_2$  de bijbehorende tijdstippen  $t_1$  te berekenen. De benodigde parameters dienen in tabelvorm aanwezig te zijn in het computerprogramma Lotus. Met behulp van makro C (verblijftijd conus) kan de verblijftijd  $\tau_c$  in de conus berekend worden. Met macro K (verblijftijd kolom) kan dan het tijdstip  $t_1$  berekend worden, indien  $t_2$  bekend is. Deze tweede makro kan alleen gebruikt worden als er veel punten ( $t_1, t_2$ ) zijn die niet ver van elkaar liggen.

```

AG AH
16 verblijftijd conus
17 /RNDCONUS-/RNCCONUS--(RIGHT 5)/RNDKIJK-/RNCKIJK--/XIKIJK=0-(DOWN)(LEFT 5)/XGAH17--
18 (LEFT 10)/RV-AG33-(GOTO)AH33--60*BINT(AG33)+100*(AG33-BINT(AG33))-
19 (GOTO)AG37=0-(GOTO)CONUS-(RIGHT 6)/RV-AG35-(RIGHT 13)
20 /RNDPOMP1-/RNCPPOMP1--/RV-AG36-(GOTO)AH36--3600*AG35/AG36-
21 (GOTO)POMP1-(BINGLEFT 3)/RNDTIJD-/RNCITJD--(GOTO)POMP1-
22 (DOWN)/RNDPOMP2-/RNCPPOMP2--
23 /XIPOMP1<=>POMP2-/XGAH25-
24 /RNDPOMP1-/RNCPPOMP1--/XGAH22-
25 (BINGLEFT 3)/RV-AG34-
26 (GOTO)AH34--60*BINT(AG34)+100*(AG34-BINT(AG34))-
27 /X1(AH33+AG37+AH36)<AH34-/XGAH30-
28 (GOTO)AH35--AG35-((AH34-(60*BINT(TIJD))+100*(TIJD-BINT(TIJD))))*POMP1/3600-
29 (GOTO)AG35--AH35-(GOTO)AG37--AH34-AH33-(GOTO)POMP2-/XGAH20-
30 (GOTO)AH37--AG37+AH36-(GOTO)CONUS--BINT(AH37/60)+(AH37-60*BINT(AH37/60))/100-
31 (RIGHT 20)+BINT((AH33+AH37)/60)+(AH33+AH37-60*BINT((AH33+AH37)/60))/100-(GOTO)CONUS--(DOWN)/XGAH17-
32
33 -2.00 -120 BEGINTIJD (MIN,SEC)
34 3.15 195 TIJD POMP2 (MIN,SEC)
35 0.30 0.303 VOLUME (L)
36 2.78 392 POMP1 (L/H),VERBLIJFTIJD BIJ POMP1 (SEC)
37 315 673 TIJD TUSSEN BEGIN EN LAATSTE POMPVERANDERING (SEC), VERBLIJFTIJD CONUS (SEC)
    
```

NA GEBRUIK: BLIJF AF VAN F9 !!!!!!!!!!!!!  
 MACRO IN KOLON I  
 BEGINTIJD: KOLON D  
 VERBLIJFTIJD OP 0 SEC, VOLUME: KOLON O  
 POMP1: KOLON AB, VERBLIJFTIJD BIJ POMP1  
 TIJD BIJ POMP1  
 )  
 ) ZOEK POMP1 <=> POMP2  
 )  
 TIJD BIJ POMP2: KOLON D  
 TIJD POMP2 IN SEC.  
 CONTROLEER VERBLIJFTIJD < POMPVERANDERING  
 NIEUW VOLUME  
 BEREKENEN VERBLIJFTIJD CONUS  
 BEREKENEN TIJD2

----- Laten staan, indien een complete tabel doorgerekend moet worden. Weglaten, indien een enkele waarde berekend moet worden (in AH18 de 10 vervangen door 5)

- Kolom D: Volume conus  $V_1$  (l)
- Kolom I: Verblijftijd conus  $\tau_c$  (min)
- Kolom N: Hoogte conus  $h_1$  (cm)
- Kolom O: Tijdstip  $t_2$ , waarop de klei de conus verlaat (min)
- Kolom AB: Debiet van de pomp in de aftap (l/h)
- Kolom AC: Tijdstip  $t_2$ , waarop de klei de conus verlaat, gebaseerd op de verblijftijd en het tijdstip van de binnenkomst in de conus (min)

A7 AK AL

```

45 VERBLIJFTIJD KOLON
46 /K /RNDKOLON-/RCKKOLON--
47 (LEFT 2)/RNDK1JK-/RCKK1JK--/XIK1JK=D-(DOWN)(RIGHT 2)/XGAK46-
48 (LEFT 2)/RNDTIJD-/RCKTIJD--(GOTO)AK60->60*BINT(TIJD)+100*(TIJD-BINT(TIJD))-
49 (GOTO)KOLON-(RIGHT 21)
50 /RNDTIJD1-/RCKTIJD1--(GOTO)AK61->60*BINT(TIJD1)+100*(TIJD1-BINT(TIJD1))-(GOTO)TIJD1-
51 (UP)/RNDTIJD2-/RCKTIJD2--/XITIJ2=0-/XGAK51-
52 (GOTO)AL61->60*BINT(TIJD2)+100*(TIJD2-BINT(TIJD2))-
53 /XITIJ2<TIJD-/XGAK55-
54 (GOTO)TIJD2-/XGAK50-
55 (GOTO)TIJD1-(BIGLEFT 3)(LEFT 1)/RNDTIJD3-/RCKTIJD3--(GOTO)AK62->60*BINT(TIJD3)+100*(TIJD3-BINT(TIJD3))-
56 (GOTO)TIJD2-(BIGLEFT 3)(LEFT 1)/RNDTIJD4-/RCKTIJD4--(GOTO)AL62->60*BINT(TIJD4)+100*(TIJD4-BINT(TIJD4))-
57 (GOTO)AL60->AL62*(AK62-AL62)*(AK60-AL61)/(AK61-AL61)-
58 (GOTO)KOLON->BINT(AL60/60)*(AL60-60*BINT(AL60/60))/100-(DOWN)/XGAK46-
59
60 14580 14186 TIJD (AFTAP MONSTER), TIJD* (ZONDER CONUS) (SEC)
61 14950 14076 TIJD1, TIJD2 (TIJD2=AFVOER CONUS) (SEC)
62 14580 13650 TIJD3, TIJD4 (TIJD=INVOER CONUS) (SEC)

