

Vakgroep Chemische Technologie

Verslag behorende
bij het fabrieksvoorontwerp
van

W. Swart

onderwerp:

Productie van waterstofperoxide via
het auto-oxidatieproces

adres: Veerweg 3
1251 ZG Laren

opdrachtdatum: januari 1987
verslagdatum: oktober 1987

I Inhoudsopgave.

| | | |
|------|--|----|
| II | Samenvatting..... | 3 |
| III | Conclusies..... | 4 |
| IV | Inleiding..... | 6 |
| V | Uitgangspunten voor het ontwerp..... | 8 |
| VI | Beschrijving van het proces..... | 12 |
| VII | Procescondities..... | 17 |
| VIII | Berekening van de procesapparatuur..... | 21 |
| IX | Massa- en warmtebalans..... | 36 |
| X | Overzicht specificatie apparatuur..... | 44 |
| XI | Kostenbeschouwing bij het proces..... | 51 |
| XII | Symbolenlijst..... | 55 |
| XIII | Literatuuroverzicht..... | 56 |
| | Bijlage 1 Viscositeit werkoplossing..... | 58 |
| | Bijlage 2 Theoretische aantal schotels..... | 59 |
| | Bijlage 3 Warmtegeleidingscoëfficiënt werkoplossing..... | 60 |
| | Bijlage 4 Diffusiecoëfficiënten H_2O_2 | 61 |

II Samenvatting.

De jaarlijkse produktie van 70-massa%-ig waterstofperoxide bedraagt 13 536 ton. Grondstoffen zijn waterstof en zuurstof. Het rendement op deze beide stoffen bedraagt respectievelijk 94 en 98 %.

Het proces bestaat globaal uit zeven stappen. De eerste stap is de hydrogenering van de reactiedrager 2-ethylantrachinon. Katalysator hierbij is Raney nikkel. De hieropvolgende stap is de oxidatie van het gereduceerde antrachinon. Hierbij ontstaat waterstofperoxide. Dit wordt met water geëxtraheerd dat later in een destillatietoren weer gedeeltelijk wordt afgescheiden. De oplossing met de reactiedrager wordt na regeneratie weer gerecycled.

Het proces is milieuvriendelijk vanuit het oogpunt dat er in een gesloten cyclus wordt gewerkt met niet toxische oplosmiddelen (xyleen en 2-octanol). De afgevoerde oxidatielucht wordt ontdaan van meegevoerd oplosmiddel in actief kool adsorbers die met stoom worden geregenereerd.

De ROI van het proces bedraagt 19 %, de IRR is berekend als 32.9 %.

III Conclusies.

Het produktieproces van waterstofperoxide via antrachinon verloopt zonder buitensporige degradatie van de reactiedrager (5,6). In het proces zijn twee regeneratiestappen aangebracht om de nadelige omzettingen tijdens de hydrogeneringsreactie en de oxidatiereactie van antrachinon te compenseren. Een derde behandeling die het vloeibare mengsel van reactiedrager en oplosmiddel (werkoplossing) ondergaat is het afscheiden van tijdens de extractie meegevoerd water. Hierbij is gekozen voor een settler, mogelijk is deze oplossing wat te beperkt en zal een droogmiddel als K_2CO_3 de voorkeur verdienen.

Het proces is zeer milieuvriendelijk, het is ontworpen naar een recent bij Interox Chemicals ontwikkeld procédé. Essentiële verschillen met het bij bijvoorbeeld BASF draaiende proces zijn niet gevonden, behalve dan het toepassen van wat minder toxische oplosmiddelen dan benzeen. Het proces kent één waterige afvalstroom met als vervuilende componenten enige organische produkten en waterstofperoxide. Verlies aan duur antrachinon wordt vrijwel vermeden (1).

De zuivering en opwerking van het ruwe waterstofperoxide produkt verloopt betrekkelijk soepel via een extractie en een destillatie, onder milde omstandigheden. Een probleem vormen de meegevoerde organische vervuilingen die de stabiliteit van waterstofperoxide aantasten en in voldoende mate verwijderd dienen te worden. Het uiteindelijke produkt heeft een gehalte van 270 mg C/l (5).

De keuze van lucht als oxidatiemiddel boven zuivere zuurstof brengt extra compressiekosten met zich mee, maar de lucht kan in principe aan de atmosfeer onttrokken worden en is dus gratis. In het processchema is na de compressoren een koeler geplaatst, deze is in principe overbodig. De nu afgevoerde warmte kan bij de hydrogenering respectievelijk oxidatie gebruikt worden.

Op verschillende plaatsen wordt warmte aan het proces onttrokken en niet opnieuw weer gebruikt. Dit brengt onnodig extra

misschien
gebruikt?

voor opzet?
n
niet
gebruikt?

weem
is ook
afgevoerd?

energie kosten met zich mee. De vrijkomende warmte in H42 kunnen worden gebruikt om de recyclestroom werkoplossing voor te verwarmen teneinde de hydrogenering te ondergaan. De condensatie warmte van water vrijkomend in H45 kan worden aangewend om de regeneratiestroom werkoplossing voor te verwarmen.

Als economische criteria voor de rentabiliteit van het proces zijn de ROI en de IRR berekend. Bij een produktie van 13 536 ton 70 massa%-ig waterstofperoxide, een rendement van 94 en 98 % in waterstof respectievelijk zuurstof, bedragen de ROI en de IRR respectievelijk 19 en 32.9 %. Het autooxidatieproces is rendabeler in vergelijking met de oudere processen (3).

Een variant op het beschrevenproces is het vergelijkbare proces waarbij de conversie bij de hydrogenering mindergroot is met als gevolg dat het tetrahydroderivaat niet ontstaat. Dit heeft gevolgen voor de bijprodukt vorming. Dit proces wordt in de literatuur aangeduid als "antra-systeem".

IV Inleiding.

De produktie van waterstofperoxide via het autooxidatie proces heeft als belangrijkste karakteristiek de recycle van de reactiedrager. 2-Ethylantrachinon wordt afwisselend gehydrogeneerd en geoxideerd waarbij tijdens de laatste stap waterstofperoxide vrijkomt. Er vindt, buiten (ongewenste) nevenreacties, geen omzetting van reactiedrager plaats.

De reactiedrager, een vaste stof bij kamertemperatuur, is opgelost in een oplosmiddelenmengsel, met een oplosmiddel voor antrachinon in de geoxideerde en in de gereduceerde vorm. Dit mengsel wordt als werkoplossing aangeduid.

In dit fabrieksvoorontwerp zal worden gekeken naar de hydrogeneringsreactie, naar de verdere opwerking van het ruwe waterstofperoxideprodukt (destillatie, extractie), en naar de regeneratie van de werkoplossing. Hierbij is zoveel mogelijk volgens het milieuvriendelijke procédé zoals dat bij Interox Chemicals is ontwikkeld gewerkt.

Het waterstofperoxide produktieproces heeft in zijn ontwikkeling tot op heden drie fasen gekend. Als eerste was er het nat-chemische proces, gevolgd door electrochemische produktiemethoden en nu het autooxidatieproces.

Het nat-chemische proces werd uitgevoerd door het laten inwerken van zoutzuur op bariumdioxide waarbij waterstofperoxide en bariumdichloride gevormd worden. Deze laatste component werd dan weer met zwavelzuur behandeld waarbij opnieuw zoutzuur en bariumsulfaat ontstaan. Het (waterige) waterstofperoxide produkt dat op deze wijze werd geproduceerd was als gevolg van verontreinigingen niet erg stabiel. Enige verbetering bracht dan ook het electrochemische proces waarbij door middel van electrolyse van zwavelzuur perdiszwavelzuur wordt gevormd dat door water via perzwavelzuur tot weer zwavelzuur en waterstofperoxide wordt gehydrolyseerd.

Rond 1935 vond de grote doorbraak plaats met de ontwikke-

ling van het organische produktieproces. In 1977 bedroeg de op deze wijze geproduceerde hoeveelheid 100 %-ig waterstofperoxide circa 500 000 ton, waarvan meer dan 60 % in Europa is gefabriceerd.

Waterstofperoxide wordt voornamelijk toegepast als bleekmiddel in de textiel-, papier- en chemische industrie. In laatstgenoemde industrietak wordt het ook toegepast bij de produktie van per-verbindingen. Recenter is de toepassing bij de oxidatieve verwijdering van cyanide, formaldehyde en fenol uit afvalwater.

V Uitgangspunten voor het ontwerp.

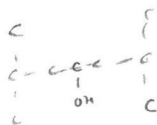
Het eindproduct is 70 massa%-ig waterstofperoxide. De productiecapaciteit bedraagt 13536 ton per jaar (8000 uur). De procesvoering is zoveel mogelijk analoog gekozen aan die bij Interox Chemicals, waar een nieuw, milieu vriendelijk proces is ontwikkeld. Hiertoe is contact met deze onderneming gezocht. Het bleek dat het proces als milieuvriendelijk is te beschouwen vanuit het gezichtspunt dat er gewerkt wordt met niet toxische oplosmiddelen in een compleet gesloten cyclus. Als mogelijk oplosmiddelen mengsel werd genoemd een 50-50 vol% mengsel van trimethylbenzeen en diisobutylcarbinol (twee oplosmiddelen om het antrachinon in zowel gereduceerde als in geoxideerde toestand op te lossen). De enige gevonden kinetiek gegevens betroffen echter het oplosmiddelenmengsel xyleen- 2-octanol. Voor dit laatste is gekozen.

Katalysator bij de hydrogeneringsreactie is Raney-nikkel. Als reactiedrager is gekozen voor 2-ethylantrachinon, deze wordt zowel door Interox als in de overige literatuur het meest genoemd. Na verloop van tijd wordt echter het tetrahydro derivaat gevormd dat dan als reactiedrager gaat fungeren. Deze twee componenten en het tijdens de hydrogenering gevormde corresponderende hydrochinon zijn allen in gewenste mate oplosbaar in het oplosmiddelen mengsel.

Waterstofperoxide wordt tijdens dit proces gevormd uit de grondstoffen waterstof en zuurstof (lucht). Hulpstof is water dat dient als extractiemiddel.

Het proces heeft één afvalstroom, waarvan de samenstelling is : 3 168 ton/jaar H_2O , 201 600 kg/jaar H_2O_2 , 2843 kg/jaar werkoplossing (14). Er is geen directe luchtverontreiniging, de waterverontreiniging is uiterst gering.

In de literatuur zijn verschillende fysische constanten van de bij het proces betrokken stoffen gevonden. Deze staan in tabel 5.1 weergegeven.



| grootheid | H ₂ O ₂ | lucht | H ₂ O | H ₂ | 2-eac | 2-oct | o-xyl | stoom ⁴⁾ |
|------------------------------|-------------------------------|-------|---------------------|----------------|--------|-----------------------------------|-----------------------------------|----------------------|
| ΔH_f kJ/mol | -189.04 | 0 | -285.99 | 0 | -6 472 | -437.69 | -24.45 | -2891 |
| ΔH_v kJ/kg | 1 387 | - | 2258 | - | - | - | - | 2024 |
| T_k °C | 151.4 | - | 100.0 | - | 379.8 | 180 | 144 | - |
| $T_{krit.}$ °C | 457 | - | 374.15 | - | - | 364 | 359 | - |
| P_d bar | $2 \cdot 10^{-3}$ | - | $1.5 \cdot 10^{-2}$ | - | - | ²⁾ $1.3 \cdot 10^{-3}$ | ⁷⁾ $1.3 \cdot 10^{-2}$ | - |
| $P_{krit.}$ bar | 210 | - | 214 | - | - | 26.0 | 34.6 | - |
| ρ mNs/m ² | 1.249 | - | 1.002 | - | - | 8.9 | 0.81 | $14.8 \cdot 10^{-3}$ |
| λ W/mK | - | - | ⁶⁾ 0.621 | - | - | ³⁾ 0.133 | ⁵⁾ 0.156 | 0.039 |
| C_p kJ/kg°C | 2.629 | 1.05 | 4.182 | 14.7 | - | - | - | 2.38 |
| ρ kg/m ³ | 1448 | - | 1000 | $0.164^{1)}$ | - | 822 | 881 | 4.8 |

2 eanbachis?

- 1) 2 bar
- 2) 32.8 °C
- 3) 65 °C
- 4) 220 °C, 10 bar
- 5) 68 °C
- 6) 33.5 °C
- 7) 32.1 °C

tabel 5.1

In het proces wordt gewerkt met enige gevaarlijke stoffen, te weten de beide oplosmiddelen, waterstof, natronloog en waterstofperoxide.

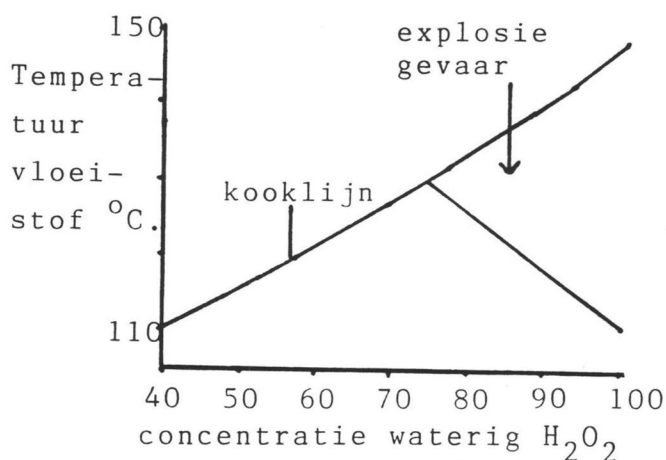
Vlaamv.

Xyleen en 2-octanol zijn beiden licht ontvlambaar, beiden lichter dan water en niet of slechts weinig mengbaar met water. Als blusmiddel kan bluspoeder of kooldioxide worden toegepast. Aanraking van 2-octanol met de huid kan prikkeling en roodheid doen ontstaan. De stof werkt op het zenuwstelsel met als gevolgen duizeligheid en slaperigheid. Xyleen ontvet de huid en maakt deze gevoelig.

De dampen van beide oplosmiddelen vormen met lucht explosieve mengsels, die ontstoken kunnen worden aan hete oppervlakken of door middel van vonken of vlammen. Inademing van de dampen geeft een inwerking op de hersenen en veroorzaakt een roes. Inademing van 2-octanol veroorzaakt bovendien keelpijn en hoesten. De damp werkt ook op de ogen (16,17)

Natronloogdamp is bijtend voor de ogen, huid en luchtwegen. Op de huid kunnen na aanraking met de vloeistof ernstige brandwonden ontstaan. Spatten in de ogen kunnen een verminderd gezichtsvermogen geven (17).

