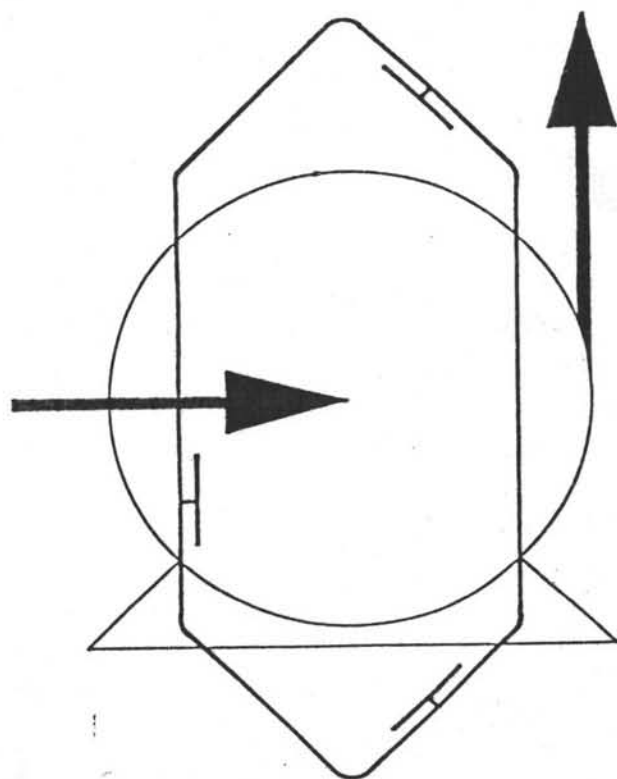


2597/2599

# G - GROEPVERSLAG

1984

DEEL 1



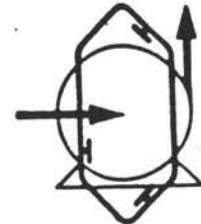
**Unichema**  
International

Van dit verslag bestaan 21 exemplaren.  
Deze genummerde exemplaren zijn gedistribueerd aan:

nr.  
1t/m4 4x -Unichema  
5t/m7 3x -Lab Apparatenbouw (gesloten kast  
vertrouwelijke literatuur)  
8 -Prof.Ir.A.G.Montfoort  
9 -Drs.F.A.Meijer  
10 -M.F.Bello  
11 -Drs.P.S.van Berkel  
12 -J.L.M.Brunet de Rochebrune  
13 -M.J.ten Doesschate  
14 -H.A.Geers  
15 -R.A.J.van Haarst  
16 -J.G.de Kempnaer  
17 -A.A.Kruijer  
18 -F.I.M.Schenkeveld  
19 -G.J.Th.Siemers  
20 -R.J.van der Velde  
21 -C.M.H.Weber

Vertrouwelijk.

Laboratorium  
Apparatenbouw Procesindustrie



Gecombineerde opdracht.

1984

Studie naar stearine/oleïne scheiding, stearine-  
destillatie en continue ethyleenbisstearamide  
productie.

Delft, april 1984.

M.F.Bello  
P.S.van Berkel  
J.L.M.Brunet de Rochebrune  
M.J.ten Doesschate  
H.A.Geers  
R.A.J.van Haarst  
J.G.de Kempnaer  
A.A.Kruijer  
F.L.M.Schenkeveld  
G.J.Th.Siemers  
R.J.van der Velde  
C.M.H.Weber

Verslagnummer: 9

ERRATA.

blz.

- 2-9           Verbruik compressor moet worden: 143 kW.  
Totaal verbruik moet worden       : 4873 kW.  
Warmte afvoer via koelmachine : 590 kW.  
Totaal moet worden                       : 4957 kW.
- 2-VI-1       Er staat:  $Q_1=400$  kW , moet zijn  $Q_1=566$  kW.
- 2-IX-1       Er staat: L/D 10       , moet zijn L/D 10
- 2-IX-2       Er staat: 2 RT       , moet zijn 2 RT       (in vgl (1))
- 3-34       Er staat : Temperatuur in: 410,473,476       (aan de pijpzijde)  
              Temperatuur uit: 403,410,473  
Moet zijn: Temperatuur in: 400,471,476  
              Temperatuur uit: 391,400,471
- 3-VI-1       Appendix 3-VI       (mantelzijde)  
Er staat: massastroom totaal 2.2  
              kg/hr       stoom 2.2  
Moet zijn: massastroom totaal 7920  
              kg/hr       stoom 7920
- 3-VI-2       Er staat : massastroom totaal 30.3       (mantelzijde)  
              kg/hr vloeistof. 30.3  
Moet zijn: massastroom totaal 109080  
              kg/hr vloeistof 109080

ERRATA.

blz.

- 2-9 Verbruik compressor moet worden: 143 kW.  
Totaal verbruik moet worden : 4873 kW.  
Warmte afvoer via koelmachine : 590 kW.  
Totaal moet worden : 4957 kW.
- 2-VI-1 Er staat:  $Q_1=400$  kW , moet zijn  $Q_1=566$  kW.
- 2-IX-1 Er staat: L/D 10 , moet zijn L/D 10
- 2-IX-2 Er staat: 2 RT , moet zijn  $2\pi RT$  (in vgl (1))
- 3-34 Er staat : Temperatuur in: 410,473,476 (aan de pijpzijde)  
Temperatuur uit: 403,410,473  
Moet zijn: Temperatuur in: 400,471,476  
Temperatuur uit: 391,400,471
- 3-VI-1 Appendix 3-VI (mantelzijde)  
Er staat: massastroom totaal 2.2  
kg/hr stoom 2.2  
Moet zijn: massastroom totaal 7920  
kg/hr stoom 7920
- 3-VI-2 Er staat : massastroom totaal 30.3 (mantelzijde)  
kg/hr vloeistof. 30.3  
Moet zijn: massastroom totaal 109080  
kg/hr vloeistof 109080

## Inleiding.

De Gecombineerde Opdracht 1984 voor technologen en werktuigbouwers, is uitgevoerd in samenwerking met Unichema Chemie B.V. te Gouda.

Drie delen uit de procesvoering zijn bestudeerd:

- stearine/oleïne scheiding.
- stearine destillatie.
- EBS-productie.

Achtereenvolgens zullen in dit verslag behandeld worden:  
Computer.

Om units door te kunnen rekenen is gebruik gemaakt van het computerprogramma 'Process'.

### Kristallisatie.

Stearine en oleïne zijn d.m.v. kristallisatie te scheiden. Drie methoden zijn uitgewerkt, te weten: met behulp van een geschraapte warmtewisselaar, verdampingskristallisatie en diepkoelkristallisatie.

### Superkritische gasextractie.

Scheiding van stearine en oleïne d.m.v. extractieve destillatie met een superkritisch gas en een hulpstof.

### Destillatie.

Optimalisatie van de destillatie van ruwe stearine in destillatiekolom nr. 7.

### EBS-productie.

Om EBS continu te produceren is een fabriek ontworpen.

Onze dank gaat uit naar eenieder die ons bij het uitvoeren van de G-opdracht 1984 terwille is geweest.

Groepsbegeleiding:

Ir.W.J.B.van den Bergh

Ir.L.D.M.van den Brekel

Dhr.A.de Bruin

Drs.F.A.Meijer

Prof.Ir.A.G.Montfoort

Dr.Ir.A.J.J.van der Weiden

<u>Inhoud</u>	pag.
1.0 Inleiding.....	1-3
1.1 Stofgegevens.....	1-3
1.2 Processimulatie.....	1-7
Symbolenlijst.....	1-8
Appendix 1-I.....	1-I-1

## 1.0 Inleiding

In dit hoofdstuk wordt beschreven op welke wijze de stofgegevens verzameld zijn en met welk rekenprogramma getracht is het proces te simuleren.

### 1.1. Stofgegevens

De voor het rekenprogramma benodigde stofgegevens staan getabelleerd in appendix 1-I

Van de stoffeigenschappen zijn alleen de molecuulgewichten, soortelijke dichtheden, UNIFAC interactie parameters en een aantal dampspanningen, normaal kookpunten en vormingswarmten in de literatuur gevonden (12,22,56). De overige stoffeigenschappen moesten met behulp van groepsbijdragemethoden bepaald worden. De gebruikte methoden zullen in het kort beschreven worden.

Het normaal kookpunt  $T_b$ .

Het normaal kookpunt kan geschat worden met behulp van de " kritische constanten regel " (41):

$$T_b = \gamma \cdot \theta \cdot \{M / (\phi + 0,34)^2\}^\alpha \quad (1.1)$$

waarin M= molecuulgewicht

$\alpha = 0,685$  (alleen voor carbozuren)

$\phi$  = groepsbijdrage uit tabel 1.6

$\gamma$  = groepsbijdrage uit tabel 1.7

$$\theta = 0,567 + \Sigma \Delta_T - (\Sigma \Delta_T)^2 \quad (1.2)$$

met  $\Delta_T$  = groepsbijdrage uit tabel 1.6

Uit vergelijking met literatuurwaarden bleek dat de literatuurwaarden ca. 18% hoger waren dan de berekende waarden. Deze laatste zijn derhalve, alvorens opgenomen te worden in tabel 1.1, gecorrigeerd met een factor 1,18.



### De kritische temperatuur $T_c$

De kritische temperatuur kan benaderd worden met de methode van Lydersen (41):

$$T_c = T_b / \theta \quad (1.3)$$

met  $T_b$  = normaal kookpunt

$$\theta = 0,567 + \Sigma \Delta_T - (\Sigma \Delta_T)^2 \quad (1.2)$$

$\Delta_T$  = groepsbijdrage uit tabel 1.6

Deze kritische temperaturen hebben alleen waarde als rekenkundige grootheden en niet als fysische grootheden, daar het zeer waarschijnlijk is dat de vetzuren bij deze temperaturen reeds ontleed zijn.

### De kritische druk $P_c$

Volgens Lydersen (41) kan de kritische druk berekend worden met behulp van de volgende groepsbijdragemethode:

$$P_c = M / (\phi + 0,34)^2 \quad (1.4)$$

waarin  $M$  = molecuul gewicht

$\phi$  = groepsbijdrage uit tabel 1.6

### De acentriciteitsfactor $\omega$

De acentriciteitsfactor is berekend met de door Edmister (41) opgestelde relatie:

$$\omega = (3/7) \cdot (\log P_c) \cdot (T_c/T_b - 1)^{-1} - 1 \quad (1.5)$$

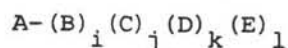
waarin  $P_c$  = kritische druk

$T_c$  = kritische temperatuur

$T_b$  = normaal kookpunt

De vormingswarmte  $\Delta H_f^{\circ}(298)$

De vormingswarmten, voor zover onbekend, zijn berekend met de groepsbijdragemethode van Benson (22). Hierbij worden de groepen weergegeven met het volgende symbool:



A is het beschouwde atoom of atoomgroep; (B), (C), (D) en (E) stellen de atomen of atoomgroepen voor, die met A verbonden zijn en i, j, k en l de aantallen daarvan. De groepsbijdragen staan getabelleerd in tabel 1.8.

De met de methode van Benson berekende vormingswarmten bleken gemiddeld 23,5% lager uit te vallen dan de literatuurwaarden. De berekende waarden zijn daarom gecorrigeerd met een factor 1,235.

De ideale gasenthalpie  $H_g^{id}(T)$

De ideale gasenthalpie is berekend met de volgende relatie:

$$H_g^{id}(T) = \Delta H_f^{\circ}(298) + \int_{298}^T C_p^{id} dT \quad (1.6)$$

waarin de soortelijke warmte,  $C_p^{id}$ , weergegeven wordt met de door Rihani en Doraiswamy (22) gevonden relatie:

$$C_p^{id}(T) = \sum_i n_i a_i + \sum_i n_i b_i T + \sum_i n_i c_i T^2 + \sum_i n_i d_i T^3 \quad (1.7)$$

Hierin zijn  $a_i, b_i, c_i$  en  $d_i$  de in tabel 1.9 getabelleerde waarden voor groep i, terwijl  $n_i$  het aantal groepen i per molecuul voorstelt.

Uitwerken van verg. (1.6) leidt tot de volgende polynoom:

$$H_g^{id}(T) = A + B.T + C.T^2 + D.T^3 + E.T^4 \quad (1.8)$$

waarin A, B, C, D en E coëfficiënten zijn en T de temperatuur in Kelvin.

De verdampingswarmte  $\Delta H_v$

De verdampingswarmte kan uit de dampspanningsvergelijking van Lee-Kesler (22) berekend worden,

$$\psi = \Delta H_v / (R \cdot T_c \cdot \Delta Z_v) \quad (1.9)$$

met  $\psi = 6,09648 - 1,28862 \cdot T_r + 1,016 \cdot T_r^7 + (15,6875 - 13,4721 \cdot T_r + 2,615 \cdot T_r^7)$   
waarin  $T_r$  = gereduceerde temperatuur (1.10)

Volgens Haggemacher (41) kan het verschil tussen de compressibiliteitsfactoren van verzadigde damp en vloeistof,  $\Delta Z_v$ , met de volgende relatie worden weergegeven:

$$\Delta Z_v = \sqrt{\{1 - (T_c^3 / (T_b^3 \cdot P_c))\}} \quad (1.11)$$

Combinatie van verg. (1.9) en (1.11) levert na herschrijven de volgende relatie voor  $\Delta H_v$ :

$$\Delta H_v = \psi \cdot R \cdot T_c \cdot \sqrt{\{1 - (T_c^3 / (T_b^3 \cdot P_c))\}} \quad (1.12)$$

waarin R = gasconstante

$T_c$  = kritische temperatuur

$T_b$  = normaal kookpunt

$P_c$  = kritische druk

$\psi$  = parameter

Vergelijking (1.12) kan herleid worden tot een polynoom van de vorm:

$$\Delta H_v(T) = \alpha + \beta \cdot T + \gamma \cdot T^7 \quad (1.13)$$

waarin  $\alpha, \beta$  en  $\gamma$  coëfficiënten zijn en T de temperatuur in Kelvin.

### De vloeistofenthalpie $H_1(T)$

De vloeistofenthalpie is berekend door de ideale gasenthalpie te verminderen met de verdampingswarmte:

$$H_1(T) = H_g^{id}(T) - \Delta H_v(T) \quad (1.14)$$

Deze relatie kan na substitutie van verg. (1.8) en (1.13) herleid worden tot de volgende polynoom:

$$H_1(T) = a + b \cdot T + c \cdot T^2 + d \cdot T^3 + e \cdot T^4 + f \cdot T^7 \quad (1.15)$$

waarin  $a, b, c, d, e$  en  $f$  coëfficiënten zijn en  $T$  de temperatuur in Kelvin.

### 1.2 Processimulatie

Tijdens het onderzoek is gebruik gemaakt van het door Simulation Sciences Inc. ontwikkelde programma "Process". Dit programma bevat een aantal standaard berekeningen waarmee unit operations kunnen worden doorgerekend. Door het combineren van de verschillende unit operations kan men het proces of een gedeelte daarvan simuleren. "Process" beschikt tevens over een bibliotheek met stofgegevens en een aantal toestandsvergelijkingen waaruit vrij gekozen kan worden. De mogelijkheid bestaat echter ook om zelf stofgegevens en/of toestandsvergelijkingen in te voeren.

In de loop van het onderzoek bleek dat het programma niet naar tevredenheid functioneerde bij het doorrekenen van kolommen.

Symbolenlijst

$C_P^{id}$	cal/(mol.K)	Soortelijke warmte
$\Delta H_f^0(298)$	kcal/mol, kcal/kg	Vormingswarmte
$H_g^{id}(T)$	kcal/mol, kcal/kg	Ideale gasenthalpie
$H_l(T)$	kcal/mol, kcal/kg	Vloeistofenthalpie
$\Delta H_v(T)$	kcal/mol, kcal/kg	Verdampingswarmte
M	---	Molecuulgewicht
$n_i$	---	Aantal groepen i
$P_c$	atmosfeer	Kritische druk
R	cal/(mol.K)	Gasconstante
T	K	Temperatuur
$T_b$	K	Normaal kookpunt
$T_c$	K	Kritische temperatuur
$T_r$	---	Gereduceerde temperatuur
$\Delta Z_v$	---	Verskil tussen de compressibiliteitsfactoren van verzadigde damp en vloeistof
$\alpha$	---	Constante voor homologe reeks
$\gamma$	---	Sommatieconstante
$\phi$	---	Sommatieconstante
$\theta$	---	Sommatieconstante
$\Delta_T$	---	Constante
$\omega$	---	Acentriciteitsfactor
$\psi$	---	Parameter uit verg.(1.9), (1.10) en (1.12)

Appendix 1-I

TABEL 1.1 t/m 1.10

Tabel 1.1: De voor het rekenprogramma benodigde stofgegevens

Vetzuur	Molecuulgewicht	Soortelijke dichtheid	Acentriciteits factor	normaal kookpunt (K)	Krit. temp. (K)	Krit. druk (atm.)	Vormingswarmte (kcal/kg)
C14	228,38*	1,02*	1,013	599,4*	755,8	16,8	-874,9*
C15	242,39*	1,022*	1,040	612,3*	766,5	15,8	-855,2
C16	256,43*	1,025*	1,061	624,7*	777,1	14,9	-832,3*
C16:1	254,42*	0,903*	1,063	{ 623,1	776,1	15,2	-705,6
C17	270,46*	1,015*	1,074	637,0*	788,3	14,1	-812,1
C18	284,49*	1,015*	1,084	{ 649,3*	800,2	13,5	-797,2*
C18:1	282,47*	0,894*	1,087	{ 633,2*	781,0	13,7	-679,3*
C18:2	280,45*	0,903*	1,095	630,9	778,8	14,0	-561,6*
C18:3	278,44*	0,916*	1,097	630,3	778,7	14,2	-442,4
Tripalmitine**	807,35*	0,875*	0,3	old = 588 + 273	2000	11,0	-763,7

\* Bekend uit de literatuur.

\*\* Tripalmitine is een vet.

Tabel 1.2 : Polynoomcoëfficiënten voor de ideale gasenthalpie.

Vetzuur	A	B	C	D	E
C14	-937,878	2,955E-2	6,839E-4	-2,594E-7	4,288E-11
C15	-918,595	2,947E-2	6,885E-4	-2,609E-7	4,308E-11
C16	-895,854	2,939E-2	6,925E-4	-2,622E-7	4,325E-11
C16:1	-764,308	1,426E-2	6,888E-4	-2,638E-7	4,390E-11
C17	-875,876	2,933E-2	6,961E-4	-2,633E-7	4,341E-11
C18	-861,384	2,927E-2	6,993E-4	-2,643E-7	4,355E-11
C18:1	-739,146	1,563E-2	6,960E-4	-2,658E-7	4,414E-11
C18:2	-616,929	1,805E-3	6,927E-4	-2,673E-7	4,473E-11
C18:3	-493,281	-1,222E-2	6,893E-4	-2,688E-7	4,534E-11

Polynoom:  $H_g^i(T) = A + B \cdot T + C \cdot T^2 + D \cdot T^3 + E \cdot T^4$  (kcal/kg)

Tabel 1.3 : Polynoomcoëfficiënten voor de verdampingswarmte.

Vetzuur	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$
C14	135,8	-0,124	1,607E-19
C15	131,9	-0,118	1,414E-19
C16	127,4	-0,112	1,246E-19
C16:1	129,0	-0,113	1,268E-19
C17	122,5	-0,107	1,180E-19
C18	119,8	-0,103	0,951E-19
C18:1	118,1	-0,104	1,111E-19
C18:2	119,5	-0,106	1,146E-19
C18:3	120,6	-0,107	1,158E-19

Polynoom:  $\Delta H_v(T) = \alpha + \beta \cdot T + \gamma \cdot T^7$  (kcal/kg)



Tabel 1.4 : Polynoomcoëfficiënten voor de vloeistofenthalpie

Vetzuur	a	b	c	d	e	f
C14	-1073,7	0,1536	6,839E-4	-2,594E-7	4,288E-11	-1,607E-19
C15	-1050,5	0,1475	6,885E-4	-2,609E-7	4,308E-11	-1,414E-19
C16	-1023,3	0,1414	6,925E-4	-2,622E-7	4,325E-11	-1,246E-19
C16:1	- 893,3	0,1273	6,888E-4	-2,638E-7	4,390E-11	-1,268E-19
C17	- 998,4	0,1363	6,961E-4	-2,633E-7	4,341E-11	-1,180E-19
C18	- 981,2	0,1323	6,993E-4	-2,643E-7	4,355E-11	-0,951E-19
C18:1	- 857,2	0,1196	6,960E-4	-2,658E-7	4,414E-11	-1,111E-19
C18:2	- 736,4	0,1078	6,927E-4	-2,673E-7	4,473E-11	-1,146E-19
C18:3	- 613,9	0,0948	6,893E-4	-2,688E-7	4,534E-11	-1,158E-19

Polynoom :  $H_1(T) = a + b \cdot T + c \cdot T^2 + d \cdot T^3 + e \cdot T^4 + f \cdot T^7$  (kcal/kg)

Tabel 1.5: UNIFAC interactie parameter.

Hoofdgroep		Interactie parameter	
I	J	U(I,J)	U(J,I)
10	90	663,5000	315,2998
10	110	730,3999	349,2000
10	161	- 289,5000	1020,0000
10	162	- 14,0900	- 66,1700
90	110	2520,0000	- 200,0000
90	161	16,5100	697,2000
90	162	300,0000	1318,0000
110	161	- 52,3900	1509,0000
110	162	692,7000	634,2000
161	162	289,5999	- 181,0000

Nummering der hoofdgroepen:

10: -COOH

90: -CH<sub>3</sub>

110: -CH=CH-

161: Methanol

162: Water

Tabel 1.6 : De groepsbijdragen voor de berekening van  $\Phi$  en  $\Sigma\Delta_T$ .

Atoom(groep) $i$	$\Phi_i$	$\Delta_T$
-CH <sub>3</sub>	0,227	0,020
-CH <sub>2</sub> -	0,227	0,020
=CH-	0,198	0,018
-COOH	0,4	0,085

$$\Phi = \Sigma (n_i \Phi_i)$$

Tabel 1.7 : De groepsbijdragen voor de berekening van  $\gamma$ .

Atoom(groep) $i$	$\gamma_i$
koolstof	1,02
waterstof	1,95
hydroxylgroep (incl. O en H)	23,10
C=C	2,50
C=O	2,50
zuurstof	3,00

$$\gamma = \Sigma n_i \gamma_i$$

Tabel 1.8 : De groepsbijdragen voor de berekening van de vormingswarmte met de methode van Benson.

Atoom(groep)*	$H_f^O(298)$ (kcal/mol)
C-(C)(H) <sub>3</sub>	-10,08
C-(C) <sub>2</sub> (H) <sub>2</sub>	- 4,95
C-(CO)(C)(H) <sub>2</sub>	- 5,2
CO-(C)(O)	-35,1
O-(CO)(H)	-58,1
C-(C <sub>d</sub> )(C)(H) <sub>2</sub>	- 4,76
C <sub>d</sub> -(C)(H)	8,59

\* C<sub>d</sub> geeft een koolstofatoom weer, dat middels een dubbele binding met een ander koolstofatoom is verbonden.

Tabel 1.9 : De groepsbijdragen  $a_i$ ,  $b_i$ ,  $c_i$  en  $d_i$  ter bepaling van de soortelijke warmte,  $C_p^{id}(T)$ , volgens de methode Rihani en Doraiswamy.

Groep $i$	$a_i$	$b_i$	$c_i$	$d_i$
-CH <sub>3</sub>	0,6087	2,1433E-2	-0,0852E-4	0,001135E-6
-CH <sub>2</sub> -	0,3945	2,1363E-2	-0,1197E-4	0,002596E-6
-CH=CH-	-3,1210	3,8060E-2	-0,2359E-4	0,005504E-6
-COOH	1,4055	3,4632E-2	-0,2557E-4	0,006886E-6

Tabel 1.10 : De dampspanningen\* van een aantal vetzuren bij verschillende temperatuur.

Temp. (°C)	Palmitine-zuur	Stearine-zuur	Olie-zuur	Linol-zuur
100	6E-3	1,5E-3	1,5E-3	1,5E-3
200	6	2,3	2,3	2,3
250	50	23	23	23

\* Dampspanningen in mmHg

Hoofdstuk 2

SCHEIDING VAN VETZUREN DOOR MIDDEL VAN KRISTALLISATIE

## Inhoudsopgave hoofdstuk 2

	Inhoudsopgave	2-1
2.1	Algemene inleiding	2-2
2.2	Scheiding van vetzuren in een geschraapte warmte- wisselaar	2-3
	2.2.1 Inleiding	2-3
	2.2.2 Werking van het proces	2-3
	2.2.3 De geschraapte warmtewisselaarsunit	2-5
	2.2.4 De solventrecoverysectie	2-7
	2.2.5 Samenvatting en conclusies	2-8
2.3	Direct contact koelkristallisatie	2-10
	2.3.0 Inleiding	2-10
	2.3.1 Werking van het proces	2-12
	2.3.2 De kristallisatieapparatuur	2-14
	2.3.3 De koudemachine en het koudemiddel	2-15
	2.3.4 Conclusies en aanbevelingen	2-16
2.4	Vacuüm koelkristallisatie	2-17
	2.4.0 Inleiding	2-17
	2.4.1 Beschrijving van het proces	2-19
	2.4.2 Bespreking van de verschillende solvents en stofgegevens	2-21
	2.4.3 Massa- en energiebalans voor verschillende solvents	2-23
	2.4.4 De kristallisatieapparatuur	2-27
	2.4.5 Toepassing van stoomstraalpompen	2-31
	2.4.6 Conclusies en aanbevelingen	2-33
 Appendices		
ad 2.2	2.I Berekeningen aan de geschraapte warmtewisselaar	
	2.II Specificatiebladen van de apparaten	
	2.III De solventrecoverysectie	
ad 2.3	2.IV Massa- en energiebalansen	
	2.V Buismenger	
	2.VI Berekening koudemachine	
	2.VII Specificatiebladen van de warmtewisselaars	
	2.VIII Wanddikteberekening van de kristallisator	
ad 2.4	2.IX Sterkteberekening van de kristallisator	
	2.X Bepaling van de dampcondensor en de koelmachine	
	2.XI Overige dimensionering	
	2.XII Warmtewisselaar voorkoeling	

## 2.1 ALGEMENE INLEIDING STEARINEKRISTALLISATIE

Bij de produktie van vetzuren wordt een mengsel van oleïne en stearine gemaakt. Deze moeten voor verder gebruik gescheiden worden. Door het geringe kookpuntsverschil is destillatie niet mogelijk.

Daarom wordt gebruikt gemaakt van solventkristallisatie. Hierbij worden de vetzuren opgelost in een solvent en gekoeld tot ongeveer  $-10^{\circ}\text{C}$ . Hierbij kristalliseert de stearine uit, maar blijft de oleïne in oplossing.

De thans in gebruik zijnde kristallisator op de Emersol II bij Unichema is een geschraapte warmtewisselaar. Volgens dit principe is een ontwerp gemaakt en tevens zijn een tweetal alternatieve kristallisatiemethoden doorgerekend. Dit zijn de direct contact koelkristallisatie, waarbij gasvormig koudemiddel door het vetzuurmengsel wordt geleid. En vacuum koelkristallisatie, waarbij de benodigde afkoeling plaatsvindt door bij lage druk het solvent te verdampen.

## 2.2. SCHEIDING VAN VETZUREN IN EEN GESCHRAAPTE WARMTEWISSELAAR.

### 2.2.1: Inleiding.

Een van de methoden om met behulp van kristallisatie oleïne en stearine te scheiden, is de kristallisatie van stearine te laten plaatsvinden in een geschraapte warmtewisselaar. In deze paragraaf wordt het ontwerp van een vetzuur scheidingsunit uitgaande van een geschraapte warmtewisselaar besproken. Om goede kristallisatie te verkrijgen dienen de vetzuren opgelost te worden in een methanol/water oplossing, waarna in de geschraapte warmtewisselaar kristallisatie van de stearine plaatsvindt. Na voldoende groeitijd worden de stearine kristallen afgescheiden, van de nog opgeloste oleïne, in een filter, waarmee de scheiding bereikt is.

Na het filter komen de beide produktstromen in de Solventrecovery sectie, alwaar het oplosmiddel gescheiden wordt van de vetzuren. Het oplosmiddel wordt vervolgens weer teruggevoerd in het proces.

Achtereenvolgens worden besproken, het stroomschema, het ontwerp van de geschraapte warmtewisselaars en de solvent recovery sectie. De berekeningen betreffende deze onderwerpen zijn gegeven in de appendices 2-I, 2-II en 2-III.

### 2.2.2: Werking van het proces.

Een flowsheet van het proces is gegeven in figuur 2.2.1. Voor het ontwerp is uitgegaan van vetzuurstroom, welke gescheiden diende te worden, in 4350 kg/hr Oleïne (oliezuur, linolzuur) en 3150 kg/hr Stearine (palmitinezuur, stearinezuur). Deze vetzuurstroom ( $T=30^{\circ}\text{C}$ .) wordt in een buismenger (M101) gemengd met en opgelost in een methanol/water stroom ( $T=2.8^{\circ}\text{C}$ .). Deze methanol/water stroom bestaat voor 92 gewichtsprocenten uit methanol en verder uit water. Na de buismenger dient de massaverhouding methanol/water : vetzuur gelijk te zijn aan 1.2:1 . Vervolgens komt de oplossing in de geschraapte warmtewisselaarsunit alwaar het gekoeld wordt tot  $-10^{\circ}\text{C}$ , waardoor de stearine uitkristalliseert. De koeling gebeurt met koelmethanol welke de unit inkomt met een temperatuur van  $-20^{\circ}\text{C}$  en weer verlaat met een temperatuur van  $5.2^{\circ}\text{C}$ . Deze koelmethanol wordt in een koelmachine vervolgens weer gekoeld.





Na de geschraapte warmtewisselaarsunit (E102) worden de kristallen afgefiltreerd op een roterend vacuümtrummelfilter, waarna de stearine-kristallen gewassen worden met methanol/water. Deze methanol/water wasstroom is afkomstig uit het methanol/water buffervat (T101). Samen met de al eerder genoemde methanol/waterstroom, stroomt deze was-methanol door de warmtewisselaar E101, waarin zij gekoeld worden tot  $2.8^{\circ}\text{C}$ . Na E101 wordt de wasmethanol afgesplitst en in E105 gekoeld tot  $-5^{\circ}\text{C}$  door de koelmethanol stroom, die ook gebruikt wordt voor de koeling van de geschraapte warmtewisselaarsunit.

De stearine wordt na het wassen van de trommel geschraapt, het bevat dan nog een ongeveer gelijke massa aan wasmethanol. De stearine komt vervolgens in het smeltvat (E106) waar het opgewarmd wordt tot  $45^{\circ}\text{C}$ , een temperatuur waarbij alle stearine weer gesmolten is. Dit smeltvat wordt verwarmd met heet water, welk afkomstig is van gecondenseerde lage druk stoom. Na het smeltvat wordt in een voorverdamp(er) (E107) ongeveer 85% van het oplosmiddel verdampt. Tenslotte wordt in de stripperkolom S102 nog zoveel oplosmiddel afgedampt, dat aan de produktspecificatie voor de stearinestroom voldaan wordt.

De oleïne afkomstig van het filter gaat naar de voorverdamp(er) E108 waar ruim 90% van het oplosmiddel verdampt wordt. Vervolgens gaat de oleïne naar de stripper S101 alwaar zoveel oplosmiddel verdampt wordt, dat ook de resterende oleïnestroom voldoet aan de gestelde specificatie.

De dampstromen uit de beide voorverdamper(s) en uit de strippers worden samengevoegd en vervolgens gecondenseerd (E109), waarna de methanol/water stroom gaat naar het methanol/water buffervat.

Zowel de beide voorverdamper(s) als de stripperkolommen worden verwarmd met condenserend lage druk stoom. (3.6-3.7 bara en  $T_{\pm}140^{\circ}\text{C}$ .)

### 2.2.3: De geschraapte warmtewisselaarsunit.

Voor een goede kristallisatie is het gebruikte oplosmiddel en de verhouding oplosmiddel: vetzuur van belang. Mede gezien het feit dat voor de Emersol-2- unit bij Unichema gebruik gemaakt wordt van een methanol(92w%)/water(8w%) oplosmiddel en een verhouding vetzuur : methanol/water van 1 : 1.2, is voor dit ontwerp uitgegaan van dezelfde gegevens.

In de geschraapte warmtewisselaarsunit worden de in het oplosmiddel opgeloste vetzuren gekoeld tot  $-10^{\circ}\text{C}$ , een temperatuur waarbij de stearine uitkristalliseert. Dit komt omdat de oplosbaarheid van stearine velen malen kleiner is dan die oleïne bij deze temperatuur. (zie hiervoor appendix 2-I.)

Voor de, in serie geplaatste warmtewisselaars, is uitgegaan van een centrale buis met daar omheen een mantel waardoor de koelmethanol kan stromen. De centrale buis is voorzien van een aangedreven as, met daarop twee schrapers. De schrapers worden door veren tegen de wand gedrukt, waardoor de op de buiswand ontstane kristallen losgeschraapt kunnen worden.

Een van de problemen bij dit ontwerp is de kans op dichtslippen van de verbindingsbuizen, waarmee de geschraapte warmtewisselaars onderling verbonden zijn. Om dit te voorkomen en te verhelpen is het natuurlijk mogelijk deze verbindingsbuizen "warm" te houden, zodat geen aankoeking aan de wand plaatsvindt. Aangezien dit energetisch erg onvoordelig is, is hiervoor naar een andere oplossing gezocht. Bekleden we de binnenkant van de verbindingsbuizen met een polaire laag dan zullen de grotendeels apolaire vetzuurmoleculen minder gemakkelijk op de wand gaan zitten. Maken we deze laag te polair dan werkt dit echter weer tegengesteld, daar dan de polaire kop van de vetzuurmoleculen wel graag aan de wand gaat zitten. Als bekledingsmiddel zouden gebruikt kunnen worden Teflon of een polaire epoxy-hars.

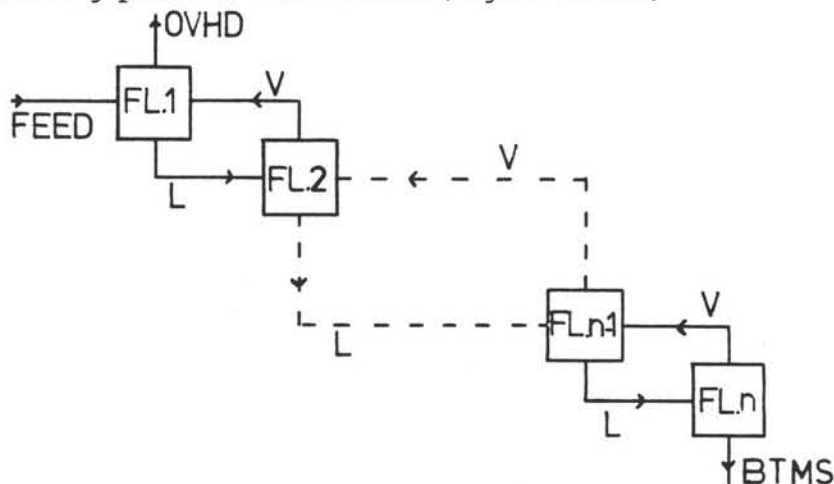
Zorgen we er verder nog voor dat de stroming in de verbindingsbuizen turbulent is, dan wordt de kans op dichtslippen sterk verminderd. Mocht dit echter toch het geval zijn dan is het mogelijk om te ontstoppen door te verwarmen, aangezien Teflon stabiel is en goed blijft zitten op de wand tot temperaturen boven de  $300^{\circ}\text{C}$ .

Voor de verdere uitwerking van het ontwerp van de geschraapte warmtewisselaarsunit en voor de gebruikte gegevens en formules zie appendix 2-I.

#### 2.2.4: De solventrecovery sectie.

Onder de Solventrecovery sectie wordt verstaan de voorverdampers E107 en E108 en de beide stripperkolommen S101 en S102. Aangezien uit de voorstudie voor deze G-opdracht bleek dat er geen evenwichtsgegevens van het systeem methanol/water-vetzuur bekend waren, was het noodzakelijk te werken met het computer simulatieprogramma Process. Hierin zijn verschillende kolom berekeningsprogramma's en evenwichtsmodellen aanwezig. Het doorrekenen van de stripperkolommen met behulp van Process gaf echter niet de gewenste, reële resultaten wat betreft massa- en energiebalansen. Aangezien het dus niet mogelijk was de stripperkolommen door te rekenen met een van de kolom-berekeningsprogramma's, is gekozen voor berekening met behulp van een aantal in serie geplaatste flash-vaten. (Figuur 2.2.2.)

*Werkelijk berekend?*



Figuur 2.2.2. Het gebruikte berekeningsmodel voor de berekening van de stripperkolommen S101 en S102.

Dit aantal flash-vaten is gevariëerd van 1 tot 8 en telkens bleken de produkt stromen niet significant af te wijken van die bij 1 flash. De samenstelling van deze produktstromen bleek volledig bepaald te worden door de temperatuur en de druk in de bodem van de kolom. Na overleg met een deskundige bleek dit gezien de gebruikte stoffen reëel te zijn, waarna werd besloten om voor de berekening van de Solventrecovery sectie gebruik te maken van flash berekeningen voor zowel de voorverdampers als voor de stripperkolommen.

De evenwichtsgegevens, welke bepaald zijn met de Unifac-methode, bleken toen echter niet die resultaten te geven, die in de Emersol unit bij Unichema wel gehaald worden. Om toch nog te kunnen bepalen hoeveel energie in de voorverdamper en in stripperkolommen gestopt dient te worden, zijn de met Process behaalde resultaten zodanig gecorrigeerd, dat wel aan de in de praktijk behaalde waarden voldaan kon worden.

Dit alles heeft zoveel tijd gekost, dat niet is toegekomen aan de bepaling van schotelrendementen in de stripperkolom en de dimensionering van de in Solventrecovery sectie gebruikte apparaten. Wel is duidelijk geworden dat de stripperkolom niet meer is dan een theoretische evenwichtstrap. Het is echter zeer goed mogelijk dat de instelling van het evenwicht zo slecht is dat de zeven of acht schotels die bij Unichema in de strippers zitten nodig zijn, om de evenwichtswaarden te bereiken.

Aangezien de bodemtemperatuur maximaal  $120^{\circ}\text{C}$  mag zijn om de verestering zo veel mogelijk te beperken, is het misschien aan te bevelen om de beide stripperkolommen onder vacuüm te gaan bedienen. Hierdoor kan de bodemtemperatuur van de stripperkolommen aanzienlijk worden verlaagd.

#### 2.2.5: Samenvatting en conclusies.

Voor de scheiding van vetzuur in een oleïne- en een stearinefase wordt gebruik gemaakt van kristallisatie van stearine uit een oplossing van het vetzuur in methanol/water. Deze kristallisatie vindt plaats in een geschraapte warmtewisselaarsunit, welke gekoeld wordt met methanol. De warmtewisselaarsunit bestaat uit 31 in serie geplaatste geschraapte warmtewisselaars met een lengte van 9.0 m per stuk.

Een van de problemen hierbij, het dichtslippen van de verbindingsbuizen kan worden voorkomen door het bekleden van de buizen met Teflon of een polair epoxy-hars.

Nadat de oleïne en de stearine met behulp van een filter gescheiden zijn komen de beide producten in de Solventrecovery sectie. Deze sectie is doorgerekend met behulp van Process en aan de hand van die resultaten zijn de uiteindelijke stromen berekend voor de recovery sectie.

Uit de berekeningen bleek dat de stripperkolommen nauwelijks een strippende werking hebben, rekenkundig wordt zelfs maar een theoretische evenwichtsschotel gevonden.

Het lijkt, mede gezien het energieverbruik, nuttig om aan deze recovery sectie nog nader onderzoek te verrichten. Hierbij wordt vooral gedacht aan het constant houden van de scheiding bij een lagere bodem temperatuur. Dit kan bereikt worden door drukverlaging in de kolom. Tevens lijkt het onderzoek naar schotelrendementen interessant in verband met het aantal schotels in de strippers.

Helaas was er geen tijd meer beschikbaar om de hierboven gegeven aanbevelingen nader te bekijken.

Tot slot van deze samenvatting volgt hier nog een kort overzicht van het energieverbruik in de ontworpen unit.

Verbruik compressor (koelmachine) (uitgaande van 85%rendement)	118 kW
verbruik voor de aandrijving schrapers	15 kW
verbruik lage druk stoom ; 7090 kg/hr	4330 kW
verbruik heet water in het smeltvat	<u>385 kW</u>
Totaal verbruik	4848 kW

Deze warmte wordt afgevoerd via:

De condensor van de koelmachine	468 kW
De topcondensor	3957 kW
Vermeerdering warmteinhoud van de vetzuren	<u>410 kW</u>
Totaal	4835 kW

## 2.3 DIRECT CONTACT KOELKRISTALLISATIE

### 2.3.0 INLEIDING

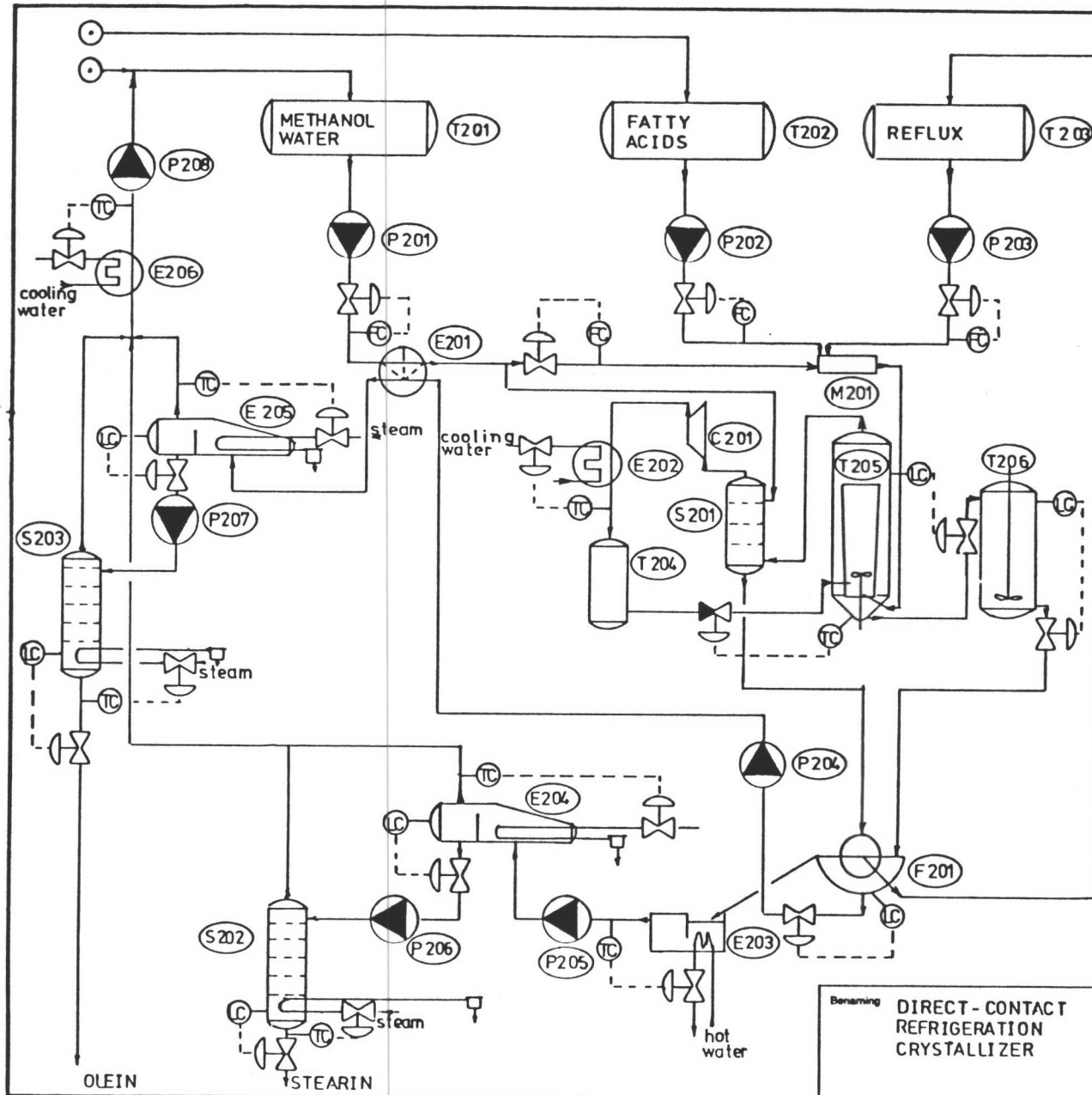
Een tweede methode om stearine van oleïne te scheiden berust eveneens op kristallisatie.

Om het vetzuurmengsel te koelen, waardoor de stearine uitkristalliseerd, worden de vetzuren in een kristallisatievat in direct contact gebracht met expanderend gasvormig propaan. Voor een betere kristallisatie wordt methanol gebruikt als solvent. Na voldoende groeitijd worden de stearinekristallen afgescheiden in een filter, waarmee de scheiding bereikt is.

Een hierop lijkend proces is door Klaus Zondek in een patent [60] eerder aangegeven, maar in het hierna aangegeven proces zijn essentiële wijzigingen aangebracht.

#### Appendices

- Appendix 2.IV Massa en energiebalansen.
- Appendix 2.V Buismenger.
- Appendix 2.VI Berekening koudemachine.
- Appendix 2.VII Specificatiebladen warmtewisselaars.
- Appendix 2.VIII Wanddikte berekening van de kristallisator.



Figuur 2.3.1 Flowsheet van het direct contact koelproces.

E206	CONDENSOR
E205	EVAPORATOR
E204	EVAPORATOR
E203	MELTING VESSEL
E202	CONDENSOR
E201	HEAT EXCHANGER
P208	PUMP condensate
P207	PUMPolein
P206	PUMPstearin
P205	PUMPstearin
P204	PUMP filtrate
P203	PUMP reflux
P202	PUMP fatty acids
P201	PUMP methanol
S203	STRIPPER olein
S202	STRIPPER stearin
S201	STRIPPER propane
F201	FILTER
C201	COMPRESSOR
M201	MIXER
T206	STIRRED VESSEL
T205	CRYSTALLIZER
T204	TANK propane
T203	TANK reflux
T202	TANK fatty acids
T201	TANK MeOH/ H2O

PROCESSCONTROL

C	CONTROL
F	FLOW
L	LEVEL
T	TEMPERATURE

Benaming DIRECT - CONTACT REFRIGERATION CRYSTALLIZER

Technische Hogeschool Delft  
Werktuigbouwkunde  
Lab Apparatenbouw Proc. Ind.

Get.	dd
Ge.	nr



### 2.3.1. WERKING VAN HET PROCES

Een flowsheet van het proces is gegeven in fig. 2.3.1.

De in de installatie binnenkomende vetzuren worden in een buismenger gemengd met methanol-water en een refluxstroom van het filter. Het methanol-water mengsel wordt eerst in een warmtewisselaar voorgekoeld met de filtraatstroom tot  $3^{\circ}\text{C}$ . Na de buismenger heeft de voeding een temperatuur van  $13^{\circ}\text{C}$ .

Dit wordt in de kristallisator gevoerd en wordt daar verder gekoeld met propaan tot  $-10^{\circ}\text{C}$ . Vanwege het geringe dichtheidsverschil tussen de stearine kristallen en de vloeistof is het niet mogelijk geklassificeerde aftap toe te passen. Om niet al te grote spreiding in de kristalgrootteverdeling te krijgen is achter de kristallisator een groeivat geschakeld. Na dit groeivat worden de kristallen afgefiltreerd, gewassen met methanol, gesmolten en in een stripperkolom ontdaan van de methanol en het water.

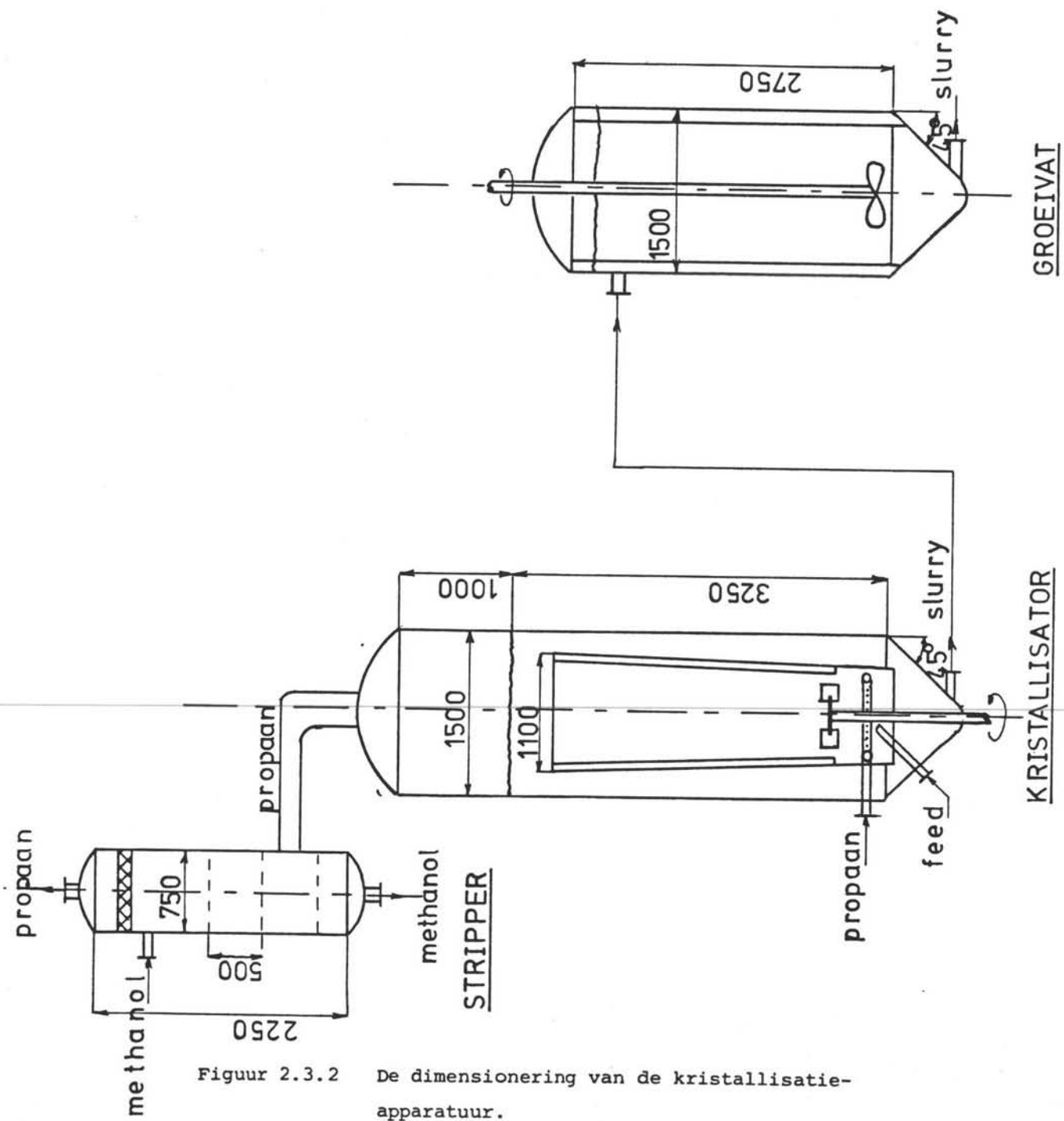
Het filtraat, bestaande uit oleïne, methanol en water wordt ook in een stripperkolom gescheiden in methanol-water en oleïne. De dampstromen uit de stripperkolommen worden gecondenseerd en weer teruggevoerd in het proces.

De wasmethanol uit het filter wordt apart opgevangen en teruggevoerd in de buismenger.

Als koelmiddel wordt propaan gebruikt. De voordelen hiervan zijn:

- Reageert niet met de voeding.
- Verdampt in het goede temperatuurgebied.
- Is goedkoop.
- Is niet giftig.

De vloeibare propaan expandeert in de kristallisator tot 2,5 bara. De temperatuur is dan  $-20^{\circ}\text{C}$ . Bovenin het vat wordt de propaan afgezogen en gewassen in een schotelkolom met methanol om eventueel meegesleurd vetzuur te verwijderen. De methanol wordt hierdoor gekoeld tot  $-5^{\circ}\text{C}$  en wordt gebruikt in het filter als wasmethanol. De propaan die bovengit de schotelkolom wordt gekomprimeerd tot 8,5 bara en gekondenseerd met behulp van welwater. De propaan wordt hierna weer ingebracht in de kristallisator, waar deze expandeert.



Figuur 2.3.2 De dimensionering van de kristallisatie-apparatuur.

### 2.3.2. DE KRISTALLISATIEAPPARATUUR

Aangezien stearinekristallen kleverig zijn, is het gevaar van aan-  
korsting redelijk groot. Het is daarom zaak geen dode hoeken en  
redelijke stroomsnelheden in de hele kristallisator te hebben.

Verder mogen de wanden niet te koud worden, omdat daar anders  
kristallen op gaan groeien.

Het dichtheidsverschil tussen stearinekristallen en de moedervloeis-  
stof is te gering om geklassificeerde aftap toe te passen, omdat  
dan de vloeistofsnelheden te laag worden.

Deze aspecten in beschouwing nemend, vallen de meeste typen kris-  
tallisatoren af. Een type dat wel voldoet is een draft-tube kris-  
tallisator, waarbij het koudemiddel in de draft-tube wordt ingelaten.  
Om goede dispersie van de propaanbellen in de vloeistof te krijgen  
is een roerder noodzakelijk. Deze dient verder om de vloeistofsnel-  
heid op een juiste waarde te brengen. Omdat de vloeistof al wordt  
rondgepompt door de propaan, dat als bellenspomp werkt is de mengende  
werking het belangrijkste, zodat een turbineroerder met scheefstaande  
bladen het best voldoet.

Er is geen geklassificeerde aftap. Daardoor is er een grote  
spreiding in de kristalgrootteverdeling. Om aan dit bezwaar tegemoet  
te komen wordt er een extra groeivat gebruikt. In dit vat zit een  
roerder om de vloeistof in beweging te houden. Hiervoor wordt een  
propellerroerder gebruikt. Er zijn baffles aangebracht om een axiale  
stroming te bewerkstelligen.

De groeisnelheid van de kristallen is  $10^{-7}$  m/s. De gewenste  
kristalgrootte is  $150 \cdot 10^{-6}$  m in verband met het affilteren. De  
verblijftijd is 1500 s. De voedingstroom is 5 kg/s. De inhoud van  
de beide vaten samen moet dus  $9 \text{ m}^3$  zijn. Om de spreiding op te vangen  
worden beide vaten  $5,5 \text{ m}^3$  gemaakt. In de kristallisator zit boven-  
dien nog propaangas, te weten  $+ 1 \text{ m}^3$ . Dit vat wordt daarom  $6,5 \text{ m}^3$ .

Met de propaan die uit de kristallisator komt, kunnen vetzuren  
meegesleept worden. Dit kan niet in een mesh separator afgescheiden  
worden vanwege de vervuilende eigenschappen van de koude stearine.  
Daarom wordt de propaan in een stripperkolom gewassen met methanol.  
De methanol wordt daardoor gekoeld en wordt gebruikt als wasmethanol  
in het filter.

De vorm en afmetingen van de apparatuur is weergegeven in figuur 2.3.2  
op grond van de bovenstaande eisen.

Om meegesleurde vloeistofdeeltjes uit de propaan te halen wordt er een waskolom toegepast. Hierin wordt de propaan in tegenstroom gewassen met methanol. De methanol koelt hierdoor af en wordt gebruikt als wasmethanol in het filter.

In de kolom zijn schotels aangebracht om de warmte en stofoverdracht te verbeteren. Het exacte aantal schotels kon niet worden met Process. Het zullen er echter niet veel zijn (waarschijnlijk ongeveer 3 schotels) waarbij de warmteoverdracht bepalend is.

### 2.3.3. DE KOUEMACHINE EN HET KOUEMIDDEL

Voor de koudeopwekking wordt gebruikt van propaan als koudemiddel. Om op de verdampingstemperatuur van  $-20^{\circ}\text{C}$  te werken expandeert het propaan tot 2,5 bara. Als koelmedium voor de condensor wordt welwater gebruikt van  $14^{\circ}\text{C}$ .