```

```

NA GEBRUIK: BLIJF AF VAN F9 !!!!!!!!!!!!!
MACRO IN KOLON H
CONTROLEER OF DEZE CEL BEREKEND MOET WORDEN
AFTAP MONSTER: KOLON D
TIJD2: KOLON
TIJD1: KOLON
CONTROLEER OF DEZE CEL GEBRUIKT MOET WORDEN
TIJD2: KOLON
) ZOEK TIJD2 < TIJD
)
TIJD3: KOLON D
TIJD4: KOLON D
)
) BEREKEN TIJD* (ZONDER CONUS)

```

— Laten staan, indien een complete tabel doorgerekend moet worden. Weglaten, indien een enkele waarde berekend moet worden (in AK48 de 2 vervangen door 4)

- Kolom D: Tijdstip  $t_2$ , waarop de klei de conus verlaat (min)
- Kolom F:  $Cr^{3+}$  concentratie (ppm)
- Kolom H: Tijdstip  $t_1$  (min)
- Kolom AC: Tijdstip  $t_2$ , waarop de klei de conus verlaat, gebaseerd op de verblijftijd en het tijdstip van de binnenkomst in de conus (min)

Tabel B.2. Voorbeeld van een deeltjesgrootteverdeling opgemeten door de Malvern pulsed spray droplet sizer (type:2600).

RN.CU 17.3.1988 IN WATER, NIET IN USB, ROERTIJD 10 MIN.

RESULTS FROM BLOCK 1						
RUN NUMBER= 19		TIME=03-32-20		LOG DIFFERENCE= 3.35		
SAMPLE % VOLUME CONCENTRATION= 0.0011				BEAM OBSCURATION= 0.173		
SIZE MICRONS	WEIGHT % UNDER	WEIGHT IN BAND MICRONS		%	LIGHT ENERGY CALCULATED MEASURED	
11.0 10.0 9.0 8.0 7.0 6.0 5.0 4.0 3.0 2.0 1.0	100.0 100.0 100.0 100.0 100.0 100.0 100.0 100.0 100.0 100.0 100.0	11.0 10.0 9.0 8.0 7.0 6.0 5.0 4.0 3.0 2.0 1.0	11.0 10.0 9.0 8.0 7.0 6.0 5.0 4.0 3.0 2.0 1.0	11.0 10.0 9.0 8.0 7.0 6.0 5.0 4.0 3.0 2.0 1.0	11.0 10.0 9.0 8.0 7.0 6.0 5.0 4.0 3.0 2.0 1.0	11.0 10.0 9.0 8.0 7.0 6.0 5.0 4.0 3.0 2.0 1.0
D(50%) (UM)= 4.50		V M D (UM)= 5.51		S M D (UM)= 2.42		
D(10%) (UM)= 1.07		D(90%) (UM)= 11.91		SPAN = 2.41		



**B.9. Massabalansen over het stromingspatroonmodel.**

Het stromingspatroonmodel is in figuur 5.2. weergegeven.

De massabalansen hierbij worden in de vergelijkingen B.15.

t/m B.26. gegeven.

$$F_v^{\mathcal{B}} = F_v^{\mathcal{A}} + F_v^{\mathcal{G}} \quad (\text{B.15.})$$

$$p * F_v^{\mathcal{B}} = F_v^{\mathcal{F}} + F_v^{\mathcal{H}} + F_v^{\mathcal{G}} \quad (\text{B.16.})$$

$$(1 - p) * F_v^{\mathcal{B}} = F_v^{\mathcal{D}} \quad (\text{B.17.})$$

$$F_v^{\mathcal{I}} = F_v^{\mathcal{H}} + F_v^{\mathcal{F}} + F_v^{\mathcal{G}} \quad (\text{B.18.})$$

$$F_v^{\mathcal{J}} + F_v^{\mathcal{D}} + F_v^{\mathcal{E}} + F_v^{\mathcal{G}} \quad (\text{B.19.})$$

$$F_v^{\mathcal{J}} = F_v^{\mathcal{A}} \quad (\text{B.20.})$$

$$F_v^{\mathcal{E}} = q * F_v^{\mathcal{A}} \quad (\text{B.21.})$$

$$F_v^{\mathcal{F}} = (1 - a - b) * F_v^{\mathcal{I}} \quad (\text{B.22.})$$

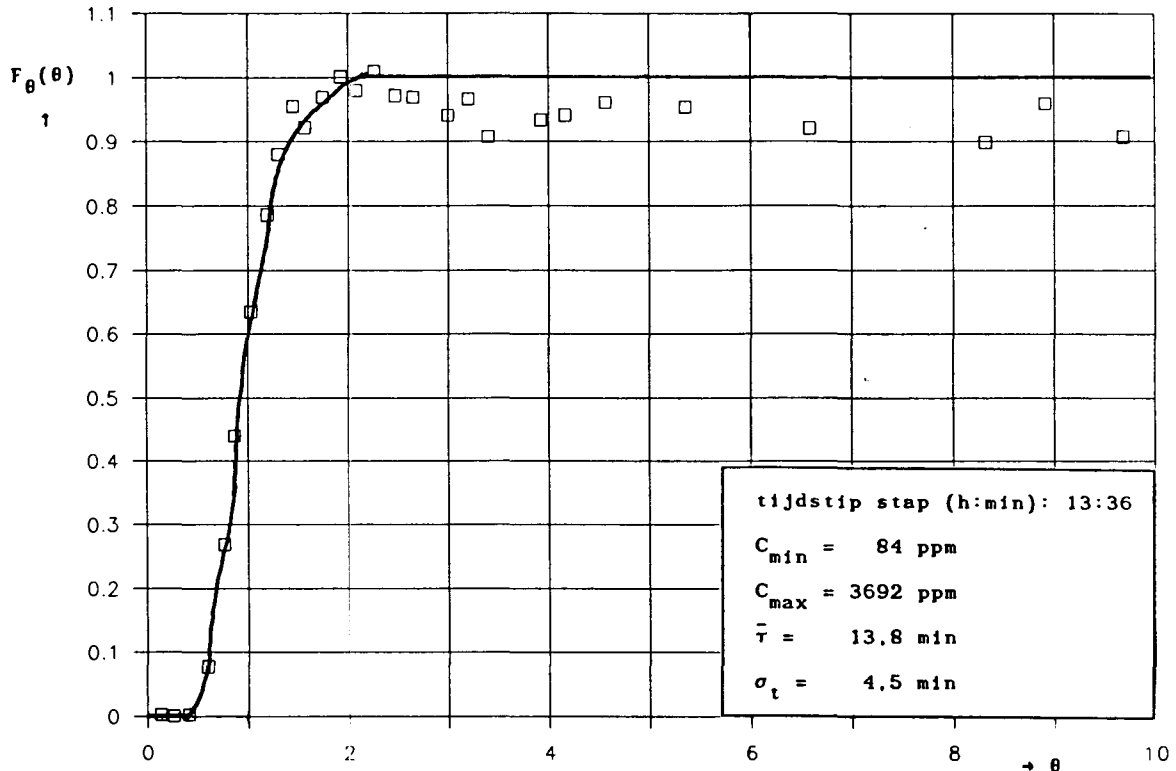
$$F_v^{\mathcal{G}} = b * F_v^{\mathcal{I}} \quad (\text{B.23.})$$