Waterstofperoxidedampen zijn niet giftig. Inademing irriteert de slijmvliezen. Aanraking van de huid met de vloeistof geeft tijdelijk jeukende en brandende witte vlekken. Langer contact is iets schadelijker. Aanraking met de ogen bij voorkeur vermijden. Dampmengsels met lucht zijn bij een concentratie groter dan 26 mol% explosief, evenals in combinatie met andere inerte gassen. De explosie kan tot stand worden gebracht door middel van vonken, contact met een ka-



figuur 5.1

talytisch werkend metaal, of met een niet katalytisch werkend metaal (aluminium). Explosieve dampen kunnen ontstaan boven vloeistofmengsels met concentraties H_2O_2 van 75 massa% en groter. Waterige oplossingen tot circa 90 massa% H_2O_2 zijn zelf niet explosief (5). Zie hiertoe ook figuur 5.1.

Waterstofgas kan verstikkend werken door een als gevolg van verdunning van lucht ontstaan tekort aan zuurstof. Waterstof is een kleur- en reukloos gas dat niet door menselijke zintuigen kan worden gedetecteerd. Het gas is in combinatie met lucht explosief en is licht ontvlambaar.

In tabel 5.1 staan enige gegevens met betrekking tot de veiligheid van de toegepaste stoffen.

| | vlamp. °C | ontstek.T °C | expl.gr. vol.% | M.A.C. mg/m ³ |
|-----------|-----------|--------------|----------------|--------------------------|
| o-xyleen | 30 | 464 | 1 -7 | 435 |
| 2-octanol | 59 | 390 | - - | - |
| H_2O_2 | - | - | - - | - |
| waterstof | - | 538 | 18-59 | - |

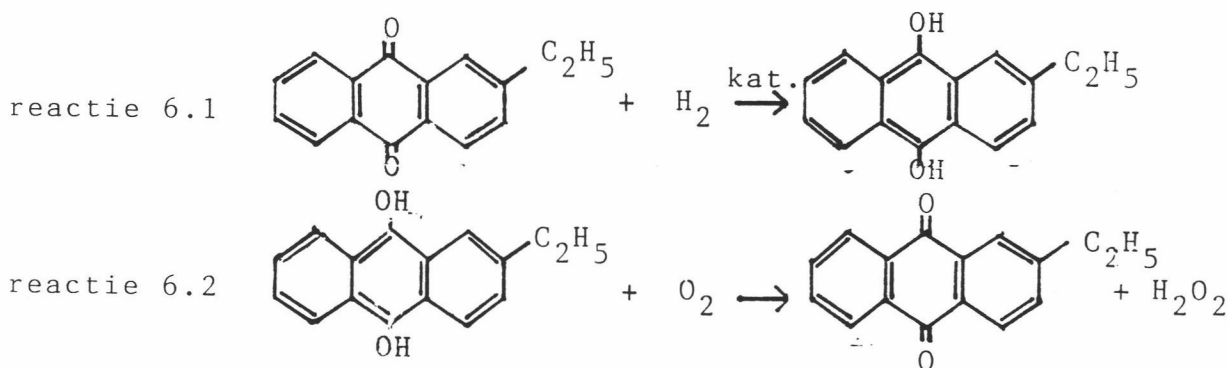
tabel 5.1

De opslag van het waterstofperoxideprodukt behoeft enige aandacht. Belangrijk hierbij is de omzetting ervan, waarbij warmte wordt ontwikkeld en er gasvorming plaatsvindt. Warmteafvoer is essentieel, daar per 10° temperatuurstijging de omzettingsnelheid met een factor 2.3 toeneemt. Als gevolg van de gasvorming kan bovendien de druk in de opslagtank flink oplopen.

VI Beschrijving van het proces.

VI.1 Korte weergave van de optredende reacties.(3,4,5)

De bereiding van waterstofperoxide via het antrachinon-autooxidatieproces is een kringproces. Reactiedrager is 2-ethylantrachinon, dat afwisselend wordt gehydrogeneerd tot het corresponderende 'hydro'chinon (reactievergelijking 6.1) en weer teruggeoxideerd tot de uitgangsstof (reactievergelijking 6.2).



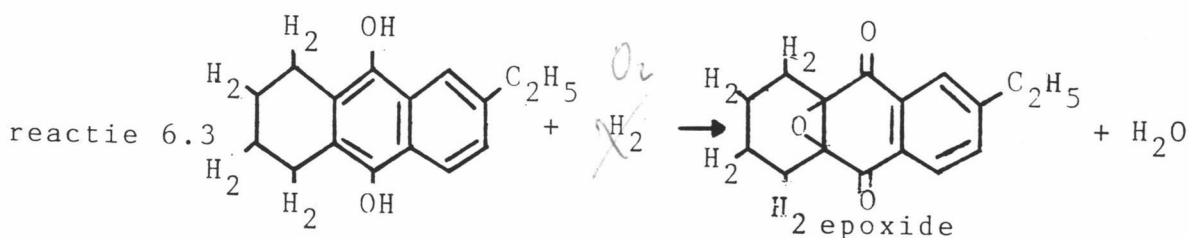
Tijdens de autooxidatie van het hydrochinon wordt H_2O_2 gevormd. De opbrengst hiervan kan nadelig worden beïnvloed door optredende nevenreacties waarbij ongewenste producten ontstaan.

Een belangrijke nevenreactie is de kernhydrogenering die kan optreden tijdens de hydrogenering. De niet gesubstitueerde aromaatring wordt hierbij gehydrogeneerd. Het produkt dat hierbij gevormd wordt, 2-ethyltetrahydroantrachinon, wordt echter wel op de wijze analoog aan reactievergelijking 6.1 gehydrogeneerd zodat er als zodanig geen H_2O_2 verlies optreedt. Na verloop van tijd is de situatie zo dat circa 70% van de reactiedrager is omgezet in het tetrahydroderivaat. Bij hydrogenering van een mengsel van 2-ethylantrachinon en het tetrahydroderivaat zal preferent hydrogenering optreden van de laatste al-

vorens het 2-ethylantrachinon wordt gehydrogeneerd. Wordt de conversie laag (circa 60%) gehouden, dan wordt alleen het tetrahydroderivaat gehydrogeneerd. De oorspronkelijke reactiedrager is dan alleen nog aanwezig vanwege het synergistische effect op de hydrogenering van 'tetra'(20).

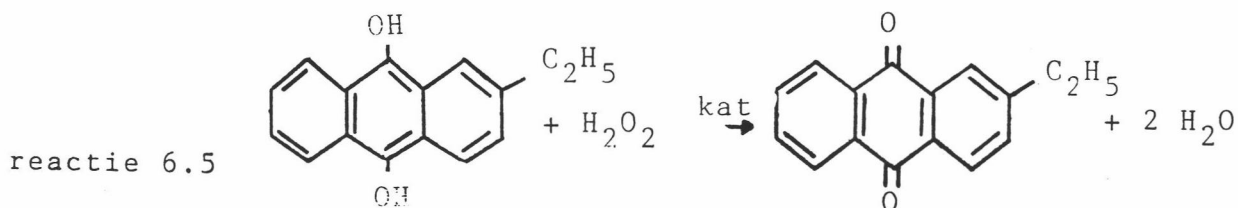
Een afbraakproduct dat ontstaat tijdens de oxidatie van 'tetra' is het zogenaamde epoxide, zie reactievergelijking 6.3. Dit epoxide leidt aanvankelijk tot een verlies aan actief chinon maar kan naderhand worden gerege-

*Verdumpt
restis*



Tijdens de hydrogenering kunnen kleine hoeveelheden zuurstof de katalysator reeds vergiftigen. Daarom is het noodzakelijk dat eerst de van de extractie meegevoerde resten H_2O_2 worden omgezet. Het hierbij vrijkomende zuurstof wordt dan door een deelstroom hydrochinon verbruikt.

De aanwezigheid van katalysatordeeltjes tijdens de oxidatie moet ook vermeden worden. Dit kan verlies aan waterstofperoxide tot gevolg hebben, volgens reactievergelijking 6.5.



VI.2 Beschrijving aan de hand van het processchema.

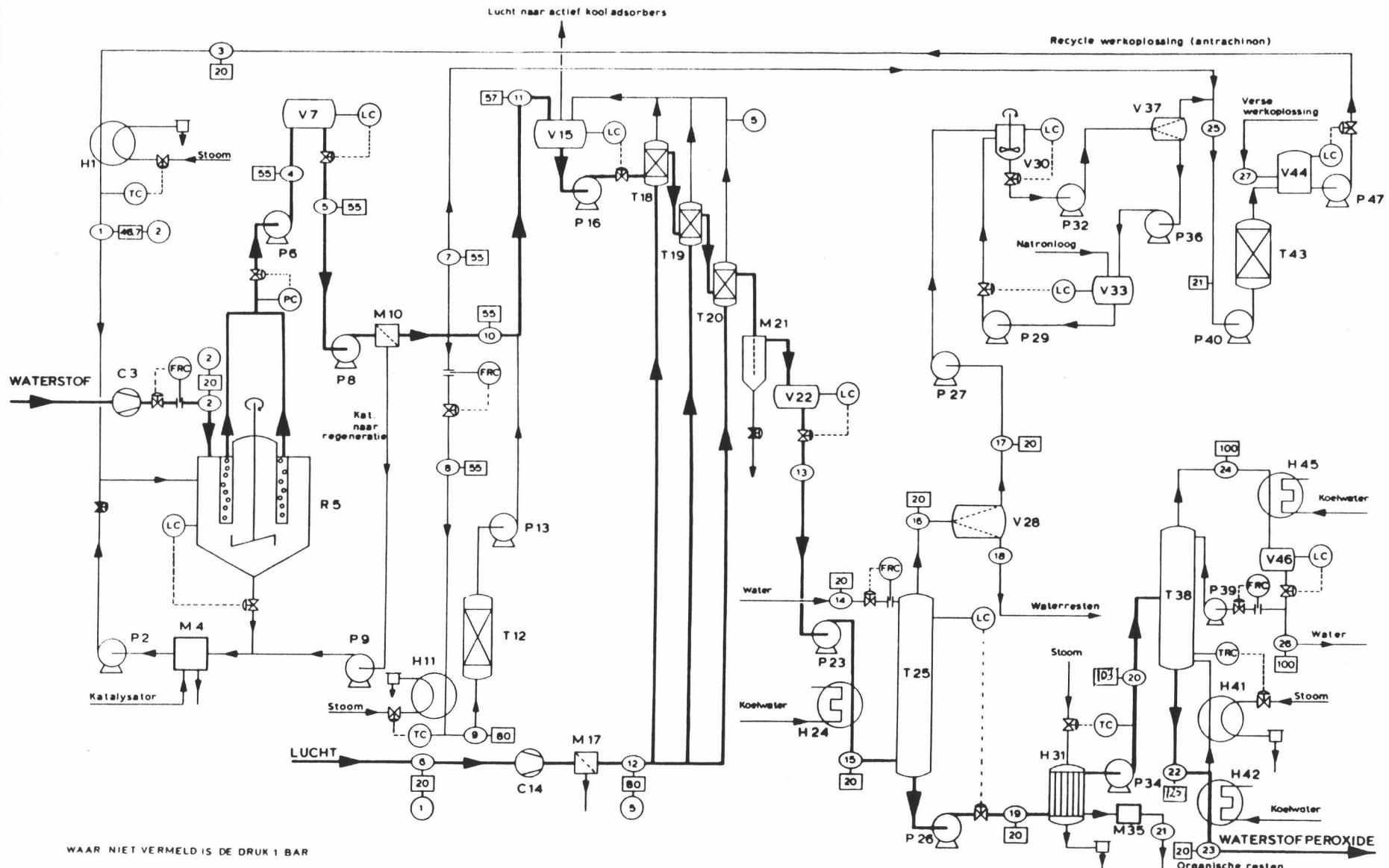
In figuur 6.1 staat het processchema weergegeven. Achterin dit verslag is een losse copie bijgevoegd.

In grote lijnen is het proces op te splitsen in zeven eenheden, te weten: hydrogenering, oxidatie, extractie, destillatie, regeneratie werkoplossing in gereduceerde toestand, regeneratie werkoplossing in geoxideerde toestand en de voorcontactsectie.

In geoxideerde toestand stroomt de werkoplossing, bestaande uit het equimolaire oplosmiddelenmengsel 2-octanol en o-xyleen met daarin opgelost 115 mol/m^3 2-ethylanthra-
chinon en 155 mol/m^3 2-ethyltetrahydroantrachinon, in de hydrogeneringsreactor R5. Een tweede stroom, waterstofgas, gaat eveneens de reactor in. R5 is te beschouwen als een ideaal gemengde tankreactor met een langzaam draaiende roerder om de katalysator in suspensie te houden (1). Katalysator is Raney-nikkel. Tijdens de reactie vindt er verbruik aan katalysator plaats en neemt de activiteit ervan af. Af en toe wordt dan ook de reactor geleegd en vindt er in M4 een regeneratiebehandeling plaats, waarbij ook nieuwe katalysator wordt toegevoegd (verbruik aan katalysator circa $3-5 \text{ g/l H}_2\text{O}_2$)(5).

Wat is de functie?

In de reactor zijn twee keramische filterkaarsen geplaatst waardoorheen de werkoplossing onder invloed van de druk in de reactor stroomt en op deze wijze zoveel mogelijk van katalysatordeeltjes ontdaan wordt. Pomp P6 is geplaatst om na een bepaalde periode de filters te kunnen spoelen ten einde verstopping te voorkomen.