De condensatietemperatuur van het propaan ligt op  $20^{\circ}\text{C}$  bij 8,5 bara. Als compressor wordt een een-traps verdringercompressor gebruikt. De berekening van de koudemachine is gegeven in appendix 2.3.I.

Propaan is het koudemiddel dat het beste voldoet (reageert niet, is goedkoop, niet giftig).

De nadelen zijn, dat het bij atmosferische druk bij  $-45^{\circ}\text{C}$  verdampt. Om propaan in het goede temperatuurgebied te laten verdampen ( $-20^{\circ}\text{C}$ ) is het nodig onder een druk van 2,5 bara te werken. Dit levert ten opzichte van het werken onder atmosferische druk een dusdanige energiebesparing op dat de extra investeringen zeker gerechtvaardigd zijn. Het tweede nadeel is, dat propaan brandbaar is. Dit vereist extra voorzorgen.

#### 2.3.4 CONCLUSIES EN AANBEVELINGEN

Dit proces kan een goed alternatief zijn voor kristallisatie met een geschraapte warmtewisselaar.

Het direct contact koelproces verbruikt minder energie, omdat door de goede warmteoverdracht het temperatuur verschil minder groot hoeft te zijn. Verdere voordelen zijn minder bewegende delen en waarschijnlijk minder aanporsting op de wanden.

Er moet echter nog wel veel experimenteel onderzoek aan verricht worden. In het bijzonder naar de kristalgrootteverdeling en de aanporsting op de wanden.

Onderzoek kan ook nog worden verricht naar de mogelijkheid om de wanden te bekleden met een kunststof zoals teflon, om de kristalgroei op de wanden te verminderen.

*Amu loes met de tijd opweiden*

## 2.4 KRISTALLISATIE DOOR VERDAMPEN VAN OPLOSMIDDEL.

### 2.4.0 Inleiding.

In dit hoofdstuk zal de koelkristallisatie, door het verdampen van het oplosmiddel nader worden uitgewerkt.

Door middel van stoftransport, het afvoeren van damp, wordt koel- en kristallisatiewarmte onttrokken. De verzadigingsdampspanning van de gebruikelijke oplosmiddelen ligt, bij de kristallisatie temperatuur, beduidend lager dan 1 bar. De kristallisatie geschiedt dus in vacuüm.

Voor het afpompen van de damp zijn in principe drie methoden beschikbaar n.l.:

- a) mechanische vacuümpomp, eventueel in meerdere trappen, met een water gekoelde condensor er achter.
- b) stoomstraal vacuümpomp, kan ook in meerdere trappen, met een condensor.
- c) een door een koelmachine gekoelde condensor, met een mechanische vacuümpomp voor lucht en andere niet condenseerbare gassen.

Mogelijkheid a) is onderzocht maar is technisch erg moeilijk realiseerbaar. Het gaat hier om het afzuigen van zeer ijle dampen waardoor centrifugaal compressoren niet toepasbaar zijn. Het gebruik van zuigercompressoren is ook niet mogelijk omdat de benodigde capaciteit ligt in de orde van enkele kubieke meter damp per seconde.

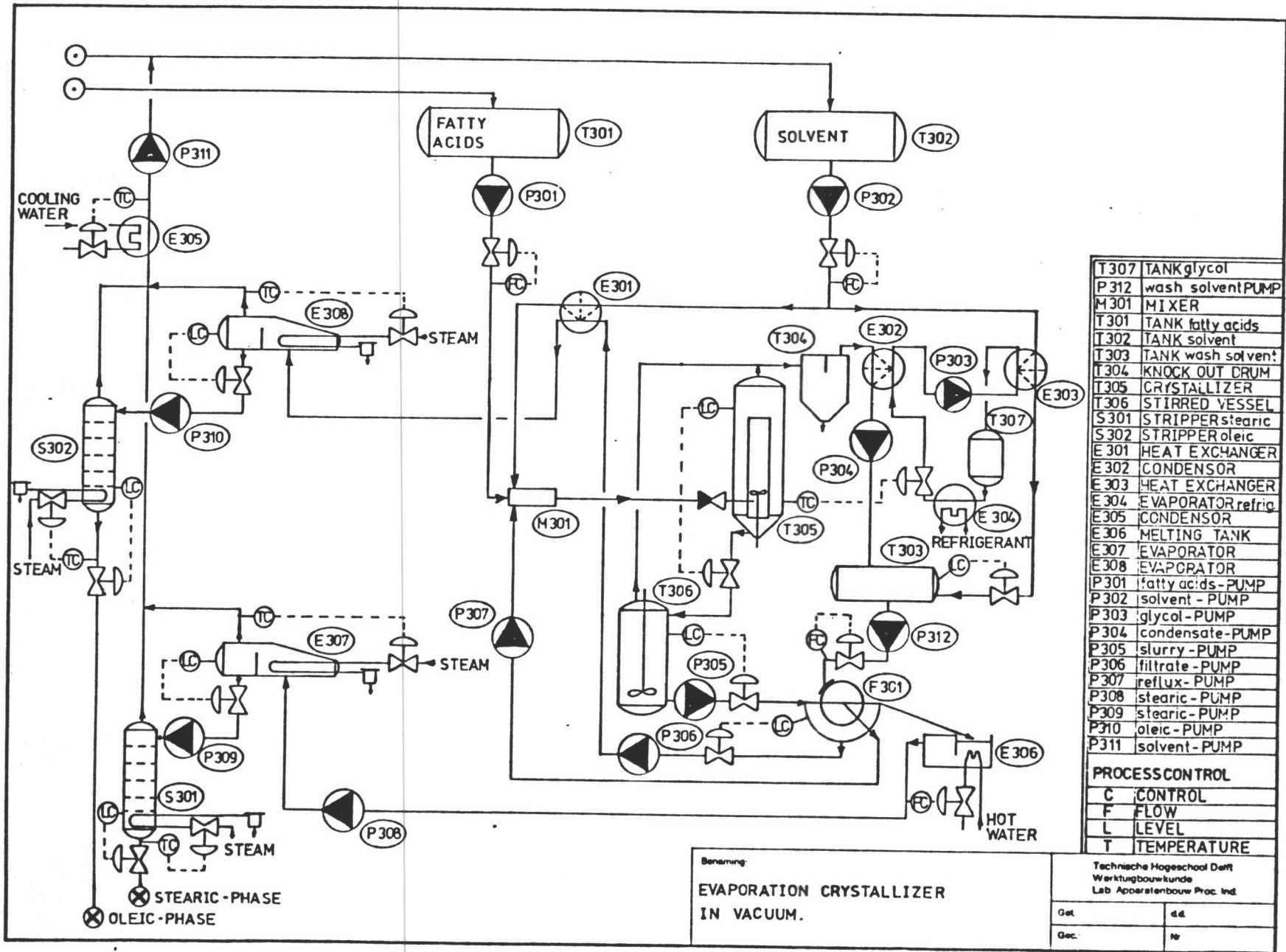
In paragraaf 2.4.5 is de mogelijke toepassing van stoomstraal vacuümpompen beschreven, maar het heeft duidelijk beperkingen. Het condensor/koelmachine systeem is het best toepasbaar.

Voordelen van vacuümkoel kristallisatie zijn t.o.v. uitwendige koeling:

- homogene temperatuursdaling van de vloeistof, hetgeen resulteert in een beter filtreerbare kristalverdeling met een lager joodgetal.
- een lagere solvent verhouding is mogelijk.

Een belangrijk nadeel is de slechte beheersbaarheid van aankorsting in de kristallisator.

Figuur 1: proces diagram verdampingskristallisatie.  
2-18



T 307	TANK glycol
P 312	wash solvent PUMP
M 301	MIXER
T 301	TANK fatty acids
T 302	TANK solvent
T 303	TANK wash solvent
T 304	KNOCK OUT DRUM
T 305	CRYSTALLIZER
T 306	STIRRED VESSEL
S 301	STRIPPER stearic
S 302	STRIPPER oleic
E 301	HEAT EXCHANGER
E 302	CONDENSOR
E 303	HEAT EXCHANGER
E 304	EVAPORATOR refrig.
E 305	CONDENSOR
E 306	MELTING TANK
E 307	EVAPORATOR
E 308	EVAPORATOR
P 301	fatty acids - PUMP
P 302	solvent - PUMP
P 303	glycol - PUMP
P 304	condensate - PUMP
P 305	slurry - PUMP
P 306	filtrate - PUMP
P 307	reflux - PUMP
P 308	stearic - PUMP
P 309	stearic - PUMP
P 310	oleic - PUMP
P 311	solvent - PUMP

Benaming:  
**EVAPORATION CRYSTALLIZER  
IN VACUUM.**

Technische Hogeschool Delft Werktuigbouwkunde Lab. Apparatenbouw Proc. Ind.	
Get.	d.d.
Gez.	Nr.

#### 2.4.1 Beschrijving van het proces.

Het flowsheet van figuur 1 komt in grote lijnen overeen met die uit de vorige hoofdstukken.

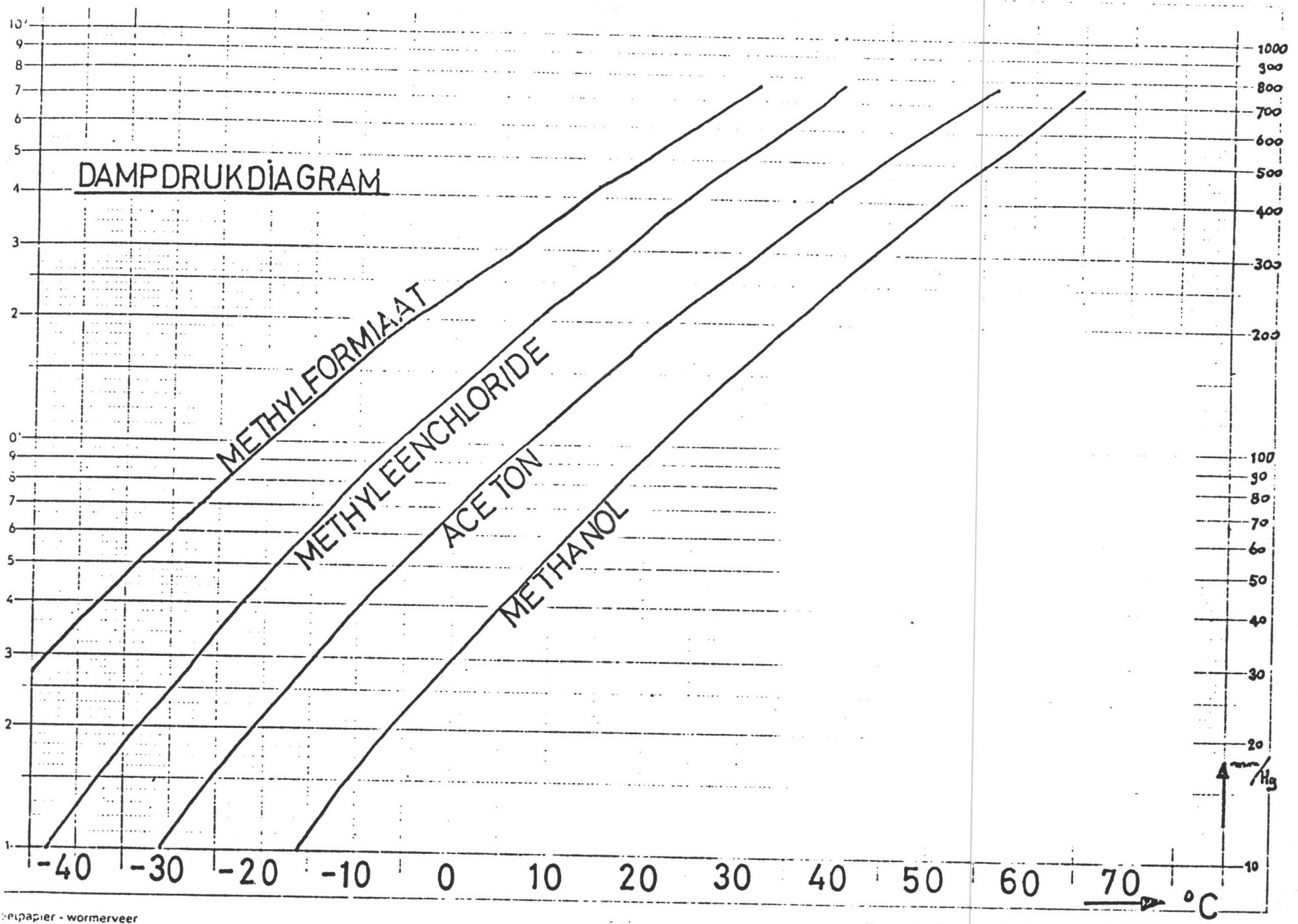
De vetzuren worden in de menger M 301 gemengd en opgelost in de solvent. Het is een buismenger zoals in appendix 2.V is beschreven. Via een smoorventiel komt het mengsel de kristallisator T 305 binnen. De gemiddelde verblijftijd is gesteld op 1500 sec. Hierbij is uitgegaan van een groeisnelheid van 0,1  $\mu\text{m}/\text{sec}$ . en een kristalgrootte van 150  $\mu\text{m}$ . Dit zijn waarden die voor de geschraapte warmtewisselaar gelden, het is dus aannemelijk dat voor deze kristallisatie de groeisnelheid hoger ligt.

Om spreiding in proces condities op te vangen is er een geroerd vat T 306 na de kristallisator geplaatst. Hiermee kan de verblijftijd verlengd worden indien de kristallen te klein zijn voor goede filtratie.

Beide apparaten worden gekoeld door het verdampen van oplosmiddel. De damp gaat via een 'knock-out drum' T 304, welke vloeistof deeltjes afscheidt, naar de condensor E 302. Het condensaat wordt naar atmosferische druk verpompt P 304, en wordt gebruikt als wasvloeistof voor het filter.

De condensor wordt gekoeld met een 70 w% glycol/water mengsel. Met deze glycol wordt ook het aanvullende deel van de solvent gekoeld die nodig is als wasvloeistof voor het filter. Een koelmachine zorgt voor de koeling van de glycol E 304. Pomp P 305 verpompt de kristalbrei naar atmosferische druk. Hierna volgen de produkt stromen een zelfde weg zoals in de vorige hoofdstukken is beschreven.





Wetpapier - wormerveer

16.11

X-ax verdeeld in mm. Y-ax log verdeeld 1:10. Eenheid 83.33 mm.

#### 2.4.2 Bespreking van de verschillende solvents en stofgegevens.

Methanol en aceton zijn goede oplosmiddelen voor de oleïne/stearine scheiding m.b.v. een geschraapte warmtewisselaar. Minder goed toepasbaar zijn ze bij de vacuümkoelkristallisatie omdat ze een erg lage dampspanning hebben bij de kristallisatie temperatuur van  $-10^{\circ}\text{C}$ .

Daarom zijn op laboratoriumschaal proeven gedaan met vluchtiger oplosmiddelen, n.l. methylformiaat en methyleenchloride. Deze bieden het voordeel dat ze bij een minder diep vacuüm verdampen waardoor de volumestroom van de damp veel kleiner is. Hierdoor kan het energetisch gunstige vacuüm systeem van een compressor en een watergekoelde condensor worden toegepast.

Uit de proefresultaten is gebleken dat methyleenchloride niet voldoet als oplosmiddel, het geeft een slechte scheiding. Daarom zal alleen de mogelijke toepassing van methanol, aceton en methylformiaat worden onderzocht. Hierbij wordt vnl. naar het energie verbruik gekeken.

Bij alle drie wordt uitgegaan van 100% oplosmiddel. Dus de methanol bevat geen 10% water zoals gebruikelijk is om de polariteit te verhogen. Dit is noodzakelijk omdat in de kristallisator het water als eerste zal verdampen, i.p.v. de methanol. Oorzaak is de hoge activiteits coëfficiënt van het vetzuur op het water. Daarom wordt uitgegaan van een hogere solvent ratio n.l. 1:1,5 i.p.v. 1:1,2.

Methylformiaat biedt het voordeel dat reeds bij  $0^{\circ}\text{C}$  een goede kristallisatie van de stearine plaats vindt. Nadeel is wel de vrij hoge solvent ratio van 1:2,0.

De goede scheiding gaat alleen op met beenvetzuur als voeding. Met palmvetzuur wordt niet aan de product specificatie, stearine met een joodgetal kleiner dan 20, voldaan. Misschien is hier wel aan te voldoen als langer gekoeld wordt, dit dient onderzocht te worden. Stofgegevens in tabel 1 blz. 2-28.

Voor alle drie de solvents dienen dezelfde veiligheidsmaatregelen genomen te worden i.v.m. brand- en explosiegevaar.

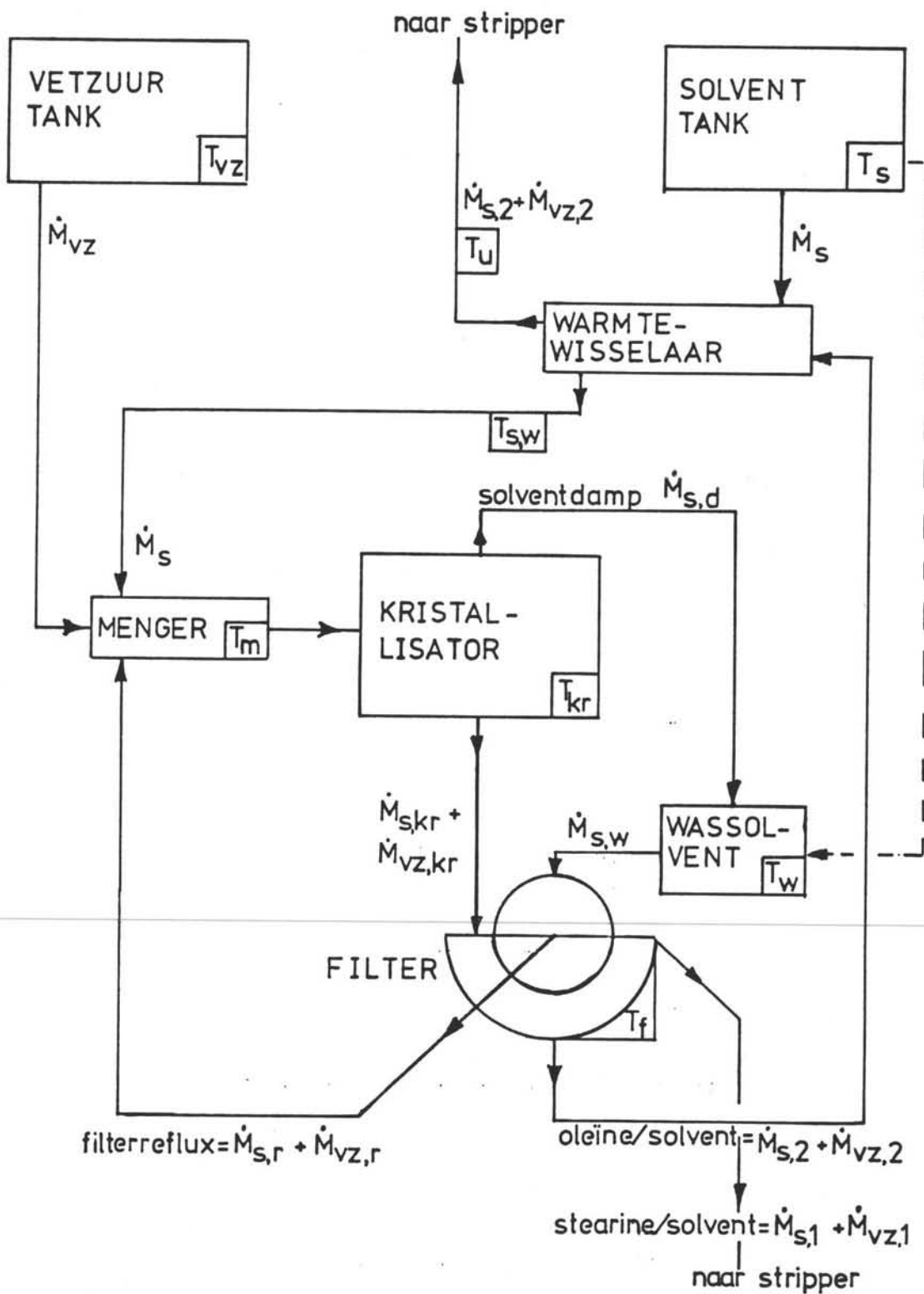


Fig. 2: Schema voor massa- en energiebalans.

### 2.4.3 Massa- en energiebalans voor verschillende solvents.

In figuur 2 is een schema van het kristallisatie proces weergegeven. Hierin staan de belangrijkste massastromen en temperaturen. Voor de kwantitatieve bepaling van deze grootheden zal voor een aantal onderdelen de massa- en energiebalans worden opgesteld.

Aangenomen wordt dat de stromen uit een bepaald onderdeel ook de temperatuur van dat onderdeel hebben. De warmtewisselaar van de solvent koeling vormt hierop een uitzondering.

- Massabalans over de kristallisator van het solvent:

$$\dot{m}_s + \dot{m}_{s,r} = \dot{m}_{s,d} + \dot{m}_{s,kr} \quad (1)$$

= Massabalans over de kristallisator van het vetzuur:

$$\dot{m}_{vz,kr} = \dot{m}_{vz} + \dot{m}_{vz,r} \quad (2)$$

- Massabalans over het filter van het solvent:

$$\dot{m}_{s,kr} + \dot{m}_{s,w} = \dot{m}_{s,1} + \dot{m}_{s,2} + \dot{m}_{s,r} \quad (3)$$

- Energiebalans over de menger:

$$\begin{aligned} \dot{m}_{vz} c_{w,vz} (T_{vz} - T_m) + \dot{m}_s c_{w,s} (T_{s,w} - T_m) + \\ (\dot{m}_{s,r} c_{w,s} + \dot{m}_{vz,r} c_{w,vz}) (T_f - T_m) = 0 \end{aligned} \quad (4)$$

- Energiebalans over de warmtewisselaar:

$$\dot{m}_s c_{w,s} (T_s - T_{s,w}) = (\dot{m}_{s,2} c_{w,s} + \dot{m}_{vz,2} c_{w,vz}) (T_u - T_f) \quad (5)$$

- Energiebalans over de kristallisator:

$$\begin{aligned} (\dot{m}_{vz} + \dot{m}_{vz,r}) c_{w,vz} (T_m - T_{kr}) + (\dot{m}_s + \dot{m}_{s,r}) c_{w,s} (T_m - T_{kr}) + \\ \dot{m}_{vz,1} r_{kr} = \dot{m}_{s,d} r \end{aligned} \quad (6)$$

Waarin

$c_w$  = soortelijke warmte KJ/kg.K.

$r_{v,s}$  = verdampingswarmte van het solvent KJ/kg.

$r_{kr}$  = kristallisatie warmte van de stearine = 210 KJ/kg.

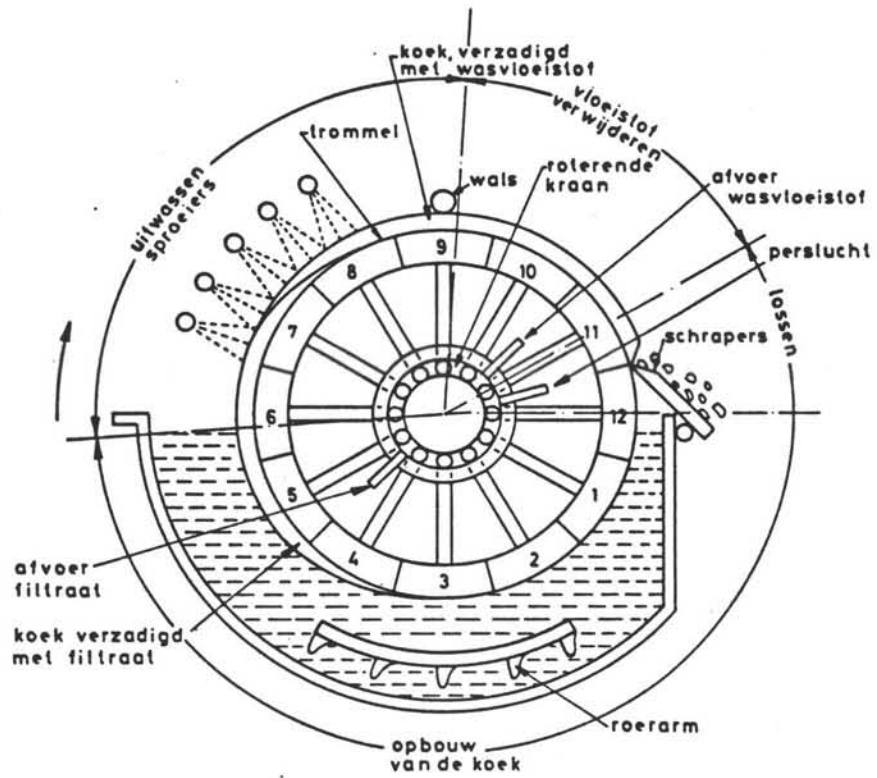


Fig. 3 . Roterend trommel filter

De solvent/vetzuur stroom uit de kristallisator is bepaald door de solvent ratio n.l.:

$$\frac{\dot{m}_{s,kr}}{\dot{m}_{vz,kr}} = SR$$

Hiermee is vergelijking (2) te schrijven als:

$$\dot{m}_{s,kr} = SR \cdot \dot{m}_{vz,kr} = SR(\dot{m}_{vz} + \dot{m}_{vz,r}) \quad (2')$$

De geometrie en de werking van het roterend vacuüm filter bepaald een groot deel van de massa stromen. Er wordt hierbij uitgegaan van het filter dat thans bij Unichema in gebruik is. Navraag bij enkele fabrikanten leverde geen nieuwe ontwikkelingen of verbeteringen op, voor de stearine/oleïne filtratie.

De filter reflux is de stroom wassolvent die van de trommel wordt afgezogen (zie figuur 3). Deze bestaat uit:

$$\dot{m}_{vz,r} = 600 \text{ kg/h vetzuur, vnl. oleïne}$$

$$\dot{m}_{s,r} = 1400 \text{ kg/h solvent}$$

De hoeveelheid solvent waarmee de filterkoek gewassen wordt is  $\dot{m}_{s,w} = 3500 \text{ kg/h}$ . De stearine die van het filter afkomt bestaat voor ca. 50% uit solvent. Bij een produktie van 3150 kg/h stearine ( $=\dot{m}_{vz,1}$ ) gaat ook 3150 kg/h solvent ( $=\dot{m}_{s,1}$ ) mee.

Deze waarden gelden voor methanol als solvent, voor methylformiaat zijn ze aangepast aan de hogere soortelijke dichtheid. Het zij hierbij ook nadrukkelijk vermeld dat het om globale waarden gaat. Het is waarschijnlijk dat t.g.v. een grovere kristalstructuur die bij deze kristallisatie kan worden verkregen, minder wasvloeistof nodig is en de stearine minder solvent bevat.

Over de temperaturen in het schema kan het volgende gezegd worden:

$$T_{vz} = \text{de opslag temperatuur van de vetzuren} = 30^\circ\text{C}$$

$$T_s = \text{de opslag temperatuur van het solvent. Deze solvent wordt vnl. aangevuld met condensaat van de stripper kolommen. De temperatuur moet het liefst zo hoog mo-}$$

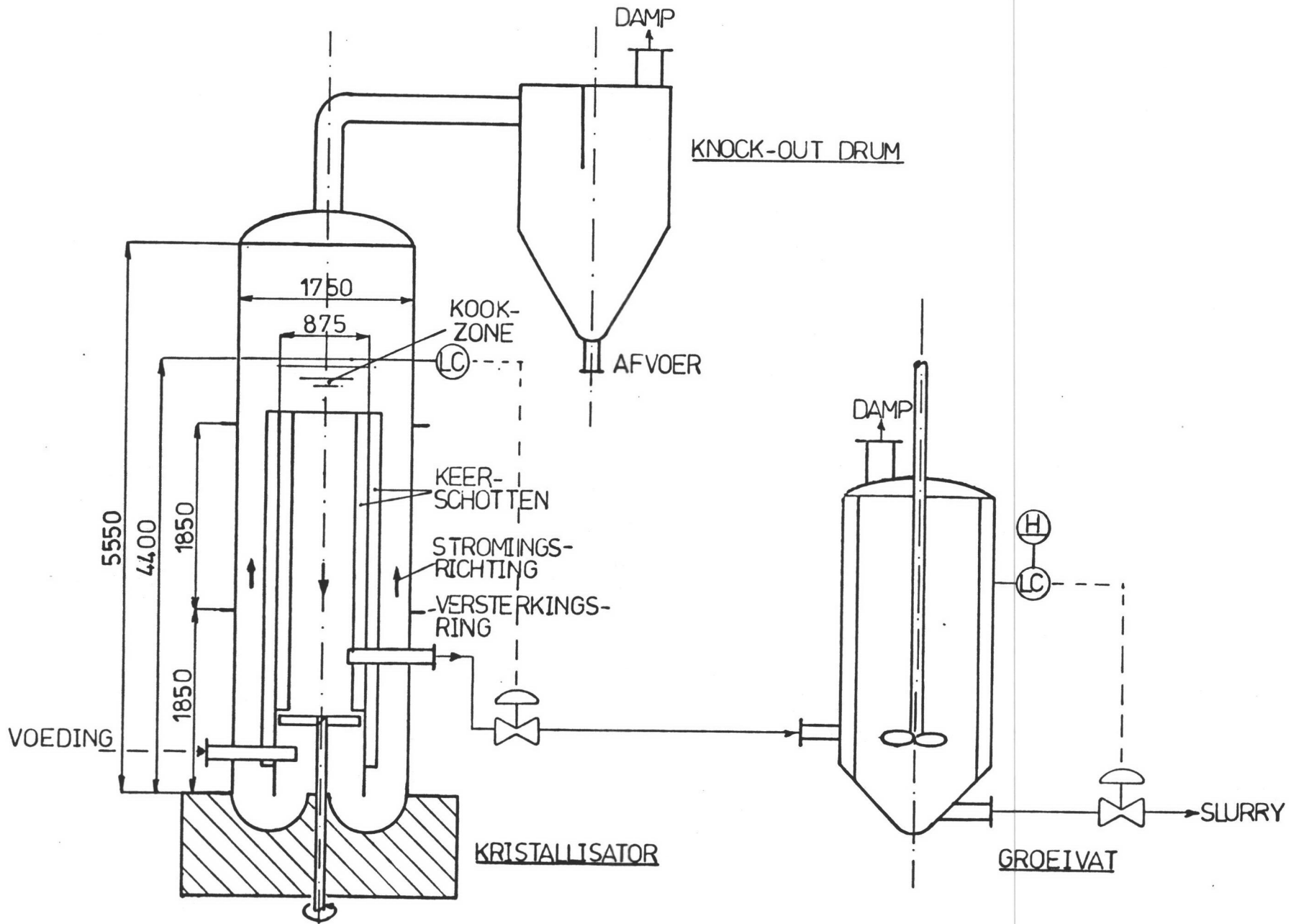


Fig. 4 : Kristallisor.

gelijk zijn omdat hiermee de oleïne/solvent stroom, die naar de stripper gaat, wordt opgewarmd. Voor een geïsoleerd leiding systeem is  $T_s \approx \bar{T}_{\text{condens}}$ .

$T_{kr}$  = voor methanol en aceton  $-10^\circ\text{C}$ ,  
voor methylformiaat  $0^\circ\text{C}$ .

$T_w$  = de wasvloeistof kan ca. 5 graden hoger in temperatuur zijn als  $T_{kr}$ , zonder dat de stearine weer oplost. Dus  $-5^\circ\text{C}$  voor methanol en aceton en  $5^\circ\text{C}$  voor methylformiaat.

$T_f$  = wordt gelijk genomen aan  $T_w$ .

Om de warmtewisselaar binnen redelijke afmetingen te houden wordt het minimale temperatuursverschil gelijk aan 8 graden genomen. Dit betekent als  $T_{s,w} - T_f = 8$  dat  $T_{s,w} = 3$  voor methanol en aceton en  $T_{s,w} = 13^\circ\text{C}$  voor methylformiaat.

De resterende massastromen en temperaturen zijn uit vgl. (1) t/m (6) te bepalen. De resultaten zijn weergegeven in tabel 2, hierbij is gebruik gemaakt van de stofgegevens uit tabel 1.

In de tabel is ook opgenomen hoe groot de volumestroom  $\nabla_d$  van de damp is voor de verschillende solvents, in  $\text{m}^3/\text{sec}$ . Deze is bepaald met de ideale gaswet.

#### 2.4.4 De kristallisatie apparatuur.

Om dezelfde redenen als beschreven in hoofdstuk 2.3.2 is hier gekozen voor een draft-tube kristallisator met een groei vat (zie figuur 4).

Een roerder met schuine bladen zorgt voor een stroming zoals in de figuur is weergegeven.

De voeding komt onder de roerder binnen en wordt direct opgemengd met koude vloeistof van boven uit het vat. Deze turbulente menging met de koude stroom veroorzaakt locale oververzadigingen waardoor kristalkiemen gevormd worden.

De voedings inlaat is op een zodanige afstand onder het vloeistofoppervlak geplaatst, zodat de hydrostatische druk dampvorming van de relatief warme voeding voorkomt. Dampvorming, op andere plaatsen dan de kookzone, dient vermeden te worden omdat dit een ongewenst hoge kiemvorming kan veroorzaken. De vorming van kiemen gaat namelijk ten koste van de kiem- c.q.



tabel 1: stofgegevens van vetzuren en solvents.

vetzuur

$\rho_{vz}$  = de soortelijk gewicht = 870 kg/m<sup>3</sup>  
 $c_{w,vz}$  = de soortelijke warmte = 2,18 kJ/kg.K  
 $r_{kr}$  = de kristallisatie warmte = 210 kJ/kg.

solvents

	M	$\rho$	$c_w$	$r_v$	kp °C
methanol	32	790	2,61	1190	65
aceton	58	790	2,22	510	56
methylformiaat	60	1250	2,0	470	32

$r_v$  = de verdampingswarmte in kJ/kg.

tabel 2: massastromen in kg/h.

	SR	$\dot{m}_{vz}$	$\dot{m}_{vz,r}$	$\dot{m}_{vz,kr}$	stear $\dot{m}_{vz,1}$	oleïn $\dot{m}_{vz,2}$	$\dot{m}_s$	$\dot{m}_{s,r}$	$\dot{m}_{s,kr}$	$\dot{m}_{s,d}$	$\dot{m}_{s,w}$	$\dot{m}_{s,1}$	$\dot{m}_{s,2}$
methanol	1,5	7500	600	8100	3150	4350	12225	1400	12150	1475	3500	3150	11100
aceton	1,0	7500	600	8100	3150	4350	9880	1400	8100	3180	3500	3150	7050
methylformiaat	2,0	7500	600	8100	3150	4350	18060	2200	16200	4050	5500	5000	14500

temperaturen °C, dampspanning atm., dampstroom m<sup>3</sup>/s.

	$T_{vz}$	$T_s$	$T_m$	$T_{kr}$	$T_f = T_w$	$T_{s,w}$	$T_u$	$P_{kr}$	$\dot{V}_d$
methanol	30	65	11,5	-10	-5	3	46	0,02	14,2
aceton	30	56	12,5	-10	-5	3	41	0,05	6,34
methylformiaat	30	32	17	0	5	13	23	0,32	1,35

$P_{kr}$  = de dampspanning van het solvent bij de kristallisatie temperatuur  $T_{kr}$ .

kristalgroei. Hierdoor kan een slecht te filtreren brei ontstaan.

Vooraf bij deze vorm van kristallisatie moet dit vermeden worden omdat, vanwege het geringe dichtheid verschil tussen de vaste en vloeibare fase, er geen kiemvernietiging toegepast kan worden.

Uitgaande van een gemiddelde verblijftijd van 1500 sec. wordt het kristallisator volume bepaald door

$$V_{kr} = \frac{\dot{m}}{\rho_m} t_v \quad (1)$$

waarin

$\dot{m}$  = de ingaande vloeistofstroom in stationaire toestand =

$$\dot{m}_{vz} + \dot{m}_s + \dot{m}_{vz,r} + \dot{m}_{s,r}$$

$\rho_m$  = de soortelijke dichtheid van het mengsel in kg/m<sup>3</sup>.

Dit geeft voor de drie solvents de volgende volumina:

tabel 3: vloeistof volumina in kristallisator.m<sup>3</sup>.

	$\rho_m$	$\dot{m}$	$V_{kr}$
methanol	820	6,04	11,04
aceton	825	5,38	9,78
methylformiaat	1125	7,88	10,51

Voor de verschillende solvents heeft het kristallisatorvat vrijwel dezelfde afmetingen.

De damruimte is ruim gedimensioneerd zodat meegesleurde vloeistofdruppels weer terug vallen. In de maten gegeven voor een kristallisator met ruim 10,5 m<sup>3</sup> vloeistof.

In het vat zijn keerschotten aangebracht om de axiale stroming te bevorderen.

Uit energetisch oogpunt verdient het de voorkeur het vat te isoleren. Het gevaar van stearine afzetting op de wand is dan erg groot. Experimenteel dient onderzocht te worden bij welke wandtemperatuur en stroomsnelheid dit niet gebeurt, zodat de dikte van het isolatie materiaal bepaald kan worden.

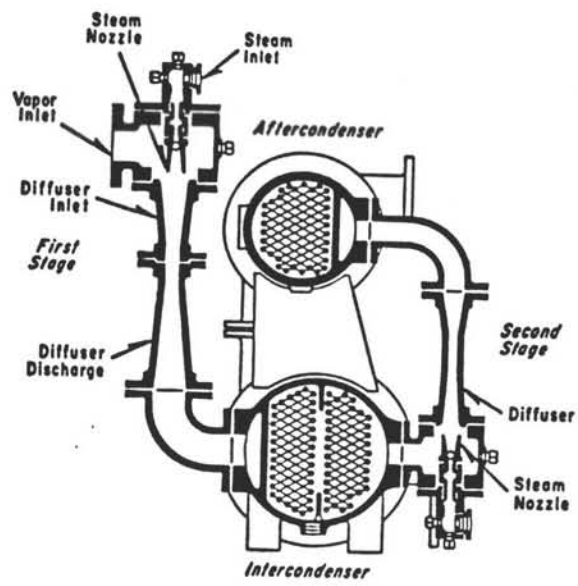


Fig. 5: Stoomejecteur met tussenkoeler.

Het aanbrengen van een teflon of een polaire epoxyhars coating kan de aankorsting mogelijkterwijs verminderen. Beide coatings zijn met stoom te reinigen indien nodig.

Het vloeistofpeil in de kristallisator wordt op een constant niveau gehouden d.m.v. een regelkraan op de uitgaande stroom. De gemiddelde verblijftijd is hiermee ook constant. Het vloeistof niveau in het groeivat is variabel waardoor de kristalafmeting vergroot kan worden. In dit groeivat is de kiemvorming minimaal omdat er geen warme vloeistof binnen komt. De temperatuur in de kristallisator wordt geregeld door verandering van de condensor temperatuur. Eén graad temperatuursdaling is voldoende om genoeg damp te onttrekken. (zie appendix 2.X.) De condensor temperatuur wordt geregeld door het meer of minder verp<sup>o</sup>mpen van de glycol.

De condensor kan gewoon een horizontaal geplaatste shell and tube warmtewisselaar zijn, met een condenspot.

Op de koudste plaats, daar waar het koelmiddel binnen komt, dient een vacuümcompressor (lek)lucht en andere niet condenseerbare gassen af te zuigen.

De 'knock out drum' is een eenvoudige tank met een schot voor de dampinlaat. Ten gevolge van de plotselinge verandering in stroomrichting zullen de zwaardere vloeistofdeeltjes tegen het schot vliegen. Een verwarmings element kan periodiek de aankorsting afsmelten.

#### 2.4.5 Toepassing van stoomstraalpompen.

Het gebruik van een stoomstraalpomp of ejecteur is een mogelijk alternatief voor het op vacuüm houden van de kristallisator. De damp wordt door impuls uitwisseling met expanderende stoom afgezogen.

Alleen aceton als solvent is bekeken omdat

- methylformiaat met stoom kan hydroliseren tot mierenzuur.

Dit zou ernstige corrosie problemen geven.

- methanol heeft een erg grote volume stroom, hier zouden erg grote en dure ejecteurs nodig zijn.

Voor een aceton dampstroom van 3180 kg/h en een vacuüm van 0,05 bara is, volgens de firma Tass & co., een twee traps ejecteur nodig.

Specificaties van deze ejecteur bij gebruik van hoge druk stoom van 70,7 bar. en 280°C zijn:

- zonder tussenkoeler :

afmetingen 1° en 2° trap	{	doorlaat	250 mm
		lengte	2500 mm
stoomverbruik			6,7.10 <sup>3</sup> kg/h
kostprijs			f1 16000,-

- met tussenkoeler, waarbij gebruik gemaakt wordt van welwater van 14°C :

afmetingen 1° trap gelijk aan bovenstaande, de 2° trap kan kleiner zijn. (niet nader opgegeven)

stoomverbruik	3,1.10 <sup>3</sup> kg/h
koelwaterverbruik	6,9.10 <sup>3</sup> kg/h

afmetingen condensor	{	diameter	420 mm
		lengte	2800 mm

Het koelwater wordt hierbij opgewarmd tot 24°C.

kostprijs	f1 37000,-
-----------	------------

In het laatste geval is er een thermisch vermogen nodig van

$$P_{th} = \dot{m}_{st} r_v = \frac{3,1 \cdot 10^3}{3600} \cdot 1540 = 1326 \text{ kW.}$$

Hier komt dan nog de energie bij die nodig is voor de water/aceton scheiding. Indien thermische energie beschikbaar is voor het opwekken van stoom, dan kan deze methode in aanmerking komen.

Het voordeel van ejecteurs is dat ze erg betrouwbaar zijn.

#### 2.4.6 Conclusies en aanbevelingen.

Zoals uit tabel 2 blijkt is ook voor methylformiaat de volumestroom van de damp vrij groot (1,35 m<sup>3</sup>/sec.).

Aanvraag bij de firma Atlas Copco omtrent de uitvoerbaarheid van een zuigercompressor met een dergelijke capaciteit heeft nog niets opgeleverd.

Indien het wel technisch uitvoerbaar zou zijn dan is de compressor arbeid te schatten met

$$P_{is} = \dot{m}_d \cdot \frac{k}{k-1} \cdot R \cdot T \left\{ \left( \frac{P_o}{P_{kr}} \right)^{\frac{k-1}{k}} - 1 \right\} \quad \text{kW}$$

waarin

$\dot{m}_d$  = de dampstroom = 4050 kg/h = 18,75 mol/sec.

$k = c_p/c_v = 1.33$

$R = \text{alg. gasconstante} = 8.314 \text{ J/mol.K}$

$T = \text{de abs. damp temp.} = 273 \text{ K}$

$P_o = \text{de omgevingsdruk} = 1.10^5 \text{ N/m}^2$

$P_{kr} = \text{de kristallisator druk} = 0,32.10^5 \text{ N/m}^2$

De isentropische compressie arbeid is dan  $P_{is} = 56 \text{ kW}$

De werkelijke compressie arbeid is met een rendement van 85%  $P_w = 66 \text{ kW}$

Hier komt nog het compressor vermogen bij van de koelmachine die 5500 kg/h wassolvent koelt van 32°C naar 5°C.

Dit vermogen is  $P_{w,k} = 10 \text{ kW}$ . De totale arbeid is dus  $P_t = 76 \text{ kW}$ .

Dit is aanzienlijk minder dan bij het condensor/koelmachine systeem ( $P_t = 165 \text{ kW}$ ).

Een mogelijk bezwaar tegen het gebruik van methylformiaat is de hydrolyse tot mierenzuur. Dit mierenzuur geeft ernstige corrosie problemen. Er is reeds een proef gedaan waarbij methylformiaat, vetzuur en water (60%, 30%, 10%) 24 uur werd gekookt, onder terugvloeiing van het condensaat. De pH bleef gedurende deze 24 uur constant. De duur van deze proef kan misschien te kort zijn voor een betrouwbare con-

clusie. Een langduriger proefneming met een nauwkeuriger meting (b.v. gaschromatografie ) kan meer zekerheid geven. Bovendien zou in het systeem (daar waar methylformiaat verdampt wordt, de strippers en de kristallisator) 'guardbeds' met vaste base geplaatst kunnen worden.

Voor het condensor/koelmachine systeem blijkt aceton het minste energie te verbruiken. (zie appendix 2.X)

Aceton geeft, zoals uit proeven is gebleken, een voldoende stearine/oleïne scheiding bij gedestilleerde been- en palmvetzuren. Voor ongedestilleerd palmvetzuur zijn geen proeven gedaan.

In vergelijking tot de in de voorgaande hoofdstukken besproken kristallisatie methoden, verbruikt het vacuümkoelsysteem het meeste energie. Toch kan deze methode rendabel zijn omdat zeer waarschijnlijk met een lager solvent-ratio gewerkt kan worden. In de stripper sectie bespaart dit enorm veel energie omdat hier iedere kilogram gebruikt oplosmiddel verdampt moet worden.

Als oplosmiddel is m.n. aceton gunstig vanwege de lage solvent-ratio en de lage verdampings enthalpie.

Voor de kristallisatie door verdampen van oplosmiddel dient echter nog terdege onderzoek gedaan te worden naar

- het voorkomen van stearine aankorsting in de kristallisator,
- de kiemvorming en de kristalgroei,
- de invloed van bovenstaande op de solvent-ratio.



Appendix 2-I.

Berekeningen aan de geschraapte warmtewisselaar E102.

2-I-1: Inleiding.

In deze appendix wordt het ontwerp beschreven van de geschraapte warmtewisselaar E102. Doel van deze warmtewisselaar is het laten uitkristalliseren van stearine uit een methanol-vetzuur oplossing. De grootte van de stearinekristallen moet minimaal 150  $\mu\text{m}$  zijn, dit om een goede filtratie mogelijk te maken.

In de onderstaande theorie zijn alle gebruikte formules en figuren weergegeven die voor dit ontwerp gebruikt zijn. Vervolgens wordt in de berekening het ontwerp doorgerekend aan de hand van de gegevens.

2-I-2: Theorie.

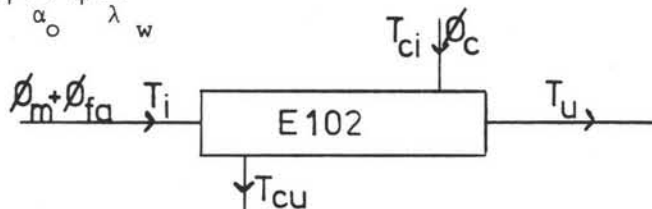
Voor de kristallisatie van stearine uit de oplossing is omtrent de uiteindelijke zuiverheid van de produkten, stearine en oleïne, alleen gespecificeerd dat het joodgetal van de stearine kleiner moet zijn dan 20. Om tot een keuze te komen omtrent de uiteindelijke temperatuur van de oplossing, was het noodzakelijk om ook voor de oleïne-fractie een specificatie op het joodgetal aan te nemen. Deze specificatie is gesteld op een minimum joodgetal van 90 in de oleïne-fractie. In figuur 2-I-1 is voor de hier gebruikte beenvetzuur-methanol verhouding van 1:1.2 het fasendiagram gegeven. Uit de figuur blijkt dat aan de beide specificaties voldaan wordt bij temperaturen tussen  $-18$  en  $-10^{\circ}\text{C}$ .

Voor het ontwerp van de tegenstroom geschraapte warmtewisselaar is gebruik gemaakt van de volgende formules;

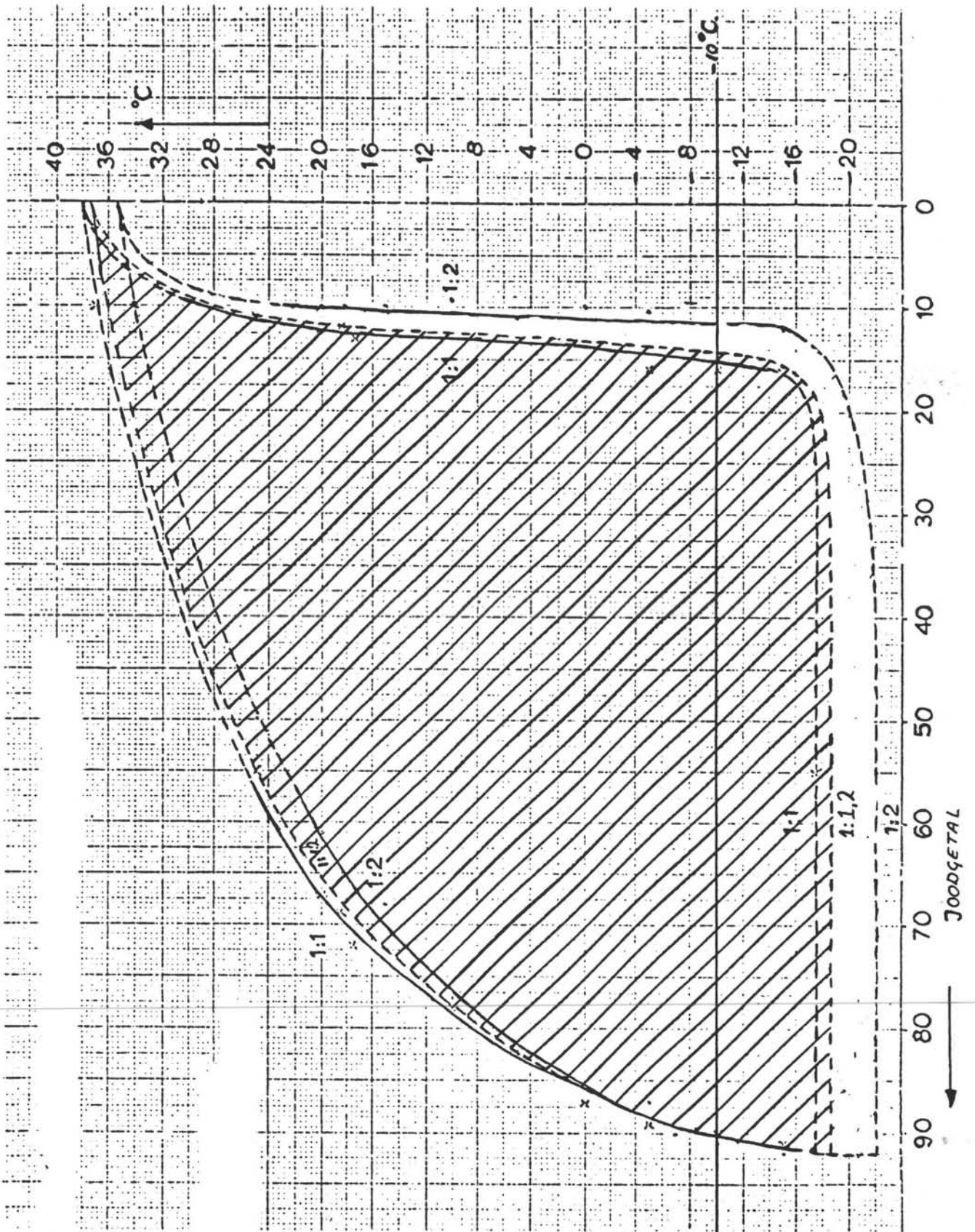
$$\phi_m \cdot C_{pm} \cdot (T_i - T_u) + \phi_{fa} \cdot C_{pfa} \cdot (T_i - T_u) + \phi_{fa} \cdot X \cdot \Delta H = K \cdot A \cdot \Delta T_{ln} \quad -1-$$

$$\phi_c \cdot C_{pc} \cdot (T_{cu} - T_{ci}) = K \cdot A \cdot \Delta T_{ln} \quad -2-$$

$$\frac{1}{K} = \frac{1}{\alpha_i} + \frac{1}{\alpha_o} + \frac{d}{\lambda_w} \quad -3-$$



Figuur 2-I-2. Schematisch weergave van de stroming in en rond de geschraapte warmtewisselaar.



Figuur 2-I -1. Doorsneden uit het fasendiagram-Stearine-Olefine-Methanol. De doorsnede voor de verhouding beenvetzuur:methanol=1:1.2 is in de figuur gearceerd.

Voor de bepaling van de K-waarde met behulp van -3- is voor de berekening van de inwendige warmteoverdrachtscoëfficiënt  $\alpha_i$  gebruik gemaakt van de volgende formules. De formules zijn afkomstig uit de penetratietheorie en worden gecorrigeerd door een correctiefactor  $\phi$ , welke proefondervindelijk bepaald kan worden.

$$Nu = 1.13 * (Re_R * Pr * n)^{0.5} * \phi \quad -4-$$

$$\text{Hierin is: } Re_R = \frac{d_t^2 * N * \rho}{\eta} \quad -5-$$

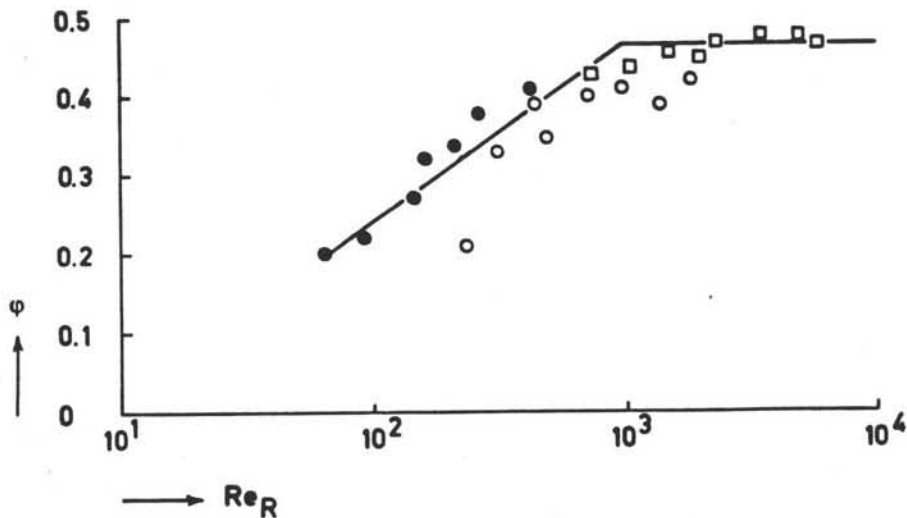
$$Pr = \frac{\eta * C_p}{\lambda} \quad -6-$$

$$Nu = \alpha_i * \frac{d_t}{\lambda} \quad -7-$$

Uit de formules 4 tot en met 7 volgt dat voor de inwendige warmteoverdrachtscoëfficiënt  $\alpha_i$  geschreven kan worden,

$$\alpha_i = 1.13 * \phi * \sqrt{\lambda * N * \rho * n * C_p} \quad -8-$$

De correctiefactor volgt uit de met experimentele gegevens bepaalde figuur 2-I-3.



Figuur 2-I-3.  $\phi$  als functie van het  $Re_R$  getal .

Bepaald voor drie verschillende viscositeiten.

O:  $\eta = 0.45$  Pa.s    ●:  $\eta = 0.15$  Pa.s    □:  $\eta = 0.04$  Pa.s

$d_t = 56 \cdot 10^{-3}$  m;  $n = 2$

Uit figuur 2-I-3 blijkt dat voor  $Re_R \geq 1000$  de correctiefactor naar een constante waarde van 0.47 gaat.

Voor de uiteindelijke afscheiding van de kristallen met een filter, zijn de groeisnelheid van het kristal alsmede de verblijftijd in de geschraapte warmtewisselaar van groot belang.

De gemiddelde verblijftijd moet in ieder geval groter zijn dan de kristalgroeisnelheid  $t_g$  daar anders de kristallen te klein zijn om te worden gefiltreerd.

$$t_g = \frac{L}{G_a}$$

-9-

2-I-3: Berekening.

