

Verslag G-Groep 87-1

ONTWERP GLYCOLENFABRIEK

deel 1: glycolenreactor
deel 2: ontwatering
deel 3: glycolenscheiding

Laboratorium Apparatenbouw Procesindustrie,
Delft, mei 1987.

Verslag G-Groep 87-1

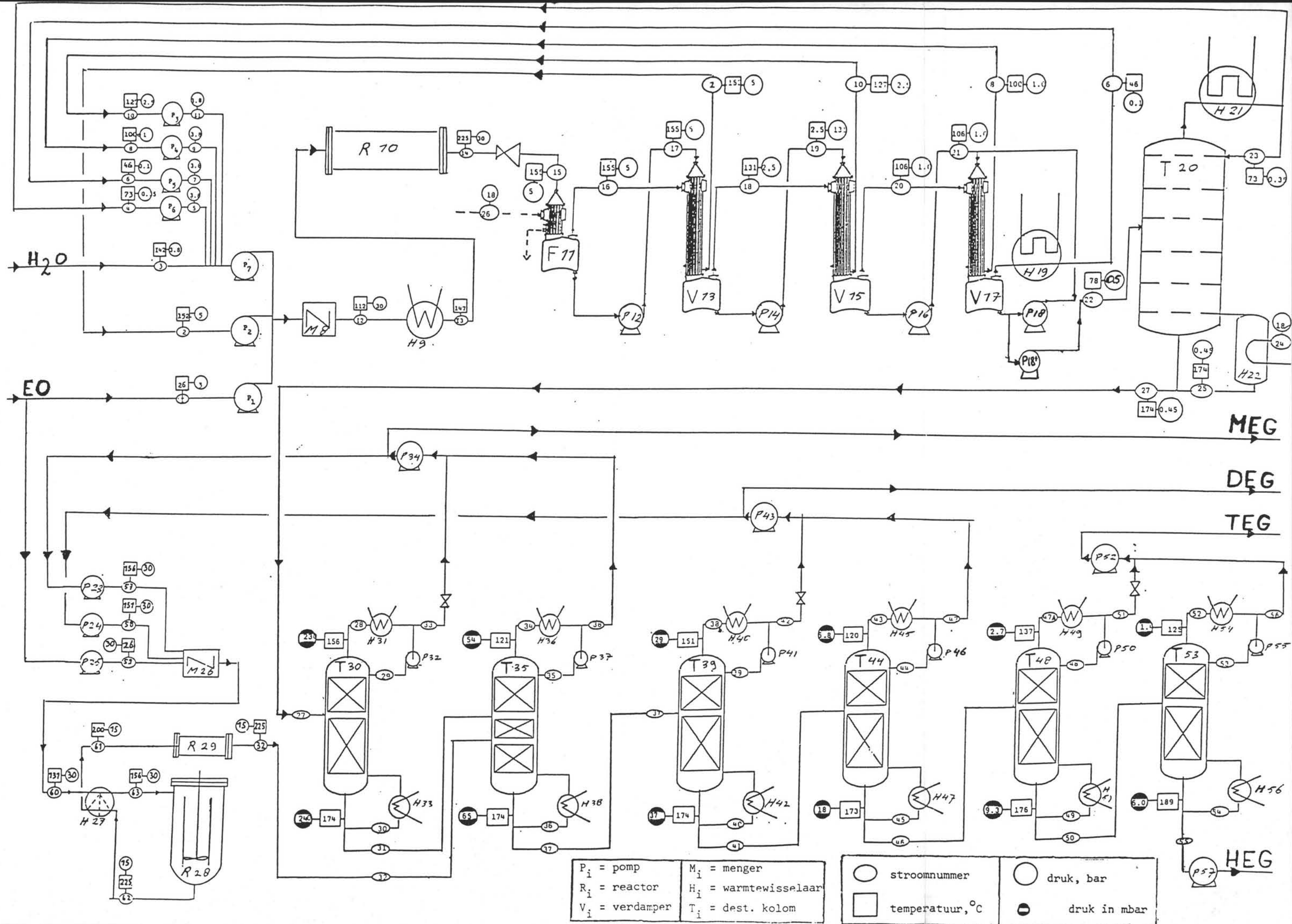
Ontwerp Glycolen fabriek voor Shell Moerdijk.

**Technische Universiteit Delft
Laboratorium Apparatenbouw Procesindustrie
Vakgroep Chemische Technologie**

**Leeghwaterstraat 44
2628 CA Delft**

Delft, 1 mei 1987.

G-groep februari 1987.



P_i = pomp
 R_i = reactor
 V_i = verdamper
 M_i = menger
 H_i = warmtewisselaar
 T_i = dest. kolom

○ stroomnummer
 □ temperatuur, °C

○ druk, bar
 ● druk in mbar

VOORWOORD

Dit is het verslag van de G-groep februari 1987. In ongeveer drie maanden is het proces voor de fabricage van glycolen opnieuw doorgewerkt.

Bij het tot stand komen van het resulterende ontwerp hebben de volgende personen een rol gespeeld:

Drs. F.A. Meijer
Prof.ir. A.G. Montfoort
Prof.dr.ir. J. de Graauw
ir. W. Klapwijk
A. de Bruin

als begeleiders vanuit de TUD, en

ir. D.J. Amesz en
ing A.J. Te Raa

als begeleiders vanuit Shell Moerdijk.

Alle bovengenoemde heren willen wij hartelijk danken voor hun inzet. De studenten WB:

P.Y.F. Anderegg
R.M. van Bekkum
C. Blom
A.A. Schulte
C.F. Stoter
F.J.E. Veldhuizen
E.J. Verhoeff
A.N. Vlug

en de studenten CT:

R.T. Blomsma
M. Grimmon
J.M. Kerstjens
J.P.M. Lommerse
P. Rovers
J. de Wolff

Delft, 14 mei 1987.

SAMENVATTING

Samenvatting.

Voor Shell Moerdijk is een fabrieks-voorontwerp gemaakt voor de productie van Glykolen.

De grondstof ethyleen oxide (EO) reageert exotherm met water tot:

Monoethyleen glykol	(MEG).
Diethyleen glykol	(DEG).
Triethyleen glykol	(TEG).
Hogere ethyleen glykolen	(HEG).

De reactie vindt plaats in een ruime overmaat aan water. Dit water wordt uit het product mengsel verdampt en terug gevoerd naar de reactor voor hergebruik. De verschillende glykolen worden van elkaar gescheiden en op specificatie gebracht door destillatie.

Twee procesvoeringen zijn met elkaar vergeleken.

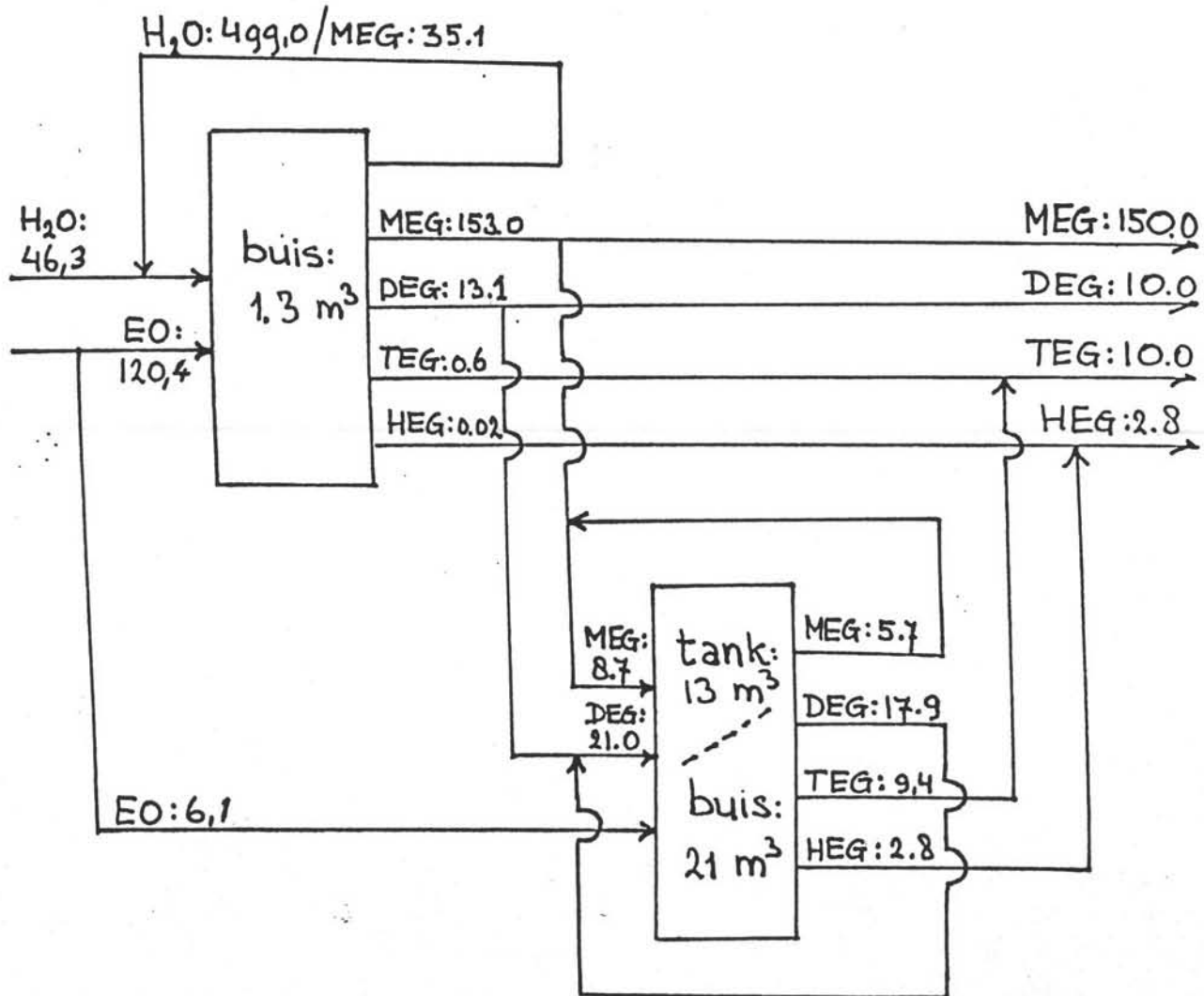
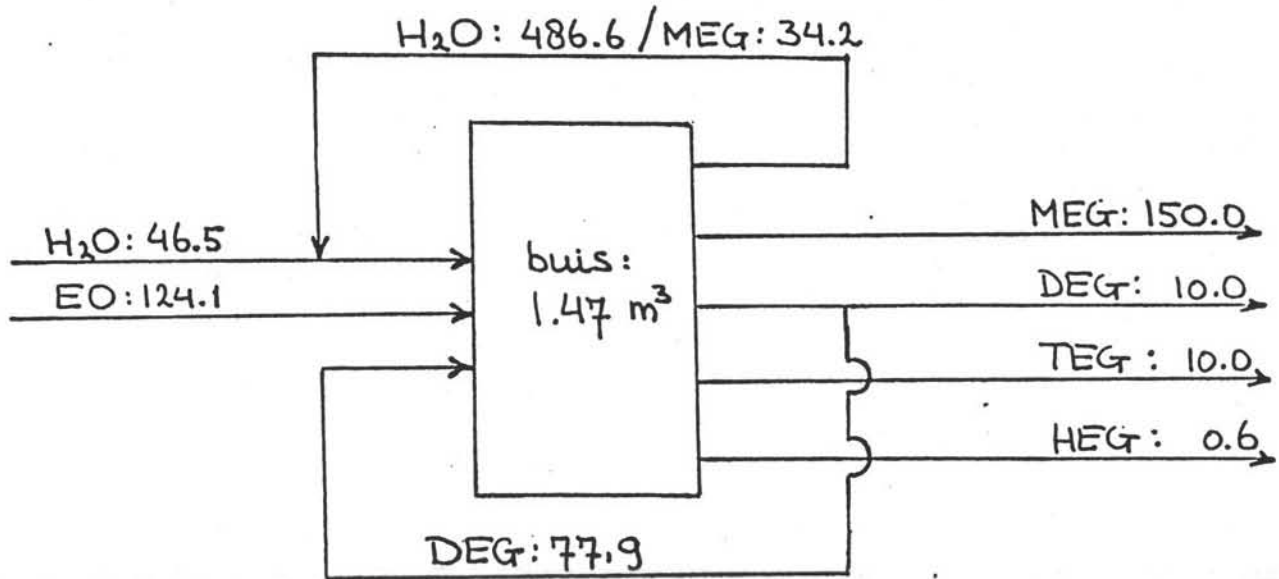
Een enkele buisreactor produceert alle glycol. De reactor moet daartoe een volume hebben van 1,47 M3.

De eerste reactor produceert 95% van de glycol, met een andere MEG/DEG/TEG verhouding dan specificatie. Wederom wordt een buisreactor toegepast maar met een volume van 1,33 M3. Een tweede reactor met een inhoud van 34 M3 (tank+buis) aan het einde van de procesketen brengt de processtroom op specificatie. Door toepassing van dit systeem wordt extra bedrijfs flexibiliteit verkregen. Ook wordt met deze methode een hoog ethyleen glykolen (HEG) produktie bereikt van 2,8 kt/jaar bovenop de gespecificeerde produktie voor MEG, DEG en TEG. Alleen deze procesvoering is volledig uitgewerkt.

De fabriek is opgedeeld in 3 secties:

1. De reactor sectie, bestaande uit een Sulzer menger en een kleine buisreactor.
2. De ontwaterings sectie, opgemaakt uit een flashvat, 3 verdampers en een destillatie toren. Voor de verdampers is geen verse stoom nodig.

vergelijking massastromen (kton/jaar) van de een- met de tweereaktoren fabriek.



3. De glycolen scheidings sectie, die bestaat uit 6 gepakte kolommen. Voor elke scheidings stap: MEG/hoger, DEG/hoger en TEG/hoger zijn twee kolommen in serie geplaatst. Vanwege de zeer lage druk waarbij het proces zich moet afspelen is gekozen voor gepakte boven schotel kolommen. Alleen de eerste van de zes zou met schotels kunnen worden uitgevoerd. Het blijkt dat gepakte kolommen veel korter kunnen zijn. Binnen deze sectie is ook de tweede reactor gevat.

Het twee reactor bedrijf brengt extra kosten met zich mee. Een vergelijkend schema tussen een en twee reactor bedrijf is gegeven in de figuur. Uit een gevoeligheids analyse van economische factoren blijkt dat de hoogte van de investering geen grote rol speelt in de opbrengst van het project

Massa en energie balans.

Bij de berekening van de massa balans zijn alle massa stromen uitgedrukt in kg/s. De getalwaarden zijn afgerond op 2 decimalen nauwkeurig. De afwijking van de in en uitgaande stroom van 0,5% kan verklaard worden uit de limitering op de berekenings nauwkeurigheid, en mede door het niet geheel naadloos aansluiten van de destillatie sectie op de ontwaterings sectie.

In de energie balans zijn alle energie stromen uitgedrukt in kW. De enthalpie van de stromen is berekend ten opzichte van het nulpunt van 0 C. De reactie warmte wordt apart toegevoegd.

Bij de energie balans is de afwijking van de in en uitgaande stromen beduidend groter dan bij de massa balans. Het komt neer op 501 kW en dat betekent 2%. Dit verschil is grotendeels te verklaren uit het feit dat de volgende effecten niet meegenomen zijn in de berekening van de destillatie kolommen (zie deel drie):

1. Het niet gelijk zijn van de moleculaire verdampingswarmte voor de verschillende componenten.
2. De temperatuurs afhankelijkheid van de moluculaire verdampings warmte.
3. Het niet lineaire verloop van de moleculaire verdampingswarmte bij de kritische temperatuur. (Dit is wel zo verondersteld bij de flash berekenigen van de destillatie).

Verder zal een deel van de afwijking verklaard kunnen worden door een bepaalde onvolledigheid van de warmtebalans vergelijking. De vloeistof pompen en de vacuum pompen zijn niet meegenomen in de berekening. De resultaten van alle balans berekeningen zijn te vinden in de bijgaande tabellen.

Het totale energie verbruik komt op 15.826,0 kW.

Procesbeschrijving.

Aan de hand van het processchema wordt een korte beschrijving gegeven van de produktie van MEG, DEG, TEG en HEG in stationair bedrijf. Kwantitatieve gegevens staan vermeld in de afzonderlijke hoofdstukken van het verslag.

De voedingsstromen EO en water worden samen met de waterrecyclestromen (98% water en 2% MEG) op hoge druk gebracht. Dit gebeurt door middel van de centrifugaalpompen P1 t/m P7. Vervolgens vindt menging plaats in de statische menger M8. Warmtewisselaar H9 brengt de voeding op juiste ingangstemperatuur van buisreaktor R10. Hierin wordt het grootste gedeelte van de gewenste produktie van de fabriek gerealiseerd door volledige conversie van EO met een overmaat water.

Het overtollige water moet vervolgens worden afgescheiden van de hete produktstroom. Door middel van een flash wordt in F11 hete stoom geproduceerd uit de produktstroom. Deze stoom wordt gebruikt in de eerste van een reeks van drie verdamperen: V13, V15 en V17. Het grootste gedeelte van het water wordt zodoende uit de produktstroom afgescheiden. De rest van het water wordt door destillatie onder lage druk in schotelkolom T20 afgescheiden. Al het afgescheiden water (welke een restje MEG bevat) van de verdamperen en de destillatie wordt teruggevoerd naar de voorafgaande reaktorsectie.

De watervrije produktstroom gaat vervolgens de destillatiesektie in, waar MEG, DEG, TEG en HEG middels 6 gepakte kolommen in serie van elkaar worden gescheiden. In de eerste twee destillatiekolommen T30 en T35 wordt de MEG afgescheiden. Vervolgens wordt dan de DEG afgescheiden in de kolommen T39 en T44. Tenslotte wordt het TEG van de HEG gescheiden in de kolommen T48 en T53. Derhalve bestaat het bodemprodukt van kolom T53 uit de hogere glycolen.

Om de gewenste hoeveelheden MEG, DEG en TEG te produceren wordt gebruik gemaakt van een tweede reaktorsectie. Daartoe worden recyclestromen van MEG en DEG, afkomstig van de destillatieproduktstromen, samen met het andere deel van de EO-voedingsstroom, middels centrifugaalpompen P23, P24 en P25 op druk gebracht. Vervolgens vindt, na menging in statische menger M26, in de geroerde tankreaktor R28 een deel van de droge omzetting (dus zonder water) van EO plaats. De produktstroom van deze reaktor wisselt warmte met zijn voedingsstroom uit. De voltooiing van de omzetting van EO wordt gerealiseerd in buisreaktor R29. De stroom bevat dan MEG, DEG, TEG en HEG en wordt in de tweede MEG-destillatiekolom T35 ingevoerd.

INLEIDING

In dit verslag wordt het procesontwerp voor de fabricage van glycolen beschreven. Gebruik is gemaakt van de voorstudie "Glykolen-produktie Shell Moerdijk" geschreven door de Heren Gandasasmita en Hoek, hetwelke een reactiekinetiek en een mogelijke procesvoering behandelt.

Shell Moerdijk heeft reeds een Glycolenfabriek staan, de opdracht was om het gehele proces nog eens opnieuw door te werken.

De tekst is ingedeeld in 4 delen:

Deel 1 Reactorsectie, waarin reactor 1 wordt behandeld samen met de reactie kinetiek.

Deel 2 Ontwatering, waarin verschillende scheidings methoden worden gezien, en de verdamping en destillatie als uiteindelijke keuze worden uiteen gezet.

Deel 3 Glycolen scheiding behandelt verschillende tactieken van opstelling voor de scheiding, met het uiteindelijke resultaat. In dit deel is ook plaats gevonden voor het ontwerp van de tweede reactor.

Deel 4 behelst de appendices betreffende de delen 1,2,3 en de economische beschouwing.

Uitgangspunten van het ontwerp.

Capaciteit:

Mono Ethyleen Glycol	MEG	150 kt/jaar
Di Ethyleen Glycol	DEG	10 kt/jaar
Tri Ethyleen Glycol	TEG	10 kt/jaar

Grondstoffen:

Ethyleen Oxide	EO	26 C	3 bar abs.
Water		142 C	3,8 bar abs.

Hulpstoffen:

Hoge druk stoom	500 C	100	bar abs.
Midden druk stoom	330 C	18	bar abs.
Lage druk stoom	200 C	3	bar abs.

Koelwater: in: max 23 C, min 0 C
 uit: max 30 C.

Produkten:

Produkt	Zuiverheid mol%	watergehalte mol%	ander mol%
MEG:	min. 99,8	max. 0,10	max. 0,10 DEG
DEG	min. -	max. 0,2	max. 0,2 MEG
TEG	min. 99,9	max. 0,0	-

INHOUD

Voorwoord	ii
Samenvatting	iii
Samenvatting.	iii
Massa en energie balans.	iv
Procesbeschrijving.	v
Inleiding	vi
deel 1: Glykolen reactor.	1
Inleiding en doelstelling reaktorsectie	2
Oplossingsmogelijkheden	3
Uitwerking van de ideeën.	4
Grove berekening van een geroerde tankreactor.	4
Algemene opzet tot het doorrekenen van een buisreactor.	4
Berekening van de massastromen in de 2-reaktoren fabriek.	6
Berekening van het reaktorvolume in de twee reaktoren fabriek.	7
Berekening van de massastromen in de eenreactor fabriek.	8
Berekening van het reaktorvolume in de eenreactor fabriek.	8
Reactor met warmteuitwisseling.	9
Resultaten van de warmtewisselende reactor.	9
De heterogeen gekatalyseerde reactor.	9
Resultaten van de heterogeen gekatalyseerde reactor.	10
Conclusie.	11
Procesomstandigheden.	12
Inleiding.	12
Voeding reactor.	12
Menging.	12
Druk in de reactor.	13
Propstroom.	13
Temperatuur.	13
Warmteverlies.	13
Apparaten.	15
Inleiding.	15
Menger.	15
De warmtewisselaar.	15
Reactoruitvoering.	16

Conclusie.	18
deel 2: Ontwatering.	19
Inleiding.	20
Inleiding meertrapsverdamer.	23
Ontwerpcondities.	24
Randvoorwaarden.	24
Berekeningswijze.	25
Resultaten.	28
Flashvat en twee verdampers.	28
Flashvat en drie verdampers.	30
Tegenstroomverdampers.	33
Verdampers.	34
Vallende-Filmverdampers	35
Verdamping volgens de methode van Billet	35
Verdamping volgens de methode van Labuntsov.	38
Verdamping volgens de methode van Chen.	39
Condensatie aan mantelzijde.	42
Kookpuntsverhoging in een verdampende filmlaag.	44
Kritische heatflux	45
Condensor ontwerp.	46
Destillatie.	48
Inleiding.	48
De eisen aan de destillatie.	48
Bepaling destillatieparameters.	48
De fasen toestanden en diagrammen	48
De q-waarde	48
De druk	49
Refluxverhouding	49
Aantal schotels.	49
Bepaling stromingen in de kolom	50
Voeding	50
Destillaat	50
Bodemprodukt	50
G:gasstroming in de kolom	50
L:vloeistofstromen in de kolom.	50
flowparameter	50
Vergelijking pakking-en-schotel kolom	52
De pakking kolom.	52
De stripper:	52
De rectificier:	53
De schotelkolom	53
De stripper.	53
De kolomdiameter	53
De drukval per schotel.	53
Het schotelontwerp :	54
De rectificier :	55
De kolomdiameter :	55
De drukval per schotel :	55
Stromingsregime :	56
Schotelontwerp :	56

Berekening schotelrendement :	56
Schotelrendement stripper :	57
Schotelrendement rectificier :	57
Warmtebalans over de kolom.	58
Conclusie	58
Dimensionering randapparatuur van de destillatiekolom.	59
De reboiler :	59
Berekening benodigde vermogen :	59
Verdampingsenergie :	59
Benodigd hoeveelheid stoom :	59
Benodigd oppervlakte :	60
Keuze constructie	60
Controle recirculatie reboiler :	60
De condensor :	61
De over te dragen warmte :	61
Berekeningen :	61
Pomp.	62
Vaccuum pompen.	62
Alternatieve scheidingsmethoden.	63
Adsorptie.	63
Inleiding.	63
Vergelijking.	63
Parametrisch Pompen	64
inleiding.	64
Voordelen.	65
Een enkel stage parapomp. Theorie.	67
Partial reflux parapomp.	68
Omgekeerde osmose.	70
Inleiding.	70
Theorie.	70
Het model van Sourirajan.	71
Feasibility.	72
Destillatie met sleepmiddel.	73
Conclusie.	75

deel 3: Glykolen scheiding. 76

Inleiding.	77
De kolomconfiguraties.	79
Rekenmodellen destillatie.	82
Fractie	83
Schatting	83
Invoer	83
Flasher.	83
FUG	84
Lewis Matheson	84
Drukval	84
Dimensionering van schotelkolommen met zeefschotels.	86
Stromingsverschijnselen op een schotel.	86
Maximale gasbelasting.	87
Constructieve vormgeving.	88
De heldere vloeistofhoogte (hold-up).	90

Het drukverlies.	91
De minimale gasbelasting.	91
De maximale vloeistofbelasting.	92
De minimale vloeistofbelasting.	93
Het rendement.	93
De hoogte van de destillatiekolom.	95
Dimensionering van gepakte kolommen.	96
Randapparatuur.	98
de condensor.	98
de thermosyphon reboiler.	98
de falling film verdampers.	98
de warmtepomp.	99
de vacuüm pompen.	99
de pompen.	99
Resultaten en conclusies.	100
resultaten.	100
conclusies en aanbevelingen.	100
De tweede reactor.	102
Inleiding.	102
De stromen door de tweede reactor.	103
Het reactorontwerp.	105
Combinatie van tank en buis.	110
Alternatieven.	116
Algemene conclusies en aanbevelingen.	117
1 en 2 reactor systeem-kinetiek.	117
Verdamper sectie.	117
Pakkingen en schotels.	117
Algemene opmerkingen.	118
Appendix A: De buisreaktor.	119
Appendix B: Relaties voor de warmtecapaciteit en dichtheid.	123
Dichtheden.	123
Warmtecapaciteiten.	123
Appendix C: De reactor in de 2-reaktorenfabriek. (programma dubbel)	125
Appendix D: De reactor in de 1-reaktorfabriek. (Programma Enkel)	129
Appendix E: Programma interne warmte wisselende reactor (wwreac)	132

Appendix F:	Programma: Berekening van heterogeen gekatalyseerde propstroomreaktor	136
	Uitwerking heterogeen gekatalyseerde reaktor.	137
Appendix G:	pompen	142
Appendix H:	Bijlage Mixer.	145
Appendix I:	Berekening warmtewisselaar.	147
Appendix J:	Warmtewisselaar gevolgd door buisreaktor. (programma wwenbu)	150
Appendix K:	Voor de dampdruk van een mengsel geldt bij benadering:	153
Appendix L:	Wanddikte reaktor.	155
Appendix M:	Warmte verlies.	157
Appendix N:	Programma uitrekenen van de verdampers.	158
Appendix O:	Uitvoer van het programma	167
	Verdamper 1	167
	Verdamper 2	169
	Verdamper 3	170
Appendix P:	Berekening van het aantal buizen bij een bepaalde rompdiameter.	173
Appendix Q:	Fasendiagramen bij verschillende drukken.	175
Appendix R:	Thermodynamica.	179
Appendix S:	Simulatie programma van destillatie (PROCESS).	182

Appendix T:	Berekeningsmethode condensor.	183
Appendix U:	De thermosyphon reboiler.	184
Appendix V:	Berekeningsmethode vacuumpompen.	185
Appendix W:	Berekeningsmethode falling film verdamper.	186
Appendix X:	programma shortcut destillatie.	188
Appendix Y:	programma rigoureuze destillatie	190
Appendix Z:	rekenmodel	191
Appendix AA:	Warmtepomp	197
Appendix AB:	computerprogramma destillatie.	199
Appendix AC:	Bijlage 1 : Computerprogramma reactievorderingsplaatjes.	214
Appendix AD:	Bijlage 2 : Programma voor het berekenen van de voedingsstroom.	215
Appendix AE:	Bijlage 3 : Gebruikte fysische gegevens.	216
Appendix AF:	Bijlage 4 : Afleiding Buisformule.	217
Appendix AG:	Bijlage 5 : Programma warmtewisseling in de buis.	218
Appendix AH:	Bijlage 6 : Druk van het reactie mengsel.	219
Appendix AI:	Bijlage 7 : Adiabatistische buisberekening.	220

Appendix AJ:	Bijlage 8 : Berekening en afleiding tank/buis-combinatie.	221
Appendix AK:	Bijlage 9 : Berekening adiabatiscche temperatuur.	222
Appendix AL:	Bijlage 10 : Berekening S-curve van de tank.	223
Appendix AM:	Berekening van de investeringskosten m.b.v. de methode van Guthrie.	224
	Inleiding.	224
	De Proceseenheid gas/vloeistof.	225
	Warmtewisselaars.	225
	Process Vessels.	226
	Inleiding.	226
	Kosten van de verticale Process Vessels.	227
	Kosten van de horizontale Process Vessels.	228
	Pompen.	229
	Totale kosten van de proceseenheid gas/vloeistof.	230
	Offsite facilities.	231
	De totale plant.	232
	Berekening van de uiteindelijke investeringskosten.	232
	Resultaatbespreking.	233
Appendix AN:	Berekening van de investeringskosten m.b.v. de Lang methode.	235
	Inleiding	235
	Berekening van de procesapparatuurkosten.	235
	Berekening van de totale plant kosten.	241
Appendix AO:	Berekening van de investeringskosten m.b.v. de Miller Methode	242
	Inleiding	242
	Bepaling Investeringsbedrag.	242
Appendix AP:	Berekening van de investeringskosten m.b.v. stapmethoden.	244
Appendix AQ:	Gevoeligheids Analyse.	246
	Componenten die in de kostenbepaling een rol spelen.	246
	De Netto Contante Waarde (NCW).	248
	Gevoeligheids Analyse.	249



deel 1

GLYKOLEN REACTOR.