WAAR NIET VERMELD IS DE DRUK 1 BAR

| | |
|-----|----------------------|
| H 1 | VOORVERWARMER |
| P 2 | POMP |
| C 3 | COMPRESSOR - KOELING |
| M 4 | REGENERATOR |
| R 5 | REACTOR |
| V 7 | OPVANGVAT |
| P 8 | POMP |
| P 9 | POMP |

| | |
|-----|------------------------|
| M10 | FILTER |
| H11 | VOORVERWARMER |
| T12 | REGENERATIEKOLOM |
| P13 | POMP |
| C14 | COMPRESSOR - KOELING |
| V15 | OPVANG - SCHEIDINGSVAT |
| P16 | POMP |
| M17 | LUCHTFILTER |
| T18 | OXIDATIE TORENS |

| | |
|-----|----------------------|
| M21 | SIFON |
| V22 | OPVANGVAT |
| P23 | POMP |
| H24 | KOELER |
| T25 | RDC - EXTRACTIEKOLOM |
| P26 | POMP |
| P27 | POMP |
| V28 | L-L SCHEIDINGSVAT |
| P29 | POMP |

| | |
|-----|--|
| V30 | REGENERATIEVAT |
| H31 | VERDAMPER |
| P32 | POMP |
| V33 | VAT |
| P34 | POMP |
| M35 | OPWERKINGSEENHEID |
| P36 | POMP |
| V37 | L-L SCHEIDINGSVAT |
| T38 | H ₂ O ₂ - H ₂ O DESTILLATIE |

| | |
|-----|----------------------|
| P39 | POMP |
| P40 | POMP |
| H41 | HERVERDAMPER |
| H42 | KOELER - PRODUCT |
| T43 | VOORCONTACTTOREN |
| V44 | TANK - WERKOPLOSSING |
| H45 | CONDENSOR |
| V46 | OPVANGVAT |
| P47 | POMP |

PROCESSCHEMA van WATERSTOF PEROXIDEPRODUCTIE via ANTRACHINON

W Swart FVO No 2705

○ Stroomnr □ Temp in °C ⊕ Druk in bar

figuur 6.1

Via opvangvat V7 wordt de oplossing door het zekerheidsfilter M10 gepompt, waarin de laatste katalysatordeeltjes worden verwijderd. Aanwezigheid hiervan tijdens de oxidatie kan leiden tot een verlies aan H_2O_2 . De afgescheiden katalysator wordt naar M4 geleid.

Een deelstroom werkoplossing wordt na het filter via voorverwarmer H11 over een Al_2O_3 -bed geleid in T12. Dit is de eerste van twee regeneratiebehandelingen die de werkoplossing ondergaat (6). Een tweede deelstroom wordt toegevoegd aan de stroom geoxideerde werkoplossing, verderop in het proces, teneinde over een ander Al_2O_3 -bed geleid te worden waarbij de overgebleven resten H_2O_2 worden omgezet (voorcontactsectie, T43)(5).

De hoofdstroom wordt, samen met de weer toegevoegde stroom afkomstig uit de regeneratie, in het gas-vloeistof scheidingsvat V15 geleid. In dit vat wordt de verbruikte oxidatielucht ontdaan van enig meegevoerd oplosmiddel, en vervolgens naar actief-kooladsorbers geleid waar de laatste resten worden verwijderd. De lucht wordt gespuid, de actief-kool drums worden met stoom geregenereerd. Op deze wijze wordt verlies aan oplosmiddel vermeden (1).

De oxidatie vindt plaats in drie in serie geplaatste kolommen, waarbij de werkoplossing en het oxidatiemiddel lucht onderin de kolommen worden toegevoerd en in meestroom door de kolommen gaan. Om het contact tussen de fasen te vergroten zijn de kolommen gevuld met een pakkingsmateriaal, te weten Pall-ringen. De lucht wordt in compressor C14 gecomprimeerd, waarna in het filter M17 meegevoerde stofdeeltjes worden afgescheiden.

Via sifon M21 spuit de werkoplossing onder druk van meegevoerde lucht in het opvangvat V22, waar het uitgepompt wordt en door koeler H24 wordt geleid. Hier vindt de voor de extractie noodzakelijke afkoeling plaats (3). De stroom wordt onderin de extractiekolom T25 geleid. Dit is een

Rotating Disk Contacter (RDC) kolom, met horizontaal geplaatste, draaiende schijven. Extractiemiddel is water, dat eerst is behandeld in ionenwisselaars om H_2O_2 -omzetting door zouten van zware metalen te voorkomen. Water is de continue fase en stroomt van boven naar beneden door de kolom (3,5). De disperse organische fase stroomt in druppelvorm van onder naar boven. Hierbij komt het waterstofperoxide als gevolg van een grotere oplosbaarheid in water terecht. Deze waterige H_2O_2 -stroom wordt onderuit de kolom naar verdamper H31 geleid. De gehele stroom wordt hier verdampt, waarbij de niet vluchtige organische resten werkoplossing worden afgevoerd. Dit heeft ook enig H_2O_2 -verlies tot gevolg, dit kan worden teruggewonnen met behulp van de opwerkingseenheid M35. De overige organische resten worden gespuid.

Het dampvormige water-waterstofperoxide mengsel wordt nu in de destillatiekolom T38 geleid. Aan de top wordt vrijwel zuivere waterdamp gecondenseerd en gedeeltelijk gerefluxed. Aan de bodem wordt het gewenste 70-massa%-ige waterstofperoxideprodukt gewonnen. Gedeeltelijk wordt dit weer herverdampt en teruggevoerd in de kolom, het overige wordt gekoeld tot $20^{\circ}C$ en opgeslagen.

Het beschouwde proces is een kringproces, waarbij de reactiedrager antrachinon weer wordt gerecycled. Hiertoe dient de werkoplossing eerst een tweede regeneratiebehandeling te ondergaan (6). In V28 wordt het overtollige meegevoerde water afgescheiden. In de geroerde tank V30 vindt de regeneratie plaats met verdund natronloog, dat vanuit V33 wordt toegevoegd. Vanuit V30 stroomt de geregenereerde oplossing naar de vloeistof-vloeistof scheider V37 waarbij het afgescheiden water teruggevoerd wordt naar V33. Samen met een deelstroom gehydrogeneerde werkoplossing wordt de werkoplossing door de voorcontactoren T43 geleid en in V44 opgeslagen. Het verlies aan werkoplossing wordt hier aangevuld.

In voorverwarmer H1 tenslotte wordt de stroom op de voor de hydrogenering gewenste temperatuur gebracht.

VII Procescondities.

Belangrijkste processtappen zijn de hydrogenering en de autooxidatie. Daarnaast zijn er regeneratiebehandelingen en vindt er op- en verwerking plaats van de betrokken stoffen. In dit hoofdstuk staan de belangrijkste procescondities aangaande de verschillende stappen weergegeven.

VII.1 Hydrogenering.

Gekozen is voor een werkoplossing met samenstelling als in het vorige hoofdstuk weergegeven. De hoeveelheid tetra in de oplossing is zodanig dat alleen aan deze de hydrogeneringsreactie plaatsvindt. Dit is analoog aan de wijze van procesvoering bij Interox Chemicals. Overige procescondities staan in tabel 7.1 weergegeven.

| | |
|---------------------|---------------------|
| katalysator | Raney nikkel |
| waterstofdruk | 2 bar |
| temperatuur | 55 °C |
| stortdichtheid kat. | 2 kg/m ³ |

tabel 7.1

De omzettingssnelheid van 2-ethyltetrahydroantrachinon tot het antrahydro-equivalent is recht evenredig met de concentratie opgelost waterstof en de hoeveelheid katalysator, en is nulde orde in antrachinon (2).

$$r = k * c_{H_2} * m * \frac{1}{P_K} * \epsilon$$

Handwritten notes:
 - $\frac{1}{P_K}$ is circled.
 - ϵ is circled.
 - "Waarom nulde orde in antrachinon?"
 - "Waarom niet $\frac{1}{\epsilon - \epsilon}$?"
 - "met $p_{O_2} = 1 - \epsilon : \epsilon$ "
 - "np: $MA = 1 - 2 : 1$ "
 - "AA = $\frac{1}{1-2}$ m.p."

met:

k = reactiesnelheidsconstante voor 1^e orde reactie,
 $m^3/m^3(\text{kat})\text{ s}$

c_{H_2} = waterstofconcentratie, mol/m^3

m = katalysatorconcentratie, $\text{kg}(\text{kat})/m^3$

ρ_k = dichtheid katalysator, kg/m^3

ϵ = porositeit katalysator

De reactiesnelheidsconstante k heeft onder de weergegeven omstandigheden de waarde $25.7\text{ m}^3/m^3(\text{kat})\text{s}$, $m = 2\text{ kg}/m^3$, $\rho_k = 7800\text{ kg}/m^3$ en $\epsilon = 0.517$. De concentratie waterstof kan als functie van de druk beschreven worden (2).

$$c_{H_2} = (-3.407 + 0.019 \cdot T) \cdot P_{H_2}, \quad T \text{ in K}$$

p = p₀?

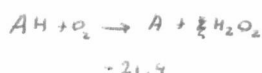
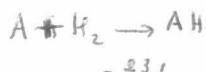
Deze vergelijking geeft de oplosbaarheid weer van waterstof in het oplosmiddelmengsel o-xyleen, 2-octanol. Er is geen stofoverdrachtsweerstand voor het transport van H_2 door de vloeistoffilm om de gasbel naar de bulk van de vloeistof, en van de bulk van de vloeistof naar het katalysatoroppervlak. Porieweerstanden zijn onder de beschouwde condities voor de beide reactanten te verwaarlozen (2).

De hydrogeneringsreactie is exotherm, de reactieenthalpie ΔH_r bedraagt -23.1 kcal/mol (antrachinon).

In tabel 7.2 staan nog enkele additionele gegevens met betrekking tot de katalysator.

| | | |
|---------------------|-------|------------------------|
| Nikkel concentratie | 94.8 | mas. % |
| deeltjes diameter | 0-20 | μm |
| BET-oppervlak | 32200 | m^2/kg |
| poriestraal | 8.9 | nm |

tabel 7.2



$$H_{H_2O_2} = -44,5 \text{ kcal} = 186,4$$

VII.2 Autooxidatie.

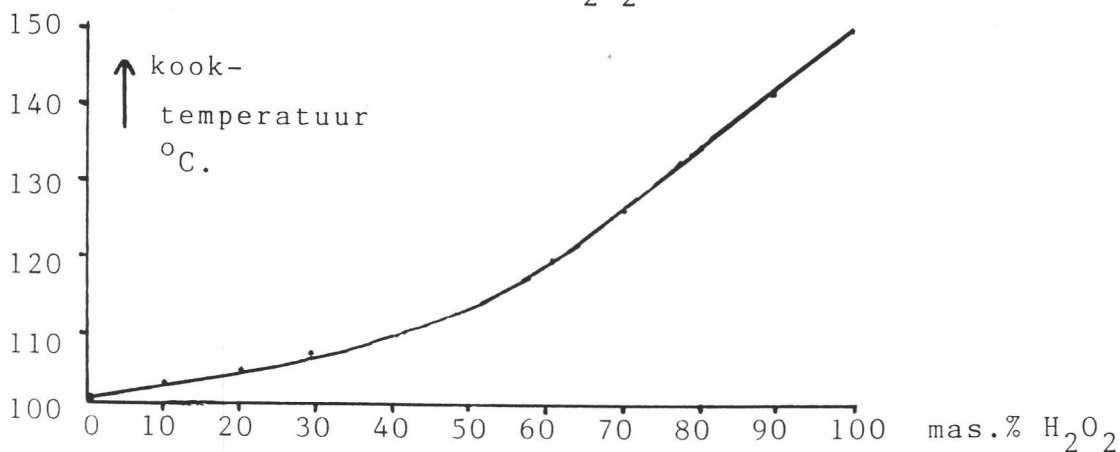
De autooxidatie van 2-ethyltetrahydroantrahydrochinon vindt plaats bij een druk van 5 bar. De temperatuur van de ingaande stroom bedraagt 57.5 °C, de reactiewarmte ΔH_r bedraagt -21.4 kcal/mol. De reactie wordt niet gekatalyseerd. Kinetiekgegevens zijn niet gevonden.

VII.3 Extractie.

De werkoplossing wordt geëxtraheerd met water. De temperatuur hierbij is 20°C, de verdelingsconstante bedraagt 100 (21).

VII.4 Destillatie.

Destillatie van de waterige H₂O₂-oplossing vindt plaats bij atmosferische druk. In bijlage 1 staat het x-y diagram voor het systeem H₂O₂-H₂O weergegeven. In figuur 7.1 staat het verband tussen de kooktemperatuur en de samenstelling van het mengsel weergegeven. De voedingsstroom is dampvormig, bevat 15 massa% H₂O₂ en heeft een temperatuur van 103 °C. Het topproduct is te beschouwen als zuivere waterdamp en heeft dus een temperatuur van 100°C. De temperatuur van de bodemstroom (70 massa% H₂O₂) bedraagt 125°C.



figuur 7.1 (5)

VII.5 Regeneratie (6).

De werkoplossing ondergaat twee regeneratiebehandelingen, één in de gereduceerde toestand en één in geoxideerde toestand. Bij de regeneratie in gereduceerde toestand worden alleen gevormde epoxiden omgezet. De temperatuur waarbij de behandeling plaatsvindt is 80 °C, het regeneratiemiddel is geactiveerd aluminiumoxide. In elke cyclus wordt 5-15 vol.% van de totale hoeveelheid procesoplossing behandeld. De bedafmetingen van het Al₂O₃-bed varieëren tussen 1 en 2 massa% van de totale hoeveelheid procesoplossing.

Regeneratiemiddel van de werkoplossing in geoxideerde toestand is 0.5 massa%-ig NaOH in water. Grondige menging met de te regenereren oplossing gedurende 10 min. is noodzakelijk. De hoeveelheid regeneratiemiddel bedraagt 0.1 tot 1 massa% van de hoeveelheid behandelde oplossing. De temperatuur is 20 °C. Behalve epoxiden worden ook andere afbraakprodukten omgezet.

VIII Berekening van de procesapparatuur.

VIII.1 Hydrogeneringsreactor R5.

De hydrogeneringsreactie vindt plaats in een ideaal geroerde tankreactor (1). De reactiedrager 2-ethyltetrahydroantrachinon wordt omgezet in 2-ethyltetrahydroantrahydrochinon. De massabalans voor 2-ethahc staat weergegeven in de onderstaande vergelijking.

$$R_{\text{ethahc}} \frac{dC}{dt} * V_r = \phi_v C_{\text{in}} - \phi_v C_{\text{uit}} + r * V_r$$

De reactiesnelheid r is als in VII.1 weergegeven, V_r is het reactorvolume. In de stationaire situatie wordt de linker term gelijk aan nul.

Voor de beschouwde situatie is de volumestroom ϕ_v groot $0.0689 \text{ m}^3/\text{s}$, is de waterstofdruk 2 bar, is de concentratie 2-ethahc in de reactor gelijk aan $155 \text{ mol}/\text{m}^3$, is de ingangconcentratie C_{in} gelijk aan nul en is de concentratie 2-eac $115 \text{ mol}/\text{m}^3$. De conversie in 2-ethac is 100%. De temperatuur is 55°C . Met voor r de in VII.1 gegeven betrekking kan het reactorvolume bepaald worden uit de massabalans. Dit bedraagt 148.5 m^3 .

100%
react de
kinetica?