Voor de geschraapte warmtewisselaar wordt gebruik gemaakt van een buis met daarin een aangedreven centrale-as waarop twee schrapende bladen gemonteerd zijn. Deze bladen worden door middel van een veer tegen de wand gedrukt. Rond deze buis bevindt zich een mantel waardoor de koelmethanol stroomt. De as wordt aangedreven door een motor met een vermogen van 500W. Voor de warmtewisselaar gelden de volgende gegevens;

$$\begin{aligned} L &= 9.0 \text{ m} \\ d_t &= 0.3 \text{ m} \\ n &= 2 \text{ bladen} \\ A_{ww} &= 8.48 \text{ m}^2 \\ d &= 5.10^{-3} \text{ m} \\ \lambda_{\text{staal}} &= 45 \text{ W/m} \cdot ^\circ\text{C}. \end{aligned}$$

Voor de berekening van de te gebruiken K-waarde met behulp van -8- zijn de volgende gegevens van belang;

$$\begin{aligned} \lambda_{\text{gem}} &= 0.19 \text{ W/m} \cdot ^\circ\text{C}. \\ N &= 5 \text{ rpm} = 0.083 \text{ 1/s} \\ \rho_{\text{gem}} &= 870 \text{ kg/m}^3 \\ C_{p \text{ gem}} &= 2.3 \text{ kJ/kg} \cdot ^\circ\text{C}. \\ n &= 2 \\ \eta_{\text{gem}} &= 5.10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s} \\ Re_R &= 1300 \quad \Rightarrow \quad \phi = 0.47 \end{aligned}$$

Invullen van deze gegevens geeft voor de inwendige warmteoverdrachtscoëfficiënt  $\alpha_i = 134 \text{ W/m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$ .

Voor de uitwendige warmteoverdrachtscoëfficiënt  $\alpha_o$  zijn in de literatuur waarden gevonden tussen 1000 en 1400  $\text{W/m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$ , aangezien deze waarden vele malen groter zijn dan  $\alpha_i$ , zijn ze van veel geringere invloed op de uiteindelijke K-waarde. Bij de berekening is uitgegaan van  $\alpha_o = 1200 \text{ W/m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$ .



Tabel 2-I-1. Bepaling van het benodigde warmtewisselend oppervlak voor de geschraapte warmtewisselaar E102, waarbij de totaal af te voeren hoeveelheid warmte Q 449.2 kW is.

A volgt uit  $\frac{Q}{T_{ln} * K}$  met  $K=118 \text{ W/m}^2 \cdot \text{°C}$ .

Massastroom koelmethanol (kg/hr)	30000	45000	60000
$\Delta T_{\text{koelmethanol}} (\text{°C})$	22.2	14.8	11.1
$T_{\text{koelmethanol uit}} (\text{°C})$	2.2	-5.2	-8.9
$\Delta T_{ln} (\text{°C})$	11.3	14.5	16.3
A ( $\text{m}^2$ )	337	263	234
Aantal ww ( $=A/A_{ww}$ )	40	31	28

Het in Tabel 2-I-1 staande aantal warmtewisselaars is berekend uitgaande van de op bladzijde 4 gegeven afmetingen van de gebruikte warmtewisselaar. Dit berekende aantal warmtewisselaars dient in serie te worden geschakeld, onderling verbonden door niet uitwendig gekoelde buizen met een zo kort mogelijke lengte. Deze lengte dient zo kort mogelijk te zijn om dichtslippen van deze niet geschraapte stukken zo veel mogelijk te voorkomen. Een andere mogelijkheid is de turbulentie in de verbinding buizen groot te maken. Gaan we uit van verbinding buizen met een diameter van 10 cm dan volgt dat  $Re$  is groter dan 10000. Zorgen we er tevens voor dat de verbinding buizen goed glad zijn van binnen of bekleden we deze buizen met een polaire polymeer laag, dan zal het dichtslippen van deze verbinding stukken tot een minimum beperkt blijven.

Uitgaande van een minimale kristalafmeting van  $150 \mu\text{m}$  en een kristalgroeisnelheid van  $10^{-7} \text{ m/s}$  volgt dat de minimale groeitijd en dus de minimale gemiddelde verblijftijd 1500 s. bedraagt. Door de totale warmtewisselaar gaat  $16500 \text{ kg/hr}$  met een gemiddelde dichtheid van  $870 \text{ kg/m}^3$ , zodat in het schrapende gedeelte de snelheid  $v$  gelijk is aan  $7.45 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ . Uitgaande van 31 warmtewisselaar in serie met een lengte van 9 meter per stuk en onder verwaarlozing van de lengte van de verbinding stukken, geldt nu dat  $L_{\text{totaal}} = 279 \text{ m}$ , zodat de gemiddelde verblijftijd 3750 s. zal bedragen. Duidelijk is dat deze verblijftijd lang genoeg is om de kristallen voldoende groot te laten worden, zodat een goede filtratie mogelijk is.

#### 2-I-4: Drukval over E102.

Voor de berekening van de drukval over de gehele geschraapte warmtewisselaarsunit is uitgegaan van de volgende stroom gegevens;

$$\left. \begin{aligned} \phi_{\text{totaal}} &= 16500 \text{ kg/hr} \\ \rho_{\text{gem}} &= 870 \text{ kg/hr} \\ \eta_{\text{gem}} &= 5 \cdot 10^{-3} \text{ Pa.s} \end{aligned} \right\} \Rightarrow \phi_{\text{volume}} = 5.27 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$$

De 31 in serie geplaatste warmtewisselaars worden geacht zo opgesteld te zijn, dat er tussen iedere twee warmtewisselaars een bocht van  $180^\circ$  zit. Voor deze verbindingsbochten is uitgegaan van een diameter van 0.1 m en een kromtestraal van 0.2 m.

$$\text{In de warmtewisselaars geldt: } Re = \frac{\rho \cdot v \cdot d_t}{\eta} = \frac{870 \cdot 7.45 \cdot 10^{-2} \cdot 0.3}{5 \cdot 10^{-3}} = 3900$$

$$\text{In de verbindingsbochten geldt: } Re = \frac{870 \cdot 0.67 \cdot 0.1}{5 \cdot 10^{-3}} = 11700$$

Voor de beide stromen geldt derhalve dat de frictiefactor  $f$  0.8 is. Voor de drukval ten gevolge van wrijving geldt;

$$\Delta p_w = \frac{L}{d_t} \cdot f \cdot 0.5 \cdot \rho \cdot v^2 \quad -10-$$

$$\begin{aligned} \text{Uitgaande van;} \quad L_{\text{ww}} &= 9.0 \text{ m} \\ d_t &= 0.3 \text{ m} \\ v_{\text{ww}} &= 7.45 \cdot 10^{-2} \text{ m/s} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{en van;} \quad L_{\text{bocht}} &= 0.5 \cdot \pi \cdot 0.4 \text{ m} \\ d_t &= 0.1 \text{ m} \\ v_{\text{bocht}} &= 0.67 \text{ m/s} \end{aligned}$$

$$\text{volgt voor 31 warmtewisselaars in serie: } \Delta p_w = 31 \cdot 58 = 1800 \text{ N/m}^2$$

$$\text{Voor de 30 bochten geldt: } \Delta p_w = 30 \cdot 982 = 29500 \text{ N/m}^2$$

Behalve de drukval ten gevolge van wrijving is er ook nog de drukval veroorzaakt door de verandering in stromingsrichting. Voor deze drukval die ontstaat in de bochten geldt;

$$\Delta p = 4 \cdot \rho \cdot v^2 \quad -11-$$

Hieruit volgt dat voor 30 bochten de drukval is  $47000 \text{ N/m}^2$ .

De totale drukval over E102 bedraagt dus ongeveer 0.8 bar.



2-I-5: Verklaring gebruikte tekens.

A	Warmtewisselend oppervlak	$-m^2$
$A_{ww}$	Inwendig oppervlak een w.w.	$-m^2$
$C_{pc}$	Soortelijke warmte koelmiddel	$-kJ/kg \cdot ^\circ C$
$C_{pfa}$	Soortelijke warmte vetzuren	$-kJ/kg \cdot ^\circ C$
$C_{pm}$	Soortelijke warmte methanol (92w%)	$-kJ/kg \cdot ^\circ C$
d	dikte van de wand	-m-
$d_t$	Diameter	-m-
$G_a$	Groeisnelheid kristallen	-m/s-
$\Delta H$	Kristallisatie warmte	-kJ/kg-
K	Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt	$-W/m^2 \cdot ^\circ C$
L	Kristaldiameter / lengte van een ww	-m-
n	Aantal schrapende bladen	- -
N	Toerental schrapers	-1/s-
Nu	Nusselt getal	- -
Pr	Prandtl getal	- -
Re	Reynolds getal	- -
$Re_R$	Reynolds getal voor rotatie	- -
$\Delta T_{ln}$	Logaritmisch temperatuur verschil	$^\circ C$
$t_g$	Kristalgroeitijd	-s-
$T_{ci}$	Inlaat temperatuur koelmiddel	$^\circ C$
$T_{cu}$	Uitlaat temperatuur koelmiddel	$^\circ C$
$T_i$	Ingaande temperatuur vetzuur oplossing	$^\circ C$
$T_u$	Uitgaande temperatuur vetzuur oplossing	$^\circ C$
X	fractie vetzuur welke dient te kristalliseren	- -
$\alpha_o$	Warmteoverdrachtscoëfficiënt (uitwendig)	$-W/m^2 \cdot ^\circ C$
$\alpha_i$	Warmteoverdrachtscoëfficiënt (inwendig)	$-W/m^2 \cdot ^\circ C$
$\lambda$	Warmtegeleidingscoëfficiënt	$-W/m \cdot ^\circ C$
$\lambda_s$	Warmtegeleidingscoëfficiënt (staal)	$-W/m \cdot ^\circ C$
$\phi$	Correctiefactor	- -
$\eta$	Viscositeit	-Pa.s-
$\rho$	Dichtheid	$-kg/m^3$
$\tau$	Verblijftijd	-s-
$\phi_c$	Massastroom koelmethanol	-kg/hr-
$\phi_{fa}$	Massastroom vetzuur	-kg/hr-
$\phi_m$	Massastroom methanol (92w%)	-kg/hr-

Appendix 2-II.

Specificatiebladen van de apparaten;

E101

E103

E105

E106

E109 welke bestaat uit E109 a

E109 b

E109 c

M101

Koelmachine waaronder C101

E104

T103

WARMTEWISSELAARSSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E101			
<b>ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :</b>			
Functie..... : Koelen Methanol/Water			
Positie..... : Horizontaal			
Type..... : Shell en Tube			
Capaciteit (benodigd)..... : 483 kW			
Warmtewisselendoppervlak..... : 285 m <sup>2</sup>			
Aantal passages pijpzijde..... : 12			
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt : 227 W/m <sup>2</sup> .K			
<b>BEDRIJFSCONDITIONES :</b>			
		Mantelzijde	Pijpzijde
Soort Fluidum		Methanol/ Water	Oleïne
Massastroom  kg/hr	totaal.....	12500	13700
	vloeistofdeeltjes.....	12500	13700
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	2.63	2.35
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	---	---
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	---	---
	Temperatuur IN,.....°C.	60	-5.0
	Temperatuur UIT.....°C.	2.8	49
	Werkdruk.....bar	atmosf.	atmosf.

WARMTEWISSELAARSSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E103			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....	:	Methanol koelen	
Positie.....	:	Horizontaal	
Type.....	:	Shell en Tube	
Capaciteit (benodigd).....	:	468 kW	
Warmtewisselendoppervlak.....	:	80 m <sup>2</sup>	
Aantal passages pijpzijde.....	:	---	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :	:	370 W/m <sup>2</sup> .K	
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde	Pijpzijde
Soort Fluidum		NH <sub>3</sub>	Methanol
Massastroom kg/hr	totaal.....	1476	45000
	vloeistofdeeltjes.....	1476	45000
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
Soortelijke- warmte (gem.) kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	---	2.33
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
	Massastroom te verdampen / <del>kondenseerbaar</del> .....kg/hr	1476	---
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	1140	---
	Temperatuur IN,.....°C.	-30	-5.2
	Temperatuur UIT.....°C.	-30	-20.6
	Werkdruk.....bar	atmosf.	atmosf.

WARMTEWISSELAARSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E105			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie..... : Wasmethanol koelen.			
Positie..... : Horizontaal			
Type..... : Shell en Tube			
Capaciteit (benodigd)..... : 18.4 kW			
Warmtewisselendoppervlak..... : 4.3 m <sup>2</sup>			
Aantal passages pijpzijde..... : 2			
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt : 227 W/m <sup>2</sup> .K			
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde	Pijpzijde
Soort Fluidum		Koelmethanol	Wasmethanol
Massastroom kg/hr	totaal.....	45000	3500
	vloeistofdeeltjes.....	45000	3500
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
Soortelijke- warmte (gem.) kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	2.33	2.43
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	---	---
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	---	---
	Temperatuur IN,.....°C.	-20.6	2.8
	Temperatuur UIT.....°C.	-20.0	-5.0
	Werkdruk.....bar	atmosf.	atmosf.

WARMTEWISSELAARSSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E106			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....	: Smelten van Stearine		
Positie.....	: ---		
Type.....	: Smeltvat		
Capaciteit (benodigd).....	: 385	kW	
Warmtewisselendoppervlak.....	: 8.6	m <sup>2</sup>	
Aantal passages pijpzijde.....	: ---		
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :	568	W/m <sup>2</sup> .K	
BEDRIJFSCONDITIONES :			
	Mantelzijde	Pijpzijde	
Soort Fluidum	Stearine/ Methanol	Heet Water	
Massastroom  kg/hr	totaal.....	6250	4100
	vloeistofdeeltjes.....	50w%Stearine	4100
	kondenseerbaar gas.....	50w%Methanol	
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	Stearine 2.18	4.23
	kondenseerbaar gas.....	Methanol 2.43	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
	Massastroom te verdampen / kondenseren. Smelten...kg/hr	3150	---
	Smelt- warmte.....kJ/kg	210	---
	Temperatuur IN.....°C.	-5	140
	Temperatuur UIT.....°C.	45	60
	Werkdruk.....bar	atmosf.	3.6

WARMTEWISSELAARSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E109a			
<b>ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :</b>			
Functie.....	:	Afkoelen Methanol/Water-stroom tot condensatietemperatuur.	
Positie.....	:	Horizontaal	
Type.....	:	Shell and Tube	
Capaciteit (benodigd).....	:	79,7      kW	
Warmtewisselendoppervlak.....	:	11      m <sup>2</sup>	
Aantal passages pijpzijde.....	:	2	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :		150      W/m <sup>2</sup> .K	
<b>BEDRIJFSCONDITIONES :</b>			
		Mantelzijde    Pijpzijde	
Soort Fluidum		Methanol/ Water            Water	
Massastroom  kg/hr	totaal.....	12496	148,2E3
	vloeistofdeeltjes.....	---	148,2E3
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	12496	---
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	---	4,18
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	1,53	---
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	---	---
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	---	---
	Temperatuur IN.....°C.	80	22
	Temperatuur UIT.....°C.	65	22,5
	Werkdruk.....bar	atmosf.	atmosf.

WARMTEWISSELAARSSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E109b			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....	:	Condenseren Methanol/Water- stroom	
Positie.....	:	Horizontaal	
Type.....	:	Shell and Tube	
Capaciteit (benodigd).....	:	3826      kW	
Warmtewisselendoppervlak.....	:	150      m <sup>2</sup>	
Aantal passages pijpzijde.....	:	2	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :		852      W/m <sup>2</sup> .K	
BEDRIJFSCONDITIONES :			
		Mantelzijde	Pijpzijde
Soort Fluidum		Methanol/ Water	Water
Massastroom  kg/hr	totaal.....	12496	148,2E3
	vloeistofdeeltjes.....	---	148,2E3
	kondenseerbaar gas.....	12496	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	---	4,18
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	12496	---
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	1100	---
	Temperatuur IN.....°C.	65	22,5
	Temperatuur UIT.....°C.	65	44,7
	Werkdruk.....bar	atmosf.	atmosf.



WARMTEWISSELAARSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E109c			
<b>ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :</b>			
Functie.....	:	Afkoelen Methanol/Water-condensstroom tot 60°C	
Positie.....	:	Horizontaal	
Type.....	:	Shell and Tube	
Capaciteit (benodigd).....	:	51,5      kW	
Warmtewisselendoppervlak.....	:	6            m <sup>2</sup>	
Aantal passages pijpzijde.....	:	2	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :		570            W/m <sup>2</sup> .K	
<b>BEDRIJFSCONDITIONES :</b>			
		Mantelzijde    Pijpzijde	
Soort Fluidum		Methanol/ Water	
		Water	
Massastroom  kg/hr	totaal.....	12496	148,2E3
	vloeistofdeeltjes.....	12496	148,2E3
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	2,97	4,18
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	---	---
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	---	---
	Temperatuur IN,.....°C.	65	44,7
	Temperatuur UIT.....°C.	60	45
	Werkdruk.....bar	atmosf.	atmosf.

Apparaatnummer.....: M101

Functie.....: Mengen van Methanol/Water stroom met de  
Vetzuurstroom uit T102.

Type.....: Buismenger

Voedingsstromen.....:-- Methanol/Water stroom-- 92w% methanol

$\phi_m = 9000$  kg/hr                      8w% water

T in=2.8°C. T uit=15°C.

$\eta = 8 \cdot 10^{-4}$  Pa.s

Cp (gem)=2.43 kJ/kg.°C.

-- Vetzuurstroom: 58w% oleine -50w%oliezuur

8w%linolzuur

42w% stearine-17w%stearinezuur

25w%palmitinezuur

$\phi_m = 7500$  kg/hr

T in=30°C. T uit=15°C.

$\eta = 25 \cdot 10^{-3}$  Pa.s

Cp=2.18 kJ/kg.°C.

Gegevens buismenger.: d=0.06 m

L minimaal 50x d voor goede menging in de buis

$\phi_m$  totaal =16500 kg/hr

$\rho = 870$  kg/m<sup>3</sup>

v=1.9 m/s

Nemen we het meest ongunstige geval, namelijk een viscositeit van het mengsel van  $25 \cdot 10^{-3}$  Pa.s, dan volgt dat bij de gegeven dichtheid Re groter dan of gelijk is aan 4000.

De lengte van de buismenger wordt bepaald door de benodigde oplostijd van de vetzuren in de methanol/water stroom. Indien deze oplostijd bepaald is kan bij de gegeven buisdiameter en stromingssnelheid de minimale buislengte bepaald worden.

#### Koelmachine.

De NH<sub>3</sub>-koelmachine die gebruikt wordt voor de koeling van de methanol voor de geschraapte warmtewisselaar is in het flowsheet weergegeven door de apparaten C101, E104 en T103, welke niet nader bepaald zijn. Voor de gehele koelmachine geldt:

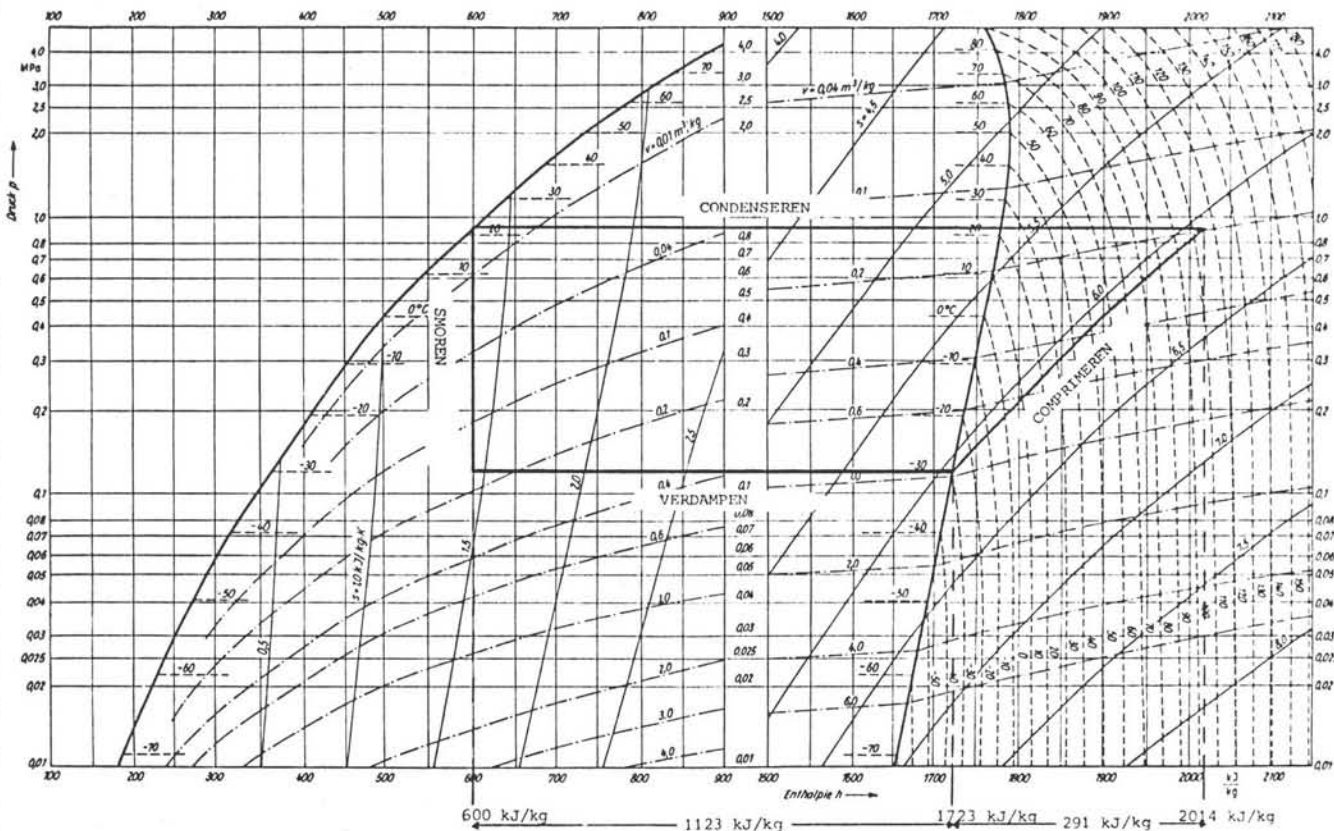
-Totaal af te voeren warmte : 468 kW

-Verdampingswarmte NH<sub>3</sub> bij -30°C.: 1140 kJ/kg

-Massa stroom NH<sub>3</sub> : 1476 kg/hr

-Benodigde theoretische compressor vermogen voor deze koelmachine is: 100 kW.

Nadere uitwerking koelmachine. (ad Appendix 2-II.)



Figuur 2-II-1: Mollier diagram voor de bepaling van de  $\text{NH}_3$ -koelmachine.

Voor de koelmachine geldt:

Opgenomen warmte in E103	: 468 kW
Benodigde warmte voor de verdamping $\text{NH}_3$	: 1123 kJ/kg
Massa stroom $\text{NH}_3$ ; 0.417 kg/s =	1501 kg/hr
Benodigde theoretische compressor vermogen	: 121 kW
Uitgaande van 85% rendement volgt $W_{pr}$	: 143 kW

In de condensor E104 dient vervolgens afgevoerd te worden  $1414 \text{ kJ/kg} \times 0.417 \text{ kg/s} = 590 \text{ kW}$ . Voor deze afvoer wordt gebruik gemaakt van welwater uit de bestaande bron.

Nadere gegevens condensor:

$T_{\text{welwater in}} = 14^\circ\text{C}$	$T_{\text{welwater uit}} = 17^\circ\text{C}$
$T_{\text{NH}_3 \text{ in}} = 22^\circ\text{C}$	$T_{\text{NH}_3 \text{ uit}} = 22^\circ\text{C}$

Warmteoverdrachtscoëfficiënt  $K = 850 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}$

Warmtewisselend oppervlak  $A = 108 \text{ m}^2$

De benodigde hoeveelheid welwater bedraagt 169 ton per uur.

Appendix 2-III.

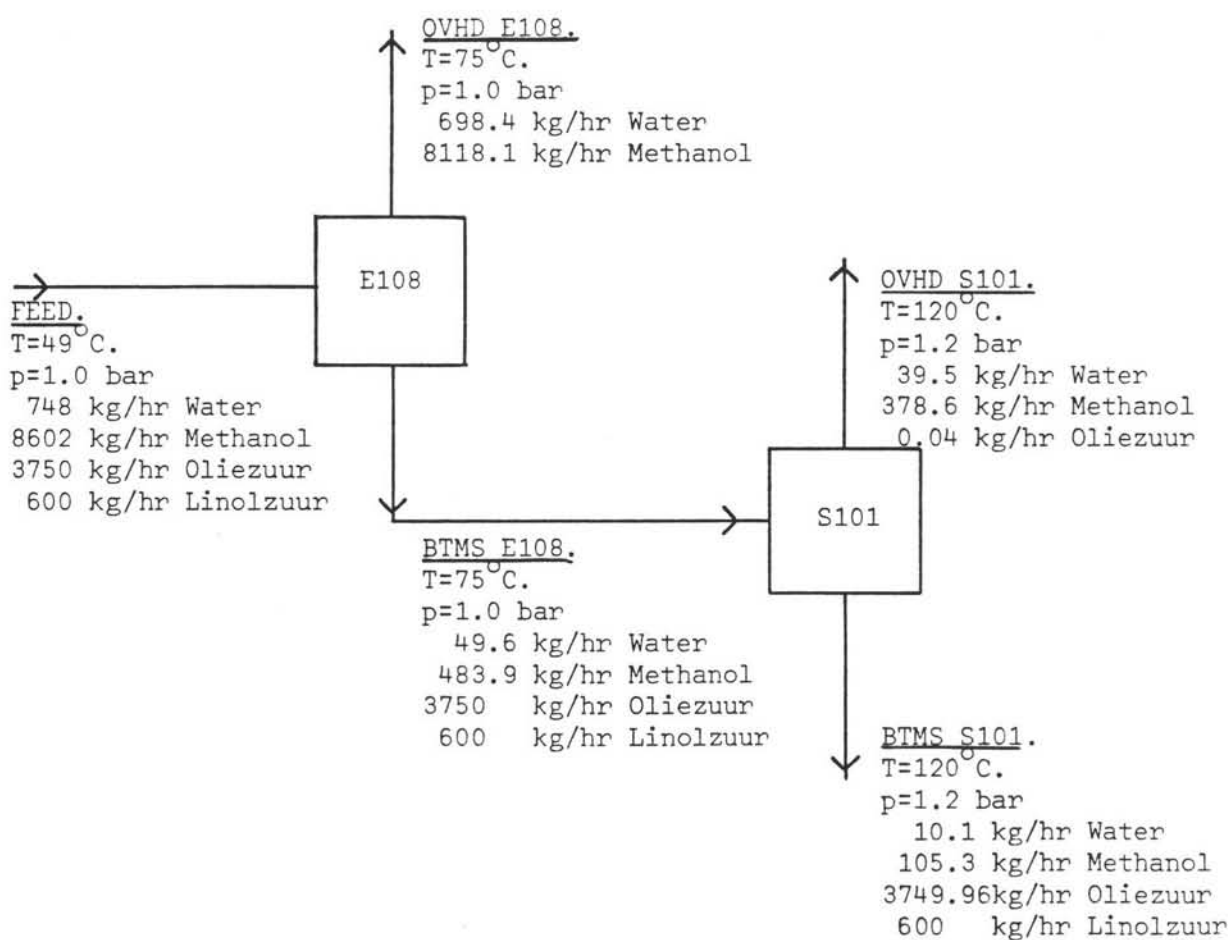
De Solventrecovery sectie.

### 2-III-1: Inleiding.

De Solventrecovery sectie bestaat uit de voorverdamper E107, E108 alsmede de stripperkolommen S101 en S102. Achtereenvolgens worden in deze appendix gegeven, de met Process bepaalde stromen, de daaruit bepaalde gecorrigeerde waarden zoals deze uiteindelijk aangenomen zijn voor dit ontwerp en tenslotte de specificatiebladen voor de vier gebruikte apparaten.

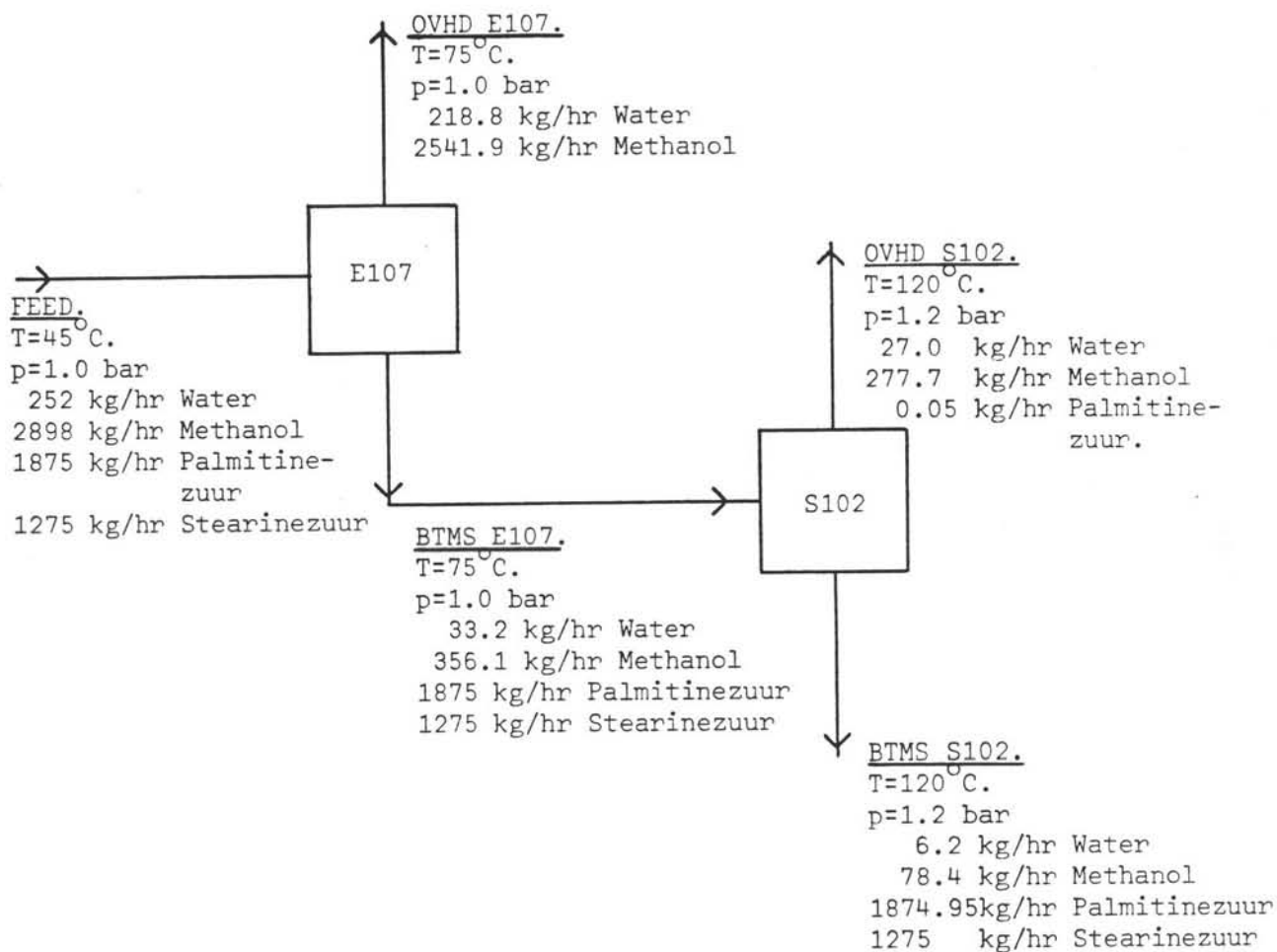
### 2-III-2: Process resultaten.

Voor de Oleïne/Methanol scheidingssectie, bestaande uit de voorverdamper E108 en de stripperkolom S101, zijn met behulp van Process de in figuur 2-III-1 weergegeven massastromen bepaald.



Figuur 2-III-1. De met behulp van Process bepaalde massastromen in de oleïne-methanol scheidingssectie.

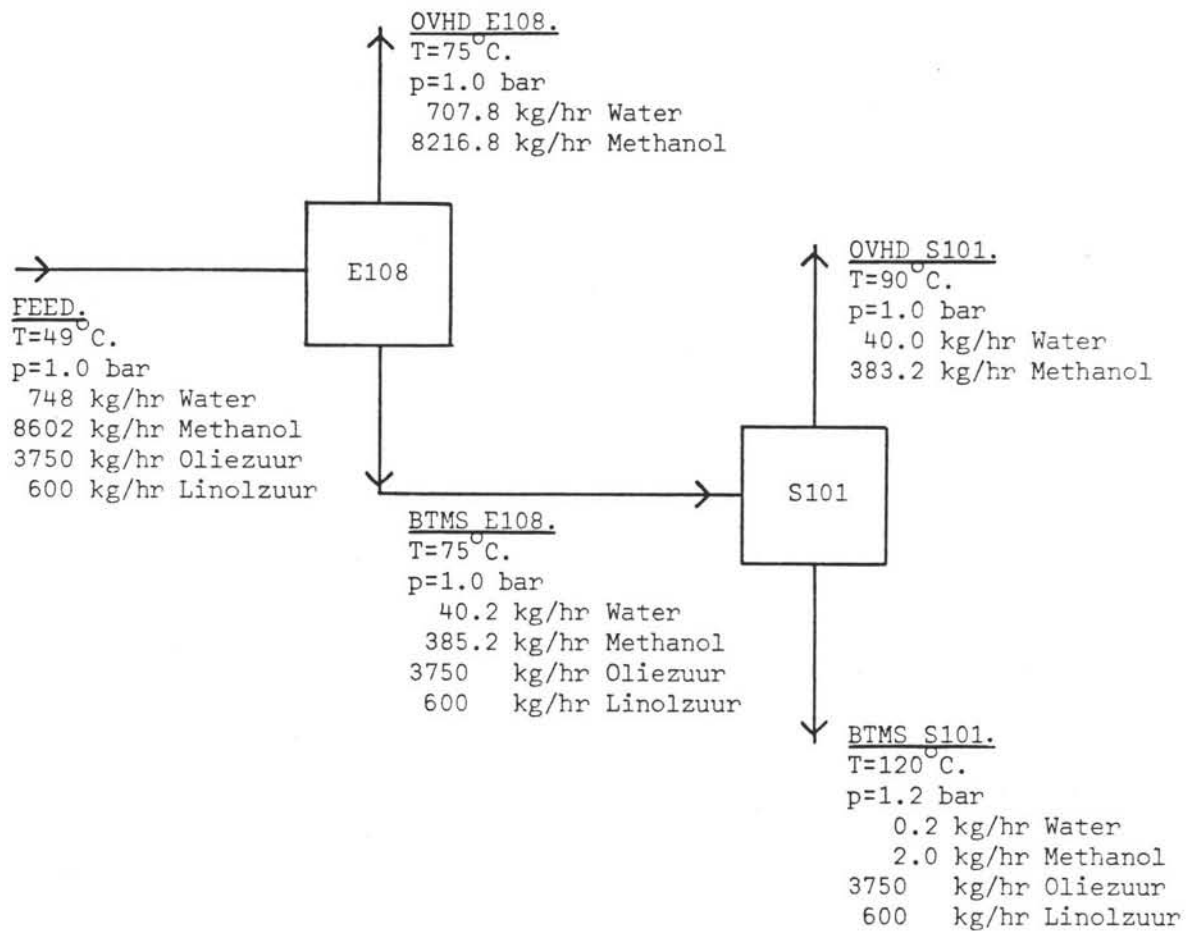
Voor de stearine-methanol scheidingssectie (E107,S102) zijn de door Process bepaalde stromen in figuur 2-III-2 weergegeven.



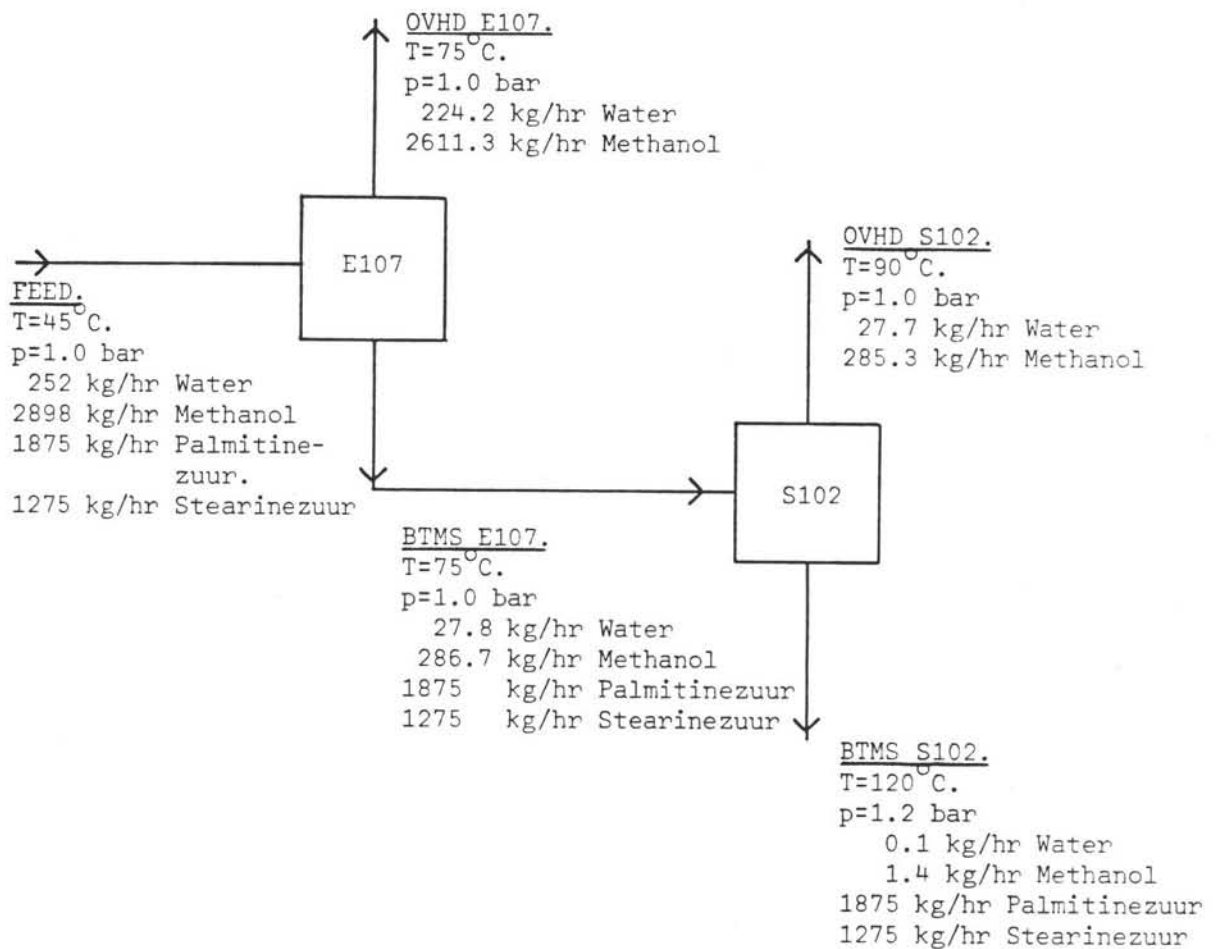
Figuur 2-III-2. De met behulp van Process bepaalde massastromen in de stearine-methanol scheidingssectie.

2-III-3: De gecorrigeerde waarden voor de Solventrecovery sectie.

Aangezien de evenwichtswaarden die via Process bepaald zijn, resultaten gaven voor de stromen die niet overeenstemden met de in de praktijk gehaalde waarden, zijn de hierboven gegeven massastromen aangepast. Dit is zodanig gebeurd dat aan de specificatie van de hoeveelheid methanol in de uiteindelijke produkten voldaan is. Deze specificatie was maximaal 0.05w% methanol in de bodem produkten van de stripperkolommen. In de figuren 2-III-3 en 2-III-4 zijn de aangepaste gegevens weergegeven, zoals zij voor het ontwerp gebruikt zijn.



Figuur 2-III-3. De gecorrigeerde massastromen voor de oleïne-methanol scheidingssectie. Over de stripper is een drukval aangenomen van 0.2 bar en een toptemperatuur van  $90^{\circ}\text{C}.$



Figuur 2-III-4. De gecorrigeerde massastromen voor de stearine-methanol scheidingssectie. Over de stripper is een drukval aangenomen van 0.2 bar en een toptemperatuur van  $90^{\circ}\text{C}$ .

2-III-4: Specificatiebladen van E107, E108, S101 en S102.

Uitgaande van de hierboven gegeven gecorrigeerde waarden zijn voor de genoemde apparaten de benodigde warmtetoevoer berekend, het warmte-uitwisselend oppervlak en de grootte van de toe te voeren stroom lage druk stoom. ( $140^{\circ}\text{C}$ .  $p=3.7\text{ bara}$ )



WARMTEWISSELAARSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E108			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....		:Oleïne/Methanol voorverdamer	
Positie.....		:Horizontaal	
Type.....		:Horizontale verdamer	
Capaciteit (benodigd).....		2900	kw
Warmtewisselendoppervlak.....		22	m <sup>2</sup>
Aantal passages pijpzijde.....		---	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :		1700	W/m <sup>2</sup> .K
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde	Pijpzijde
Soort Fluidum		Oleïne/ Methanol	LD Stoom
Massastroom  kg/hr	totaal.....	13700	4780
	vloeistofdeeltjes.....	9350 Oleïne	---
	kondenseerbaar gas.....	4350 Methanol	---
	stoom.....	---	4780
	niet kondenseerbaar.....	---	---
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	Oleïne 2.18	---
	kondenseerbaar gas.....	Methanol 2.89	---
	stoom.....	---	---
	methanol damp	1.55	---
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	Methanol te verdampen	Stoom te condenseren
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	8924.6	4780
	Temperatuur IN.....°C.	1079	2187
	Temperatuur UIT.....°C.	49	140
	Werkdruk.....bar	75	140
		atmosf.	3.7

WARMTEWISSELAARSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E107			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....		:Stearine/Methanol voorverdamer	
Positie.....		:Horizontaal	
Type.....		:Horizontale verdamer	
Capaciteit (benodigd).....		1000	kw
Warmtewisselendoppervlak.....		7.2	m <sup>2</sup>
Aantal passages pijpzijde.....		---	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :		1700	W/m <sup>2</sup> .K
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde	Pijpzijde
Soort Fluidum		Stearine/ Methanol	LD stoom
Massastroom  kg/hr	totaal.....	6250	1600
	vloeistofdeeltjes.....	50w%Stearine 50w%Methanol	---
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	1600
	niet kondenseerbaar.....	---	---
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	Stearine 2.18 Methanol 2.89	---
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	methanol damp	1.55	---
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	Methanol te verdampen 2835.5	Stoom te condenseren 1600
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	1079	2187
	Temperatuur IN,.....°C.	45	140
	Temperatuur UIT.....°C.	75	140
	Werkdruk.....bar	atmosf.	3.7

Apparaatnummer : S101

Functie : Scheiden van Methanol/Water en Oleïne.

Type : Niet nader bepaald. Uitgegaan is van de bij Unichema gebruikelijke waarden voor temperaturen en drukval over de kolom.

Stof gegevens : Verdampingswarmte methanol/water = 1079 kJ/kg

$C_{p \text{ gem. damp } 75-90^{\circ}\text{C.}} = 1.59 \text{ kJ/kg} \cdot ^{\circ}\text{C}$

$C_{p \text{ gem. methanol/water } 75-120^{\circ}\text{C.}} = 3.48 \text{ kJ/kg} \cdot ^{\circ}\text{C}$

$C_{p \text{ fa}} = 2.18 \text{ kJ/kg} \cdot ^{\circ}\text{C}$

Condensatiewarmte LD stoom = 2187 kJ/kg

De totaal benodigde warmte in de stripperkolom bedraagt 248 kW.

Voor de aanvoer van deze benodigde warmte wordt gebruik gemaakt

van de condensatiewarmte van lage druk stoom in een geïntegreerde

reboiler onderin de stripperkolom. Uitgaande van een temperatuursprong

van 100 naar 120°C over de onderste schotel in de kolom, geldt dat  $\Delta T_{ln} = 28.9^{\circ}\text{C}$ . De overall warmteoverdrachtscoëfficiënt is  $1700 \text{ W/m}^2 \cdot ^{\circ}\text{C}$ .

zodat voor het benodigde warmtewisselend oppervlak volgt;  $A = 5.1 \text{ m}^2$ .

De hoeveelheid stoom die gecondenseerd dient te worden bedraagt

voor S101; 410 kg/hr.

-----  
Apparaatnummer : S102

Functie : Scheiden van Methanol/Water en Stearine

Type : Zie specificatie van S101

Stof gegevens : Zie specificatie van S101

De totaal benodigde warmte in de stripperkolom bedraagt 182 kW.

$\Delta T_{ln} = 28.9^{\circ}\text{C}$ .

$K = 1700 \text{ W/m}^2 \cdot ^{\circ}\text{C}$

$A = 3.7 \text{ m}^2$

De hoeveelheid te condenseren stoom bedraagt; 300 kg/hr.

## Appendix 2. IV Massa en energiebalansen

Per uur komt er 7,5 ton vetzuren de fabriek binnen. Dit bestaat

uit: Stearine	42%	3150 kg/h	Palmitinezuur	25%	1875 kg/h
			Stearinezuur	17%	1275 kg/h
Oleïne	58%	4350 kg/h	Oliezuur	50%	3750 kg/h
			Linolzuur	8%	600 kg/h

De opslagtemperatuur van de vetzuren is  $30^{\circ}\text{C}$  om te voorkomen dat de vetzuren uitkristalliseren tijdens de opslag.

Als solventratio is genomen: Methanol-water mengsel : vetzuren = 1,2 : 1

Water wordt toegevoegd om de polariteit van het mengsel te verhogen.

Het optimum ligt bij 10% water in de methanol.

In de buismenger M 301 worden 3 stromen gemengd: De vetzuren, het methanol-water mengsel, en een recyclestroom.

De recyclestroom is afkomstig van het filter en bevat:

725 kg/h oleïne	
1150 kg/h methanol	met een temperatuur van $-5^{\circ}\text{C}$ .
125 kg/h water	

Om de goede solventratio te bereiken moet er in de buismenger nog worden toegevoegd:

7950 kg/h methanol	
750 kg/h water	met een temperatuur van $3^{\circ}\text{C}$ .

Totaal komt er in de buismenger binnen:

Vetzuren	7500 kg/h	$30^{\circ}\text{C}$
Vetzuren	725 kg/h	$-5^{\circ}\text{C}$
Methanol	7950 kg/h	$3^{\circ}\text{C}$
Methanol	1150 kg/h	$-5^{\circ}\text{C}$
Water	750 kg/h	$3^{\circ}\text{C}$
Water	125 kg/h	$-5^{\circ}\text{C}$

Eruit komt:

Vetzuren	8225 kg/h	
Methanol	9100 kg/h	$13^{\circ}\text{C}$
Water	875 kg/h	

In het kristallisatorvat T 305 wordt de voeding gekoeld tot  $-10^{\circ}\text{C}$ .

Het benodigde compressorvermogen hiervoor bedraagt 107 kW. Dit is inclusief de benodigde energie om de wasmethanol te koelen tot  $-5^{\circ}\text{C}$ .

Na de kristallisator wordt de stroom gescheiden in een vacuum drum filter F 301 in drie stromen:

1)	Stearine	3150 kg/h	
	Methanol	2850 kg/h	Naar smeltvat en stearinestripper
	Water	300 kg/h	
2)	Oleïne	4350 kg/h	
	Methanol	8300 kg/h	Naar oleïnestripper
	Water	450 kg/h	

3) Methanol 1150 kg/h  
Water 125 kg/h recyclestroom  
Oleïne 725 kg/h

Behalve de stroom uit de kristallisator wordt er in het filter ook nog wasmethanol toegevoegd:

Methanol 3150 kg/h  
Water 350 kg/h

Na gestript te zijn verlaten de oleïne en stearine het proces als produkt. De methanol en het water worden gerecycled in het proces. De stripperkolommen staan beschreven in appendix 2.III .

Appendix 2.V. Buismenger

Apparaatnummer.....: M 201

Functie.....: Mengen van methanol/water, vetzuur  
en refluxstroom uit T201 t/m T203.

Type.....: Buismenger

Voedingsstromen.....: --Methanol/waterstroom -- 92% methanol  
8% water

$$\phi_m = 8700 \text{ kg/h}$$

$$T_{in} = 2,8^{\circ}\text{C.} \quad T_{uit} = 13^{\circ}\text{C.}$$
$$= 8 \cdot 10^{-4} \text{ Pa.s}$$

$$C_p = 2,43 \text{ kJ/kg} \cdot ^{\circ}\text{C. (gem.)}$$

--Vetzuurstroom

$$\phi_m = 7500 \text{ kg/h}$$

$$T_{in} = 30^{\circ}\text{C.} \quad T_{uit} = 13^{\circ}\text{C.}$$

$$C_p = 2,18 \text{ kJ/kg} \cdot ^{\circ}\text{C.} \quad = 25 \cdot 10^{-3} \text{ Pa.s}$$

--Refluxstroom

$$\phi_m = 2000 \text{ kg/h}$$

$$T_{in} = -5^{\circ}\text{C.} \quad T_{uit} = 13^{\circ}\text{C.}$$

$$C_p = 2,44 \text{ kJ/kg} \cdot ^{\circ}\text{C.} \quad = 5 \cdot 10^{-3} \text{ Pa.s}$$

Gegevens buismenger.: D = 0,06 m

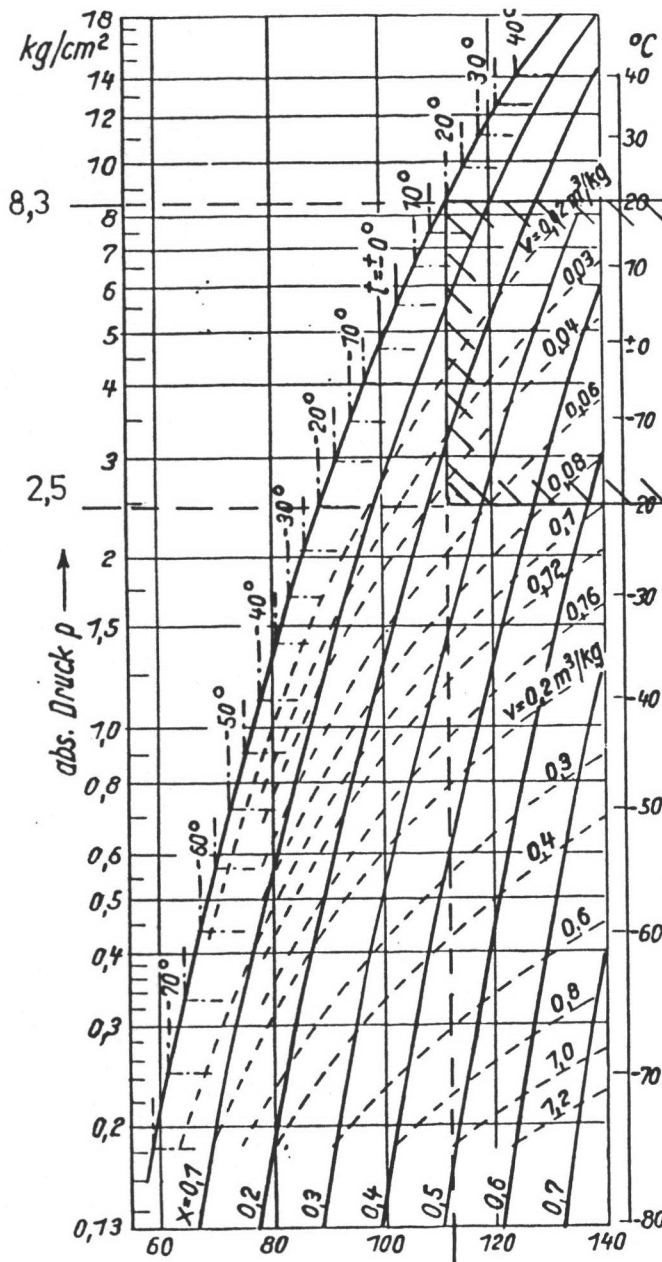
L minimaal 50. D voor goede menging in de buis

$$\phi_m \text{ totaal} = 18200 \text{ kg/h}$$
$$870 \text{ kg/m}^3$$

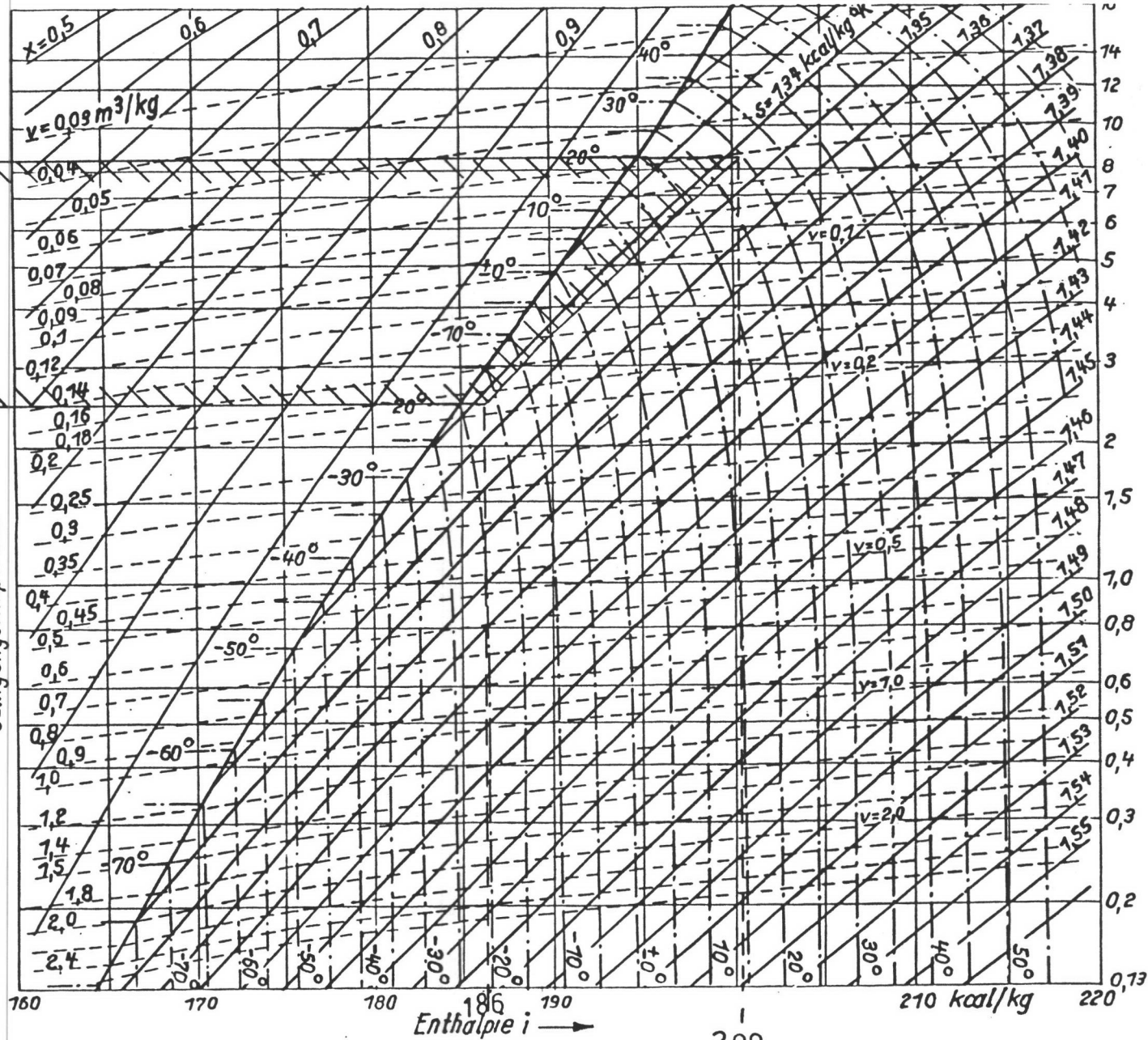
$$v = 2,1 \text{ m/s}$$

Nemen we het meest ongunstigste geval, namelijk een viscositeit van het mengsel van  $25 \cdot 10^{-3} \text{ Pa.s}$ , dan volgt dat bij de gegeven dichtheid  $Re$  groter dan of gelijk is aan 4300.

De lengte van de buismenger wordt bepaald door de benodigde oplostijd van de vetzuren in het methanol/water mengsel. Indien deze oplostijd bepaald is, kan bij de gegeven buisdiameter en stroomsnelheid de minimale buislengte bepaald worden.



116



200

Figuur

2.3.I.1 Mollier-i, lg p-Diagramm für Propan ( $C_3H_8$ ).

Bei  $0^\circ C$  ist  $i'_0 = 100$  kcal/kg und  $s'_0 = 1$  kcal/kg grd gesetzt.