Hoofdstuk 2

OPLOSSINGSMOGELIJKHEDEN

Als mogelijke ontwerpen zijn een aantal ideeën naar voren gekomen.

Als eerste wordt een opsomming van de uitvoeringsvormen, met de ongekatalyseerde reactie gegeven; met de mogelijke voor- en nadelen.

1. De geroerde tank.

Voordeel : Isotherm bedrijf bij 225°C is mogelijk.

Nadeel : Zeer moeilijk om conversie van EO van 99.99% te halen.

2. De adiabatische buisreaktor.

Voordeel: Beste manier om conversie van EO van 99.99% te bereiken.

Nadeel : Relatief lage temperatuur in het begin van de buis.

3. De interne warmtewisselende reaktor.

Voordeel: Opwarming heenstroom, afkoeling terugstroom.

Nadeel : Plaatselijk te hoge temperatuur in de reaktor.

Verder is een zuurgekatalyseerde reactie met een ionenwisselaar mogelijk. Voordeel is dat er geen katalysator in de produktstroom komt en dat er gewerkt wordt bij milde condities. Een nadeel is het vele water dat nodig is wegens een snelle deactivering van de katalysator.

Hoofdstuk 3

UITWERKING VAN DE IDEEËN

3.1 Grove berekening van een geroerde tankreaktor.

De volgende balans kan opgesteld worden over het EO in de tank:

$$k * [EO] * ([H_2O] + [MEG] + [DEG] + [TEG]) = ([EO]_{in} - [EO]) / \tau$$

Er wordt gerekend met een temperatuur van 225 °C

De H₂O/EO verhouding is 10 (mol/mol).

k, de reaktiesnelheidsconstante, is bij deze temperatuur ongeveer 0.01 (hierbij is de Shell kinetiek gebruikt).

De conversie is 99.99%, dus $[EO]_{in} - [EO] \approx [EO]_{in}$
($[H_2O] + [MEG] + [DEG] + [TEG]$) = 40 mol/l bij 225 °C.

$$[EO] / [EO]$$

$$\tau = \frac{[EO]_{in}}{k * ([H_2O] + [MEG] + [DEG] + [TEG])} = 10000 / (0.1 * 40) = 25000 \text{ s}$$

$$k * ([H_2O] + [MEG] + [DEG] + [TEG])$$

Dit is ongeveer 7 uur. Met een volumestroom van 25 l/s (zoals later blijkt) is een reaktorvolume van 600 m³ nodig. Dit is onaanvaardbaar groot.

3.2 Algemene opzet tot het doorrekenen van een buisreaktor.

De reakties die optreden zijn:

			H (KJ/mol)
1.	EO + H ₂ O	$\xrightarrow{k_1}$	MEG -79.4
2.	EO + MEG	$\xrightarrow{k_2}$	DEG -81.8
3.	EO + DEG	$\xrightarrow{k_3}$	TEG -84.8
4.	EO + TEG	$\xrightarrow{k_4}$	HEG -86.9

De kinetiek die Shell heeft bepaald werd gebruikt[10]

$k_1 = k_2 = k_3 = k_4 = 9.39 \text{ EE } 5 * \exp(-18134/RT)$
 Hierin is $R=1.987 \text{ cal/molK}$
 Alle optredende reacties zijn exotherm.

Uitgaande van een buisreaktor kunnen uit de verschillende massabalansen differentiaalvergelijkingen naar de plaats worden opgesteld. Voor een stukje dx in de axiale richting van de buis, met de aanname van een stationaire toestand, kunnen voor de verschillende componenten de volgende vergelijkingen worden opgesteld:

Transport = - Omzetting (of: + Produktie)

$$H_2O: \dot{\Phi}_V (H_2O)_{x+dx} - \dot{\Phi}_V (H_2O)_x = -r(H_2O) * A * dx$$

met: A : doorstroomd oppervlak (m^2).

- $r(H_2O)$: omzettingssnelheid water = $k * (H_2O) * (EO)$.

$\dot{\Phi}_V$: volumestroom (m^3/s).

Hieruit volgt:

$$d(H_2O)/dx = -r_{(H_2O)} * A/\dot{\Phi}_V$$

Analoog geldt voor de andere componenten:

$$d(EO)/dx = -r_{(EO)} * A/\dot{\Phi}_V, \quad r_{(EO)} = k * (EO) * ((H_2O) + (MEG) + (DEG) + (TEG)).$$

$$d(MEG)/dx = r_{(MRG)} * A/\dot{\Phi}_V, \quad r_{(MEG)} = k * (EO) * ((H_2O) - (MEG))$$

$$d(DEG)/dx = r_{(DEG)} * A/\dot{\Phi}_V, \quad r_{(DEG)} = k * (EO) * ((MEG) - (DEG))$$

$$d(TEG)/dx = r_{(TEG)} * A/\dot{\Phi}_V, \quad r_{(TEG)} = k * (EO) * ((DEG) - (TEG))$$

$$d(HEG)/dx = r_{(HEG)} * A/\dot{\Phi}_V, \quad r_{(HEG)} = k * (EO) * (TEG)$$

Verdere omzettingen naar hogere glycolen kunnen worden verwaarloosd.

Het warmte-effekt van de optredende reacties kan worden samengevat in de warmtebalans. Ook hierin wordt een stationaire toestand verondersteld. Bovendien wordt er nu met een adiabatistische buis gewerkt.

Transport = Produktie.

$$\rho * C_p * \dot{\phi}_v * T(x+dx) - \rho * \dot{\phi}_v * C_p * T(x) = \sum_{i=1}^4 r_i * \Delta H_i * A * dx$$

Hierin zijn :

ρ : dichtheid mengsel (kg/m^3).

C_p : warmte capaciteit (J/kg K).

T : temperatuur (K)

$r_i \Delta H$: het warmte effect van de i-de reactie ($\text{J/m}^3 \text{s}$).

Hieruit volgt:
$$\frac{dT}{dx} = \sum_{i=1}^4 r_i * \Delta H_i * \frac{A}{\dot{\phi}_m * C_p}$$

met $\dot{\phi}_m$: massastroom (kg/s)

en
$$\sum_{i=1}^4 r_i * \Delta H_i = k * (\text{EO}) * (\text{H}_2\text{O}) * \Delta H_1 + k * (\text{EO}) * (\text{MEG}) * \Delta H_2 +$$

$$+ k * (\text{EO}) * (\text{DEG}) * \Delta H_3 + k * (\text{EO}) * (\text{TEG}) * \Delta H_4$$

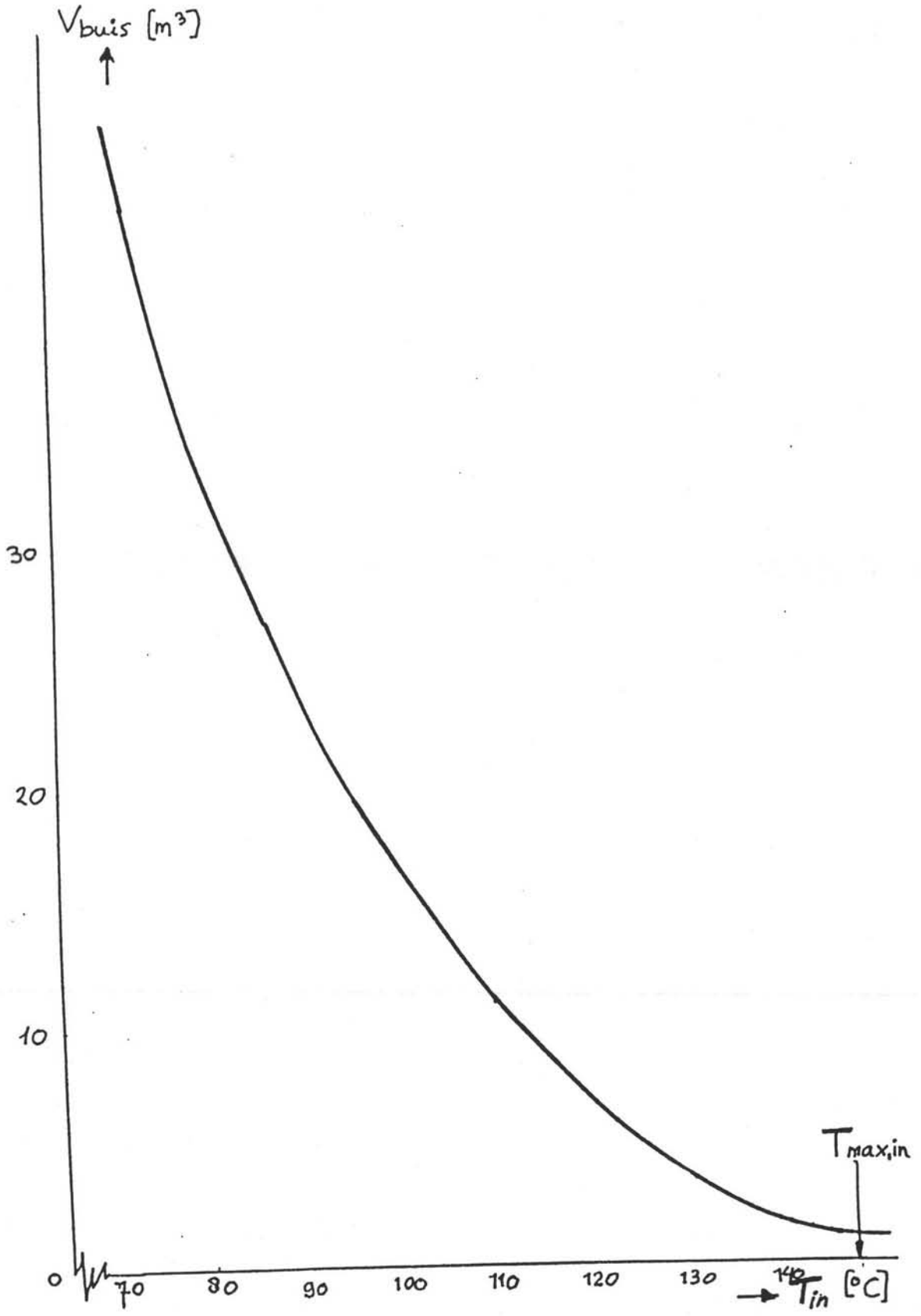
In appendix A is een programma beschreven, die deze differentiaal vergelijkingen simultaan door de buis heen integreerd m.b.v. een Runge Katta procedure.

Door de sterke toename van de temperatuur blijkt het reaktiemengsel uit te zetten. Hierdoor veranderen de concentraties (mol/l) en de volumestroom (m^3/s). Een ander gevolg is dat de warmtecapaciteit, die afhangt van de temperatuur en concentratie wordt vergroot.

3.3 Berekening van de massastromen in de 2-reaktoren fabriek.

Bij het berekenen van de stromen door de eerste reaktor moet met drie voorwaarden rekening worden gehouden:

1. Het recyclewater van de waterafscheiding bevat 2% MEG (en een verwaarloosbare hoeveelheid DEG).
2. Er moet na de waterafscheiding 83.87 mol/s MEG overblijven.
3. Er moet genoeg DEG overblijven om de stroom TEG tot de gewenste waarde aan te vullen door omzetting in de tweede reaktor. Dit betekent dat er 5.585 mol/s DEG + TEG geproduceerd moet worden, wat uiteindelijk tot 3.273 mol/s DEG en 2.312 mol/s TEG omgezet wordt.



Figuur 3.1
 Het reactorvolume van de reactor als functie van de ingangstemperatuur van het reactiemengsel, voor twee reactorenbedrijf.

Om aan deze drie voorwaarden te voldoen, worden de stromen EO en water (en dus MEG) de reaktor in, gevarieerd met een iteratief programma (zie appendix L). In tabel 1 zijn de berekende molenstromen weergegeven. Hieruit volgt dat de benodigde H₂O/EO verhouding 11.036 is.

Tabel: 1 Molenstromen in de 2-reaktor fabriek (mol/s).

	REAKTOR IN	REAKTOR UIT	RECYCLESTR.	DESTILLATIE IN
EO	95.25	0.0095	0	0
H ₂ O	1051.244	961.808	961.808	0
MEG	19.629	103.499	19.629	83.87
DEG	0	5.4012	0	5.4012
TEG	0	0.1838	0	0.1838
HEG	0	0.0062	0	0.0062

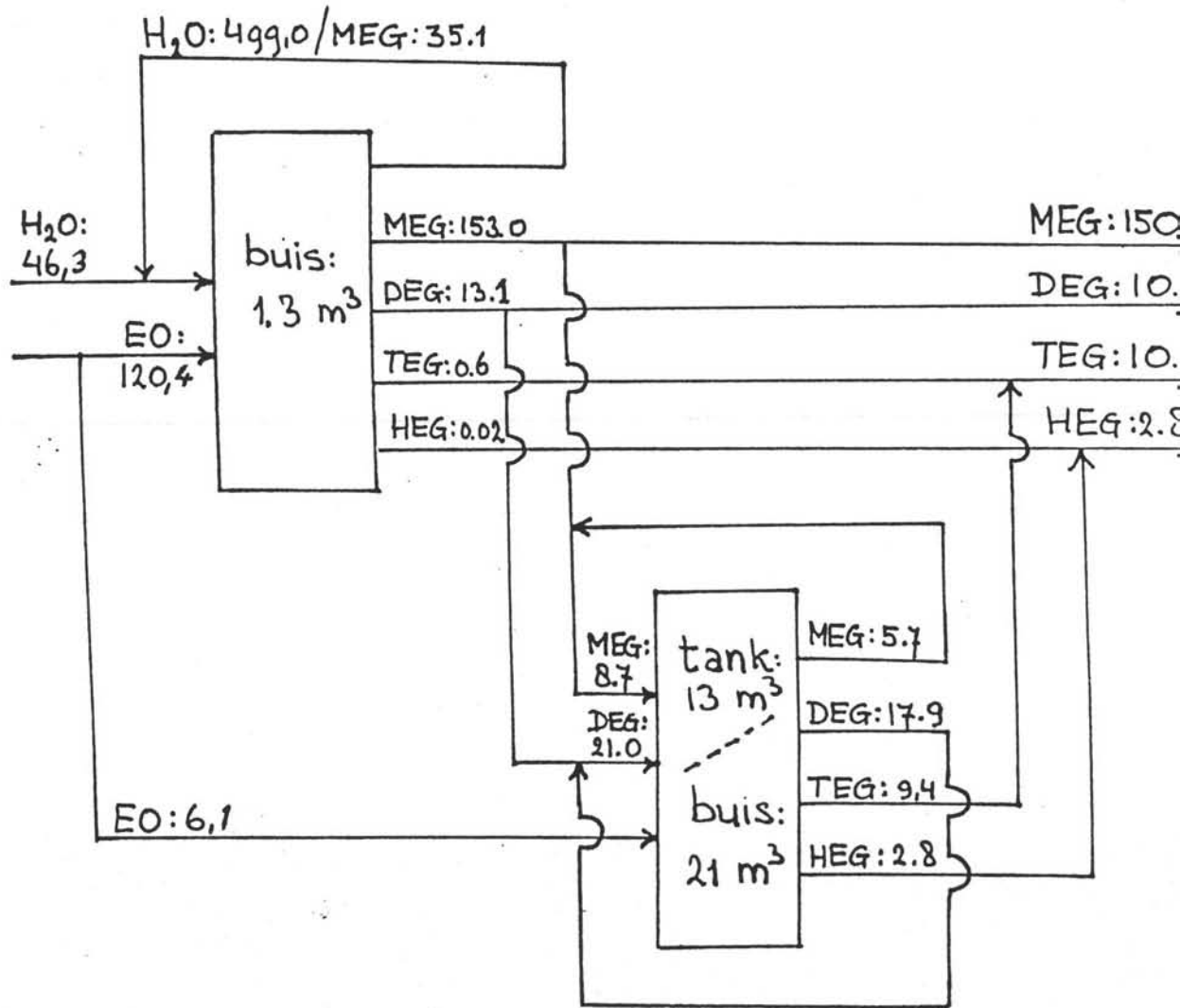
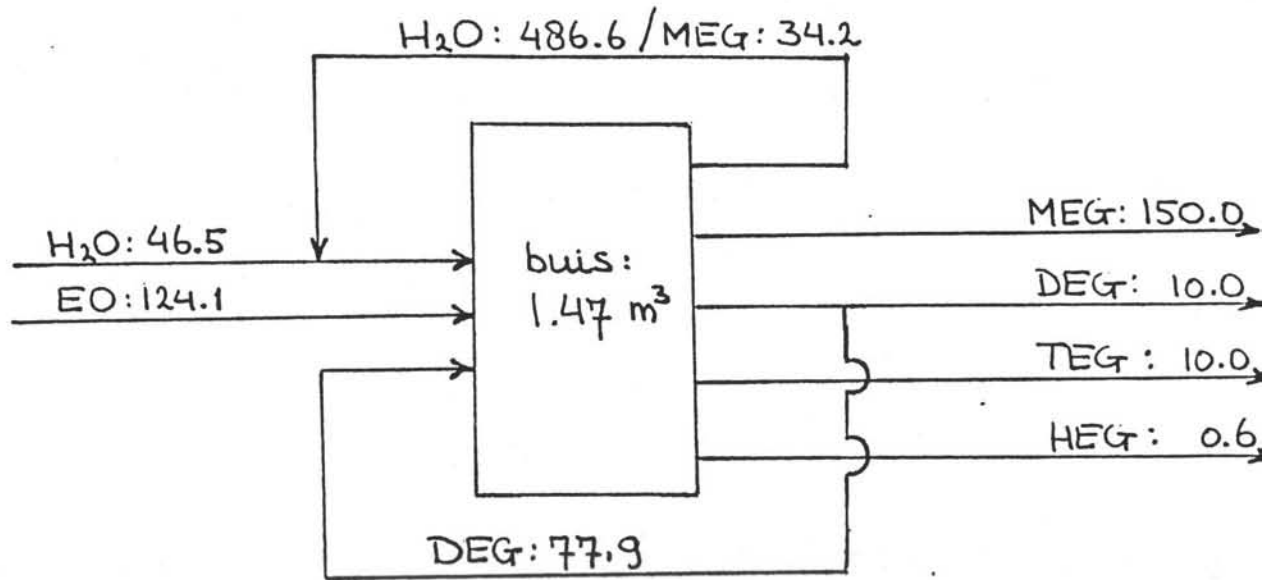
3.4 Berekening van het reaktorvolume in de twee reaktoren fabriek.

De ingangstemperatuur van het reaktiemengsel is bepalend voor het reaktorvolume (zie fig. 3.1). De adiabatische temperatuurstijging met de berekende ingangsstromen bedraagt 78°C. Hieruit volgt dat de maximale ingangstemperatuur van het ongeconverteerde reaktiemengsel niet hoger dan 147°C mag zijn, om de maximale temperatuur van 225°C niet te overschrijden.

De starttemperatuur van 92°C van het mengsel blijkt een reaktorvolume van 24 m³ op te leveren, tegen een reaktorvolume van 1.33 m³ bij 147°C. Een warmtewisselaar vooraf is dus gewenst.

In fig. 3.2 zijn de concentraties en temperatuurprofielen, die berekend zijn met het programma buisje (appendix A), door de buisreaktor heen weergegeven. Hieruit blijkt de sterke afhankelijkheid van de omzettingssnelheid van EO met de temperatuur. Om een minimaal reaktor volume te bereiken moet de temperatuur van het mengsel steeds zo hoog mogelijk zijn. Hiervoor werd een interne warmtewisselende reaktor ontwikkeld, die de geproduceerde reaktiewarmte gebruikt om de voeding op te warmen. Deze is beschreven in paragraaf 3.7.

schema 3.1: vergelijking massastromen (kton/jaar) van de een- met de tweereaktoren fabriek.



3.5 Berekening van de massastromen in de eenreaktor fabriek.

Bij het berekenen van de stromen moet nu met vier voorwaarden rekening worden gehouden.

1. Het recyclewater bevat 2% MEG.
2. Na de waterafscheiding moet 83.87 mol/s MEG overblijven.
3. " " " " 3.27 mol/s DEG "
4. : " " " 2.31 mol/s TEG "

Dit kan alleen bereikt worden door een DEG recycle te introduceren. Een MEG recycle is eveneens noodzakelijk, hieraan wordt de MEG in het recyclewater dienstbaar gemaakt. Het is nu noodzakelijk zowel de DEG- als MEG recycle te optimaliseren. Dit gebeurt met het programma enkel (appendix D), waarin een dubbele iteratie wordt uitgevoerd.

In tabel 2 zijn de berekende molenstromen weergegeven. De H₂O/E₀ verhouding is dan 10.51.

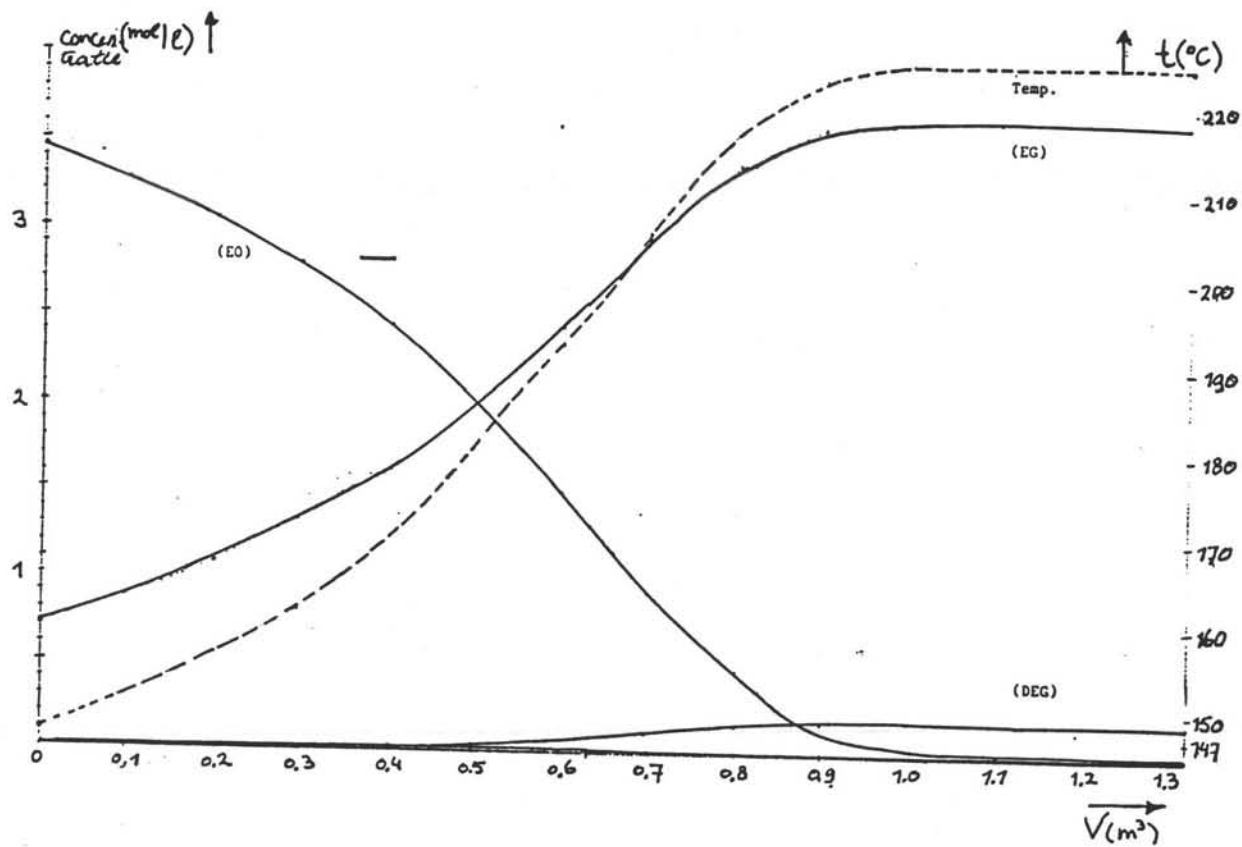
tabel 2 molenstromen in de 1-reaktor fabriek (mol/s).

	REAKTOR IN	REAKTOR UIT	RECYCLESTR. NA H ₂ O AFSCH.	DESTILL. IN	RECYCLESTR. NA DEST.
EO	97.78	0.0098	0	0	0
H ₂ O	1027.5	937.86	937.86	0	0
MEG	19.14	103.01	19.14	83.87	0
DEG	25.48	28.75	0	28.75	25.48
TEG	0	2.31	0	2.31	0
HEG	0	0.105	0	0.105	0

3.6 Berekening van het reaktorvolume in de eenreaktor fabriek.

De adiabatische temperatuurstijging bedraagt 75 °C. Dit betekent dat de ingangstemperatuur van het reaktiemengsel niet meer dan 150 °C mag zijn om de maximale temperatuur van 225 °C niet te overschrijden. Bij deze starttemperatuur is een reaktorvolume van 1.47 m³ nodig.

In fig. 3.3 zijn de concentratie- en temperatuurprofielen door de buisreaktor heen weergegeven (berekend met programma buisje).



Figuur 3.2

Concentratie- en temperatuurprofielen van de adiabatische reactor in het twee reactorenbedrijf.

$$T_{in} = 147 \text{ C}, V = 1.33 \text{ m}^3$$

3.7 Reaktor met warmteuitwisseling.

Aangezien de reaktiesnelheid behoorlijk afhangt van de temperatuur is gekeken naar een ontwerp van een reaktor, waarbij de voeding wordt opgewarmd door het produkt. De voeding komt onderin de reaktor binnen, stroomt om de buizen omhoog en door de buizen naar beneden. Hierbij wordt de stroom om de buizen door de stroom door de buizen opgewarmd. Hiermee wordt gestreefd naar een klein reaktorvolume. De maximale temperatuur (= 225 °C) zal ergens in de buizen optreedt. De temperatuur aan de uitgang is dus lager dan 225 °C. De ingangstemperatuur moet dus lager gekozen worden dan 147 °C. Hoe groter de bobbel in fig. 3.4 ($T_{max} - T_u$) des te lager moet T_i worden gekozen. Dit werkt het door ons beoogde effect weer tegen.

Deze bobbel wordt des te groter naarmate de warmteoverdrachtcoefficient groter is.