Met behulp van een warmtebalans kan de temperatuur van de ingaande stroom worden berekend. Behalve de stroom werkoplossing stroomt ook waterstof de reactor binnen. De temperatuur hiervan is 20°C . In onderstaande betrekking staat de warmtebalans weergegeven.

$$\frac{dT}{dt} * V_r * C_p * \rho = \phi_{v, H_2} C_{p, H_2} (T_{H_2} - 298) + \phi_v \rho C_p T_{\text{in}} + r \Delta H_r V_r - \phi_v \rho C_p T$$

In het stationaire geval wordt de linker term weer gelijk aan nul.

Met voor de grootheden in de vergelijking de volgende waarden kan de ingangstemperatuur van de werkoplossing worden berekend.

$$\begin{aligned}\phi_{v,H_2} &= 0.13 \text{ m}^3/\text{s} \\ T_{H_2} &= 293 \text{ K} \\ C_{p,H_2} &= 14.7 \text{ kJ/kg}^\circ\text{C} \\ \rho_{H_2} &= 0.164 \text{ kg/m}^3\end{aligned}$$

Voor T_{in} volgt nu de waarde 47.1°C .

In de reactor is een roerder geplaatst die langzaam ronddraait met als functie de katalysator gesuspendeerd te houden (1). Hiervoor kan het kritisch toerental voor suspensie worden berekend. De gebruikte correlatie is die van Zwietering (10), weergegeven in de onderstaande relatie.

$$N_s = 1.3 * \frac{d^{0.2}}{D^{0.85}} \left(g * \frac{\Delta\rho}{\rho_c} \right)^{0.45} \left(\frac{\eta}{\rho_c} \right)^{0.1} * X^{0.13} * \left(\frac{T}{D} \right)^n$$

met:

d = diameter katalysator deeltjes, $6 \mu\text{m}$.

D = diameter roerder = 2 m.

$\Delta\rho$ = dichtheidsverschil deeltjes-vloeistof, 3183 kg/m^3 .

ρ_c = dichtheid vloeistof, 850 kg/m^3 .

η = viscositeit, $2 * 10^{-3} \text{ N s/m}^2$.

X = concentratie vaste stof in suspensie, 0.24 massa%.

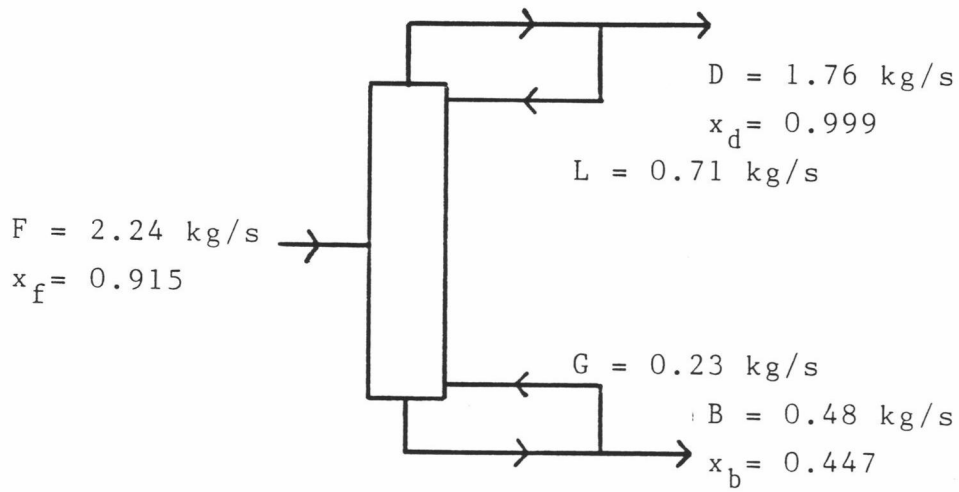
T = diameter reactor, 4 m.

n = constante, 1.3 voor turbine roerder.

Hieruit volgt voor het toerental, N_s , een waarde van 0.18 ops, gelijk aan 11 omwentelingen per minuut. Het benodigde vermogen is te bepalen met behulp van het vermogenskental. Voor een zes-bladige turbine roerder met een diameter van 2 m, een breedte van 0.25 m voor de roerderbladen onder de weergegeven omstandigheden heeft het vermogenskental P_v de waarde 2. Het vermogen wordt nu 317 W.

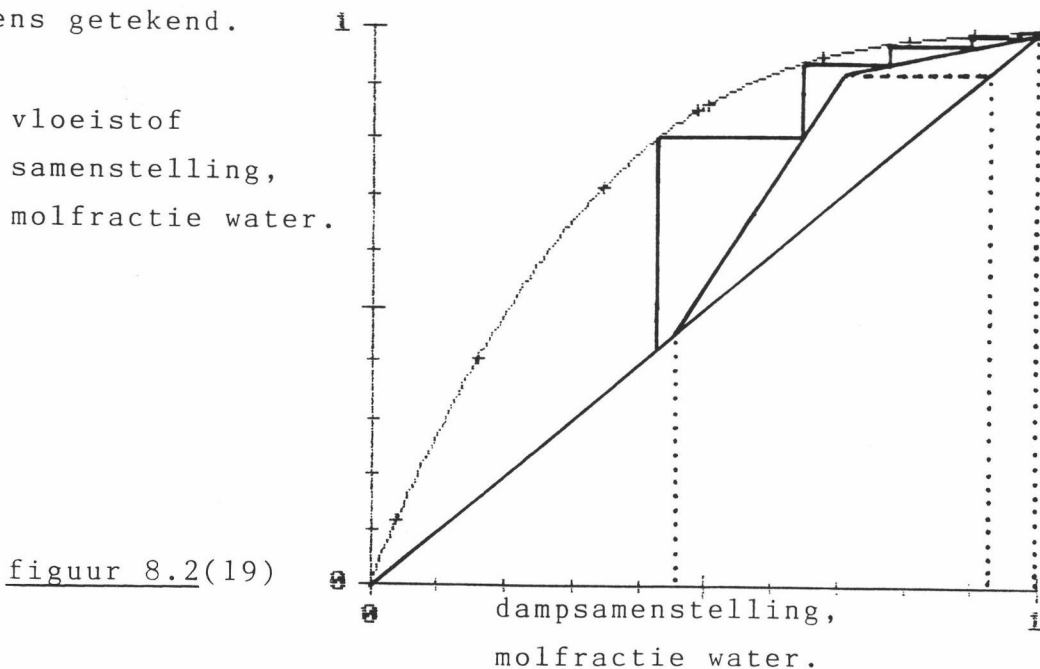
VIII.2 Destillatiekolom T38.

De waterstofperoxide-stroom afkomstig van de extractie wordt van 15 massa% geconcentreerd tot 70 massa%. Dit gebeurt door middel van destillatie. In figuur 8.1 staan enige gegevens weergegeven met betrekking tot deze destillatie.



figuur 8.1

De met behulp van massabalansen bepaalde molfractie x_d en de fracties x_b en x_f staan in het McCabe Thiele diagram, figuur 8.2, weergegeven. De beide werklijnen staan eveneens getekend.



figuur 8.2(19)

Hiertoe is eerst de minimale refluxverhouding bepaald waarna de actuele refluxverhouding is gekozen als $1.5 \cdot R_{\min}$. Met behulp van de trapjesconstructie is het theoretische aantal schotels bepaald (bijlage 2).

2. H_2O_2 - H_2O

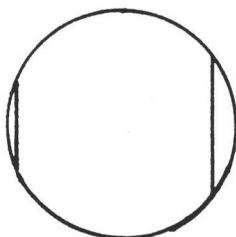
Toepassing van deze grafische methode ter bepaling van het aantal schotels is toegestaan onder de voorwaarde dat de damp- en vloeistofstromen in beide kolomsecties constant zijn. Daar de verdampingswarmtes voor respectievelijk H_2O_2 en water 47.16 kJ/mol en 40.64 kJ/mol bedragen wordt aangenomen dat aan deze voorwaarde wordt voldaan (5,13).

Het schotelontwerp wordt uitgevoerd aan de hand van de methode zoals die in het collegediktaat van Zuyderweg staat aangegeven (10). De uitgangspunten hiervoor zijn als volgt gekozen:

- 1) type schotel: zeefplaat
- 2) diameter perforaties: $d = 5$ mm.
- 3) steek: $s = 13$ mm.
- 4) schotelafstand: $H_s = 0.6$ m.
- 5) vrije ruimte van de schotel: $F = 10$ %.
- 6) hoogte overlooprand: $H_w = 50$ mm.
- 7) lengte overlooprand: $b = 1$ m/m²(schoteloppervlak)

Als eerste stap wordt naar de bovenste schotel gekeken; deze heeft de grootste belasting. De damp- en vloeistofstromen zijn respectievelijk 2.47 kg/s en 0.71 kg/s. De dichtheden zijn, voor zuiver water bij 100°C en 1 atm, 0.6 kg/m³ en 958 kg/m³. Hieruit is de flowparameter φ te bepalen, deze is gelijk aan 0.0072 (10). Uit figuur 10 van Zuyderweg, pagina 54, is de maximale belastingsfactor betrokken op de gehele kolomdoorsnede af te lezen. Gevonden wordt $\lambda_{s,\max} = 0.116$. De maximale dampnelheid betrokken op de gehele kolomdoorsnede $U_{g,\max,s}$ wordt nu gelijk aan 4.64 m/s. Hieruit is de kolomdiameter te bepalen, deze is gelijk aan 1.06 m. De overlooprandlengte b is hiermee gelijk aan 0.89 m. Eveneens uit figuur 10 is af te lezen dat 5% van het schoteloppervlak gereserveerd wordt voor de bovenkant van

de valpijpen. Dit komt overeen met 0.044 m^2 . De overloop-
randlengte aan deze zijde van de schotel is dan 0.62 m ,
aan de overzijde is dit dan 0.27 m (bijlage 2). In figuur
8.3 staat dit getekend.



figuur 8.3

De drukval over de schotel wordt berekend met de relatie

$$\Delta P = \frac{1}{2} \rho_g \left(\frac{U_g F}{C_d} \right) + g \cdot h_1 \cdot \rho_l \quad \text{met} \quad U_g = \frac{\text{volume damp/s}}{\text{'bubbling area'}} = 4.9 \text{ m/s}$$

$h_1 =$ vloeistof hold-up
 $C_d =$ doorstroomcoëfficiënt

De term h_1 voor de vloeistof hold-up is te splitsen in twee
bijdragen, de hold-up boven en beneden de overlooprand. De
hold-up beneden de overlooprand $h_{1,w}$ is gelijk aan het pro-
dukt van de fractie $\epsilon_{1,w}$ en de overlooprandhoogte H_w . Voor
 $\epsilon_{1,w}$ geldt de relatie

$$\frac{1}{\epsilon_{1,w}} - 1 = 0.33 * \left(\frac{U_g}{F g (g \cdot s)} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{\rho_g}{\rho_l} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{d}{s} \right)^2 \right)^{5/4}$$

Voor $\epsilon_{1,w}$ wordt gevonden 0.142 , $h_{1,w}$ is dan gelijk aan
 0.0438 . De hold-up boven de overlooprand $h_{1,ow}$ is te bereke-
nen met de relatie

$$h_{1,ow} = 0.26 \left(\frac{U_{1g}}{U_g} * \left(\frac{\rho_l}{\rho_g} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{1}{b} \right)^{-0.37} * \left(\frac{U_{1g}}{b} \right)^{2/3}$$

met $U_{1g} = \frac{\text{volume vloeistof}}{\text{'bubbling area'}} = 0.9 * 10^{-3} \text{ m/s}$

Voor $h_{1,ow}$ wordt nu gevonden 0.037 m . De hold-up is nu gelijk
aan 0.08 m . Voor de drukval over de schotel, met voor C_d de
waarde 0.67 (vlakke zeefplaten), is nu berekend $\Delta P = 849 \text{ N/m}^2$.

Voor een goede werking van de valpijpen is het noodzakelijk dat de totale vloeistofhoogte ΔH_{vp} in de valpijp aanzienlijk kleiner is dan de som van H_s en H_w . ΔH_{vp} wordt berekend met de relatie

$$\Delta H_{vp} = h_1 + \frac{P}{g\rho_1} + \frac{1}{2g} * \left(\frac{U_{1,sp}}{C_d} \right)^2 \quad \text{met } U_{1,sp} = \frac{L}{\rho_1 A} *$$

Voor ΔH_{vp} wordt gevonden de waarde 0.167 m, dit is kleiner dan $\frac{1}{2} * (H_s + H_w) = 0.325$.

Om doorlekken te voorkomen moet de stuwdruk in de perforaties minstens 10% van de statische druk op de schotels bedragen. De statische druk is gelijk aan $h_1 \rho_1 g$ en bedraagt 751 N/m^2 . De stuwdruk in de perforaties is te berekenen met $\frac{1}{2} \rho g U_{g,p}^2$ met voor $U_{g,p} = U_g / F = 49 \text{ m/s}$. De stuwdruk wordt dus gelijk aan 720 N/m^2 . Er zal geen doorlekken optreden.

Het schotelontwerp is nu vastgesteld, gecontroleerd moet worden of dit ook voldoet voor de andere schotels. Hiertoe wordt nu de onderste schotel bekeken. De damp- en vloeistofbelastingen zijn respectievelijk 0.23 kg/s en 0.71 kg/s . De respectievelijke dichtheden zijn 0.98 kg/m^3 en 1290 kg/m^3 . De drukval over de schotel is 135 N/m^2 , met $h_1 = 0.01 \text{ m}$. De vloeistofhoogte in de valpijp is gelijk aan 0.025 m , kleiner dan 0.325 m . De stuwdruk in de perforaties is 3.8 N/m^2 , de statische druk op de schotel bedraagt 126 N/m^2 , enig doorlekken zal kunnen optreden.

Tenslotte wordt het rendement van de schotels bepaald, dit gebeurt bij gebrek aan beter met behulp van figuur 14 van Zuyderweg, pagina 59. Het schotelrendement is gelijk aan 0.6.

VIII.3 Ontwerp extractiekolom T25.

Na de oxidatie, waar het waterstofperoxide is gevormd, wordt de werkoplossing in de extractiekolom gevoerd. Extractiemiddel is water, dat noodzakelijkerwijs volledig is ontzouten (5). De extractie vindt plaats bij een temperatuur van 20°C, dit om te voorkomen dat er teveel water oplost in de werkoplossing en dan later weer verwijderd moet worden.

Als type extractiekolom is gekozen voor een Rotating Disk Contacter (RDC.), een kolom bestaande uit een serie boven elkaar geplaatste compartimenten met elk in het midden een horizontale draaiende schijf die wordt aangedreven door een verticale as. Het fasengrensvlak wordt boven in de kolom gehandhaafd, de organische fase is dispers en stijgt in druppelvorm van onderin de kolom naar boven (4). Bovenin wordt water toegevoerd en de werkoplossing afgevoerd. Onderin de kolom wordt de werkoplossing toegevoerd en het waterige waterstofperoxide afgevoerd.