## Appendix 2.VI Berekening Koudemachine

De voeding komt met  $13^{\circ}\text{C}$  de kristallisator binnen. De temperatuur in de kristallisator is  $-10^{\circ}\text{C}$ . De hoeveelheid energie die afgevoerd moet worden bedraagt (afkoeling en kristallisatie):

$$Q = \dot{m} \cdot c_p \cdot T$$

Methanol	:	9100.	2,42.	23	=	506,5 MJ/h
water	:	750.	4,18.	23	=	72,1 MJ/h
vetzuren	:	8225.	2,18.	23	=	412,4 MJ/h
kristallisatie energie	:	3150.	210		=	661,5 MJ/h
						<hr/>
						1652,5 MJ/h = 459 kW

Uit figuur 2.3.I.1 volgt dat:

$$Q_2 = 70 \text{ kcal/kg} = 293 \text{ kJ/kg}$$

$$W_{th} = 14 \text{ kcal/kg} = 58 \text{ kJ/kg}$$

$$\dot{m} = \frac{459}{293} = 1,57 \text{ kg/s}$$

$$W_{pr} = \frac{58 \cdot 1,57}{0,85} = 107 \text{ kW} \quad (\text{Rendement compressor volgens [53]. 85\%})$$

Af te voeren warmte in condensor:

$$Q_1 = 400 \text{ kW}$$

De condensor E 202, de compressor C 201 en het vat T 204 zijn niet verder gedimensioneerd.



Appendix 2.VII

Specificatiebladen van de warmtewisselaars.

WARMTEWISSELAARSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E 201			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie..... : Voorkoelen methanol			
Positie..... : Horizontaal			
Type..... : Shell and tube			
Capaciteit (benodigd)..... : 490            kW			
Warmtewisselendoppervlak..... : 230            m <sup>2</sup>			
Aantal passages pijpzijde..... : 12			
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt : 285            W/m <sup>2</sup> .K			
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde	Pijpzijde
Soort Fluidum		methanol water	oleïne methanol
Massastroom  kg/hr	totaal.....	12200	13100
	vloeistofdeeltjes.....	12200	13100
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	2,53	2,42
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	---	---
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	---	---
	Temperatuur IN.....°C.	60	-5
	Temperatuur UIT.....°C.	3	50
	Werkdruk.....bar	atmosf.	atmosf.

WARMTEWISSELAARSSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E 206a			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....	: Afkoelen methanol/water-stroom tot condensatietemperatuur		
Positie.....	: Horizontaal		
Type.....	: Shell and tube		
Capaciteit (benodigd).....	: 79,7	kW	
Warmtewisselendoppervlak.....	: 11	m <sup>2</sup>	
Aantal passages pijpzijde.....	: 2		
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt	: 150	W/m <sup>2</sup> .K	
BEDRIJFSCONDITIES :			
	Mantelzijde	Pijpzijde	
Soort Fluidum	Methanol/ Water	Water	
Massastroom  kg/hr	totaal.....	12500	150.10 <sup>3</sup>
	vloeistofdeeltjes.....	---	150.10 <sup>3</sup>
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	12500	---
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	---	4,18
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	1,53	---
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	---	---
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	---	---
	Temperatuur IN,.....°C.	80	22
	Temperatuur UIT.....°C.	65	22,5
	Werkdruk.....bar	atmosf.	atmosf.

WARMTEWISSELAARSSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E 206b			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....	:	Condenseren methanol/water- stroom	
Positie.....	:	Horizontaal	
Type.....	:	Shell and tube	
Capaciteit (benodigd).....	:	3826            kW	
Warmtewisselendoppervlak.....	:	150            m <sup>2</sup>	
Aantal passages pijpzijde.....	:	2	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt	:	850            W/m <sup>2</sup> .K	
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde	Pijpzijde
Soort Fluidum		Methanol/ Water	Water
Massastroom  kg/hr	totaal.....	12500	150.10 <sup>3</sup>
	vloeistofdeeltjes.....	---	150.10 <sup>3</sup>
	kondenseerbaar gas.....	12500	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	---	4,18
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	12500	---
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	1100	---
	Temperatuur IN,.....°C.	65	22,5
	Temperatuur UIT.....°C.	65	44,7
	Werkdruk.....bar	atmosf.	atmosf.

WARMTEWISSELAARSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E 206c			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....	:	Afkoelen methanol/water-condensstroom tot 60°C	
Positie.....	:	Horizontaal	
Type.....	:	Shell and tube	
Capaciteit (benodigd).....	:	51,5      kW	
Warmtewisselendoppervlak.....	:	6      m <sup>2</sup>	
Aantal passages pijpzijde.....	:	2	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :	:	570      W/m <sup>2</sup> .K	
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde    Pijpzijde	
Soort Fluidum		Methanol/ Water            Water	
Massastroom  kg/hr	totaal.....	12500	150.10 <sup>3</sup>
	vloeistofdeeltjes.....	12500	150.10 <sup>3</sup>
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	2,97	4,18
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	---	---
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	---	---
	Temperatuur IN.....°C.	65	44,7
	Temperatuur UIT.....°C.	60	45
	Werkdruk.....bar	atmosf.	atmosf.

Appendix 2.VIII. Wanddikteberekening van de kristallisator

Aan de hand van de "Regels voor toestellen onder druk" [13] is de wanddikte van de kolom bepaald. Vervolgend is een wanddikte beoordelingsberekening voor verticaalopgestelde toestellen onder druk gemaakt.

D0101 Minimum- en maximum afmetingen; toeslagen.

- (1) De wanddikte moet een minimale waarde hebben. De kolom wordt gemaakt van Stainless Steel 316.

$$d_d \geq 3 \text{ mm}$$

$d_d$  - Wanddikte kolom

- (2) De werkelijke wanddikte zal groter moeten zijn dan de berekende waarde omdat:

-De vervaardiging kan tot een vermindering van de wanddikte leiden.

-Slijtage en intering over de levensduur.

-Maatafwijking van het materiaal.

dus  $d_d \geq d + \Delta d_f + \Delta d_c + \Delta d_t$

-De vervaardigingstoeslag  $\Delta d_f = 0$  omdat de werkelijke aanwezige wanddikte na vervaardiging wordt vastgesteld en in de berekening gebruikt.

-De interingstoeslag  $\Delta d_c = 0,1 \cdot 0,02(\text{inch}) \cdot 0,0254 \cdot 15(\text{jaar})$   
 $= 1 \text{ mm}.$

"Perry" (hfst 23-21) Fatty acids.

-  $d_t = 0,5 \text{ mm}$  ( $d_d \leq 25 \text{ mm}$ )

D0103 Gebruiksomstandigheden

- (2)  $p_d$  is het drukverschil over de wand, bepalend voor de sterkteberekening van de wand. De kolom wordt bedreven bij een druk van 2,5 bar. Daarbij moet 10% opgeteld worden vanwege de persproef

$$p_d = 0,1 (2,5 + 0,25) = 0,275 \text{ MPa}.$$

- (3) Metaaltemperatuur  $\theta_m$ .

De temperatuur van het medium in de kolom is  $\pm -10^\circ\text{C}$ .

Indien we aannemen dat het metaal een oneindige geleiding heeft, dan zal de wandtemperatuur ook deze waarde hebben.

D0105 Materiaaleigenschappen

M0202 gewalste plaat van austenitisch staal:

Rekgrans bij  $-10^\circ\text{C}$  :  $\epsilon_{0,2} = 177 \text{ N/mm}^2$ .

D0301 Wanddiktebepaling voor cilindres onder inwendige druk

(2) De wanddiktevergelijking luidt:

$$d = \frac{p_d \cdot D_i}{2zf - p_d}$$

f volgens (3).

z volgens (4).

(3) f is de ontwerpspanning.

Staal 316 heeft rek na breuk van 40% dus

$$f = 0,67 \cdot \epsilon (-10^{\circ}\text{C}) = 0,67 \cdot 177 = 119 \text{ N/mm}^2.$$

(4) z is de verzwakkingsfactor.

Indien plaatselijke verzwakkingen zoals tubulures worden verstevigd en lasverbindingen worden gecontroleerd kunnen we stellen:

$$z = 1$$

De wanddikte wordt nu:

$$d = \frac{0,275 \cdot 1500}{2 \cdot 1 \cdot 119 - 0,275} = 1,7 \text{ mm}$$

De uiteindelijke wanddikte wordt:

$$d = d_{\min} + d_{\text{toesl.}} = 3 + 1,5 = 4,5 \text{ mm}$$

D1201 Wanddiktebeoordeling van verticaal opgestelde toestellen onder druk

(2) De spanningen worden gecontroleerd voor gebruikstoestand A.

-Berekeningsdruk  $p_d$  volgens D0103

-Metaaltemperatuur  $\theta_m$  volgens D0103

-Belasting door eigen gewicht, gewicht van de vulling en wind.

(3) Windbelasting

De algemene formule luidt:

$$F_n = P_w \cdot C_w \cdot A_n$$

waarin  $P_w$  - de stuwdruk volgens (3.1)

$C_w$  - de weerstandscoefficient volgens (3.2)

$A_n$  - geprojecteerd oppervlak volgens (3.3).

De volgende waarden volgen uit metingen van het Nederlandse weer.

$$(3.1) P_w = 1200 + 6h = 1200 + 6 \cdot 4,25 = 1225 \text{ N/mm}^2$$

Deze waarde wordt constant verondersteld over de hele hoogte.

$$(3.2) C_w = 0,67 \text{ (Voor aangestroomde cilindres).}$$

$$(3.3) A_n = 1,5 \cdot 4,25 = 6,4 \text{ m}^2$$

$$F_n = 1225 \cdot 0,67 \cdot 6,4 = 5253 \text{ N}$$

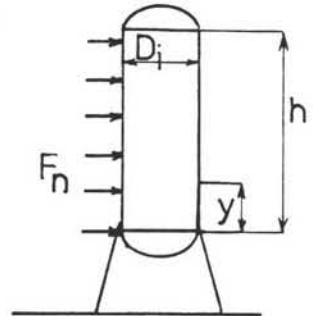
(5) Momenten

Het grootst optredend buigend moment wordt genomen t.o.v. het skirt van de kolom ( $y=0$ ).

$$M_{by} = F_n \cdot \frac{1}{2}h = 5253 \cdot 2,1 = 11031 \text{ Nm}$$

Aangezien gas en vloeistofleidingen

betrekkelijk dun zijn in verhouding tot de kolom, kan het wringend moment verwaarloosd worden.



(4) Gewichtsbelasting

De kolom wordt berekend voor een inhoud met water.

De werkelijke dichtheid van het vetzuur-methanol mengsel is lager.

$$G_i = \frac{\pi}{4} \cdot D_i^2 \cdot h \cdot \rho_w = \frac{\pi}{4} \cdot 1,5^2 \cdot 4,25 \cdot 1000 = 7510 \text{ kg}$$

$$G_k = \frac{\pi}{4} \cdot D_i^2 \cdot t \cdot \rho_{st} = \frac{\pi}{4} \cdot 1,5^2 \cdot 0,0045 \cdot 4,25 \cdot 8000 = 270 \text{ kg}$$

$$G_{tot} = 7780 \text{ kg}$$

Toeslag voor leidingen, isolatie en fronten 3000 kg.

$$P_y = 11 \cdot 10^4 \text{ N}$$

(6) Berekening van spanningen in de cylinder

(6.1) Normaalspanning in de omtreksrichting.

De beoordeling wordt betrokken op de wanddikte die volgt uit de wanddikteberekening exclusief toelagen.

$$\sigma_{tg} = \frac{p_d (D_e - d)}{2d} = \frac{0,275 (1506 - 3)}{2 \cdot 3} = 68,9 \text{ N/mm}^2$$

(6.2) Normaalspanningen in de langsrichting.

$$\sigma_{ax:1} = \sigma_{ax:p} - \sigma_{ax:P} + \sigma_{ax:M}$$

$$\sigma_{ax:2} = \sigma_{ax:p} - \sigma_{ax:P} - \sigma_{ax:M}$$

Waarin

$$\sigma_{ax:p} = \frac{p_d (D_e - d)}{4d} = 34,5 \text{ N/mm}^2$$

$$\sigma_{ax:P} = \frac{P}{\pi \cdot d (D_e - d)} = 0,8 \text{ N/mm}^2$$

$$\sigma_{ax:M} = \frac{M_{by}}{0,25 \cdot \pi \cdot d (D_e - d)} = 2,1 \text{ N/mm}^2$$



$$\sigma_{ax:1} = 34,5 - 0,8 + 2,1 = 35,9 \text{ N/mm}^2$$

$$\sigma_{ax:2} = 34,5 - 0,8 - 2,1 = 31,7 \text{ N/mm}^2$$

(7) Sterktecontrôle van de cylinder.

$$\sigma_v \leq z \cdot f = 1 \cdot 119 = 119 \text{ N/mm}^2$$

De vervangende spanning  $\sigma_v$  wordt berekend op basis van de maximale schuifspanning.

$$\left. \begin{aligned} \sigma_{tg} &= 68,9 \text{ N/mm}^2 \\ \sigma_{ax:1} &= 35,9 \text{ N/mm}^2 \\ \sigma_{ax:2} &= 31,7 \text{ N/mm}^2 \\ \sigma_{tg} - \sigma_{ax:1} &= 33,0 \text{ N/mm}^2 \\ \sigma_{tg} - \sigma_{ax:2} &= 35,2 \text{ N/mm}^2 \end{aligned} \right\} \begin{aligned} \sigma_v &= 68,9 \text{ N/mm}^2 \\ \text{Aan het gestelde cri-} \\ \text{terium wordt dus voldaan.} \end{aligned}$$

Als wanddikte wordt dus 4,5 mm genomen.

## 2.IX Sterkteberekening van de kristallisator in vacuüm.

Voor de sterkteberekening wordt uitgegaan van het vat uit figuur 4. ( blz. 2-26 ).

De wanddikte wordt bepaald voor vol vacuüm. De twee verstevigingsringen verdelen het vat in drie gelijke segmenten van 1,85 m lengte. (= L )

Volgens het stoomwezen geldt voor de wanddikte  $d$  t.g.v. drukbelasting :

$$d = \frac{0,12 \delta \cdot D}{\sqrt{1 + 0,48 \delta \cdot v \frac{\sigma_v}{p \cdot k}}} \quad (1)$$

waarin

D = diameter van het vat	= 1,75 m
k = veiligheidsfactor	= 1,5
$v = 5 \cdot \frac{2+D/L}{10+D/L}$ = vormfactor	= 1,35
$\delta$ = factor voor de onrondheid	= 0,1
$\sigma_v$ = vloeigrens van Fe 316	= $1,8 \cdot 10^8$ N/m <sup>2</sup>
E = elasticiteits modulus	= $2,0 \cdot 10^{11}$ N/m <sup>2</sup>
p = drukverschil over de wand	= $1,0 \cdot 10^5$ N/m <sup>2</sup>

Hier volgt een wanddikte van  $d = 2,7$  mm (neem 3 mm).

### Contrôle op knik

De bepaalde wanddikte dient gecontroleerd te worden op knik.

Voor vaten met een  $L/D < 10$  is

$$p_t = \frac{2,4 \cdot f \cdot E (d/D)^{5/2}}{(1-\nu^2) L/D} \quad (2)$$

waarin

f = veiligheidsfactor, vanwege de vereenvoudigingen die zijn die zijn toegepast op de theorie van Von Mises en Windenberg	= 0,25
$\nu$ = dwarscontractie coëfficiënt van Poisson	= 0,3

$p_t$  = de toelaatbare druk over de wand  $N/m^2$

Bij een wanddikte van 3 mm is de toelaatbare druk voor knik  $p_t = 1,5 \cdot 10^4 N/m^2$ . Dit is een factor 6,67 te laag. De knik is dus het bepalend criterium.

Voor een toelaatbare druk over de wand van  $p_t = 10^5 N/m^2$  volgt uit (2) een wanddikte  $d = 6,4$  mm, neem  $d = 7$  mm.

### Toeslagen

De interings toeslag is volgens lit(35) 0,05 mm/jaar voor vetzuren. Ga uit van een levensduur van 20 jaar.

Wals toeslag is 0,5 mm. De totale toeslag is dan 1,5 mm.

Totale wanddikte van de kristallisator  $d = 9$  mm.

## 2.X Bepaling van de dampcndensor en de koelmachine.

Aan de hand van de condensatie temperatuur en de hoeveelheid te condenseren damp kan voor een compressie koelmachine de benodigde arbeid bepaald worden.

### Condensatie temperatuur.

De verdampingssnelheid van een vloeistof is afhankelijk van de dampspanning behorende bij de vloeistof temperatuur en van de omgevingsdruk. Deze omgevingsdruk is de dampspanning bij condensatie temperatuur. Dit alles volgens

$$G_v = \alpha_v \cdot A \left( \frac{M}{2\pi RT} \right)^{\frac{1}{2}} (p_{vl} - p_o) \quad (1)$$

waarin

$G_v$  = de verdampingssnelheid  $kg/sec$ .

$M$  = de relatieve molecuulmassa  $kg/kmol$

$R$  = de universele gasconstante  $= 8,314 kJ/kmol.K$

$\alpha_v$  = de verdampingscoëfficiënt (dimensieloos), is vnl. afhankelijk van de oppervlakte spanning.

Ligt in getalswaarde tussen 0 en 1.

$A$  = verdampend oppervlak  $m^2$

$p_{vl}$  = de dampspanning bij vloeistof temperatuur.  $N/m^2$

$p_o$  = de omgevingsdruk.  $N/m^2$

De waarden voor de verdampingscoëfficiënten komen uit lit (19),  
hierbij is voor aceton en methylformiaat een schatting gedaan.  
De dampstromen komen uit tabel 2.

tabel 4: condensor temperaturen °C

	M	T(K)	$p_{vl}$	$G_v = \dot{m}_{s,d}$	$\alpha_v$	$p_o$	$T_c$ (°C)
metanol	32	263	0,019	0,41	0,022	0,017	-12
aceton	58	263	0,047	0,88	0,031	0,045	-12
methylyf.	60	273	0,316	1,13	0,037	0,314	-1

Het warmte overdragend oppervlak V.O. van de condensor wordt  
bepaald a.d.h. van

$$V.O. = \frac{\dot{Q}}{k \cdot T_{ln}} \quad (2)$$

waarin

$\dot{Q}$  = de condensatiewarmte =  $\dot{m}_{s,d} \cdot r_c$  kW

$k$  = de overall-warmteoverdrachtscoëfficiënt,  
deze is volgens lit (3) blz A-9 ongeveer = 500 W/m<sup>2</sup>K

$T_{ln}$  = het logaritmisches temperatuursverschil, wordt zodanig  
gekozen dat het V.O. voor alle drie de solvents gelijk  
is. Op deze wijze is het energie verbruik goed met  
elkaar te vergelijken.

In onderstaande figuur is het temperatuursverloop over de  
condensor weergegeven, voor de drie solvents. Bij de be-  
paling is uitgegaan van:

- een minimum temperatuurs verschil tussen de in- en uit-  
gaande stroom van 6 graden, anders wordt de condensor  
te groot.
- de glycol mag niet kouder zijn dan -30°C, anders is deze  
te viskeus.

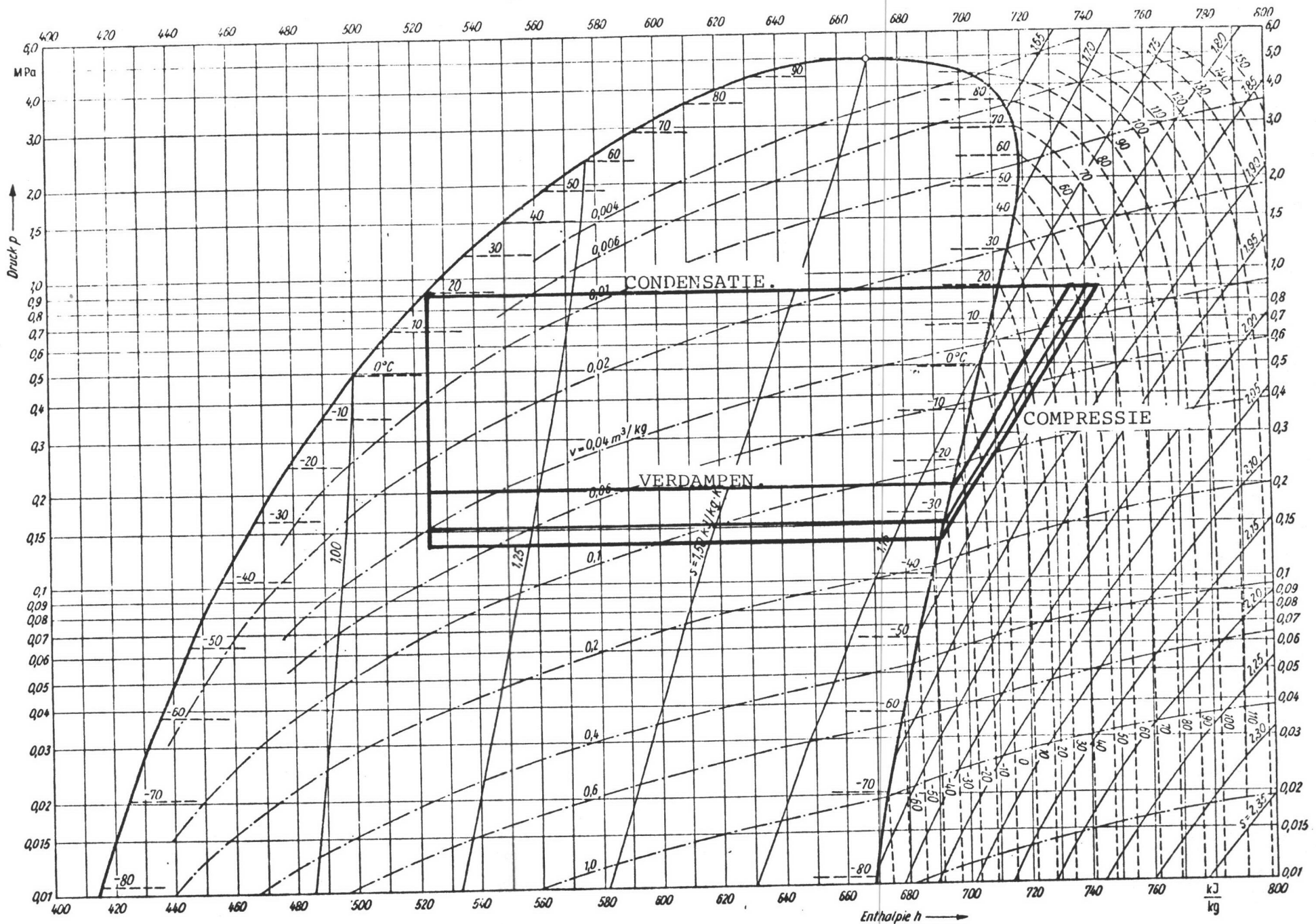
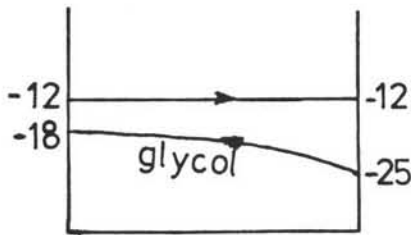


FIG. 6: log p-h diagram voor koudemiddel R 22.

Beilagediagramm III. lg p,h-Diagramm für R 22 ( $\text{CHF}_2\text{Cl}$ )

Nach II.KA-Berechnungskatalog bearbeitet an der Technischen Universität Dresden, Lehrgebiet Kältetechnik, 1976.

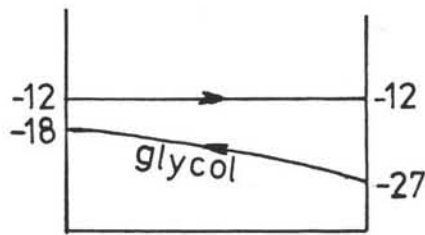
Het verloop van de temperatuur over de condensor.



Aceton

$$\dot{Q}_C = 0,88 \cdot 510 = 450 \text{ kW}$$

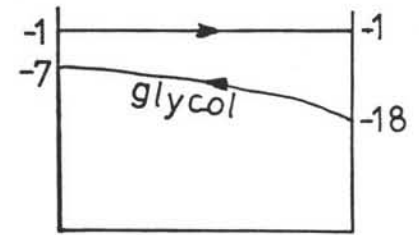
$$T_{ln} = 9$$



Methanol

$$\dot{Q}_C = 0,41 \cdot 1190 = 488 \text{ kW}$$

$$T_{ln} = 9,8$$



Methylformiaat

$$\dot{Q}_C = 1,13 \cdot 470 = 530 \text{ kW}$$

$$T_{ln} = 10,6$$

Voor alle drie de solvents is op deze wijze het V.O. = 100 m<sup>2</sup>.

### Bepaling van de koelarbeid.

De totaal te onttrekken warmtestroom  $\dot{Q}_t$  bestaat uit

- de condensatie warmte  $\dot{Q}_C$ ,
- de koeling van de wassolvent, tenminste het aanvullende deel dat buiten het condensaat nodig is. Het condensaat heeft natuurlijk al een voldoende lage temperatuur.

Deze warmtestroom  $\dot{Q}_w$  bedraagt

$$\dot{Q}_w = (\dot{m}_{s,w} - \dot{m}_{s,d}) c_{w,s} (T_s - T_{s,w}) \text{ kW.}$$

De koelarbeid is bepaald a.d.h. van een log p-H diagram voor R 22, dit is een veel toegepast koudemiddel.

Voor de verdampers is ook weer uitgegaan van een minimum temperatuursverschil van 6 graden. Hierdoor kan de verdampingswarmte  $r_{v,r}$  uit de grafiek worden afgelezen.

In tabel 5 zijn alle waarden uitgezet.

Hierin is

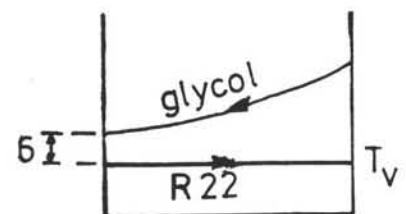
$r_{v,r}$  = de verdampingswarmte per kg koudemiddel bij  $T_v$ .

$T_v$  = de temperatuur waarbij het koudemiddel verdampt

en is -25 - 6 = -31 voor aceton,

-27 - 6 = -33 voor methanol,

-18 - 6 = -24 voor methylformiaat.



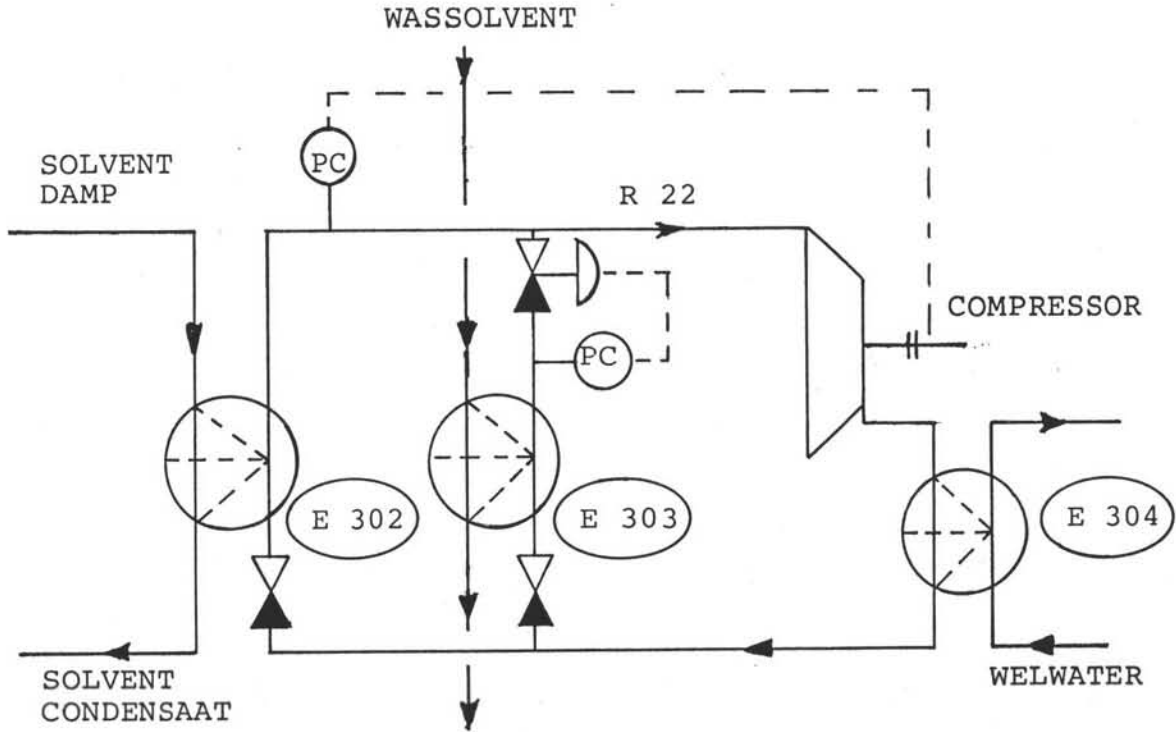


Fig. 7: Toepassing van een compressie koelinstallatie.

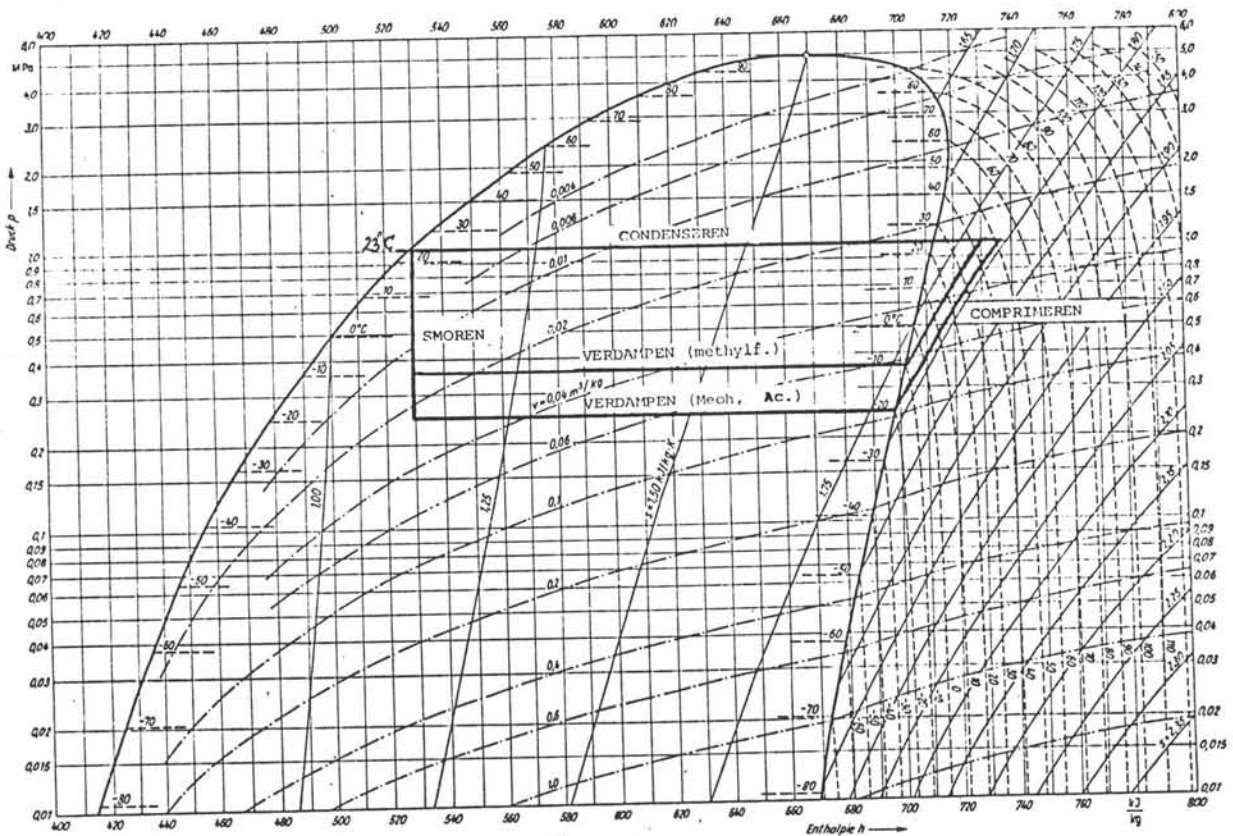


Fig. 8: log p-H diagram van R 22.

ad. 2.X. Bepaling van condensor E 302 en de koelinstallatie.

Het gebruik van een tussenmedium als glycol wordt, volgens lit.(53), toegepast bij grote installaties met meerdere parallel opgestelde koelers. Dit is gedaan omdat bij dergelijk grote installaties de koudemiddelverdeling bij directe verdamping problemen kan geven. In dit geval is er echter sprake van een middelgrote installatie waarbij geen duur tussen medium nodig is. Het koudemiddel, R 22, zal dus direct verdampen tegen de condenserende solvent damp in condensor E 302. Paralel aan deze condensor zal de koeler E 303 van de wassolvent staan. (zie fig.7) De temperatuurs regeling van E 302, de grootste koeler, gebeurt via een drukregelaar op de schroefcompressor. De temperatuurs regeling van E 303 gebeurt via een regelbaar smoorventiel.

Voor dit systeem zal de kostenanalyse worden uitgevoerd.

De condensatie temperatuur van de solvent damp blijft gelijk n.l.  $-12^{\circ}\text{C}$  voor methanol en aceton,  $-1^{\circ}\text{C}$  voor methylformiaat. De verdampings temperatuur van het koudemiddel R 22 wordt resp.  $-20^{\circ}\text{C}$  en  $-10^{\circ}\text{C}$  genomen.

De totale warmte overdrachtscoëff.  $k = 600 \text{ W/m}^2\text{K}$ . (lit.(3)). De condensatie warmte  $Q_c$  is bekend dus het V.O. van E 302 is te bepalen. (zie tabel 6)

Het V.O. van E 303 is op een zelfde wijze bepaald, met een warmte overdrachtscoëff.  $k = 850 \text{ W/m}^2\text{K}$ . De te onttrekken warmte is

$$Q_{w,k} = (\dot{m}_{s,w} - \dot{m}_{s,d}) \cdot c_{w,s} (T_s - T_{s,w}) \quad \text{kW}$$

zie verslag blz. 2-X-3.

De koelinstallatie wordt gekoeld met welwater dat van  $14^{\circ}\text{C}$  naar  $17^{\circ}\text{C}$  zal worden opgewarmd. Het koudemiddel condenseert bij  $23^{\circ}\text{C}$ .

Uitgaande van de totaal te onttrekken warmte  $Q_t = Q_c + Q_{w,k}$  is uit het log p-H diagram voor R 22, de benodigde hoeveelheid  $\dot{m}_{R22}$  (kg/sec), het theoretisch compressorvermogen  $P_{th}$  en de door het welwater af te voeren warmte  $Q_w$  bepaald. (beide in kW) Met  $\dot{Q}_w$  is de koelwater condensor bepaald ( $k = 850 \text{ W/m}^2\text{K}$ .) en de benodigde hoeveelheid welwater  $\dot{m}_w$  (t/h).



Tabel 6: Het V.O. van E 302, E 303, E 304 en de dimensies van de koelinstallatie voor verschillende solvents.

	$Q_c$ (kW)	V.O. E302 (m <sup>2</sup> )	$Q_w$ (kW)	V.O. E303 (m <sup>2</sup> )	$Q_t$ (kW)	$\dot{m}_{R22}$ (kg/s)	$P_{th}$ (kW)	$P_w^{1)}$ (kW)	$Q_w$ (kW)	V.O. E304 (m <sup>2</sup> )	$\dot{m}_w$ (10 <sup>3</sup> kg/h)
Methanol	488	105	103	7	591	3,5	140	165	730	116	210
Aceton	450	83	12	1	462	2,8	112	135	585	93	165
Methylformiaat	530	88	22	2	522	3,2	87	105	640	102	180

ad. 1):  $P_w$  = het werkelijk te verwachten compressorvermogen bij een rendement van 85%.

$p_c$  = de isentropische compressie arbeid per kg R 22 in kJ/kg.

$\dot{m}_r$  = de benodigde hoeveelheid R 22 =  $\dot{Q}_t / r_{v,r}$  kg/s

$P_c$  = theoretische compressor arbeid =  $\dot{m}_r \cdot p_c$  in kW.

De koelmachine wordt gekoeld met koelwater van 20°C.

tabel 5: koelarheid voor verschillende solvents.

	$\dot{Q}_w$	$\dot{Q}_t$	$T_v$	$r_{v,r}$	$\dot{m}_r$	$p_c$	$P_c$	$P_{c,w}$
methanol	103	591	-33	169	3,5	49	172	200
aceton	12	462	-31	171	2,7	45	122	145
methylf.	22	551	-24	174	3,7	38	140	165

In de laatste kolom is het werkelijk te verwachten compressor vermogen uitgezet, waarbij is uitgegaan van een 85% rendement.

## 2.XI Overige dimensionering.

### Kritische snelheid.

De dampvolumina zijn zo groot bij de optredende lage dampdrukken, dat de kans op het bereiken van de kritische snelheid groot is.

Voor deze kritische, of geluidssnelheid, geldt

$$c_g = \sqrt{\frac{k \cdot R \cdot T}{m}} \quad \text{m/s} \quad (1)$$

waarin

$k = c_p / c_v$  is de verhouding tussen de soort. warmten van de damp.

$R$  = algemene gasconstante = 8,314 J/mol.K

$T$  = abs. temperatuur van de damp K

$m$  = rel. molecuulgewicht kg/mol.

Met de volumestroom van de damp en de krit. snelheid kan de minimale pijpdiameter naar de condensor worden bepaald. ( $=D_{\min}$ )

tabel 6: minimale pijpdiameter voor dampafvoer.

	k	T	c <sub>g</sub>	$\dot{V}_d$ m <sup>3</sup> /s	D <sub>min</sub> m.
methanol	1,23	263	290	14,2	0,25
aceton	1,12	263	205	6,34	0,2
methylf.	1,33	273	224	1,35	0,09

De minimale vloeistof hoogte boven de voedings inlaat.

De minimale vloeistof hoogte is bepaald door

$$h_{\min} = \frac{p_v - p_{kr}}{\rho_m \cdot g}$$

waarin

$p_v$  = de dampspanning van de voeding N/m<sup>2</sup>

$p_{kr}$  = de dampspanning in de kristallisator N/m<sup>2</sup>

$\rho_m$  = de soort. dichtheid van de vloeistof kg/m<sup>3</sup>

zie tabel 3.

$g = 9.81 \text{ m/s}^2$

Hieruit volgt dat

$h_{\min} = 0,68 \text{ m}$  voor methanol

1,92 m voor aceton

2,54 m voor methylformiaat

De geschetste kristallisator uit figuur 4 voldoet hieraan.

## 2.XII Warmtewisselaar voorkoeling.

Op de hierop volgende specificatiebladen is weergegeven hoe groot de warmtewisselaars zijn van de voorkoeling E 301, voor de drie solvents.

WARMTEWISSELAARSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E 301			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....		: Koelen Methanol	
Positie.....		: Horizontaal	
Type.....		: Shell and Tube	
Capaciteit (benodigd).....		550	kW
Warmtewisselendoppervlak.....		190	m <sup>2</sup>
Aantal passages pijpzijde.....		10	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :		260	W/m <sup>2</sup> .K
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde	Pijpzijde
Soort Fluidum		Methanol	Methanol/ Oleïne
Massastroom  kg/hr	totaal.....	12225	15450
	vloeistofdeeltjes.....	12225	15450
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	2,61	2,35
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	---	---
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	---	---
	Temperatuur IN,.....°C.	65	-5
	Temperatuur UIT.....°C.	3	46
	Werkdruk.....bar	atmosf.	atmosf.

WARMTEWISSELAARSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E 301			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....	: Koelen aceton		
Positie.....	: Horizontaal		
Type.....	: Shell and Tube		
Capaciteit (benodigd).....	323	kw	
Warmtewisselendoppervlak.....	133	m <sup>2</sup>	
Aantal passages pijpzijde.....	8		
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :	260	W/m <sup>2</sup> .K	
BEDRIJFSCONDITIONES :			
	Mantelzijde	Pijpzijde	
Soort Fluidum	Aceton	Aceton/ Oleïne	
Massastroom  kg/hr	totaal.....	9880	12400
	vloeistofdeeltjes.....	9880	12400
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	2,22	2,20
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	---	---
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	---	---
	Temperatuur IN,.....°C.	56	-5
	Temperatuur UIT.....°C.	3	41
	Werkdruk.....bar	atmosf.	atmosf.

WARMTEWISSELAARSSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E 301			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....		Koelen Methylformiaat	
Positie.....		Horizontaal	
Type.....		Shell and Tube	
Capaciteit (benodigd).....		190	kW
Warmtewisselendoppervlak.....		108	m <sup>2</sup>
Aantal passages pijpzijde.....		4	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :		260	W/m <sup>2</sup> .K
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde	Pijpzijde
Soort Fluidum		Methylf.	Methylf./ Oleïne
Massastroom  kg/hr	totaal.....	18060	18850
	vloeistofdeeltjes.....	18060	18850
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	2,0	2,06
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	---	---
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	---	---
	Temperatuur IN.....°C.	32	5
	Temperatuur UIT.....°C.	13	23
	Werkdruk.....bar	atmosf.	atmosf.

Hoofdstuk 3

SUPERKRITISCHE GASEXTRACTIE.

## INHOUD.

	Symbolenlijst	i
3.0.	Inleiding	3.1
3.1	Beschrijving van het proces	3.2
3.2	De scheidingskolom voor het stearine/oleïne mengsel	3.4
3.3	De CO <sub>2</sub> -afscheiders	3.15
3.4	Atmosferische deel	3.18
3.5	Procesregeling	3.48
3.6	Conclusies	3.50
Appendices		
3-I	Stroomdiagram voor het programma ter bepaling van het aantal schotels	3.I.1
3-II	Berekening van de kolomdiameter	3.II.1
3-III	Berekening van de wanddikte van de kolom	3.III.1
3-IV	De verwarmingsspiralen in kolommen K402 en K403	3.IV.1
3-V	De settler voor het systeem benzeen-water	3.V.1
3-VI	Warmtewisselaarspecificatiebladen	3.VI.1



SYMBOLENLIJST.

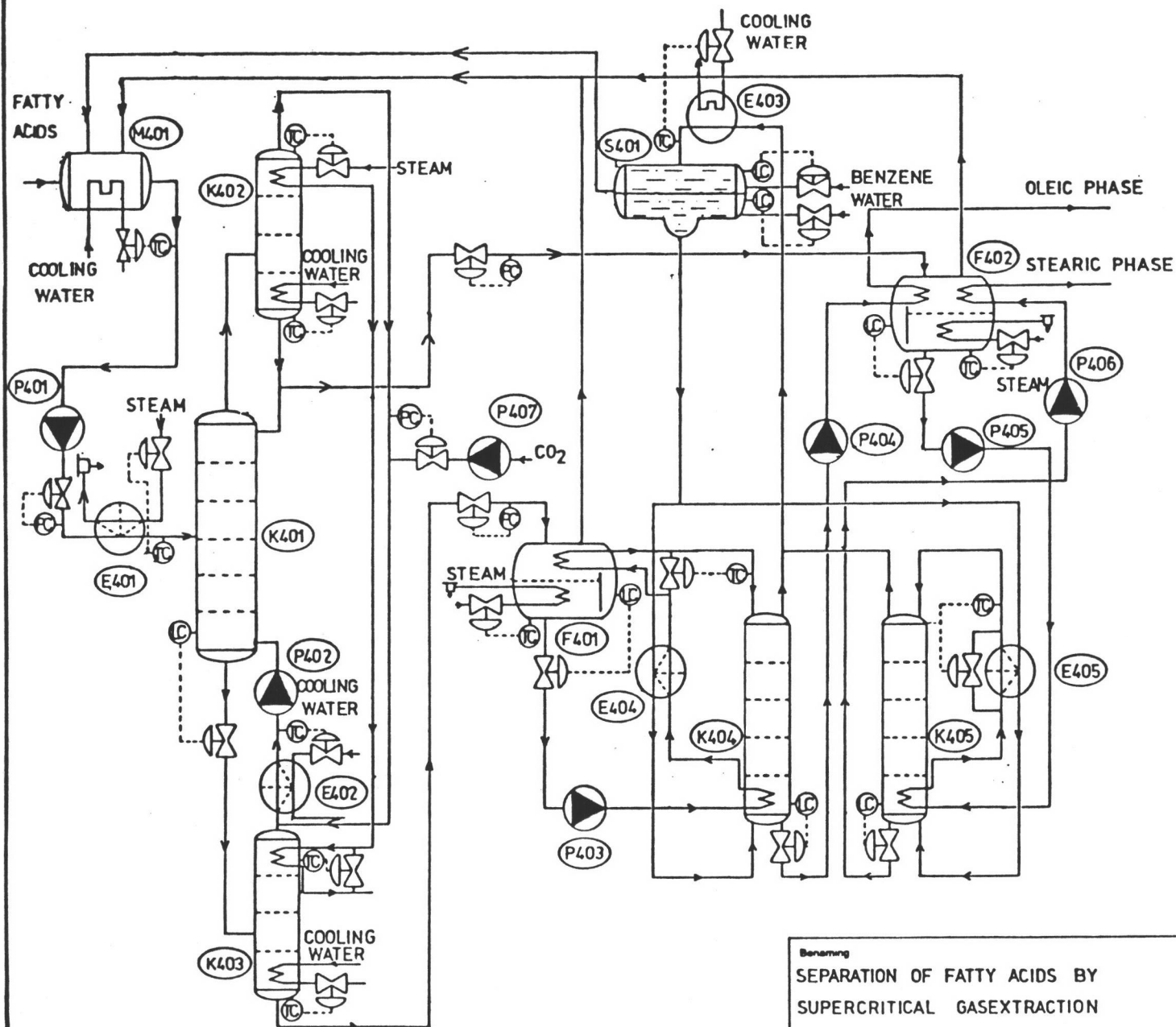
$A_{\text{kolom}}$	$\text{m}^2$	kolom oppervlakte
$A_n$	$\text{m}^2$	geprojecteerde oppervlakte
$A_u$	$\text{m}^2$	warmtewisselend oppervlak
$a_i$	--	parameter voor de SRK-vergelijking
$a_{ij}$	--	parameter voor de PR-vergelijking
$b$	$\text{m}^{-1}$	breedte overlooprand/schoteloppervlak
$b_i$	--	parameter voor de SRK-vergelijking
$C$	$\text{g/l}$	oplosbaarheid
$c_p$	$\text{J/kg K}$	soortelijke warmte
$C_p$	$\text{J/kg}$	warmte capaciteit
$C_w$	--	weerstandscoefficient
$D$	$\text{m}$	kolomdiameter
$d$	$\text{mm}$	wanddikte
$E_{\text{mog}}$	--	schotelrendement, overall gaszijde
$E_o$	--	schotelrendement, gemiddeld
$E_{\text{pog}}$	--	schotelrendement, plaatselijk gaszijde
$F_n$	$\text{N}$	windkracht
$f$	$\text{N/mm}^2$	ontwerpspanning
$G, G'$	$\text{mol/s}$	gasstroom
$G_i$	$\text{kg}$	massa, inhoud van de kolom
$G_k$	$\text{kg}$	massa kolom
$G_{\text{totaal}}$	$\text{kg}$	massa, kolom plus inhoud
$g$	$\text{m/s}^2$	versnelling van de zwaartekracht
$H_s$	$\text{m}$	schotelafstand
$H_w$	$\text{m}$	hoogte overlooprand
$h$	$\text{m}$	hoogte kolom
$K_i$	--	evenwichtsconstante
$K_{ij}$	--	interactie parameter
$k_g$	$\text{m/s}$	stofoverdrachtscoefficient, gaszijde
$k_l$	$\text{m/s}$	stofoverdrachtscoefficient, vloeistofzijde
$k_{\text{og}}$	$\text{m/s}$	stofoverdrachtscoefficient, overall
$L, L'$	$\text{mol/s}$	vloeistofstroom
$M_{\text{by}}$	$\text{Nm}$	buigend moment ter plaatse y

$M_g$	kg/kmol	moleculair gewicht, damp
$M_l$	kg/kmol	moleculair gewicht, vloeistof
$m_i$	--	parameter voor de SRK-vergelijking
$N_{og}$	--	aantal stofoverdrachtseenheden, overall gaszijde
$n$	--	schotel nummer
$P$	bar	druk
$P_d$	MPa	berekeningsdruk
$P_{kr}$	bar	kritische druk
$P_r$	bar	gereduceerde druk
$P_w$	$N/m^2$	stuwdruk
$P_y$	N	gewichtsbelasting
$\dot{Q}$	$m^3/s$	volume debiet
$R$	J/mol K	gasconstante
$R_e(\theta_m)$	$N/mm^2$	rekgrens bij een temperatuur $\theta_m$ °C
$T$	K	temperatuur
$T_{kr}$	K	kritische temperatuur
$T_r$	K	gereduceerde temperatuur
$u_g$	m/s	gassnelheid
$V, V'$	mol/s	gasstroom
$\dot{V}$	$m^3/s$	gas debiet
$x$	--	vloeistoffractie
$y$	--	gasfractie
$z$	--	verzwakkingsfactor
$\alpha_i$	--	parameter voor de SRK-vergelijking
$\eta_l$	$Ns/m^2$	viscositeit, vloeistof
$\theta_m$	°C	materiaaltemperatuur
$\lambda$	--	belastingsfactor
$\rho$	$kg/m^3$	dichtheid
$\sigma$	N/m	oppervlakte spanning
$\sigma_*$	$N/mm^2$	spanning in de kolom
$\phi$	--	flowparameter

### 3.0. INLEIDING

Een alternatief voor de scheiding van een stearine/oleïne mengsel door solvent kristallisatie is de toepassing van superkritische gasextractie. Door het werk van Brunner [ 5 ] lijkt dit een veelbelovende techniek voor de scheiding van stoffen waarvan er minstens één een lage vluchtigheid heeft. De werking van de extractie berust op het feit dat een gas, bijvoorbeeld CO<sub>2</sub>, onder superkritische omstandigheden een hogere concentratie van een stof kan bevatten dan op grond van de dampspanningen verwacht kan worden. Door toevoegen van een hulpstof kan, naast een verhoging van de concentratie van een stof in de superkritische gasfase, een hogere selectiviteit verwacht worden. De concentratie verhoging kan verklaard worden in de verhoogde dichtheid van het gas (vloeistof-karakter), die gepaard gaat met lage viscositeiten en hoge diffusie coëfficiënten (gas-karakter). Omdat stearine en oleïne chemisch verwante stoffen zijn, is het gebruik van zo'n hulpstof onontbeerlijk. Zonder deze stof kan bij dit systeem geen selectiviteit verwacht worden.

In dit hoofdstuk zal het proces beschreven worden en uitgaande van gegevens, voornamelijk verkregen uit een patent van Peter [36], zal enige aandacht besteed worden aan enkele constructieve aspecten.



PROCESS EQUIPMENT	
P407	CO <sub>2</sub> -PUMP
P406	STEARINE - PUMP
P405	STEARINE - PUMP
P404	OLEINE - PUMP
P403	OLEINE - PUMP
P402	CO <sub>2</sub> -PUMP
P401	FEEDPUMP
M401	MIXER
K405	DISTILLATIONCOLUMN
K404	DISTILLATIONCOLUMN
K403	CO <sub>2</sub> -SEPARATOR
K402	CO <sub>2</sub> -SEPARATOR
K401	EXTRACTIONCOLUMN
F402	FLASHTANK
F401	FLASHTANK
E405	HEATEXCHANGER
E404	HEATEXCHANGER
E403	CONDENSOR
E402	CO <sub>2</sub> -COOLER
E401	FEEDHEATER
S401	SETTLER
CONTROL EQUIPMENT	
C	CONTROL
L	LEVEL
P	PRESSURE
T	TEMPERATURE
Benaming <b>SEPARATION OF FATTY ACIDS BY            SUPERCritical GASEXTRACTION</b>	
Technische Hogeschool Delft Werktuigbouwkunde Lab Apparatenbouw Proc. Ind	
Doc: G-GROEP	dat 13-4-1984
Doc:	Nr. 4

figuur 3.1.1; flowsheet van het superkritisch gasextractie proces.

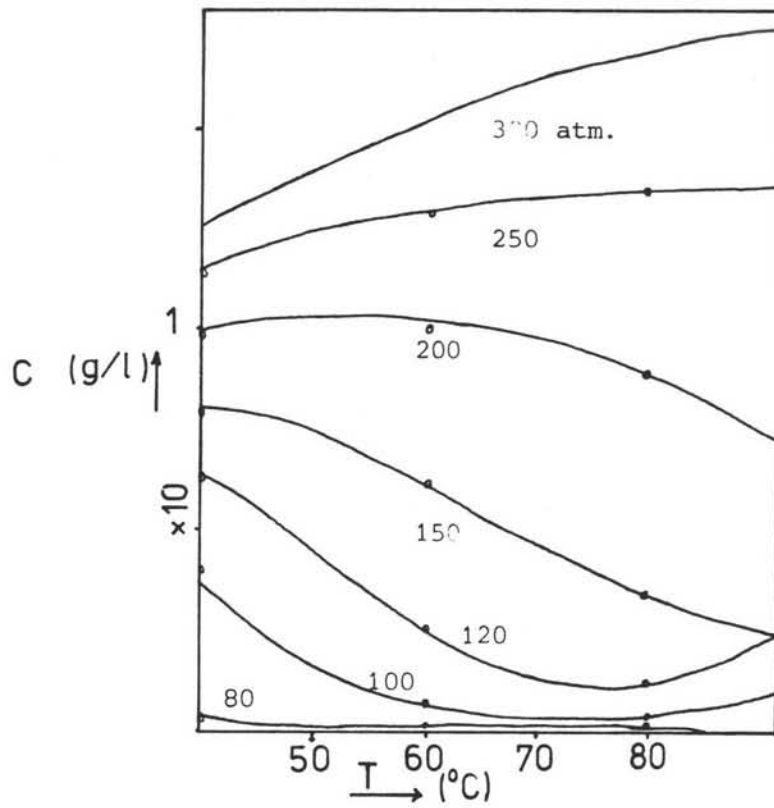
### 3.1. BESCHRIJVING VAN HET PROCES.

In figuur 3.1.1 is het flowsheet weergegeven van het proces. De scheiding van het stearine/oleïne mengsel vindt plaats in kolom K401. De voeding bestaat uit een mengsel van stearine en oleïne waaraan benzeen, de hulpstof, toegevoegd is. Het CO<sub>2</sub>-gas wordt onder hoge druk onderin de kolom toegevoerd. Het bodemproduct bestaat dan uit oleïne en benzeen met een klein beetje stearine en CO<sub>2</sub>. Het topproduct bevat voornamelijk CO<sub>2</sub> en benzeen met daarin opgelost stearine en een weinig oleïne. Het hele proces verloopt bij een druk waarbij het CO<sub>2</sub>-gas superkritisch is.

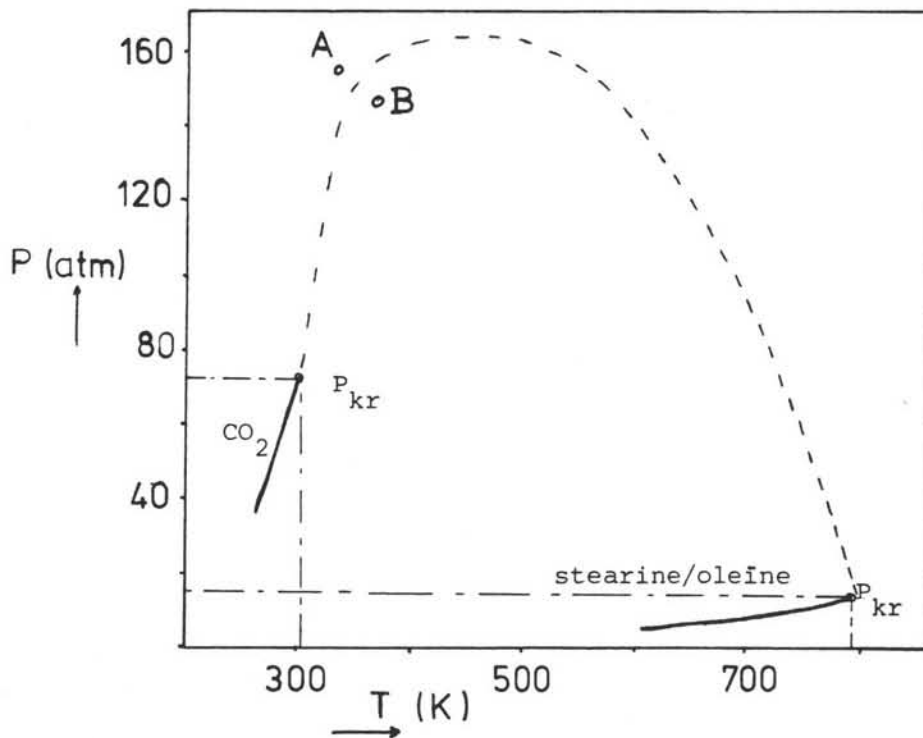
In de kolommen K402 en K403 wordt respectievelijk stearine en oleïne van het CO<sub>2</sub>-gas gescheiden. Een gedeelte van het bodemproduct van kolom K402 wordt bovenin kolom K401 als reflux toegevoerd.