3.7.1 Resultaten van de warmtewisselende reaktor.

Het WWREAC (appendix E) programma is met een aantal verschillende UAW/L doorgerekend, waarbij $A_h = A_t = 0.5 \text{ m}^2$ aangenomen. Uit fig. 3.4 blijkt, zoals we verwachten, dat bij toenemende UAW/L T_{in} omlaag moet, om T_{max} niet boven 225 °C te laten komen. Het beoogde voordelig effect gaat hierdoor verloren. Uit fig. 3.5 blijkt dat er een klein optimum optreedt bij UAW/L van 5000, maar dat voordeel is ongeveer 0.03 m³. Hierboven neemt het benodigde volume zelfs toe. Toepassing van een warmtewisselende reaktor lijkt dus zinloos.

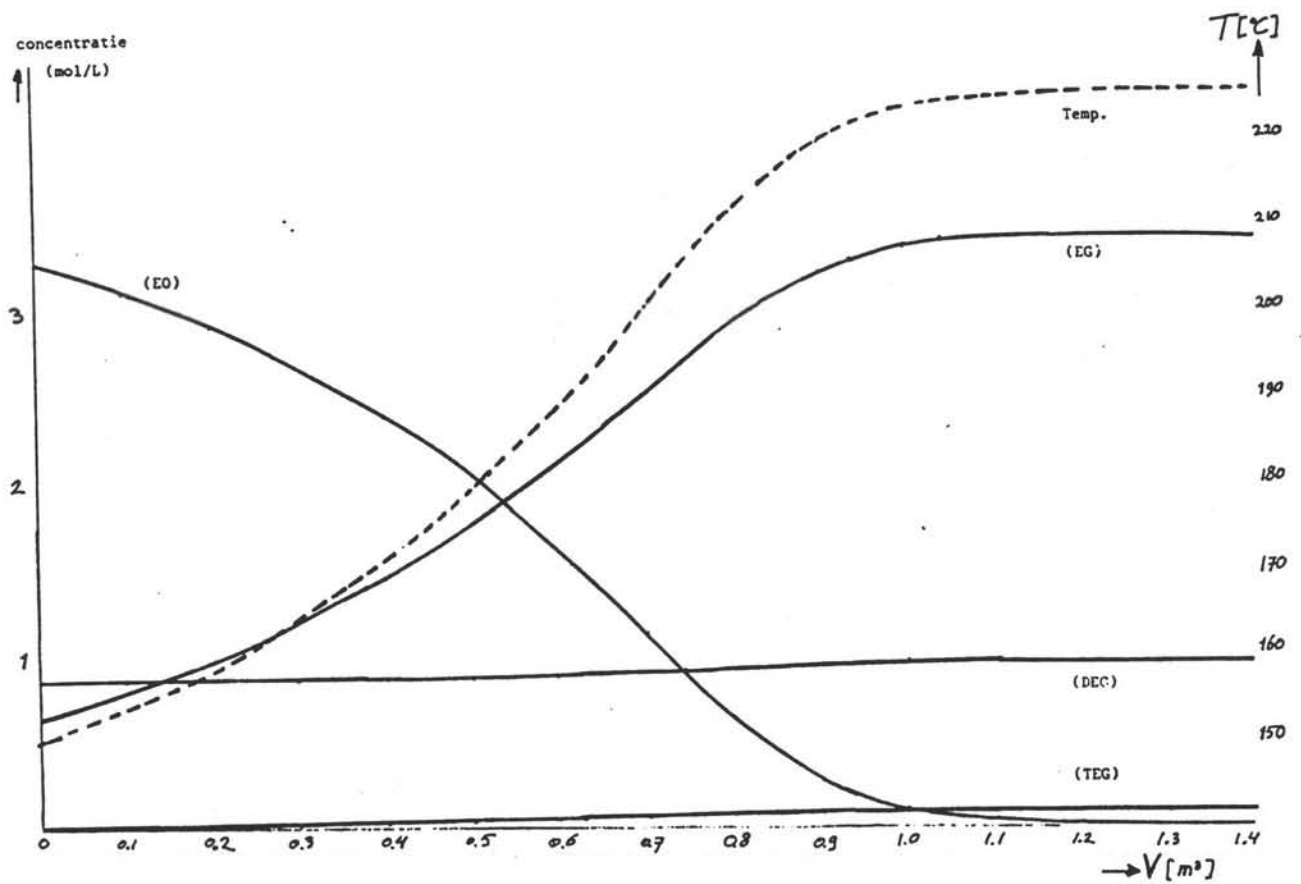
UAW/L houdt in de overall warmte overdrachts coefficient vermenigvuldigd met het warmtewisselend opp. per lengte eenheid.

3.8 De heterogeen gekatalyseerde reaktor.

De reactie van ethyleenoxide met water kan gekatalyseerd worden door waterstofionen. Een homogene katalyse met bijvoorbeeld zwavelzuur levert problemen op bij het zuiveren van de geproduceerde glycolen, daarom ligt het gebruik van een heterogene katalysator voor de hand.

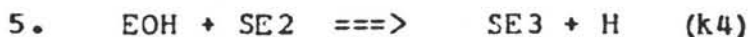
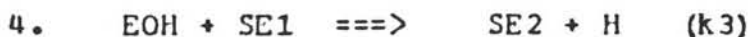
De sulfon zuurion wisselaar werd doorgerekend met het programma HETERO (appendix F). Het mechanisme, van de reacties die optreden, is: [10]

1. $EO + H \rightleftharpoons EOH$
2. $EOH + H_2O \rightleftharpoons MEG + H \quad (k_1)$
3. $EOH + RSO \rightleftharpoons SE1 \quad (k_2)$



Figuur 3.3

Concentratie- en temperatuursprofielen van de adiabatische buisreactor in het één reactor bedrijf.
 $T_{in} = 150 \text{ } ^{\circ}C$, $V = 1.47 \text{ m}^3$.



R-SO is de actieve sulfongroep in de ionenwisselaar. SE1, SE2 en SE3 zijn respectievelijk gebonden ethyleenglycol, diethyleenglycol en triethyleenglycol aan de ionzuurwisselaar. De desorptiesnelheden van deze glycolen wordt verwaarloosd. De Instelling van het evenwicht van EO met H wordt snel verondersteld. Door de gebonden glycol deactiveert de katalysator.

tabel 3. Resultaten van de heteroog gekatalyseerde reaktor.

pH	EO (mol/l)	T (K)	MEG uit (mol/l)	SE1 (mol/l)	SE2 (mol/l)	SE3 (mol/l)	t (s)
4	5	298	-	-	-	-	157
4	5	373	-	-	-	-	158
4	1	298	-	-	-	-	157
4	1	373	0.003	-	-	-	158
2	5	298	0.002	-	-	-	158
2	5	373	0.349	0.004	-	-	324
2	1	298	0.003	-	-	-	158
2	1	373	0.987	0.035	0.010	0.005	710

pH : start - pH van de reaktor

EO : concentratie ethyleenoxide in de ingaande stroom

MEGuit : concentratie ethyleenglycol in de uitgaande stroom bij doorbraak van ethyleenoxide.

SE1 : idem voor DEG

SE2 : idem voor TEG

SE3 : tijd van doorbraak, d.w.z. de uitgaande stroom bevat meer dan 1% aan ethyleenoxide van de ingaande stroom.

3.8.1 Resultaten van de heteroog gekatalyseerde reaktor.

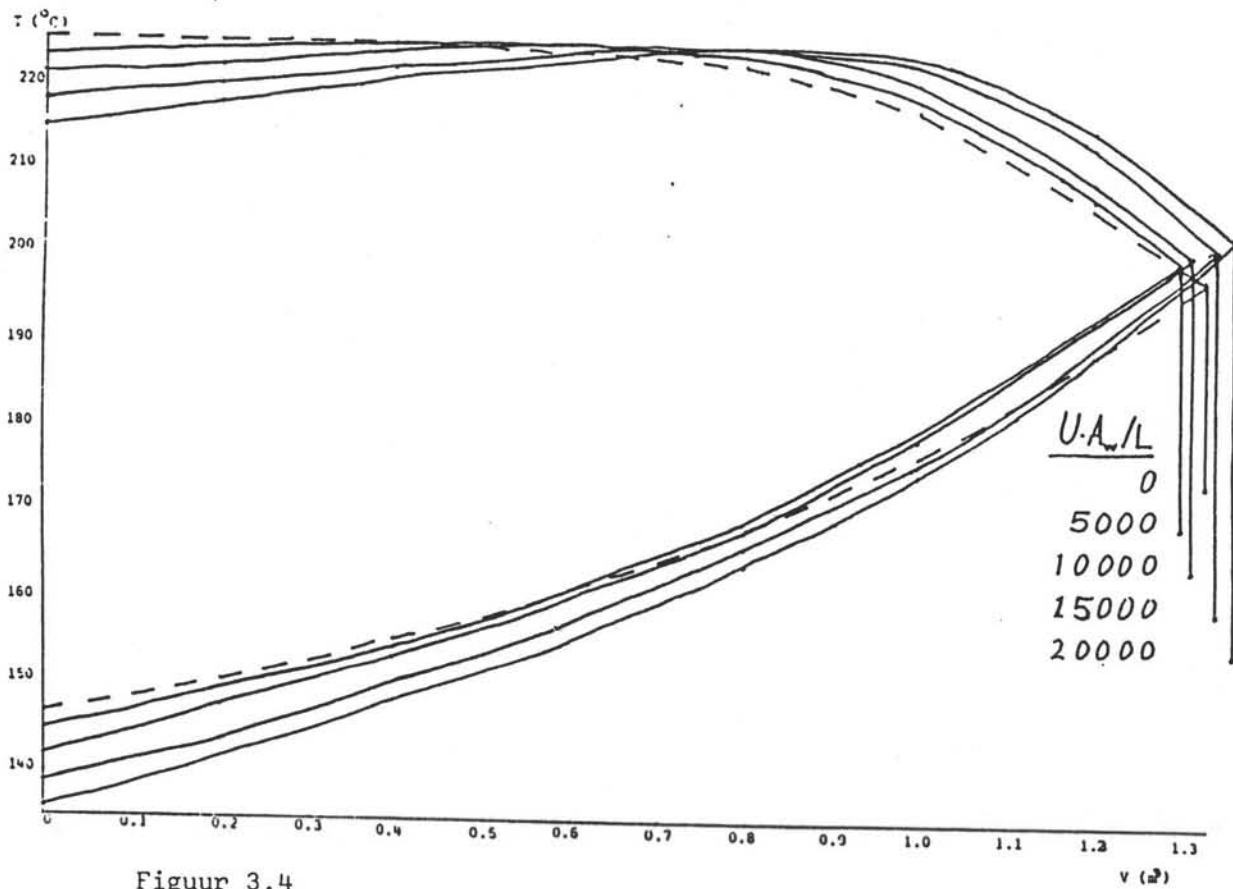
De drie belangrijkste parameters, nl. de initiele zuurconcentratie, de ingaande ethyleenoxideconcentratie en de temperatuur waarop de reaktor bedreven wordt, werden met een hoge en een lage waarde gevarieerd. Hiermee werd getracht inzicht in het systeem te verkrijgen.

Voor de verblijftijd wordt een waarde van 300 s gekozen. Bij een ingaande ethyleenoxideconcentratie van 1 mol/l levert dit waarden van $\tau = 100$ l/s en $V = 30 \text{ m}^3$ op, om de geeiste productie te halen. Resultaten staan vermeldt in tabel 3.

1. De pH-invloed.

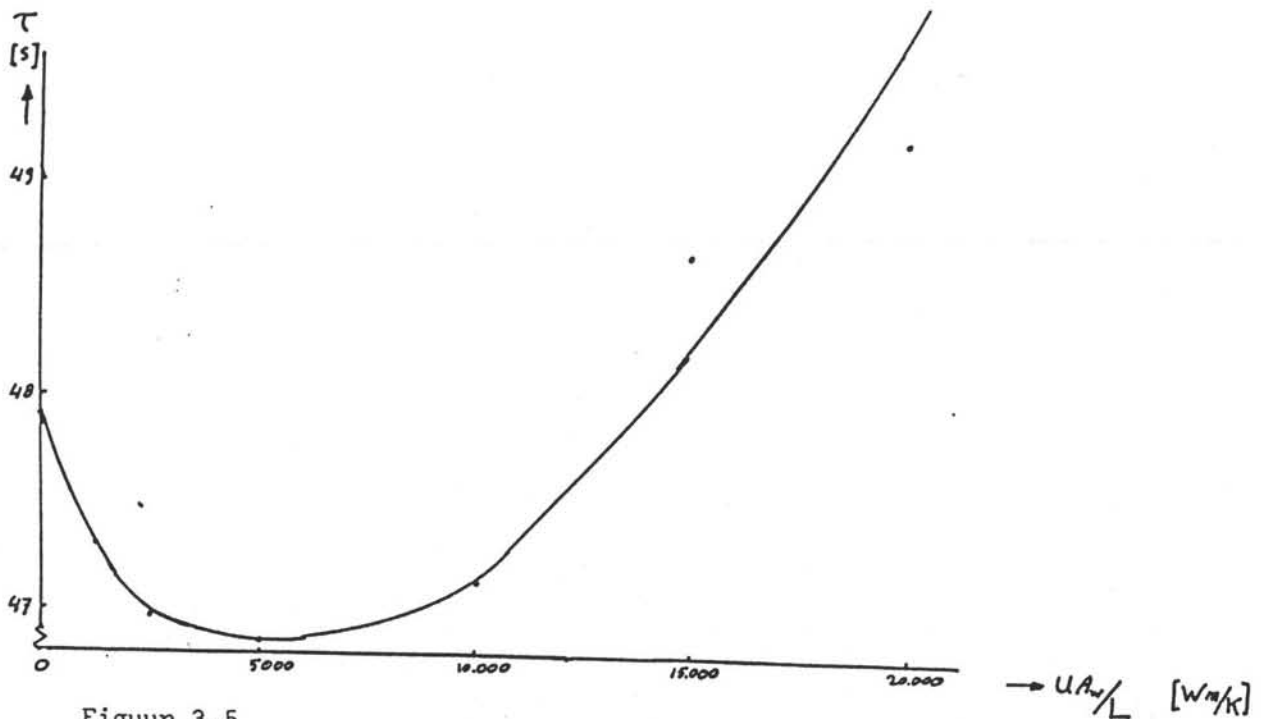
Om enig katalytisch effect te bereiken moet de pH laag genoeg zijn. Een pH=4 voldoet niet.

2. De ingaande concentratie van ethyleenoxide.



Figuur 3.4

Temperatuursprofielen door de warmtewisselende reactor heen, met $A_h = A_t = 0.5 \text{ m}^2$, en variërende UA_w/L .



Figuur 3.5

De verblijfstijd in de warmtewisselende reactor als functie van UA_w/L

De ingaande concentratie van EO moet laag genoeg zijn om een snelle doorbraak te voorkomen. Een snelle doorbraak heeft tot gevolg dat de ethyleenglycol productie nog niet goed op gang gekomen is.

3. De temperatuur moet hoog genoeg zijn, om de snelheid van de omzetting hoog genoeg te maken. De deactiveringssnelheid neemt echter snel toe bij verhoogde temperatuur.

Voor het gunstigste geval ($\text{pH}=2, \text{EO} = 1 \text{ mol/l}$ en $T=100^\circ\text{C}$) zijn de resultaten nader uitgewerkt in appendix F.

3.9 Conclusie.

Heterogene katalyse heeft twee grote voordelen:

1. Er kan gewerkt worden bij tamelijk lage temperaturen. Hierdoor hoeft de druk in de reaktor niet al te hoog te zijn, om het mengsel in de vloeistoffase te kunnen houden.
2. De selectiviteit naar ethyleenglycol is gunstig. Het is geen probleem om hiervan verhoudingsgewijs voldoende te produceren.

Echter de nadelen zijn veel belangrijker:

1. De deactivering van de katalysator is vrij snel. Om dit tegen te gaan moet er veel water worden gebruikt in de voeding. Dit betekent wel dat een groot reaktor volume nodig is en dat de scheiding van water en glycolen veel duurder wordt.
2. Bij het regenereren van de katalysator komen nog glycolen vrij die veel moeilijker te zuiveren zijn, omdat het mengsel veel loog bevat. Hierbij moet worden opgemerkt dat het voorverslag [10] melding maakt dat 70% van de productie uit de regeneratie stroom moet worden gewonnen. De berekeningen wijzen echter aan dat dit nog geen 1% is.

De heterogene katalyse valt af om genoemde redenen. Van de ongekatalyseerde reaktoren is de adiabatische buis met warmtewisselaar vooraf waarschijnlijk de beste oplossing omdat: De conversie van 99.99% op deze manier met het kleinste reaktorvolume gehaald wordt op een relatief simpele manier.

De reaktor is doorgerekend voor het 1-reaktor en het 2-reaktoren bedrijf. Het 2-reaktoren bedrijf is flexibeler dan het 1-reaktor bedrijf, maar heeft als nadeel dat een extra reaktor nodig is. Het 1-reaktor bedrijf heeft als nadeel, dat een flinke DEG-recycle stroom vereist is, die in de destillatiesectie een grote DEG kolom noodzakelijk maakt. De tweede reaktor heeft echter ook zo'n recycle nodig. In de benodigde volumina zit niet veel verschil.

Hoofdstuk 4

PROCESOMSTANDIGHEDEN.

4.1 Inleiding.

In dit hoofdstuk worden de omstandigheden beschreven die gecreeerd moeten worden voor een goed verloop van de reactie in de reaktor. De voeding moet in de juiste samenstelling en onder bepaalde druk en temperatuur in de reaktor aankomen. Tevens wordt in de reaktorberekening aangenomen dat het proces in de reaktor adiabatisch verloopt en dat de productstroom zich als propstroom gedraagt.

4.2 Voeding reaktor.

Om de juiste hoeveelheden glycolen te produceren moet de voeding bestaan uit : 1051.175 mol/s H₂O, 95.25 mol/s EO, 19.627 mol/s MEG. Hiervoor hebben we de volgende aanvoerstromen tot onze beschikking:

- EO stroom, P=3 bar, T=26.3 °C.
- Enige recyclestromen van de waterafscheidingssectie, bestaande uit 98% H₂O en 2%MEG, P=3.8 bar, T=95.5 °C, 980.96 mol/s.
- H₂O stroom, P=3.8 bar, T=142 °C, met een molstroom die dus gelijk is aan : $1051.175 - 98/100 * 980.96 = 89.84$ mol/s.

Tijdens het opstarten van het proces hebben we echter geen recyclestroom. Op dat moment moet de zuivere H₂O stroom dus zorgen voor alle water aanvoer. Deze stroom is dan ongeveer een factor 10 groter dan tijdens lopend proces. Ook de EO stroom zal gedurende het opstarten van het proces iets groter moeten zijn.

4.3 Menging.

Voor een goed verloop van de reactie moeten de verschillende aanvoerstromen goed gemengd aankomen in de reaktor. Dit om te voorkomen dat de concentraties plaatselijk te hoog zijn. Als dit nl. wel het geval is, krijgt EO een grotere kans om niet geheel op te reageren. Tevens krijgen de volgreacties een grotere kans om op te treden. Hiervoor dient dus voor de reaktor een menger geplaatst te worden.

4.4 Druk in de reaktor.

De reactie moet in de vloeistoffase verlopen. De druk in de reaktor moet dus boven de dampspanning van het mengsel blijven. Deze dampspanning is afhankelijk van de volgende factoren: de concentraties van de componenten, de temperatuur van het mengsel, de activiteitscoëfficiënten en de dampspanningen van de zuivere componenten. De dampspanning van het mengsel is dus afhankelijk van de plaats in de reaktor (zie fig). Via de, in appendix M, aangegeven berekening vinden we voor de maximaal optredende dampspanning 24 bar. De druk in de reaktor brengen we op 30 bar, zodat we een redelijke veiligheidsmarge hebben.

4.5 Propstroom.

Om de gevraagde specificaties te halen moeten we ervoor zorgen dat er niet teveel EO door reageert met MEG tot hogere glycolen. Hiertoe trachten we een propstroom te creëren in de reaktor. (Een ideale propstroom wil zeggen dat er geen snelheidsverschillen optreden tussen vloeistofelementjes die tegelijkertijd de reaktor binnenkomen.) Voor een stroming door een buis mag men van een propstroom uitgaan als geldt: $L/D > 50$, Reynolds > 10000 . [?] Deze eisen gebeuiken we als uitgangspunt voor ons reaktor ontwerp.

4.6 Temperatuur.

De temperatuur van de voeding, aan de ingang van de reaktor, is een grootheid die we vrij kunnen kiezen. Met dien verstande dat de maximale temperatuur van het mengsel onder de 225°C moet blijven. (anders ontleding van de glycolen.) Tevens verlopen de reacties sneller bij hogere temperatuur waardoor een minder grote reaktor nodig is. (zie figuur 3.1) Als we, bijvoorbeeld, de temperatuur van de verkregen voeding niet verhogen, wordt het benodigde reaktorvolume erg groot, nl. 20 m^3 . Daarom brengen we de temperatuur met behulp van een warmtewisselaar op 147°C . De uitgangstemperatuur blijft dan net onder de 225°C en het volume van de reaktor wordt minimaal.

4.7 Warmteverlies.

De reaktor is uitgerekend als een adiabatische buisreaktor. Als we de buis niet isoleren, hebben we echter te maken met een warmteverlies naar de omgeving van 1 kW per meter reaktorlengte. Hierdoor daalt de temperatuur van de productstroom die uit de reaktor komt met 0.5°C . Voor de reaktorberekening heeft dit geen effect. Om veiligheidsredenen (de temp. van de reaktor is vrij

hoog), en energie besparing wordt de reaktor geïsoleerd met glaswol. De producttemp. daalt nu met slechts 0.05°C (berekening zie appendix M).

Hoofdstuk 5

APPARATEN.

5.1 Inleiding.

In dit hoofdstuk wordt de keuze en/of het ontwerp van de verschillende apparaten, die in de reaktor sectie nodig zijn, besproken.

5.2 Menger.

Voor het mengen van de verschillende vloeistofstromen kunnen we gebruik maken van een mengvat of van een statische menger. Voordeel van een statische menger is: (zie fig.)

Het is constructief eenvoudig.

Er is geen verblijftijd.

Bij hogere druk is de afdichting van een tank iets moeilijker, hetgeen niet het geval is bij de statische menger.

We kiezen (zie appendix H) voor een Sulzer menger type SMV [34] met de afmetingen :

$L = 0.564 \text{ m.}$

$D = 0.124 \text{ m.}$

De drukval die over de pakking optreedt $P = 0.28 \text{ bar.}$

5.3 De warmtewisselaar.

Om de voeding op te warmen tot 147°C wordt gebruik gemaakt van een warmtewisselaar waar oververhitte middendruk stoom (19 bar 330°C) doorheen wordt gevoerd.

De warmtewisselaar is berekend op twee manieren :

Bij de eerste berekening zijn we er van uitgegaan dat er in de warmtewisselaar nog geen reactie optreedt. Vervolgens werd de berekening van een shell en tube condensor gevolgd, uit het dictaat "apparaten bouw voor de proces industrie" [11] (zie bijlage warmtewisselaar).

In werkelijkheid beginnen de componenten te reageren. Bij de tweede berekening is hiermee rekening gehouden. Door de reactie komt warmte vrij, waardoor de voeding zichzelf opwarmt. Hierdoor wordt het temperatuurverschil tussen de condenserende stoom en de voeding kleiner. De warmte stroom van de stoom naar de voeding wordt dan ook kleiner. We moeten de warmtewisselaar vergroten om tot voldoende warmteoverdracht te komen. De stroming van het reaktiemengsel door de buisjes van de warmtewisselaar is een propstroom. Daarom kan de warmtewisselaar ook als buisreaktor worden uitgerekend, echter rekening houdend met een extra term in de warmtebalans :

TRANSPORT DOOR DE 'BUIS' = TRANSPORT NAAR DE 'BUIS' + PRODUCTIE

$$\dot{Q}_m \cdot C_p \cdot T(x+dx) - \dot{Q}_m \cdot C_p \cdot T_x = UAW/L \cdot (T_{stoom} - T) dx + \sum_{i=1}^4 r_i \Delta H_i \cdot A \cdot dx$$

Hierin zijn:

U : totale warmteoverdrachtscoëfficiënt (W/m²K)
 AW/L: totaal verwarmend oppervlak per lengte eenheid (m²/m)
 T : temperatuur die heerst aan de buitenkant van de buisjes (condensatie temp.)

De layout en warmteoverdracht zijn gelijk genomen aan de voorgaande warmtewisselaar. UAW/L is dan 10800 W/m K. De lengte van de w.w wordt nu 5.47 m. (zie appendix J en I)

- U = 698 (W/m²K)
- UAW/L = 10800 (W/mK), berekend op d
- Ingaande stroom : T = 92.3 °C

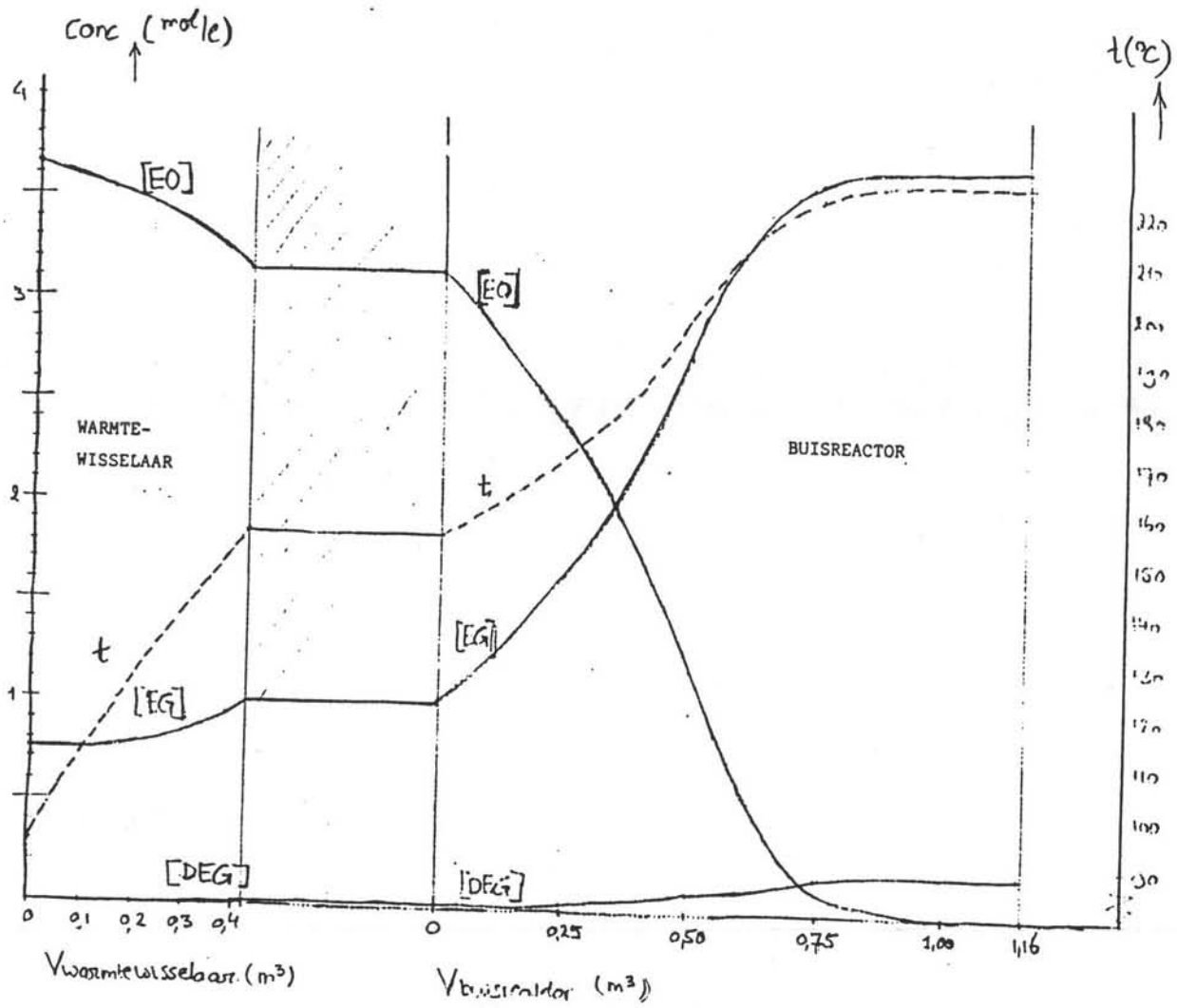
De verblijftijd in de warmtewisselaar wordt 15.8 s , waarbij de uitgaande stroom een temperatuur van 154 °C krijgt en EO voor 14% is omgezet. Er is een behoefte aan 2.28 KG stoom per s. (19 bar, 330 C)

De adiabatiese buisreaktor die de warmtewisselaar volgt heeft dan nog een verblijftijd van 41.9 s nodig (of een volume van 1.16 m³) om een totale conversie van 99.99 % te realiseren.