$$F_v^{\mathcal{H}} = a * F_v^{\mathcal{I}} \quad (\text{B.24.})$$

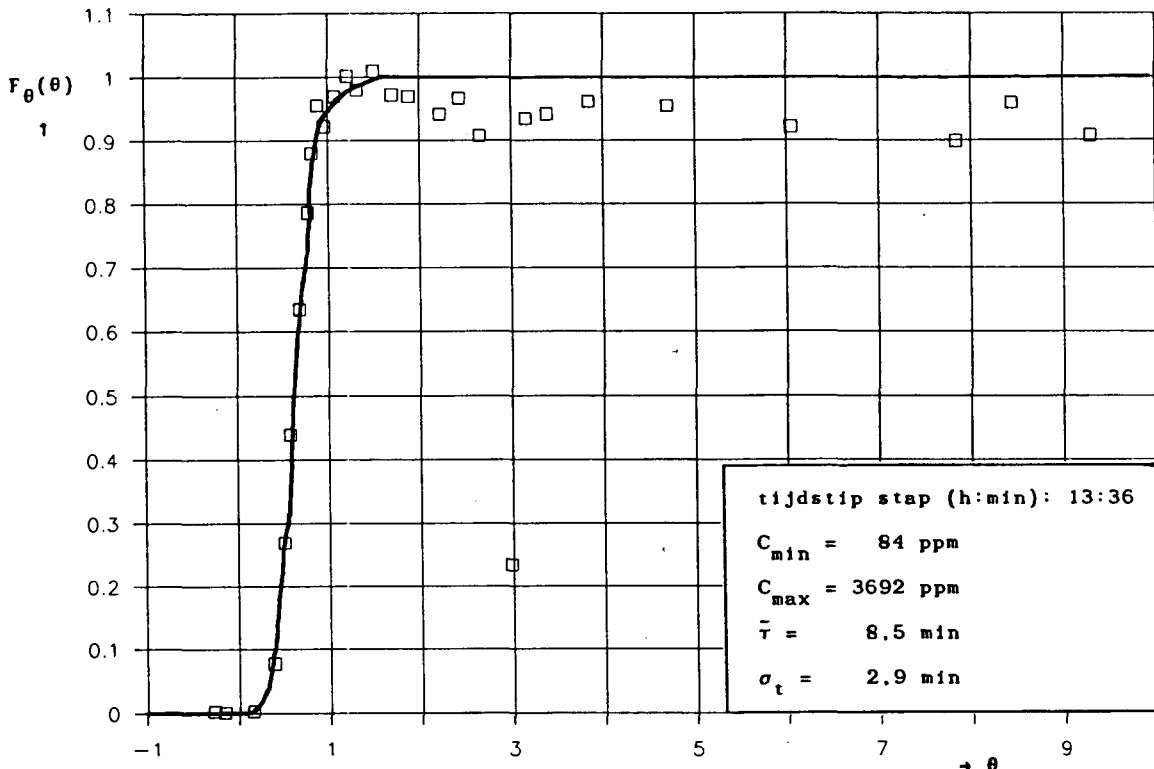
$$F_v^{\mathcal{B}\mathcal{E}} = F_v^{\mathcal{E}\mathcal{B}} \quad (\text{B.25.})$$

$$F_v^{\mathcal{H}\mathcal{E}} = F_v^{\mathcal{E}\mathcal{H}} \quad (\text{B.26.})$$

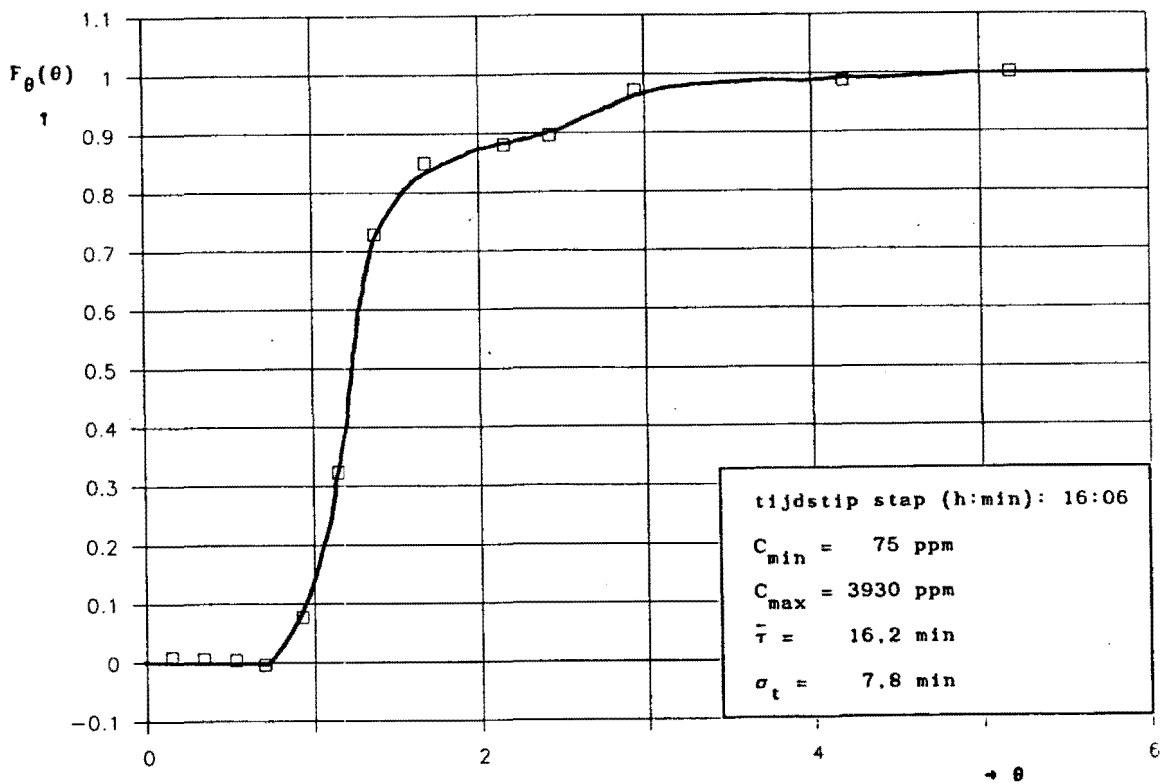
**B.10. Verblijftijdspreidingscurven van VTS-experiment  
880317.**