Het kolomontwerp is uitgevoerd volgens de methode zoals die is aangegeven door Zuyderweg (10,13).

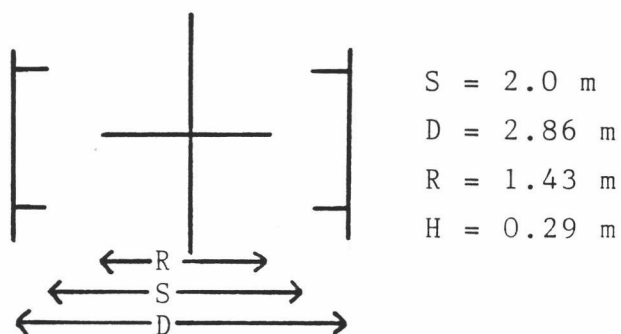
| | organische fase | water fase |
|---------------------------|------------------------|--|
| dichtheid | 850 | 1000 kg/m ³ |
| viscositeit | 3.04*10 ⁻³ | 1*10 ⁻³ Ns/m ² |
| diff. coeff. | 8.6*10 ⁻¹⁰ | 2.3*10 ⁻⁹ m ² /s |
| gr.vl.spann. | 20*10 ⁻³ Nm | |
| verdel.const. | 100 | |
| fractie niet geëxtraheerd | 0.02 | |

tabel 8.1

In tabel 8.1 staan enige voor het ontwerp benodigde gegevens (7,8,21).

Als eerste stap wordt de hold-up bij flooding bepaald (h^*). Hiervoor wordt relatie 6 op pagina 136 van het diktaat van Zuyderweg en met voor α de waarde 28.1 toegepast. Voor h^* geeft dit de waarde 0.71. De werk-hold up is dan 75% van de maximale, te weten 0.53.

De stijgsnelheid van een enkele druppel, U_0 , is te berekenen met vergelijking 11 op pagina 138 (10), en geeft voor U_0 de waarde 0.087 m/s. De maximale druppelgrootte d_m wordt dan 2.67 mm. Voor de vermogenstoevoer ϵ wordt gekozen 0.0123 m^2/s^3 , de Sauter gemiddelde druppeldiameter $d_{3.2}$ bedraagt dan 2.2 mm. De stijgsnelheid in dit traject is nu 0.071 m/s. Met de hold-up correctie wordt deze gecorrigeerd tot de slipsnelheid $U_s = 0.042$ m/s. De lineaire snelheden voor de continue en de disperse fase zijn nu te bepalen : $U_c = 0.00076$ m/s en $U_d = 0.0214$ m/s. Hieruit is de RDC. stator-doorsnede te berekenen, deze bedraagt 3.15 m^2 . Voor de RDC. geometrie worden de dimensies als in figuur 8.4 weergegeven berekend.



figuur 8.4

De berekening van het aantal evenwichtstrappen N wordt uitgevoerd aan de hand van de vergelijkingen op pagina 75 van lit. 13. Voor de extractiefactor E wordt de waarde 3.55 genomen, f'' heeft de waarde 0.02, N is dan gelijk aan 4. De lengte van de RDC. kan worden berekend. Eerst moet dan het grensvlak a bekend zijn, relatie 26 op pagina 144 van Zuyderweg. Voor a wordt de waarde 1446 m^2 gevonden. Voor de coalescentieconstante ω bij de berekende vermogenstoevoer wordt afgelezen $\omega = 0.08$ (10). De contacttijd van de druppels wordt nu benaderd met $t = 4 * 1 / \omega = 50$ s. Het Sherwood getal voor de disperse fase is te bepalen met behulp van E , het

getal van Fourier en figuur 11 van Zuyderweg (10). Hieruit volgt k_d , de stofoverdrachtscoëfficiënt voor de disperse fase : $k_d = 9.8 \cdot 10^{-6}$ m/s. De stofoverdrachtscoëfficiënt k_c voor de continue fase is berekend met relatie 28 op pagina 145 (10) en geeft als resultaat $k_c = 5.9 \cdot 10^{-5}$ m/s. De overall hoogte van van een effectieve stofoverdrachts-trap voor de continue fase, HTU_{oc} , is nu te bepalen aan de hand van vergelijking 21 op pagina 143 van Zuyderweg (10). Berekend is $HTU_{oc} = 1.18 \cdot 10^{-2}$ m. Nu worden eerst de effectieve diffusiecoëfficiënten $D_{e,d}$ en $D_{e,c}$ voor beide fasen bepaald (vergelijking 37 en 38 van Zuyderweg) : $D_{e,d} = 0.009$ m²/s en $D_{e,c} = 0.00175$ m²/s. Er treedt veel axiale menging op (voorwaarde 34-a), de overall hoogte van een mengeenheid $H DU_{oc}$ is nu te berekenen met betrekking 34 op pagina 146 (10), het resultaat is $H DU_{oc} = 1.08$ m. De totale hoogte van een effectieve overall stofoverdrachtseenheid is nu : $HTU_{oc}^* = 1.09$ m. Voor de hoogte van een extractietrap HETS is vergelijking 20 op pagina 143 van toepassing (10) : $HETS = 1.92$ m. De hoogte van het extractiedeel van de kolom wordt dan $L = N * HETS = 7.7$ m. Met aan de bodem en topsectie extra ruimte toegevoegd ($2 * 1.7$ m) is de totale lengte 11.1 m.

VIII.4 Ontwerp settler V28.

De van de top van de extractiekolom afkomstige recycle stroom werkoplossing bevat nog enig meegesleept water. In settler V28 wordt deze hoeveelheid, 2% van de instromende hoeveelheid water, onder invloed van de zwaartekracht verwijderd.

Ontwerp van de settler vindt plaats met de methode zoals die is aangegeven door Zuyderweg (10). Allereerst wordt verondersteld dat de gemiddelde druppelgrootte van de waterdruppels is af te leiden met behulp van onderstaande vergelijking.

$$d_{3,2} = 0.5 * \left(\frac{\sigma}{\rho_c} \right)^{3/5} * \varepsilon^{-2/5}$$

met : σ = grensvlakspanning = 0.0085 N/m.
 ϵ = vermogenstoevoer = 0.0123 m²/s³. — *Waar komt dit vandaan?*
 ρ_c = dichtheid continue fase = 850 kg/m³.

Hieruit volgt voor $d_{3,2}$ de waarde 2.3 mm. Wordt voor de scheidingsdiameter d_s 1.4 mm gekozen dan wordt de fractie niet afgescheiden disperse fase waarschijnlijk niet groter dan 10% (10). De valsnelheid van de druppels wordt nu gegeven door de wet van Stokes en bedraagt 0.053 m/s. Het oppervlak van de settler is nu het quotiënt van het volumedebiet continue fase en U_0 , de valsnelheid, en is gelijk aan 1.3 m². Deze berekende waarde dient echter gecontroleerd te worden ten aanzien van de te verwachten coalescentiesnelheid. Hiertoe wordt het grondoppervlak van de settler met behulp van onderstaande betrekking opnieuw berekend.

$$\frac{Q_d}{A} = c * h * \left(\frac{\Delta H_c}{\theta_c}\right)^{1/3}$$

met : $c = 0.025^c$ (m/s)^{2/3} voor industriële systemen.

h = disperse fase hold-up = 0.0007.

ΔH_c = hoogte coalescentielaag = 0.1 m.

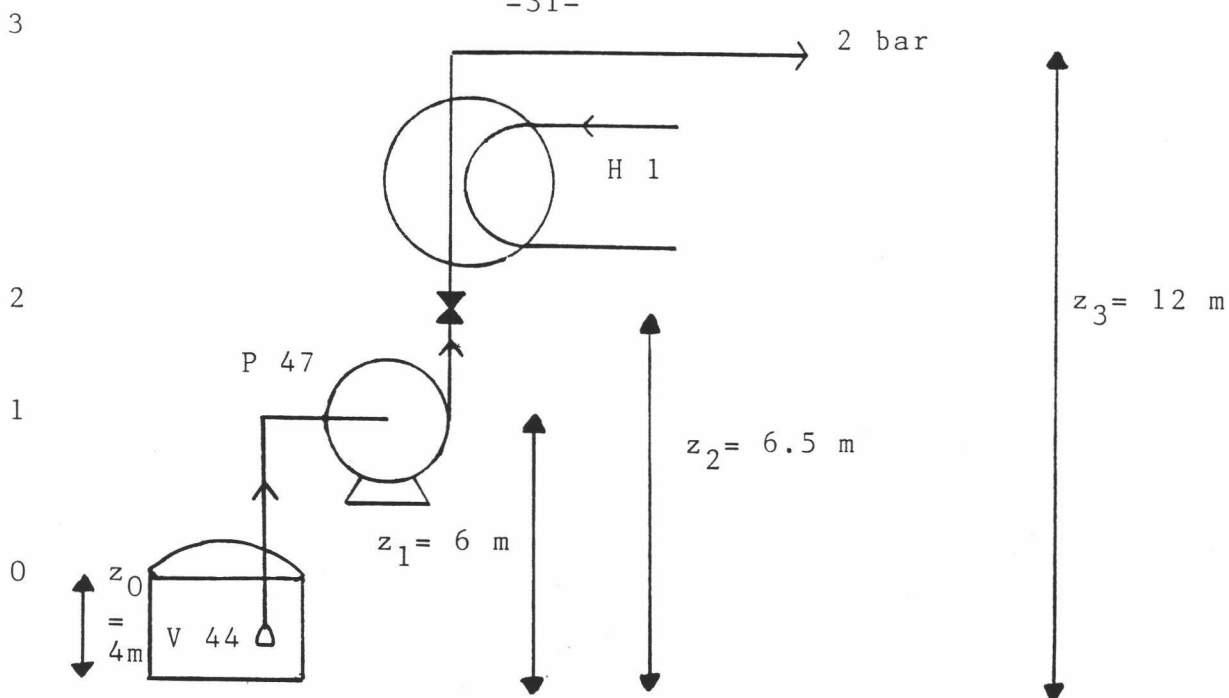
θ_c = coalescentietijd = 9.4 s.

Q_d = volumedebiet disperse fase = 48 * 10⁻⁶ m³/s.

Het settler oppervlak wordt met de gegeven waarden 12.5 m² en de hoogte 0.5 m.

VIII.5 Ontwerp pomp P47.

Pomp P47 heeft als functie het vanuit V44 door warmtewisselaar H1 in reactor R5 pompen van de werkoplossing. Het vloeistofniveau in V44 is 4 m, in de persleiding zit een afsluiter met een K_w waarde van 10 (disk check valve (8)), over de warmtewisselaar is de drukval 0.5 bar en de heersende druk in reactor R5 is 2 bar. De leidingdiameter is 0.5 m. Overige maten betreffende het ontwerp staan in figuur 8.4.



figuur 8.4

Het ontwerp wordt uitgevoerd volgens de methode aangegeven in het collegediktat van de Jong (15).

Met behulp van het volumedebiet ($0.0689 \text{ m}^3/\text{s}$) en de leidingdiameter kan de vloeistofsnelheid worden bepaald. Deze is 0.351 m/s groot, het Reynoldsgetal wordt dan $Re = 74500$. De wrijvingsfactor f , met voor de oppervlakteruwheid ϵ van de buiswand de waarde 0.0457 volgt nu $4f = 0.02$ (8). Het verlies aan opvoerhoogte in de zuigleiding h_w is gelijk aan :

$$h_w = (4f \frac{L}{D}) * (\frac{v^2}{2g}) = 0.002 \text{ m.}$$

Hier volgt uit :

$$\frac{P_1}{\rho g} = \frac{P_0}{\rho g} - h_w - \frac{v_1^2 - v_0^2}{2g} - (z_1 - z_0) = 9.99 \text{ m.}$$

Voor de persleiding :

$$h_w = (4f \frac{L}{D} + K_w) * (\frac{v^2}{2g}) + \frac{\Delta P}{\rho} = 0.064 + 6.0 = 6.07 \text{ m.}$$

$$\frac{P_2}{\rho g} = \frac{P_3}{\rho g} + h_w - \frac{v_2^2}{2g} - \frac{v_3^2}{2g} + z_3 - z_2 = 35.57 \text{ m.}$$

De drukval over de pomp wordt nu:

$$H_{\text{man}} = \frac{P_2 - P_1}{\rho g} + (z_2 - z_1) = 26.08 \text{ m.}$$

Verondersteld wordt dat de pomp wordt aangedreven door een electromotor met een toerental van 1500 opm. De specifieke hoeksnelheid is nu gelijk aan

$$n_s = \frac{2\pi n / 60 * \phi^{\frac{1}{2}}}{(gH_{\text{man}})^{\frac{1}{4}}}$$

Voor het specifieke toerental wordt dan berekend $n_q = 53 * n_s = 34.2 \text{ (m}^3/\text{s)}^{\frac{1}{2}} \text{m}^{-\frac{3}{4}}/\text{min}$. Het rendement is 80%, voor een centrifugaalpomp met radiale waaier. Het benodigde pompvermogen wordt dan:

$$-\dot{W}_t = \phi v \rho g H_{\text{man}} / \eta = 18.7 \text{ kW.}$$

VIII.6 Ontwerp warmtewisselaar H11.

H11 heeft als functie het opwarmen van een deelstroom werkoplossing teneinde een regeneratie behandeling op 80°C te ondergaan. Het verwarmende medium is stoom van 220°C bij een druk van 10 bar. De uit te wisselen warmtestroom bedraagt 337.8 kW, dit vraagt een stoomdebiet van 0.159 kg/s, waarbij de stoom bij een temperatuur van 180°C condenseert. Het gemiddelde logaritmische temperatuurverschil bedraagt 132.4 °C, de geschatte overall warmteoverdrachtscoëfficiënt k_u is 818 W/m²°C. Het uitwisselende oppervlak bedraagt nu 3.1 m². Gekozen wordt voor pijpen met een diameter van 1" * 1¼", een manteldiameter van 8", 2 passages en 16 buizen met een lengte van 2.43 m. De snelheid van het medium dat door de buizen stroomt is 2.74 m/s, de drukval bedraagt 0.4 * 10⁵ N/m². De inwendige warmteoverdrachtscoëfficiënt bedraagt 1716 W/m²K. Voor de uitwendige warmteoverdrachtscoëfficiënt wordt

als eerste schatting $4260 \text{ W/m}^2\text{K}$ gekozen, de gemiddelde schone wand temperatuur wordt dan 153°C , en de gemiddelde condensaat film temperatuur is nu 186.5°C . In tabel 8.2 staan de benodigde stofgegevens van het condensaat bij deze temperatuur (8).

| | |
|-----------|-------------------------------------|
| Pr | 0.981 |
| η | $1.51 \cdot 10^{-4} \text{ Ns/m}^2$ |
| λ | $4.39 \text{ W/m}^2\text{K}$ |
| ρ | 890.5 kg/m^3 |

tabel 8.2

Met deze gegevens wordt de uitwendige warmteoverdrachtscoëfficiënt opnieuw berekend. Dit geeft een waarde van $5855 \text{ W/m}^2\text{K}$ en voor de gemiddelde schone wand temperatuur een waarde van 159°C . De totale warmteoverdrachtscoëfficiënt heeft nu een waarde van $1037.8 \text{ W/m}^2\text{K}$. Het benodigde uitwisselende oppervlak is nu 2.46 m^2 groot. Vergroting met 15 % in verband met in- en uitstroom effecten geeft dan 2.83 m^2 , de lengte van de warmtewisselaar is 2.22 m .