De beide producten zijn nu nog verontreinigd met benzeen. In het lage-druk gedeelte van het proces wordt benzeen zoveel mogelijk verwijderd. Dit gebeurt in twee stappen. Het grootste gedeelte wordt in de vaten F401 en F402 uit het product afgedampt. Het laatste restje wordt met behulp van stoom uit de stearine- en oleïnestroom gestript. Dit gebeurt in de kolommen K404 en K405. Vanwege de vereiste grote zuiverheid bleek het niet mogelijk dit in één stap te doen. De stoom- benzeen- en CO<sub>2</sub> stromen worden gerecirculeerd. De menging van de voedingstroom voor kolom K401 met benzeen vindt plaats in een mixer, M401. Omdat de voedingstroom geheel vloeibaar moet zijn voordat het op druk gebracht kan worden, moet in de mixer gekoeld worden.

In de nu volgende paragrafen worden de verschillende onderdelen, kolom K401, de kolommen K402 en K403 en het lage-druk gedeelte afzonderlijk behandeld.



figuur 3.2.2: Afhangelijkheid van de oplosbaarheid bij temperatuurveranderingen of drukvariaties voor het systeem tripalmitine- $\text{CO}_2$ .



figuur 3.2.3: Druk-temperatuur diagram voor een stearine/olefine mengsel met  $\text{CO}_2$ .

### 3.2. DE SCHEIDINGSKOLOM VOOR HET STEARINE/OLEÏNE MENGSEL.

De scheiding van een stearine/oleïne mengsel, twee stoffen met een lage vluchtigheid, is bij lage temperatuur mogelijk met behulp van superkritisch gas. De druk en temperatuur van het gas worden zodanig gekozen dat het gas zich in de superkritische toestand bevindt. Voor CO<sub>2</sub> zijn volgens S. Peter [36] een druk van 145 bar en een temperatuur van 90 à 100 °C. bruikbare waarden bij het scheiden van een stearine/oleïne mengsel. De oplosbaarheid van een laag vluchtige stof in gecompriëerd gas neemt namelijk toe bij toenemende dichtheid. Bij drukverhoging geeft dit in het algemeen een exponentiële toename van de oplosbaarheid. De temperatuurafhankelijkheid is minder eenvoudig. Bij temperatuurstijging neemt de dichtheid van het gas af. Daar tegenover staat een toename van de dampdruk van de zware component. Deze twee gevolgen samen bepalen de uiteindelijke temperatuurafhankelijkheid zoals weergegeven is in figuur 3.2.2. In deze figuur is bij een bepaalde temperatuur ook de invloed van drukvariëaties op de oplosbaarheid te zien.

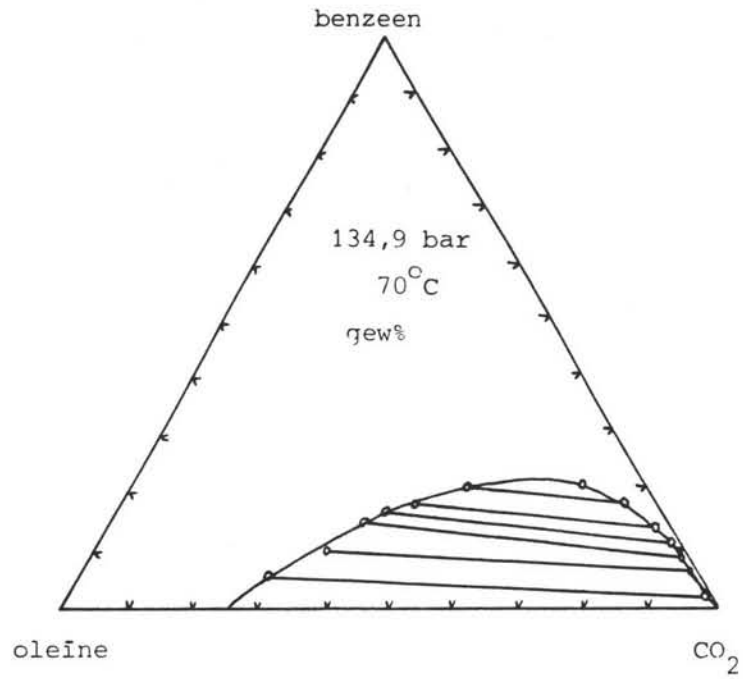
De keuze van temperatuur en druk kan geschieden met behulp van een druk-temperatuur diagram (figuur 3.2.3). De waarden van de kritische druk en temperatuur zijn voor stearine, oleïne en CO<sub>2</sub> weergegeven in tabel 3.2.1.

	P <sub>kr</sub> (atm)	T <sub>kr</sub> (K)
stearine	14,29	788,3
oleïne	13,88	781,0
CO <sub>2</sub>	73,82	304,2

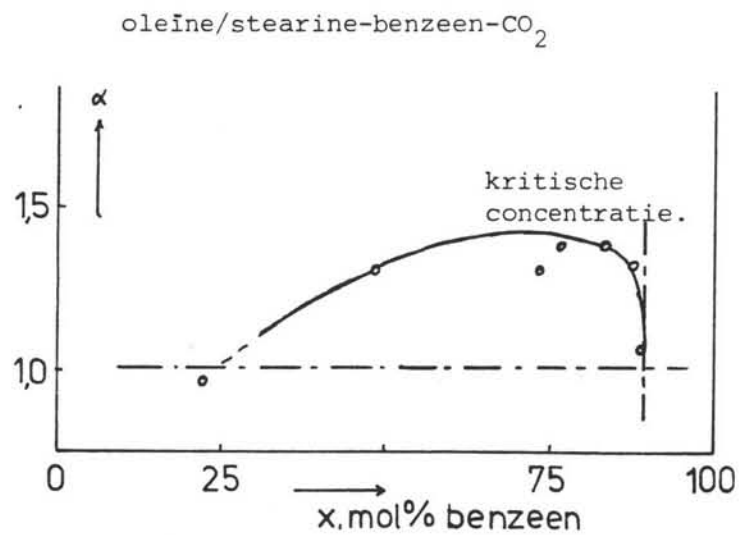
tabel 3.2.1: Kritische gegevens van stearine, oleïne en CO<sub>2</sub>.

De lijn die de kritische punten met elkaar verbindt is in figuur 3.2.3 gestreept weergegeven. Indien nu druk en temperatuur zodanig gekozen zijn dat het bijbehorende punt buiten het twee fasen gebied vloeistof/gas ligt, bijvoorbeeld punt A, dan wordt het mengsel CO<sub>2</sub> met stearine en oleïne niet in een gas - en vloeistoffase gescheiden. Om het extractie proces uit te voeren moeten druk en temperatuur binnen het twee fasen gebied gekozen worden (bijvoorbeeld punt B).

Omdat de dampspanningen van stearine en oleïne zeer weinig van elkaar verschillen is het niet mogelijk alleen met gecompriëerd



figuur 3.2.4: Driehoeks diagram voor het systeem  $\text{CO}_2$ -olefine-benzeen.



figuur 3.2.5: De scheidingsfactor bij toevoegen van benzeen.



gas te werken omdat de relatieve vluchtigheid niet wezenlijk beïnvloed wordt. Toepassen van een hulpstof biedt dan uitkomst. Afhankelijk van de chemische aard en de relatieve hoeveelheid van deze stof wordt de selectiviteit vergroot. Een groot voordeel bij het gebruik ervan vormt bovendien de toegenomen temperatuurinvloed op de oplosbaarheid van de zware component. Hiervan wordt in de kolommen K402 en K403 gebruik gemaakt om de stearine of oleïne van  $\text{CO}_2$  te scheiden. Uit figuur 3.2.4 blijkt de invloed op de oplosbaarheid van oleïne in  $\text{CO}_2$ -gas indien benzeen toegevoegd wordt. Voor stearine is een overeenkomstig figuur te verwachten, met dit verschil dat door toevoegen van benzeen meer stearine in de gasfase oplost. Hierdoor bevat de topstroom meer stearine dan oleïne en de bodemstroom meer oleïne. De afhankelijkheid van de scheidingsfactor bij verandering van de hulpstofconcentratie is voor het systeem oleïne/stearine-benzeen- $\text{CO}_2$  weergegeven in figuur 3.2.5. De scheidingsfactor neemt bij toenemende concentratie van de hulpstof toe, gaat door een maximum en wordt 1 bij een bepaalde kritische hoeveelheid.

### 3.2.1. Berekenen van het aantal schotels in de scheidingskolom.

Om het aantal schotels te berekenen is het noodzakelijk dat de evenwichtgegevens bekend zijn. Met behulp van deze evenwichtgegevens kan dan een schotel op schotel berekening uitgevoerd worden door voor elke schotel de massabalans op te stellen. In het patent van S. Peter [36] worden een ontwerp en een aantal condities gegeven voor de scheiding van een stearine/oleïne mengsel met superkritisch  $\text{CO}_2$  en benzeen als hulpstof. Er wordt echter niet beschreven hoe de berekeningen gemaakt zijn of waar de evenwichtgegevens vandaan komen. Brunner [5] heeft een studie gemaakt over superkritische gasextractie. Uit zijn werk blijkt echter dat hij niet zo zeer gewerkt heeft aan de scheiding van laag vluchtige stoffen, maar hij geeft, uitgaande van een vaste verhouding van bijvoorbeeld stearine en oleïne, de evenwichtgegevens van dat mengsel bij verschillende concentraties benzeen en  $\text{CO}_2$ . Hieruit zijn niet de aparte evenwichtgegevens van stearine respectievelijk oleïne te verkrijgen. Tevens geeft hij aan dat de gegevens niet alleen door berekeningen verkregen kunnen worden maar dat er ook experimenten uitgevoerd moeten worden om resultaten te verkrijgen.

Om toch tot een berekening van het aantal schotels te komen, is getracht de evenwichtconstante K voor elke stof van het vier componenten systeem te bepalen met de kooklijn van het mengsel. In Process is hiervoor een programma aanwezig. Voor deze berekening moet een toestandsvergelijking gekozen worden. De Soave-Redlich-Kwong vergelijking (afgekort SRK) komt hiervoor in aanmerking, omdat deze vergelijking fase gedrag in het kritische gebied kan voorspellen. Ook heeft Brunner [5] van deze vergelijking gebruik gemaakt, zodat enige stofgegevens bekend zijn. De SKR-vergelijking luidt:

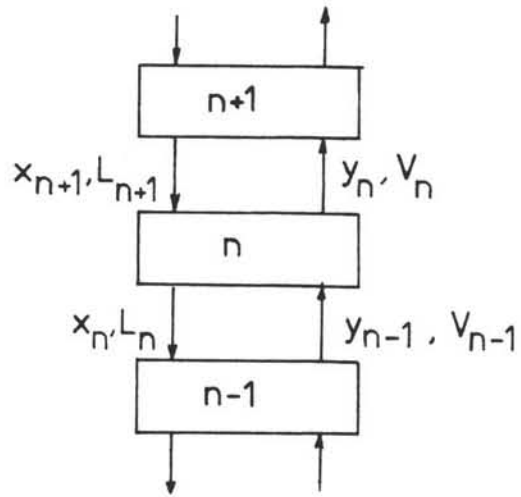
$$P = \frac{RT}{V-b} - \frac{(a\alpha)}{V(V+b)} \quad (3.2.1)$$

$$\left. \begin{aligned} \text{met } a_i &= 0,42747R^2T_{kr,i}^2/P_{kr,i} \\ \alpha_i^{0,5} &= 1+m_i(1-T_{ri}^{0,5}) \\ m_i &= 0,480 + 1,574\omega_i - 0,17\omega_i^2 \\ T_{ri} &= T_i/T_{kr,i} \\ (a\alpha) &= \sum_i^n \sum_j^n x_i x_j a_i^{0,5} a_j^{0,5} \alpha_i^{0,5} \alpha_j^{0,5} (1-K_{ij}) \\ b &= 0,08664 \frac{RT_{kr,i}}{P_{kr,i}} \end{aligned} \right\} \text{voor iedere component } i.$$

De acentriciteitsfactoren  $\omega_i$  voor de stoffen zijn met behulp van correlaties bepaald. De interactie parameters  $K_{ij}$  tussen twee stoffen zijn gedeeltelijk uit het werk van Brunner [5] gehaald. De gebruikte waarden zijn weergegeven in tabel 3.2.2.

tabel 3.2.2: interactie parameters voor de verschillende stoffen paren i,j.

stoffen paar	$K_{ij}$
CO <sub>2</sub> -benzeen	0,12
CO <sub>2</sub> -stearine	0,08
CO <sub>2</sub> -oleïne	0,08
benzeen-stearine	-0,05
benzeen-oleïne	-0,05
stearine-oleïne	0



figuur 3.2.6: Stofbalans in de top- of bodemsectie van de kolom.

Alleen de  $K_{ij}$ -waarden voor de paren  $\text{CO}_2$ -stearine en  $\text{CO}_2$ -oleïne zijn gecorreleerde waarden. Omdat stearine en oleïne chemisch verwante stoffen zijn, zijn de interactie parameters van  $\text{CO}_2$ -stearine en  $\text{CO}_2$ -oleïne gelijk. Hetzelfde geldt voor de paren benzeen-stearine en benzeen-oleïne. Tevens kan de  $K_{ij}$ -waarde voor stearine-oleïne nul gesteld worden.

Voor de verdere berekeningen moeten de massabalansen over de hele kolom en over iedere schotel apart berekend worden. Uitgaande van een samenstelling, die in de bodem moet gelden, en een die in de top gevraagd wordt, kan dan in twee richtingen gewerkt worden, totdat de samenstelling van de voedingschotel ongeveer bereikt wordt. De massabalans op schotel  $n$  luidt (zie ook figuur 3.2.6):

$$V_{n,i} + L_{n,i} = V_{n-1,i} + L_{n+1,i} \quad (3.2.2)$$

$$V_{n,i}y_{n,i} + L_{n,i}x_{n,i} = V_{n-1,i}y_{n-1,i} + L_{n+1,i}x_{n+1,i} \quad (3.2.3)$$

De evenwichtsvergelijking voor deze schotel luidt:

$$y_{n,i} = K_{n,i}x_{n,i} \quad (3.2.4)$$

Deze drie vergelijkingen gelden voor iedere component  $i$ .

Uit de kooklijn van de stroom met samenstelling  $x_n$  worden de  $K$ -waarden bepaald. Voor de bodemsectie van de kolom kan nu uitgaande van de bodem specificatie de samenstellingen  $y_n$  en  $x_{n+1}$  bepaald worden. Op deze manier kunnen dan alle schotels doorgerekend worden. In appendix 3-I is een stroomschema gegeven voor een computerprogramma dat bij de schotel op schotel berekening gebruikt kan worden.

Bij het gebruik van deze methode ontstonden problemen nadat een aantal schotels doorgerekend waren. De verhouding oleïne/stearine veranderde niet of nauwelijks, waaruit geconcludeerd kan worden dat er geen scheiding optreedt. Tevens vertoonde het temperatuurprofiel over de kolom onverklaarbare sprongen. De  $K$ -waarden die met Process berekend werden hadden op die schotels, waar het fout liep, een waarde die in de buurt lag van 1. Dit wil zeggen dat druk en temperatuur dicht in de buurt van het kritische punt van het mengsel lagen. Uit de beschrijving in de handleiding van Process [38] bleek dat de gekozen toestandsvergelijking, SRK, in de buurt van het kritische punt geen goede resultaten geeft. Dat de gevolgde methode wel bruikbaar is, indien ver van het kritische punt gebleven wordt, is

getest met een mengsel van meta-xyleen, benzeen en toluen. Dit gaf wel goede resultaten.

Om de problemen bij het kritische punt te omzeilen, is het nodig een andere toestandsvergelijking te gebruiken. Een vergelijking die het wel zou moeten doen is de Peng-Robinson vergelijking. Deze luidt:

$$P = \frac{RT}{V-b} - \frac{a(T)}{V(V+b)+b(V-b)} \quad (3.2.5)$$

$$\text{met } a(T) = \sum_i \sum_j x_i x_j a_{ij}$$

$$b = \sum_i x_i b_i$$

$$a_{ij} = (1-K_{ij}) a_i^{0,5} a_j^{0,5}$$

$a_i$ ,  $a_j$  en  $b_i$  zijn factoren die van de gereduceerde temperatuur afhangen en met Process berekend worden.

De interactie parameter  $K_{ij}$  heeft hier een andere waarde dan bij SRK. Deze waarden zijn in de literatuur echter niet te vinden voor stoffen zoals stearine en oleïne. Door voor andere stoffen de parameters op te zoeken en hieruit de waarden voor stearine en oleïne te schatten is er toch getracht een berekening te maken. De gebruikte waarden zijn weergegeven in tabel 3.2.3.

tabel 3.2.3: De interactie parameters voor de verschillende stoffen paren gebruikt bij de Peng-Robinson vergelijking.

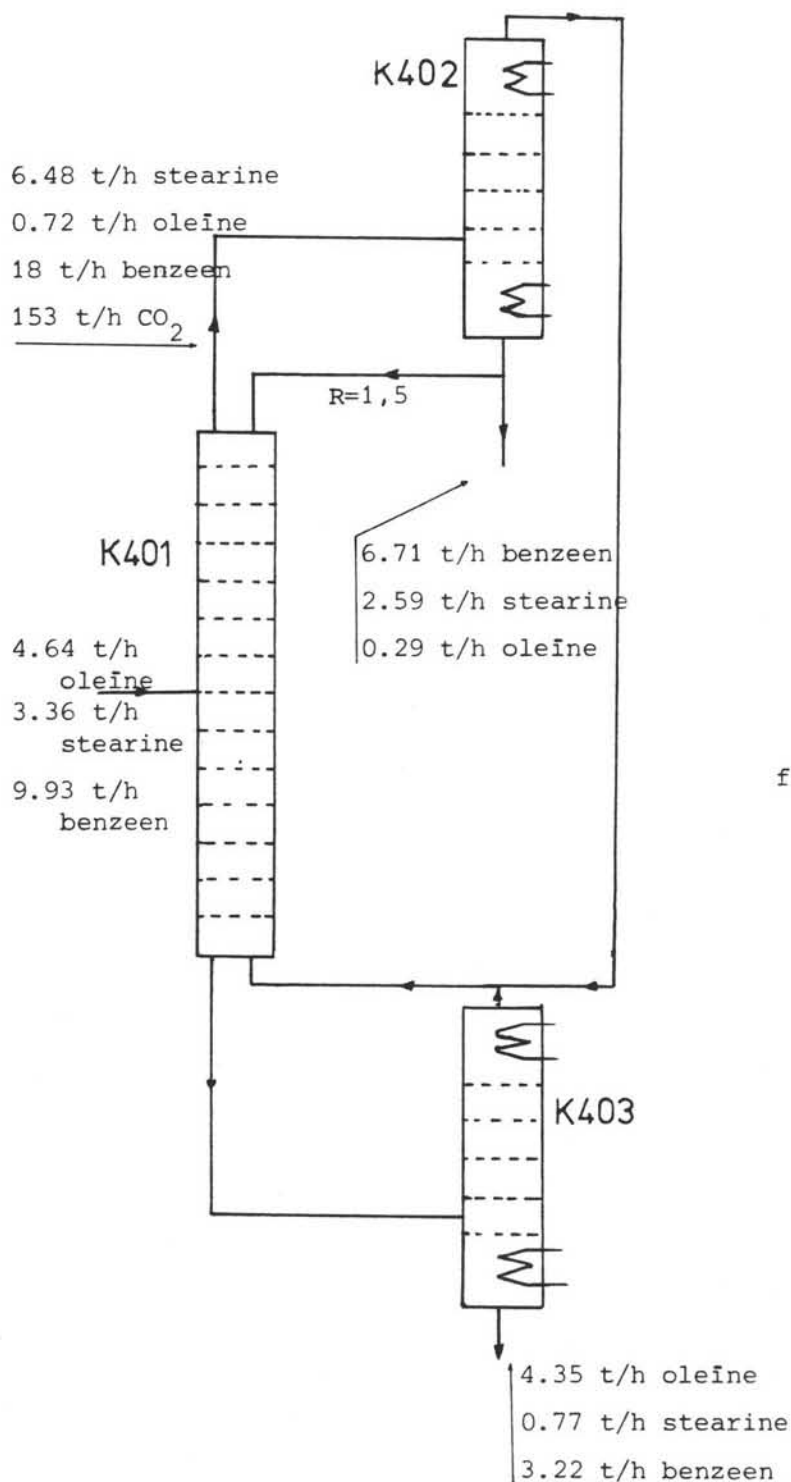
stoffen paar	$K_{ij}$
CO <sub>2</sub> -benzeen	0,18
CO <sub>2</sub> -stearine	0,45
CO <sub>2</sub> -oleïne	0,45
benzeen-stearine	-0,1
benzeen-oleïne	-0,1
stearine-oleïne	0

Bij het doorrekenen van de kolom traden na een aantal schotels toch ook nu weer problemen op. Uit de berekeningen kwamen negatieve molfracties uit en molfracties, die groter dan één waren. Zeer waarschijnlijk is dit het gevolg van de onnauwkeurige interactie parameters, waardoor de evenwichtsconstanten van de componenten onnauwkeurig zijn en de schotel op schotel berekening fout loopt.

Om toch verder te kunnen rekenen wordt in het vervolg van dit

hoofdstuk gebruik gemaakt van de waarden uit het patent van S. Peter [36]  
 De gegevens die daaruit te verkrijgen zijn, zijn weergegeven in  
 figuur 3.2.7.

Uitgaande van de massa stromen en dichtheden van de ingaande en  
 uitgaande stoffen in de bodem en de top van de kolom kan de diameter  
 bepaald worden. De berekeningen zijn weergegeven in appendix 3-II.



figuur 3.2.7: zie tekst.

Er volgt dat de kolomdiameter 1,40 m wordt. De bijbehorende gas-snelheid is dan zeer laag (ongeveer 0,095 m/s). De kolom moet dus uitgevoerd worden met klepschotels. De kolomhoogte bedraagt 20 m .

Met behulp van 'regels voor toestellen onder druk' [13] kan de benodigde wanddikte bepaald worden. (zie appendix 3-III). Indien de kolom geheel van roestvast staal gemaakt wordt, bijvoorbeeld Stainless Steel 316, dan wordt de wanddikte 103 mm. Een tweede mogelijkheid is om een drukvat te maken van Fe 52. De wanddikte bedraagt dan 75 mm. Aan de binnenzijde moet een 'lining' aangebracht worden om corrosie tegen te gaan. De lining wordt uitgevoerd in roestvast staal met een plaatdikte van 5 mm. Deze tweede methode geniet de voorkeur, omdat het goedkoper is. Bij het aanbrengen van een lining kunnen echter constructieve problemen ontstaan.

Om de kolom toegankelijk te maken voor inspectie en onderhoud, moet aan de bovenkant een mangat aanwezig zijn, met een diameter van ongeveer 700 mm. De kolom wordt opgebouwd uit tot halve circels gewalste platen, die aan elkaar gelast worden. De lining wordt daarna plaat voor plaat aangebracht, en aan het drukvat vast gelast.

Bij de beschrijving en berekening van het proces zijn als processtromen  $\text{CO}_2$  en benzeen genomen. Het gebruik van  $\text{CO}_2$  heeft enkele voordelen ten opzichte van andere apolaire stoffen:

- $\text{CO}_2$  heeft een hoge vluchtigheid en is daardoor makkelijk van de producten te scheiden.
- $\text{CO}_2$  heeft een lage viscositeit en een hoge diffusiecoëfficiënt, hetgeen gunstig voor de scheiding is.
- $\text{CO}_2$  is niet giftig en brandt niet.
- $\text{CO}_2$  geeft geen problemen voor de omgeving.
- $\text{CO}_2$  is goedkoop.

De hulpstof moet zodanig gekozen worden dat het mengsel van hulpstof en superkritisch gas, subkritisch is bij de proces temperatuur en druk. Verder moet de hulpstof makkelijk te scheiden zijn van de producten. De kritische temperatuur moet echter niet te laag zijn omdat het mengsel  $\text{CO}_2$ /hulpstof dan niet subkritisch wordt.

Enkele stoffen die in aanmerking komen zijn: benzeen, toluen, xyleen, furaan en zijn derivaten, aceton en koolwaterstoffen met een hoge kritische temperatuur en een kookpunt beneden  $200^\circ\text{C}$ , bijvoorbeeld hexaan, cyclohexaan, n-heptaan, iso-heptaan, etc.

De pomp voor het op druk brengen van de voedingsstroom, P401, moet een drukverschil van 145 bar overwinnen. Indien hiervoor een centrifugaalpomp gebruikt wordt, komt een 7-traps pomp in aanmerking. Aan de smering moet speciale aandacht besteed worden, omdat het voorkomen moet worden dat het smeermiddel in aanraking komt met de productstromen. Het rendement van een dergelijke pomp is echter vrij laag.

De CO<sub>2</sub>-suppletie wordt in vloeibare vorm op druk gebracht en in de leiding gespoten met pomp P407. Deze stroom is zo klein dat dit geen invloed heeft op de temperatuur van het circulerende gas. Ook bij deze pomp is de smering een belangrijk punt.

De pompen P403 t/m P406 zijn circulatiepompen voor vloeistof, werkend onder atmosferische omstandigheden. Het drukverschil over deze pompen wordt bepaald door de leidingweerstand.

De pomp P402 is een circulatiepomp voor de gasstroom werkend bij een druk van 145 bar, hetgeen weer problemen geeft bij de smering en de afdichting. De pomp moet geschikt zijn voor een grote volumestroom (160 ton/h).



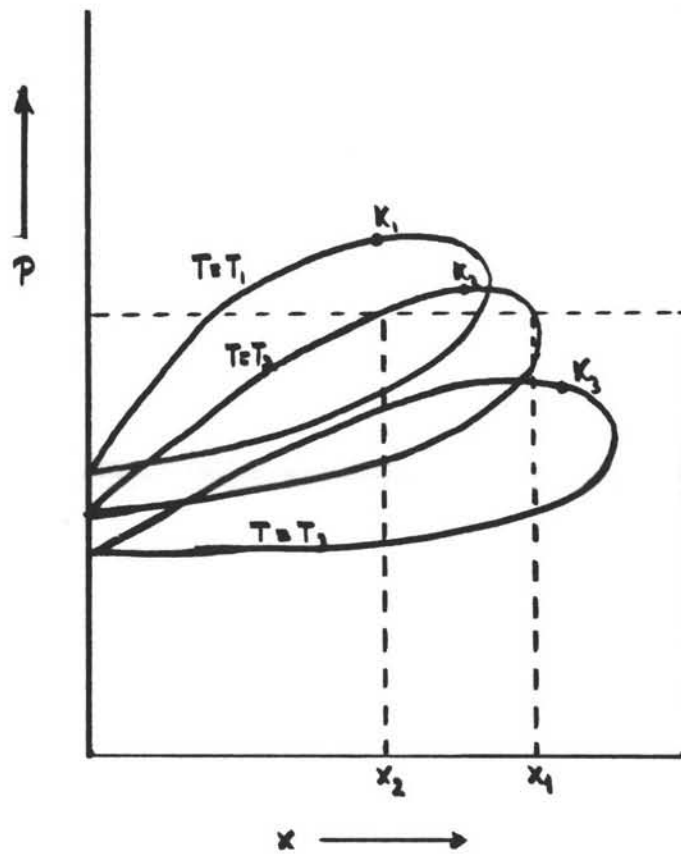


Fig.3.3.1: Schematische weergave van p-x diagrammen bij temperaturen  $T_1, T_2$  en  $T_3$ .  $x$  is de molfractie superkritische component.

### 3.3. De CO<sub>2</sub> afscheiders

Zowel de topstroom als de bodemstroom van kolom K401 bevat veel CO<sub>2</sub>. Dit wordt met behulp van de scheidingskolommen K402 en K403 afgescheiden. Hieronder zal de werking van kolom K402 uiteen gezet worden. De werking van kolom K403 is analoog aan de werking van kolom K402.

Het principe van de afscheiding van CO<sub>2</sub> is gebaseerd op de afname van de oplosbaarheid van de hulpstof en de zwaarvluchtige componenten in superkritisch CO<sub>2</sub> bij temperatuurstijging.

Figuur 3.3.1. laat zien voor een binair systeem van een superkritisch gas en een vloeistof dat verhoging van temperatuur van T<sub>3</sub> naar T<sub>2</sub> een ontmenggebied levert, Coenen [10]. Er ontstaat een superkritische fase met een molfractie x<sub>1</sub> aan superkritische component en een vloeibare fase met molfractie x<sub>2</sub> aan superkritische component. Ook is te zien dat de toestand bij ontmenging subkritisch is. In een ternair diagram moet deze ontmenging terug te vinden zijn op de as van de 2 betreffende stoffen, G. Brunner [6].

In het driehoeksdiagram in figuur 3.3.2. is te zien dat het ontmenggebied vergroot wordt door temperatuuroptename. Het ontmenggebied reikt dan tot de driehoekszijde hulpstof-CO<sub>2</sub>.

Omdat er echter in de hulpstof toch nog wat CO<sub>2</sub> oplost en er ook te veel hulpstof en zwaarvluchtige componenten oplossen in de CO<sub>2</sub> rijke fase, zijn er verscheidene schotels nodig in de tweede kolom. Een aantal schotels in de bovensectie moet er vooral zorg voor dragen dat het gehalte aan zware component in de superkritische fase tot een zeer lage waarde beperkt wordt. Dit zou immers recirculatie van stearine en oleïne via het superkritisch gas inhouden; de opname capaciteit van het superkritische gas in de eerste kolom zou dan beduidend lager zijn.

De ondersectie moet de CO<sub>2</sub> concentratie in de benzeen fase zoveel mogelijk verkleinen. De temperatuur in de ondersectie moet lager zijn dan in de bovensectie, dit in verband met de grotere hoeveelheid stearine en oleïne die dan kan oplossen in de hulpstoffase. De bepaling van het aantal trappen via driehoeksdiagrammen is helaas niet mogelijk omdat een driehoeksdiagram bij 123°C ontbreekt. Verder zijn de stroomsamenstellingen van dien aard dat zij niet duidelijk in een driehoeksdiagram weer te geven zijn. In feite dient kolom K402 (en ook K403) op dezelfde wijze doorgerekend

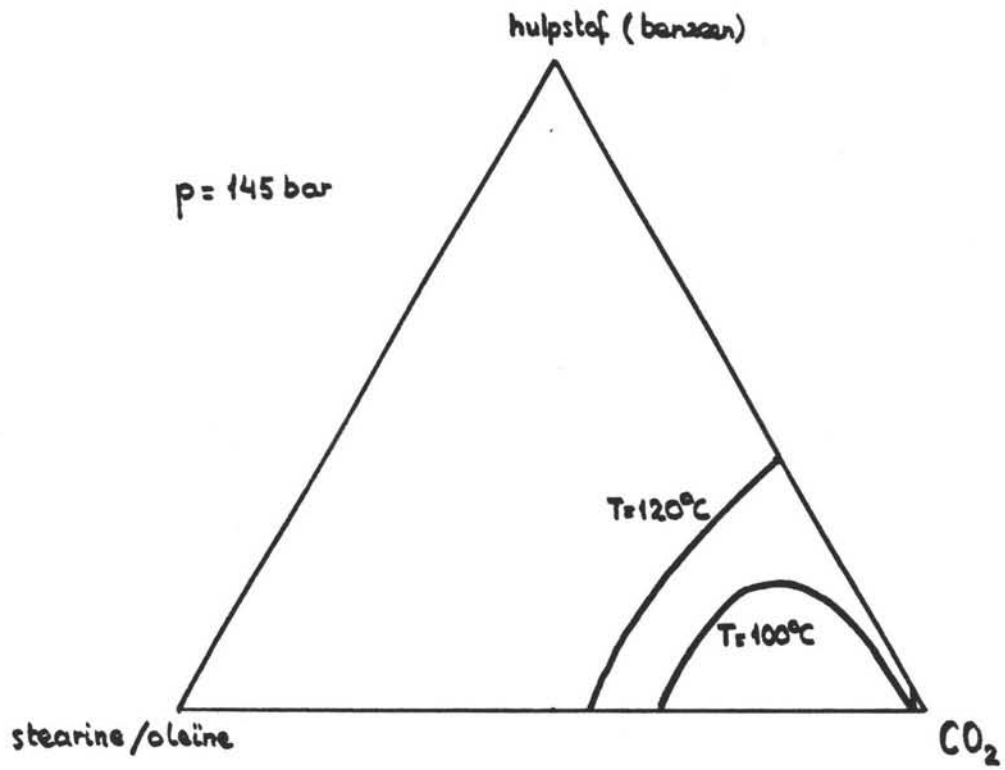


Fig.3.3.2: Ontmenggebieden van het systeem stearine/oleïne benzeen en  $\text{CO}_2$  bij  $100^\circ\text{C}$  en  $120^\circ\text{C}$  bij 145 bar.

te worden als de eerste kolom. Met process kunnen echter dezelfde problemen verwacht worden als reeds besproken in paragraaf 3.2. De afscheiding van  $\text{CO}_2$  kan ook plaatsvinden volgens Punt, A.R. [40] door de druk te verlagen; men verkrijgt dan een vergelijkbaar driehoeksdiagram als in figuur 3.3.2. Het is voor dit hogedrukproces echter vanuit financieel oogpunt gezien voordeliger om de druk constant te houden. Dit scheelt dure recompressieapparatuur. Om de gewenste temperatuurgradiënt over de kolom te realiseren wordt een verwarmingsspiraal bovenin de kolom geplaatst en een koeler onderin de kolom.

De hoeveelheid warmte die nodig is voor beide kolommen bovenin volgt uit een H-S-diagram voor  $\text{CO}_2$ . Hieruit blijkt dat opwarmen van  $\text{CO}_2$  van  $92^\circ\text{C}$  naar  $123^\circ\text{C}$  onder de gegeven kritische omstandigheden ongeveer  $15 \text{ kcal/kg} \approx 63 \text{ kJ/kg}$  nodig is.

Kolom K402 behoeft verreweg de meeste warmte zodat voor deze kolom het best gebruik kan worden gemaakt van stoom. Het warmtewisselend oppervlak blijft dan binnen een redelijke grootte. Het gecondenseerde water van de condensor in kolom K402 kan worden gebruikt om de veel kleinere hoeveelheid  $\text{CO}_2$  op te warmen in kolom K403. Berekeningen omtrent deze kolommen zijn opgenomen in appendix 3.IV

### 3.4 Atmosferische deel

#### Inleiding

De Oleïne- en de Stearinefase bevatten na het verlaten van de CO<sub>2</sub>-afscheidingsvaten in het hoge-drukdeel nog een aanzienlijke fractie van de hulpstof Benzeen.

Dit Benzeen is ongewenst in de productstromen en moet er dus uitgehaald worden. Aan de zuiverheid van deze stromen moet hoge eis gesteld worden i.v.m de giftigheid.

Voorgesteld wordt om de Benzeen af te dampen en uit te strippen.

Als basis voor de thermodynamische berekeningen is de toestandvergelijking van Soave-Redlich-Kwong gekozen. Dit omdat hiervan de binaire interactieparameters bekend waren. Deze toestandvergelijking vraagt echter ondermeer ook om kritische grootheden, welke alleen door groepsbijdragemethodieken berekend kunnen worden. De fout die hiermee gemaakt wordt is moeilijk te schatten.

Als de uitkomsten van de berekeningen echter gekozen worden als uitgangspunt, dan verloopt de scheiding tussen Benzeen en de vetzuren zeer gemakkelijk. De  $\alpha$ -waarde wordt zeer groot:  $\pm 10^5$ . Na één evenwichtstrap bevat de dampfase vrijwel alleen Benzeen, zodat het in eventuele volgende trappen nauwelijks Benzeen meer uit kan strippen. De partiëlespanning van van Benzeen in de damp is gelijk aan die van zuiver Benzeen bij deze condities. Daarom wordt in de eerste fase van de scheiding afgezien van een kolom. Gekozen is voor de mogelijkheid eerst een grote hoeveelheid Benzeen af te dampen met behulp van restwarmte uit het proces, waarna de stroom in hetzelfde vat onder atmosferische druk verder wordt opgewarmd tot de hoogst toelaatbare temperatuur: 260°C. De fractie benzeen bedraagt dan nog enkele massaprocenten. De specificatie is gesteld op  $< 0.01$  m%.

Het laatste beetje Benzeen wordt bij een verlaagde partiaalspanning met behulp van stoom uitgestript in een kolom met zeven evenwichtstrappen (13 werkelijke schotels) en een reboiler.

De afgescheiden Benzeen wordt in de voedingstroom geïnjecteerd en de stoom wordt na condensatie en Benzeen aftap geregenereerd.

### Stroomschema

#### Stearinerijke fase

De Stearinerijke fase, het topproduct van het superkritische deel, wordt met een temperatuur van 365K gesmoord van 145 bar naar 1 bar en komt in een vat, waar het met behulp van restwarmte uit het proces wordt geflashed bij een temperatuur van 375K. Van de 6,72 t/h Benzeen wordt hier 5.06 t/h overgedragen naar de dampfase. De overgebleven vloeistof stroomt over een zeefplaat, via een downcommer naar een daaronder gelegen sectie. Hier wordt de stroom wederom geflashed, nu bij de hoogst toelaatbare temperatuur, 532K. Hier wordt 1,6 t/h afgedampt. Ook bevindt zich in deze dampfase enig Stearine en Oleïne. Om dit weer in de vloeistoffase te absorberen wordt de damp door de zeefplaat geleid naar de koudere bovensectie. De damp die uit het vat ontwijkt bevat 6,66 t/h Benzeen en een verwaarloosbare hoeveelheid vetzuren ( $\pm 0,05\text{m}\%$ ). Zij wordt in de voedingstroom geïnjecteerd en gecondenseerd.

De vloeistof die uit het vat stroomt bevat 0,06 t/h Benzeen ( $56,2 \text{ kg/h} = 1,9\text{m}\%$ ) en heeft een temperatuur van 532K.

Deze warme stroom wisselt warmte uit in de reboiler van de stripperkolom en in de stoomgenerator voor deze kolom, alvorens zij via de top in deze kolom zelf stroomt. De temperatuur is dan gedaald tot 391K. Er wordt gestript met 240 kg/h stoom. In de bodem is de concentratie aan Benzeen nog maar 0,004 m%. De uitgaande dampstroom, bestaande uit stoom en Benzeen

heeft een temperatuur van 390K, moet worden gecondenseerd om de Benzeen af te kunnen scheiden. Deze scheiding vindt plaats in een settlertank bij 313K. Water gaat naar de stoomgenerator, Benzeen naar de voedingstroom.

De bodemstroom uit de stripperkolom heeft een temperatuur van 455K. Warmte uit deze stroom wordt overgedragen aan de inkomende stroom uit het superkritische deel in het eerste flashvat. De temperatuur waarmee de stroom dan het proces verlaat bedraagt 383K.

#### Oleïnerijke fase

Het pad dat de Oleïnerijke fase, het bodemproduct van het superkritische deel, doorloopt is vrijwel identiek aan dat van de Stearinerijke fase. Ook hier wordt gesmoord naar 1 bar en in twee trappen geflashed in een door een zeefplaat gedeeld vat. In de bovensectie heerst een temperatuur van 385K en hier wordt van de 3,22 t/h Benzeen 1,46 t/h overgedragen. De warmte die hiervoor nodig is wordt door de stroom zelf, in een later stadium overgedragen. In de ondersectie wordt 1,66 t/h overgedragen naar de dampfase, bij een temperatuur van 532K. Stoom uit het hoge-druknet levert de benodigde warmte. De damp die uit het vat ontwijkt bevat 3,13 t/h Benzeen, welke samen met de benzeendamp uit de stearinerijke fase in de voedingstroom wordt geïnjecteerd en gecondenseerd. De vloeistof die uit het vat stroomt bevat 0,10 t/h Benzeen (96,4 kg/h = 1,85m%) en heeft een temperatuur van 532K. Deze stroom wisselt warmte uit in de reboiler van de stripperkolom, de stoomgenerator hiervoor en de bovensectie van het flashvat, voordat het de stripperkolom zelf instroomt. De temperatuur is dan gedaald tot 390K. Er wordt gestript met 360 kg/h stoom, om de specificatie van 0,01 m% aan Benzeen halen. De uitgaande dampstroom wordt weer gecondenseerd, om de Benzeen hieruit af te scheiden. De bodemstroom heeft weer een temperatuur van 455K en wisselt warmte uit in het flashvat van de Stearinerijke fase, tot het met een temperatuur van 383K het proces verlaat.

## Thermodynamische berekeningen

Evenwichtsgegevens voor de scheiding zijn berekend met de toestandsvergelijking van Soave-Redlich-Kwong. Alleen de binaire interactieparameter van het systeem Oleïne/Benzeen is in de literatuur gevonden;  $-0,05$ . Daar Stearine sterk op Oleïne lijkt zijn voor de systemen Stearine/Oleïne en Stearine/Benzeen hiervoor waarden gekozen van resp 0 en  $-0,05$ . Van binaire interactieparameters voor water met Benzeen, Stearine, of Oleïne waren geen waarden bekend en zijn daarom 0 gekozen. Voor de overige invoergegevens voor deze vergelijking, zoals kritische grootheden en acentriciteitsfactoren, wordt verwezen naar het hoofdstuk over stofgegevens.

De gebruikte toestandsvergelijking was een onderdeel van het computerprogramma Proces, waarmee is gewerkt. Ook warmtewisselaars en mixers zijn met behulp van dit programma berekend. Helaas waren de uitkomsten van kolomberekeningen onbevredigend. De moeilijkheden konden worden omzeild door de kolommen op te bouwen uit een aantal met elkaar verbonden flashvaten. Recyclestromen werden geconvergeerd met de 'Dominant Eigenvalue Method'. De massabalansen kloppen redelijk, al belooft het aantal significante cijfers in de uitvoer een grotere nauwkeurigheid dan werkelijk bereikt wordt.

Voor de kolommen is het gemiddeld schotelrendement bepaald op basis van het Murphree-rendement voor de component Benzeen. Uitkomst is dat voor de acht evenwichtstrappen dertien schotels nodig zijn en een reboiler. Aangenomen is, dat in de reboiler evenwicht bereikt wordt.

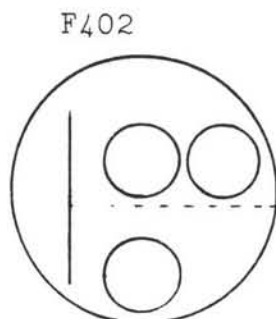
De totale warmtebehoefte voor dit deel van het proces, de afscheiding van Benzeen uit de productstromen en de recirculatie hiervan in de voeding, bedraagt  $3,82$  t/h uit het 70 bar stoomnet.

Het koelwatergebruik bedraagt  $70$  t/h IJsselwater van  $23^{\circ}\text{C}$ . De koelwatereindtemperatuur is ongeveer  $43^{\circ}\text{C}$ .

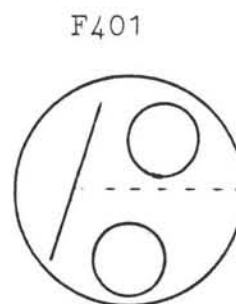


### Constructieve aspecten

Het eerste flashvat lijkt op een kolom met één zeefplaat. Omdat steeds contact moet zijn tussen vloeistof en verwarmingsbuizen, is de bedhoogte groot. Om doorregenen te voorkomen is de fractie vrije ruimte klein.



eerste flashvat Stearine



eerste flashvat Oleïne

De stoomcondensor en -generatoren zijn berekend, door ze opgedeeld te denken uit drie secties: een oververhit, een dauwpunt en een onderkoeId deel. Als deze drie secties in één warmtewisselaar worden verenigd, verdient het aanbeveling het totaal oppervlak groter te kiezen dan de som van de drie delen.

De stripperkolommen hebben een diameter van resp. 0,5 en 0,65m. Geschikt materiaal om ze uit op te bouwen is Stainless steel 316. De minimale wanddikte voor deze staalsoort is 3 mm, wat groter is dan de berekende waarde.

Bij deze minimum wanddikte komen nog een aantal toeslagen: 1 mm interingstoetslag en 0,5 mm voor de maatafwijking van het materiaal. De totale wanddikte wordt dus 4,5 mm.

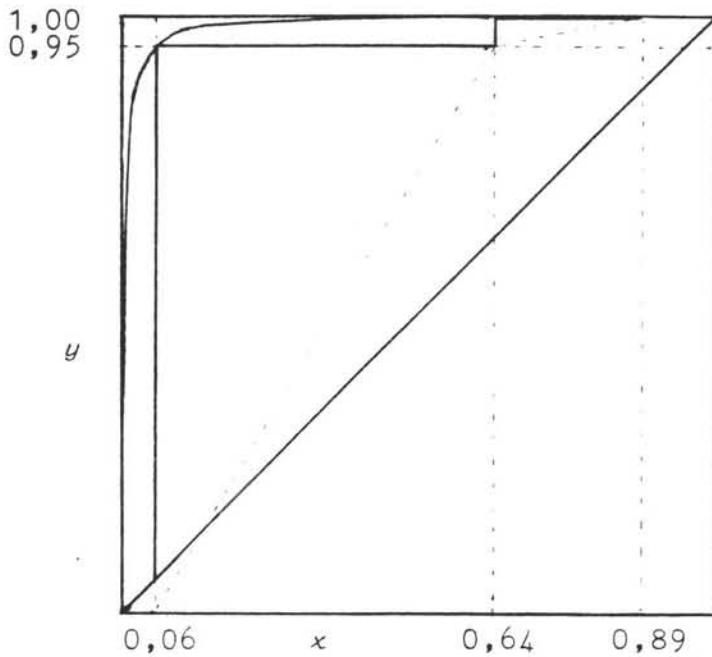
De hoogte van de kolommen bedraagt voor beide 4m: 13 X 0,2m (schotelafstand) + 1m (reboiler) + 2 X 0,2m (fronten).

Het bovenste front is door een flensverbinding verbonden met de kolom. De schotels worden in een kooi gemonteerd, die in en uit de kolom gehesen kan worden. De bereikbaarheid i.v.m. onderhoud is zo optimaal.

De reboiler is een pijpenbundel met één vaste en één zwevende pijpplaat, die onderin dwars door de kolom steekt.

Stroomgegevens

Eerste scheidingsvat Stearinerijke fase (F402)



VOEDINGSTROOM

	massastr. kg/h	gew.fract.	molstr. kmol/h	molfract.
Benzeen	6720	0,700	86,03	0,890
Stearine	2590	0,270	9,58	0,099
Oleïne	290	0,030	1,03	0,011
totaal	9600		96,64	
temperatuur K	365			
druk Bar	145			
enthalpie $10^6$ kJ/h	-9,286			
molec. gewicht	99,35			
soort. massa $\text{kg/m}^3$	713,2			

PRODUCTSTROOM DAMP

	massastr. kg/h	gew.fract.	molstr. kmol/h	molfract.
Benzeen	6,655E3	1,00	85,19	1,00
Stearine	6,444E-2	9,68E-6	0,0002	2,78E-6
Oleïne	8,966E-3	1,35E-6	0,0000	3,73E-7
totaal	6655		85,19	
temperatuur K	376			
druk Bar	1,0			
enthalpie 10 <sup>6</sup> kJ/h	3,736			
molec. gewicht	78,12			
soort. massa kg/m <sup>3</sup>	2,56			

PRODUCTSTROOM VLOEISTOF

	massastr. kg/h	gew.fract.	molstr. kmol/h	molfract.
Benzeen	5,627E1	1,92E-2	0,72	6,37E-2
Stearine	2,588E3	8,82E-1	9,57	8,46E-1
Oleïne	2,898E2	9,88E-2	1,03	9,07E-2
totaal	2934		11,31	
temperatuur K	532			
druk Bar	1,2			
enthalpie 10 <sup>6</sup> kJ/h	-9,124			
molec. gewicht	259,3			
soort. massa kg/m <sup>3</sup>	567,97			

WARMTEWISSELAARSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : Oleïne w.w. in F402			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....	:	flashwarmte Stearine fase	
Positie.....	:	horizontaal in top vat	
Type.....	:	buizen in vat	
Capaciteit (benodigd).....	:	252,5      kW	
Warmtewisselendoppervlak.....	:	3,6          m <sup>2</sup>	
Aantal passages pijpzijde.....	:	1	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :		1700      w/m <sup>2</sup> .K	
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde      Pijpzijde	
Soort Fluidum		Stearine      Oleïne	
Massastroom  kg/hr	totaal.....	9600	5120
	vloeistofdeeltjes.....		5120
	kondenseerbaar gas.....		-
	stoom.....	-	-
	niet kondenseerbaar.....	-	-
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....		2,465
	kondenseerbaar gas.....		
	stoom.....	-	
	niet kondenseerbaar.....	-	
Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr Verdampingswarmte.....kJ/kg Temperatuur IN,..... Temperatuur UIT..... Werkdruk.....bar		4740	
		365 K	455 K
		376 K	383 K
		1	1,2

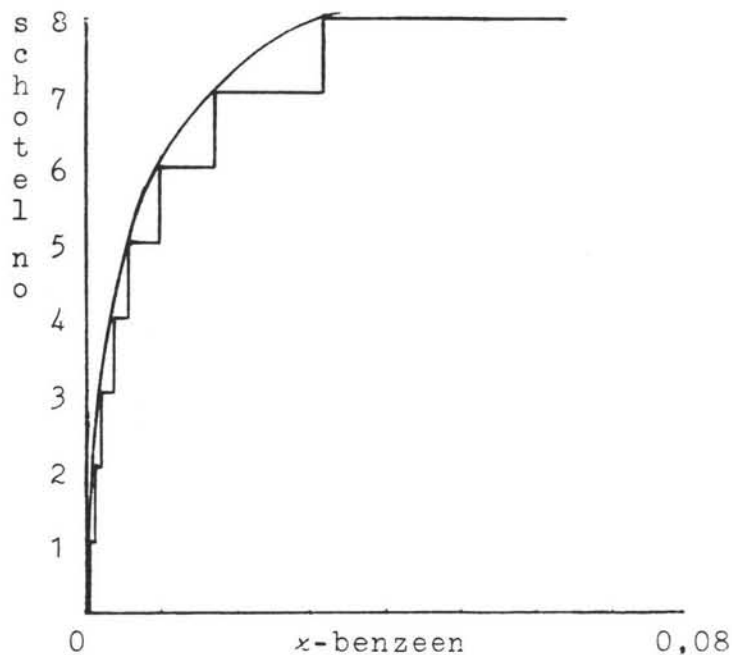
WARMTEWISSELAARSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : Stearine w.w. in F402			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....	:	flashwarmte Stearine fase	
Positie.....	:	horizontaal in top vat	
Type.....	:	buizen in vat	
Capaciteit (benodigd).....	:	145,6 kW	
Warmtewisselendoppervlak.....	:	2 m <sup>2</sup>	
Aantal passages pijpzijde.....	:	1	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :	:	1700 W/m <sup>2</sup> .K	
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde	Pijpzijde
Soort Fluidum		Stearine	Stearine
Massastroom kg/hr	totaal.....	9600	2880
	vloeistofdeeltjes.....		2880
	kondenseerbaar gas.....		-
	stoom.....	-	-
	niet kondenseerbaar.....	-	-
Soortelijke- warmte (gem.) kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....		2,527
	kondenseerbaar gas.....		-
	stoom.....	-	-
	niet kondenseerbaar.....	-	-
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	4740	-
	Verdampingswarmte.....kJ/kg		-
	Temperatuur IN,.....	365 K	455 K
	Temperatuur UIT.....	376 K	383 K
	Werkdruk.....bar	1	1,2

WARMTEWISSELAARSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : Stoom w.w. in F402			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....	:	flashwarmte Stearine fase	
Positie.....	:	horizontaal onder in vat	
Type.....	:	buizen in vat	
Capaciteit (benodigd).....	:	685      kW	
Warmtewisselendoppervlak.....	:	5            m <sup>2</sup>	
Aantal passages pijpzijde.....	:	1	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :	:	1700      W/m <sup>2</sup> .K	
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde    Pijpzijde	
Soort Fluidum		Stearine      Stoom	
Massastroom kg/hr	totaal.....	4860	1640
	vloeistofdeeltjes.....		-
	kondenseerbaar gas.....		-
	stoom.....	-	1640
	niet kondenseerbaar.....	-	-
Soortelijke- warmte (gem.) kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....		
	kondenseerbaar gas.....		
	stoom.....	-	
	niet kondenseerbaar.....	-	
Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr Verdampingswarmte.....kJ/kg Temperatuur IN..... Temperatuur UIT..... Werkdruk.....bar		1927	
			1640
			1506
		376 K	560 K
		532 K	560 K
		1,2	70

Stripperkolom Stearinerijke fase (K405)



VOEDINGSTROOM

	massastr. kg/h	gew.fract.	molstr. kmol/h	molfract.
Water	0,0	0,0	0,0	0,0
Benzeen	5,63E1	1,92E-2	0,72	6,37E-2
Stearine	2,59E3	8,82E-1	9,57	8,46E-1
Oleïne	2,90E2	9,88E-2	1,03	9,07E-2

totaal 2936 11,32

temperatuur K 391  
 druk Bar 1,2  
 enthalpie  $10^6$  kJ/h -10,228  
 molec. gewicht 259,3  
 soort. massa  $\text{kg/m}^3$  625,65

STOOM 240 kg/h

temp=455K druk=1,2 bar enthalpie= $0,681 \cdot 10^6$  kJ/h

PRODUCTSTROOM DAMP

	massastr. kg/h	gew.fract.	molstr. kmol/h	molfract.
Water	2,383E2	7,968E-1	13,228	9,45E-1
Benzeen	6,066E1	2,028E-1	0,777	5,55E-2
Stearine	9,419E-2	3,149E-4	0,0003	2,49E-5
Oleïne	1,255E-2	4,196E-5	0,0000	3,17E-6
totaal	299,07		14,005	
temperatuur K	390			
druk Bar	1,0			
enthalpie 10 <sup>6</sup> kJ/h	0,681			
molec.gewicht	21,36			
soort. massa kg/m <sup>3</sup>	0,666			

PRODUCTSTROOM VLOEISTOF

	massastr. kg/h	gew.fract.	molstr. kmol/h	molfract
Water	1,682	5,838E-4	0,093	8,73E-3
Benzeen	1,070E-1	3,715E-5	0,001	1,28E-4
Stearine	2,590E3	8,988E-1	9,576	8,95E-1
Oleïne	2,900E2	1,006E-1	1,027	9,60E-2
totaal	2881,7		10,70	
temperatuur K	455			
druk Bar	1,2			
enthalpie 10 <sup>6</sup> kJ/h	-9,7691			
molec. gewicht	269,4			
soort. massa kg/m <sup>3</sup>	603,9			



WARMTEWISSELAARSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : reboiler in K405			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....	:	reboiler stripperkolom	
Positie.....	:	horizontaal onder in kolom	
Type.....	:	buizen in kolom	
Capaciteit (benodigd).....	:	127	kW
Warmtewisselendoppervlak.....	:	0,94	m <sup>2</sup>
Aantal passages pijpzijde.....	:	1	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :		1700	W/m <sup>2</sup> .K
BEDRIJFSCONDITIONES :			
		Mantelzijde	Pijpzijde
Soort Fluidum		Stearine	Stearine
Massastroom  kg/hr	totaal.....	2930	2934
	vloeistofdeeltjes.....	2890	2934
	kondenseerbaar gas.....		-
	stoom.....	240	-
	niet kondenseerbaar.....		-
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....		2,790
	kondenseerbaar gas.....		
	stoom.....		
	niet kondenseerbaar.....		
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	8	
	Verdampingswarmte.....kJ/kg		
	Temperatuur IN.....	393 K	532 K
	Temperatuur UIT.....	455 K	476 K
	Werkdruk.....bar	1,2	1,2

Kolomgegevens Stearinesstripper (K405)

Aantal theoretische schotels: 7 + reboiler

F = fractie vrije ruimte zeefplaat: 0,03 t.o.v. kolomdiam.

b = spec. wearlengte:  $1\text{m}/\text{m}^2$  (startwaarde)

$H_w$  = wearhoogte: 0,05m

$d_p$  = gatdiameter: 0,005m

s = steek: 0,02m

$H_s$  = schotelafstand: 0,2m

$C_d$  = weerstandscoefficient gaten zeefplaat: 0,67

$u_g$  = dampnelheid: 75% t.o.v.  $u_{g,\max}$

G = dampstroom: 270kg/h

L = vloeistofstroom: 2900 kg/h

$\rho_g$  = soort. massa damp: 0,65 kg/m<sup>3</sup>

$\rho_l$  = soort. massa vloeistof: 625 kg/m<sup>3</sup>

$M_g$  = molec. gewicht damp: 18,3

$M_l$  = molec. gewicht vloeistof: 268

Kolomdiameter D

$$\text{flowparameter } \varphi = \frac{L}{G} * \left(\frac{\rho_g}{\rho_l}\right)^{\frac{1}{2}} = 0,35$$

$$\text{belastingsparameter } \lambda_{s,\max} = u_{g,\max} * \left(\frac{\rho_g}{\rho_l}\right)^{\frac{1}{2}} = u_{g,\max} * 0,032$$

$$\text{Bij } b = 1\text{m}/\text{m}^2 \text{ en } H_s = 0,2\text{m} : \lambda_{s,\max} = 0,03$$

$$\rightarrow u_{g,\max} = 0,93\text{m}/\text{s} \quad 75\% : u_g = 0,70\text{m}/\text{s}$$

$$\text{Dampvolumestroom} = G / (3600 * \rho_g) = 0,125\text{m}^3/\text{s} \rightarrow \text{kolom } \varnothing = 0,179\text{m}^2$$

$$\rightarrow D = 0,48\text{m}. \text{ Met } D = 0,5\text{m} \text{ wordt } \varnothing : 0,196\text{m}^2 \text{ en } u_g : 0,64\text{m}/\text{s}$$

Oppervlakte valpijp = 16% =  $0,03\text{m}^2$ . De kleinst mogelijke wearlengte is echter groter dan  $1\text{m}/\text{m}^2$  :  $b = \frac{0,41}{0,196} = 2,09$

### Heldere vloeistofhoogte

$$h_1 = 0,6 * H_w^{\frac{1}{2}} * \left(\frac{s * \varphi}{b'}\right)^{0,25}$$

$$b' = b / (1 - \text{fract. valpijp opp.}) = 2,49$$

$$\rightarrow h_1 = 0,03\text{m}$$

### Doorregengrens ( $u_{g,p}$ )

$$\frac{1}{2} * \rho_g * u_{g,p}^2 = 31 + 0,062 * \rho_l * g * h_1$$

$$\rightarrow u_{g,p} = 11,4\text{m/s} \quad \rightarrow u_{g,p}(\text{sup}) = u_{g,p} * F = 0,34\text{m/s}$$

$u_g$  is bepaald op 0,64m/s ; er is dus geen sprake van doorregenen.