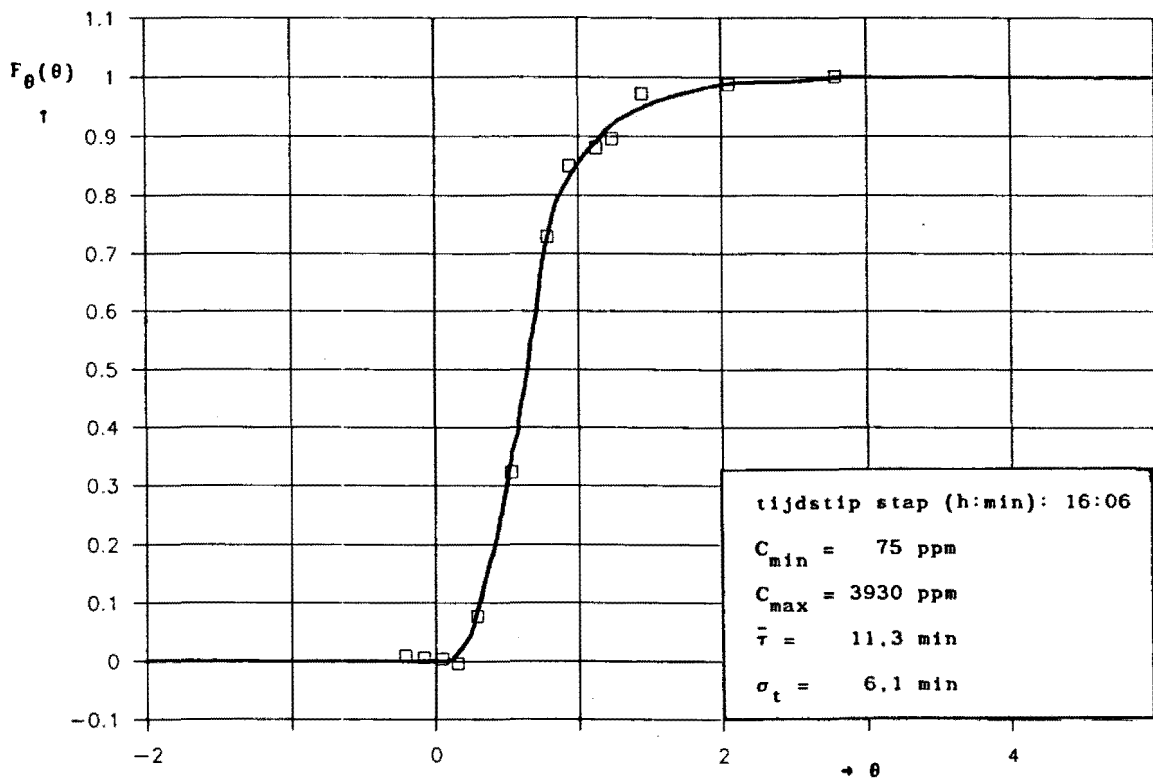
Figuur B.6. Dimensieloze VTS-curve van de positieve stap in de tracer  $\text{Cr}^{3+}$ , waarbij niet voor de conus gecorrigeerd is.



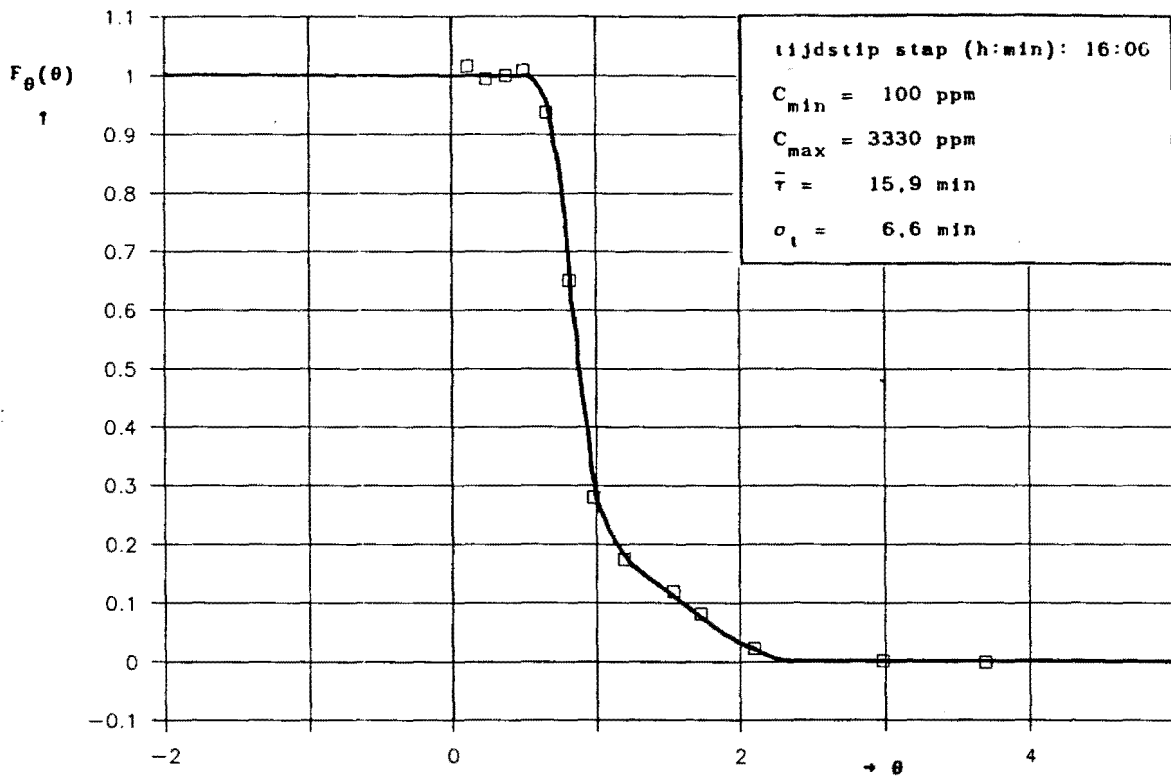
Figuur B.7. Dimensieloze VTS-curve van de positieve stap in de tracer  $\text{Cr}^{3+}$ , waarbij wel voor de conus gecorrigeerd is.