In figuur zijn de concentratie en temperatuurprofielen over de warmtewisselaar en de buisreaktor weergegeven.

5.4 Reaktoruitvoering.

Uit de berekening van de buisreaktor volgde dat een volume van 1.3 m³ en een verblijftijd van 48 s nodig is. Voor het ontwerp van de reaktor werd er verder voor gezorgd dat L/D > 50 en Reynolds > 10000 is. (zie paragraaf 4.5). Dit leidde tot een lengte van 18 m en een diameter van 0.3 m voor de buisreaktor.



Figuur 5.1

Concentratie- en temperatuur profielen in de warmtewisselaar en de buisreactor.

Om de reaktor compact te houden voeren we hem uit in twee rechte pijpen van 9 m lengte, verbonden door een bochtstuk.

Voor de reaktor kan ook een vat genomen worden, waarbij gezorgd wordt voor een propstroming door het aanbrengen van een pakking. Voordeel is de compacte vorm en daardoor minder warmte verlies. Bij hoge druk is de pijp qua sterkte gunstiger dan het vat. Tevens is de voor het vat benodigde pakking erg duur. We kiezen daarom voor de buis. In de appendix L is een wanddikte van 11 mm berekend.

Hoofdstuk 6

CONCLUSIE.

Het processchema van de reaktorsectie is weergegeven in figuur

De EO stroom 1 wordt met pomp 1 van 3 bar naar 30 bar gebracht. De water recyclestroom 2 wordt met pomp 2 van 5 naar 30 bar gebracht. De recyclestromen 4 t/m 7 (bestaande uit H₂O en 2% vnl.MEG) wordendoor de pompen 3 t/m 6 op 3.8 bar gebracht en samengevoegd bij de zuivere H₂O stroom 3. Deze stroom wordt door pomp 7 ook op 30 bar gebracht. De stromen 1,2 en 8 worden gemengd in de statische menger. De mengtemperatuur die ontstaat is dan $T=92^{\circ}\text{C}$. Deze temperatuur van het mengsel wordt in de warmtewisselaar verhoogd tot $T=147^{\circ}\text{C}$. De voeding is nu (in de juiste verhouding H₂O/EO/EG) op de juiste temperatuur en druk gebracht. Vervolgens vindt de reactie plaats in de buisreaktor. De uitgangstemperatuur wordt $T=225^{\circ}\text{C}$. De buisreaktor is berekend met de aanname dat er nog niets is gereageerd. In de warmtewisselaar heeft echter al een deel van de reactie plaats gevonden. Het berekende volume van de reaktor is dus iets te groot. Hiermee is dus enige veiligheid ingebouwd voor eventuele verstoringen in het systeem.

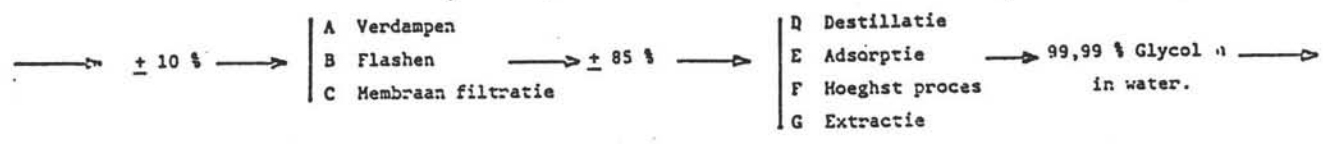
deel 2

ONTWATERING.

ONTWATERINGS SECTIE

Grove scheiding

Fijne scheiding



Hoofdstuk 7

INLEIDING.

De doelstelling van de waterscheidings sectie is om op een zo goedkoop mogelijke manier water uit het glykol mengsel te halen. De concentratie gaat van 90 mol% water naar 0,01 mol% water.

Tot onze beschikking staan de scheidingsmethoden in alfabetische volgorde:

- Adsorptie
- Destillatie
- Destillatie met sleepmiddel
- Extractie
- Flashen
- Hoeght proces
- Membraan filtratie
- Parametrisch pompen
- Verdampen

Aangezien er een zeer grote hoeveelheid water moet worden afgescheiden achten we het niet realistisch te verwachten dat het werk gedaan kan worden door een enkel apparaat. We delen het probleem in tweeën: een grove, en een fijne scheidings trap.

De invoerstroom is op kooktemperatuur en onder een druk van 30 bar. Aan het einde van de scheiding mag de druk zijn gezakt tot 0,3 bar.

Bij de keuze van het proces moet rekening worden gehouden dat de proces temperatuur onder de ontledings temperatuur van Glykol blijft. Dit omdat anders te veel product verloren zou gaan. De bovengrens wordt gesteld op 174 C. Hierin zit een zekere veiligheid. Verder stellen we dat er geen vreemde stoffen met het product in aanraking mogen komen omdat we niet weten welke uitwerking dat heeft op de productspecificaties. Het uitzoeken van deze effecten valt buiten de scope van onze opdracht.

De eigenschappen van het mengsel komen neer op het volgende:

Water is ten opzichte van Glykol zeer vluchtig, de relatieve vluchtigheid varieert tussen de 30 en de 60. Dit betekent dat bij bijvoorbeeld destillatie de scheiding met weinig schotels al scherp zal zijn.

De hoeveelheid MEG ten opzichte van DEG en TEG en HEG is zeer groot. Veelal (maar niet altijd) zal in deze sectie, als sleutelgroep alleen MEG worden beschouwd. De vluchtigheden van DEG, TEG en HEG zijn nog lager dan die van MEG, dus bij verdamping blijven deze stoffen samen met de MEG onderin.

Kijken we naar de figuur dan zien we naast de genoemde processen letters staan die refereren naar de volgende punten:

A. Een verdamerstrein van drie, vier of vijf verdampers werkt zeer goed, de damp uit de eerste is het verwarmend medium voor de tweede etc. Het is een al veel toegepast proces.

B. Een flashvat werkt goed als er een hoge druk en temperatuur voorhanden is. Flashen bewerkstelligt geen scherpe scheiding.

C. Membraanfiltratie is alleen toepasbaar bij kleinere concentratie verhogingen, vanwege de van het concentratieverschil afhankelijke osmotische druk, die overwonnen moet worden.

D. Destillatie is een zeer geschikt en reeds toegepast proces. Vanwege de grote relatieve vluchtigheid zijn weinig schotels nodig.

E. Adsorptie kan in principe een zeer scherpe scheiding bewerkstelligen, als de adsorbent geschikt is voor de oplossing. Een obstakel is de regeneratiewarmte, die niet alleen moet worden toegevoerd, maar ook, in geval van glykol adsorptie, de geadsorbeerde stof kan ontleden. Vanwege de hoge temperaturen die hiermee gemoeid zijn, is dit proces alleen geschikt voor adsorptie van water, en daarom alleen in de tweede, de fijne scheidingssectie. Een vorm van adsorberen is parametrisch pompen, een proces dat gebruik maakt van het verschil in opname capaciteit van het adsorbent bij verschillende temperaturen.

F. Hoeghst proces. Hier is van afgezien om verder aan te studeren op aanraden van onze begeleider Drs. F.A. Meijer.

G. Extractie is een zeer goede scheidings methode, echter hierboven is gesteld dat het risico van de introductie van een vreemde stof in de product stroom te groot is om een dergelijk proces toe te passen.

We houden nu om nader te bestuderen over voor de grove scheidings trap:

Verdamping
Flash of een combinatie hiervan
Membraan filtratie

En voor de fijne scheidings trap:

Destillatie
Adsorptie, waaronder valt parametrisch pompen

In de nu volgende hoofdstukken zullen de bovenstaande onderwerpen nader worden gezien.

Hoofdstuk 8

INLEIDING MEERTRAPSVERDAMPER.

Het grondidee van een meertrapsverdamer is dat de energie die nodig is, om in een verdamer een deel van het water af te dampen, wordt geleverd door de condensatiewarmte van de afgedampte stoom uit de voorgaande verdamer.

Om de condensatiewarmte van de afgedampte stoom te kunnen gebruiken, wordt de druk in de opvolgende verdampers zover verlaagd, dat haar kooktemperatuur lager is dan de condensatietemperatuur van de stoom van de ervoor staande verdamer.

Het ontwerp van de meertrapsverdamer is gemaakt op grond van een aantal criteria betreffende de samenstelling van de uitgaande stroom. Deze criteria en het feit dat de verdampers op elkaar aan moeten sluiten, leiden tot een flowsheet waarlangs meerdere ontwerpen vergeleken kunnen worden.

Het dimensioneren van de verdampers werd gedaan met de methoden volgens Billet, volgens Labuntsov en volgens Chen. Na zorgvuldige overweging werden de drie verdampers gedimensioneerd volgens de methode van Billet.

H ₂ O	961.7183 mol/s
MEG	103.4978 mol/s
DEG	5.4014 mol/s
TEG	0.1885 mol/s

Temp.	498.0	K
Druk	30.0	Bar

Tabel 9.1 : Samenstelling van de voedingsstroom
uit de ontwateringssectie met verwaarlozing
van de HEG-stroom.

Hoofdstuk 9

ONTWERPCONDITIES.

9.1 Randvoorwaarden.

Voor het ontwerp van de meertrapsverdamer, gaan we uit van een mengsel afkomstig uit de eerste reactor zoals deze in tabel 9.1 is weergegeven. Het mengsel bestaat uit water, mono-, di- en tri-ethyleenglycol. De invloed van de zeer kleine concentratie hogere glycolen, verwaarlozen we.

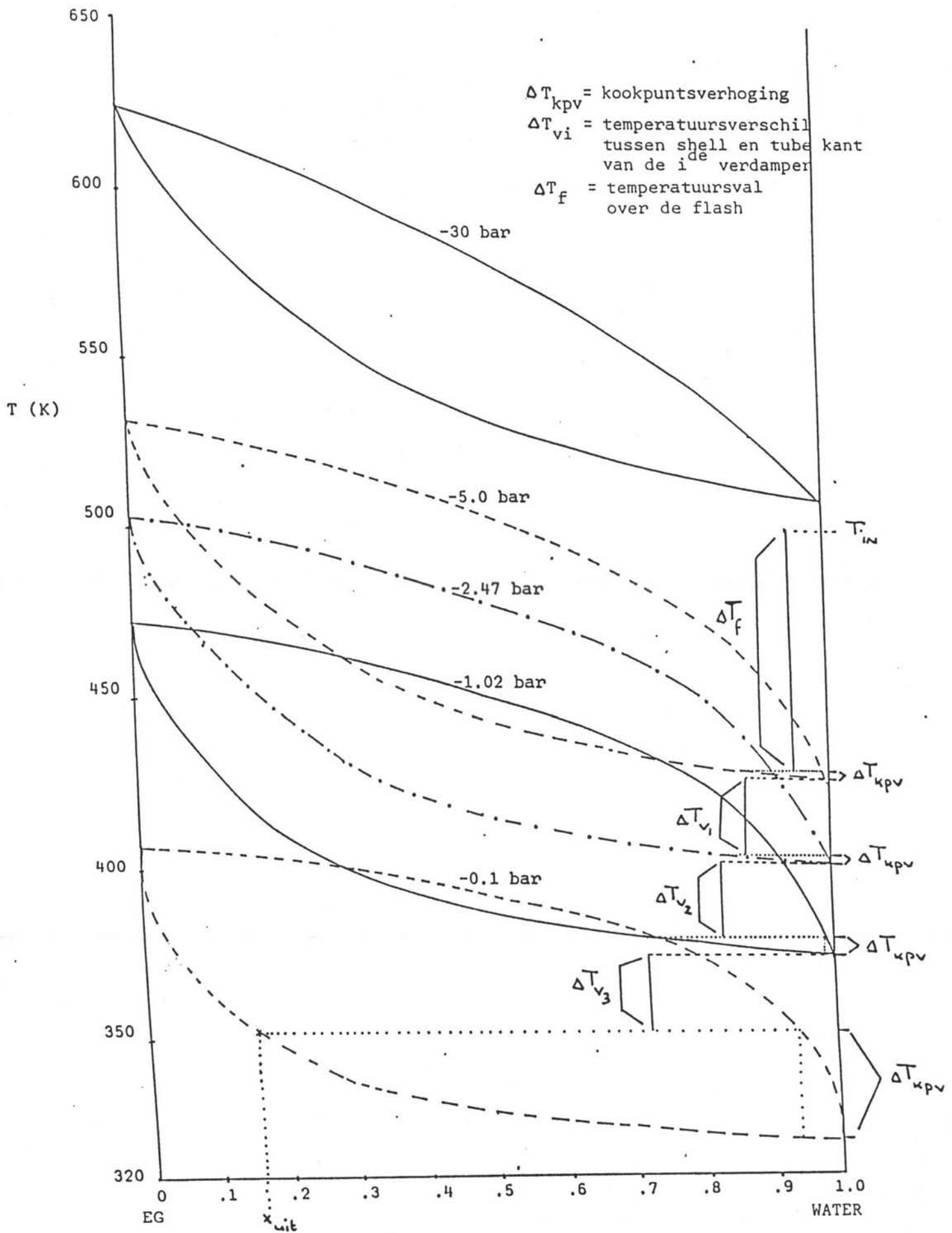
Als ontwerpcriterium voor de meertrapsverdamer is gesteld, dat deze glycol/water stroom uit de eerste verdamer geconcentreerd moet worden tot ongeveer 85 mol% glycol.

De in elke verdamer afgedampte hoeveelheid stoom, wordt in de volgende verdamer gecondenseerd, hetgeen de warmte levert voor de verdamping in die trap. De stoom uit de laatste trap wordt gecondenseerd in een condensor. Al deze gecondenseerde stromen worden teruggevoerd naar de eerste reactor.

De stoom uit de laatste verdamer wordt gecondenseerd met behulp van koelwater, dat niet warmer mag worden dan 30 graden Celcius. Indien we een ΔT (tussen koelwater en condenserende stoom) van 15 graden Celcius nemen, dan zal de condensatietemperatuur niet hoger zijn dan ongeveer 45 graden Celcius. Combineren we deze eis met de randvoorwaarde dat de vloeistofstroom uit de laatste verdamer ongeveer 15 mol% water mag bevatten, dan vinden we uit de thermodynamica (figuur 9.1) dat de minimum werkdruk (waarbij de stoom dus nog condenseert) in de laatste verdamer 0.1 Bar is.

Kijken we naar de fasenevenwichten, zoals deze voor verschillende drukken in figuur 9.1 zijn aangegeven, dan blijkt dat bij lagere druk het gebied tussen damp en vloeistoflijn breder wordt. De scheiding zal bij de laagst mogelijke druk (0.1 Bar dus) het best zijn.

Indien we de leidingweerstand tussen condensor en laatste verdamer verwaarlozen, wordt deze condensatiedruk dus gelijk aan de werkdruk van de laatste verdamer. Bij deze druk en de gestelde samenstelling van de uitgaande stroom, volgt uit dezelfde figuur 9.1 de werktemperatuur in de laatste verdamer ($T=352$ K).



Figuur 9.1 T, XY diagram voor water-EG bij de verschillende drukken in de verdampers

9.2 Berekeningswijze.

De warmte nodig om voldoende af te dampen wordt geleverd door de condenserende stoom uit de voorgaande verdamper. Om een goede warmte overdracht te hebben, nemen we in eerste instantie een temperatuurverschil ΔT tussen de condenserende stoom en het verdampende mengsel van 15 graden Celcius. Op deze manier vinden we de temperatuur van de condenserende stoom, die uit de op een na laatste verdamper afkomstig is ($352 \text{ K} + \Delta T$). Dit geeft weer de werkdruk in die verdamper. Via de kookpuntsverhoging (figuur 9.1) wordt de werkdruk verkregen, etc..

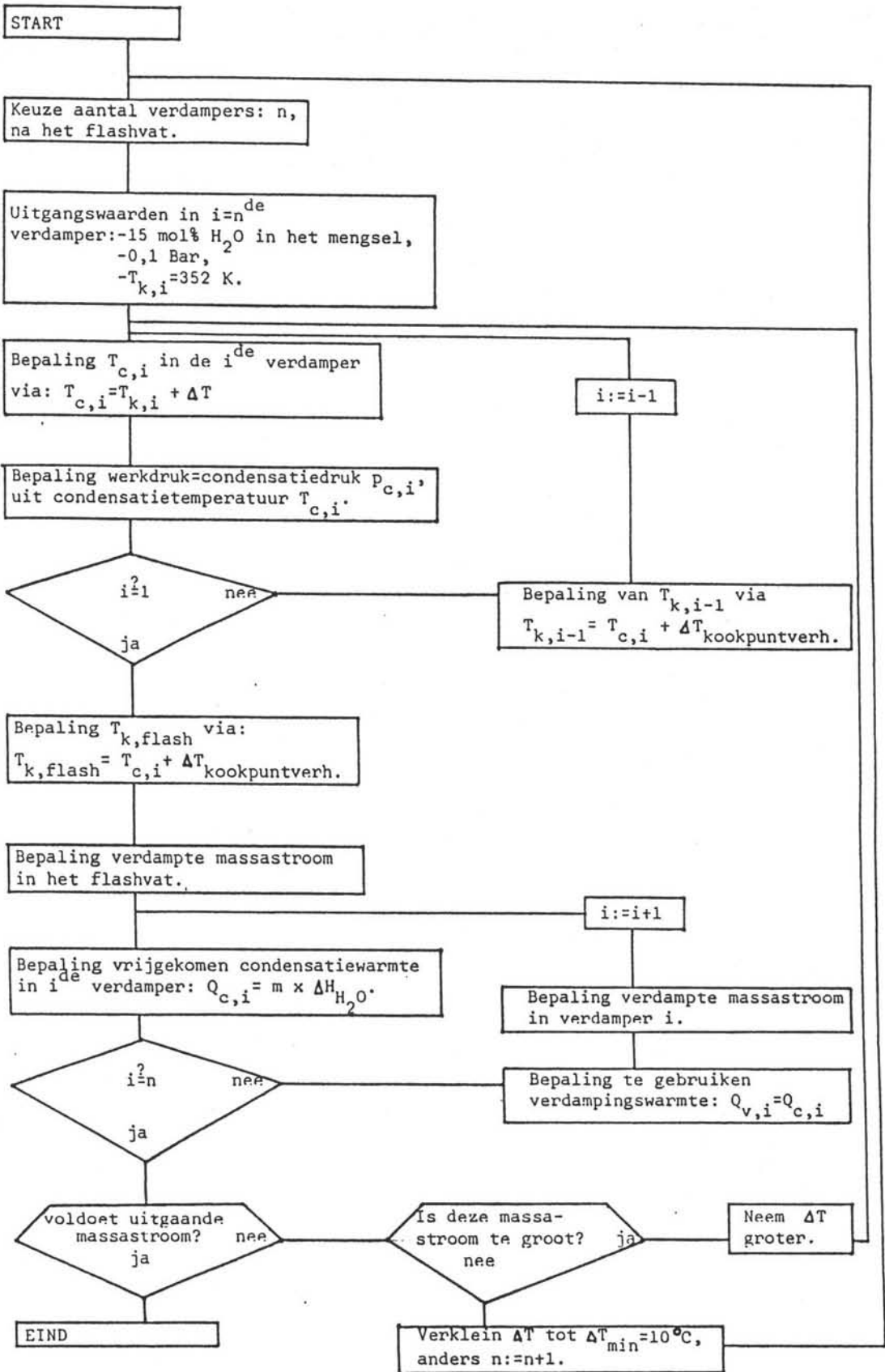
Dit schema is door te zetten tot druk en temperatuur in de eerste trap gevonden worden. Nu moet al de energie, benodigd voor de verdamping in de opvolgende verdamper, geleverd worden door de warmte, welke vrijkomt bij condensatie van de stoom uit de eerste trap. In het ideale geval zal de warmtecapaciteit van de voeding voldoende zijn. Dit wil zeggen dat door adiabatisch flashen, dus zonder toevoer van extra stoom, zoveel afgedampt wordt in het flashvat dat voldoende energie beschikbaar is voor de volgende trap. Deze vrijkomende condensatiewarmte van de afgeflasht stoom \dot{m} is: $\dot{Q} = \dot{m} \cdot \Delta H_c$.

Uitgaande van een systeem zonder warmte verlies, zal al deze warmte worden verbruikt voor de verdamping in de volgende trap. Met behulp van de aldus berekende energie, is uit te rekenen wat de totale verdampte massastroom is.

Indien deze massastroom te klein is, dus als de uiteindelijke stroom teveel water bevat, dan zal de in het totaal toegevoerde energie te klein geweest zijn. Meer energie wordt verkregen door in de eerst trap naar een lagere druk te flashen. Dit betekent ook een lagere werkdruk in de eerste verdamper. Hierdoor ontstaat een kleiner temperatuurtraject (tussen flashvat en laatste verdamper), aangezien druk en temperatuur in de laatste verdamper vast liggen door de eis dat de aldaar afgedampte stoom condenseerbaar moet zijn met behulp van koelwater. Gevolg hiervan is dat ΔT (tussen condenserende en verdampende stoom) kleiner wordt. Het warmtewisselend oppervlak, in de verdamper, moet dan groter. We hebben $\Delta T = 10$ graden Celcius als minimum aangenomen, anders worden de verdampers te groot.

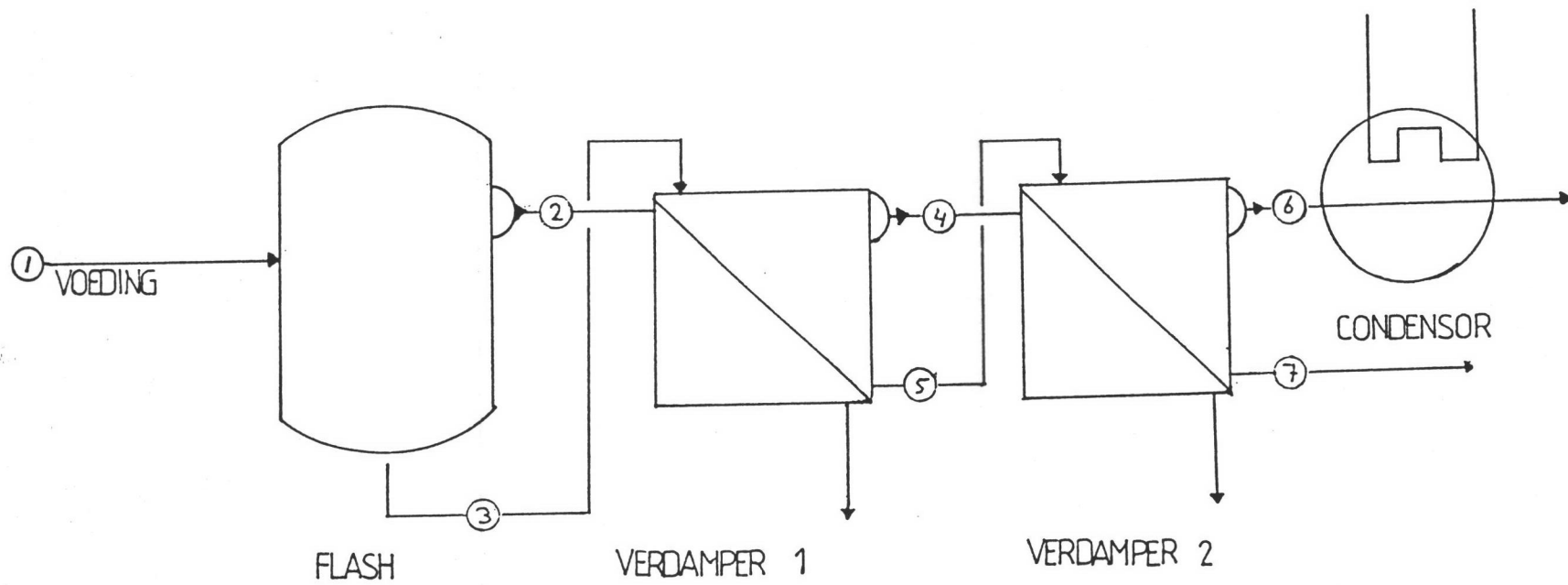
Hetzelfde verhaal geldt ook andersom. Indien er een overmaat aan energie is, dat wil zeggen dat er te veel water van het mengsel afgedampt wordt, dan wordt ΔT groter genomen.

Zo kan geïterereerd worden tot ΔT over de verdampers juist zo groot is, dat de laatste stroom aan de specificaties voldoet en de verdampers aansluitend zijn. Op de volgende pagina staat het flowsheet van dit gehele iteratie proces.



Om nu tot een nauwkeurig ontwerp te komen zijn met behulp van een computersimulatie PROCESS de parameters berekend. Hierin is met de thermodynamica zoals, die beschreven zijn in appendix R, het gas/vloeistof evenwicht te berekenen. Dit levert de vloeistof en damp samenstelling. Ook wordt de kookpuntsverhoging als het temperatuursverschil tussen vloeistoflijn en damplijn bij een bepaalde samenstelling en druk berekend.

De verdampingsenthalpieën, benodigd om de verschillende energiestromen te berekenen, worden via PROCESS bepaald, met in achtneming van druk, temperatuur en samenstelling. Bovendien wordt er in PROCESS rekening gehouden met de flash effecten die optreden in de verdamper, als gevolg van de drukverlaging. Het programma, inclusief schema, is gegeven in appendix N1.



Figuur 10.1 : Blokschema bij het ontwerp van een verdamperserie bestaande uit een flashvat en twee verdampers. De streamidentities zijn dezelfde als die in de PROCESS uitvoer van Tabel 10.1 zijn gegeven.

Hoofdstuk 10

RESULTATEN.

10.1 Flashvat en twee verdampers.

Aan de hand van het stroom schema uit de vorige paragraaf en met behulp van PROCESS is getracht een serie bestaande uit een flashvat en twee verdampers te ontwerpen.

Bij aanvankelijk temperatuurverschil, tussen de verdampende en condenserende kant in de verdampers, van 15 graden Celcius, bleek in de eindstroom nog teveel water aanwezig. De temperatuur in het flashvat is te hoog, om een voldoende grote massastroom af te dampen om de eerste verdamper te voorzien.

Rekenen we met het minimum temperatuurverschil $\Delta T=10$ graden Celcius, dan krijgen we een minimum druk en temperatuur in het flashvat. Sluiten we vervolgens alle verdampers op elkaar aan, wat betreft de energie van de condenserende stoom, dan zien we dat de uitgaande stroom nog steeds 33 mol% water bevat. Zie hiervoor figuur 10.1 en tabel 10.1. Dit is meer dan in de gestelde ontwerpcriteria is toegestaan.

Het verder verlagen van de temperatuurval over de verdamper heeft geen zin, daar dan het warmtewisselend oppervlak te groot zou worden. Op grond van deze resultaten is geconcludeerd dat een serie van een flashvat en twee verdampers niet realiseerbaar is.