Warmtewisselaar H1.

Warmtewisselaar H1 heeft als functie het voorverwarmen van de werkoplossing teneinde de hydrogenering te ondergaan. Het debiet bedraagt 58.7 kg/s , de temperatuur van de ingaande stroom is 21°C , en wordt opgewarmd tot 47.3°C . De uit te wisselen warmtestroom bedraagt dan 5553.3 kJ/s .

Het verwarmende medium is stoom van 10 bar bij 220°C . Dit condenseert bij 180°C . De bij condensatie vrijkomende warmte bedraagt 2024 kJ/kg . Het benodigde stoomdebiet is dan 2.62 kg/s groot. Voor een warmtewisselaar onder deze condities bedraagt het gemiddelde logaritmische temperatuurverschil 166°C . De geschatte overall warmteoverdrachtscoëfficiënt is $820 \text{ W/m}^2\text{K}$. Noodzakelijk is een warmte uitwisselend oppervlak ter grootte van 40.8 m^2 .

Warmtewisselaar H24.

Warmtewisselaar H24 koelt de stroom werkoplossing uit de oxidatietorens af van 64.5°C tot 20°C . De warmte uitwisselende stroom bedraagt 5938.5 kJ/s . Koelmedium is koelwater, inlaattemperatuur 15°C , uitlaattemperatuur 35°C . Het benodigde koelwaterdebiet is 70.7 kg/s . De geschatte overall warmteoverdrachtscoëfficiënt bedraagt $545.5 \text{ W/m}^2\text{K}$, het logaritmisch gemiddelde temperatuurverschil is 13.8°C . Noodzakelijk is een warmte uitwisselend oppervlak van 788 m^2 .

Warmtewisselaar H31.

De voeding van de destillatiekolom is dampvormig en wordt verdampt in H31. De organische vervuilingen worden hiermede verwijderd. Het 15 massa%-ige waterstofperoxide produkt kookt bij 103°C . De temperatuur van de ingaande stroom bedraagt 20°C . Het verwarmende medium is stoom, zelfde condities als H1. Het gemiddelde logaritmische temperatuurverschil is 137.4°C , de geschatte overall warmteoverdrachtscoëfficiënt bedraagt $3135 \text{ W/m}^2\text{K}$. Voor de uit te wisselen warmtestroom van 5535 kJ/s is dan een uitwisselend oppervlak nodig van 12.9 m^2 .

Warmtewisselaar H41.

Warmtewisselaar H41 heeft tot functie het herverdampen van de bodemstroom waterstofperoxide uit de destillatiekolom. Het verwarmende medium is stoom, zelfde condities als H1. De benodigde warmtestroom 814.8 kJ/s , dit maakt een stoomdebiet van 0.38 kg/s noodzakelijk. De geschatte overall warmteoverdrachtscoëfficiënt is $3135 \text{ W/m}^2\text{K}$, het gemiddelde logaritmische temperatuurverschil bedraagt 73.2°C . Het warmte uitwisselende oppervlak is nu 3.55 m^2 .

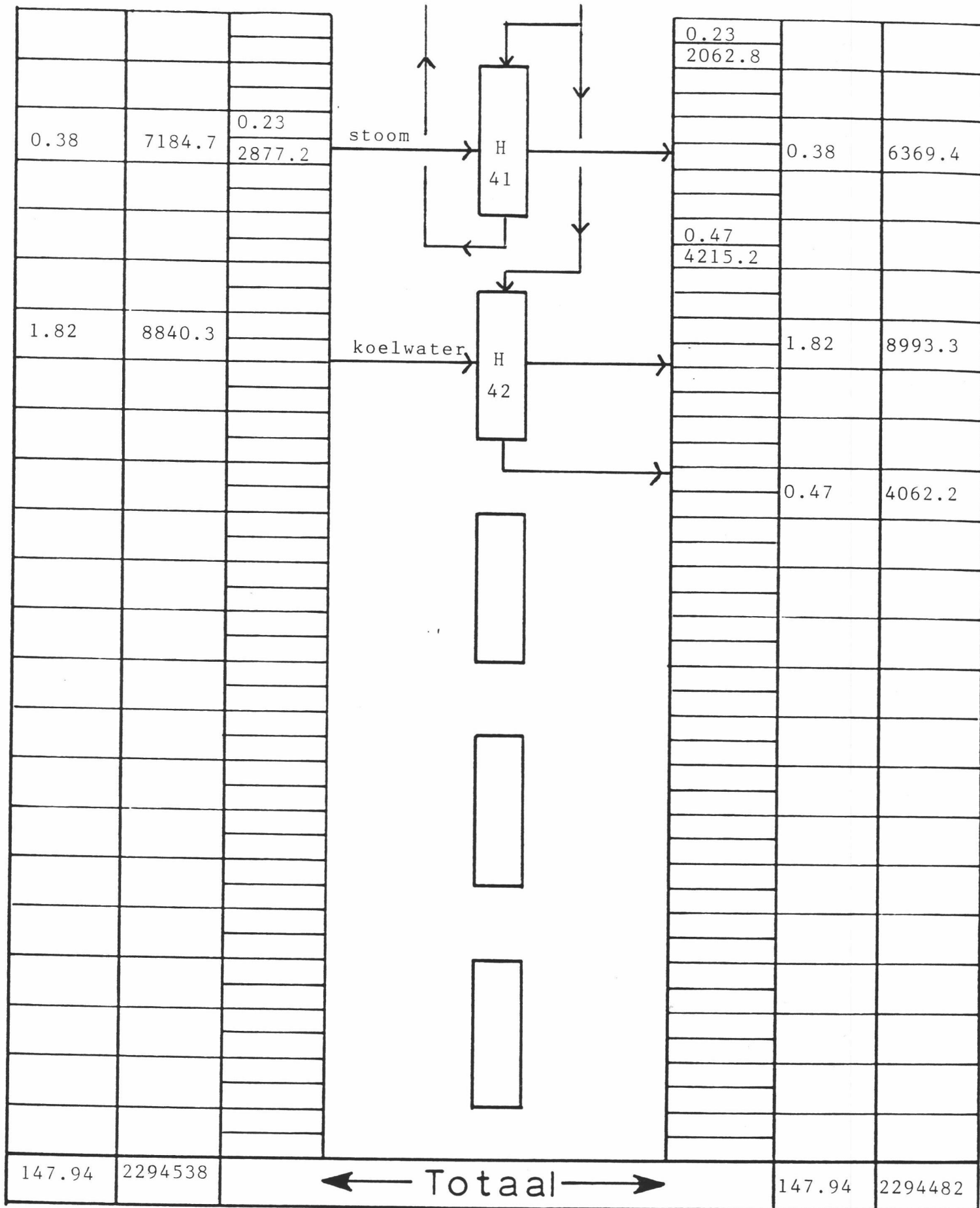
Warmtewisselaar H42.

H42 koelt de produktstroom waterstofperoxide af van 125°C naar 20°C . Koelmedium is koelwater met een inlaattemperatuur van 15°C en een uitlaattemperatuur van 35°C . De uit te wisselen hoeveelheid warmte bedraagt 153 kJ/s , de benodigde stroom koelwater is 1.82 kg/s . De geschatte overall warmte-

overdrachtscoëfficiënt bedraagt $1227 \text{ W/m}^2\text{K}$. Het gemiddelde logaritmische temperatuurverschil is $29.4 \text{ }^\circ\text{C}$. Het benodigde uitwisselende oppervlak is 4.24 m^2 groot.

Warmtewisselaar H45.

Condensor H45 is geplaatst aan de top van de destillatiekolom. De massastroom waterdamp is 2.46 kg/s . De bij condensatie hiervan vrijkomende hoeveelheid warmte bedraagt 5554.7 kW . Koelmedium is koelwater, in- en uitlaattemperatuur respectievelijk 20 en $40 \text{ }^\circ\text{C}$. De massastroom bedraagt 66.1 kg/s . De geschatte overall warmteoverdrachtscoëfficiënt is $3135 \text{ W/m}^2\text{K}$. Het gemiddelde logaritmische temperatuurverschil is $69.5 \text{ }^\circ\text{C}$ groot. Het benodigde uitwisselende oppervlak bedraagt 25.5 m^2 .



Massa in kg/s
 Warmte in kW

Fabrieksvoorontwerp

No: 2705

| Apparaatstroom | 1 | | 2 | | 3 | | 4 | | 6 | |
|-----------------|-------|--------|------|-------|-------|--------|-------|--------|------|-----|
| ↓ Componenten | M | Q | M | Q | M | Q | M | Q | M | Q |
| 2-eac. | 1.87 | | | | 1.87 | | 1.87 | | | |
| 2-ethac. | 2.56 | | | | 2.56 | | | | | |
| 2-eahc. | | | | | | | | | | |
| 2-ethahc. | | | | | | | 2.58 | | | |
| oplosmiddel | 54.14 | | | | 54.14 | | 54.14 | | | |
| waterstofperox. | | | | | | | | | | |
| water | | | | | | | | | | |
| waterstof | | | 0.02 | | | | | | | |
| lucht | | | | | | | | | 1.51 | |
| | | | | | | | | | | |
| Totaal: | 58.57 | 230442 | 0.02 | -1.47 | 58.57 | 224888 | 58.59 | 231476 | 1.51 | -7. |

| Apparaatstroom | 7 | | 8 | | 9 | | 10 | | 11 | |
|-----------------|-------|------|------|-------|------|-------|-------|--------|-------|------|
| ↓ Componenten | M | Q | M | Q | M | Q | M | Q | M | Q |
| 2-eac. | 0.037 | | 0.19 | | 0.19 | | 1.64 | | 1.83 | |
| 2-ethac. | | | | | | | | | | |
| 2-eahc. | | | | | | | | | | |
| 2-ethahc. | 0.051 | | 0.26 | | 0.26 | | 2.27 | | 2.53 | |
| oplosmiddel | 1.063 | | 5.40 | | 5.40 | | 47.7 | | 53.08 | |
| waterstofperox. | | | | | | | | | | |
| water | | | | | | | | | | |
| waterstof | | | | | | | | | | |
| lucht | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| Totaal: | 1.15 | 4535 | 5.85 | 23148 | 5.85 | 23485 | 51.59 | 203793 | 57.44 | 2272 |

M in kg/s

Q in kW

Stroom/Componenten staat

| Apparaatstroom | 12 | | 13 | | 14 | | 15 | | 16 | |
|-----------------|------|------|-------|--------|------|---------|-------|--------|-------|---|
| ↓ Componenten | M | Q | M | Q | M | Q | M | Q | M | Q |
| 2-eac. | | | 1.83 | | | | 1.83 | | 1.83 | |
| 2-ethac. | | | 2.51 | | | | 2.51 | | 2.51 | |
| 2-eahc. | | | | | | | | | | |
| 2-ethahc. | | | | | | | | | | |
| oplosmiddel | | | 53.08 | | | | 53.08 | | 53.08 | |
| waterstofperox. | | | 0.35 | | | | 0.35 | | | |
| water | | | | | 2.04 | | | | 0.04 | |
| waterstof | | | | | | | | | | |
| lucht | 1.51 | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| Totaal: | 1.51 | 87.4 | 57.77 | 228255 | 2.04 | 32369.4 | 57.77 | 222317 | 57.47 | |

| Apparaatstroom | 17 | | 18 | | 19 | | 20 | | 21 | |
|-----------------|-------|--------|------|-------|------|---------|------|---------|------|------|
| ↓ Componenten | M | Q | M | Q | M | Q | M | Q | M | Q |
| 2-eac. | 1.83 | | | | | | | | | |
| 2-ethac. | 2.51 | | | | | | | | | |
| 2-eahc. | | | | | | | | | | |
| 2-ethahc. | | | | | | | | | | |
| oplosmiddel | 53.08 | | | | | | | | | |
| waterstofperox. | | | | | 0.35 | | 0.34 | | | |
| water | | | 0.04 | | 2.0 | | 1.89 | | 0.11 | |
| waterstof | | | | | | | | | | |
| lucht | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| Totaal: | 57.43 | 220409 | 0.04 | 635.5 | 2.35 | 33641.8 | 2.23 | 37473.4 | 0.11 | 1679 |

M in kg/s

Q in kW

Stroom/Componenten staat

| Apparaatstroom | 22 | | 23 | | 24 | | 25 | | 26 | |
|-----------------------------------|------|--------|------|--------|------|-------|--------|--------|------|-------|
| ↓ Componenten | M | Q | M | Q | M | Q | M | Q | M | Q |
| 2-eac- | | | | | | | 1.87 | | | |
| 2-ethac. | | | | | | | 2.51 | | | |
| 2-eahc. | | | | | | | | | | |
| 2-ethahc. | | | | | | | 0.05 | | | |
| waterstofperox. | 0.49 | | 0.33 | | | | sporen | | | |
| water | 0.21 | | 0.14 | | 2.46 | | | | | |
| waterstof lucht oplosmiddel | | | | | | | 54.14 | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| Totaal: | 0.70 | 6278.0 | 0.47 | 4215.2 | 2.46 | 45414 | 58.58 | 224943 | 1.76 | 28518 |

| Apparaatstroom | 27 | | | | | | | | | |
|----------------|-----|-----|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ↓ Componenten | M | Q | M | Q | M | Q | M | Q | M | Q |
| verse werkopl. | ~ 0 | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| Totaal: | ~ 0 | ~ 0 | | | | | | | | |