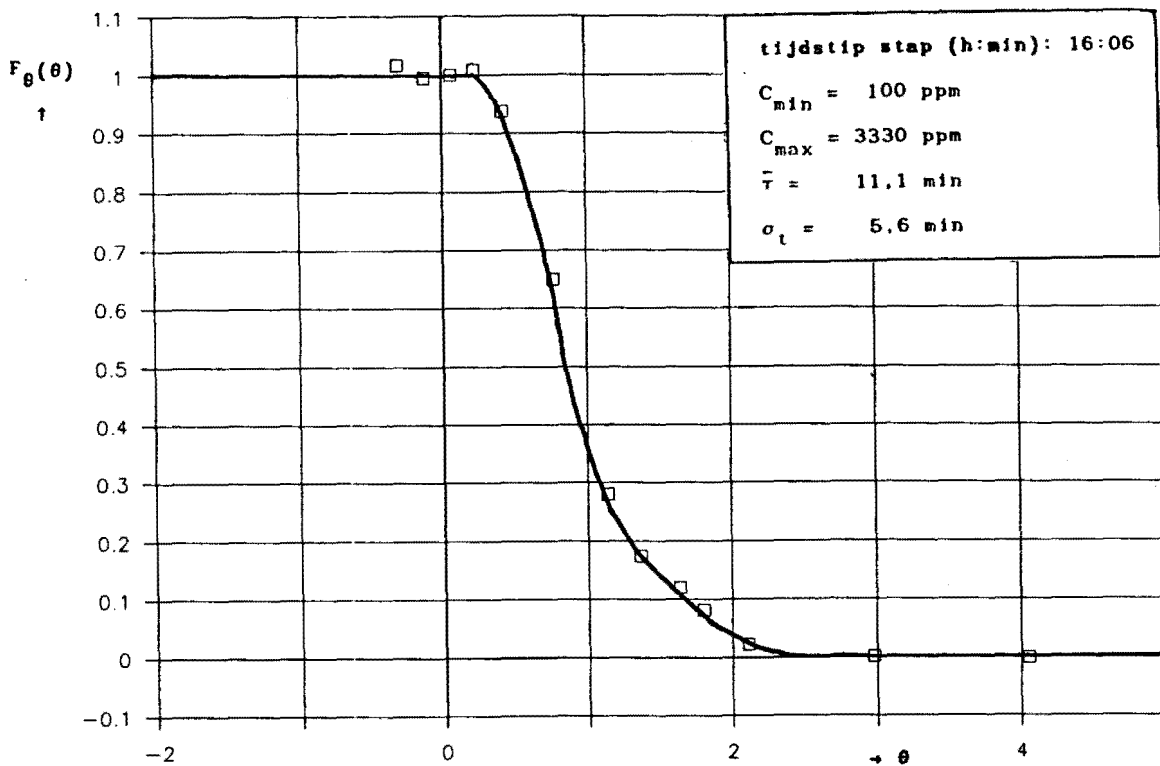
Figuur B.8. Dimensieloze VTS-curve van de positieve stap in de tracer  $\text{Cu}^{2+}$ , waarbij niet voor de conus gecorrigeerd is.



Figuur B.9. Dimensieloze VTS-curve van de positieve stap in de tracer  $\text{Cu}^{2+}$ , waarbij wel voor de conus gecorrigeerd is.



Figuur B.10. Dimensieloze VTS-curve van de negatieve stap in de tracer  $\text{Cr}^{3+}$ , waarbij niet voor de conus gecorrigeerd is.



Figuur B.11. Dimensieloze VTS-curve van de negatieve stap in de tracer  $\text{Cr}^{3+}$ , waarbij wel voor de conus gecorrigeerd is.











17.00	182.20	655		10.38
17.01	183.00			
17.03	185.45	482		10.45

17.05	187.00			
17.07	189.10	406		10.59
17.10	192.00		4.20	10.63
17.12	194.45	341		10.68
17.19	201.25	244		14.26
17.23	205.20	229		9.73
17.24	206.00			
17.29	211.35			9.96
17.33	215.00	175	3.69	10.27
17.37	219.25			10.40
17.45	227.00			
17.46	228.00		3.72	11.82
17.51	233.35	133		12.22
17.53	235.00			
18.01	243.00			
18.03	245.00	129		12.85

# EXPERIMENT 21-1-80

	tijd (h:min)	$\zeta_2$ (min)	G. (mS/cm)	debiet (kg/h)	d.s. m%
kolomoverloop	13.26	-32.00		12.8	
	13.28	-30.00		12.0	0.03
	13.30	-28.00		12.6	
	13.32	-26.00		11.7	0.03
	13.58	0.00	0.28		
	14.02	4.00	0.28	11.7	
	14.04	6.00	0.28		
	14.05	7.10	H <sub>2</sub> O>NaCl		
	14.08	10.00	0.28	13.8	
	14.11	13.00	0.28		
	14.14	16.00	0.29	11.7	
	14.18	20.00	0.28	11.1	
	14.23	25.00		11.1	
	14.25	27.00	0.29		
	14.27	29.00	0.28	11.4	
	14.29	31.00		10.2	0.04
	14.31	33.00	0.28		
	14.35	37.00		11.7	
	14.37	39.00	0.29		
	14.40	42.00		9.8	0.05
	14.43	45.00	0.28		
	14.49	51.00		8.0	
	14.50	52.00	0.30		
	14.53	55.00		11.0	
	14.54	56.00	0.29		
	14.57	59.00	0.29		
	15.00	62.00	0.29	12.6	
	15.02	64.00	0.30		
	15.04	66.00	0.30		
	15.06	68.00	0.30		
	15.08	70.00	0.33		
	15.10	72.00		8.2	
	15.11	73.00	0.33		
	15.13	75.00		7.6	
	15.14	76.00	0.34		
	15.16	78.00		8.0	
	15.17	79.00	0.35		
	15.19	81.00	0.37		
	15.21	83.00	0.40		
	15.22	84.00		8.1	
	15.23	85.00	0.40		
	15.25	87.00	0.43	11.4	
	15.27	89.00	0.45	11.1	
	15.29	91.00	0.47		
	15.31	93.00	0.50		
	15.33	95.00	0.52		

15.35	97.00	0.55		
15.37	99.00	0.56		
15.39	101.00	0.59		
15.40	102.00	0.60		
15.42	104.00	0.64		
15.44	106.00	0.66		
15.46	108.00	0.70		
15.48	110.00	0.72		
15.49	111.00	0.75		
15.50	112.00	0.79		
15.52	114.00	0.80	13.5	
15.53	115.00	0.83		
15.53	115.09	0.83		
15.54	116.00	0.85		
15.56	118.00	0.85		
15.58	120.00	0.88		
16.00	122.00	0.88	17.4	
16.02	124.00	0.93		
16.03	125.00		11.1	
16.04	126.00	0.95		
16.06	128.00	0.97		
16.08	130.00	0.97		
16.10	132.00	1.05		
16.12	134.00	1.05		
16.14	136.00	1.09		
16.15	137.00		19.8	
16.16	138.00	1.12		
16.17	139.00		11.1	
16.18	140.00	1.12		
16.20	142.00	1.17		
16.22	144.00	1.17		
16.24	146.00	1.17		
16.25	147.00		11.1	
16.27	149.00	1.19		
16.30	152.00	1.19		
16.33	155.00	1.19		
16.36	158.00	1.24		
16.37	159.00		18.9	
16.39	161.00	1.29		
16.40	162.00		13.5	
16.42	164.00	1.29		
16.45	167.00	1.31	13.5	
16.48	170.00	1.31		
16.50	172.00		12.7	0.20
16.51	173.00	1.31		
16.54	176.00	1.31		
16.55	177.00		13.5	
16.57	179.00	1.33		
17.00	182.00	1.31		
17.03	185.00	1.33		
17.06	188.00	1.33		
17.07	189.00		14.1	
17.09	191.00	1.33		
17.12	194.00	1.36		
17.15	197.00	1.33		
17.16	198.00		13.8	