SUMMARY OF FLASH DRUMS, MIXER/SPLITTERS AND VALVES

UNIT ID SEC NO NAME TYPE	FL1 1	FL2 2	FL3 3
	FLASH	FLASH	FLASH
FEEDS	1	3	5
PRODUCTS	2 (V) 3 (L)	4 (V) 5 (L)	6 (V) 7 (L)
TEMP, DEG K	383.5266	368.8843	336.8264
PRESSURE, KPA	130.0000	73.0000	10.0000
FRACTION LIQUID	0.73548	0.61178	0.30865
DUTY, MM KJ /HR	0.0	41.30100	45.59895

STREAM COMPONENT FLOW RATES - KG MOLLS/HR

STREAM ID NAME	1	2	3	4
PHASE	LIQUID	VAPOR	LIQUID	VAPOR
1 WATER	3462.1926	1014.0862	2448.1086	1093.8855
2 EG	372.5920	5.5885	367.0034	6.7727
3 DEG	19.4376	0.0426	19.3949	0.0399
4 TEG	0.6789	0.0005	0.6784	0.0004
TOTALS	3854.9009	1019.7175	2835.1851	1100.6980
TEMPERATURE, DEG K	498.0000	383.5266	383.5266	368.8843
PRESSURE, KPA	300.0000	130.0000	130.0000	73.0000
H, MM KJ /HR	75.4515	49.6559	25.7969	53.1634
MOLE FRACT LIQUID	1.0000	0.0	1.0000	0.0
MOLE FRACT WATER	0.0	0.0	0.0	0.0
RECYCLE CONVERGENCE	0.0	0.0	0.0	0.0
STREAM ID NAME	5	6	7	
PHASE	LIQUID	VAPOR	LIQUID	
1 WATER	1354.2236	1181.3958	172.8280	
2 EG	360.2305	17.6823	342.5481	
3 DEG	19.3551	0.0664	19.2887	
4 TEG	0.6779	0.0008	0.6771	
TOTALS	1734.4868	1199.1448	535.3416	
TEMPERATURE, DEG K	368.8843	336.8264	336.8264	
PRESSURE, KPA	73.0000	10.0000	10.0000	
H, MM KJ /HR	13.9346	57.0299	2.5036	
MOLE FRACT LIQUID	1.0000	0.0	1.0000	
MOLE FRACT WATER	0.0	0.0	0.0	
RECYCLE CONVERGENCE	0.0	0.0	0.0	

Tabel 10.1 : Resultaten bij een serie bestaande uit een flashvat en twee verdampers.

Achter "duty" staat de benodigde verdampingswarmte.

De, van de condenserende stoom, vrijkomende warmte

is : stroom 2 41.5×10^6 kJ/hr.

stroom 4 45.6×10^6 kJ/hr.

10.2 Flashvat en drie verdampers.

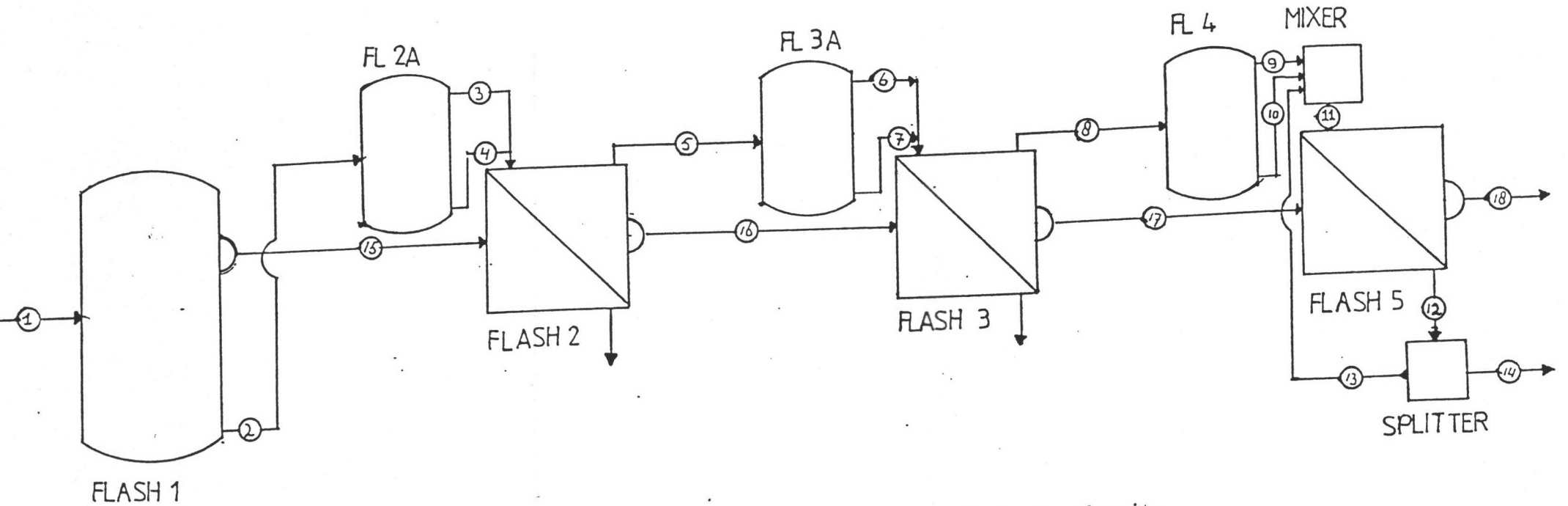
Bij het ontwerpen van een serie verdampers gevormd door een flashvat en drie verdampers beginnen we weer met een temperatuurverschil, over het verwarmend oppervlak van de verdamper, van 15 graden Celcius nemen. Bij volledig kortsluiten van de te condenserende stoom naar de volgende verdamper, blijkt dat een te grote massastroom uit het mengsel verdampt is. Behalve water is er nu teveel ethyleenglycol uit het mengsel ontsnapt.

Door het temperatuurverschil groter te maken kunnen we nu ten eerste de verdampers aansluitend maken en tevens aan de ontwerpcriteria voldoen. Zie voor de, via PROCESS verkregen resultaten, figuur 10.2 en tabel 10.2. De in de figuur aangegeven stroomnummers corresponderen met de stream identities uit de PROCESS uitvoer, tabel 10.2. Een schema van de uiteindelijke flash/verdampersserie, inclusief de parameters van de verschillende stromen, staat in figuur 10.3 weergegeven.

De laatste verdamper werkt onder 0,1 bar. Deze druk wordt bepaald door de temperatuur in de eindcondensor. Voor de berekening van deze condensor zie hoofdstuk 17. Voor het opgang brengen van de verdampertrein, wordt deze vacuum gezogen met behulp van een pomp. De condensor neemt het vervolgens over.

De drukverschillen, tussen de opeenvolgende verdampers, zullen onvoldoende zijn om het mengsel te doen stromen van onderuit de ene verdamper tot bovenin de volgende verdamper. Pompen zullen nodig zijn om deze hydrostatische drukval te overwinnen.

Om fluctuaties in de toegevoerde stroom, uit de eerste reactor, op te kunnen vangen krijgt het flashvat een aansluiting voor verse stoom toevoer. Hiermee zijn we dus beter in staat om het gehele proces te kunnen regelen. Deze aansluiting staat ook in figuur 10.3 getekend.



Figuur 10.2 : Blokschema bij het ontwerp van een verdamperserie bestaande uit: een flashvat en drie verdampers. De streamidentities komen overeen met die in de PROCESS uitvoer van tabel 10.2.

UNIT ID SEC NO NAME TYPE	FL1 1 FLASH	FL2A 2 FLASH	FL2 3 FLASH	FL3A 4 FLASH
FEEDS	1	2	3 4	5
PRODUCTS	15 2 (V) (L)	3 4 (V) (L)	16 5 (V) (L)	6 7 (V) (L)
TEMP, DEG K	428.6377	403.5901	404.3962	377.2009
PRESSURE, KPA	500.0000	247.0000	247.0000	102.0000
FRACTION LIQUID	0.82722	0.94041	0.73844	0.93479
DUTY, MM KJ /HR	0.0	0.0	25.59760	0.0

UNIT ID SEC NO NAME TYPE	FL3 5 FLASH	FL4 6 FLASH	M1 7 MIXER	FL5 8 FLASH
FEEDS	6 7	8	9 10 13	11
PRODUCTS	17 8 (V) (L)	9 10 (V) (L)	11 (M)	18 12 (V) (L)
TEMP, DEG K	379.3652	323.9846	327.1282	351.6475
PRESSURE, KPA	102.0000	10.0000	10.0000	10.0000
FRACTION LIQUID	0.59290	0.86127	0.87550	0.43053
DUTY, MM KJ /HR	33.20234	0.0	0.0	39.20039

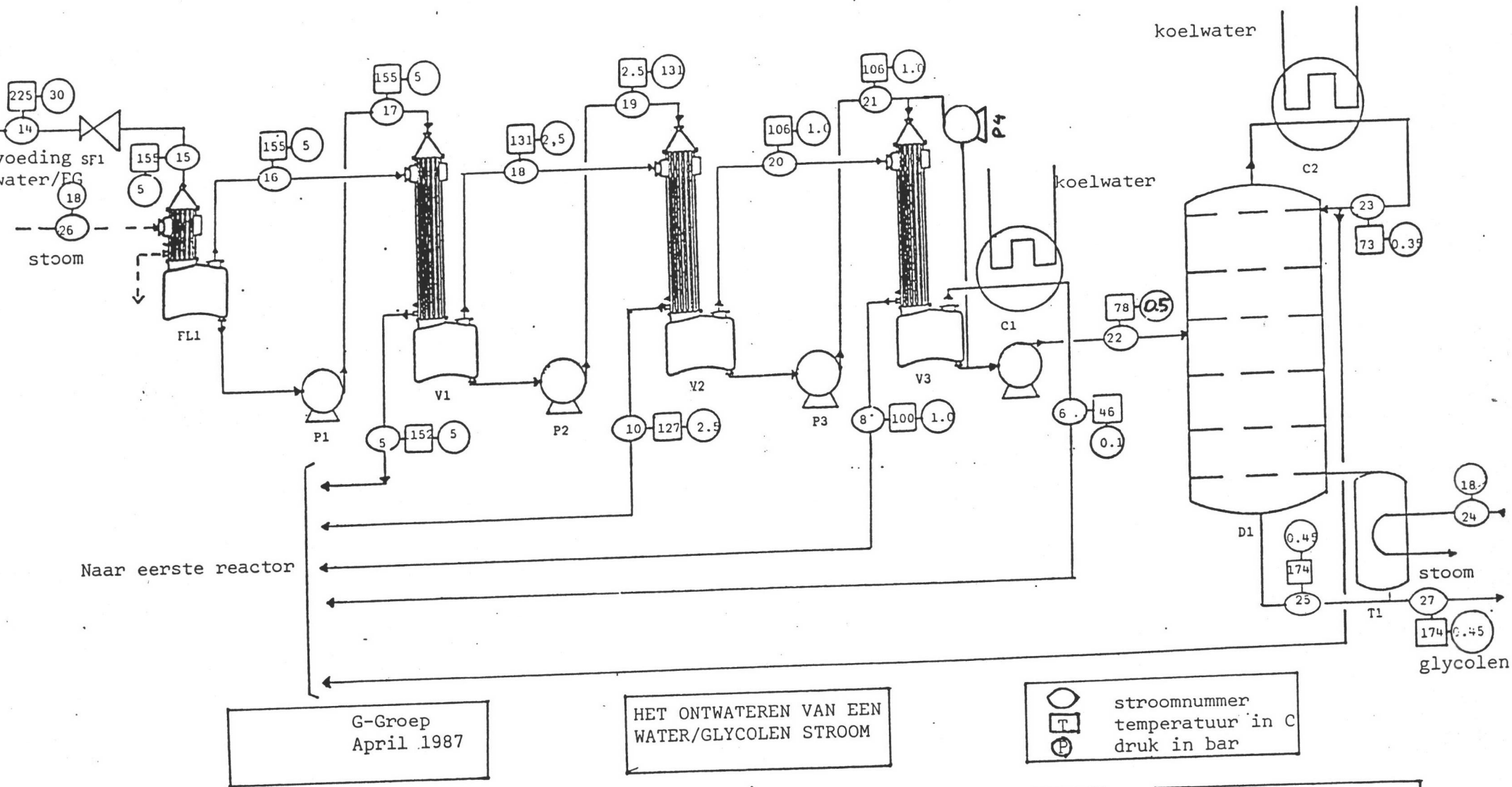
UNIT ID SEC NO NAME TYPE	S1 9 SPLITTER
FEEDS	12
PRODUCTS	13 (L) 14 (L)
TEMP, DEG K	351.6472
PRESSURE, KPA	10.0000
FRACTION LIQUID	0.0

STREAM COMPONENT FLOW RATES - KG MOL/HR

STREAM ID NAME PHASE	1 LIQUID	2 LIQUID	3 VAPOR	4 LIQUID
1 WATER	3462.1926	2802.8831	188.6399	2614.2446
2 EG	372.5920	365.8855	1.3763	364.5090
3 DEG	19.4376	19.3667	0.0122	19.3544
4 TEG	0.6789	0.6779	0.0002	0.6778
TOTALS	3854.9009	3188.8127	190.0285	2998.7856
TEMPERATURE, DEG K	498.0000	428.6377	403.5901	403.5901
PRESSURE, KPA	3000.0000	500.0000	247.0000	247.0000
H, MM KJ /HR	75.4515	42.1290	9.3685	32.7639
MOLF FRACT LIQUID	1.0000	1.0000	0.0	1.0000
MOLF FRACT VAPOR	0.0	0.0	0.0	0.0
RECYCLE CONVERGENCE	0.0	0.0	0.0	0.0

STREAM ID	5	6	7	8
NAME				
PHASE	LIQUID	VAPOR	LIQUID	LIQUID
1 WATER	1976.1404	152.6345	1823.5059	1025.9268
2 EG	358.6003	0.9001	357.7000	350.2380
3 DEG	19.3058	0.0062	19.2997	19.2557
4 TEG	0.6772	0.0001	0.6771	0.6766
TOTALS	2354.7234	153.5408	2201.1824	1396.0969
TEMPERATURE, DEG K	404.3962	377.2009	377.2009	379.3652
PRESSURE, KPA	247.0000	102.0000	102.0000	102.0000
H, MM KJ /HR	26.5433	7.4515	19.0911	13.0650
MOLE FRACT LIQUID	1.0000	0.0	1.0000	1.0000
MOLE FRACT WATER	0.0	0.0	0.0	0.0
RECYCLE CONVERGENCE	0.0	0.0	0.0	0.0
STREAM ID	9	10	11	12
NAME				
PHASE	VAPOR	LIQUID	MIXED	LIQUID
1 WATER	193.0576	832.8694	1086.6941	122.4997
2 EG	0.6243	349.6135	649.2102	502.6909
3 DEG	0.0025	19.2532	37.9774	37.7406
4 TEG	0.0000	0.6765	1.3394	1.3361
TOTALS	193.6843	1202.4126	1775.2209	764.2668
TEMPERATURE, DEG K	323.9846	323.9846	327.1282	351.6475
PRESSURE, KPA	10.0000	10.0000	10.0000	10.0000
H, MM KJ /HR	9.0679	3.9892	15.8071	5.5438
MOLE FRACT LIQUID	0.0	1.0000	0.8755	1.0000
MOLE FRACT WATER	0.0	0.0	0.0	0.0
RECYCLE CONVERGENCE	0.0	0.0	0.0	0.0
STREAM ID	13	14	15	16
NAME				
PHASE	LIQUID	LIQUID	VAPOR	VAPOR
1 WATER	61.2498	61.2499	659.3098	826.7441
2 EG	301.3455	301.3455	6.7061	7.2846
3 DEG	18.8703	18.8703	0.0709	0.0608
4 TEG	0.6681	0.6681	0.0009	0.0008
TOTALS	382.1333	382.1333	666.0874	834.0898
TEMPERATURE, DEG K	351.6472	351.6472	428.6377	404.3962
PRESSURE, KPA	10.0000	10.0000	500.0000	247.0000
H, MM KJ /HR	2.7719	2.7719	33.3166	41.1867
MOLE FRACT LIQUID	1.0000	1.0000	0.0	0.0
MOLE FRACT WATER	0.0	0.0	0.0	0.0
RECYCLE CONVERGENCE	0.0079	0.0	0.0	0.0
STREAM ID	17	18		
NAME				
PHASE	VAPOR	VAPOR		
1 WATER	950.2131	964.1943		
2 EG	8.3616	46.5191		
3 DEG	0.0502	0.2367		
4 TEG	0.0006	0.0033		
TOTALS	958.6252	1010.9531		
TEMPERATURE, DEG K	379.3652	351.6475		
PRESSURE, KPA	102.0000	10.0000		
H, MM KJ /HR	46.6799	49.4637		
MOLE FRACT LIQUID	0.0	0.0		
MOLE FRACT WATER	0.0	0.0		
RECYCLE CONVERGENCE	0.0	0.0		

Tabel 10.2 : PROCESS resultaten bij een serie bestaande uit een flashvat en drie verdamperen. De, van de condenserende stoom, vrijkomende warmte is : stroom 15 25.8×10^6 kJ/hr.
stroom 16 33.3×10^6 kJ/hr.
stroom 17 39.5×10^6 kJ/hr.



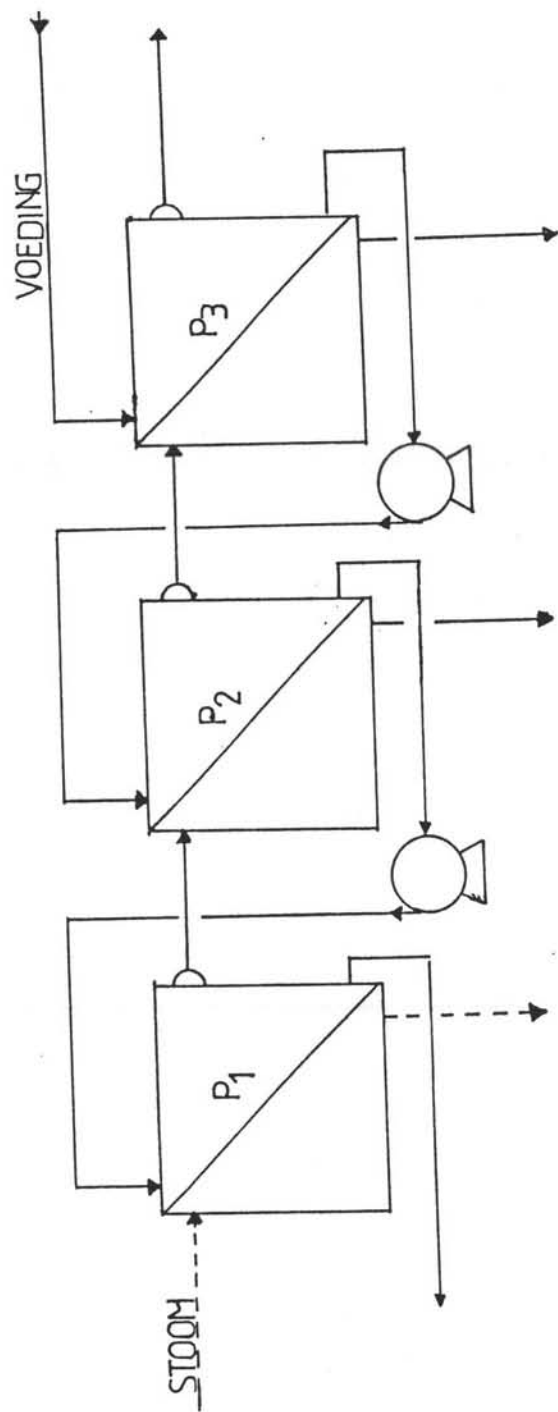
SF1	Smoorfentiel
FL1	Flashvat
V1	Verdamper

P1	Pomp
P2	Pomp
P3	Pomp
P4	Pomp

V2	Verdamper
V3	Verdamper
C1	Condensator

C2	Condensator
D1	Destillatie
T1	Thermosyphon-reboiler

Figuur 10.3 : Uiteindelijk schema van het flashvat en de drie verdampers. De destillatiekolom om het laatste beetje water van het mengsel te scheiden is ook al in de tekening opgenomen. De stroomnummers zijn niet dezelfde zoals deze in het PROCESS programma gebruikt zijn, maar zijn aansluitend op de nummers gebruikt in de reactor en destillatiesectie



$$P_1 > P_2 > P_3$$

Figuur 11.1 : Stroomschema van drie verdampers in tegenstroom.

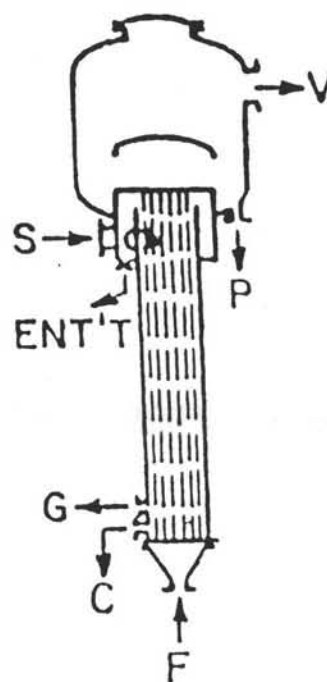
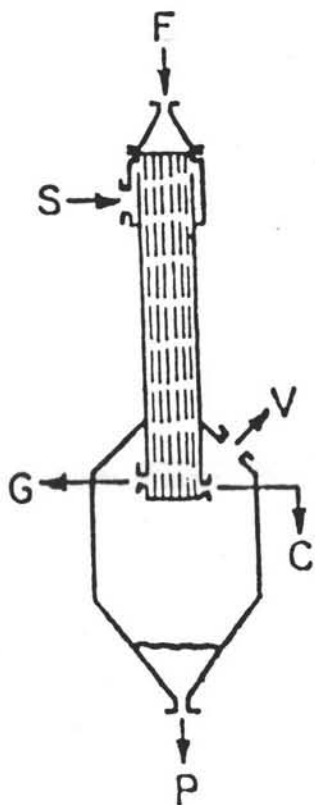
Hoofdstuk 11

TEGENSTROOMVERDAMPERS.

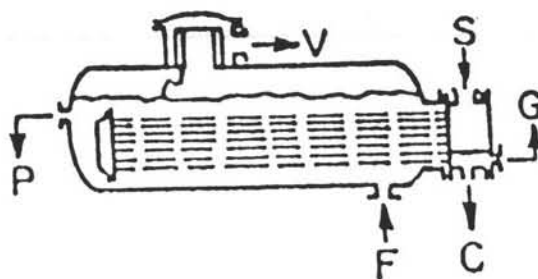
Bij deze verdampers zijn voeding en damp in tegenstroom. Dit kan door de voedingstroom van een vat met een lage druk naar een verdamper met hogere druk te pompen (zie figuur 11.1). Dit betekent dat in de laatste trap (wat betreft de voeding) de druk het hoogst is. In deze trap is tevens de concentratie glycol het grootst.

Bekend was dat het damp/vloeistof evenwicht bij lage drukken het meest gunstigst was. Het gebied tussen vloeistoflijn en damplijn is daar breed (zie figuur 9.1). Bij hogere drukken zal dus, om een uiteindelijke stroom van 85 mol% glycol te krijgen, te veel EG met de stoom ontwijken (vgl. bij meestroom ontwijkt al 65% van de totaal verdampte EG, in de laatste verdamper, bij 0,1 bar).

Minder water (en dus ook minder EG) afdampen in de laatste stap, bij de hoogste druk, kan ook niet. De bij het flash effect verkregen massastroom zal te klein zijn om voldoende energie te leveren voor de volgende trappen. Welke meer energie vereisen omdat er hier meer vanaf gedampt moet worden. Dus zal er verse stoom moeten worden toegevoerd. Dit is energetisch ongunstiger dan de meestroomverdampers, waar we geen verse stoom aan hoefden toe te voeren. Verder onderzoek naar een configuratie met tegenstroom verdampers is dus niet zinvol.



Figuur 12.1.1 : Vallende-filmverdamer. Figuur 12.1.2: Long-Tube Vertical Verdamer.



Figuur 12.1.3.: Horizontal-tube verdamer.

Hoofdstuk 12

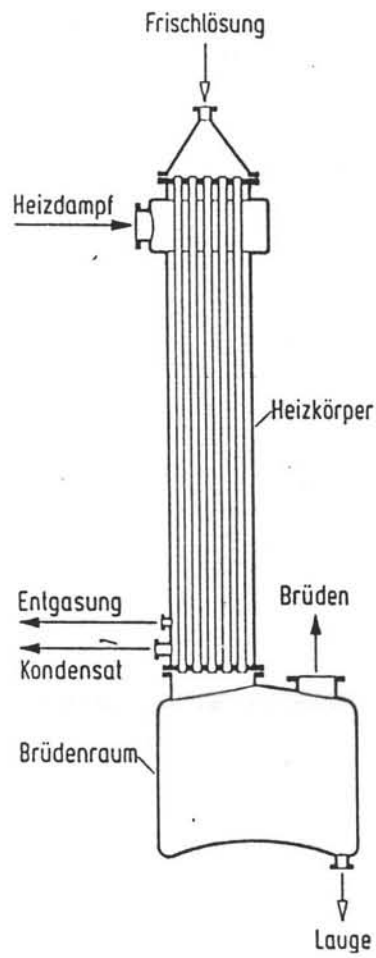
VERDAMPERS.

Als we de verschillende verdampers in ogenschouw nemen, zijn er drie verdampers die in aanmerking komen om het water uit de productstroom te verdampen[23]. Zoals in figuur 12.1 staat aangegeven zijn dat de vallende-filmverdampers, de long-tube vertical verdampers en de horizontal tube verdampers.

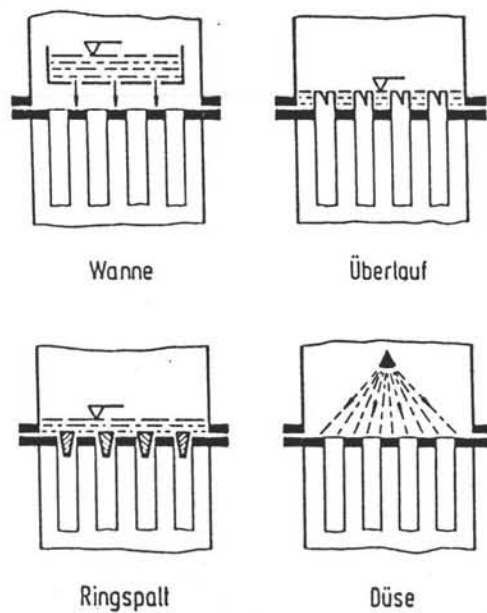
Ondanks dat de long-tube vertical verdampers (LTV) (fig 12.1.2) goedkoop is per eenheid van capaciteit, is deze soort van verdampers niet geschikt voor onze droogsectie. De vloeistoftemperatuur in de buizen is moeilijk te voorspellen en is zeker niet uniform. De temperatuur is van groot belang aangezien een te hoge temperatuur degradatie van het product betekent. De gevoeligheid van de LTV verdampers voor procesvariatiës is onbekend.

Het voordeel van de vallende-filmverdampers (fig 12.1.1) is dat de vloeistof vanaf boven in de verdampers wordt geleid en dat de eigenlijke vloeistof/damp-scheiding onderaan in het scheidingsvat teweeg wordt gebracht. De verblijftijd in een vallende-filmverdampers is korter dan in de overige typen verdampers zodat degradatie van de glycolen verminderd wordt. De drukval door de pijpen heen is klein. Een ander voordeel van de vallende-filmverdampers is de hoge warmteoverdrachtscoëfficiënt, zelfs bij lage kooktemperaturen. Een probleem echter is dat de pijpen niet droog mogen vallen als gevolg van een te lage hoeveelheid voeding. Recirculatie in dat geval kan dan nodig zijn.

De horizontal-tube verdampers (fig. 12.1.3) komen niet in aanmerking, ondanks hun hoge warmteoverdrachtscoëfficiënten, door hun lage capaciteit.



Figuur 13.1: Vallende-filmverdamer.



Figuur 13.2: Verschillende manieren van vloeistofverdeling.

Hoofdstuk 13

VALLENDE-FILMVERDAMPERS

Men spreekt van een vallende-filmverdamer (fig 13.1) [1] als de vloeistof van boven naar beneden stroomt aan de binnenkant van een pijp in de vorm van een filmlaag. De vloeistof wordt bovenaan verdeeld over de buizen, zodanig dat er een filmlaag wordt gevormd, waaruit vloeistof kan verdampen. De verdeling over de pijpen kan op verschillende manieren gebeuren zoals in figuur 13.2 [1] is geïllustreerd.