### Rendement

$$\frac{1}{k_{og}} = \frac{1}{k_g} + \frac{m}{k_l} \quad ; \quad m = K * \frac{\rho_g}{\rho_l} * \frac{M_l}{M_g}$$

$$K = \frac{y}{x} = \text{moleculaire verdelingscoëfficiënt} = 0,87$$

$$\rightarrow m = 0,0114$$

$$k_g = \frac{0,13}{\rho_g} - \frac{0,065}{\rho_g^2} = 0,046$$

$$k_l = \frac{2,6 * 10^{-5}}{\eta^{0,25}} \quad \eta \text{ (geschat)} = 4 * 10^{-3} \text{Ns/m}^2 \quad \rightarrow k_l = 10^{-4}$$

$$\rightarrow k_{og} = 7,37 * 10^{-3} \quad (\text{overall dampfase stofoverdrachtscoëf.})$$

$$N_{og} = \frac{k_{og} * a}{u_g} \quad ; \quad a = \text{twee fasen grensvlak}$$

$$a = 43 * F^{-0,3} * \left(\frac{F_{bba}^2 * h_1 * \varphi}{\sigma}\right)^{0,53} \quad ; \quad \sigma \text{ (geschat)} = 0,02\text{N/m}$$

$$F' = F * (1 - \text{fract. opp. valpijp}) = 0,0357$$

$$F_{bba}^2 = u_g'^2 * \rho_g \quad ; \quad u_g' = u_g * (1 - \text{fract. opp. valpijp})$$

$$\rightarrow a = 49,5 \text{ m/m}^2$$

$$\rightarrow N_{og} = 0,561$$

$$E_{pog} = 1 - e^{-N_{og}} = 0,43 \quad (\text{plaatselijk rendement dampzijde})$$

$$E_{mog} = \frac{1}{S} * (e^{S * E_{pog}} - 1) \quad ; \quad S = K * \frac{G}{L} * \frac{M_1}{M_g} = 1,10 \quad (\text{strippingfactor})$$

$$\rightarrow E_{mog} = 0,55 \quad (\text{Murphree rendement})$$

$$E_o = \frac{\log(1 + E_{mog} * (S - 1))}{\log S} = 0,56 \quad (\text{gemiddeld schotelrendement})$$

$$\rightarrow \text{aantal werkelijke schotels is } 7/0,56 = 13 + \text{reboiler}$$

### Contrôle propstroming

$$Bo = 10 * \frac{v}{b} * \frac{1}{h_1} \quad ; \quad l = \text{lengte vloeistofpad} = 0,30 \text{ m} \quad \rightarrow Bo = 17 \text{ (ok)}$$

### Drukval

$$\Delta H = \Delta H_{droog} + h_1$$

$$\Delta H_{droog} = \frac{\frac{1}{2} * \rho_g * u_g^2}{C_d^2 * \rho_l * F^2} = 0,054 \text{ m} \quad \rightarrow \Delta H = 0,084 \text{ m/schotel}$$

$$13 \text{ schotels: } \Delta P = \Delta H * \rho_l * g * 13 = 0,067 \text{ bar}$$

### Resumé

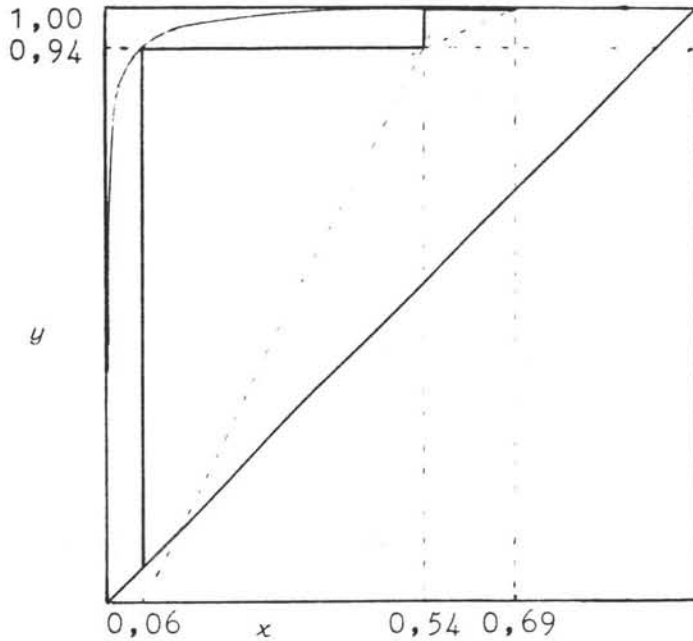
kolomdiameter : 0,5m  
aantal schotels : 13 + reboiler  
kolomhoogte : 4m

WARMTEWISSELAARSSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E405			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN : 3 secties			
Functie.....		: stoomgenerator	
Positie.....		: horizontaal	
Type.....		: buizen in vat	
Capaciteit (benodigd).....		: 18,2 + 149,6 + 6,3 kW	
Warmtewisselendoppervlak.....		: 0,96 + 1,92 + 0,91 m <sup>2</sup>	
Aantal passages pijpzijde.....		: 1 , 1 , 1	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :		340 , 1700 , 140 W/m <sup>2</sup> K	
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde	Pijpzijde
Soort Fluidum		Water	Stearine
Massastroom kg/hr	totaal.....	240	2934
	vloeistofdeeltjes.....		2934
	kondenseerbaar gas.....		
	stoom.....		
	niet kondenseerbaar.....		
Soortelijke- warmte (gem.) kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	4,2	2,57
	kondenseerbaar gas.....		
	stoom.....	1,2	
	niet kondenseerbaar.....		
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	240	
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	2244	
	Temperatuur IN..... K	313,378,378	410,473,476
	Temperatuur UIT..... K	378,378,455	403,410,473
	Werkdruk.....bar	1,2	1,2

Stroomgegevens

Eerste scheidingsvat Oleïnerijke fase (F401)



VOEDINGSTROOM

	massastr. kg/h	gew.fract.	molstr. kmol/h	molfract.
Benzeen	3220	3,86E-1	41,22	6,93E-1
Stearine	770	9,23E-2	2,85	4,79E-2
Oleïne	4350	5,22E-1	15,40	2,59E-1
totaal	8340		59,47	
temperatuur K	365			
druk Bar	145			
enthalpie $10^6$ kJ/h	-15,741			
molec. gewicht	140,24			
soort. massa $\text{kg/m}^3$	681,7			

PRODUCTSTROOM DAMP

	massastr. kg/h	gew.fract.	molstr. kmol/h	molfract.
Benzeen	3,132E3	1,00	40,09	1,00
Stearine	1,573E-2	5,02E-6	0,0001	1,45E-6
Oleïne	1,080E-1	3,45E-5	0,0004	9,53E-6
totaal	3132		40,09	
temperatuur K	385			
druk Bar	1,0			
enthalpie $10^6$ kJ/h	1,796			
molec. gewicht	78,12			
soort. massa $\text{kg/m}^3$	2,50			

PRODUCTSTROOM VLOEISTOF

	massastr. kg/h	gew.fract.	molstr. kmol/h	molfract.
Benzeen	9,64E1	1,85E-2	1,23	6,33E-2
Stearine	7,70E2	1,48E-1	2,85	1,46E-1
Oleïne	4,35E3	8,34E-1	15,41	7,91E-1
totaal	5218		19,49	
temperatuur K	532			
druk Bar	1,2			
enthalpie $10^6$ kJ/h	-14,103			
molec. gewicht	267,8			
soort. massa $\text{kg/m}^3$	576,38			

WARMTEWISSELAARSSPECIFICATIEBLAD

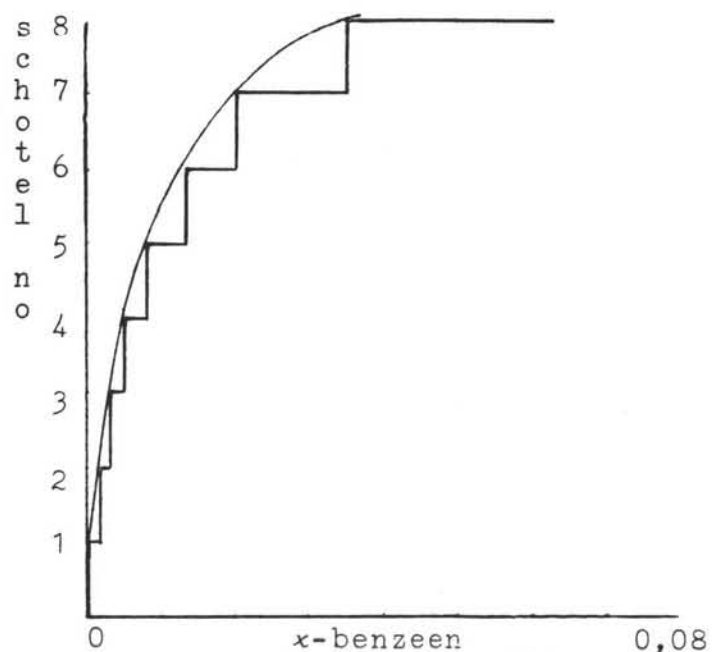
Apparaatnummer : Oleïne w.w. in F401			
<b>ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :</b>			
Functie.....	:	flashwarmte Oleïne fase	
Positie.....	:	horizontaal in top vat	
Type.....	:	buizen in vat	
Capaciteit (benodigd).....	:	42,3      kW	
Warmtewisselendoppervlak.....	:	1,15      m <sup>2</sup>	
Aantal passages pijpzijde.....	:	1	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :	:	1700      W/m <sup>2</sup> .K	
<b>BEDRIJFSCONDITIES :</b>			
		Mantelzijde      Pijpzijde	
Soort Fluidum		Oleïne      Oleïne	
Massastroom  kg/hr	totaal.....	8340	5220
	vloeistofdeeltjes.....		5220
	kondenseerbaar gas.....		-
	stoom.....	-	-
	niet kondenseerbaar.....	-	-
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....		2,389
	kondenseerbaar gas.....		
	stoom.....	-	
	niet kondenseerbaar.....	-	
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	1080	
	Verdampingswarmte.....kJ/kg		
	Temperatuur IN,.....	365 K	403 K
	Temperatuur UIT.....	385 K	391 K
	Werkdruk.....bar	1	1,2



WARMTEWISSELAARSSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : Stoom w.w. in F401			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....	:	flashwarmte Oleïne fase	
Positie.....	:	horizontaal onder in vat	
Type.....	:	buizen in vat	
Capaciteit (benodigd).....	:	910      kW	
Warmtewisselendoppervlak.....	:	6,7      m <sup>2</sup>	
Aantal passages pijpzijde.....	:	1	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :	:	1700      w/m <sup>2</sup> .K	
BEDRIJFSCONDITIONS :			
		Mantelzijde      Pijpzijde	
Soort Fluidum		Oleïne      Stoom	
Massastroom  kg/hr	totaal.....	7260	2180
	vloeistofdeeltjes.....		-
	kondenseerbaar gas.....		-
	stoom.....	-	2180
	niet kondenseerbaar.....	-	-
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....		
	kondenseerbaar gas.....		
	stoom.....	-	
	niet kondenseerbaar.....	-	
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	2040	2180
	Verdampingswarmte.....kJ/kg		1506
	Temperatuur IN.....	385 K	560 K
	Temperatuur UIT.....	532 K	560 K
	Werkdruk.....bar	1,2	70

Stripperkolom Oleïnerijke fase (K404)



VOEDINGSTROOM

	massastr. kg/h	gew.fract.	molstr. kmol/h	molfract.
Water	0,0	0,0	0,0	0,0
Benzeen	9,64E1	1,85E-2	1,23	6,33E-2
Stearine	7,70E2	1,48E-1	2,85	1,46E-1
Oleïne	4,35E3	8,34E-1	15,41	7,91E-1

totaal 5216 19,49

temperatuur K 391  
 druk Bar 1,2  
 enthalpie  $10^6$  kJ/h -16,008  
 molec. gewicht 267,8  
 soort. massa  $\text{kg/m}^3$  636,16

STOOM 360 kg/h

temp=455K druk=1,2 bar enthalpie= $1,022 \cdot 10^6$  kJ/h

PRODUCTSTROOM DAMP

	massastr. kg/h	gew.fract.	molstr. kmol/h	molfract.
Water	3,571E2	7,75E-1	19,82	9,38E-1
Benzeen	1,031E2	2,24E-1	1,32	6,24E-2
Stearine	2,514E-2	5,46E-5	0,0001	4,40E-6
Oleïne	1,680E-1	3,65E-4	0,0006	2,81E-5
totaal	460,4		21,14	
temperatuur K	390			
druk Bar	1,0			
enthalpie 10 <sup>6</sup> kJ/h	1,028			
molec.gewicht	21,78			
soort. massa kg/m <sup>3</sup>	0,679			

PRODUCTSTROOM VLOEISTOF

	massastr. kg/h	gew.fract.	molstr. kmol/h	molfract.
Water	2,893	5,647E-4	0,16	8,72E-3
Benzeen	3,856E-1	7,527E-5	0,005	2,68E-4
Stearine	7,700E2	1,503E-1	2,85	1,55E-1
Oleïne	4,350E3	8,491E-1	15,40	8,36E-1
totaal	5123		18,41	
temperatuur K	455			
druk Bar	1,2			
enthalpie 10 <sup>6</sup> kJ/h	-15,210			
molec. gewicht	278,25			
soort. massa kg/m <sup>3</sup>	613,93			

WARMTEWISSELAARSSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : reboiler in K404			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....		reboiler in stripperkolom	
Positie.....		horizontaal onder in kolom	
Type.....		buizen in kolom	
Capaciteit (benodigd).....		222	kW
Warmtewisselendoppervlak.....		1,6	m <sup>2</sup>
Aantal passages pijpzijde.....		1	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :		1700	W/m <sup>2</sup> .K
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde	Pijpzijde
Soort Fluidum		Oleïne	Oleïne
Massastroom kg/hr	totaal.....	5498	5220
	vloeistofdeeltjes.....	5138	5220
	kondenseerbaar gas.....		-
	stoom.....	360	-
	niet kondenseerbaar.....		-
Soortelijke- warmte (gem.) kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....		2,734
	kondenseerbaar gas.....		
	stoom.....		
	niet kondenseerbaar.....		
Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr Verdampingswarmte.....kJ/kg Temperatuur IN,..... Temperatuur UIT..... Werkdruk.....bar		15	
		393 K	532 K
		455 K	476 K
		1,2	1,2

Kolomgegevens Oleinestripper (K404)

Aantal theoretische schotels: 7 + reboiler

F = fractie vrije ruimte zeefplaat: 0,03 t.o.v. kolomdiam.

b = spec. wearlengte:  $1\text{m}/\text{m}^2$  (startwaarde)

$H_w$  = wearhoogte: 0,05m

$d_p$  = gatdiameter: 0,005m

s = steek: 0,02m

$H_s$  = schotelafstand: 0,2m

$C_d$  = weerstandscoefficient gaten zeefplaat: 0,67

$u_g$  = dampnelheid: 75% t.o.v.  $u_{g,max}$

G = dampstroom: 420kg/h

L = vloeistofstroom: 5150 kg/h

$\rho_g$  = soort. massa damp:  $0,65\text{ kg}/\text{m}^3$

$\rho_l$  = soort. massa vloeistof:  $636\text{ kg}/\text{m}^3$

$M_g$  = molec. gewicht damp: 18,5

$M_l$  = molec. gewicht vloeistof: 277

Kolomdiameter D

flowparameter  $\varphi = 0,39$

belastingsparameter  $\lambda_{s,max} = u_{g,max} * 0,032$

Bij  $b = 1\text{m}/\text{m}^2$  en  $H_s = 0,2\text{m}$  :  $\lambda_{s,max} = 0,025$

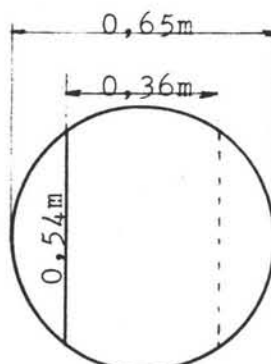
→  $u_{g,max} = 0,80\text{ m}/\text{s}$       75%:  $u_g = 0,60\text{ m}/\text{s}$

Dampvolumestroom =  $0,180\text{ m}^3/\text{s}$  → kolom  $\emptyset = 0,299\text{ m}^2$

→  $D = 0,62\text{ m}$ . Met  $D = 0,65\text{ m}$  wordt  $\emptyset: 0,332\text{m}^2$  en  $u_g: 0,54\text{m}/\text{s}$

Oppervlakte valpijp = 17% =  $0,055\text{m}^2$ . De kleinst mogelijke

spec. wearlengte is echter groter dan  $1\text{ m}/\text{m}^2$  :  $b = \frac{0,54}{0,332} = 1,63$



### Heldere vloeistofhoogte

$$h_1 = 0,034\text{m}$$

### Doorregengrens

$$u_{g,p}(\text{sup}) = 0,35 \text{ m/s.}$$

$u_g$  is bepaald op 0,54 m/s ; er is dus geen sprake van doorregenen.

### Rendement

$$K = \frac{y}{x} = \text{moleculaire verdelingscoëfficiënt} = 0,99$$

$$m = \text{distributiecoëfficiënt} = 0,0153$$

$$k_g = \text{dampfase stofoverdrachtscoëfficiënt} = 0,046$$

$$k_1 = \text{vloeistoffase stofoverdrachtscoëf.} = 10^{-4} \text{ (met } \eta = 4 \cdot 10^{-3} \text{)}$$

$$k_{og} = \text{overall stofoverdrachtscoëfficiënt} = 5,72 \cdot 10^{-3}$$

$$a = \text{tweefasen grensvlak} = 47,3 \text{ m/m}^2 \text{ (met } \sigma = 0,02\text{N/m)}$$

$$N_{og} = \text{overall transfer units} = 0,501$$

$$E_{pog} = \text{plaatselijk rendement dampzijde} = 0,394$$

$$S = \text{stripping factor} = 1,21$$

$$E_{mog} = \text{Murphree rendement} = 0,505$$

$$E_o = \text{gemiddeld schotelrendement} = 0,53$$

$$N = \text{aantal werkelijke schotels} = 13 + \text{reboiler}$$

### Contrôle propstroming

$l = \text{lengte vloeistofpad} = 0,36\text{m} \rightarrow Bo = 25 \text{ (ok)}$

### Drukval

$\Delta H_{\text{droog}} = 0,038\text{m}$

$h_1 = 0,034\text{m}$

$\rightarrow \Delta H = 0,072\text{m} \quad \rightarrow \Delta P = 0,058 \text{ bar}$

### Resumé

kolomdiameter : 0,65m  
aantal schotels : 13 + reboiler  
kolomhoogte : 4m

WARMTEWISSELAARSSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E404			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN : 3 secties			
Functie.....	:	stoomgenerator	
Positie.....	:	horizontaal	
Type.....	:	buizen in vat	
Capaciteit (benodigd).....	:	27,3 + 224,4 + 9,4 kW	
Warmtewisselendoppervlak.....	:	1,44 + 2,88 + 1,37 m <sup>2</sup>	
Aantal passages pijpzijde.....	:	1 , 1 , 1	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :	:	340 , 1700 , 140 W/m <sup>2</sup> K	
BEDRIJFSCONDITIONES :			
		Mantelzijde	
		Pijpzijde	
Soort Fluidum		Water	
		Oleïne	
Massastroom kg/hr	totaal.....	360	5220
	vloeistofdeeltjes.....		5220
	kondenseerbaar gas.....		
	stoom.....		
	niet kondenseerbaar.....		
Soortelijke- warmte (gem.) kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	4,2	2,53
	kondenseerbaar gas.....		
	stoom.....	1,2	
	niet kondenseerbaar.....		
Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr Verdampingswarmte.....kJ/kg Temperatuur IN.....K Temperatuur UIT.....K Werkdruk.....bar		360	
		2244	
		313,378,378	410,473,476
		378,378,455	403,410,473
		1,2	1,2



WARMTEWISSELAARSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E403			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN : 3 secties			
Functie.....	:	stoomcondensor	
Positie.....	:	horizontaal	
Type.....	:	buizen in vat	
Capaciteit (benodigd).....	:	5,7 + 414 + 26,3 kW	
Warmtewisselendoppervlak.....	:	0,6 + 3,7 + 0,8 m <sup>2</sup>	
Aantal passages pijpzijde.....	:	1 , 1 , 1	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :	:	140 , 2000 , 850 W/m <sup>2</sup> K	
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde Pijpzijde	
Soort Fluidum		Stoom Water	
Massastroom kg/hr	totaal.....	753	2*10 <sup>4</sup>
	vloeistofdeeltjes.....	-	2*10 <sup>4</sup>
	kondenseerbaar gas.....	153	-
	stoom.....	600	-
	niet kondenseerbaar.....	-	-
Soortelijke- warmte (gem.) kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....		4,2
	kondenseerbaar gas.....		
	stoom.....		
	niet kondenseerbaar.....		
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	753	
	Verdampingswarmte.....kJ/kg		
	Temperatuur IN,..... K	391,377,347	315,297,296
	Temperatuur UIT..... K	377,347,313	315,315,297
	Werkdruk.....bar	1	1

WARMTEWISSELAARSSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : w.w in M401			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....		: voeding condensor	
Positie.....		: horizontaal	
Type.....		: buizen in vat	
Capaciteit (benodigd).....		996	kw
Warmtewisselendoppervlak.....		25	m <sup>2</sup>
Aantal passages pijpzijde.....		: 1	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :		600	W/m <sup>2</sup> .K
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde	Pijpzijde
Soort Fluidum		vetzuren	water
Massastroom  kg/hr	totaal.....	17950	5.10 <sup>4</sup>
	vloeistofdeeltjes.....	11000	
	kondenseerbaar gas.....	6950	
	stoom.....	-	
	niet kondenseerbaar.....	-	
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....		4,2
	kondenseerbaar gas.....		
	stoom.....		
	niet kondenseerbaar.....		
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	6950	
	Verdampingswarmte.....kJ/kg		
	Temperatuur IN.....	382 K	296 K
	Temperatuur UIT.....	358 K	313 K
	Werkdruk.....bar	1	1

### 3.5. Procesregeling

De voeding bestaande uit stearine en oleïne wordt in het mengvat (M401) gemengd met gerecirculeerde benzeendamp en vloeibaar benzeen. De hoeveelheid water wordt geregeld met een temperatuurregelaar. De temperatuur na het mengvat mag niet boven het kookpunt van benzeen komen in verband met de vloeistofpomp voor de voeding (P401). De voeding wordt op hoge druk (145 bar) gebracht middels de vloeistofpomp (P401). Via een drukregelaar wordt deze druk gehandhaafd. Als de druk te laag is, gaat de regelklep naar de pomp open. De temperatuur die de voeding krijgt door middel van de warmtewisselaar E401 wordt gecontroleerd met een temperatuurregelaar. De temperatuurregelaar sluit de hoeveelheid stoom meer af naarmate de voedingstemperatuur boven  $95^{\circ}\text{C}$  komt. De stearine-oleïne scheidingskolom (K401) is onderin voorzien van een niveauregelaar, die de klep sluit als het niveau zakt. De kolommen K402 en K403 zijn onderin op analoge wijze voorzien van temperatuur geregelde koelspiralen. De temperatuurregelaar op de stoomspiraal bovenin kolom K402 bepaalt de hoeveelheid gecondenseerd water die naar de verwarmers bovenin kolom K403 stroomt. Een temperatuurregelaar graagt er zorg voor dat de overvloedige hoeveelheid warm water door een by-pass stroomt.

De  $\text{CO}_2$ -verliezen via de produktstromen worden gecompenseerd via de extra toevoer van  $\text{CO}_2$ . Als de druk te veel daalt, gaat de klep voor extra  $\text{CO}_2$ -toevoer open.

Onderin het tweetraps flashvat (F401) wordt door een temperatuur geregelde stoomtoevoer de temperatuur op ongeveer 530K gehouden. Een niveauregelaar zorgt ervoor dat het flashvat niet leeg kan lopen. De oleïnestroom zorgt voor de bodemverwarming van de stoomstripperkolom K404 en zorgt tevens na opwekking van stoom via de warmtewisselaar E404 voor de verwarming van het bovenste deel van het tweetraps flashvat (F401). Om de oleïnetopstroom van de stoomstripper K404 op de gewenste temperatuur te houden wordt via een temperatuurregeling geregeld hoeveel oleïne door een by-pass stroomt. Wordt de oleïne topstroom te koud voor kolom K404, dan zal er meer oleïne door de by-pass stromen. Dit leidt dan tot minder verwarming van het bovenste deel van het flashvat F401, zodat de ondersectie van het flashvat meer benzeen moet afscheiden. De temperatuur onderin kolom K404 kan door de oleïnestroom nauwelijks hoger worden

dan de temperatuur onderin het flashvat F401. Wordt de temperatuur in de kolom K404 te koud dan moet er meer oleïne door de bypass stromen, zodat de kolom K404 weer warmer wordt.

In de sectie waar benzeen van stearine wordt afgescheiden, wordt op analoge wijze geregeld. Bovenin het flashvat F402 is meer warmte nodig dan bovenin het flashvat F401, zodat zowel de warme stearinestroom als de warme oleïnestroom voor de verwarming zorg draagt. Onderin het flashvat F402 wordt verwarmd met temperatuurgecontroleerd stoom. De stearinetopstroom wordt op temperatuur gehouden met behulp van een temperatuurregeling over de warmtewisselaar E405 via een by-pass.

De settler tank (S401), waarin benzeen van water moet worden afgescheiden is voorzien van een niveauregelaar, die het waterniveau onderin de settler regelt en een niveauregelaar, die ervoor zorgt dat het benzeenniveau op peil blijft. In principe verdwijnen er geringe hoeveelheden water en benzeen via de produktstromen. De niveauregelaars zorgen dan voor extra water en benzeen toevoer. Een temperatuur geregelde condensor zorgt ervoor dat het stoom gecondenseerd is voordat het de settler in komt.

### 3.6. CONCLUSIES.

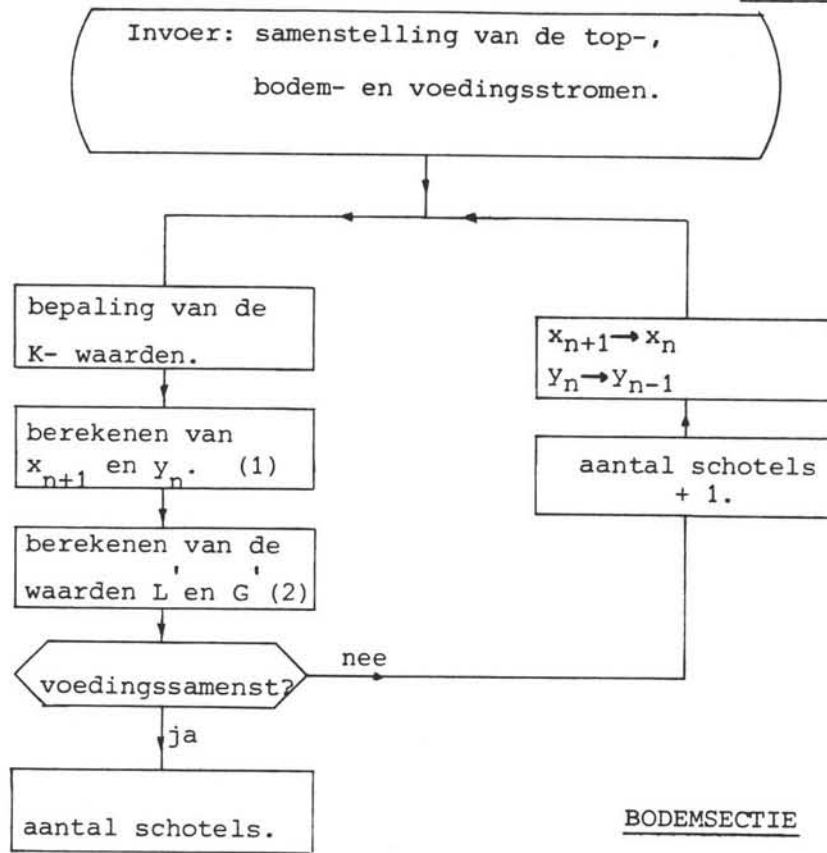
Uit hetgeen er gevonden is, is niet met zekerheid te zeggen in welke mate het behandelde proces geschikt is voor de scheiding van een stearine/oleïne mengsel. Dit houdt vooral verband met de beperkte hoeveelheid (evenwichts)gegevens, die ons ter beschikking stonden. Om het proces nauwkeurig door te kunnen rekenen, zijn experimentele gegevens onontbeerlijk.

Bepaling van evenwichtsconstanten, ten behoeve van driehoeksdiagrammen van stearine-CO<sub>2</sub>-benzeen en oleïne-CO<sub>2</sub>-benzeen bij temperaturen van 93°C tot 123°C en 145 bar, is nodig voor de bepaling van het aantal schotels in de kolommen van het hoge druk gedeelte.

Uit de doorgenomen literatuur kan echter geconcludeerd worden dat de scheiding met behulp van superkritisch gas mogelijk moet zijn.

Appendices behorende bij hoofdstuk 3.

STROOMDIAGRAM VOOR HET PROGRAMMA TER BEPALING VAN HET AANTAL  
SCHOTELS.



BODEMSECTIE

$$(1). \quad y_{i,n} = K_{i,n} \cdot x_{i,n}$$

$$x_{i,n+1} = \frac{(L + GK_{i,n})x_{i,n} - Gy_{i,n-1}}{L}$$

$$(2). \quad L' = \frac{t \cdot f_s - f_o}{t - x_{o,n}/x_{s,n}} \cdot \frac{1}{x_{s,n}} \quad \text{mol/s}$$

met  $t = (x_o/x_s)_{\text{top}}$

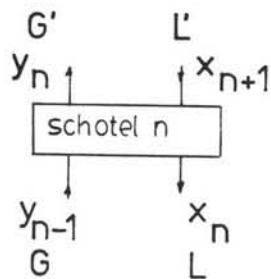
$f_s$  de voedingsstroom stearine mol/s

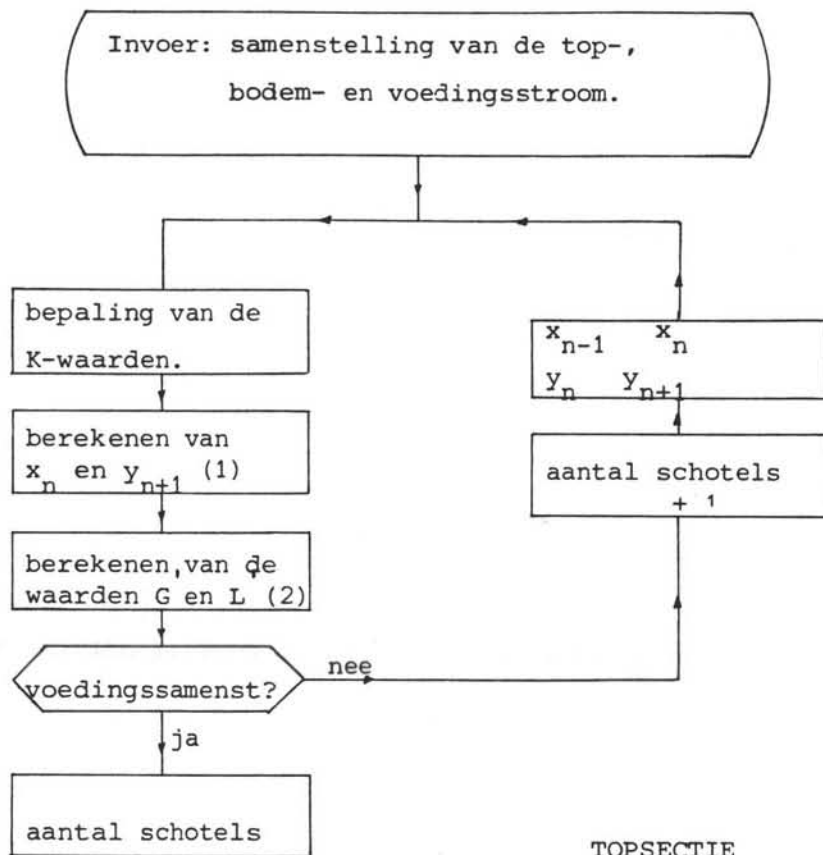
$f_o$  de voedingsstroom oleïne mol/s

$x_s$  = fractie stearine in de vloeistof

$x_o$  = fractie oleïne in de vloeistof.

$$G' = L' + G - L.$$





TOPSECTIE

$$(1). x_{i,n} = y_{i,n} / K_{i,n}$$

$$y_{i,n+1} = y_{i,n} + \frac{L}{G}(x_{i,n} - x_{i,n-1})$$

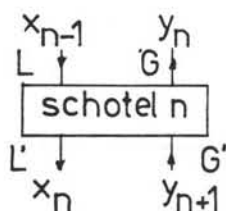
$$(2). L' = \frac{pf_s - f_o}{p - x_{o,n-1}/x_{s,n-1}} \times \frac{1}{x_{s,n-1}}$$

$$G' = G + L' - L$$

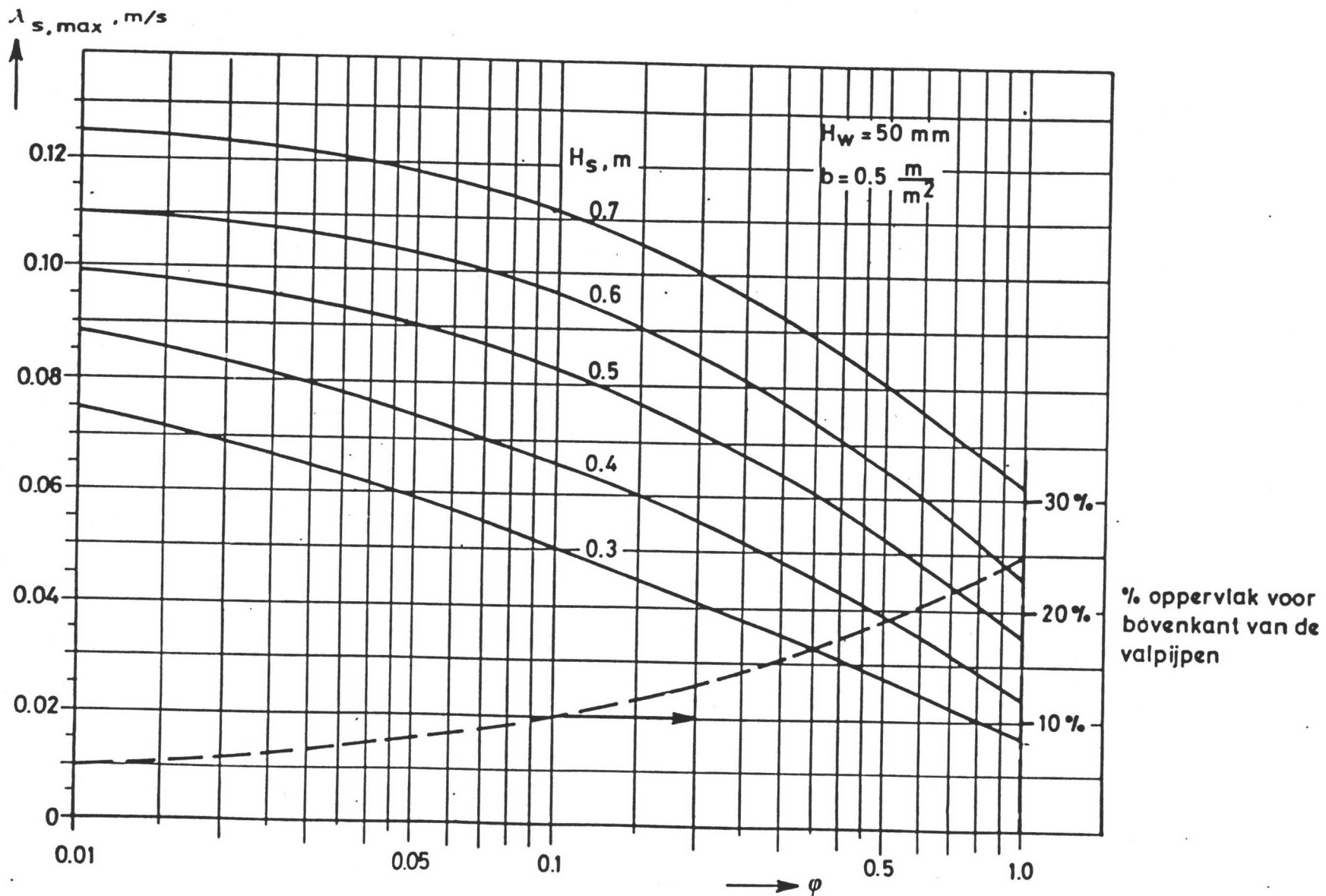
met  $p = \left(\frac{x_o}{x_s}\right)_{\text{bodem}}$

$x_o$  = fractie oleïne

$x_s$  = fractie stearine







figuur 3-II-1; capaciteitscurven voor zeefschotels  $b = 0.5 \frac{m}{m^2}$



Appendix 3-III.

BEREKENING VAN DE WANDDIKTE VAN DE KOLOM.

Aan de hand van de "Regels voor toestellen onder druk" [13] is de wanddikte van de kolom bepaald. Vervolgens is een wanddikte beoordelings berekening voor vertikaal opgestelde toestellen onder druk gemaakt.

D0101 Minimum- en maximumafmetingen; toeslagen.

- (1) De wanddikte moet een minimale waarde hebben. De kolom wordt gemaakt van Stainless Steel 316.

$$d_d \geq 3 \text{ mm}$$

- (2) De werkelijke wanddikte zal groter moeten zijn dan de berekende waarde omdat:

-De vervaardiging kan tot een vermindering in de wanddikte leiden.

-Slijtage en intering over de levensduur.

-maatafwijking van het materiaal.

dus  $\Delta d_d > d + \Delta d_f + \Delta d_c + \Delta d_t$

-De vervaardigingstoeslag  $\Delta d_f = 0$  omdat de werkelijke aanwezige wanddikte na de vervaardiging wordt vastgesteld en in de berekening gebruikt.

-De interingstoeslag  $\Delta d_c = 1/10 \times 0,02 \text{ (inch)} \times 0,0254 \times 15 \text{ (jaar)}$   
 $= 1 \text{ mm.}$

"Perry" (hfdst 23-21) Fatty acids.

$-\Delta d_t = 0,02(d + \Delta d_f + \Delta d_c)$  voor gewalst staal indien  $d > 25 \text{ mm.}$

D0103 Gebruiksomstandigheden.

- (2)  $P_d$  is het drukverschil over de wand, bepalend voor de sterkteberekening van de wand. De kolom wordt bedreven bij een druk van 145 bar. Daarbij moet 10% opgeteld worden vanwege de persproef.

$$P_d = 0,1(145 + 14,5) = 16 \text{ MPa.}$$

- (3) Metaaltemperatuur  $\theta_m$ .

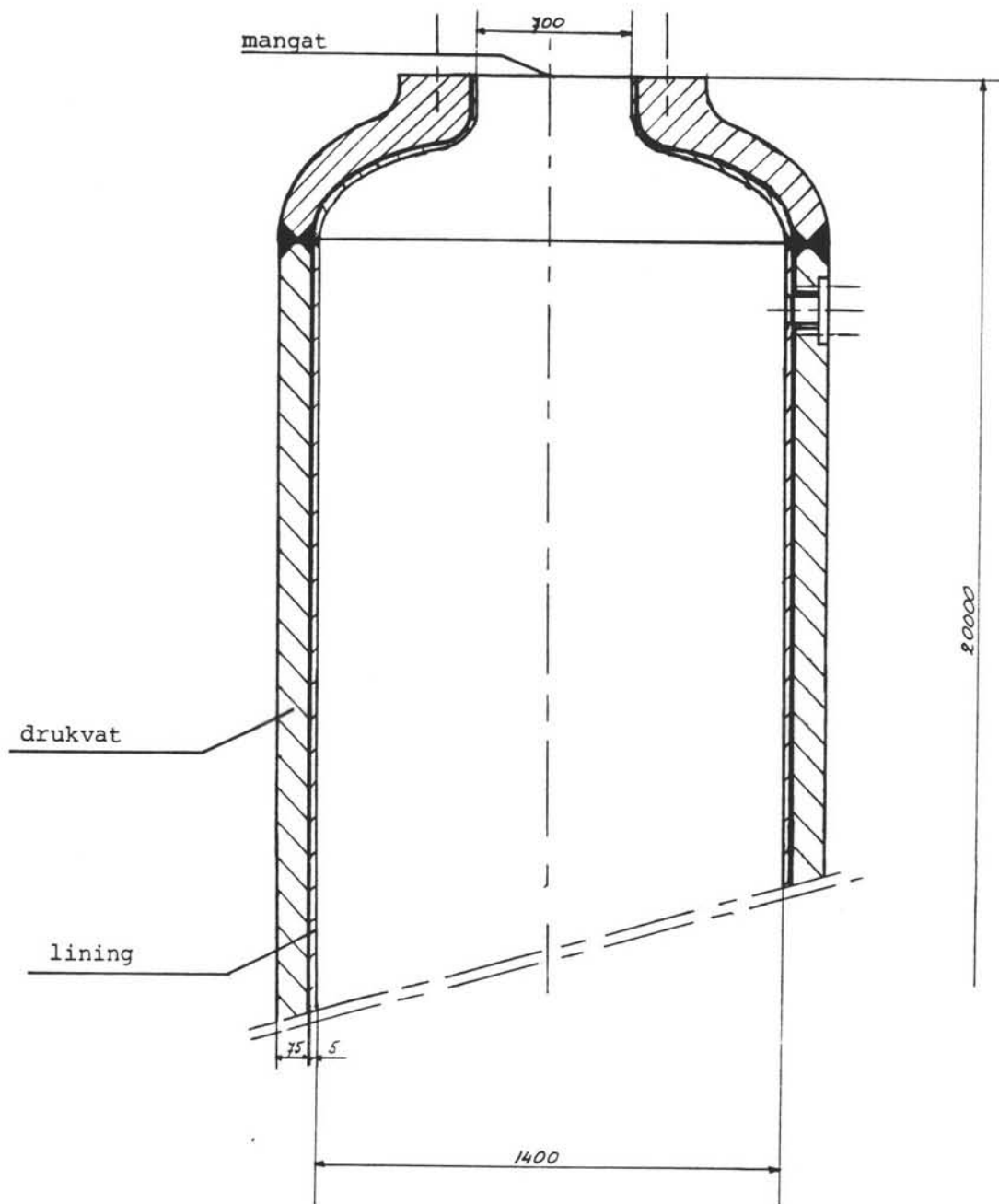
De temperatuur van het medium in de kolom is  $\pm 100^\circ \text{C.}$

Indien we aannemen dat het metaal een oneindige geleiding heeft, dan zal de wandtemperatuur ook deze waarde hebben.

D0105 Materiaaleigenschappen.

M0202 gewalst plaat van austenitisch staal:

rekgrens bij  $100^\circ \text{C: } Re(100^\circ \text{C})_{\text{staal 316}} = 177 \text{ N/mm}^2.$



figuur 3.III.1; Schematische weergave van  
het drukvat.

D0301 Wanddikte bepaling voor cilinders onder inwendige druk.

(2) De wanddikte vergelijking luidt:

$$d = \frac{P_d \times D_i}{2zf - P_d}$$

f volgens (3)

z volgens (4)

(3) f is de ontwerpspanning.

Staal 316 heeft een rek na breuk van 40% dus

$$f = 0,67 \times R_e(100^\circ\text{C}) = 0,67 \times 177 = 119 \text{ N/mm}^2.$$

(4) z is de verzwakkingsfactor.

Indien plaatselijke verzwakkingen zoals tubelures worden versterkt en lasverbindingen worden gecontroleerd met röntgenstralen kunnen we stellen:

$$z = 1$$

De wanddikte wordt nu:

$$d = \frac{16 \times 1400}{2 \times 1 \times 119 - 16} = 100,9 \text{ mm.}$$

Voor  $d_t$  uit D0101 (2) geldt nu:

$$d_t = 0,02(100,9 + 1) = 2 \text{ mm.}$$

De uiteindelijke wanddikte wordt dan:

$$d = 103 \text{ mm.} \quad (\text{figuur 3.III.1 een alternatieve}$$

D1201 Wanddikte beoordeling van vertikaal opgestelde toestellen onder druk.

(2) De spanningen worden gecontroleerd voor gebruikstoestand A.

-berekendingsdruk  $P_d$  volgens D0103

-metaaltemperatuur  $\theta_m$  volgens D0103

-belasting door eigen gewicht, gewicht van de vulling en wind.

(3) Windbelasting.

De algemene formule luidt:

$$F_n = P_w \times C_w \times A_n$$

waarin  $P_w$  = de stuwdruk volgens (3.1)

$C_w$  = de weerstandscoëfficiënt volgens (3.2)

$A_n$  = geprojecteerd oppervlak volgens (3.3).

De volgende waarden volgen uit metingen van het Nederlandse weer.

(3.1)  $P_w = (1200 + 6h)$   
 $= (1200 + 6 \times 20) = 1320 \text{ N/m}^2$ . (Deze waarde wordt constant verondersteld over de hele hoogte).

(3.2)  $C_w = 0,67$  (voor aangestroomde cilinders).

(3.3) Voor het bepalen van het geprojecteerde oppervlak is er van uitgegaan dat de kolom 3 bordessen en 1 kooiladder heeft. (feed-, top- en bodem bordes).

Uit de tabel volgt:

$$\begin{aligned} A_{\text{bordess}} &= 3 \times 1,1 = 3,3 \text{ m}^2. \\ A_{\text{kooil.}} &= 20 \times 0,33 = 6,6 \text{ m}^2. \\ A_{\text{cilinder}} &= 20 \times 1,606 = 32,1 \text{ m}^2. \\ &\text{totaal: } A_n = 42 \text{ m}^2. \end{aligned}$$

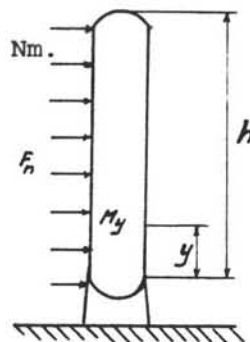
$$\Rightarrow F_n = 1320 \times 0,67 \times 42 = 37145 \text{ N.}$$

(5) Momenten.

Het grootst optredende buigend moment wordt genomen t.o.v. het 'skirt' van de kolom ( $y = 0$ ).

$$M_{by} = F_n \times \frac{1}{2}h = 37145 \times 0,5 \times 20 = 371450 \text{ Nm.}$$

Aangezien de gas- en vloeistof leidingen betrekkelijk dun zijn in verhouding tot de kolom (d 100 mm, gebaseerd op de maximaal toelaatbare gas- en vloeistofsnelheid in de leidingen), kan het wringend moment verwaarloosd worden.



(4) Gewichtsbelasting. (boven  $y = 0$ )

De kolom wordt berekend voor een inhoud met water.

De werkelijke dichtheid van het superkritische medium is lager.

$$G_i = \frac{\pi}{4} \times D_i^2 \times h \times \rho_w = \frac{\pi}{4} \times 1,4^2 \times 20 \times 1000 = 30787 \text{ kg}$$

$$\begin{aligned} G_k &= \frac{\pi}{4} \times (D_u^2 - D_i^2) \times h \times \rho_{st} = \\ &= \frac{\pi}{4} \times (1,606^2 - 1,4^2) \times 20 \times 8000 = \\ &= 77815 \text{ kg} + \end{aligned}$$

$$G_{\text{totaal}} = 108602 \text{ kg}$$

Toeslag voor leidingen, bordessen en fronten: 30000 kg +

$$138602 \text{ kg}$$

$$P_y = 139 \times 10^4 \text{ N indien } g = 10 \text{ m/s}^2.$$

(6) Berekening van de spanningen in de cilinder.

(6.1) normaalspanning in de omtreksrichting.

De beoordeling wordt betrokken op de wanddikte die volgt uit de wanddikte berekening exclusief toeslagen.

$$\begin{aligned}\sigma_{tg} &= \frac{P_d (D_e - d)}{2d} \\ &= \frac{16(1606 - 103)}{2 \times 103} = 116,7 \text{ N/mm}^2\end{aligned}$$

(6.2) Normaalspanningen in langsrichting.

$$\sigma_{ax:1} = \sigma_{ax:p} - \sigma_{ax:P} + \sigma_{ax:M}$$

$$\sigma_{ax:2} = \sigma_{ax:p} - \sigma_{ax:P} - \sigma_{ax:M}$$

$$\text{waarin: } \sigma_{ax:p} = \frac{P_d (D_e - d)}{4d} = \frac{16(1606 - 103)}{4 \times 103} = 58,4 \text{ N/mm}^2.$$

$$\sigma_{ax:P} = \frac{P_y}{\pi \times d (D_e - d)} = \frac{1390000}{\pi \times 103 (1606 - 103)} = 2,9 \text{ N/mm}^2$$

$$\sigma_{ax:M} = \frac{M_{by}}{0,25 \times \pi \times d (D_e - d)} = \frac{371450000}{0,25 \times \pi \times 103 (1606 - 103)} = 2,0 \text{ N/mm}^2$$

$$\sigma_{ax:1} = 58,4 - 2,9 + 2,0 = 57,5 \text{ N/mm}^2$$

$$\sigma_{ax:2} = 58,4 - 2,9 - 2,0 = 53,5 \text{ N/mm}^2$$

(7) Sterkte controle van de cilinder.

Voor gebruikstoestand A geldt het volgende criterium:

$$\sigma_v \leq z \times f = 1 \times 119 = 119 \text{ N/mm}^2.$$

De vervangende spanning  $\sigma_v$  wordt berekend op basis van de maximale schuifspanning:

$$\sigma_{tg} = 116,7 \text{ N/mm}^2$$

$$\sigma_{ax:1} = 57,5 \text{ N/mm}^2$$

$$\sigma_{ax:2} = 53,5 \text{ N/mm}^2$$

$$\sigma_{tg} - \sigma_{ax:1} = 59,2 \text{ N/mm}^2$$

$$\sigma_{tg} - \sigma_{ax:2} = 63,2 \text{ N/mm}^2$$

$$\sigma_v = 116,7 \text{ N/mm}^2.$$

Aan het gestelde criterium wordt dus voldaan.

### Appendix 3.IV

#### De verwarmingsspiralen in kolommen K402 en K403:

Uit een H-S-diagram voor CO<sub>2</sub> blijkt dat voor opwarmen van CO<sub>2</sub> bij 145 bar van 92°C naar 123°C ongeveer 15 kcal/kg ≈ 63 kJ/kg nodig is.

Voor kolom K402 betekent dit een warmtestroom

$$\Phi_w = \Phi_{m,CO_2} \cdot C_p = 42.5 \times 63 = 2680 \text{ kW}$$

Voor kolom K403 levert dit:

$$\Phi_w = \Phi_{m,CO_2} \cdot C_p = 1,75 \times 63 = 110 \text{ kW}$$

$\Phi_w$  = warmtestroom in W

$\Phi_{m,CO_2}$  = massastroom CO<sub>2</sub> in kg/s

$C_p$  = warmtecapaciteit in J/kg

Als er stoom van 71 bar en 287°C (hogedrukstoom Unichema) wordt gebruikt dan is er voor kolom K402 nodig:

$$\Phi_{m,H_2O} = \Phi_w / \Delta H_v \text{ met verdampingswarmte van water: } \Delta H_v (287^\circ\text{C}) = 1,475 \times 1000 \text{ kJ/kg}$$

zodat  $\Phi_m = 2680 / 1475 = 1,82 \text{ kg/s}$ .

Voor het maximum temperatuurverschil  $\Delta T_{\max}$  geldt dan:

$$\Delta T_{\max} = 287 - 92 = 195^\circ\text{C}.$$

Voor het minimum temperatuurverschil volgt dan ( $\Delta T_{\min}$ ):

$$\Delta T_{\min} = 287 - 123 = 164^\circ\text{C}$$

zodat:

$$\Delta T_{\ln} = \frac{\Delta T_{\max} - \Delta T_{\min}}{\ln \frac{\Delta T_{\max}}{\Delta T_{\min}}} = \frac{195 - 164}{\ln \frac{195}{164}} = 179^\circ\text{C}$$

Voor de warmteoverdrachtscoëfficiënt  $k_u$  volgt ruwweg uit de tabel op blz. A9 van het diktaat warmtewisselaars van Van den Bergh [3]

$$k_u = 100 \text{ Btu/ft}^2\text{hF} = 570 \text{ W/m}^2\text{K}.$$

Het benodigd warmtewisselend oppervlak is dan:

$$A_u = \Phi_w / (k_u \cdot \Delta T_{\ln}) = \frac{2680000}{570 \times 179} \approx 25 \text{ m}^2.$$

Het gecondenseerde water van de warmtewisselaar in kolom K402 kan nu ook worden gebruikt om het CO<sub>2</sub> gas in kolom K403 op te warmen.

Om in kolom K403 6,29 ton/h ≈ 1,75 kg/s CO<sub>2</sub> op te warmen van 92°C naar 123°C is 110 kW nodig.