17.18	200.00	1.38		
17.21	203.00	1.36		
17.24	206.00	1.36	15.4	0.18
17.27	209.00	1.36		
17.30	212.00	1.39	14.7	
17.33	215.00	1.39		
17.36	218.00	1.39		
17.39	221.00	1.39		
17.40	222.00		19.2	
18.15	257.00		18.9	

experiment 17-3-1988

	tijd (h: min)	$\epsilon_2$ (min)	conc Cu ppm	conc Cr ppm	G (mS/cm)	debiet (kg/h)	d.s. m%
kolomafvoer	12.39						
	13.18	-18.00			0.398		
	13.23	-13.00			0.394		
	13.33	-3.00			0.379		
	13.36	0.00	RnCu>RnCr				
	13.36	0.00			0.076		
	13.37	1.50	3901	95			8.75
	13.39	3.35	3845	88			8.51
	13.41	5.40	3989	94			8.37
	13.44	8.20	3582	365			7.99
	13.46	10.00				3.61	8.01
	13.46	10.35	2897	1054			7.87
	13.48	12.00	2364	1675			7.66
	13.50	14.15	1593	2375			7.88
	13.51	15.00			0.569		
	13.51	15.00					
	13.52	16.00			0.577		
	13.52	16.30	1079	2923			7.67
	13.53	17.00			0.573		
	13.54	18.00	672	3260			7.65
	13.54	18.00			0.588		
	13.55	19.00				4.26	7.89
	13.55	19.45					
	13.56	20.05	492	3531			7.76
	13.57	21.15					
	13.57	21.40	342	3413			8.07
	13.58	22.00			0.766		
	13.58	22.40					
	13.59	23.00			0.769		
	14	24.00			0.763		
	14.00	24.05	287	3582			8.20
	14.01	25.00				5.80	8.36
	14.02	26.00					
	14.02	26.35	144	3699			8.65
	14.04	28.00			0.869		
	14.04	28.45	109	3618			8.44
	14.05	29.00			0.866		
	14.05	29.15					
	14.05	29.30			0.872		
	14.07	31.10	88	3727			8.81
	14.08	32.00				7.14	8.81

14.09	33.17			0.955		
14.1	34.00			0.903		
14.10	34.05	62	3591			8.76
14.12	36.00			0.998		
14.12	36.35	60	3582			8.81
14.14	38.00			1.001		
14.15	39.50			1.004		
14.17	41.20	53	3481			8.87
14.18	42.00				6.92	9.00
14.18	42.00			1.151		
14.19	43.00			1.144		
14.20	44.10	80	3572			8.94
14.20	44.40					
14.22	46.00			1.245		
14.22	46.55	48	3358			8.89
14.24	48.00			1.281		
14.25	49.00				7.60	8.83
14.26	50.00			1.271		
14.27	51.05	11	928			8.68
14.29	53.00			1.379		
14.30	54.10	40	3456			8.68
14.30	54.50					
14.31	55.00			1.365		
14.33	57.00			1.405		
14.33	57.30	53	3482			8.74
14.35	59.00			1.440		
14.39	63.00	121	3554			8.83
14.39	63.00			1.470		
14.41	65.00			1.483		
14.43	67.00			1.515		
14.43	67.00				7.00	8.77
14.45	69.00			1.476		
14.47	71.00			1.463		
14.48	72.00			1.455		
14.50	74.00	109	3526			
15.07	91.00	101	3408			7.95
15.08	92.00					
15.13	97.00				6.47	8.01
15.22	106.00			1.675		
15.23	107.00			1.672		
15.24	108.00			1.640		
15.26	110.00			1.611		
15.28	112.00			1.598		
15.30	114.50	119	3329			7.97
15.34	118.00				6.57	7.87
15.36	120.00			1.669		
15.38	122.00			1.634		
15.39	123.00	31	3547			7.81
15.43	127.00			1.701		
15.45	129.00			1.676		
15.49	133.40	110	3358			7.15
15.51	135.00			1.711		
15.53	137.00			1.653		
15.58	142.00			1.711		
16.00	144.00			1.682		
16.02	146.00			1.669		

16.04	148.00			1.666		
16.06	150.00			1.670		
16.07	151.40	110	3485			7.49
16.09	153.50	100	3413			7.62
16.10	154.00			1.692		
16.10	154.20					
16.12	156.00			1.663		
16.12	156.00	93	3430			7.72
16.13	157.55	60	3457			7.82
16.14	158.00			1.708		
16.15	159.00				5.32	7.79
16.16	160.00			1.702		
16.16	160.15					
16.16	160.30	372	3222			8.25
16.18	162.00			1.660		
16.18	162.30					
16.19	163.00	1322	2266			10.11
16.20	164.00					
16.21	165.35	2885	1033			13.56
16.25	169.00	3351	680			13.02
16.30	174.00				2.26	12.16
16.30	174.25	3470	500			12.08
16.31	175.25					
16.33	177.30	3531	373			11.06
16.39	183.20	3825	176			12.21
16.45	189.00				3.67	13.08
16.53	197.30	3881	106			14.33
17.04	208.45	3933	99			13.75
17.14	218.00				3.82	13.53
17.14	218.10					