M in kg/s
Q in kW

Stroom/Componenten staat

Apparatenlijst voor reaktoren, kolommen, vaten

| | | | | | |
|---|---|-----------------------|-------------------------------------|--|--|
| Apparaat No: | R 5 | T 18-20 | V 28 | | |
| Benaming, type | Hydro- generings- reactor. | Oxidatie kolommen. | Vloeist.- vloeist. afsch.vat. | | |
| Abs. of eff.* druk in bar | 2 | 5 | 1 | | |
| temp. in °C | 55 | variabel | 20 | | |
| Inhoud in m ³ Diam. in m l of h in m | 148.5 4 12 | | 6.25 opp.12.5 0.5 | | |
| Vulling:* schotels-aant. vaste pakking katalysator- type - , , - vorm | gesus- pendeerde kataly- sator Raney-Ni | Pall- ringen. | | | |
| Speciaal te ge- bruiken mat. | | | | | |
| aantal serie/parallel | 1 | 3 in serie | 1 | | |
| | | | | | |

* aangeven wat bedoeld wordt

Apparatenlijst voor warmtewisselaars, fornuizen

| Apparaat No: | H 1 | H 11 | H 24 | H 31 | H 41 |
|---|---|--|---|--|---|
| Benaming, type | Voorver- warmer werkop- lossing. | Voorver- warmer regenera- tie w.o.. | Koeler w.o. met H ₂ O ₂ tbv. extractie | Verdamper voeding destilla- tiekolom. | Herver- damper H ₂ O ₂ . |
| Medium pijpen-/ mantelzijde | stoom werkop- lossing. | stoom werkop- lossing. | koelwater werkop- lossing. | stoom water-wa- terst.pe. | stoom 70 m.%-ig H ₂ O ₂ . |
| Capaciteit, uitgewisselde warmte in kW. | 5553.3 | 337.8 | 5938.5 | 5535 | 814.8 |
| Warmtewisselend oppevl. in m ² | 40.8 | 3.1 | 788 | 12.9 | 3.6 |
| Aantal ^{serie/} parallel | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| Abb. of eff.* druk in bar | 10 2 | 10 1 | 1 1 | 10 1 | 10 1 |
| pijpen- / mantelzijde | | | | | |
| temp. in / uit in °C | | | | | |
| <u>pijpzijde</u> | 220-180 | 220-180 | 15 -35 | 220-180 | 220-180 |
| mantelzijde | 20 -47.3 | 55 -80 | 64½-20 | 20 -103 | 125-125 |
| Speciaal te ge- bruiken mat. | Al | Al | Al | 99.5 Al- Mg leger. | 99.5 Al- Mg leger. |
| | | | | | |
| | | | | | |

* aangeven wat bedoeld wordt

Apparatenlijst voor warmtewisselaars, fornuizen

| | | | | | |
|---|--|--|--|--|--|
| Apparaat No: | H 42 | H 45 | | | |
| Benaming, type | Koeler H ₂ O ₂ -pro- dukt. | Condensor topprodukt destilla- tie. | | | |
| Medium pijpen-/ mantelzijde | koelwater 70 m.-%-ig H ₂ O ₂ | koelwater water | | | |
| Capaciteit, uitgewisselde warmte in kW. | 153 | 5554.7 | | | |
| Warmtewisselend oppevl. in m ² | 4.2 | 25.5 | | | |
| Aantal ^{serie/} paralel | 1 | 1 | | | |
| Abs. of eff.* druk in bar pijpen- / mantelzijde | 1 1 | 1 1 | | | |
| temp. in / uit in °C <u>pijpszijde</u> mantelzijde | 15 -35 125-20 | 20 -40 100-100 | | | |
| Speciaal te ge- bruiken mat. | 99.5 Al- Mg leger. | Admiralty Brass. | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |

* aangeven wat bedoeld wordt

Apparatenlijst voor pompen, blowers, kompressoren

| | | | | | |
|--|------------------------------------|----------------------------|--------------------|--|--|
| Apparaat No: | P 47 | C 3 | C 14 | | |
| Benaming, type | Centrifugaalpompe met rad. waaier. | Kompres-sor water stofgas. | Lucht-compres-sor. | | |
| te verpompen medium | 0-xyleen, 2-octanol. | water-stofgas. | lucht. | | |
| Capaciteit in t/d of kg/s* | 58.6 kg/s | 0.022 kg/s | 1.51 kg/s | | |
| Dichtheid in kg/m ³ | 850 | 0.164 (2 bar) | | | |
| Zuig-/persdruk in bar (abs of *) | 1 -2 | 1 -2 | 1 -5 | | |
| temp. in °C in / uit | 20 -20 | 20-143 | 20 -184 | | |
| Vermogen in kW theor./ prakt. | 18.7 | 33.5 | | | |
| Speciaal te ge- bruiken mat. | - | - | - | | |
| aantal serie/parallel | 1 | 1 | 1 | | |
| | | | | | |

* aangeven wat bedoeld wordt

TORENSPECIFIKATIEBLAD

| | | | | | | |
|---|---------|------------------------------------|-------|----------------------|-------------------------|----------------------|
| Apparaatnummer : T.25 | | Fabrieksnummer : | | | | |
| ALGEMENE EIGENSCHAPPEN : | | | | | | |
| Functie..... : destillatie / extractie / absorptie /* | | | | | | |
| Type toren..... : gepakt / schotel / sproeier / RDC* | | | | | | |
| Type schotel..... : klokje / zeefplaat / valvé /* | | | | | | |
| Aantal schotels..... : theoretisch : | | | | | | |
| Aantal schotels..... : praktisch : 4 | | | | | | |
| Schotelafstand / HETS : 1.92 m | | Materiaal schotel : Al-Mg legering | | | | |
| Diameter toren..... : 2.86 m | | Hoogte toren : 11.1 m | | | | |
| Materiaal toren : Al-Mg legering | | | | | | |
| Verwarming..... : geen | | | | | | |
| BEDRIJFSKONDITIONES : | | | | | | |
| | Voeding | | Top | Bodem | Reflux/absorptie middel | Extraktie middel/... |
| Temperatuur..... °C | 20 | | 20 | 20 | | water |
| Druk..... bar | 1 | | 1 | 1 | | |
| Dichtheid..... kg/m ³ | 850 | | 850 | 1053.5 | | |
| Massastroom..... kg/s | 57.77 | | 57.47 | 2.34 | | |
| Samenstelling in mol % resp. gew. % | | | | | | |
| water | 0 | 0 | 0 | 0 | 91.5 | 85 |
| waterstofperoxide | - | 4 | 0 | 0 | 8.5 | 15 |
| oplosmiddel | - | 96 | 100 | 100 | 0 | 0 |
| ONTWERP : | | | | | | |
| Aantal klokjes / zeefgaten /**: | | | | Type pakking..... : | | |
| Aktief schoteloppervlak..... : m ² | | | | Materiaal pakking : | | |
| Lengte overlooprand..... : mm | | | | Afmetingen pakking : | | |
| Diameter valpijp / gat / : mm | | | | | | |
| Verdere gegevens op schets vermelden | | | | | | |

*doorstrepen wat niet van toepassing is.

**indien een toren schotels van verschillend ontwerp bevat, dit aangeven!

XI Kostenbeschouwing van het proces.

XI.1 De investeringen.

Voor een schatting van de noodzakelijke investeringen wordt gebruik gemaakt van de methode zoals die door Zevnik en Buchanan is beschreven (22).

De maximaal in het proces bereikte temperatuur is 125°C. De temperatuurfactor F_t wordt hiermee gelijk aan 0.019. De maximale druk is 5 bar, de drukfactor wordt 0.075. De materiaalfactor is gelijk aan 0.1. Met deze wetenschap is nu de zogenaamde complexity factor te bepalen; deze is gelijk aan 3.13.

De produktiecapaciteit is afgerond 13.5^k ton per jaar, zodat de investering per functionele eenheid wordt \$ 0.55 miljoen. Het aantal functionele eenheden bedraagt 7, zoals in VI.2 uiteengezet. Met onderstaande relatie zijn nu de on site- en de investeringen in hulpapparatuur te berekenen.

$$I_b + I_h = N * (\$/N) * 1.33 * \frac{CEPCI}{219} * (f/\$)$$

De investeringen staan in guldens, CEPCI staat voor Chemical Engineering Plant Cost Index en wordt gerefereerd aan de waarde 219 tijdens het opstellen van de grafiek ter bepaling van de investering per functionele eenheid.

Voor januari 1987 heeft CEPCI de waarde 319.7. Hiermee worden de investeringen $f 15.5 * 10^6$ groot, met een dollar-koers van $f 2.07$. Het werkkapitaal wordt begroot op 21 % van de produktiekosten per jaar, en bedraagt $f 3.255 * 10^6$.

XI.2 De produktiekosten.

Het verbruik aan grondstoffen, energie en dergelijke van de verschillende apparaten in het proces, met de daaraan verbonden kosten staat in tabel 9.1 weergegeven.

| Apparaatnummer | Kostenpost | Verbruik ¹⁾ | Kosten/jaar |
|----------------|-------------|------------------------|---------------|
| H 1 | stoom | 2.62 | f 3 206 880,- |
| C 3 | vermogen | 20 kW | f 30 384.80 |
| C 3 | koelwater | 0.24 | f 414.70 |
| M 4 | katalysator | 19.63 ²⁾ | f 180 596,- |
| R 5 | waterstof | 0.02 | f 123 033.60 |
| H 11 | stoom | 0.159 | f 194 616,- |
| C 14 | vermogen | 248.4 kW | f 377 568,- |
| C 14 | koelwater | 1.83 | f 3 162.20 |
| H 24 | koelwater | 70.7 | f 122 169.60 |
| T 25 | water | 2.04 | f 29 376,- |
| H 31 | stoom | 2,60 | f 3 182 400,- |
| V 33 | NaOH | 0.0024 | f 302 685,- |
| H 41 | stoom | 0.38 | f 465 120,- |
| H 42 | koelwater | 1.82 | f 3 145,- |
| V 44 | werkoplos. | 2843 ³⁾ | f 5 481,- |
| H 45 | koelwater | 66.1 | f 114 220.80 |
| P 47 | vermogen | 18.7 kW | f 28 424,- |

1) Tenzij anders vermeld in kg/s.

2) In ton/jaar.

3) In kg/jaar.

tabel 9.1

Bij het opzetten van tabel 9.1 zijn de volgende prijzen gehanteerd (12,22,24):

stoom.....f 42.50/ton
 koelwater.....f 0.06 /ton
 nikkel.....f 9200 /ton
 water.....f 0.50 /ton
 waterstof.....f 0.20 /kg
 electriciteit.....f 0.19 /kWu
 NaOH.....f 4.47 /kg

Voor de bepaling van het aantal arbeidsuren wordt gebruik gemaakt van de Wessel relatie (22). Het verband tussen het aantal mensen en de capaciteit, het aantal stappen en het al dan niet continu zijn van het proces wordt gegeven door de onderstaande relatie.

$$\text{manuren/ton produkt} = K * \frac{\text{aantal stappen}}{(\text{kap./dag})}$$

met $K = 1.7$ voor een continu proces (1986)

De capaciteit per dag bedraagt 40.61 ton, het aantal stappen is zeven. Hiermee wordt het aantal manuren per ton produkt gelijk aan 0.71. Het benodigde aantal mensen is dan zes in een continu ploegendienst, waarbij een reserve is ingecalculleerd voor verzuim als gevolg van ziekte, vakantie of andere oorzaken. Met voor de kosten per arbeidsplaats per jaar f 350 000,- zijn de totale arbeidskosten gelijk aan f 2 100 000,- per jaar.

6 man =
≈ 1 plaats.

De jaarlijkse onderhoudskosten worden geraamd op f 620 000,- per jaar, dit is 4 % van de investeringskosten.

Aan royalties wordt éénmalig een bedrag van f 2 325 000,- uitgegeven, 15 % van de investeringen.

De indirecte kosten bedragen 4 % van de investeringen plus 45 % van de jaarlijkse loonsom. Dit komt neer op f 1 565 000,- per jaar.

De algemene kosten zijn 5 % van de omzet. Met voor de prijs van waterstofperoxide f 2.05/kg (24) bedraagt de omzet f 27 750 000,- per jaar. De algemene kosten zijn nu f 1 387 440,- jaarlijks.

De afschrijvingstermijn is 10 jaar. Bij een rechtlijnige afschrijving worden de kosten geraamd op f 1 875 500,-.

Over de gedane investeringen wordt rente betaald. De rentevoet is momenteel 6.7 %. Jaarlijks wordt een bedrag gelijk aan de afschrijvingspost afgelost. In het eerste jaar bedraagt de rente plus aflossingspost dan f 3 132 085,-.

Voor het proces zijn de Return on Investment en de Internal Rate of Return bepaald. De ROI is berekend aan de hand van de gemiddelde jaarlijkse winst over de afschrijvings-termijn en de gedane investeringen. Voor de ROI is gevonden ROI = 19 %. Voor de berekening van de IRR is eerst de jaarlijkse cash flow bepaald, waarna voor de IRR gevonden werd IRR = 32.9 % (22).

XII Symbolenlijst.

| | | |
|--------------|---|-----------------------------------|
| c | = | concentratie |
| C_p | = | soortelijke warmte |
| 2 eac | = | 2-ethylantrachinon |
| 2 eahc | = | 2-ethylantrahydrochinon |
| 2 ethac | = | 2-ethyltetrahydroantrachinon |
| 2 ethahc | = | 2-ethyltetrahydroantrahydrochinon |
| ϕ_v | = | volumedebiet |
| H_{man} | = | manometrische opvoerhoogte |
| ΔH_f | = | vormingsenthalpie |
| ΔH_r | = | reactieenthalpie |
| ΔH_v | = | verdampingsenthalpie |
| λ | = | warmtegeleidingscoëfficiënt |
| MAC | = | MAC-waarde |
| η | = | viscositeit |
| P_d | = | dampspanning |
| ρ | = | dichtheid |
| r | = | reactiesnelheid |
| T | = | temperatuur |
| $T_b = T_k$ | = | temperatuur bij kookpunt |
| $T_{krit.}$ | = | kritische temperatuur |
| v | = | snelheid |
| V_r | = | reactorvolume |
| x | = | molfractie (vloeistof) |
| y | = | molfractie, gasfase |

XIII literatuuroverzicht.