Men kan een onderscheid maken tussen verdampen in een laminaire- of turbulente filmlaag met hiertussen een overgangsgebied. Het verband tussen de warmteoverdrachtcoëfficiënt en de bevoeling is weergegeven in figuur 13.1[1]

Er zijn drie verschillende methoden waarmee we de verdamping in een filmlaag kunnen beschrijven, nl:

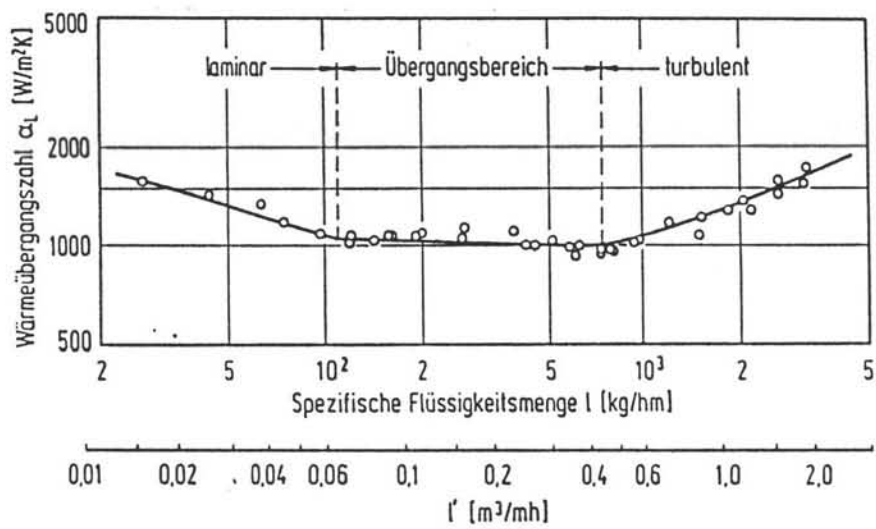
1. Methode volgens Billet [1]
2. Methode volgens Labuntsov [6]
3. Methode volgens Chen [6]

Deze drie methoden zullen in de volgende paragrafen behandeld worden. Bij vallende-filmverdampers wordt de vloeistof bij intrede aan de bovenkant van de pijpen aangebracht. Om het droogvallen te voorkomen, kan het nodig zijn om de productstroom te recirculeren. Ook moet er voor gezorgd worden dat de gasstroom binnen de perken blijft om mistflow te voorkomen.

13.1 Verdamping volgens de methode van Billet

De methode van Billet voorziet in twee mogelijkheden, nl.:

- verdamping vanuit een laminaire filmlaag en
- verdamping vanuit een turbulente filmlaag.



Figuur 13.3 : Warmteoverdrachtscoefficient als functie van de bevoeiing.

Het onderzoek of een filmlaag laminair- of turbulent stroomt doen we aan de hand van het Reynoldsgetal, wat wordt gegeven door de volgende vergelijking :

$$Re = \frac{\rho_L \cdot l'}{3600 \cdot \eta_L} \quad (13.1)$$

waarin:

- ρ_L de dichtheid van de vloeistof kg/m³
 l' de vloeistofbelasting m³/h/m
 η_L de viscositeit van de vloeistof kg/m/s

Volgens figuur 13.2 [1] neemt de warmteoverdrachtscoëfficiënt af bij toenemende vloeistofbelasting l' totdat de turbulentie deze afname compenseert in het overgangsgebied, om daarna de warmteoverdrachtscoëfficiënt toe te laten nemen. De overgang van laminair naar turbulent op het einde van het overgangsgebied wordt gegeven bij $l' = 0,3$ m³/hm ofwel bij een Reynoldsgetal van 400.

In het laminaire gebied geldt de volgende warmteoverdrachtscoëfficiënt :

$$\alpha_L = \frac{\gamma \cdot \Delta h \cdot \rho_L^2 \cdot (s_i^3 - s_u^3)}{\delta \cdot \eta_L \cdot v_L \cdot H} \quad (13.2)$$

waarin :

$$s_i = \sqrt[3]{\frac{3 \eta_L \cdot L_0}{\rho_L^2 \cdot \pi \cdot d_i \cdot \gamma \cdot 3600}} - \sqrt[3]{\frac{3 \cdot \eta_L \cdot l_0}{\rho \cdot \gamma \cdot 3600}} \quad (13.3)$$

en

$$s_u = \sqrt[4]{s_i^4 - \frac{4 \cdot \Delta L \cdot \eta_L \cdot v_L \cdot H}{\gamma \cdot \Delta h \cdot \rho_L^2}} \quad (13.4)$$

waarin :

s_i de filmdikte aan de bovenkant van de buis m

S_u	de filmdikte aan de onderkant van de buis	m
Δh	verdampingsenthalpie	J/kg
v_L	temperatuursverschil tussen wand en vloeistof	K
ρ_L	dichtheid van de vloeistof	kg/m ³
H	lengte van de buis	m
λ_L	de warmtegeleidingscoëfficiënt van de vloeistof	W/mK

Bij hogere Reynoldsgetalen speelt het Prandtlgetal ook een rol. Volgens de Nusselt-filmtheorie wordt de gemiddelde filmdikte gegeven door :

$$S_m = \left(3 \cdot \frac{v_L^2}{g} \right)^{\frac{1}{3}} \cdot Re^{\frac{1}{3}} \quad (13.5)$$

In combinatie met de vergelijking van het Nusseltgetal:

$$Nu = \frac{\alpha_L \cdot S_m}{\lambda_L} \quad (13.6)$$

geldt dat :

$$Nu = \frac{\alpha_L}{\lambda_L} \cdot \left(3 \cdot \frac{v_L^2}{g} \right)^{\frac{1}{3}} \cdot Re^{\frac{1}{3}} \quad (13.7)$$

Hieruit wordt een gemodificeerd Nusseltgetal afgeleid :

$$Nu' = \frac{\alpha_L}{\lambda_L} \cdot \left(\frac{v_L^2}{g} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (13.8)$$

De relatie voor de inwendige warmtecoëfficiënt ziet er dan als volgt uit:

$$\alpha_L = Nu' \cdot \lambda_L \cdot \left(\frac{v_L^2}{g} \right)^{-\frac{1}{3}} \quad (13.9)$$

Afhankelijk van het Reynoldsgetal en dus de stromingstoestand van de film gelden de volgende gemodificeerde Nusseltgetallen :

$$Nu' = 0.9 * Re^{-\frac{1}{2}} \quad \text{Psuedolaminair gebied} \quad (13.10)$$

$$Nu' = 0.176 * Re^{(0.196 - \frac{0.844}{Pr+2.95})} \quad \text{Overgangsgebied} \quad (13.11)$$

$$Nu' = (0.152 - \frac{0.778}{Pr+5.47}) * Re \quad \text{Turbulent gebied} \quad (13.12)$$

Deze gemodificeerde Nusseltgetallen zijn van kracht voor oppervlakverdamping. Er wordt geen rekening gehouden met kiemkoken van de vloeistof in de film. Dit verschijnsel zorgt voor een betere warmteoverdracht in verband met de betere opmenging van de vloeistof.

13.2 Verdamping volgens de methode van Labuntsov.

In de filmtheorie wordt de drijvende kracht meestal klein gehouden en daarom is de bijdrage van het kiemkoken op de warmteoverdrachtcoëfficiënt gering. We nemen aan dat de warmteoverdracht alleen plaatsvindt door convectie en geleiding door de vloeistoffilm.

Bij laminaire stroming geldt voor de filmdikte de volgende betrekking [6]:

$$\delta = 0.91 * \left(\frac{\eta^2}{\rho^2 g} \right)^{\frac{1}{2}} * Re^{\frac{1}{2}} \quad (13.13)$$

met daarin :

$$Re = \frac{4 * u^{-1}}{\eta} < 1600 \quad (13.14)$$

De warmteoverdrachtscoëfficiënt wordt gegeven door de relatie :

$$\alpha_i = \frac{\lambda}{\delta} \quad (13.15)$$

In een turbulente filmlaag hebben we te maken met andere vergelijkingen. Voor de turbulente filmdikte geldt :

$$\delta = 0,27 \cdot \left(\frac{\eta_L^2}{\rho_L \cdot g} \right)^{\frac{1}{3}} \cdot Re^{\frac{1}{2}} \quad (13.16)$$

Hierbij wordt de warmteoverdrachtscoëfficiënt gegeven door de volgende vergelijking :

$$\frac{\alpha}{\lambda} = \left[\frac{\eta_L^2}{\rho_L \cdot g} \right]^{\frac{1}{3}} = 0,023 \cdot Re^{0,45} \cdot Pr^{0,5} \quad (13.17)$$

Deze relatie wordt de vergelijking van Labuntsov genoemd. Een derde stromingsregime kan optreden indien we te maken hebben met 'vapor shear'. Dit regime wordt behandeld in de volgende paragraaf.

13.3 Verdamping volgens de methode van Chen.

De gassnelheid wordt zodanig hoog dat dezelfde theorieën kunnen worden gebruikt voor opgaande dampstroomsystemen die de vloeistof geforceerd meevoeren.

De warmteoverdracht kan in dit geval omschreven worden met de correlaties van Chen.[6] Er wordt uitgegaan van de veronderstelling dat de warmteoverdracht door kiemkoken en convectie additief zijn. Dit resulteert in de volgende relatie :

$$\alpha_{ef} = \alpha_{nb} \cdot F_s \cdot F_m + \alpha_c \quad (13.18)$$

waarin:

α_{ef}	warmteoverdrachtscoëfficiënt tweefasenstroming	W/m ² /K
α_{nb}	warmteoverdrachtscoëfficiënt 'nucleate boiling'	W/m ² /K
α_c	warmteoverdrachtscoëfficiënt convectie	W/m ² /K
F_s	'nucleate boiling' onderdrukkingsfactor	
F_m	mengsel correctiefactor	

Voor de berekening van de nucleate boiling warmteoverdrachtscoëfficiënt kan gebruik worden gemaakt van de vergelijking van Monstinski :

$$\alpha_{nb} = 1,8 \cdot 10^{-5} \cdot P_c^{2,3} \cdot \Delta T^{1,33} \cdot \left(1,8 \cdot \left(\frac{P}{P_c} \right)^{0,17} + 4 \cdot \left(\frac{P}{P_c} \right)^{1,2} + 10 \cdot \left(\frac{P}{P_c} \right)^{10} \right) \quad (13.19)$$

De 'nucleate boiling' onderdrukkingsfactor wordt uitgedrukt als functie van het tweefasenstroom Reynolds getal :

$$F_s = \frac{1}{1 + 2,53 \cdot 10^{-6} Re_{tf}^{1,17}} \quad (13.20)$$

waarin :

$$Re_{tf} = Re_L * F_c^{1,25} = \left(\frac{\dot{m}'' \cdot (1-x)}{\eta_L} d_i \right) \cdot \bar{F}_c^{1,25} \quad (13.21)$$

$$= \left(\frac{4 \dot{m}'' \cdot 1/d_i \cdot (1-x) \cdot d_i}{\eta_L} \right) * \bar{F}_c^{1,25} \quad (13.22)$$

In deze vergelijking is :

F_c de correctiefactor voor tweefasenstroming

x de dampsmassastroomfractie in de pijp.

\dot{m}'' massaflux door pijp

De warmteoverdrachtcoëfficiënt door convectie wordt gegeven door de correlatie van Chen :

$$\alpha_c = 0,023 \cdot Re_L^{0,8} \cdot Pr^{0,4} \cdot F_c \quad (13.23)$$

waarin :

F_c de correctiefactor voor tweefasenstroming

$$F_c = 1 \text{ als } \frac{1}{X_{tt}} < 0.1 \quad (13.24)$$

$$F_c = 2.35 * \left(\frac{1}{X_{tt}} + 0.213 \right)^{0,736} \quad (13.25)$$

In de relatie voor F_c is $1/X_{tt}$ de Lockart-Martinelli-parameter voor turbulente tweefasenstroming.

Bij lange pijpverdamperen kan mistflow optreden wat droogvallen en vervuiling van de pijpen in de hand werkt. Het criterium van Fair geeft een betrekking voor de maximale massaflux die door de pijpen mag stromen om mistvorming tegen te gaan :

$$\dot{m}'' < 2400 * X_{tt} \quad (13.26)$$

Ook heeft een filmverdamper een kritische warmteflux die niet overschreden mag worden. De empirische relatie van Palen geeft hiervoor de volgende betrekking:

$$\dot{Q}'' = 350 \cdot \left(\frac{d_i}{L}\right)^{0,35} \cdot p_c^{0,61} \cdot \left(\frac{p}{p_c}\right)^{0,25} \cdot \left(1 - \frac{p}{p_c}\right) \quad (0.27)$$

Hoofdstuk 14

CONDENSATIE AAN MANTELZIJDE.

De condensatie aan mantelzijde voor een laminaire filmlaag wordt weergegeven door de volgende betrekking[6]:

$$\bar{\alpha}_{cf} = 0,943 \cdot \left(\frac{\lambda^3 \cdot \rho_L \cdot H \cdot \gamma \cdot g}{\eta (T_u - T_w) L} \right)^{\frac{1}{4}} \quad (4.1)$$

ρ_L dichtheid van de vloeistof kg/m³

λ warmtegeleidingscoëfficiënt W/mK

L_v condensatiewarmte W

η viscositeit van de vloeistof kg/ms

$T_u - T_w$ temperatuursverschil over filmlaag K

L lengte van de buizen m

Men zou eventueel het temperatuursverschil kunnen elimineren door de volgende relatie te verwerken :

$$\dot{m}'_c = \frac{\dot{m}_c}{n_L \pi d_i} = \frac{\bar{\alpha}_{cf} \Delta T \cdot L}{L_v} \quad (4.2)$$

Als we dit invullen in vergelijking (.1), krijgen we de volgende vergelijking :

$$\bar{\alpha}_{cf} = 0,925 \cdot \lambda \cdot \left(\frac{\rho_L^2 \cdot g}{n_L \dot{m}'_c} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (4.3)$$

Of anders uitgedrukt :

$$\bar{\alpha}_{cf} = \left[\frac{\eta^2}{\rho_L^2 \cdot g} \right] = 1,47 \cdot \lambda \cdot Re^{-\frac{1}{3}} \quad (4.4)$$

met het Reynoldsgetal:

$$Re = \frac{4 \dot{m}' c'}{\pi_L} \quad (4.5)$$

In het turbulente gebied ($Re > 2100$) geldt de volgende relatie :

$$Nu = 0,024 \cdot Re^{0,8} \cdot Pr^{0,43} \quad (4.6)$$

Hoofdstuk 15

KOOKPUNTSVERHOGING IN EEN VERDAMPENDE FILMLAAG.

In geval van een oplossing van een niet-vluchtige stof in een oplosmiddel is de dampdruk kleiner dan van het zuiver oplosmiddel. Daarom zal de oplossing bij een hogere temperatuur koken dan het kookpunt van het zuivere oplosmiddel. Omdat de damp dezelfde temperatuur heeft als de oplossing, zal deze overhit zijn. De kookpuntsverhoging kan via thermodynamische weg berekend worden. [6] De uiteindelijke formule ziet er als volgt uit :

$$k = - \frac{R_m T^2}{\Delta h} \cdot \gamma_w \cdot \ln(1-x) \quad (15.1)$$

γ_w	activiteitcoefficient oplosmiddel	N/m ²
x	x mol opgeloste stof	mol
Δh	verdampingsenthalpie water	J/kg
R _m	gasconstante	J/molK
T	temperatuur	K

Hoofdstuk 16

KRITISCHE HEATFLUX

Er is een empirische vergelijking gevonden door Palen om die kritische heatflux te kunnen berekenen :

$$\dot{q}_{max}'' = 350 \cdot \left(\frac{d_i^2}{L} \right)^{0,35} \cdot P_c^{0,61} \cdot \left(\frac{P}{P_c} \right)^{0,25} \cdot \left(1 - \frac{P}{P_c} \right) \quad (6.1)$$

waarin :

d_i	binnendiameter buis	m
L	lengte buis	m
P_c	Kritische druk	Pa
P	Druk	Pa

De kritische druk wordt berekend via thermodynamische mengregels waarvan de berekening is opgenomen in bijlage XXXX.

Hoofdstuk 17

CONDENSOR ONTWERP.

Als condensor ontwerpen wij een horizontale shell and tube condensor met condensatie aan de mantelzijde. Voor de gebruikte formules wordt verwezen naar [11], deel 4, blz 32-36. De voor de berekening benodigde stofgegevens staan op het specificatieblad op de volgende pagina.

De voeding heeft een massastroom van 5.63 kg/s, en een ingangstemperatuur van 352 K (P=0,1 bar). Het mengsel is volledig gecondenseerd bij 319 K.

Als benadering voor de energiestroom is de condensatie warmte genomen bij fractioneel gemiddelde condensatietemperatuur ($T_{cgem.}$), bij 0,1 bar :

$T_{ceg}=351,7$ K de samenstelling: 85 massa% EG,

$T_{cwater}=319$ K de samenstelling: 15 massa% water.

Hieruit volgt voor de gemiddelde condensatie temperatuur $T_{cgem} = 351,7 * 0,85 + 319 * 0,15 = 323,7$ K.

Voor de condensatie enthalpie is de fractioneel gemiddelde enthalpie van EG en water bij 324 K genomen: $H_c=2196$ kJ/kg. Zo vinden we een over te dragen energiestroom van $Q=12363,3$ kJ/s.

Het logaritmisches temperatuurgemiddelde T_{ln} wordt: $T_{ln} = ((T_{win} - T_w) - (T_w - T_{uit})) / \ln((T_{win} - T_w) / (T_w - T_{uit})) = 23,9$ graden.

Zo vinden we als Verwarmend Oppervlak $V.O.=490$ m². Voor de verdere condensorparameters, zie het specificatieblad op de volgende pagina.

CONDENSOR SPECIFICATIEBLAD

Apparaatnummer : C1		Fabrieksnummer :				
ALGEMENE EIGENSCHAPPEN :						
Functie. condensor : Positie..... : horiz./vert.* Type..... : shell&tube. Kapaciteit (benodigd) ... : 12363 kW Vervuilingweerstand 0.176 m ² .°C/kW Overallwarmteoverdracht .. : 1215 W/m ² Aantal passages pijpzijde : 1 Schatting VO : 490. m ²		Pijpen Diam., inw./uitw. ... : 25/20 mm/mm Lengte : 8.8 m Aantal..... : 699 .		Mantel Diameter..... 0.94 m Lengte..... 9 m Aantal keerschotten..... 19 Afstand keerschotten..... : 0.45 m Keerschotten, opening..... : 25 %		
BEDRIJFSKONDITIONES :						
		Mantel/ Lucht- zijde	Pijp- zijde	Mantel/ Lucht- zijde	Pijp- zijde	
Soort fluidum		EG/water	koelw.			
kg/s	totaal.....			5.63		
Massastroom	vloeistof- deeltjes....		422.0	Warmegeleidings- coëfficiënt W/m ² .°C	4401	8719
	condenseer- baar gas....	5.6		Verdampingswarmte... kJ/kg	2196	
kg/s	stoom.....			Gem. viscositeit .. N·s/m ²	750E-6	864E-6
Soortelij- ke warmte	niet konden- seerbaar....	--		Gem. dichtheid.....kg/m ³	1012.5	996.6
	gemiddeld... vloeistof- deeltjes....		4.185	Volumestroom (tot.).. m ³ /s	0.0056	0.424
kJ/kg·°C	condensaat	4.060		Temp. IN..... °C	78.5	23
	stoom.....	--		Temp. UIT..... °C	46	30
	niet konden- seerbaar....			Werkdruk..... bar	0.1	1
				Drukval (berekend)... bar		0.18
				Materiaal.....		
ONTWERPKONDITIONES :						
Kapaciteit		kW		Drukval (toegestaan)..... : 0.3 bar		
Druk (max.).....		bar		Volumestroom (totaal)..... : m ³ /s		
Temperatuur (max.).....		°C		Log.temperatuurverschil.... : °C		

* doorstrepen wat niet van toepassing is.

Hoofdstuk 18

DESTILLATIE.

18.1 Inleiding.

Om het resterende water uit de glycolen te halen, hebben wij voor het destillatieproces gekozen. Uit berekeningen bleek het beter om eerst het water van de glycolen te scheiden dan b.v. MEG en water van DEG en TEG.

18.2 De eisen aan de destillatie.

Wij gaan als volgt destilleren. Water wordt ons topproduct, en de glycolen worden dus het bodemproduct. Het destillaat wordt naar de eerste reactor teruggekoppeld, en de glycolen worden naar de glycolenscheidingssectie doorgestuurd. Er zijn een aantal randvoorwaarden aan de destillatie :

-toelaatbare hoeveelheid water in glycol : 0.1% .

-toelaatbare hoeveelheid glycol in water : 0.5% .

-maximale temperatuur glycolen : 174 C.(dit om ontleding te voorkomen). Met deze eisen komt men tot vacuüm destillatie.

18.3 Bepaling destillatieparameters.

18.3.1 De fasen toestanden en diagrammen

Uit UNIFAC van PROCESS.De evenwichtskromme is in figuur 1 gegeven.

18.3.2 De q-waarde .

de stroming komt binnen met een druk van 0.45bar en een temperatuur van 352 K : Unifac geeft een q-waarde gelijk aan 1.1.

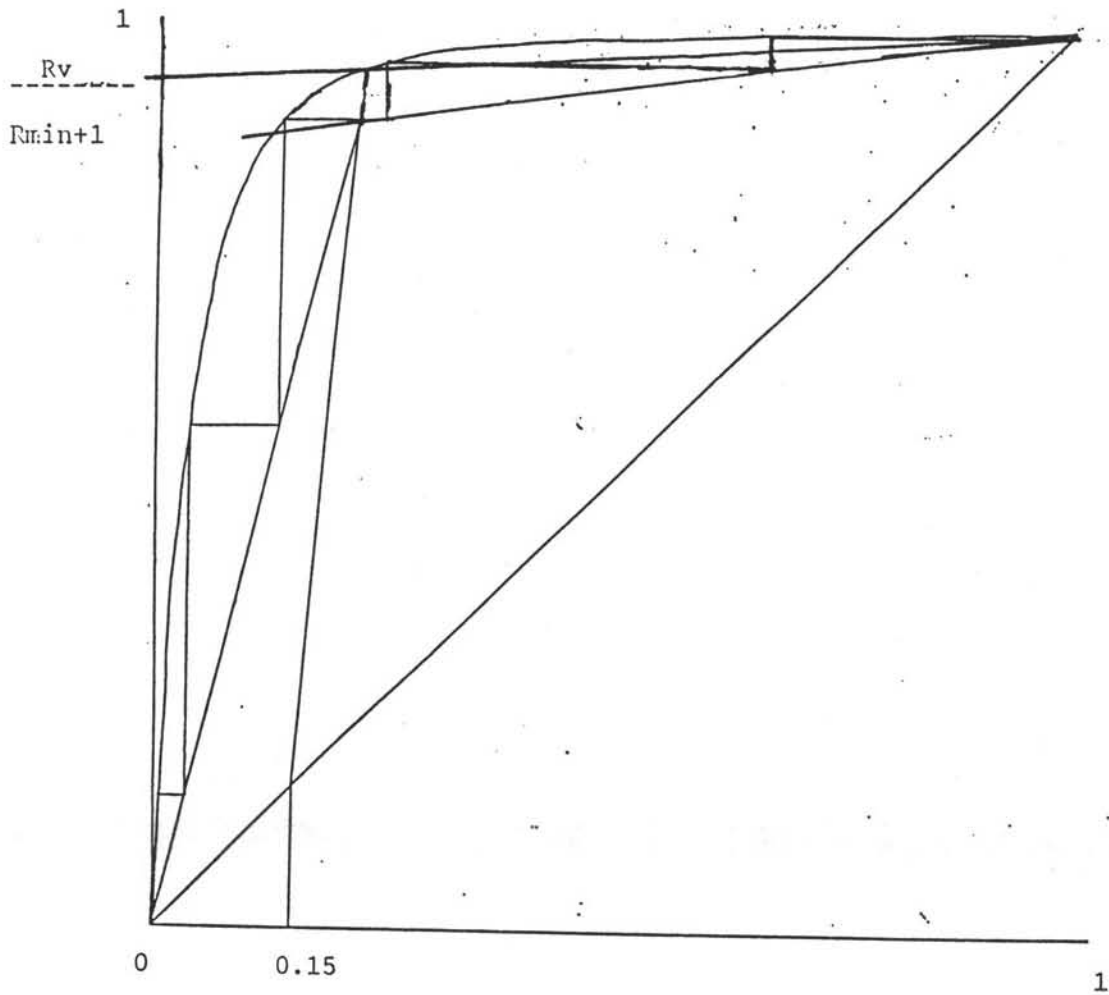


fig. 1 : minimale reflux verhouding : 0.15 .
 aantal theoretische schotels : stripper : 6 .
 rectificer : 4 :

MacCabe-Thiele diagram met MEG en H₂O als
 sleutelcomponenten .

18.3.3 De druk.

Volgens het simulatieprogramma Proces dat geschreven is voor deze scheiding, is het mogelijk om tot een druk van 0.45bar te gaan. De literatuur zegt ook dat de kooktemperatuur van MEG (dat 94% van bodemproduct is) bij 0.45bar onder de 174 C ligt. Wij gaan dus bij een druk van 0.45bar destilleren.

De simulatieprogramma met uitvoer is in de appendix 5 weergegeven.

18.3.4 Refluxverhouding.

Wij zullen twee benaderingsmethoden gebruiken om de refluxverhouding en het aantal theoretische schotels te gebruiken. Deze twee methodes hebben echter een aantal beperkingen.

-Met behulp van McCabe-Thiele met water en MEG als sleutel componenten komt men op een minimale reflux van 0.15 . Zie figuur 1 en 2. De MacCabe-Thiele methode is alleen toepasbaar indien de verdampingswarmte van de gas en vloeistofstromen gelijk is, en de gasstroom constant wordt verondersteld.

-met de simulatieprogramma PROCESS dat gebruik maakt van de Underwood-Fenske vergelijking komt men tot een minimale refluxverhouding Het is echter zo dat deze vergelijkingen alleen gebruikt mogen worden indien de relatieve vluchtigheid van de stoffen konstant is, wat bij een multi-componenten systeem als de onze niet het geval is.

Een methode dat wel zeer rigoreus zou zijn is die van Lewis-Matheson, echter deze is zo arbeids-intensief en gebruikers-onvriendelijk dat wij daarom de resultaten van de twee andere methoden zullen gebruiken. Bovendien komen de resultaten van de twee goed overeen.

Wij nemen als reflux 1.25 keer de minimale reflux. Deze waarde van 1.25 is gebruikelijk bij de huidige energiekosten, die bepalend zijn.

De refluxverhouding R_v wordt dus gelijk aan 0.187.

18.3.5 Aantal schotels.

-McCabe-Thiele: 10 schotels , 6 in stripper, 4 in rectificier: zie figuur 2.

-PROCESS: 10 , 6 in stripper , 4 in rect.