	<i>t<sub>ijel</sub></i> (h:min)	<i>t<sub>2</sub></i> min	<i>G</i> (m <sup>3</sup> /m)	<i>debiet</i> (kg/h)	<i>d.s.</i> (m%)
kolomoverloop	13.28	-8.00	0.52		
	13.33	-3.00	0.52		
	13.38	2.00	0.52		
	13.43	7.00	0.49		
	13.45	9.00		13.6	
	13.48	12.00	0.49		
	13.50	14.00		13.8	0.05
	13.53	17.00	0.49		
	13.55	19.00		14.7	
	13.58	22.00	0.48		
	14.03	27.00	0.47		
	14.08	32.00	0.46		
	14.12	36.00		11.0	
	14.13	37.00	0.47		
	14.18	42.00	0.47		
	14.23	47.00	0.47		
	14.28	52.00	0.46	10.8	
	14.33	57.00	0.45		
	14.38	62.00	0.44		
	14.43	67.00	0.46		
	14.48	72.00	0.47		
	15.03	87.00		10.5	
	15.17	101.00	0.78		
	15.18	102.40	0.79		
	15.18	102.50	0.79		
	15.20	104.00	0.84		
	15.22	106.00	0.84		
	15.24	108.00	0.89		
	15.26	110.00	0.92		
	15.28	112.00	0.94		
	15.30	114.00	0.94	11.3	
	15.32	116.00	0.94		
	15.34	118.00	1.00		
	15.36	120.00	1.00		
	15.38	122.00	1.02		
	15.41	125.00	1.07		
	15.44	128.00	1.10		
	15.47	131.00	1.10		
	15.50	134.00	1.15		
	15.53	137.00	1.18		
	15.56	140.00	1.18		
	15.59	143.00	1.23		
	16.02	146.00	1.23		
	16.05	149.00	1.29		
	16.08	152.00	1.31		
	16.11	155.00	1.31		
	16.14	158.00	1.34		
	16.17	161.00	1.36		
	16.19	163.00		14.4	
	16.20	164.00	1.36		
	16.23	167.00	1.39		
	16.26	170.00	1.42		



16.29	173.00	1.44		
16.32	176.00	1.42		
16.35	179.00	1.47		
16.36	180.00		13.2	
16.38	182.00	1.44		
16.41	185.00	1.44		
16.44	188.00	1.47		
16.47	191.00	1.47		
16.48	192.00		13.7	0.15
16.50	194.00	1.47		
16.53	197.00	1.49		
16.56	200.00	1.49	13.5	
16.59	203.00	1.49		
17.02	206.00	1.49		
17.05	209.00	1.49		
17.10	214.00	1.54		
17.15	219.00	1.54		
17.17	221.00		13.5	
17.20	224.00	1.54		
17.25	229.00	1.54		
17.30	234.00	1.54		

experiment 28-4-1988

	tijd (h:mn)	$t_2$	conc Cu ppm	conc Cr ppm	G. (mS/cm)	debiet (kg/h)	d.s. m%	
kolomafvoer	12.00	-88.00						
	12.15	-73.00						
	12.19	-69.00						
	12.20	-68.00						
	12.26	-62.00						
	12.30	-58.00				2.99	14.13	
	12.48	-40.00						
	12.52	-36.00						
	12.53	-35.00						
	12.55	-33.00						
	13.00	-28.00						
	13.06	-22.00						
	13.09	-19.00						
	13.14	-14.00						
	13.21	-7.00						
	13.26	-2.00						
	13.28	0.00		RnCu>RnCr				
	13.30	2.05	4253	92			16.53	
	13.31	3.15						
	13.31	3.50	4203	104			16.18	
	13.34	6.30	4208	94			14.76	
	13.35	7.00				3.02	15.14	
	13.35	7.40						
	13.36	8.25	4151	104			14.61	
	13.38	10.20	4250	92			14.25	
	13.40	12.05	4122	100			14.35	
	13.41	13.00				3.55	14.18	
	13.41	13.05						
	13.41	13.55	4131	96			14.44	
	13.42	14.45						
	13.43	15.40	4235	114			13.72	
	13.44	16.00				5.79	13.60	
	13.44	16.35						
	13.45	17.00	3898	330			13.14	
13.46	18.20	3447	894			11.83		
13.47	19.00				8.95	12.59		
13.47	19.25	2863	1447			11.07		
13.49	21.15	2107	2193			10.45		
13.51	23.15	1485	2747			10.06		
13.53	25.40	942	3171			9.92		
13.54	26.00				8.56	10.05		