- 1) Telefoongesprek en correspondentie met Interox-Brussel, dd. 16-03'87
- 2) T. Berglin, H. Schöön, Ind. Eng. Chem. Proc. Des. Dev. 20(4), 615, 1981
- 3) Ullmann Encyclopädie der technischen Chemie, 4^o druk, band 17, 1972-1984
- 4) Winnacker, K & Küchler, L, Chemische Technologie, 4. auflage, band 2, p.568, 1982
- 5) Winnacker, K & Küchler, L, Chemische Technologie, 3. auflage, band 2, 1970
- 6) NL-patent 175 610

- 7) Reid, R.C. & Prausnitz, J.M. & Sherwood, T.K., The properties of liquids and gases, 3rd ed., 1977
- 8) Perry, R.H. & Chilton, C.H., Chemical engineers handbook, 6th ed., 1984
- 9) Weast, R.C., CRC's Handbook of Chemistry and Physics, 67th ed., 1986-1987
- 10) F.J. Zuyderweg, collegediktaat Fysische Scheidingsmethoden 2
- 11) Collegediktaat Apparaten voor de Procesindustrie, deel 3, Apparaten voor warmteoverdracht.
- 12) Montfoort, A.G., Meijer, F.A., van den Ham, A., Handleiding fabrieksvoorontwerp, 1984.
- 13) Zuyderweg, F.J., collegediktaat Fysische Scheidingsmethoden 1
- 14) Sittig, M., Inorganic Chemical Industry, 1978

- 15) Collegediktaat Apparaten voor de procesindustrie, deel 3 Apparaten voor impulsoverdracht.
- 16) Tabellenbuch brennbarer und gefährlicher Stoffe, 1^o auflage, Berlin 1979.
- 17) Chemische Stoffen, industriebond NVV., 2^o druk, 1979

- 18) McCarty, R.D., Hydrogen Properties, vol.III, 1975
- 19) Scatchard, G., e.a., Journal Amer. Chem. Soc., 74, 3715, 1952
- 20) Berglin, T., Schön, H., Ind. Eng. Chem. Proc. Des. Dev., 22(1), 150, 1983
- 21) Schumb, W.C., Satterfield, C.N., Wentworth, R.L., Hydrogen Peroxide, Amer. Chem. Soc. Mon. Ser., 1955
- 22) De chemische fabriek, deel 2, intern rapport behorende bij het college st. 44, 1986
- 23) Yaws, C.L., Physical Properties, 1977
- 24) Chemical Marketing Reporter, maart 1987

Bijlage 1 Bepaling viscositeit werkoplossing (8).

De viscositeit van de werkoplossing is bepaald aan de hand van onderstaande betrekking, die geldig is voor apolaire mengsels.

$$\ln \eta_{\text{mix}} = \omega_1 \ln \eta_1 + \omega_2 \ln \eta_2$$

Uitgaande van de viscositeiten voor o-xyleen en 2-octanol bij 20 °C van respectievelijk $0.809 \cdot 10^{-3}$ en $8.925 \cdot 10^{-3}$ Ns/m² en de gewichtsfracties van respectievelijk 0.449 en 0.551 wordt voor de viscositeit van het oplosmiddelenmengsel verkregen $3.037 \cdot 10^{-3}$ Ns/m².

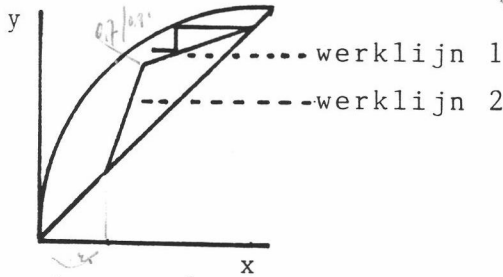
Bijlage 2 Bepaling van het theoretische aantal schotels.

De bepaling van het theoretische aantal schotels van de destillatiekolom is uitgevoerd met behulp van de computer. Dit om een zo nauwkeurig mogelijke berekening te verkrijgen. In onderstaande tabel staan de gebruikte relaties weergegeven.

Deborah
werklijn 1 : $y = 0.288*x + 0.712$

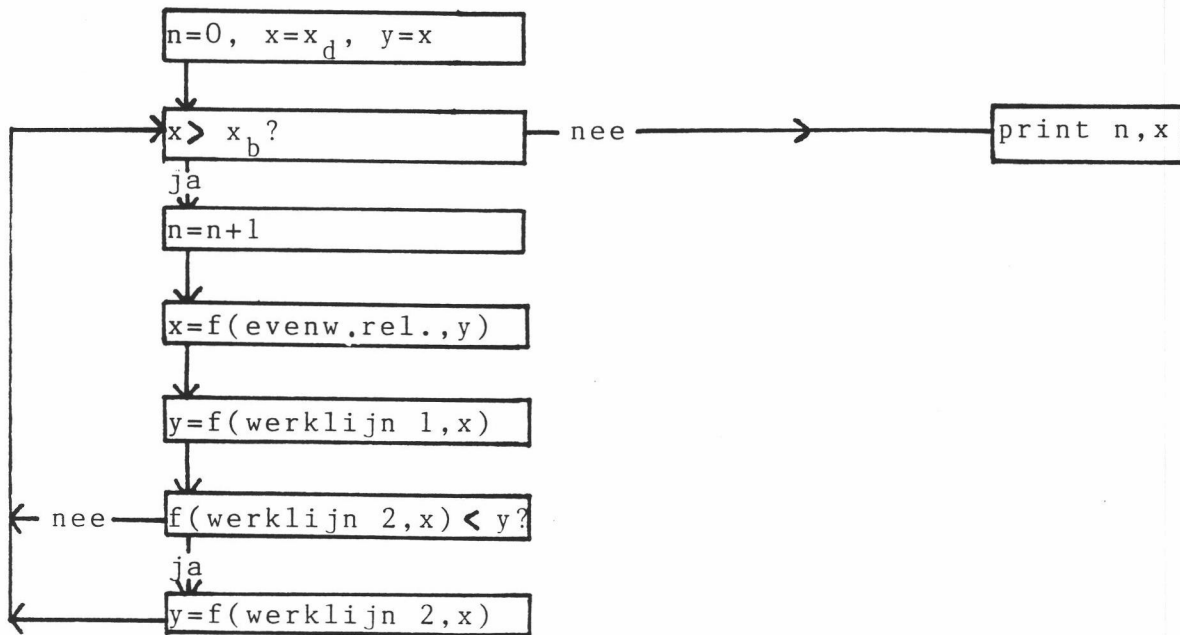
werklijn 2 : $y = 1.82*x - 0.366$

evenwichtsrelatie : $x = 7.6598*y^2 - 42.9785*y^3 + 100.7324*y^4 - 104.3809*y^5 + 39.9316*y^6$



als y=1 => x=0,9644

mol%



Bijlage 3 Bepaling warmtegeleidingscoëfficiënt werkoplossing (8).

Als eerste stap worden de warmtegeleidingscoëfficiënten van de beide componenten bepaald.

$$\lambda_L = \frac{2.64 \cdot 10^{-3}}{\sqrt{m}} * \left(\frac{3 + 20(1-T/T_c)}{3 + 20(1-T_b/T_c)} \right)^{2/3}$$

met T_c =kritische temperatuur, T_b =temperatuur bij kookpunt en m =molecuulmassa.

Bij een temperatuur van 65°C en een molgewicht van 130.22 g/mol wordt voor 2-octanol de warmtegeleidingscoëfficiënt gelijk aan 0.133 W/mK. Voor o-xyleen wordt dit bij 68°C gelijk aan 0.156 W/mK.

Uit deze berekende waarden kan de λ voor het mengsel worden berekend.

$$\lambda_{L,mix} = \varphi_1^2 \lambda_1 + 2\varphi_1\varphi_2 \lambda_{12} + \varphi_2^2 \lambda_2$$

$$\text{met } \varphi_1 = x_1 v_1 / (x_1 v_1 + x_2 v_2), \varphi_2 = x_2 v_2 / (x_1 v_1 + x_2 v_2) \text{ en } \lambda_{12} = 2 \left(\frac{1}{\lambda_1} + \frac{1}{\lambda_2} \right)^{-1}$$

Invullen van de waarden voor de molaire volumina v_1 en v_2 voor beide componenten en de molfracties geeft voor $\lambda_{L,mix}$ de waarde 0.143 W/mK. De nauwkeurigheid is 3-4 %.

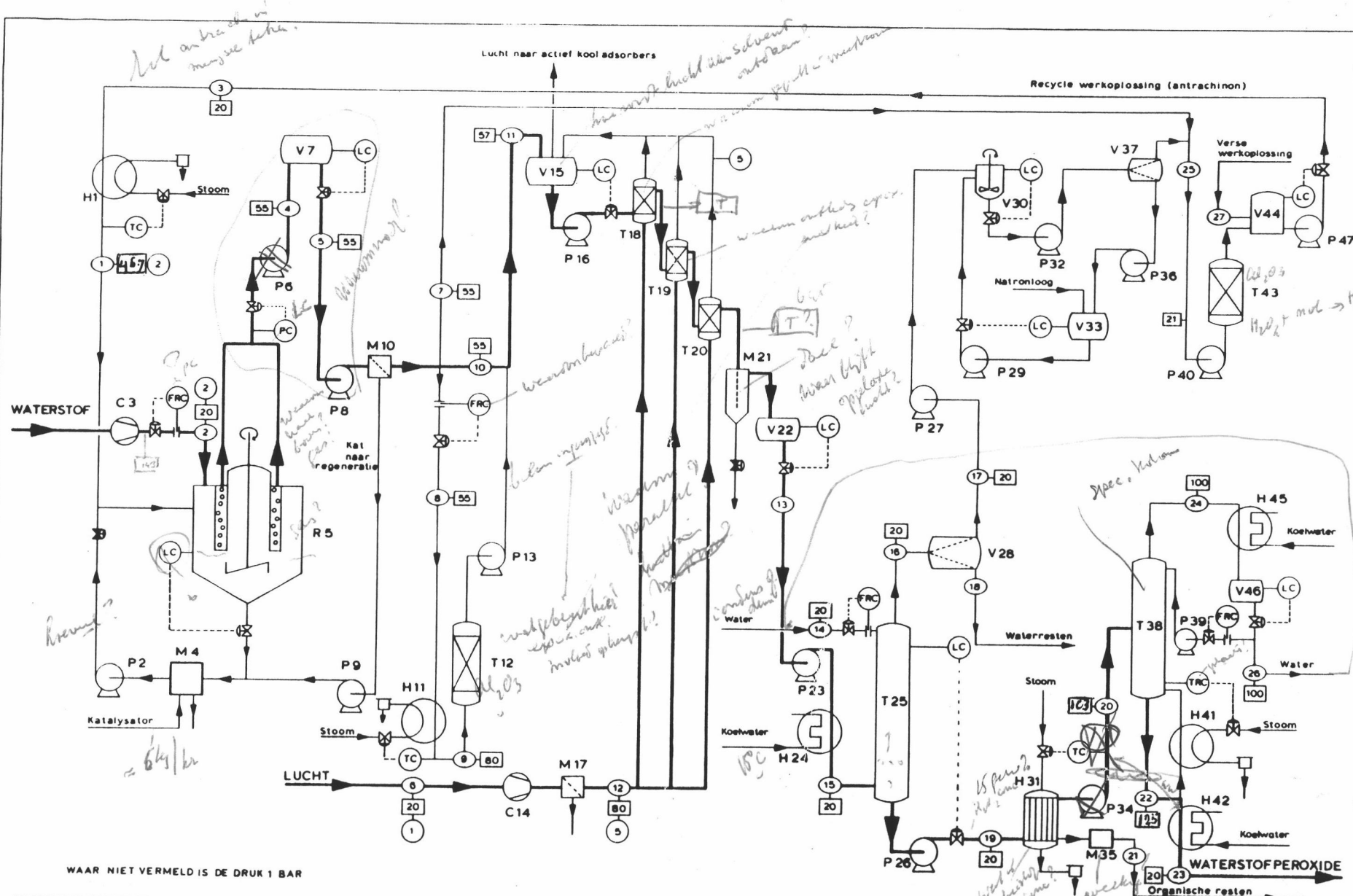
Bijlage 4 Berekening diffusiecoëfficiënten H₂O₂ (7,23).

De bepaling van de diffusiecoëfficiënten van waterstofperoxide in water en in de werkoplossing is uitgevoerd aan de hand van de betrekking

$$D = 7.4 \cdot 10^{-8} \frac{(\varphi M_B)^{\frac{1}{2}} T}{\eta_B V_A}$$

met M_i = molmassa i , $\varphi = 0.7$ voor 2-octanol-xyleen, $\varphi = 2.6$ voor water, η_i = viscositeit i , B = solvent.

Voor de diffusiecoëfficiënt in de werkoplossing is nu berekend $D = 8.6 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{s}$, in water wordt de diffusiecoëfficiënt gelijk aan $2.3 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$.



WAAR NIET VERMELD IS DE DRUK 1 BAR

| | |
|-----|----------------------|
| M 1 | VOORVERWARMER |
| P 2 | POMP |
| C 3 | COMPRESSOR - KOELING |
| M 4 | REGENERATOR |
| R 5 | REACTOR |
| P 6 | POMP |
| V 7 | OPVANGVAT |
| P 8 | POMP |
| P 9 | POMP |

| | |
|-----|----------------------|
| M10 | FILTER |
| H11 | VOORVERWARMER |
| T12 | REGENERATIEKOLOM |
| P13 | POMP |
| C14 | COMPRESSOR - KOELING |
| V15 | OPVANG-SCHIEDINGSVAT |
| P16 | POMP |
| P17 | POMP |
| M17 | LUCHTFILTER |
| T18 | OXIDATIE TORENS |
| -20 | |

| | |
|-----|--------------------|
| M21 | SIFON |
| V22 | OPVANGVAT |
| P23 | POMP |
| H24 | KOELER |
| T25 | RDC-EXTRACTIEKOLOM |
| P26 | POMP |
| P27 | POMP |
| V28 | L-L SCHEIDINGSVAT |
| P29 | POMP |

| | |
|-----|---|
| V30 | REGENERATIEVAT |
| H31 | VERDAMPER |
| P32 | POMP |
| V33 | VAT |
| P34 | POMP |
| M35 | OPWERKINGSEENHEID |
| P36 | POMP |
| V37 | L-L SCHEIDINGSVAT |
| T38 | H ₂ O ₂ -H ₂ O DESTILLATIE |

| | |
|-----|-------------------|
| P39 | POMP |
| P40 | POMP |
| H41 | HERVERDAMPER |
| H42 | KOELER - PRODUCT |
| T43 | VOORCONTACTOREN |
| V44 | TANK-WERKPLOSSING |
| H45 | CONDENSOR |
| V46 | OPVANGVAT |
| P47 | POMP |

**PROCESSCHEMA van
WATERSTOF PEROXIDEPRODUCTIE
via ANTRACHINON**

W. Swart FVO No 2705

○ Stroomnr T Temp. in °C P_g Druk in bar