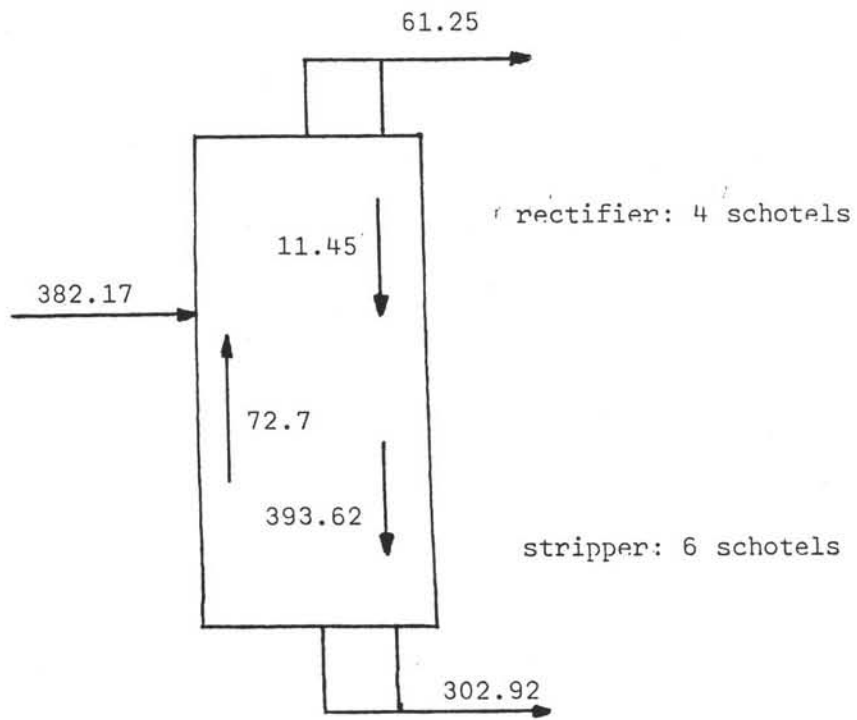


Fig 2: de theoretische kolom met stromingen in kmol/uur

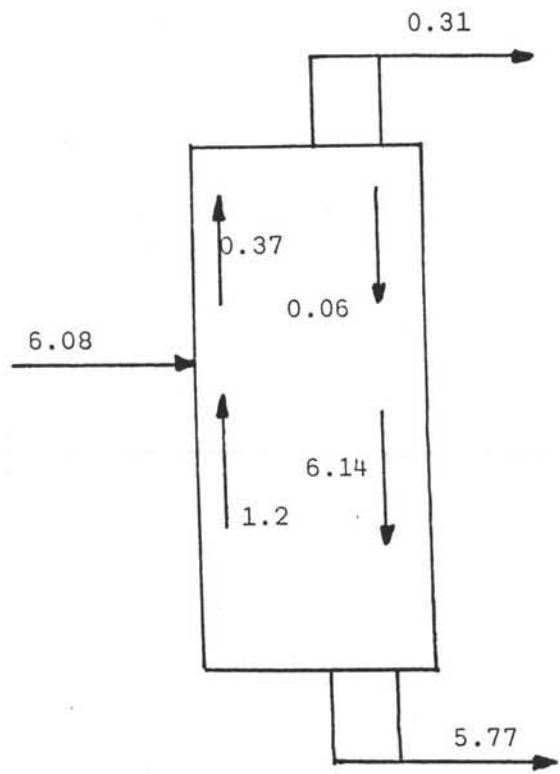


fig 3: stromingen in kg/s.

Beide methoden geven ons 10 trappen voor de scheiding, 6 in de stripper en 4 in de rectifier.

18.4 Bepaling stromingen in de kolom

zie figuur 3.

18.4.1 Voeding

samenstelling: MEG:301.35, H₂O:61.25, DEG:18.87, TEG:0.7 kmol/h
, met als temperatuur T=351.7 K , druk p=0.45bar

18.4.2 Destillaat

samenstelling : H₂O:60.95, MEG:0.3 kmol/h , T=346K, p=0.35bar

Dus T=0.31kg/s.

18.4.3 Bodemprodukt

samenstelling : MEG:301.05, DEG:18.87, TEG:0.7, H₂O:0.3k mol/h ,
Temp=173.8, p=0.45bar

Dus B=5.77kg/s.

18.4.4 G:gasstroming in de kolom

$G = (1+R) \cdot T$, met $T = \text{Dest.}$ De gasstroom kan als constant beschouwd worden in aantal molen. Dus $G = 0.37$ kg/s in top, en $G = 1.2$ kg/s in bodem.

18.4.5 L:vloeistofstromen in de kolom.

In stripper $L = 6.14$ Kg/s .

In rectific. $L = 0.06$ Kg/s .

18.4.6 flowparameter

$$\Phi = L/G \cdot (g/l)^{1/2}$$

Stripper : soortelijk gewicht vloeistof $\rho_v = 1030$ kg/m³,
soort. gew. gas $\rho_g = 0.7$ kg/m³ .

rectifier soort. gew. vloeï. $\rho_v = 950 \text{ kg/m}^3$, soort. gew. gas
 $\rho_g = 0.2 \text{ kg/m}^3$.

Wij krijgen dus twee waarden voor de flow parameter :

1. in de stripper $\Phi = 0.43$
2. in de rect. $\Phi = 0.0024$.

Hoofdstuk 19

VERGELIJKING PAKKING-EN-SCHOTEL KOLOM

Een deel van ons opdracht is een vergelijking te maken tussen een kolom met schotels of pakkingen. We zullen daarom voor beide modellen de drukval berekenen. Wij gaan er van uit dat de reflux voor beide kolomen even groot is, dus dat de toegevoerde energie in de reboiler hetzelfde is.

19.1 De pakking kolom.

Voor de berekeningen gebruiken wij [35]. We gaan de Mellapak pakkingen onderzoeken. Daarvoor verdelen wij de kolom in een stripper en een rectifier. Voor beide stellen wij de belastingsfaktor gelijk aan 2.5, omdat dan volgens Sulzer de kolom ideaal belast is.

19.1.1 De stripper:

Flowparameter=0.43

F-faktor gelijk aan 2.5

Wij krijgen dus een gassnelheid gelijk aan $G/ = 2.99$ m/s.

Dit geeft ons een oppervlakte gelijk aan $A=G/F = 0.18$ m². De diameter is dus gelijk aan $D=0.47$ m.

De folder geeft een NTS/M (number of theoretical stages per meter) voor $F=2.5$ gelijk aan 2.8.

In de stripper zijn 6 schotels nodig. Hoogte stripper wordt dus $h=2.14$ m.

Met een drukval van 2 mbar/m krijgen wij een drukval gelijk aan 4.28 mbar. Deze drukval is een gemiddelde waarde voor deze pakkingen, en is door Sulzer zelf gegeven.

19.1.2 De rectificier:

Flowparameter=0.0024. Gassnelheid wordt 5.6 m/s

Opper.=0.33m² De diameter wordt dus 0.65 m.

In de rectificier hebben wij 4 theoretische schotels nodig, het krijgt dus een hoogte van 1.43 m.

Drukval wordt gelijk aan 2.86 mbar.

De ruimte voor de vloeistofverdelers is niet inbegrepen.

19.2 De schotelkolom.

Voor de berekeningen gebruiken wij de methode uit [43] Vanwege hoge gas-belastingen en een betere flexibiliteit nemen wij een schotelafstand gelijk aan 0.5m. De breedte van de overlooprand zal groot zijn ten opzichte van de diameter, omdat zoals later zal blijken heeft de kolom een kleine diameter, en er normen zijn voor de minimale breedte van de downkomers dat in relatie staat met de breedte van de overlooprand. Neem daarom een b-waarde gelijk aan 1m/m². De hoogte van de overlooprand is evenredig met de vloeistofbelasting. Omdat wij een gemiddelde lage vloeistofbelasting hebben, nemen wij een relatieve hoge rand. Hw=50mm.

19.2.1 De stripper.

19.2.1.1 De kolomdiameter .

Wij hebben alle waarden om de maximale belasting te bepalen.

Met de figuren van het college-diktaat komen wij tot een $\lambda_{s,max}$ gelijk aan 0.055.

Met de formule $\lambda_{s,max} = U_{gs,max} \sqrt{\rho_g / \rho_l}$ krijgt men een diameter gelijk aan 0.65m. We zullen straks zien dat de rectificier een diameter van 0.68m heeft. Het is wel handig om over de hele kolom $D=0.68m$ te nemen.

19.2.1.2 De drukval per schotel.

De drukval bestaat uit twee delen : de statische drukval en de drukval veroorzaakt door de perforaties.

De statische drukval:

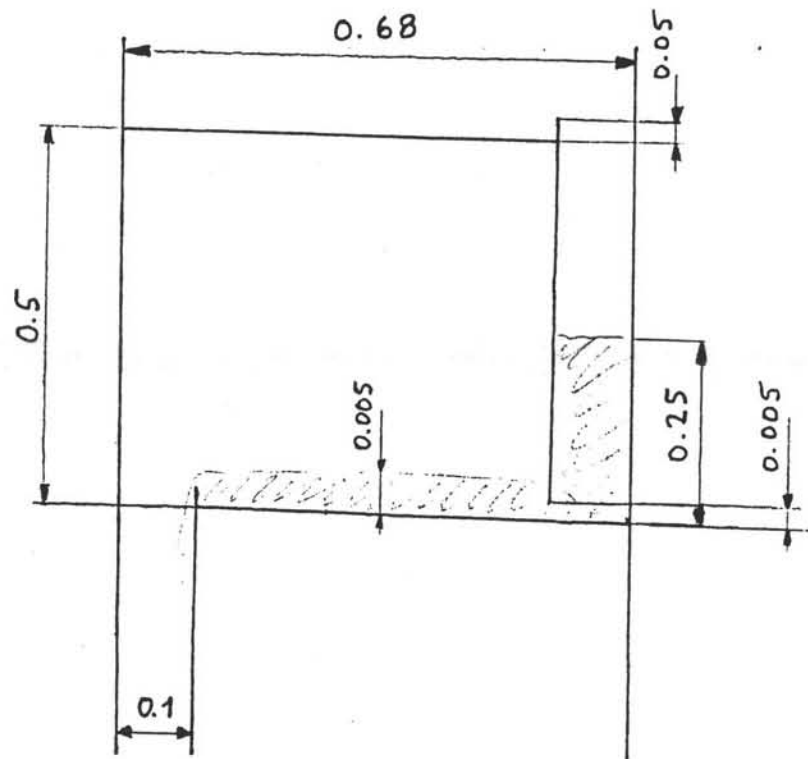


fig. 1 : Schotelontwerp stripper.

Daarvoor moet men de vloeistofhoogte op de schotels weten : deze kan uitgerekend worden met de formule $h_l = 0.611w^{(1/2)} * \psi^{(1/4)} * s^{(1/4)}$. Met als steek $s = 3\text{cm}$ vindt men als statische drukval:

$$f_l * h_l * g = 323\text{N/m}^2$$

De drukval in de perforaties:

Door de hoge vloeistofbelasting heeft men een hoge gassnelheid nodig, dit om doorregenen te voorkomen. Neem daarom als vrije ruimte 10%

$$p = 1/2 * f_g * (U_g/F/C_d)^2 = 290.4\text{N/M}^2$$

U_g/F : dampnelheid in perf., C_d : doorstroomcoef. = 0.67

Totale drukval per schotels:

De som van de statische druk en perforatiedrukval is gelijk aan:

$$f_l * h_l * g + 1/2 * f_g * (U_g/F/C_d)^2 = 323 + 290.4 = 613.4\text{ N/M}^2$$

19.2.1.3 Het schotelontwerp :

In de stripper is de flowparameter gelijk aan 0.42, dus groter dan 0.2. Dit betekent dat wij ons in de emulsieregime bevinden. Er is dus gevaar voor doorregenen en voor flooding door overbelasting van de valpijpen.

Doorregengrens:

Wij hadden al een vrije ruimte gekozen van $0.1 = F$. Wij gaan kijken of deze waarde wel klein genoeg is :

Volgens het diktaat kunnen wij aannemen dat de doorregengrens bij de 40% van de statische druk ligt.

Dit in formule uitgedrukt :

$$1/2 * f_g * (U_{g,p})^2 > 40\% * h_l * l * g .$$

Met $U_{g,p} = 1.93\text{ m/s}$ voldoen wij aan de eis:

$$130 > 129.33 .$$

Een vrije ruimte van 10% is dus goed.

Controle op flooding tengevolge van overstromen van de valpijpen:

Volgens het diktaat is de volgende formule toepasbaar :

$$H_{vp} < 0.5 * (H_s + H_w) .$$

Met de waarden $H_s=0.5\text{m}$ en $H_w=0.050\text{m}$ krijgt men :

$$H_{vp} = 0.25 \text{ m}.$$

Wij gaan nu de schotel dimensioneren : neem een waarde voor $h_{l,w}$ gelijk aan 0.02 m .

Wij weten dat de breedte van de downcomers minimaal 0.1 m moet zijn. Deze waarde zullen wij ook aanhouden .

Het schotelontwerp kan men zien op figuur 1.

19.2.2 De rectificer :

19.2.2.1 De kolomdiameter :

Met een flowparameter gelijk aan 0.0024 krijgt men een maximale belastingsfaktor gelijk aan 0.1 .

Dit geeft een gassnelheid gelijk aan $U_{g,s,max}=6.89 \text{ m/s}$ dus is $U_{g,s}$ gelijk aan 5.17 m/s .

Zo krijgt men een kolomdiameter gelijk aan 0.68 m .

19.2.2.2 De drukval per schotel :

De statische drukval:

$$\text{Hoogte vloeistof op schotel : } h_l = 0.6 * H_w^{(1/2)} * \Psi^{(1/4)} * s^{(1/4)} = 0.5\text{cm}.$$

De statische drukval is dus gelijk aan :

$$h_l * \rho_l * g = 45 \text{ n/m}^2.$$

Drukval perforatie:

$$U_g = U_{g,s} / 0.82 = 6.3 \text{ m/s}$$

$$\text{Dus } p = 1/2 * \rho_g * (U_g / F / C_d)^2 = 66 \text{ N/m}^2 \text{ met } F=30\% .$$

Totale drukval:

$$P_{\text{total/schotel}} = 66 + 45 = 111\text{N/m}^2.$$

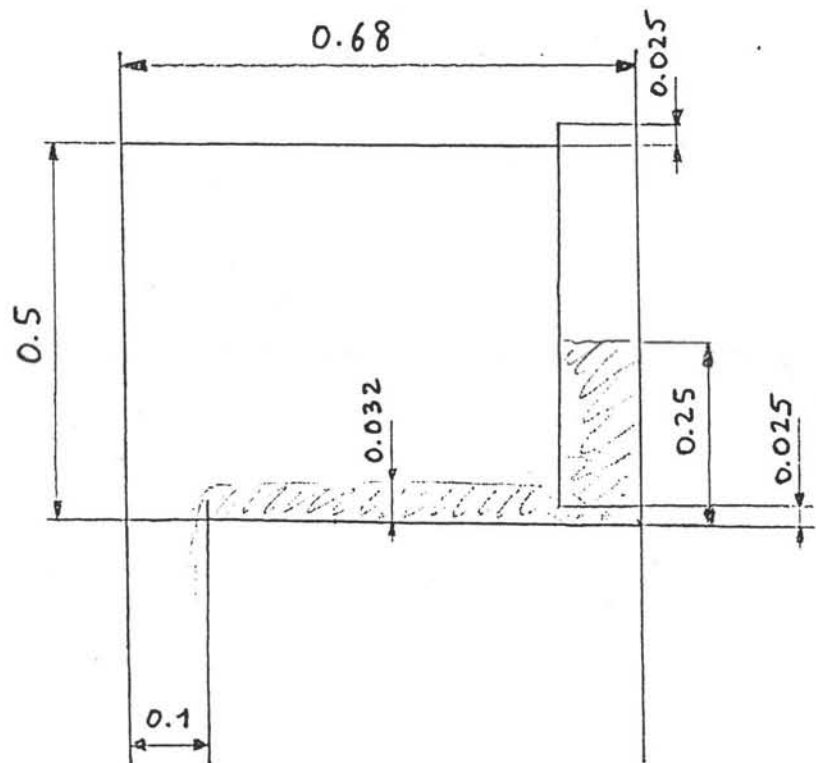


fig. 2 : Schotelontwerp rectificier.

19.2.2.3 Stromingsregime :

Wij gaan de vloeistofsnelheid uitrekenen met de volgende formule :

$$U_1 = L / (\rho_1 * d * h_1) = 0.018 \text{ m/s} .$$

$$U_g = 6.3 \text{ m/s} .$$

Bepaling gatdiameter van de gaten in de schotels : $d = 1.73 \text{ cm}$.

Met een hoge gasbelasting en een lage vloeistofbelasting zitten wij in de druppelregime :

$$U_g / (g * h_1)^{1/2} * (\rho_g / \rho_1)^{1/2} * 1/F * d/h_1 = 4.76 \text{ is dus groter dan } 1.1 \text{ groot is} .$$

Controle op flooding door entrainment:

$$\sigma = 64.4 * 10^{-3} \text{ N/m}^2 , W_{ekr} = 15 .$$

$$\lambda_{\max} = U_{g,\max} * (\rho_g / \rho_1)^{1/2} = F^{1/2} * (4/3 * W_{ekr} * g / C_d)^{1/4} * (\sigma / \rho_1)^{1/4} .$$

Met λ_{\max} gelijk aan 0.2056 krijgt men een maximale snelheid van 14.2 m/s .

Ons gassnelheid zit daar ruim onder. Er zal bij ons geen entrainment optreden.

19.2.2.4 Schotelontwerp :

Zie figuur 2.

19.2.3 Berekening schotelrendement :

Wij gaan methode uit [43] gebruiken. Omdat wij de kolom al op entrainment hebben gecontroleerd wij daar geen rekening mee te houden. Waar wij wel op moeten letten is op de invloed van partieel mengen van de vloeistof op de schotel. Vloeistofmenging speelt slechts een rol bij zeer lage vloeistofbelasting en bij zeer korte vloeistofweglengten. Nou zijn de weglengten bij ons niet zo kort, echter is in de top (rectifier) de vloeistofbelasting zeer laag. Daar zullen wij dus op de verhouding tussen overall en plaatselijk rendement moeten letten. Op deze eis na kunnen wij vrij direct de rendementen uitrekenen.

19.2.3.1 Schotelrendement stripper :

- $\sigma = 38 \cdot 10^{-3} \text{ N/m}^2$
- $u_g = 1.93 \text{ m/s}$
- $u_l = 0.27 \text{ m/s}$
- $\eta_l = 3 \cdot 10^{-3} \text{ Ns/m}^2$
- K-waarde uit Unifac = 10
- Berekeningen
-

grensvlak: $a = 603.91 \text{ m}^2/\text{m}^3$.

Vloeistoffasecoefficient $K_l = 1.11 \cdot 10^{-4} \text{ m/s}$

Gasfasecoefficient $K_g = 0.19 \text{ m/s}$

Stofoverdrachtscoefficient aan de overalzijde:
 $K_{og} = 0.00152 \text{ m/s}$.

Het aantal stofoverdrachtseenheden $N_{og} = 0.475$.

Het plaatselijke schotelrendement $E_{p,og} = 0.38$.

Het overall schotelrendement $E_{m,og} = 0.425$.

Dit geeft een gemiddeld schotelrendement gelijk aan:
 $E_o = 0.36$.

19.2.3.2 Schotelrendement rectifier :

- $\sigma = 64 \cdot 10^{-3}$
- $u_g = 6.3 \text{ m/s}$
- $u_l = 0.018 \text{ m/s}$
- $\eta_l = 4 \cdot 10^{-4}$
- K-waarde uit Unifac = 1.76
- Berekeningen
-

grensvlak: $a = 123.3 \text{ m}^2/\text{m}^3$.

$K_l = 0.065 \text{ m/s}$.

	PAKKINGEN				SCHOTELS			
	N T S	diameter m	hoogte m	drukval mbar	N P S	drukval mbar	hoogte m	diameter m
rectifier	4	0.65	1.43	2.86	4	4.44	2	0.68
stripper	6	0.47	2.14	4.28	17	104.3	8.5	0.68
totaal	10	n.v.t.	3.47	7.14	21	108.8	10.5	n.v.t.

fig. 3 : Vergelijking pakking-schotel kolom.

$$K_g = 0.19 \text{ m/s.}$$

$$K_{og} = 0.496.$$

$$N_{og} = 9.7.$$

$$E_{p,og} = 0.9999.$$

$E_{m,og} = E_{p,og}$, dit is te danken aan een zeer laag Bodensteingetal. Zoals reeds gezegd hebben wij hier op partieel mengen van de vloeistof gelet.

$$\text{Gem.schotel rendement } E_o = 0.999 = 1$$

19.3 Warmtebalans over de kolom.

Wij zullen later zien dat er in verhouding veel meer energie in de reboiler moet worden gestopt, dan er uit de condensor wordt gehaald. Deze schijnbare scheve verhouding kan uitgelegd worden door het feit dat 85% van de voeding via de bodem naar buiten gaat met een temperatuur van 174 C. De glycolen zullen daarom een enthalpie verhoging hebben.

19.4 Conclusie.

Zie figuur 3.

Met de berekende schotelrendementen hebben wij 17 schotels nodig in de stripper en 4 in de rectificier.

Dit geeft ons een drukval over de kolom gelijk aan:

$$P_{tot} = 0.1 \text{ bar.}$$

Dit betekent dat beide kolomen gebruikt kunnen worden. De pakkingkolom heeft echter een lager drukval, maar de bouwkosten zijn veel hoger.

Wij hebben in het vervolg voor een schotelkolom gekozen voor bv. berekeningen van condensor.

Hoofdstuk 20

DIMENSIONERING RANDAPPARATUUR VAN DE DESTILLATIEKOLOM.

20.1 De reboiler :

20.1.1 Berekening benodigde vermogen :

Wij gaan een thermosyphon uitrekenen met de methode van KERN .
Daarvoor kiezen wij een recirculatiegraad van 1/10 , en een ku-
waarde gelijk aan 1200 , wat vrij gewoon is. Voor de verdamping
gebruiken wij de middendrukstoom.

Samenstelling bodemprodukt: 93.7%MEG, 3.59%DEG, 0.7%TEG .

De verdamper moet 1.2 Kg/s gas leveren.

De verdamper moet ook de energie leveren omdat de voeding
onder kooktemperatuur binnenkomt.

20.1.1.1 Verdampingsenergie :

Verdampingswarmte : MEG:921, DEG:712, TEG:519,3 KJ/KG. Met de
bodem samenstelling van het bodemprodukt heeft men een
energie van $1.169 \cdot 10^6$ Watt nodig .

Opwarmingswarmte : de voeding is 20 C te koud (UNIFAC), en
de Cp van de mengsel is gelijk aan 2.72 KJ/KG K. De benodigde
energie is gelijk aan 258 KW.

Dit geeft een energie gelijk aan $Q = 1.427 \cdot 10^6$ W.

20.1.1.2 Benodigd hoeveelheid stoom :

Condensatie temperatuur stoom = 207.11 C.

Condensatiewarmte = 1915 .8 KJ/KG

Soortelijk gewicht stoom = $\rho_s = 15$ Kg/m³ .

Wij hebben dus 0.74 Kg/s stoom nodig.

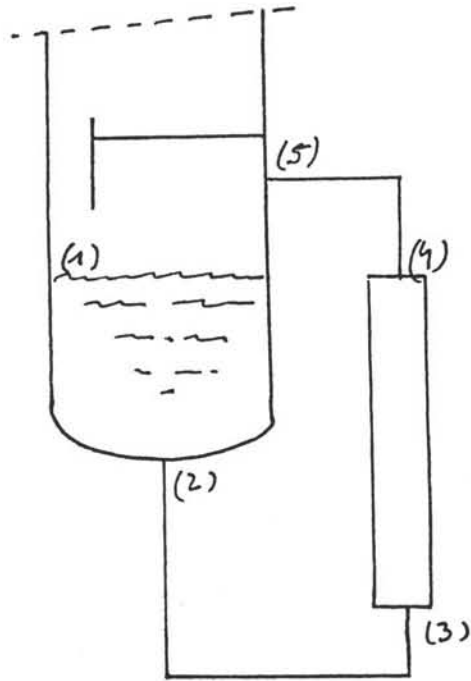


fig. 1 : Ontwerp thermosyphonreboiler.

20.1.1.3 Benodigd oppervlakte :

Het temperatuurverschil is gelijk aan $207.11 - 173.8 = 33.31$ C.

Opperv. $A = Q / k_u / \Delta t = 1.427 * 10^6 / 1200 / 33.31 = 35.7$ m².

20.1.1.4 Keuze constructie .

Neem 115 buizen , 2 meter lang , 1 pass , 1 1/2 in.OD, 1 7/8 triangular pitch [15].

20.1.1.5 Controle recirculatie reboiler :

Het voordeel van een thermosyphonreboiler is dat er geen pompen nodig zijn om het fluidum aan pijpzijde te laten stromen. Indien de reboiler goed werkt gaat het vanzelf. Zie figuur 1 . De volgende berekeningen zullen tonen dat het gebruik van een thermosyphon goed mogelijk is.

Gemiddelde dichtheid $\bar{\rho} = \ln(v_4/v_3) / (v_4 - v_3)$.

$v = 1/0.7, v_1 = 1/1030$, Totale volume uit reboiler =

liquid: $10 * G * v_1 = 0.01164$

vapor: $1 * G * v_v = 1.716$ met $G = 1.2$ Kg/s .

Men komt op een totaal van 1.73 m³/Kg = v_3 .

Met $v_4 = 0.131$ m³/Kg krijgt men $\bar{\rho} = 37.7$ Kg/m³

Berekening drukval over reboiler:

Met een recirculatiegraad van 1/10 gaat er dus 12 kg/s door de buizen Met de gekozen buizen krijgt men een snelheid gelijk aan $c=3$ m/s . Het Reynoldsgetal wordt gelijk aan $\rho_{gem} * c * d_i / \eta = 4097$, met $\eta = 3 * 10^{-3}$. Dit geeft een weerstandsfactor $f=0.04$.

Drukval over reboiler is dus :

$\Delta P = 1/2 * v^2 * f * L / d_i = 542.5$ N/M² .

Berekening op recirculatie:

Men krijgt de volgende vergelijking :

$$g * \rho * (z_1 - z_3) > \Delta P + g * \bar{\rho} * (z_5 - z_3) .$$

Met onze waarden blijkt $(z_1 - z_3) = 20 \text{ cm}$ voldoende te zijn : dan is $(z_5 - z_3) = 4.07 \text{ m}$.

20.2 De condensor :

Wij gaan een horizontale condensor ontwerpen , met condensatie aan mantelzijde en door koelwater gekoeld.

Wij gebruiken de ontwerpmethodode uit [11]

Gegevens :

De te condenseren gas is waterdamp onder een druk van 0.35bar . De massastroom waterdamp is gelijk aan 0.35 kg/s .

Stof gegevens damp :

- $T = 346.15 \text{ K}$
- $\rho_{\text{damp}} = 0.224 \text{ kg/m}^3$
- $\rho_{\text{vloei.}} = 975.9 \text{ kg/m}^3$
- $\text{conden.warm. } r = 2326.4 \text{ KJ/KG}$

Stof gegevens koelwater :

- $T_{\text{in}} = 23 \text{ C}$ $T_{\text{uit}} = 30 \text{ C}$.
- $\rho_k = 996.6 \text{ kg/m}^3$
- $\nu_k = 0.867 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$
- $\eta = 0.8641 \cdot 10^{-3} \text{ kg/ms}$
- $\lambda = 0.6228 \text{ W/mK}$
- $c_p = 4.18 \cdot 10^3 \text{ J/Kg}$.

20.2.1 De over te dragen warmte :

$$Q = m \cdot r = 867.7 \text{ KW.}$$

20.2.2 Berekeningen :

Temperatuurverschil :

$$T_{\text{ln}} = ((T_w - T_{\text{in}}) - (T_w - T_{\text{uit}})) / \ln ((T_w - T_{\text{uit}}) / (T_w - T_{\text{in}})) .$$

$$T_{\text{ln}} = 46.41 \text{ C} .$$

Dit geeft ons een massastroom koelwater gelijk aan :

$$m_k = Q / c_{pk} / T_{ln} = 29.5 \text{ kg/s} .$$

Oppervlakte condensor :

$$K_u = 1250 \text{ W/m}^2\text{K} \text{ (laatste iter.)} .$$

Dit geeft ons een oppervlakte gelijk aan :

$$V.O. = Q / K_u / T_{ln} = 16.28 \text{ m}^2 .$$

Keuze buizen en aantal passes: neem two passes :

Uit [11] kiezen wij voor : 92 buizen , I.D. of shell = 15 1/4 , 1 in. on 1 1/4 in. triang. Lengte buizen L=2.22m.

Deze buizen hebben een L/Di = 5.72:goed .

Snelheid koelwater : Ck = 2.02 m/s : O.K.

Drukval pijpzijde : P = 0.30 * 10 (5) N/m² : O.K.

Vuilweerstand u en i : u=6404.6, i=6850.

20.3 Pomp.

Er is nog een pomp nodig voor de destillatiekolom nodig om de vloeistof dat uit de verdampers komt op druk te zetten. Deze pomp moet ook de weers tand van de leidingen overbruggen. De te leveren vermogen wordt gelijk aan:

$$P = m * p + \text{leidingweerstand} \text{ met } m: \text{massastroom,} \\ \text{en } p: \text{drukverschil.}$$

20.4 Vacuum pompen.

Om de destillatie kolom onder een druk van 0.45bar te houden zijn vacuüm pompen nodig. De berekeningswijze is in de appendix van de destillatie sectie uitgelegd.