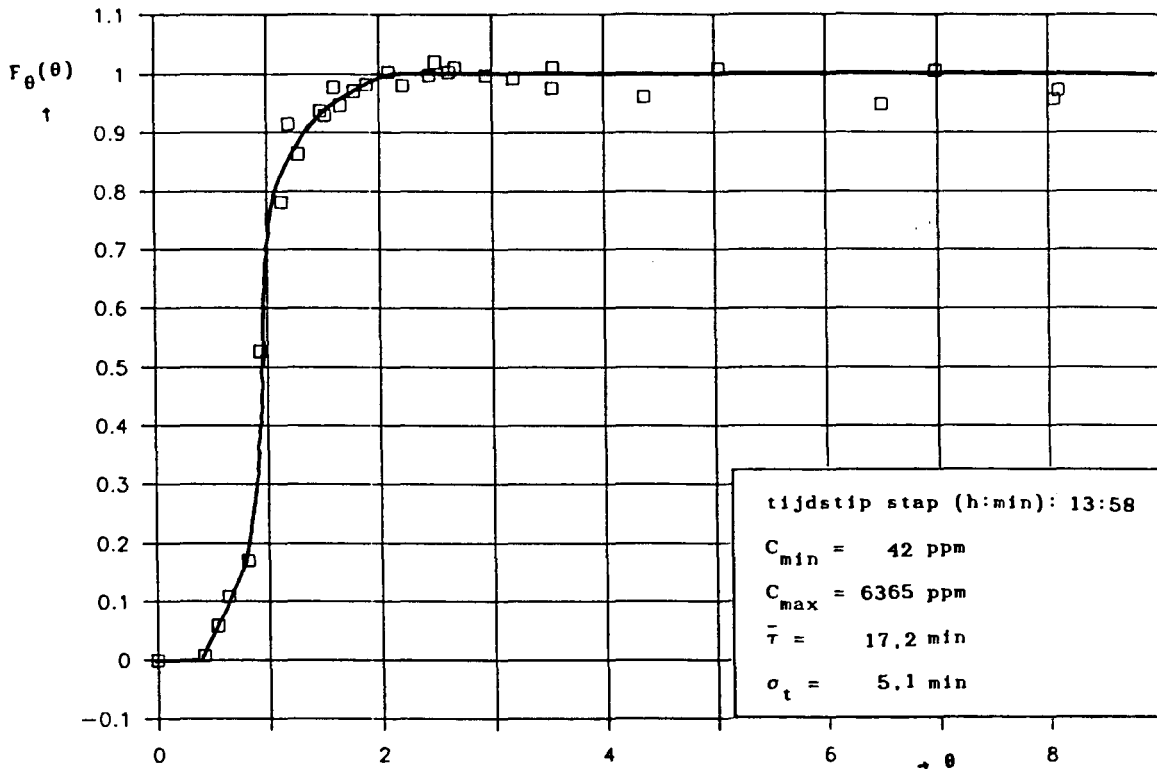
experiment 28-4-1988

13.56	28.20	628	3444		9.44
13.59	31.50	306	3625		9.14
14.01	33.00			0.24	
14.02	34.15	220	3818		9.73
14.03	35.00			0.26	
14.05	37.00			0.26	
14.05	37.10	149	3838		9.31
14.08	40.00			0.26	
14.08	40.15	137	3935		9.12
14.10	42.00			8.57	9.10
14.11	43.00			0.26	
14.11	43.40	95	3822		9.21
14.12	44.00			0.26	
14.16	48.10	103	3810		8.67
14.17	49.00			0.54	
14.19	51.00			0.59	
14.19	51.15	84	3825		8.74
14.20	52.05				
14.21	53.00			0.60	
14.22	54.00			0.60	
14.23	55.10	104	3806		8.85
14.25	57.10			0.73	
14.25	57.20			0.86	
14.25	57.30			0.86	
14.25	57.40			0.86	
14.25	57.50			0.87	
14.27	59.00			0.87	
14.28	60.45	71	3827		8.35
14.29	61.00			0.88	
14.32	64.00			5.93	8.49
14.33	65.00			1.84	
14.34	66.30	62	3780		8.46
14.36	68.00			1.17	
14.37	69.00			1.18	
14.43	76.00			1.46	
14.43	75.00			5.78	8.21
14.43	75.00	42	3897		8.00
14.45	77.00			1.45	
14.47	79.00			1.44	
14.48	80.00			1.44	
14.49	81.45	51	3806		7.79
14.50	82.45				
14.56	88.25	42	3722		7.83
14.57	89.00			1.62	
14.58	90.00			1.60	
14.58	90.00			1.61	
14.59	91.00			4.14	7.98
15.10	92.00			1.65	
15.13	95.00			1.70	
15.14	96.00			1.70	
15.15	97.00			1.69	
15.16	98.00			1.70	
15.21	113.00	31	3580		8.46
15.21	113.00			4.33	8.79
15.24	116.25	21	3726		8.11
15.36	128.00			1.70	

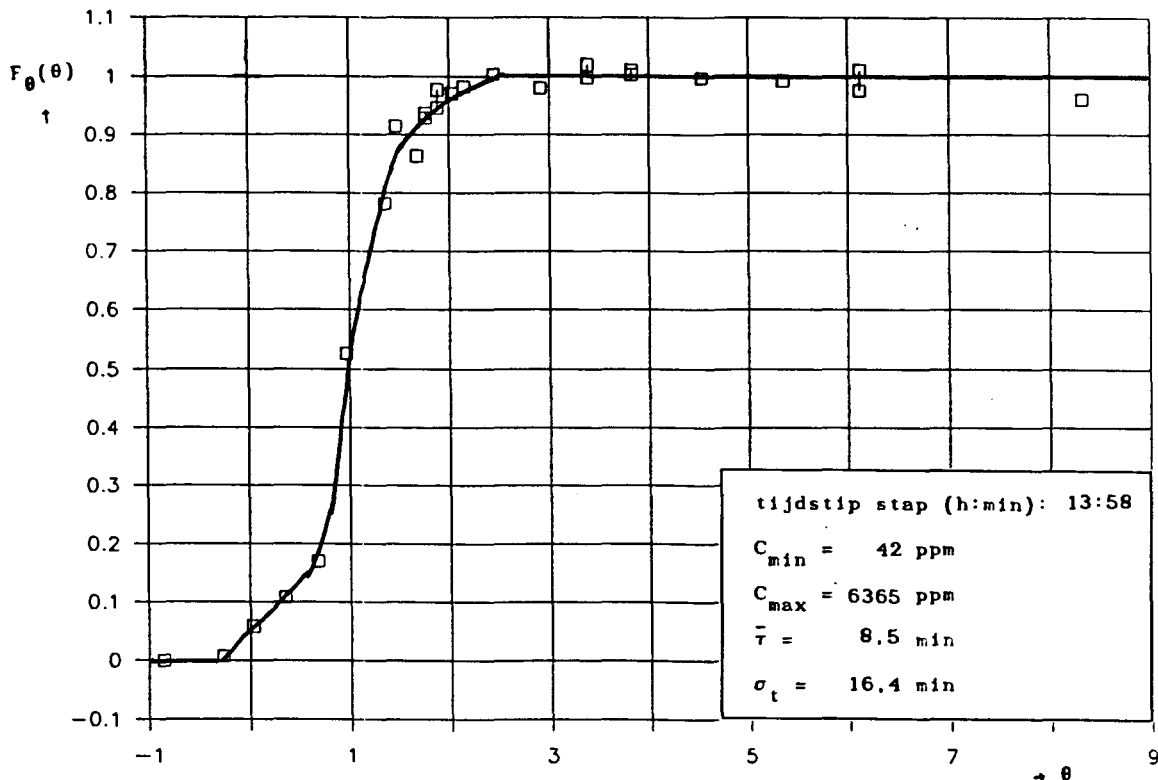
experiment 28-4-1988

15.38	130.00			1.84	
15.40	132.00			1.84	
15.42	134.00			1.84	
15.45	137.00			1.84	
15.48	140.00			1.87	
15.51	143.00			1.87	
15.54	146.00			1.87	
15.57	149.00			1.88	
16.00	152.00			1.87	
16.02	154.00	0	3855		7.82
16.16	168.35	21	3833		7.77
16.18	170.30	20	3805		8.02
16.20	172.20	11	3864		7.79
16.22	174.35	30	3864		8.41
16.23	175.00			4.03	8.23
16.24	176.00	32	3813		8.04
16.25	177.00				
16.25	177.35	98	3891		7.96
16.27	179.35	416	3588		9.52
16.28	180.00			3.60	8.48
16.29	181.40				
16.30	182.00	1012	3046		10.55
16.32	184.25	2035	2074		11.95
16.35	187.00	2908	1097		13.14
16.36	188.00			3.07	13.31
16.36	188.35	3349	813		13.20
16.38	190.30				
16.38	190.50	3722	488		13.51
16.40	192.45	3888	388		13.13
16.46	198.00	4010	234		13.40
16.48	200.20	4009	203		12.80
16.50	202.30	4062	177		14.31
16.52	204.00			3.82	13.72
16.57	209.30	4145	159		13.23
16.58	210.45				
17.00	212.10	4208	138		13.94
17.01	213.00			4.15	13.91
17.04	216.00	4231	125		13.40
17.07	219.45	4172	121		13.53
17.12	224.15	4210	111		13.43
17.15	227.00			4.26	14.04
17.15	227.30	4084	134		13.23
17.31	243.00	4177	130		11.05
17.46	258.00				

**B.12. VTS-curven van de positieve stap tijdens VTS-experiment 880121.**



Figuur B.12. Dimensieloze VTS-curve van de tracer  $\text{Cu}^{2+}$ , waarbij niet voor de conus gecorrigeerd is.



Figuur B.13. Dimensieloze VTS-curven van de tracer  $\text{Cu}^{2+}$ , waarbij wel voor de conus gecorrigeerd is.