Het water van 287°C ondergaat daarbij een koeling van:

$$\Delta T_w = \Phi_w / (c_{p,H_2O} \times \phi_{m,w})$$

waarbij :



$c_{p,H_2O}$  = soortelijke warmte van water bij  $287^\circ\text{C} = 5,3 \text{ kJ/kg}^\circ\text{C}$

$\phi_{m,w}$  = massastroom water =  $1,82 \text{ kg/s}$

zodat:

$$T_w = \frac{110}{5,3 \cdot 1,82} = 11,4^\circ\text{C}$$

De uitgaande watertemperatuur bedraagt dus:  $287 - 11,4 = 275,6^\circ\text{C}$

$$\Delta T_{\max} = 275,6 - 92 = 183,6^\circ\text{C}$$

$$\Delta T_{\min} = 283 - 123 = 164^\circ\text{C}$$

zodat:

$$\Delta T_{\ln} = \frac{\Delta T_{\max} - \Delta T_{\min}}{\ln \frac{\Delta T_{\max}}{\Delta T_{\min}}} = \frac{183,6 - 164}{\ln \frac{183,6}{164}} = \frac{19,6}{\ln 1,1195} = 173,6^\circ\text{C}$$

De warmte capaciteitsverhouding tussen de koude en de warme stroom is:

$$R = \frac{T_{w,i} - T_{w,u}}{T_{k,u} - T_{k,i}} = \frac{287 - 275,6}{123 - 92} = 0,368$$

De temperatuurefficiëncy wordt:

$$P = \frac{T_{k,u} - T_{k,i}}{T_{w,i} - T_{k,i}} = \frac{123 - 92}{287 - 92} = 0,159$$

De correctiefactor  $F(P,R)$  volgt uit een grafiek (van den Bergh [3] )

$F=1$ . Het gemiddelde temperatuurverschil (logaritmisch) ondervindt dus geen correctie. De warmteoverdrachtscoëfficiënt  $k_u \approx 40 \text{ Btu/ft}^2\text{hF}$   
 $\approx 200 \text{ W/m}^2\text{K}$ .

Het warmtewisselend oppervlak volgt dan uit:

$$A = \phi_w / (k_u \times \Delta T_{\ln}) = \frac{110000}{200 \times 173,6} \approx 3 \text{ m}^2.$$

Appendix 3-V.

De settler voor het systeem benzeen-water

Gescheiden moet worden;  $152,7 \text{ kg/h} \approx 0,0424 \text{ kg/s}$  benzeen van  $600 \text{ kg/h} \approx 0,1667 \text{ kg/s}$  water. Voor de settler wordt een bezinkbak gekozen waarbij aan een zijde van de bak het mengsel onder het scheidingsvlak wordt ingevoerd.

Benzeen is de disperse fase en water is de continue fase. Voor de coalescentietijd  $\theta_c$  volgt volgens Zuiderweg [62]:

$$\theta_c = 31 \times 10^3 \times \frac{\sigma^{0,24} \times \eta_d}{(\Delta \rho \cdot g)^{1,24} \times d_{3,2}^{1,48}}$$

$$\sigma = \sigma_{\text{benzeen-water}} = 35 \times 10^{-3} \text{ N/m}$$

$$\eta_d = \eta_{\text{benzeen}} = 6,49 \times 10^{-4} \text{ Pa.s}$$

$$\rho_{\text{benzeen}} = 879 \text{ kg/m}^3$$

$$\rho_{\text{water}} = 1000 \text{ kg/m}^3$$

$$g = 9,8 \text{ m/s}^2$$

Voor de sautergemiddelde diameter  $d_{3,2}$  is aangenomen  $d_{3,2} \approx 10^{-3} \text{ m}$ .  
Uit bovenstaande gegevens volgt:  $\Delta \rho = 121 \text{ kg/m}^3$ .

$$\theta_c = \frac{31 \times 10^3 \times (35 \times 10^{-3})^{0,24} \times 6,49 \times 10^{-4}}{(121 \times 9,8)^{1,24} \times (10^{-3})^{1,48}}$$
$$= 38 \text{ s.}$$

De disperse fase holdup volgt uit:

$$h = Q_d / Q_c$$

waarin:  $Q_d$  = volumedebiet van de disperse fase ( $\text{m}^3/\text{s}$ )

$Q_c$  = volumedebiet van de continue fase ( $\text{m}^3/\text{s}$ )

$$Q_d = 0,0424 \text{ kg/s} = 4,82 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$$

$$Q_c = 0,1667 \text{ kg/s} = 1,667 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$$

$$\text{zodat } h = 4,82 \times 10^{-5} / 1,667 \times 10^{-4} = 0,29.$$

Voor een industrieel systeem geldt:

$$Q_d/A = c \cdot h \cdot (\Delta H_c / \theta_c)^{1/3}$$

waarin:  $c$  = constante  $\approx 0,025 \text{ (m/s)}^{2/3}$  voor een industrieel systeem

$$\Delta H_c = \text{hoogte van de coalescentielaag} \approx 0,15 \text{ m}$$

Hieruit volgt voor het settleroppervlak A:

$$A \approx 5 \times 10^{-2} \text{ m}^2$$

De hoogte van de settler moet ongeveer 5 tot 10 maal  $\Delta H_c$  zijn.

Voor  $H_s$  geldt dus ongeveer:

$$H_s \approx 7 \times \Delta H_c \approx 7 \times 0,15 \text{ m} \approx 1 \text{ m} .$$

WARMTEWISSELAARSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E401.			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....		:opwarmen voedingsstroom.	
Positie.....		:horizontaal.	
Type.....		:Shell and Tube	
Capaciteit (benodigd).....		:3308	kW
Warmtewisselendoppervlak.....		:24	m <sup>2</sup>
Aantal passages pijpzijde.....		:---	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt		:700	W/m <sup>2</sup> .K
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde	Pijpzijde
Soort Fluidum		condenserendestoom	stearine/oleïne/benzeen.
Massastroom  kg/hr	totaal.....	2,2	17930
	vloeistofdeeltjes.....	---	17930
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	2,2	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
Soortelijke- warmte (gem.)  kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	---	2,05
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	---
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	2,2	---
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	1506	---
	Temperatuur IN,.....°C.	286	85
	Temperatuur UIT.....°C.	286	95
	Werkdruk.....bar	70	145

WARMTEWISSELAARSPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : E402			
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :			
Functie.....		: afkoelen CO <sub>2</sub> -stroom	
Positie.....		: horizontaal	
Type.....		: shell and tube	
Capaciteit (benodigd).....		2790	kw
Warmtewisselendoppervlak.....		240	m <sup>2</sup>
Aantal passages pijpzijde.....		: ---	
Overall warmteoverdrachtscoëfficiënt :		160	W/m <sup>2</sup> .K
BEDRIJFSCONDITIES :			
		Mantelzijde	Pijpzijde
Soort Fluidum		koelwater	CO <sub>2</sub>
Massastroom kg/hr	totaal.....	30,3	160000
	vloeistofdeeltjes.....	30,3	---
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	160000
Soortelijke- warmte (gem.) kJ/kg. °C	vloeistofdeeltjes.....	4,19	---
	kondenseerbaar gas.....	---	---
	stoom.....	---	---
	niet kondenseerbaar.....	---	0,62
	Massastroom te verdampen / kondenseren.....kg/hr	---	---
	Verdampingswarmte.....kJ/kg	---	---
	Temperatuur IN,.....°C.	23	123
	Temperatuur UIT.....°C.	45	98
	Werkdruk.....bar	atmosf.	145

## Hoofdstuk 4

### DESTILLATIE

## SAMENVATTING

Onderzocht werd in hoeverre de procesvoering bij de rechtuit-destillatie van ruwe stearine zoals die momenteel bij Unichema wordt uitgevoerd, verder kan worden geoptimaliseerd. Hiertoe werd enerzijds literatuuronderzoek verricht en anderzijds een simulatiemodel ontwikkeld waarmee het destillatieproces kan worden gesimuleerd.

Momenteel wordt tijdens het proces open stoom geïnjecteerd. Dit heeft nadelige gevolgen voor de bedrijfskosten. Het blijkt echter technisch mogelijk het proces zonder stoominjectie uit te voeren.

Voorwaarde is dat voor de verdamping onder in de kolom een verwarmingsmedium met een lagere temperatuur wordt gebruikt. Bovendien moet de druk onder in de kolom enigzins worden verlaagd.

Het verdient aanbeveling de economische consequenties van dit alternatief nader te onderzoeken.

## INHOUDSOPGAVE HOOFDSTUK 4.

SAMENVATTING	1
INHOUDSOPGAVE	2
4.1 INLEIDING	3
4.2 DESTILLATIE 7 BIJ UNICHEMA	6
4.3 DOEL VAN HET ONDERZOEK	10
4.4 HET COMPUTERSIMULATIEMODEL	11
4.5 RESULTATEN	14
4.5.1 Simulatie van het bestaande proces.	14
4.5.2 Het effect van stoominjectie.	20
4.5.3 De invloed van de kolomdruk.	21
4.5.4 De invloed van het aantal evenwichtstrappen in de rektificatiesektie.	22
4.5.5 De invloed van de temperatuur van de uitgaande bodemstroom.	23
4.5.6 Onderzoek naar de rentabiliteit van een warmtepomp.	24
4.6 DISCUSSIE VAN DE RESULTATEN	27
4.7 CONCLUSIES EN AANBEVELINGEN	30
APPENDIX 4.I : Resultaten van de simulatieberekeningen.	31
APPENDIX 4.II : Warmtepompberekeningen.	35
APPENDIX 4.III : Sterkteberekening.	37
APPENDIX 4.IV : Procesregeling en flowsheet van destillatie 7, Unichema.	41
SYMBOLENLIJST	42



## HOOFDSTUK 4 : DESTILLATIE.

### 4.1 INLEIDING.

Na de vetzuurscheiding wordt het ruwe stearine in het produktieproces bij Unichema verder gezuiverd in Destillatie 7. In deze kolom worden ongesplitst vet, geur- en kleurstoffen uit de voeding verwijderd. Een en ander vindt plaats in twee stappen.

Onder in de kolom worden het ongesplitste vet en zware componenten die het mengsel een donkere kleur geven afgescheiden. Dit geschiedt door de voeding in een tientrapsverdamer zoveel mogelijk te verdampen. De vetzuurdamp wordt in een rektificatiesektie geleid. Hierin wordt het destillaat gewassen met de opstijgende vetzuurdamp. Via deze operatie worden lichte producten als aldehyden, lichte vetzuren en oxydatieprodukten uit de stearine verwijderd.

De continue partiële verdamping van de voeding geschiedt onder vacuüm. Dit hangt samen met het feit dat bij temperaturen hoger dan 260°C ontledingsreacties plaatsvinden en het normaalkookpunt van de vetzuren (49). In sommige gevallen treedt al voordat een normaalkookpunt wordt bereikt ontleding op. Volgens Berger (4) vindt bij temperaturen hoger dan 260°C, decarboxylering plaats gevolgd door polymerisatie tot zware teerfrakties. Ook kraakreacties tot allerlei koolwaterstoffen en ketonen kunnen voorkomen.

In de literatuur worden verschillende mogelijkheden beschreven voor de rechtuit-destillatie van vetzuren. Steeds staat de gevoeligheid van vetzuurmengsels voor thermische degradatie centraal. Men streeft naar lagere drukken, verblijftijden en wandtemperaturen, om ontleding zoveel mogelijk tegen te gaan. De destillatie wordt niet batchgewijs uitgevoerd omdat dit de verblijftijd ongunstig beïnvloedt (28).

Voor de destillatie moet het eventueel in de voeding aanwezige water worden verwijderd. Doorgaans gebruikt men hiervoor een flash-verdamper.

Het is niet altijd nodig de voeding van te voren te verhitten. Bij een aantal industrieel toegepaste processen wordt de voeding hoog in de kolom gevoerd. Zowel de voelbare warmte als de verdampingswarmte worden geleverd door de opstijgende vetzuurdampen (39). Men kan de vloeistof hierbij over schotels, pakkingen of via de buizen van een valfilmverdamer naar beneden laten stromen (45,46).

Bij de eerste continue vetzuurdestillatieprocessen werd de voeding van te voren direkt met HD-stoom verwarmd en verdampt. In meer moderne systemen wordt de voeding indirekt verwarmd met Dowtherm of diphenyloxyde. Hierdoor is de kans op lokale oververhitting kleiner.

Wanneer de voeding boven in de kolom wordt gevoerd maakt men soms gebruik van verwarmingselementen in of op de schotels. Aanvankelijk werden verwarmingsspiralen op de schotels toegepast. Dit heeft echter nadelige gevolgen voor het schotelrendement en de toegankelijkheid voor onderhoud en reparaties (4). Een moderner systeem is dat van Wurster en Sanger, waarbij de schotels worden doorstroomd met condenserende Dowthermdampen. Om de verblijftijd klein te houden handhaaft men een laag vloeistofniveau op de schotels. Het systeem is bijzonder geschikt voor gefraktioneerde destillatie maar duur in aanschaf.

In een groot aantal gevallen wordt bij vetzuurdestillatie oververhitte stoom toegevoegd. Het gebruik van stoom biedt een aantal voordelen.

Het verlaagt de partiëlespanning en daarmee de temperatuur. Het is goedkoop. Direkte stoominjectie bevordert een gelijkmatig koken en zou plaatselijke oververhitting van vetzuren voorkomen door een betere circulatie in de verdamer. Anhydridevorming wordt tegengegaan en stoom is een goede entrainer van geur- en kleurstoffen.

Daar tegenover staat echter dat, afhankelijk van de hoeveelheid toegevoegde stoom een grotere kolomdiameter nodig is en de vacuumkosten toenemen. Ook betekent het toevoegen van stoom dat het gevormde afvalwater weer moet worden gezuiverd. Ten slotte neemt de kans op oververhitting van de vetzuren toe

doordat de damp een lagere soortelijke warmte heeft en dus gemakkelijk wordt oververhit (23).

Processen waarbij de voeding hoog in de kolom wordt gevoerd komen niet in aanmerking voor sterker vervuilende systemen als dat bij Unichema.

De gegeneerde vetzuurdampen kunnen op verschillende wijzen worden gecondenseerd. Meestal werkt men met één hoofdcondensator in de top van de kolom om de verblijftijd van de vetzuren in de kolom zo klein mogelijk te houden. Daarnaast zijn er dan veelal twee externe condensators. De hoofdcondensator is een horizontale buizenbundel (47) of een spiraalcondensator (Unichema). De externe condensators zijn van het shell & tube-type.

Wanneer koelwatertemperaturen ver beneden het smeltpunt van vetzuren worden toegepast is een goede dimensionering en temperatuurregeling essentieel.

Zoals bij alle vacuuminstallaties is het van belang de drukval over alle delen van het apparaat zo gering mogelijk te houden. Voor condensators en schotels geldt dat maximaal een drukval van 1 mm Hg per stuk toelaatbaar is (39).

Na de twee externe condensators bestaat de overgebleven damp uit stoom, reukstoffen, lichte verontreinigingen en een mist van kleine vetdruppeltjes. Om te voorkomen dat ernstige verontreiniging van het vacuumsysteem optreedt wordt veelal een extra reinigungsstap toegepast.

Een methode is de nevel te besproeien met vloeibare vetzuren waardoor de kleine druppeltjes met de grote coalesceren. De vloeistof wordt vervolgens afgescheiden met een centrifugaal-afscheider. Een en ander is mogelijk met een drukval van minder dan 1 mm Hg (4). Een andere methode is de damp met een pekeloplossing te wassen en dan de vloeistof met een vloeistofseparator af te scheiden. De laatste methode wordt bij Unichema toegepast.

Het vacuum in de destillatiekolom wordt onderhouden met behulp van stoomejekteur-vacuumsets.

De meeste vetzuurdestillatiekolommen worden momenteel vervaardigd uit staal 316. Het goedkopere roestvrijstaal 304 bleek ongeschikt i.v.m. de corrosiviteit van de vetzuurmengsels. Het is van belang dat het staal minstens 2,5 % molybdeen bevat (28).

#### 4.2 DESTILLATIE 7 BIJ UNICHEMA.

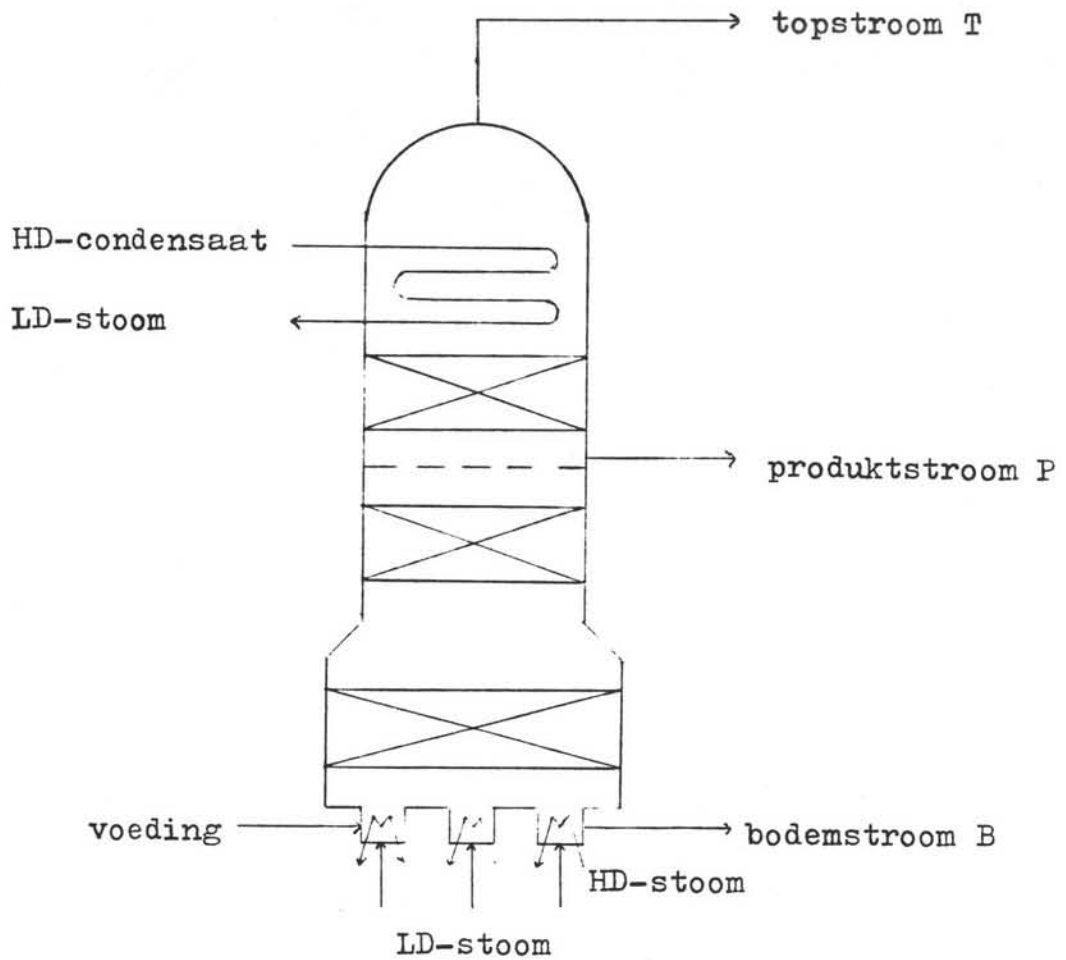
Unichema beschikt over 7 destillatietorens. Destillatie 7 is de meest recent gebouwde kolom en tevens de modernste. De procesvoering is vrijwel volledig geautomatiseerd en aan de energiehuishouding is de nodige aandacht geschonken. Het proces wordt schematisch weergegeven in flowsheet no.5 . Een gedetailleerde beschrijving van alle regelingen en beveiligingen vindt men in (59). Hieronder wordt een en ander kort behandeld.

De destillatie is een continu uitgevoerd proces. De opstelling is uitgerust met twee voedingstanks van 70 m<sup>3</sup> per stuk. Voordat de voeding de kolom betreedt passeert deze de voorverhitter, een flashtank en twee economizers. Onder een economizer wordt een warmtewisselaar verstaan waarin warmte-uitwisseling optreedt tussen produkt- en voedingsstromen.

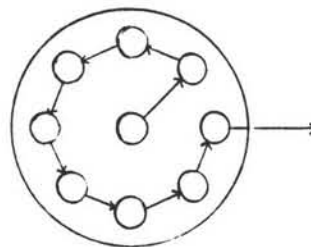
De voeding wordt eerst voorverwarmd via warmte-uitwisseling met de produktstroom en vervolgens in de voedingsvoorverhitter op 105°C gebracht. De voedingsverhitter werkt met LD-stoom. Nu wordt m.b.v. een flash-verdamper het water ( $\pm 5$  wt%) afgedampt, het mengsel passeert een tweede economizer en betreedt de kolom.

De destillatiekolom is afgebeeld in figuur 4.2.1. Het basisontwerp is van de firma Lurgi. In de kolom bevinden zich drie pakkingssekties met 3" metalen Pallringen, een total-drawoffschotel en een spiraalcondensator. De onderkant van de kolom bestaat uit 10 "poten" van elk 50 liter die met elkaar in verbinding staan via een overloop (figuur 4.2.2). In de poten zorgen stoomspiralen met HD-stoom voor de warmtetoevoer (figuur 4.2.3). De HD-stoomspiralen zijn aan de binnenzijde aangebracht van een zielpijp, waaromheen de vloeistof circuleert.

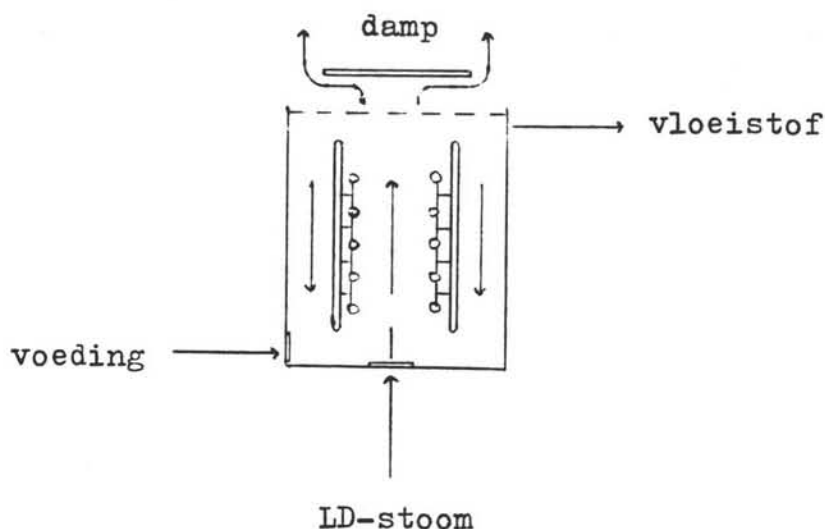
De voeding komt met een temperatuur van ongeveer 175°C in de eerste poot en loopt over in de volgende poot. Onderin iedere poot wordt LD-stoom geïnjecteerd. Bij een voedingsdoorzet van 7,5 ton/h wordt totaal  $\pm 40$  kg/h LD-stoom toegevoerd. De druk onder in de kolom is 8 mm Hg. De temperatuur wordt



Figuur 4.2.1 Schematische weergave van Destillatie 7.



Figuur 4.2.2 Bovenaanzicht van de bodem van de kolom. Met pijltjes is de stromingsrichting van de vloeistof aangegeven.



Figuur 4.2.3 Schematische weergave van een poot van de kolom.

gemeten in de 5<sup>e</sup> en de 10<sup>e</sup> poot. Gestuurd wordt op een maximale temperatuur van de bodemstroom van 265 °C. Het blijkt dat onder deze omstandigheden de voeding voor 90 wt% wordt verdampt.

De onderkant van de kolom heeft een grotere diameter dan de rektificatiesektie om voldoende ruimte te creëren voor de potten. Deze mogen namelijk niet te lang zijn, omdat de drukval over de vloeistofinhoud in de vaten hierdoor ongunstig wordt beïnvloed. Een ander argument is waarschijnlijk dat vroeger de voeding boven het onderste pakket werd toegevoerd. Er is dan meer ruimte nodig voor de naar beneden stromende vloeistof.

De damp wordt bovenin de kolom voor 97 wt% gecondenseerd, 3 wt% van de voeding gaat samen met de geïnjecteerde stoom over de top. Bovenin de kolom is de druk 4 mm Hg. In de spiraalcondensator wordt met de afgevoerde warmte LD-stoom opgewekt.

Aanvankelijk werd een gedeelte van de condensatiewarmte gebruikt om de voeding voor te verwarmen, deze oplossing blijkt echter economischer. Hiertoe wordt het HD-condensaat afkomstig uit de verdampers naar boven gepompt. Dit verdampt gedeeltelijk in de spiraalcondensator. In een flashvat worden vloeistof en damp gescheiden. Overtollig HD-condensaat wordt afgevoerd naar het ketelhuis.

De interne condensator is overgedimensioneerd waardoor de gecondenseerde vloeistof onderkoeld raakt. De bovenste pakking

in de kolom is aangebracht om de warmte-uitwisseling tussen opstijgende vetzuurdamp en naar beneden stromend onderkoeld condensaat te bevorderen.

De onderste pakking fungeert als demister. Wanneer deze niet goed functioneert heeft het produkt een ongewenste donkere kleur. De middelste pakking is tegenwoordig overbodig. Vroeger werd de voeding ook wel boven de onderste pakking in de kolom gevoerd.

Het gedeelte van de voeding dat over de top gaat wordt hoofdzakelijk in twee opeenvolgende externe condensoren gecondenseerd en afgevoerd. Deze condensoren zijn van het Shell&Tube-type. Zij worden gekoeld via twee gesloten koelwatercircuits die ook worden gebruikt om de bodem- en de produktstroom te koelen. Om de temperatuur van het circuitwater niet te laten oplopen wordt gekoeld met koeltorenwater. Het is belangrijk dat de uitgaande temperatuur van het koelwater uit de eerste externe condensor voortdurend wordt gecontroleerd. Voorkomen moet worden dat de temperatuur van het koelwater het kookpunt bereikt.

De resterende vetzuurdampen en verontreinigingen worden uit de dampstroom verwijderd door ze na het passeren van een stootfilter te condenseren met pekewater en in een vloeistofseparator af te scheiden. Dit is noodzakelijk om verontreiniging van de vacuumset te voorkomen. Hierbij wordt pekewater gebruikt omdat dit een lage dampspanning en een hoge dichtheid heeft.

Tenslotte wordt de resterende dampstroom, die hoofdzakelijk uit waterdamp en lucht bestaat in een stoom-booster-ejekteurset afgezogen. De bodem- en produktstromen worden gekoeld via warmtewisseling met de koelwatercircuits en de voedingsstroom en vervolgens in de opslagvaten (70 m<sup>3</sup>) geleid.

Bij Unichema is geen verband bekend tussen de temperatuur en de verblijftijd enerzijds en de fraktie gedegradeerde vetzuren anderzijds (12).

#### 4.3 DOEL VAN HET ONDERZOEK.

De destillatiekolom wordt gebruikt om het ruwe stearine na de vetzuurscheiding verder te zuiveren. Het gaat er om dit proces zo economisch mogelijk te laten verlopen. De produktstroom moet aan bepaalde zuiverheidscriteria voldoen en tegelijkertijd moeten de hierbij optredende massa- en energieverliezen tot een minimum worden beperkt.

Om inzicht te verwerven in de invloed van de verschillende procesvariabelen op het destillatieproces werd een computersimulatiemodel ontwikkeld. Hierbij werd gebruik gemaakt van subroutines van het programma PROCESS.

Voor een dergelijke berekening heeft men een aantal fysische stofparameters nodig. In de literatuur bleek hierover nauwelijks informatie te vinden. Daarom waren we genoodzaakt onze toevlucht te zoeken tot thermodynamische benaderingsmethoden. Zie hiervoor hoofdstuk 1 .

Uitgaande van een representatieve voedingssamenstelling (zie appendix, tabel 4.I) werd de invloed van de kolomdruk, stoominjectie, de warmtetoevoer aan de bodem en het aantal evenwichtstrappen in de rektifikatiesektie onderzocht.

Tevens is aandacht besteed aan energiebesparende maatregelen. De toepassingsmogelijkheid van een warmtepomp werd onderzocht, waarbij de in de condensor af te voeren warmte wordt gebruikt voor de verdamping van de voeding.



#### 4.4 HET COMPUTERSIMULATIEMODEL.

Het model wordt schematisch weergegeven in figuur 4.4.1. De voedingssamenstelling vindt men in de appendix, tabel 4.I.

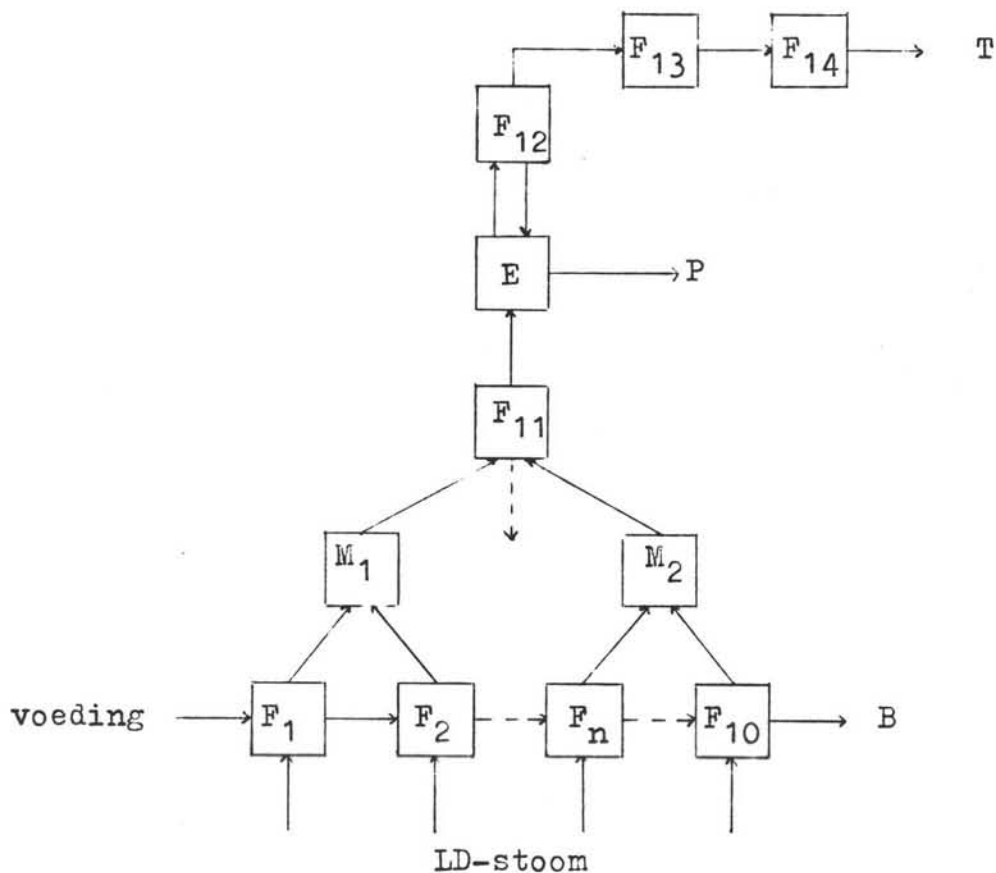
Als sleutelcomponent voor de in de voeding aanwezige triglyceriden is gekozen voor tripalmitine, ofwel de triëster van palmitinezuur en glycerol. De belangrijkste reden hiervoor is dat het kookpunt van deze stof in de literatuur wordt gegeven (56) en dus niet via benaderingsmethoden hoeft te worden berekend. Het zal duidelijk zijn dat de via groepsbijdragen bepaalde fysische parameters van tripalmitine ( $C_{51}H_{98}O_6$ ) zeer onnauwkeurig zijn.

Literatuuronderzoek wees uit dat geur- en kleurstoffen in de voeding in concentraties van minder dan 0,1 wt% aanwezig zijn. Over de aard van deze stoffen werd alleen gevonden dat deze per batch zeer uiteenliep. In de praktijk stuurt men een fractie van de voeding over de top om er zeker van te zijn dat alle geurstoffen worden verwijderd.

Het zich in de tien poten van de kolom afspelende verdampingsproces wordt benaderd door een serieschakeling van tien isobare flash-operaties. Aan elk flashvat wordt dezelfde hoeveelheid warmte en al dan niet 4 kg/h LD-stoom toegevoegd. Verondersteld wordt dat de LD-stoom van te voren adiabatisch is gesmoord naar de kolomdruk. De temperatuur van de op deze wijze ontstane oververhitte stoom wordt bepaald m.b.v. een stoomtafel (42).

Vervolgens wordt aangenomen dat de afzonderlijke dampstromen ideaal worden gemengd. De aanwezigheid van de onderste pakking die als entrainmentseparator fungeert komt in het model alleen tot uiting via een drukval die arbitrair op 1 mm Hg wordt gesteld.

De eigenschappen van de resulterende dampstroom worden berekend m.b.v. de MIX-subroutine van PROCESS. Per subroutine zijn slechts zes voedingstromen toelaatbaar, derhalve zijn er drie van dergelijke operaties nodig. De laatste is vervangen door een flash omdat de mogelijkheid bestaat dat bij het mengen een



UNIT	OPERATIE	SPECIFICATIE(S)
$F_1 \dots F_{10}$	10 iso-p,T-flashes	$p_B$ , $\dot{m}_B$ of $T_B$
$M_1, M_2$	dampmixers	$p_M = (p_B - 1) \text{ mm Hg}$
$F_{11}$	adiabatische flash	$p_A = (p_B - 1) \text{ mm Hg}$
E	evenwichtstrap (total-drawoff-schotel)	$p_E = (p_B - 1) \text{ mm Hg}$
$F_{12}$	topcondensator	$p_T = (p_B - 4) \text{ mm Hg}$ , $\dot{m}_T$
$F_{13}, F_{14}$	iso-p,T-flashes	$\Delta p = 8.33 \cdot 10^{-4} \text{ bar}$

Figuur 4.4.1 Schematische weergave van het computermodel.  
Overzicht van gespecificeerde procesvariabelen.

vloeibare fase ontstaat. Deze zou dan weer terug moeten worden gevoerd in de flashvaten.

De dampstroom passeert nu de voedingsschotel en wordt voor 97 wt% gecondenseerd in de eerste condensor. Beiden worden voor de simulatie gelijk gesteld aan één evenwichtstrap. Voor de drukval over het geheel wordt 3 mm Hg aangenomen.

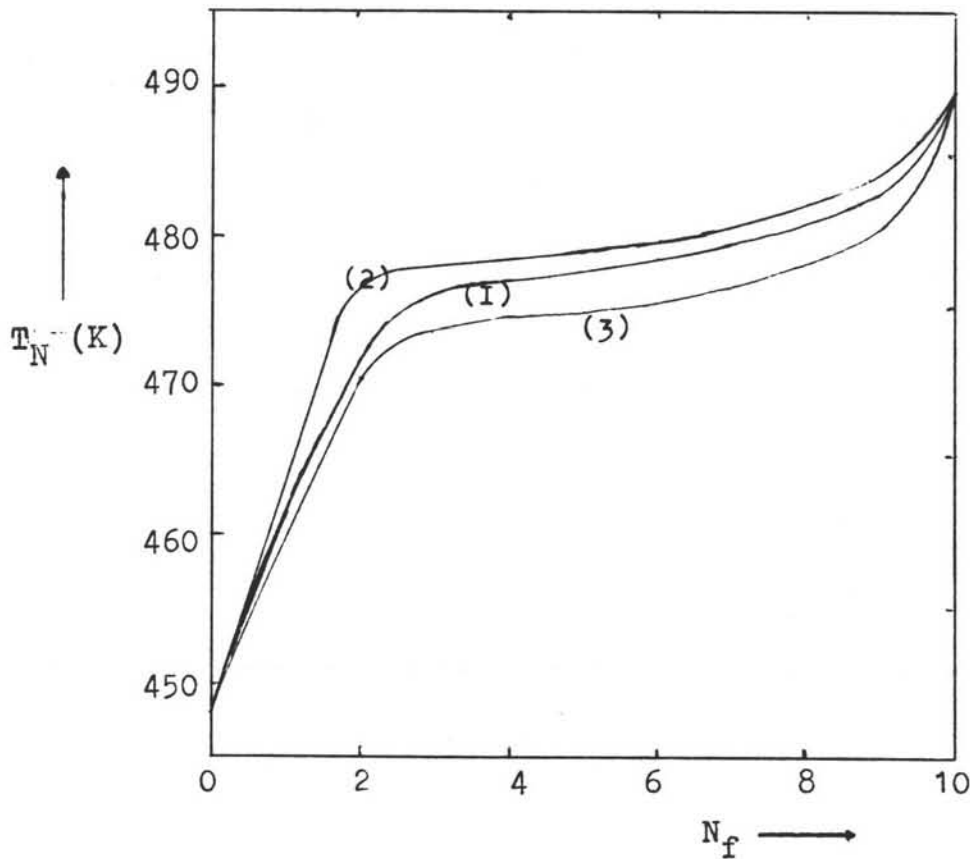
Bij de stofoverdrachtsberekeningen werd het effect van de pakkingen in eerste instantie verwaarloosd. Dit hangt samen met de problemen die rijzen bij het berekenen van de hoogte van één evenwichtstrap en het gegeven dat geen van de pakkingen hiervoor is bedoeld. Later wordt echter wel onderzocht in hoeverre het aantal scheidingstrappen het gedrag van de kolom beïnvloedt.

Het gedrag van de twee externe condensoren wordt gesimuleerd d.m.v. isobare flash-trappen. Het is te verwachten dat de leklucht die van buiten in het systeem terecht is gekomen bij de berekening van deze units een significante rol speelt. Daarom werd een schatting gemaakt van het kolomvolume ( $25 \text{ m}^3$ ) en de luchtlekkage op 6 lbs/h (2,7 kg/h) gesteld volgens (24). De druk in de verschillende trappen werd arbitrair vastgesteld uitgaande van een gegeven druk in de pekewasser van 2 mbar.

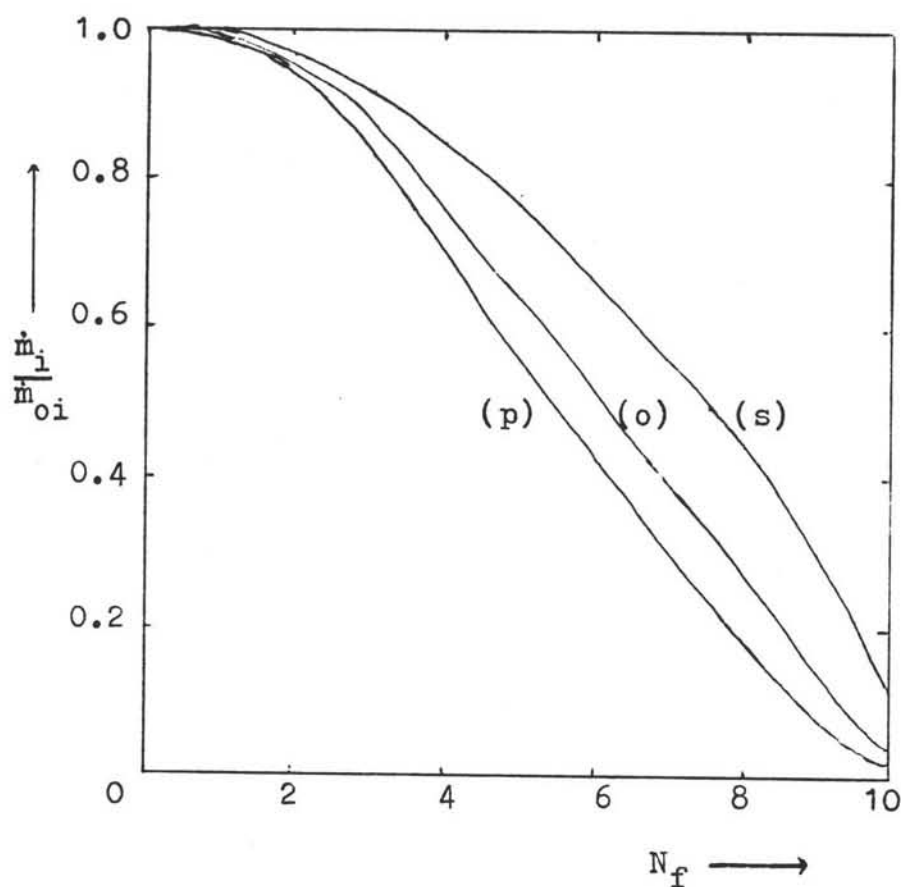
## 4.5 RESULTATEN.

### 4.5.1 Simulatie van het bestaande proces.

Voor de simulatie van het bestaande proces werd uitgegaan van het gegeven dat in de bodem van de kolom 90 wt% van de voeding verdampt. Een voedingsstroom met een goed gedefinieerde samenstelling (app. tabel 4.I) en een temperatuur van 175°C werd toegevoerd aan het eerste flashvat. Daarnaast werden aan elke flash-unit 4 kg/h oververhitte stoom ( $T = 125^\circ\text{C}$ ) en de zelfde warmtestroom toegevoegd. Een en ander resulteert in het bodemtemperatuurprofiel weergegeven in figuur 4.5.1.



Figuur 4.5.1 Het verband tussen de temperatuur van de bodemstroom  $T_N$  in K en het aantal doorlopen flash-trappen voor het gesimuleerde proces  
(1) met stoominjectie (4.5.1)  
(2) zonder stoominjectie (4.5.2)  
(3) bij lagere druk (4.5.3)



Figuur 4.5.2 Het verband tussen de dimensieloze bodemstroom  $\dot{m}_i/\dot{m}_{oi}$  van palmitinezuur (p), stearinezuur (s) en oliezuur (o) en het aantal doorlopen flash-vaten  $N_f$ .

In tegenstelling tot de uiteindelijke temperatuur van de bodemstroom die bij Unichema wordt gevonden ( $265^\circ\text{C}$ ) vinden wij een temperatuur van  $217^\circ\text{C}$ . Het blijkt dat de grootste temperatuurstoename optreedt in de eerste twee trappen en de laatste trap. In het laatste flash-vat verdampst nog eens 11 wt% van de voeding.

In figuur 4.5.2 wordt aangegeven hoe de grootte van de massastroom van de belangrijkste componenten ( $\dot{m}_i/\dot{m}_{oi}$ ) afneemt als functie van het aantal doorlopen flash-vaten ( $N_f$ ). De verschillende massastromen zijn dimensieloos gemaakt door te delen door hun aandeel in de voedingsstroom. De uiteindelijke bodemstroom bevat relatief meer stearinezuur dan de voeding (app. tabel 4.

III). Het verhogen van de eindtemperatuur zal dus voornamelijk het verlies aan stearinezuur terugbrengen.

De verblijftijd per flash-trap van de vloeistof als functie van het aantal doorlopen flash-vaten  $N_f$  is weergegeven in figuur 4.5.3 (app. tabel 4.IV). Er is sprake van een exponentieel verband tussen beide parameters. Vooral in het laatste vat, waar de temperatuur het hoogst is, is de verblijftijd relatief groot. De verblijftijd  $\tau_{nt}$  van het gedeelte van de voeding dat verdampt in vat n werd berekend via

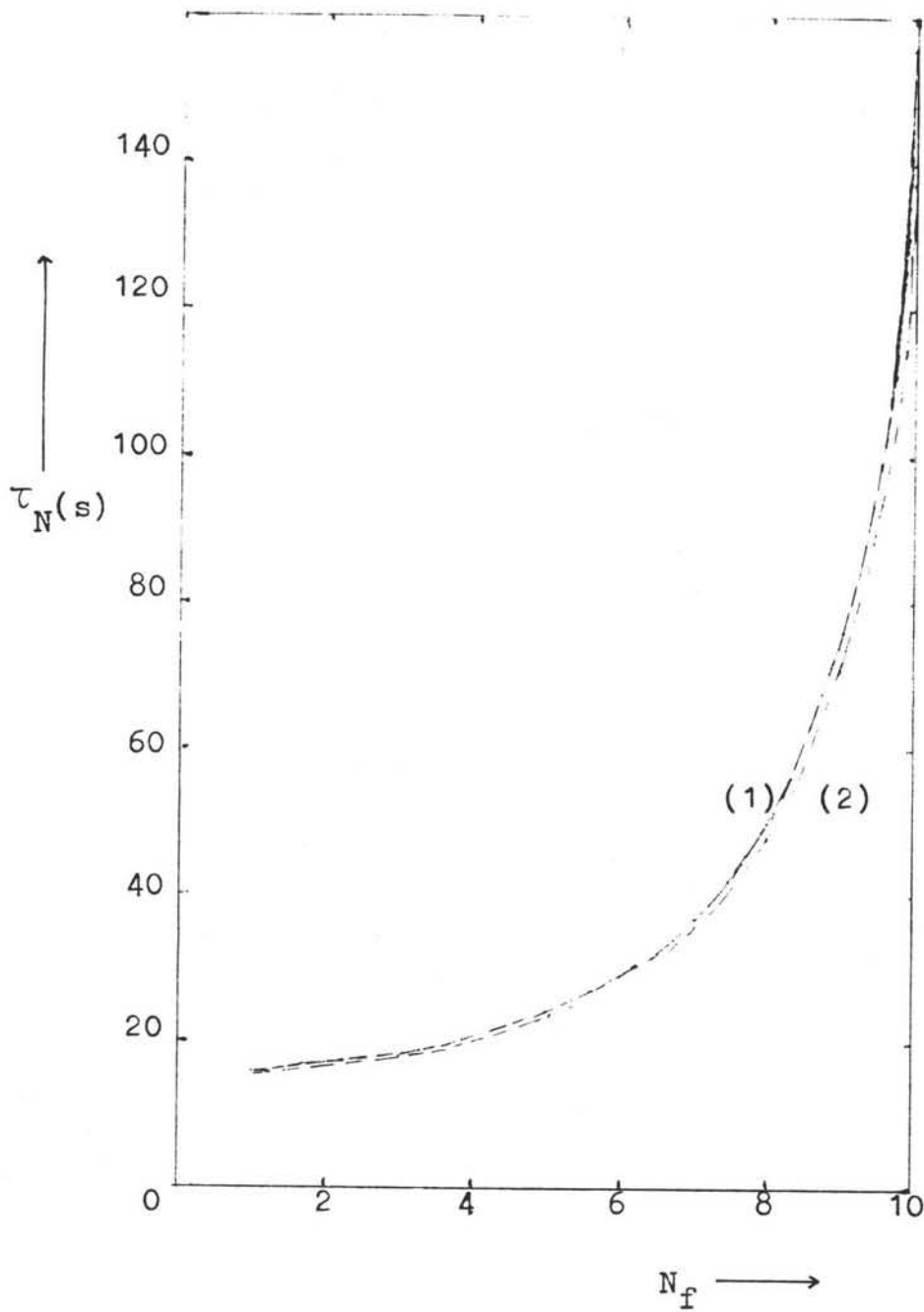
$$\tau_{nt} = \tau_{(n-1)t} + \frac{1}{2} \tau_n \quad (4.1)$$

De gemiddelde verblijftijd  $\langle \tau_t \rangle$  van component i werd berekend volgens (4.2).

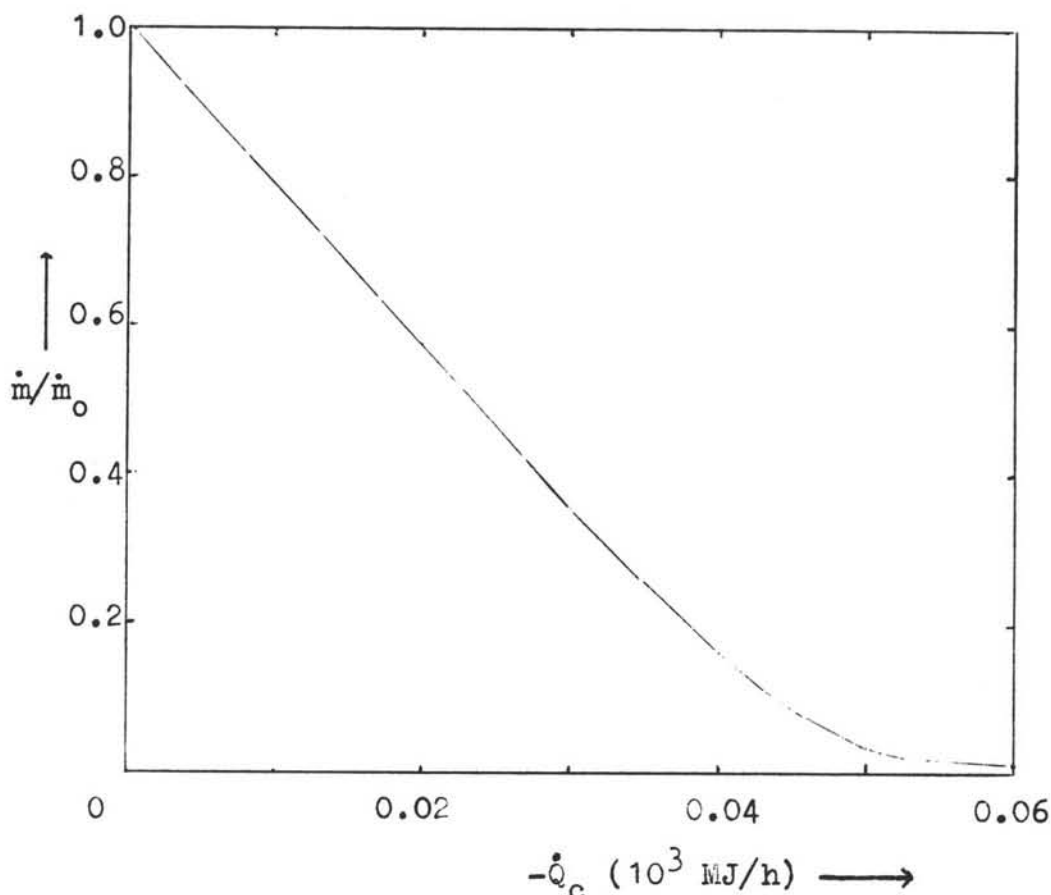
$$\langle \tau_t \rangle = \sum_{n=1}^{n=10} q_{ni} \tau_{nt} \quad (4.2)$$

Hierin is  $q_{ni}$  de molfractie van component i die verdampt in trap n. De verblijftijd van de belangrijkste componenten palmitinezuur, stearinezuur en oliezuur, ligt rond de 2,5 min. Voor tripalmitine werd de fractie  $q_{ni}$  voor alle trappen gelijk aan nul gesteld. De verblijftijd van tripalmitine bleek 7 min. te bedragen.

De verdamping in de flashvaten werd bewerkstelligd m.b.v. condenserende HD-stoom. Om 90 wt% van de voeding te verdampen was 76,7 kW per flashtap nodig. Hiertoe moet aan elke stoomspiraal  $5,14 \cdot 10^{-2}$  kg/s HD-stoom worden toegevoegd. Vervolgens werden de dampstromen afkomstig van de verschillende flashvaten ideaal gemengd. Bij dit proces bleek geen vloeistof te worden gevormd. De resulterende dampstroom werd aan een uit twee evenwichtstrappen bestaande strippersectie toegevoerd. Hiervan werden de druk in de condensortrap (4 mm Hg), de topstroom (265 kg/h) en de drukval (3 mm Hg) vastgelegd. De samenstelling van de op deze wijze gevonden top- en produktstromen vindt men in de appendix, tabel 4.V. Het is voornamelijk palmitinezuur dat over de top verdwijnt. De samenstelling van de produktstroom is afgezien van de onttrokken geur- en kleurstoffen en het ongesplitste vet nagenoeg gelijk aan die van de voeding.



Figuur 4.5.3 De verblijftijd van de bodemstroom  $\tau_N$ (s) per flashtrap als functie van het aantal doorlopen flash-trappen  $N_F$  voor het gesimuleerde proces :  
 (1) met stoominjectie (4.5.1)  
 (2) zonder stoominjectie (4.5.2)



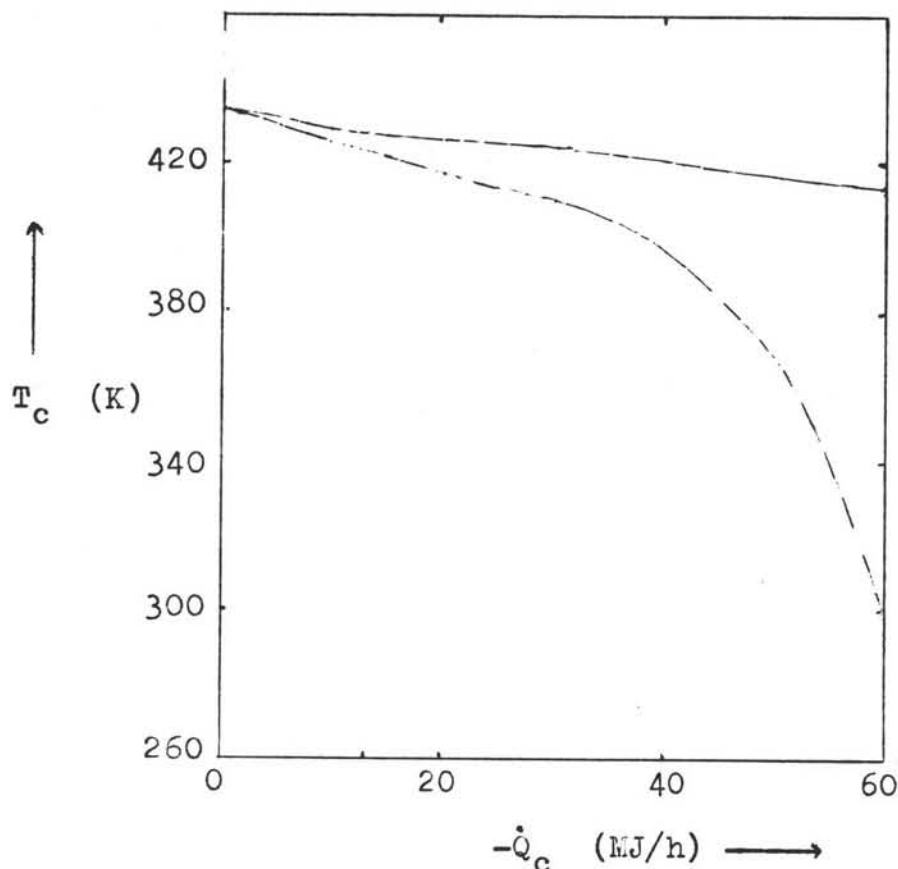
Figuur 4.5.4 Het verband tussen de fraktie van de dampstroom die niet wordt gecondenseerd  $\dot{m}/\dot{m}_0$  en de in de condensor afgevoerde warmtestroom  $|\dot{Q}_c|$  ( $10^3$  MJ/h).

De temperatuur van de uitgaande stromen en de warmtestroom die in de eerste condensor wordt afgevoerd worden eveneens gegeven in tabel 4.V van de appendix.

De vetzuren die na de eerste condensor nog in de dampfase aanwezig zijn moeten grotendeels worden gecondenseerd in twee externe condensoren. In het model worden deze gesimuleerd door twee isobare flashvaten waaraan, behalve de dampstroom afkomstig van de kolom, ook een luchttekstroom van 2,7 kg/h en de zelfde temperatuur wordt toegevoerd.

Het verband tussen de fraktie van de dampstroom die niet wordt gecondenseerd  $\dot{m}/\dot{m}_0$  en de in de condensor afgevoerde warmtestroom  $-\dot{Q}_c$  wordt weergegeven in figuur 4.5.4. Deze fraktie komt uiteindelijk in het pekelsysteem terecht.





Figuur 4.5.5 De uitgangstemperatuur van de topstroom  $T_c$  (K) als functie van de warmtestroom die in beide externe condensers wordt afgevoerd  $-\dot{Q}_c$  (MJ/h).

In figuur 4.5.5 wordt de uitgangstemperatuur van de topstroom gegeven als functie van de warmtestroom die in beide condensers wordt afgevoerd, onder aanname dat in beide condensers evenveel warmte wordt onttrokken. Het blijkt dat wanneer onder deze omstandigheden totaal 33,3 kW wordt afgevoerd, 99% van de vetzuurstroom kan worden gecondenseerd.

Wanneer wordt aangenomen dat de temperatuur van de dampstroom die in de pekewasser terechtkomt gelijk is aan die van de pek en dat de druk 2 mbar is, dan volgt hieruit dat 26 m<sup>3</sup>/h lucht en waterdamp moet worden afgezogen in de vacuumset.

#### 4.5.2 Het effect van stoominjectie.

Voor de simulatie van het proces, bedreven zonder stoom werd als randvoorwaarde gekozen dat de eindtemperatuur van de bodemstroom even hoog moest zijn als die in het gangbare proces. De reden hiervoor is dat bij Unichema wordt gestuurd op een maximale bodemtemperatuur om zoveel mogelijk van de voeding te verdampen.

Het onder deze omstandigheden gevonden temperatuurprofiel is weergegeven in figuur 4.5.1. De bodemtemperatuur is gemiddeld  $1,5^{\circ}\text{C}$  hoger dan in het geval dat LD-stoom wordt geïnjecteerd. Wanneer men beide processen verder vergelijkt blijkt dat in het tweede flashvat het temperatuurverschil het grootst is ( $4,2^{\circ}\text{C}$ ). Dit hangt samen met het feit dat de bodemstroom nu pas in het derde flashvat gaat koken. Het gevolg is dat uiteindelijk een iets kleiner gedeelte van de voeding verdampt (88 %).

Het verband tussen de grootte van de vloeistofmassastroom van de belangrijkste componenten en het aantal doorlopen flashvaten is volledig analoog aan dat, gevonden onder normale procescondities (figuur 4.5.2). Dit geldt ook voor het verband tussen de verblijftijd per flashvat en het aantal doorlopen flashvaten (figuur 4.5.3). De totale gemiddelde verblijftijd van tripalmitine in de kolom is 21 s kleiner dan die wordt berekend voor het bestaande proces. Voor palmitinezuur neemt de verblijftijd het sterkste af (13 %). Het is duidelijk dat een en ander het gevolg is van het feit dat een kleiner gedeelte van de voeding verdampt.

Om de bodemstroom tot dezelfde eindtemperatuur te verhitten en tevens 88 % van de voeding te verdampen moet  $76,2\text{ kW}$  per flashtrap worden toegevoerd, wat overeen komt met  $5,11 \cdot 10^{-2}\text{ kg/s}$  HD-stoom.

De dampstromen, afkomstig uit de verschillende flashvaten werden op dezelfde manier gemengd en in een tweetrapsrektifikatiesektie geleid als in 4.5.1 wordt beschreven. De samenstelling van de gevonden top- en produktstromen vindt men in tabel 4.V van de appendix. Deze zijn nagenoeg identiek aan

die tijdens het destillatieproces met stoominjectie. Dit geldt ook voor de warmte die moet worden afgevoerd in de eerste condensor (app.tabel 4.V). Het blijkt dat wanneer de kolom wordt bedreven zonder stoom slechts 3 % minder warmte hoeft te worden afgevoerd, bij een zelfde topstroom  $\dot{m}_T$  (kg/h).

Wat betreft de warmtehuishouding is het belangrijkste verschil tussen beide processen dat de temperatuur van de topstroom zonder stoominjectie 24 °C hoger ligt. De temperatuur van de produktstroom neemt slechts 2 °C toe (app.tabel 4.V).

In de externe condensers wordt voornamelijk condensatiewarmte afgevoerd. De invloed van de temperatuur waarbij dit plaatsvindt op het proces is te verwaarlozen. In beide gevallen kan 99 wt% van de vetzuurstroom worden gecondenseerd wanneer 33,3 kW aan warmte wordt afgevoerd. De eindtemperatuur van de dampstroom ligt zonder stoominjectie ongeveer 28 °C hoger.

Wordt de voelbare warmte tijdens het transport voor en in de pekewasser afgevoerd totdat de dampstroom een temperatuur heeft van -3 °C, dan kan bij een druk van 2 mbar de volumestroom lucht worden berekend. Het blijkt dat deze 1 m<sup>3</sup>/h bedraagt. Wanneer de kolom wordt bedreven met stoominjectie dan moet 26 maal zoveel damp worden afgevoerd in de vacuumset.

#### 4.5.3 De invloed van de kolomdruk.

Het proces werd gesimuleerd onder omstandigheden waarbij de druk op alle punten in het systeem 1 mm Hg lager werd verondersteld dan normaal. Wederom werd als randvoorwaarde een zelfde bodemeindtemperatuur als in het gangbare proces aangenomen. Tevens werd LD-stoom geïnjecteerd.

Het temperatuurprofiel in de bodem van de kolom is weergegeven in figuur 4.5.1. De gemiddelde bodemtemperatuur ligt 2,1 °C lager dan bij simulatie van het bestaande proces. Op deze wijze wordt 92 wt% van de voeding verdampt. Om dit te bewerkstelligen moet iets minder (0,3%) warmte dan normaal worden toegevoerd.

Aangezien de vloeistofstroom in de bodem is afgenomen zal de gemiddelde verblijftijd van de verschillende componenten

toenemen. Voor palmitinezuur is die toename het kleinst (41%), voor tripalmitine het grootst (50%) (app.tabel 4.V). In de condensortrap moet 4% meer warmte worden afgevoerd om de dampstroom terug te brengen tot 3% van de voedingsstroom. De dampstroom krijgt daardoor een temperatuur die 4,7°C lager is dan normaal. De temperatuur van de produktstroom wordt 5,1 °C lager.

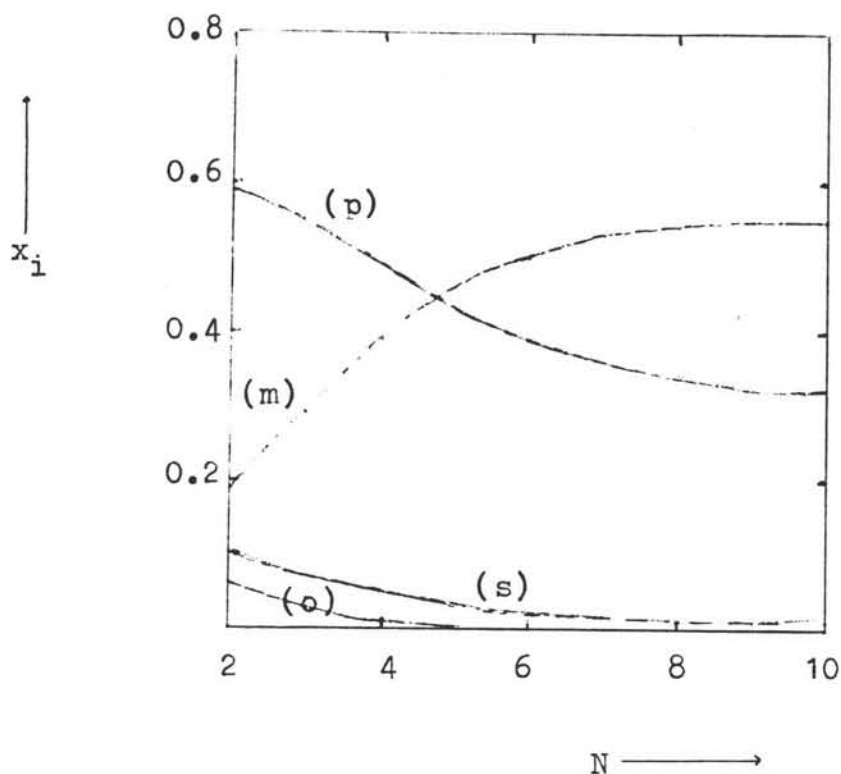
Tevens werd het effect van een storing in het proces onderzocht, waarbij hetzij door het falen van de vacuumpomp, hetzij door een optredende lekkage, de druk in de bodem van de kolom zou verdubbelen. Wanneer gestuurd wordt op dezelfde eindtemperatuur van de bodemstroom blijkt onder deze omstandigheden slechts 12% van de voeding te kunnen worden verdampt. Bovendien condenseert in alle trappen een gedeelte van de geïnjecteerde LD-stoom. Een goed meet- en regelsysteem is hier dus van groot belang.

#### 4.5.4 De invloed van het aantal evenwichtstrappen in de rektifikatiesektie.

Onderzocht werd in hoeverre het aantal evenwichtstrappen tussen de total-drawoff-schotel en de condensor van invloed is op het destillatieproces. Als sleutelcomponent bij deze berekening werd palmitinezuur gekozen. Het aantal tussengevoegde evenwichtstrappen werd gevarieerd van 1 tot 8 met als randvoorwaarde een topstroom van 3 wt% van de voeding. De invloed van de druk werd buiten beschouwing gelaten.

Naarmate het aantal evenwichtstrappen toeneemt zal het percentage lichte componenten in de topstroom toenemen. Dit komt tot uiting in figuur 4.5.6, waar voor een aantal componenten de molfractie van de topstroom als functie van het aantal evenwichtstrappen  $N$  is weergegeven (app.tabel 4.VI). Uit figuur 4.5.6 komt naar voren dat de samenstelling van de topstroom voor meer dan 7 evenwichtstrappen nauwelijks een functie meer is van het aantal trappen.

De samenstelling van de produktstroom wordt, afgezien van de aanwezigheid van verontreinigingen, niet beïnvloed door

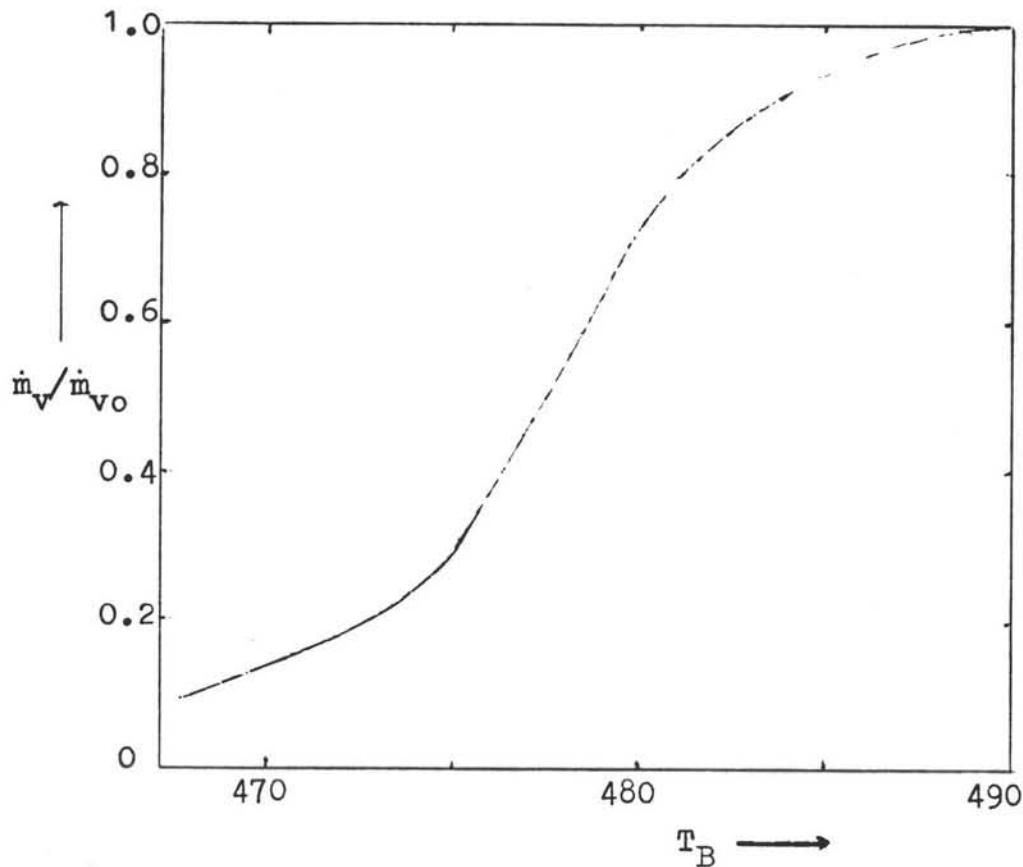


Figuur 4.5.6 De molfractie in de topstroom  $x_i$  als functie van het aantal evenwichtstrappen  $N$ , voor myristinezuur (m), palmitinezuur (p), stearinezuur (s) en oliezuur (o).

het aantal evenwichtstrappen. Dit wordt veroorzaakt door het feit dat slechts 3 wt% van de voeding over de top gaat. Wanneer acht evenwichtstrappen worden ingevoegd dan neemt de warmtestroom die in de eerste condensor moet worden afgevoerd af met 10%. De temperatuur van de topstroom wordt 8°C lager, die van de produktstroom neemt met 15°C toe.

#### 4.5.5 De invloed van de temperatuur van de uitgaande bodemstroom.

Om een antwoord te vinden op de vraag op welke manier de fractie van de voeding die verdampt samenhangt met de eindtemperatuur kan de invloed van de grootte van de HD-stoommassastroom nader worden onderzocht.



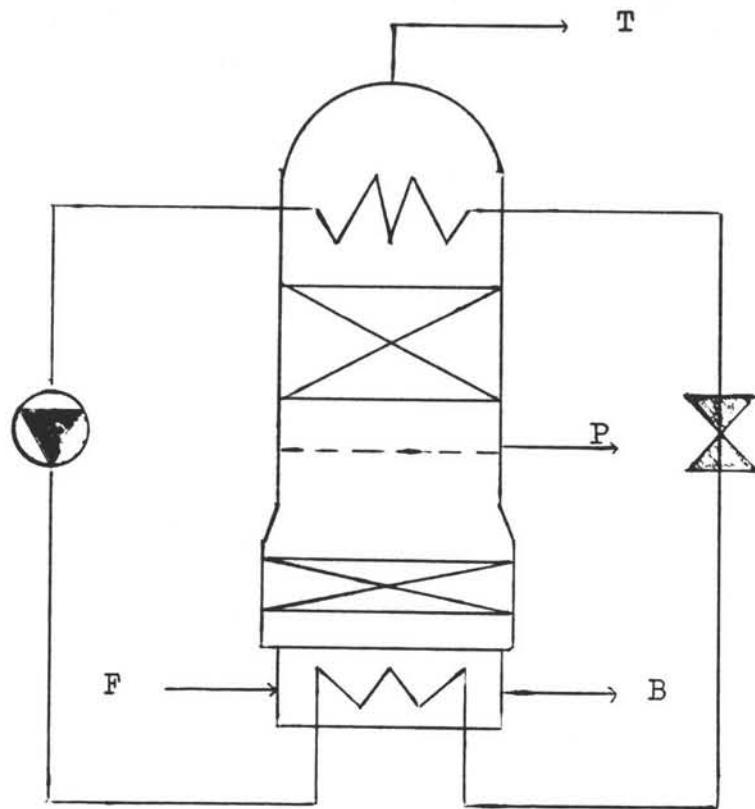
Figuur 4.5.7 De dampstroom t.o.v. die tijdens het gangbare proces  $\dot{m}_v / \dot{m}_{v0}$  als functie van de temperatuur van de bodemstroom in de  $10^e$  flashtrap (K).

In figuur 4.5.7 is de grootte van de dampmassastroom t.o.v. die in het gangbare proces als functie van de bodemeindtemperatuur uitgezet. Dit verband volgt ook indirect uit figuur 4.5.1. Het blijkt dat wanneer de temperatuur in de laatste poot meer dan  $5^\circ\text{C}$  onder het setpoint daalt, de dampmassastroom snel afneemt.

Aangezien echter op de maximaal toelaatbare eindtemperatuur wordt gestuurd zal de temperatuurregeling in de eerste plaats de temperatuurfluctuaties in positieve richting moeten controleren.

#### 4.5.6 Onderzoek naar de rentabiliteit van een warmtepomp.

In de huidige situatie wordt de warmte voor het verdampen van de voedingsstroom in de bodem geleverd door condenserende



Figuur 4.5.8 Schematische weergave van de warmtepomp.

HD-stoom van 70 bar.

Boven in de kolom zorgt een warmtewisselaar voor het condenseren van 97% van de dampstroom. De af te voeren warmte wordt in de condensor opgenomen door verdampend water bij een druk van 3,7 bar.

Bij het onderzoek naar de toepassing van een warmtepomp wordt het water bij een zelfde druk van 3,7 bar verdampt. Er kunnen dan geen problemen optreden met betrekking tot de condensatie van de vetzuren en de sterkte van de condensor. De warmtepomp wordt schematisch weergegeven in figuur 4.5.8.

De hoogste temperatuur van de voeding in de verdamper wordt gesteld op 260 °C. De condensatietemperatuur van de stoom in de verdamper is 10 °C hoger gekozen, op 270 °C. De druk, die hierbij hoort is 55 bar. Om een orde van grootte van de compressor te krijgen wordt uitgegaan van een 2-trapscompressor. Neemt men aan dat de compressie isentropisch plaatsvindt dan wordt de temperatuur van de HD-stoom na de compressor 368 °C.

Voor de grootte van de warmtestromen in de verdamper en de condensor worden de waarden gebruikt, die met het computersimulatiemodel zijn gevonden, resp. 767 kW en 672 kW. De massastroom stoom door de verdamper en de condensor wordt dan resp. 0,399 kg/s en 0,314 kg/s.

Uitgaande van een isentropische compressie vindt men voor het aan de compressor toe te voeren vermogen  $P = 239$  kW. Dit is het theoretisch vermogen. Gaat men uit van een rendement van  $\eta = 0,8$  dan wordt het toe te voeren asvermogen 300 kW. De compressor kan worden aangedreven met een stoomturbine. Brengt men het rendement van de stoomturbine ( $\eta = 0,7$ ) en van de stoomopwekking ( $\eta = 0,9$ ) in rekening dan wordt het totaal toe te voeren vermogen 476 kW.

Volgens Perry (35) komt een zuigercompressor in aanmerking voor deze drukverhoging. Wat de toelaatbare temperatuur voor een compressor is moet nog nader worden bekeken.

Na de compressor heeft de stoom een temperatuur van  $368^{\circ}\text{C}$ . Om te hoge wandtemperaturen in de verdamper te voorkomen, kan de oververhitte stoom met HD-condensaat worden afgekoeld tot aanvaardbare temperaturen.

Na het smoren van het HD-condensaat tot 3,7 bar is de vloeistofstroom slechts 0,289 kg/s. Om voldoende vloeistof te verkrijgen moet er voor de condensor nog 54 kW warmte extra worden afgevoerd. Dit kan het beste voor het smoorventiel plaatsvinden.

Wil men dit proces met het gangbare vergelijken dan moet ook dit worden nagerekend. In het bestaande proces is de massastroom stoom in de verdamper 0,514 kg/s. Het HD-condensaat wordt in de spiraalcondensor gedeeltelijk omgezet in LD-stoom. Er wordt, onder verwaarlozing van warmteverliezen en entropieproductie, 0,478 kg/s LD-stoom gevormd. De rest van het condensaat wordt afgevoerd naar het ketelhuis, waar het weer wordt omgezet in HD-stoom. Netto moet dus 0,478 kg/s LD-condensaat worden omgezet in HD-stoom. Hiervoor is 1242 kW nodig.



#### 4.6 DISCUSSIE VAN DE RESULTATEN.

Het bleek uitgaande van de door ons benaderde thermodynamische eigenschappen van het systeem niet mogelijk 10% van de voeding te verdampen door de bodemstroom te verhitten tot een eindtemperatuur van 265 °C. Om de analogie tussen simulatiemodel en werkelijkheid zoveel mogelijk te bewaren besloten we van deze twee randvoorwaarden de eerst genoemde de hoogste prioriteit te geven.

In de eerste plaats is de verdampingswarmte vele malen groter dan de voelbare warmte en is te verwachten dat de aan de bodem toe te voeren warmte, voorspeld door het model, niet noodzakelijk sterk hoeft te verschillen van de in werkelijkheid gevonden warmtestroom. Daarnaast is het, door met een zelfde dampstroom te werken, mogelijk de rektifikatie-sectie beter te simuleren.

Aangezien de betrouwbaarheid van de thermodynamische gegevens klaarblijkelijk te wensen overlaat, zagen we ons genoodzaakt het onderzoek vooral te richten op het vergelijken van toestanden van het systeem binnen het computermodel.

Bij de simulatie van het proces wordt voor de gemiddelde verblijftijd van tripalmitine 7 minuten en die van stearinezuur 3 minuten gevonden. Deze waarden liggen ruim onder de door Berger (4) aangegeven maximaal toelaatbare verblijftijd bij temperaturen tot 260 °C van 10-15 min. De vrij kleine gemiddelde verblijftijd is in overeenstemming met het gegeven dat de thermische degradatie van vetzuren bij Unichema geen rol speelt.

Wordt het proces bedreven zonder dat LD-stoom wordt geïnjecteerd dan kunnen de consequenties hiervan als volgt worden samengevat.

De grootte van de warmtestromen blijft nagenoeg onveranderd. De massastroom gezuiverd stearine neemt met 2 wt% af. De vetzuursamenstelling verandert niet. De temperatuur van de topstroom stijgt met 24 °C. De af te voeren voelbare warmte is echter te verwaarlozen t.o.v. de condensatiewarmte. Beide warmtestromen worden in het bestaande proces opgenomen door koelwatersystemen. De in de vacuumset afgezogen volumestroom

damp neemt af met een faktor 26. Bovendien zal er minder afvalwater worden geproduceerd.

Het is duidelijk dat de meeste verschillen het gevolg zijn van het verschil in partiaalspanning van de vetzuren in beide processen. Het injekteren van LD-stoom heeft tot gevolg dat de partiaalspanning van de vetzuurdamp in de bodem met 0,6 mm Hg en in de top met 2,9 mm Hg daalt.

Zowel in de literatuur als bij Unichema betwijfelt men of de injectie van LD-stoom strikt genomen nodig is om het strippingsproces van kleurstoffen uit de stearinevoeding te bevorderen. De belangrijkste functie van de LD-stoom is echter de circulatie in de poten te verbeteren. Zonder toevoeging van LD-stoom is de kans op lokale oververhitting van de stearinestroom groter.

Zou men toch zonder LD-stoominjectie willen werken dan is het noodzakelijk de temperatuur van het verwarmend medium terug te brengen. Dit kan worden gerealiseerd door bijvoorbeeld de HD-stoom eerst te smoren of door indirect te verhitten met Dowtherm of diphenyloxyde. Beide laatstgenoemde methoden worden op industriële schaal toegepast.

Daarnaast zou het vacuum enigzins moeten worden verhoogd. Uit het voorgaande blijkt echter dat de volumestroom die in de vacuumset moet worden onttrokken sterk wordt gereduceerd wanneer geen open stoom wordt geïnjecteerd. Bovendien neemt bij een vacuumverhoging van 1 mm Hg het gedeelte van de voeding dat verdampt met 2% toe.

De toename van de gemiddelde verblijftijd in de bodem van de kolom is onder deze omstandigheden nog geen aanleiding tot te grote verblijftijden in verband met het gevaar voor thermische degradatie.

Of een van deze mogelijkheden een redelijk alternatief is voor het bestaande proces zal door een economische analyse moeten worden uitgewezen.

Door het aantal evenwichtstrappen tussen de total-drawoff-schotel en de spiraalcondensator systematisch te verhogen bleek dat voor meer dan 7 theoretische schotels de vetzuursamenstelling van de topstroom nauwelijks meer verandert. Het is theo-

retisch mogelijk de experimentele samenstelling van de topstroom te bepalen om een indicatie te krijgen van het aantal evenwichtstrappen.

Een vergelijking van het gangbare proces met het proces waarbij een warmtepomp als weergegeven in figuur 4.5.8 wordt toegepast, levert het volgende resultaat.

In het gangbare proces wordt ongeveer 1240 kW toegevoerd en netto 0,478 kg/s LD-condensaat omgezet in LD-stoom.

In het proces waarbij een warmtepomp wordt toegepast wordt netto slechts 246 kW toegevoerd, wanneer alle in de koeler afgevoerde warmte kan worden teruggewonnen. Wil men daarnaast ook 0,478 kg/s LD-condensaat in LD-stoom omzetten dan is hiervoor 1137 kW nodig, aangenomen dat het rendement  $\eta=0,9$ . Totaal is in dit geval dus 1383 kW nodig.

Aangezien de bedrijfskosten van het proces met warmtepomp niet beduidend lager zijn dan die van het gangbare proces en bovendien investeringen noodzakelijk zijn lijkt ons dit proces geen goed alternatief voor het bestaande proces.

#### 4.7 CONCLUSIES EN AANBEVELINGEN.

Het is technisch mogelijk het ruwe stearine te zuiveren in Destillatie 7, zonder dat open stoom wordt toegevoegd. Hiertoe moet de druk onder in de kolom enigzins worden verlaagd en voor de verdamping in de bodem van de kolom een verwarmend medium met een lagere temperatuur worden gebruikt.

Het verdient aanbeveling de economische consequenties van dit alternatief te onderzoeken.

Bij Destillatie 7 wordt de in de spiraalcondensor afgevoerde warmte gebruikt om LD-stoom te produceren. Een warmtepomp waarbij de in deze condensor afgevoerde warmte wordt gebruikt om de voeding te verdampen is economisch waarschijnlijk minder gunstig dan het bestaande systeem.

APPENDIX 4.I: RESULTATEN VAN DE SIMULATIE-BEREKENINGEN.

		$\dot{m}_{Fi}$ kg/h
myristinezuur	14:0	178.1
pentadeklinezuur	15:0	71.3
palmitinezuur	16:0	3135.0
margarinezuur	17:0	249.4
stearinezuur	18:0	2351.3
oliezuur	18:1	997.5
linolzuur	18:2	106.9
linoleenzuur	18:3	35.6
tripalmitine	-	375.0

Tabel 4.I De bijdragen van de verschillende componenten aan de voedingsstroom  $\dot{m}_F$  in kg/h.  
Met tripalmitine wordt de triëster van glycerol en palmitinezuur bedoeld.

$N_f$	$T(1)$ K	$T(2)$ K	$T(3)$ K
1	461.5	462.3	461.2
2	472.1	476.3	470.5
3	475.9	477.8	473.2
4	476.9	478.4	474.1
5	477.6	479.0	474.8
6	478.4	479.8	475.6
7	479.4	480.8	476.7
8	480.8	482.1	478.1
9	483.1	484.2	480.7
10	489.3	489.3	489.3

(1) met stoominjectie  
(2) zonder stoom  
(3) bij lagere druk  
( $p_B = 7$  mm Hg).

Tabel 4.II Het verband tussen de temperatuur van de bodemstroom  $T_B$  (K) en het aantal doorlopen flash-trappen  $N_f$  voor het gesimuleerde proces.

$N_f$	$\dot{m}_p/\dot{m}_{po}$	$\dot{m}_o/\dot{m}_{oo}$	$\dot{m}_s/\dot{m}_{so}$
1	0.99	0.99	1.00
2	0.95	0.96	0.98
3	0.84	0.88	0.92
4	0.71	0.76	0.85
5	0.57	0.64	0.77
6	0.43	0.52	0.67
7	0.31	0.40	0.57
8	0.19	0.27	0.45
9	0.09	0.15	0.30
10	0.02	0.04	0.11

Tabel 4.III Het verband tussen de dimensieloze bodemstroom  $\dot{m}_i/\dot{m}_{i0}$  van palmitinezuur (p), oliezuur (o) en stearinezuur (s) en het aantal doorlopen flashvaten  $N_f$ .

$N_f$	$\tau_i(1)$ s	$\tau_i(2)$ s
1	16.37	16.24
2	16.75	16.11
3	18.33	17.95
4	20.88	20.49
5	24.39	23.89
6	29.33	28.58
7	36.84	35.62
8	49.63	47.39
9	75.88	70.80
10	156.38	137.20

Tabel 4.IV De verblijftijd van de bodemstroom per trap  $\tau_i$  (s) als functie van het aantal doorlopen flashtrappen  $N_f$  voor het gesimuleerde proces :  
 (1) met stoominjectie  
 (2) zonder stoominjectie.

		(1)			(2)			(3)			(4)
	F	B	P	T	B	P	T	B	P	T	T
14:0	0.03	-	0.03	0.19	-	0.03	0.18	-	0.03	0.19	0.55
15:0	0.01	-	0.01	0.03	-	0.01	0.03	-	0.01	0.03	0.12
16:0	0.45	0.13	0.47	0.59	0.15	0.48	0.59	0.11	0.47	0.59	0.32
17:0	0.03	0.03	0.04	0.02	0.03	0.04	0.02	0.02	0.04	0.02	-
18:0	0.31	0.51	0.30	0.06	0.52	0.29	0.07	0.47	0.30	0.07	-
18:1	0.13	0.08	0.14	0.10	0.08	0.14	0.10	0.06	0.14	0.09	0.01
18:2	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	-
18:3	0.01	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
tripalm	0.02	0.25	-	-	0.22	-	-	0.33	-	-	-

$\dot{m}_B$	(kg/h)	763	871	636	763
$\dot{m}_P$	(kg/h)	6512	6404	6639	6512
$\tau_{max}$	(s)	367	346	553	367
$\tau_{16:0}$	(s)	135	118	191	135
$\tau_{18:0}$	(s)	189	182	280	189
$\tau_{18:1}$	(s)	151	151	220	151
$Q_B$	(kW)	767	762	764	767
$Q_T$	(kW)	672	655	699	607
$T_T$	(K)	433.6	457.6	428.9	425.5
$T_P$	(K)	459.5	461.2	454.4	473.3

Tabel V. De samenstelling van de processtromen uitgedrukt in molfrakties ;  
 enige belangrijke procesvariabelen voor het proces  
 (1) met stoominjectie  
 (2) zonder stoominjectie  
 (3) bij verlaagde druk ( $p_B=7$  mm Hg)  
 (4) met 10 evenwichtstrappen in de rektificatie-  
 sctie.

N	m	p	s	o
	14:0	16:0	18:0	18:1
2	0.19	0.59	0.06	0.10
3	0.29	0.55	0.03	0.07
4	0.39	0.49	0.01	0.05
5	0.46	0.43	-	0.03
6	0.50	0.39	-	0.02
7	0.53	0.36	-	0.02
8	0.54	0.35	-	0.01
9	0.55	0.33	-	0.01
10	0.55	0.33	-	0.01

Tabel 4.VI Het aandeel in de topstroom in molfrakties als functie van het aantal evenwichtstrappen in de rektifikatiesektie N, voor myristinezuur (m), palmitinezuur (p), stearinezuur (s) en oliezuur (o).



APPENDIX 4.II WARMTEPOMP-BEREKENINGEN.

Bij de in figuur 4.5.8 weergegeven warmtepomp brengt de compressor LD-stoom (3,7 bar) eerst op een druk van 14 bar. Vervolgens wordt de gevormde oververhitte stoom afgekoeld tot de verzadigingstemperatuur bij die druk van 195°C, waarna de stoom verder wordt gecomprimeerd tot 55 bar.

p bar	T <sub>s</sub> °C	h' <sub>s</sub> kJ/kg	h" <sub>s</sub> kJ/kg	h"(290°C) kJ/kg	h"(368°C) kJ/kg
3,7	141	593	2733	-	-
14	195	829	2790	3018	-
55	270	1184	2790	-	3105
72	288	1277	2768	-	-

Tabel 4.VII De specifieke enthalpie van de vloeistof h' en de gasfase h" van verzadigde stoom (h<sub>s</sub>) en oververhitte stoom (h(T)).

De compressie wordt isentropisch verondersteld. Uit het h<sub>s</sub>-diagram volgt de eindtemperatuur van de stoom na de eerste en de tweede trap, die resp. 290°C en 368°C bedraagt. De condenserende stoom kan in de verdamper aan warmte afstaan

$$\Delta h = h''(368^\circ\text{C}) - h'_s = 1921 \text{ kJ/kg}$$

Om 90% van de voeding te verdampen is een vermogen van 767 kW nodig. Dit betekent dat 0,399 kg/s HD-stoom aan de verdamper moet worden toegevoerd.

In de compressor wordt in twee trappen de specifieke enthalpie van de stoom verhoogt met

$$\Delta h_{\text{comp}} = \Delta h(1^{\text{e}} \text{ trap}) + \Delta h(2^{\text{e}} \text{ trap}) = 600 \text{ kJ/kg}$$

Voor een compressor met een rendement van  $\eta = 0,8$  is het toe te voeren asvermogen

$$P_{\text{as}} = \dot{m}_{\text{HD}} \frac{\Delta h_{\text{comp}}}{\eta} = 300 \text{ kW}$$

De in de condensor af te voeren hoeveelheid warmte bedraagt

672 kW. De specifieke verdampingswarmte bij een druk van 3,7 bar is 2140 kJ/kg, dus 0,314 kg/s moet worden verdampt. Na de verdamper wordt het HD-condensaat gesmoord. De druk neemt hierbij af van 55 bar naar 3,7 bar. De vloeistoffractie die hierbij ontstaat volgt uit

$$h'_s(55 \text{ bar}) = x h'_s(3,7 \text{ bar}) + (1-x) h''_s(3,7 \text{ bar})$$

De vloeistofstroom die tijdens het smoren ontstaat is 0,289 kg/s. Er is dus nog 0,025 kg/s extra condensaat nodig. Hiertoe moet nog 54 kW aan warmte worden afgevoerd, bij voorkeur tussen de verdamper en het smoorventiel.

In de huidige situatie wordt de HD-stoom in de verdamper gecondenseerd bij een druk van 72 bar. Hiertoe moet 0,514 kg/s HD-stoom worden toegevoerd. Het condensaat wordt gesmoord tot een druk van 3,7 bar. Bij dit proces ontstaat 0,35 kg/s aan vloeistof.

In de condensor is 0,314 kg/s aan vloeistof nodig, zodat geen extra warmte hoeft te worden afgevoerd. De hoeveelheid LD-stoom na de condensor is

$$\dot{m}_{LD} = (1-x) \dot{m}_{HD} + \dot{m}_{\text{condens.}} = 0,478 \text{ kg/s}$$

De vloeistofstroom bedraagt 0,0036 kg/s.

Voor het verkrijgen van HD-stoom wordt condensaat gecomprimeerd tot 72 bar en vervolgens verdampt. Gaat men uit van LD-condensaat dan is het theoretisch toe te voeren vermogen

$$W_{th} = \dot{m} (h''(72 \text{ bar}) - h'(3,7 \text{ bar})) = 1118 \text{ kW}$$

Bij een rendement van  $\eta = 0,9$  is het werkelijk toe te voeren vermogen 1242 kW.

APPENDIX 4-III: WANDDIKTE-BEREKENING VAN DE DESTILLATIE-KOLOM.

Aan de hand van de "Regels voor toestellen onder druk" (13) is de wanddikte van de kolom bepaald. Vervolgens is een wanddiktebeoordelingsberekening voor vertikaal opgestelde toestellen onder druk gemaakt.

Bij de berekening wordt er van uitgegaan dat er om de meter verstijvingsringen zijn aangebracht.

Gegevens van de kolom : diameter  $D_1 = 2400$  mm  
hoogte  $h = 8$  m  
veldlengte  $l = 1000$  mm  
max. temperatuur :  $\checkmark_{\max} = 265^\circ\text{C}$   
materiaal : Stainless Steel 316

D0101 Minimum- en maximumafmetingen; toeslagen.

- (1) De minimale waarde van de wanddikte  $d_d \geq 3$  mm.
- (2) De werkelijke wanddikte zal om de volgende redenen groter moeten zijn dan de berekende waarde:
  - De vervaardiging kan tot vermindering van de wanddikte leiden.
  - Slijtage en intering over de levensduur.
  - Maatafwijking van het materiaal.

De vervaardigingstoeslag  $\Delta d_f = 0$ , omdat de werkelijk aanwezige wanddikte na de vervaardiging wordt vastgesteld en in de berekening wordt gebruikt.

De interingstoeslag  $\Delta d_c = 1$  mm over 20 jaar (Perry, hfdst. 23-21, fatty acids).

De tolerantietoeslag voor gewalst plaatstaal  $\Delta d_t = 0,5$  mm.

De totale toeslag bedraagt nu :

$$d = \Delta d_f + \Delta d_c + \Delta d_t = 0 + 1 + 0,5 = 1,5 \text{ mm.}$$

D0103 Gebruiksomstandigheden.

- (2) De berekeningsdruk  $p_d$  is het drukverschil over de wand, bepalend voor de sterkteberekening van de wand. Deze is

1 bar. Hierbij moet 10% worden opgeteld vanwege de persproef.

$$p_d = 0,11 \cdot 1 = 0,11 \text{ MPa}$$

- (3) Voor de metaaltemperatuur  $\sqrt{m}$  wordt de maximale temperatuur van het medium, 265°C gekozen.

D0105 Materiaaleigenschappen.

De volgende eigenschappen van staal 316 zijn van belang :

- De rek na breuk  $A_5 = 40\%$ .
- De elasticiteitsmodulus  $E (m=265^\circ\text{C}) = 180 \cdot 10^3 \text{ N/mm}^2$ .
- De rekgrens  $Re(265^\circ\text{C}) = 136 \text{ N/mm}^2$ .

D0301 Wanddikte bepaling voor cylinders onder uitwendige druk.

De wanddikte moet tenminste gelijk zijn aan de grootste van de volgende waarden.

$$(A) \quad d = D_e \left( \sqrt[3]{k_0 + \sqrt{k_0^3 + k_1^3}} + \sqrt[3]{k_0 - \sqrt{k_0^2 + k_1^3}} \right)$$

Hierin is  $D_e$  de uitwendige diameter van de kolom,  $k_0$  en  $k_1$  zijn hulpwaarden. Voor  $d$  vindt men aldus 5,5 mm.

- (B) Indien de rek na breuk groter dan 10% is geldt

$$d = D_e (u_z + a)$$

In deze relatie zijn  $u_z$  en  $a$  hulpvariabelen.

$$u_z = \frac{p_d}{6,4 \cdot f \cdot z} = \frac{0,11}{6,4 \cdot 91 \cdot 1} = 1,9 \cdot 10^{-4}$$

$f$  : ontwerpspanning  $f = 0,67 Re(265^\circ\text{C}) = 91 \text{ N/mm}^2$

$z$  : verzwakkingsfactor  $z = 1$

De bepaling van  $a$  geschiedt volgens een iteratief proces. Voor de overzichtelijkheid wordt hier alleen het resultaat vermeld. Voor details zij verwezen naar blad D0301 (13).

$$a = 2,36 \cdot 10^{-3}$$

$$d = 2412 ( 1,9 \cdot 10^{-4} + 2,36 \cdot 10^{-3} ) = 6,2 \text{ mm.}$$

(C) Indien  $l > 0,2 D_e$  geldt

$$d = 1,6 \cdot D_e \cdot u_z \cdot \left( 1 + \sqrt{1 + 2,5 \frac{u}{u_z} \left( 1 - \frac{0,2 D_e}{l} \right)} \right)$$

In deze formule is de relatieve on rondheid  $u = 0,015$ .  
Uit een figuur (zie (13)) is  $d/D_e$  af te lezen. Hiervoor wordt  $3,4 \cdot 10^{-3}$  gevonden. Met de bovenstaande formule volgt voor  $d = 8,2$  mm.

Het blijkt dat criterium (C) de grootste waarde voor de wanddikte oplevert. Met de nodige toeslagen volgt

$$d = 10 \text{ mm}$$

D1201 Wanddikte beoordeling.

(A) Sterkte controle.

- De normaalspanning in de omtrekriching  $\nabla_{tg}$  :

$$\nabla_{tg} = \frac{p_d(D_e - d)}{2d} = \frac{-0,11(2420 - 10)}{2 \cdot 10} = -13,3 \text{ N/mm}^2$$

- De normaalspanning in de langsriching  $\nabla_{ax}$  :

$$\nabla_{ax} = \nabla_{ax:p} - \nabla_{ax:py} \pm \nabla_{ax:m}$$

- De axiale spanning t.g.v. de inwendige druk  $\nabla_{ax:p}$  :

$$\nabla_{ax:p} = 0,5 \nabla_{tg} = -6,6 \text{ N/mm}^2$$

- De axiale spanning t.g.v. de gewichtsbelasting  $\nabla_{ax:py}$  :  
Wordt de kolom gevuld met water dan is de totale gewichtsbelasting  $P_y = 368 \cdot 10^3$  N

$$\nabla_{ax:py} = \frac{P_y}{\pi d(D_e - d)} = \frac{368 \cdot 10^3}{\pi \cdot 10(2420 - 10)} = 4,9 \text{ N/mm}^2$$

- De axiale spanning t.g.v. een buigend moment  $\nabla_{ax:m}$  :  
De kolom is ingebouwd in een fabriek. Er werkt dus geen windbelasting op, zodat de spanning t.g.v. het buigend moment kan worden verwaarloosd.

De normaalspanning in de langsrichting  $\nabla_{ax}$  wordt nu

$$\nabla_{ax} = \nabla_{ax:p} - \nabla_{ax:py} = -6,6 - 4,9 = -11,5$$

De sterkteëis is :

$$\nabla_v \leq 2 \cdot f = 91 \text{ N/mm}^2$$

$\nabla_v$  is een vervangende spanning waarvan de maximale waarde in dit geval bedraagt :

$$\nabla_v = \sqrt{\nabla_{tg}^2 + \nabla_{ax}^2} = 17,6 \text{ N/mm}^2$$

Aan de sterkteëis wordt voldaan.

(B) Stabiliteitscontrole.

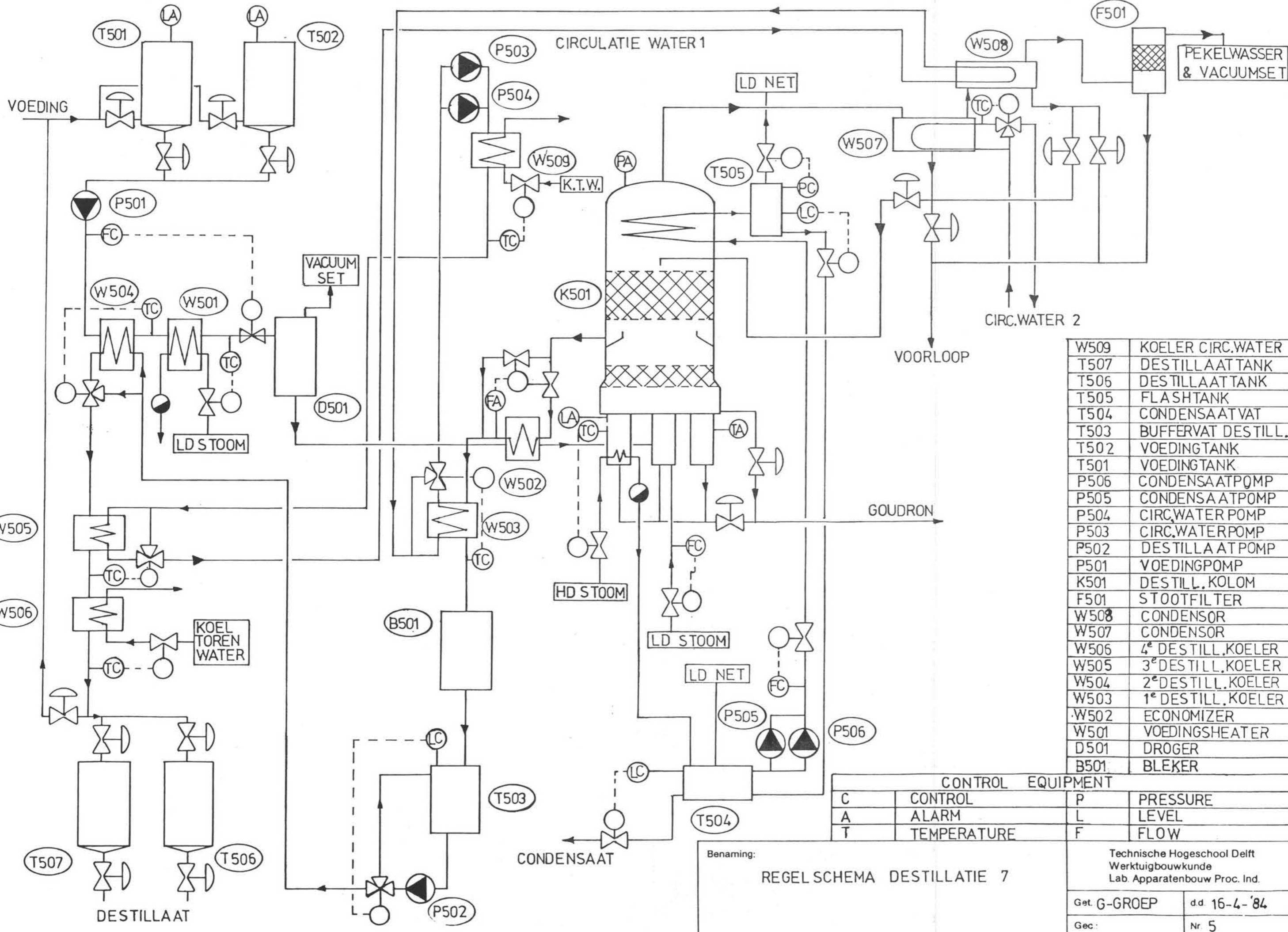
De maximale axiale normaalspanning  $\nabla_{ax} = -11,5$  0.

De knikspanning  $\nabla_k$  is :

$$\nabla_k = \frac{E(265^\circ\text{C})}{g} \frac{3,2 (d/D_e)^2}{(d/D_e) + 0,003} = 245 \text{ N/mm}^2$$

Geëist wordt :  $\nabla_{ax} \leq z (0,067 \nabla_k + 0,4f) = 53 \text{ N/mm}^2$

Aan de eis wordt voldaan.



W509	KOELER CIRC.WATER
T507	DESTILLAAT TANK
T506	DESTILLAAT TANK
T505	FLASHTANK
T504	CONDENSAATVAT
T503	BUFFERVAT DESTILL.
T502	VOEDINGTANK
T501	VOEDINGTANK
P506	CONDENSAATPOMP
P505	CONDENSAATPOMP
P504	CIRC.WATERPOMP
P503	CIRC.WATERPOMP
P502	DESTILLAATPOMP
P501	VOEDINGPOMP
K501	DESTILL. KOLOM
F501	STOOTFILTER
W508	CONDENSOR
W507	CONDENSOR
W506	4 <sup>e</sup> DESTILL. KOELER
W505	3 <sup>e</sup> DESTILL. KOELER
W504	2 <sup>e</sup> DESTILL. KOELER
W503	1 <sup>e</sup> DESTILL. KOELER
W502	ECONOMIZER
W501	VOEDINGSHEATER
D501	DROGER
B501	BLEKER

CONTROL EQUIPMENT			
C	CONTROL	P	PRESSURE
A	ALARM	L	LEVEL
T	TEMPERATURE	F	FLOW

Benaming: **REGEL SCHEMA DESTILLATIE 7**

Technische Hogeschool Delft  
 Werktuigbouwkunde  
 Lab. Apparatenbouw Proc. Ind.

Get. G-GROEP      d.d. 16-4-'84

Gec:                      Nr. 5

SYMBOLENLIJST HOOFDSTUK 4 : DESTILLATIE.

a	hulpwaarde	
c	condensor	
A <sub>5</sub>	rek na breuk	
B	bodemstroom	
d <sub>d</sub>	wanddikte	mm
Δd <sub>c</sub>	interingstoeslag	mm
Δd <sub>f</sub>	vervaardigingstoeslag	mm
Δd <sub>t</sub>	tolerantietoeslag	mm
D <sub>e</sub>	uitwendige diameter kolom	mm
D <sub>i</sub>	inwendige diameter kolom	mm
E	evenwichtstrap (total-drawoff-schotel)	
f	ontwerpspanning	N/mm <sup>2</sup>
F	voeding	
F <sub>n</sub>	flashtrap	
h	specifieke enthalpie	kJ/kg
h'	idem, van de vloeibare fase	kJ/kg
h''	idem, van de gasfase	kJ/kg
h	hoogte	m
HD	hoge druk (stoom)	
k <sub>n</sub>	hulpwaarde	
l	veldlengte	mm
LD	lage druk (stoom)	
$\dot{m}$	massastroom	kg/s of kg/h
m	myristinezuur	
M <sub>n</sub>	(damp)mixer	
N	aantal evenwichtstrappen rekt.sectie	
N <sub>f</sub>	aantal doorlopen bodem-flashvaten	
o	oliezuur	
p	palmitinezuur	
p	druk	bar



$p_d$	berekeningsdruk	MPa
P	produktstroom	
P	compressorvermogen	kW
$q_{ni}$	molfractie component i, die verdampt in trap n	
$\dot{Q}$	warmtestroom	kW
Re	rekgrens	N/mm <sup>2</sup>
s	stearinezuur	
s	verzadigd (stoom)	
T	temperatuur	K of °C
$T_c$	temp. vetzuurstroom in condensor	K
$T_N$	temp. in flashvat N van de bodem	K
$T_s$	temp. verzadigde waterdamp	K
u	onrondheid	
wt%	gewichtsprocent	
$W_{th}$	theoretisch toe te voeren vermogen	kW
$x_i$	molfractie component i in de dampstroom	
z	verzwakkingsfactor	
$\nabla_{max}$	maximale kolomtemperatuur	K
$\nabla_{ax}$	normaalspanning in langsrichting	N/mm <sup>2</sup>
$\nabla_{ax:m}$	idem, t.g.v. buigend moment	N/mm <sup>2</sup>
$\nabla_{ax:p}$	idem, t.g.v. inwendige druk	N/mm <sup>2</sup>
$\nabla_{ax:py}$	idem, t.g.v. gewichtsbelasting	N/mm <sup>2</sup>
$\nabla_k$	knikspanning	N/mm <sup>2</sup>
$\nabla_v$	vervangende spanning	N/mm <sup>2</sup>
$\tau_n$	verblijftijd in trap n	s
$\tau_{nt}$	verblijftijd bodemstroom t/m trap n	s
$\langle \tau \rangle$	gemiddelde verblijftijd	s
$\Sigma$	som	
$\Delta$	verschil	

## LITERATUURLIJST

- (1) Armstrong, A.J.  
' Scraped surface crystallisers '
- (2) ASHRAE ' Handbook of fundamentals '  
American society of heating, refrigerating and air-  
conditioning engineers. New-York, third printing 1976
- (3) Bergh, Ir. W.J.B. van den  
' Apparaten voor de procesindustrie '  
concept collegediktaat I-20-A, Delft December 1978
- (4) Berger, R.W.  
JAOCS 29, 81 (1952)
- (5) Brunner, G.  
' Habilitationsschrift ', Universitat Erlangen (1978)
- (6) Brunner, G. , Peter, S.  
Chem.Eng.Tech. 53, 529, (1981)
- (7) Charge rapporten Esterfabriek IV  
989A-989Q en 990A-990C
- (8) Chesters, A.K.  
' Stroming en warmteoverdracht 'bw32  
TH delft, afdeling werktuigbouw, 1976.
- (9) Chrastill, J.  
J.Phys. 86 , 3016, (1982)
- (10) Coenen, H.R. , Eggers, R. , Kriegel, R.  
' Die trennung von Stoffgemischen durch Extraction  
mit uberkritischen Gassen '  
Chemie Technik nr. 10, 11<sup>e</sup> jaargang.
- (11) Gupta, M.K. , Ying-Hslaoli B.J. , Robinson R.L.  
' Phase equilibrium for carbondioxide-benzene '  
J.Chem.Eng. Data 1982,27, 55-57
- (12) Dam, P.G. , Mineur W.P.C.  
' Analyse van processen voor stearine/oleine scheiding  
stearine destillatie en bereiding van EBS '  
fabrieksvoorontwerp, Delft, December 1983
- (13) Dienst voor het stoomwezen  
' Regels voor toestellen onder druk '  
s'Gravenhage 1973
- (14) Eder, W. , Moser, F.  
' Die Wärmepumpe in der Verfahrenstechnik '

- (15) Gallant, R.W.  
' Physical properties of hydrocarbons '  
Gulf publishing company, Volume 1+2, 1968
- (16) G-groep verslag 1981  
Deel I, II en III.
- (17) Holló, J. Lengyel, T.  
F-S-A. 26, 9B (1960)
- (18) Jong, Prof. E.J. de  
' Industriële kristallisatie '  
Delft, 1981
- (19) Klinge, H.  
' Untersuchungen über die Verdampfungsgechwindigkeit  
von Alkoholen und Wasser '  
Dissertatie, Göttingen, 1968
- (20) Kohn, P.M., Savage, P.R.  
Chem.Eng. 3, 41, (1979)
- (21) Levenspiel, O.  
' Chemical reaction engineering '  
Oregon State University 1962
- (22) Loos, Th.W. , Kooi, H.J. van der  
' Toegepaste thermodynamica en fasenleer '  
T.H. Delft
- (23) Lee, C.A.  
Chem.Eng. 63, 189, (1956)
- (24) Ludwig, E.E.  
' Design for Chem. & Petrochem. plants I, 202 (1964)
- (25) Markley, K.S.  
' Fatty acids '  
New York, 1947
- (26) Meyering, Prof.Dr. J.L.  
' Reactiekinetiek '  
Delft, 2<sup>e</sup> druk 1979
- (27) Montfoort, Prof.Ir. A.G.  
' De chemische fabriek ' deel IA, IB en II  
Delft, Januari, 1983
- (28) Mukterheide, V.J.  
AOCS 29, 490 (1952)

- (29) Mulder, R.T.  
' Destillatie en extractie van vetzuren '  
scriptie, TH Delft, 1962
- (30) Müller, C.E.  
' Kältemaschine regeln '  
Deutsche kaltetechnische Verein, 1958, Karlsruhe
- (31) NEN 3157  
' Basissymbolen voor de procesindustrie '  
Maart 1965
- (32) NEN-bundel III  
' Normen voor staal en staalproducten '  
4<sup>e</sup> druk, Juni, 1976
- (33) Null, H.R.  
Chem. Eng. Pro. , 58-67 (1976)
- (34) Oelrich, L. , Plöcker, U. , Prawnitz, J.M. , Knapp, H.  
' Methoden zur berechnung von Phasengleichgewichten  
und Enthalpie mit hilfe von Zustandsgleichungen '  
Chem. Ing. Techn. 49 (1977), nr. S 955-965
- (35) Perry, R.H. , Chilton, C.H.  
' Chemical engineers handbook '  
fifth edition
- (36) Peter, S.  
USA patent US4345976, (1982)
- (37) Presentation of Dowtherm heat transfer fluids  
trademark of the Dow Chemical company
- (38) Process simulation program
- (39) Potts, R.H.  
JAOCs 30, 49 (1953)
- (40) Punt, A.R.  
' Het gebruik van gecompriëerde en superkritische gassen  
als oplosmiddel '  
scriptie, TH Delft, 1980
- (41) Reid, R. , Sherwood, T.K.  
' The properties of gases and liquids '  
1<sup>e</sup>, 2<sup>e</sup> en 3<sup>e</sup> druk
- (42) Schmidt, E.  
' Properties of water and steam in SI- units '  
Springer-verlag, 1969, New York.

- (43) Schneider, G.M. , Stakl, E. , Wilke, G.  
' Extraction with supercritical gases '  
Verlag Chemie 1980
- (44) Smith, Prof. J.M.M. M.sc. , Stammers, Dr.Ir.E.  
' Fysische transportverschijnselen I '  
DUM, Delft, 1973
- (45) Stage, H.  
' Fette-Seifen-Anstrichmittel '  
72, 229, 1970
- (46) Stage, H.  
F-S-A, 73, 10 1971
- (47) Stage, H.  
F-S-A, 75, 160 1973
- (48) Stage, H.  
' Fette & Seifen '  
55, 375 1953
- (49) Stage, H.  
' Fette & Seifen '  
55, 217 , 1953
- (50) Stage, H.  
' Fette & Seifen '  
55, 284 , 1953
- (51) Stage, H. et.al.  
F-S-A 64, 27 , 1962
- (52) Stage, H. et.al.  
' Fette und Seifen '  
55, 513 1953
- (53) Stolk, Prof.Ir. A.L.  
' College diktaat koude opwekking '  
Delft, 1980
- (54) Stolk, Prof.Ir.A.L.  
' Koelmachines '  
Delft, 1978
- (55) Trommelen, A.M.  
' Physical aspects of scraped surface heat exchangers '  
Proefschrift 1970
- (56) Weast, R.C. Ph.D.  
' Handbook of chemistry and physics '  
57<sup>th</sup> edition

- (57) Weitkamp, A.W.  
JAOCs 32, 640, 1955
- (58) Williams, F.C. , Osburn, J.O.  
JAOCs 26 , 663, 1949
- (59) Werkinstructie voor destillatie 7  
afd. 42.7 no. B 76 , 1976
- (60) Zondek, K.  
Duits patent DE 2 135641, 1973
- (61) Zondek, K.  
Duits patent DE 2 126969, 1972
- (62) Zuiderweg, Prof. F.J.  
' Fysische scheidingsmethoden '  
Collegediktaat deel I en II