Hoofdstuk 21

ALTERNATIVE SCHEIDINGSMETHODEN.

21.1 Adsorptie.

21.1.1 Inleiding.

Adsorptie is een scheidingsmethode die berust op de aantrekkingskracht op moleculaire schaal tussen de adsorbent, de vaste stationaire stof en meestal een vaste schuim, en de oplossing. Het gaat om de oppervlakte krachten. Dit laatste is van belang omdat er anders verwarring optreedt met absorptie, waar een min of meer permanente chemische verbinding optreedt tussen adsorbent en het absorbaat.

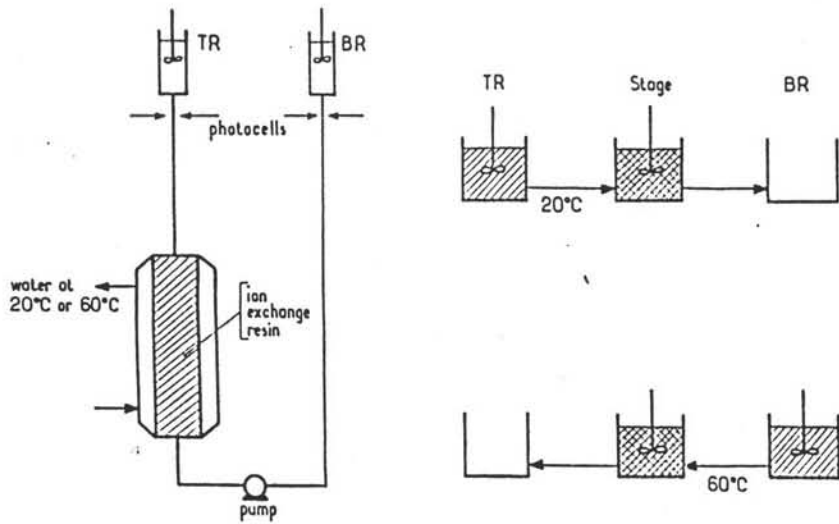
Regeneratie, het losmaken van de moleculen adsorbaat van de adsorbent, kan op verschillende manieren. Men kan een oplosmiddel gebruiken, of men verwarmt de adsorbent tot hoge temperatuur, om de vrijgekomen adsorptie warmte terug te geven aan de moleculen. Voor de meeste adsorbents komt alleen de laatste methode in aanmerking. Daar komt nog bij dat het risico van vervuiling van het gezuiverde product door resten oplosmiddel meestal onacceptabel is.

Vooraf dit laatste argument weegt zwaar in ons proces. Het betekent dat we ons moeten toeleggen op regeneratie door verwarming.

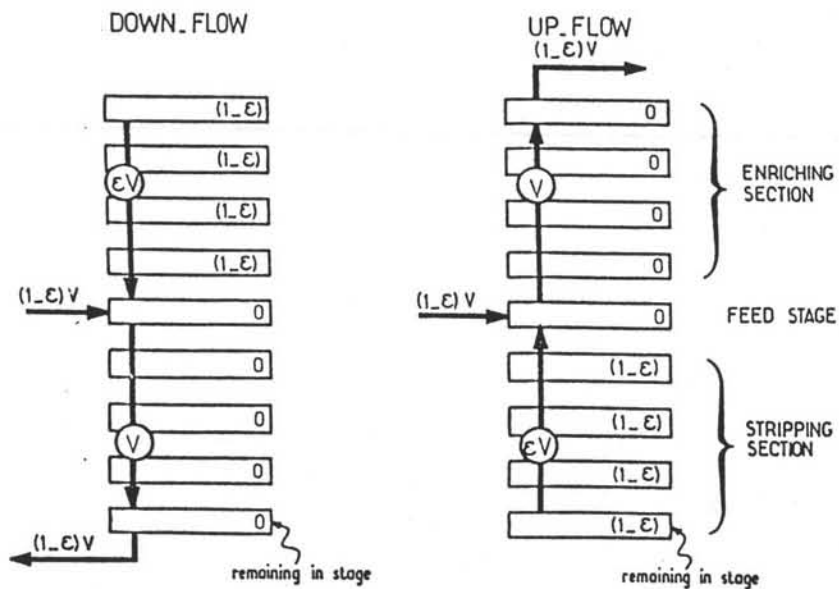
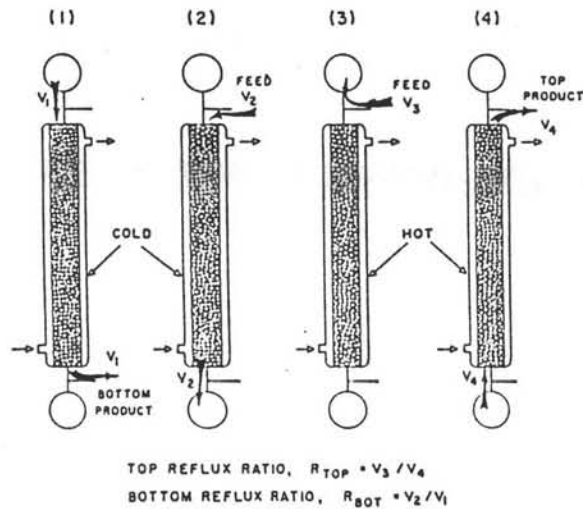
21.1.2 Vergelijking.

Omdat we adsorptie willen bekijken voor de tweede, de fijne scheidingstrap, is in het onderhavige geval de waterconcentratie niet hoog. Deze zal rond de 15 mol% liggen. Het ligt dus voor de hand om deze kleinere hoeveelheid stof uit het mengsel te adsorberen. Water is een veel kleiner molecuul dan alle glycolen. Er moet dus worden gezocht naar een voor water geschikt adsorbent.

Uit het Handbook of Separation techniques [27] blijkt dat er vele zulke adsorbents op de markt zijn. Een daarvan is het "Union Carbide Type X Molecular Sieves".



FIGUUR 21.1 inleiding parametrische pomp.



partiele reflux parapomp met theoretische stappen

Voor deze, voor verschillende andere materialen, ligt de adsorptie warmte dicht bij de 1800 Btu/lb [27]. Deze warmte moet aan de vloeistof worden terug gegeven om deze los te maken van de adsorbent. Omgerekend komt dit neer op 4200 KJ/Kg.

We gaan uit van een zelfde scheidingsgraad bij adsorptie en de concurrent: destillatie. Het enige criterium waarop we een vergelijking kunnen maken is de benodigde hoeveelheid energie.

Berekenen we die voor destillatie dan krijgen we met een reflux verhouding van $R=0,29$:

$$\begin{aligned}G &= L + D ; L/D = R \\G &= (R + 1) * D \quad \text{met } G * r = Q \\(R + 1) * D * r &= Q\end{aligned}$$

formule x.x Verdampingswarmte in een destillatie kolom.

Waarin D het aantal kg topproduct voorstelt en r de verdampingswarmte van het mengsel. We zien D als de vereiste productstroom ook voor het adsorptie proces:

met $D = 0,31$ kg/s en $r = 1915$ kJ/kg
wordt voor het adsorberen de benodigde energie:
 $W = 4200 * 0,31 = 1302$ kJ/s
en voor de destillatie kolom:
 $W = (0,29+1) * 0,31 * 1915 = 765,81$ kJ/s

We vinden dat destilleren aanzienlijk minder energie kost. Uit deze simpele maar zeer doeltreffende vergelijking kunnen we al een redelijk gegronde keuze maken uit de twee processen. Natuurlijk houdt dit kleine berekeningetje geen rekening met de eniegiekosten van de vacuumpomp van de destillatie toren. Deze is nodig omdat anders de kooktemperatuur van het mengsel boven de ontledingstemperatuur komt te liggen. Destillatie is dus iets duurder dan hierboven wordt gesuggereerd.

21.2 Parametrisch Pompen

21.2.1 inleiding.

Parametrisch pompen is een scheidings methode die berust op de eigenschap van een adsorbent om bij verschillende waarden van intensieve grootheden een verschillende opname capaciteit aan de dag te leggen. Hiervan kan gebruik worden gemaakt door cyclisch de intensieve grootheden te veranderen (bv koelen/verwarmen) en op de juiste momenten de inhoud van de kolom te transleren.

Het kan eenvoudig worden uitgelegd aan de hand van de figuur 21.1 waar de cyclus is uitgezet. We spreken over de onderdelen:

de kolom, daarin de adsorbent, een topreservoir en een bodemreservoir. Verder zijn er twee pompen om de vloeistof te laten transleren door de kolom.

Vtr Het volume van het topreservoir of een hoeveelheid gelijk daaraan.

Vf Het volume feed dat de kolom in wordt gestuurd.

We nemen aan dat er propstroom optreed. De volgende cyclus wordt in werking gesteld:

1. De kolom is koud. Uit het TR vloeit een hoeveelheid V_{tr} de kolom in. De Inhoud van de kolom transleert naar beneden. Een hoeveelheid V_{tr} komt beneden uit de kolom als bodemproduct.
2. De kolom is koud. Het TR is leeg. De feed gaat door en schuift de inhoud van de kolom door naar beneden in het BR. De oplossing is nu twee keer naar beneden verplaatst.
3. Nu wordt de kolom opgewarmd. De inhoud van de kolom blijft stationair en de feed vult het TR. Het solute treedt nu uit de adsorbent de oplossing in.
4. De nu verrijkte oplossing wordt nu als topproduct uit de kolom gepompt door het leegstromende BR. Nu is de cyclus beëindigd en kan er weer bij punt 1 worden begonnen. Daarbij wordt de kolom weer afgekoeld.

21.2.2 Voordelen.

Parapompen biedt enkele grote voordelen boven bijvoorbeeld destillatie of adsorbtie. Door de lage temperaturen waarbij het proces werkt kan afval warmte worden gebruikt uit andere delen van het proces. Een warme cyclus van 60 C ten opzichte van een koude van 20 C is al genoeg [8]. Verder wordt het product niet vervuild door bijvoorbeeld regeneratie solvent. Grevillot en Dodds [8]. geven een vergelijking tussen parapompen en destileren.

Batch parametrisch pompen.

1. Vloeibare fase bij temperatuur T
2. Vloeibare fase bij temperatuur T'
3. Scheidings factoren verhouding (α/α')
4. $x(t')$ vs $x(t)$ curve
5. Concentratie van de vaste fase y

6. De isothermen α en α' in het x-y vlak.
7. Reflux: Dat gedeelte van het topproduct, afgetapt bij temperatuur T' (hoog) dat terug wordt geïnjecteerd als de kolom op temperatuur T is.
8. Reboiling: Dat gedeelte van het bodemproduct, afgetapt bij de lage temperatuur T , dat wordt gereinjecteerd bij temperatuur T' .

Total Reflux destillatie.

1. Vloeibare fase.
2. Gasfase.
3. Relatieve vluchtigheid.
4. Vloeistof/damp evenwicht curve.
5. Temperatuur op een stage.
6. Het T-x-y diagram.
7. Reflux: Dampfase van de top die wordt gecondenseerd en terug de kolom in gaat.
8. Reboiling: Dat gedeelte van het bodemproduct dat opnieuw wordt verdampt en terug de kolom in gaat.

De nummers in de twee lijsten corresponderen met elkaar. De analogie blijkt er duidelijk uit.

Het parapompen is het geesteskind van de inmiddels overleden Prof. Richard H. Wilhelm, werkend aan de Princeton University in New Jersey. Verschillende andere mensen hebben er onderzoek naar gedaan zoals Norman H. Sweed, R. A. Gregory in Princeton en George Grevillot en John Dodds in Nancy in Frankrijk.

Vooraf de laatste twee hebben zich te taak gesteld om de zeer gecompliceerde theoretische modellen te vervangen door een methode analoog aan het McCabe Thiele model voor de destillatie kolom. Hiermee wordt bedoeld dat het concept van transfer units wordt toegepast. Een verder voordeel is dat hiermee ook niet lineaire evenwichtsrelaties tussen de temperatuur en de adsorbent concentratie (concentratie van solute in de adsorbent), net zoals de niet lineaire verhouding tussen vloeistoffractie en dampfractie bij destilleren, in de berekening kunnen worden opgenomen.

Zoals de bovenstaande twee lijsten duidelijk laten zien is hetzelfde plan gevolgd voor de parapomp als voor het destilleren. De grootheden zijn vervangen door grootheden van belang voor

adsorbtie die op de zelfde manier kunnen worden behandeld. Zo wordt het T-x-y diagram vervangen door een T-alpha-alpha' diagram.

Deze alpha's komen voor als evenwichts constantes in de "langmuir isothermen" (er zijn ook andere, die hier niet worden genoemd). Zo'n isotherm is een evenwichtslijn in het diagram met de fractie solute in de oplossing en de fractie solute in de adsorbent op de x-as en de temperatuur op de y-as. De alpha in de Langmuir vergelijking stelt de evenwichtconstante voor. Het is dus van belang om voor een berekening van een parapomp de isothermen of de alpha's bij verschillende temperaturen van de gebruikte adsorbent te weten.

21.2.3 Een enkel stage parapomp. Theorie.

In het spel zijn een contact cel, met adsorbent en twee reservoirs voor vloeistof: TR en BR.

De te scheiden oplossing wordt verdeeld over de cel en in een van de twee reservoirs, bijvoorbeeld TR. We beschouwen hier de bulktransport in plaats van de doorstroming van het medium.

Op $t=0$, de start van de cyclus is de kolom in evenwicht bij $T=20$ C. Dan wordt de oplossing verplaatst van de cel in het BR en van het TR in de cel. De temperatuur wordt verhoogd naar $T'=60$ C en er wordt gewacht tot een nieuw evenwicht zich heeft ingesteld. Dan wordt de vloeistof weer terug verplaatst naar boven en de kolom wordt afgekoeld tot $T=20$ C. Dit proces kan worden uitgezet in een evenwichtsdiagram. Als x en y de vloeibare en vaste fase equivalente fracties zijn van de solute, dan zien we de twee evenwichts curves ontstaan. Een voor temperatuur T en een voor T' . Dit zijn de isothermen, waartussen het systeem zich beweegt. Deze zijn van de vorm:

$$y=F_t(x) \quad \text{en} \quad y=F_{t'}(x)$$

Op tijd $t=0$, nemen we de concentraties van de twee vloeistof fracties gelijk, zijnde X_a . De adsorbent is in evenwichts situatie en heeft de concentratie Y_a . In het X-Y diagram wordt dit voorgesteld door punt A.

De eerste transfer van cel naar BR en van TR naar cel brengt de fractie X_a in contact met de adsorbent met samenstelling Y_a . Wanneer dit is gebeurd verandert de temperatuur van T naar T' , en er stelt zich een nieuw evenwicht in. In het X-Y diagram wordt dit voorgesteld door A' . Dit punt wordt bepaald door de isotherm T' (de op het moment geldende temperatuur) en de massa balans:

$$X_a + Y_a = X_{a'} + Y_{a'}$$

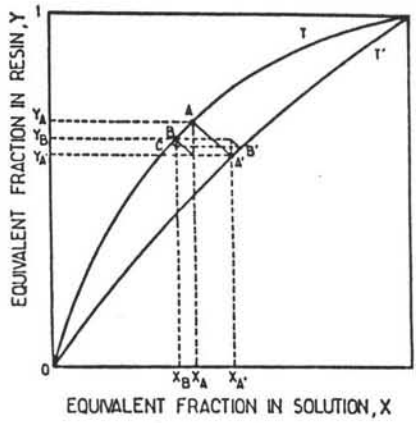


Fig. 4a - Approach to Limit Cycle

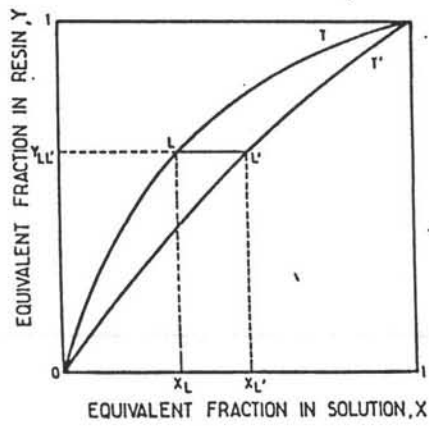


Fig. 4b - Limit Cycle

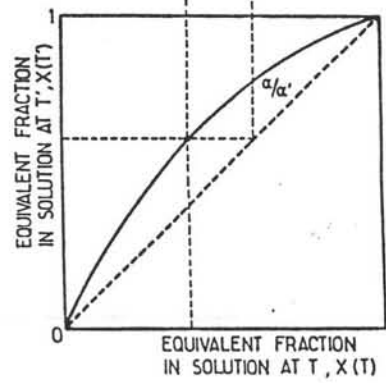
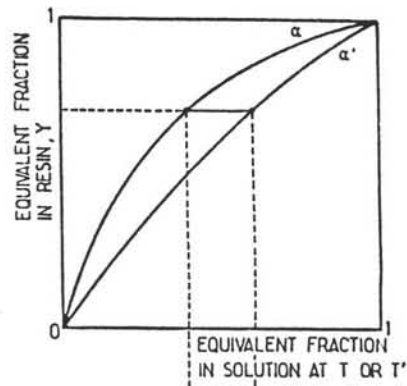


Fig. 5 - Correspondance between (X,Y) plane and (X,X') plane

Figuur 21.2 parapomp stap in het X-X diagram.

Dit werklijn segment verbindt A met A' en heeft een helling van $-\rho$.

De volgende transfer brengt de fractie Xa uit BR in contact met de adsorbent van concentratie Ya'. Deze stap markeert het einde van de eerste cyclus.

De tweede cyclus begint met de afkoeling tot T en de instelling tot evenwicht. De samenstelling in de cel wordt nu voorgesteld door punt B, het snijpunt van de isotherm T en de werklijn met helling $-\rho$ door het punt (Xa,Ya'). De inhoud van TR bevindt zich in het punt Xa'.

Enige scheiding kan al worden waargenomen. De twee vloeistoffen hadden een oorspronkelijke samenstelling Xa, nu is dat veranderd in Xa' voor het TR en Xb voor het BR, waarbij geldt dat Xb kleiner is dan Xa die op zijn beurt weer kleiner is dan Xa'. Hierbij is van belang dat de verandering van samenstelling van de adsorbent van Ya naar Yb aangeeft dat er niet een simpel verband is tussen de verrijking van een fractie en de verarming van de andere.

De volgende cycli zijn ook aangegeven in het diagram. Zichtbaar is dat de open vierhoek (het pad van B naar B' en naar C) die een cyclus voorstelt steeds vlakker wordt naarmate het aantal doorlopen cycli groeit. De vierhoek convergeert asymptotisch naar een horizontale lijn L-L', te zien in figuur 21.2. We noemen dit de "Limit cycle".

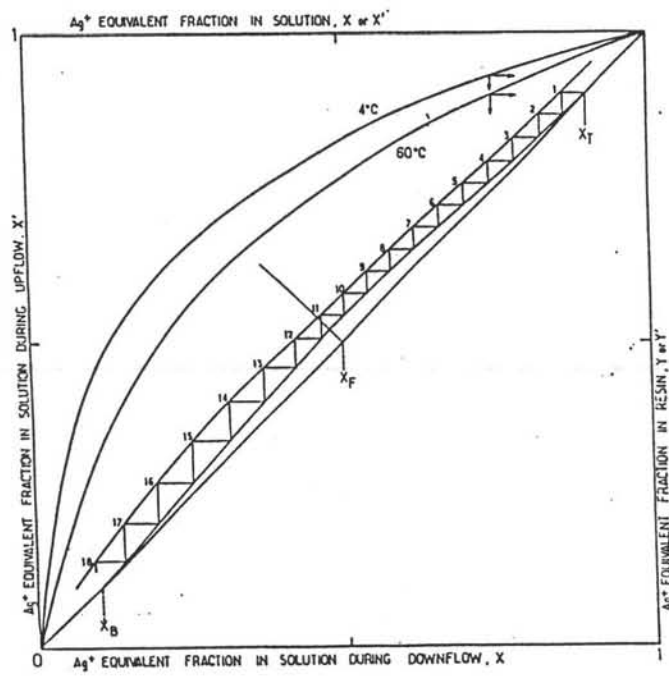
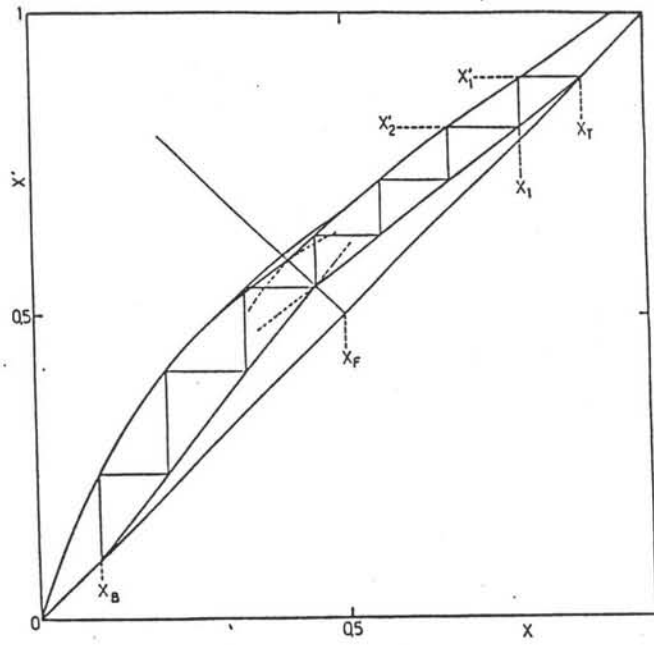
De fysische betekenis hiervan is dat de adsorbent dezelfde samenstelling heeft bij beide temperaturen T en T', en in evenwicht is met de oplossingen X1 en X2. Daarom treedt er geen massa transport op wanneer de oplossing X1 in contact gebracht wordt met de adsorbent bij temperatuur T', terwijl er zich toch een evenwicht instelt. Hetzelfde geldt voor de oplossing X1 en de adsorbent bij temperatuur T.

Duidelijk is dat de scheiding die met een single stage parapomp kan worden bewerkstelligd klein is. Anders wordt dit met een "partial reflux parapomp".

21.2.4 Partial reflux parapomp.

Dit is een kolom die bestaat uit een serie achter elkaar geschakelden batch parapompen, met als TR van een cel de cascade erboven en als BR die eronder. Reflux wordt gerealiseerd door niet het volle volume van een cel door te pompen, maar slechts een gedeelte eV ervan. Dit wordt geïllustreerd in figuur 21.3.

Een invloedrijke variabele is de vorm van de isotherm die het evenwicht van de concentraties in vloeibare en vaste fase bepaalt. Net zoals de damp-vloeistof evenwichtslijn bij



Figuur 21.3 Mc Cabe Thiele methode voor de parapomp.

destillatie kan de isotherm in een diagram worden gezet om te bepalen welke y bij welke x hoort. Met deze relatie en met de massabalans wordt berekend welke x' bij dit evenwicht hoort, en dit wordt weer uitgezet in een nieuwe grafiek, het $x-x'$ diagram. In dit diagram worden de benodigde evenwichtstrappen afgestapt.

Hiermee ligt de weg open voor invoer van experimenteel bepaalde isothermen. De vorm hiervan, oftewel de eigenschappen van het adsorbent, heeft dus veel invloed op de performance van de parapomp. Het blijkt dat de isothermen een centrale rol spelen in de berekening van de parapomp. Volgens ir. J.P. van der Wiel (TUD afd. ST) moet zo een isotherm een vorm hebben zoals is aangegeven in de figuur. De isotherm ligt tussen lijn 1 (y onafhankelijk van x) en lijn 2 (y recht evenredig met x) in. Dit is vanzelfsprekend, aangezien een concave lijn aangeeft dat het adsorbent niet geschikt is voor adsorptie. Bij grote concentratie van het solute in de vloeistoffase hoort dan een kleine concentratie in de vaste fase, terwijl we van een adsorbent juist het omgekeerde wensen.

Lijn 1 stelt de adsorptie in het beste geval voor. Zo is de karakteristiek van een ideaal adsorbent. Lijn 2 geeft aan de relatie voor een adsorbent dat nog net aanvaardbaar is. De isotherm van een echt adsorbent moet hier tussen liggen. Nu kan met een experiment het punt a bepaald worden, en kan er een schatting worden gemaakt van de performance van een parapomp.

Het experiment zou als volgt kunnen worden uitgevoerd. We nemen een blok adsorbent en twee oplossingen. Een solvent wordt gevonden die zeker niet door het adsorbent wordt opgenomen. Hiermee worden twee bekende oplossingen gemaakt, een met water en een met glykol. Dan wordt een deel adsorbent in de water oplossing neergelaten, en een deel in de glykol oplossing. Later wordt de samenstelling van de twee oplossingen bekeken, waardoor bekend wordt hoeveel water en hoeveel glykol er werd geadsorbeerd. Dan is van beide stoffen bekend hoe zij reageren op de aanwezigheid van het adsorbent. Dan kan er worden gemeten met een water-glykol oplossing. Er zal preferentie optred, maar de mate waarin is een criterium voor de bruikbaarheid van het onderzochte adsorbent.

Echter, het uitvoeren van experimenten ligt niet in de scope van de G-opdracht. Tot onze spijt hebben we geen verdere gegevens kunnen vinden over de eigenschappen van een adsorbent zodat dit hoofdstuk hier moet eindigen.

21.3 Omgekeerde osmose.

21.3.1 Inleiding.

Omgekeerde osmose is een door druk gedreven proces membraan proces. De energiekosten zijn over het algemeen laag ten opzichte van concurrerende scheidingsmethoden. Omdat er geen hoge temperaturen in het spel zijn omzeilen we de problemen van thermische ontleding. Omgekeerde osmose is oorspronkelijk een proces voor water zuivering. Het scheidt water van alle mogelijke opgeloste vervuilingen.

Omgekeerde osmose werkt met een semipermeabel membraan, met aan de ene kant oplossing onder hoge druk, en aan de andere kant de gezuiverde vloeistof, het permeaat. Het zuivere water wil terug stromen naar de kant met een hoge concentratie vervuiling door de osmotische druk, maar door de hogere procesdruk wordt de flux juist tegen deze stroom in geforceerd, vandaar omgekeerde osmose.

21.3.2 Theorie.

Er zijn verschillende theorieën en modellen over hoe het proces in zijn werk gaat. Sourirajan [31] had de hand in de ontwikkeling van het eerste bruikbare filter. Hij houdt aan dat er een negatieve adsorbtie optreedt aan de grens van de vloeistof aan voedingszijde en het membraan. Dit resulteert in een zeer dun laagje zuiverder vloeistof tegen het membraan. Aangezien de osmotische druk sterk afhankelijk is van het concentratie verschil over het membraan, heeft deze aanname grote invloed op de uitkomsten van de berekeningen.

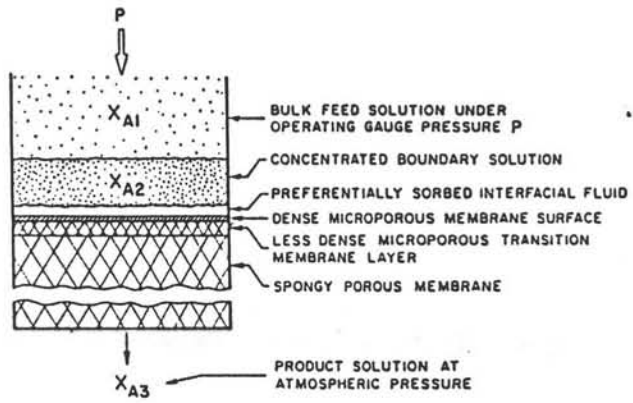
Andere theorieën zijn opgezet, maar er zijn geen principiële verschillen. Waar het in weze allemaal om draait zijn de drijvende krachten van het proces. Er zijn twee onafhankelijke drijvende krachten: Het drukverschil voor de stroming van het permeaat, het water en het concentratieverschil als kracht voor het solute.

Het concentratie verschil heeft invloed op de waterflux want de osmotische druk, of beter gezegd de netto osmotische druk, is rechtstreeks afhankelijk van het concentratie verschil over het membraan. Als de osmotische druk hoger wordt, blijft er minder over van de procesdruk, hetgeen in een lagere permeaatflux resulteert.

De model vergelijkingen zijn ruwweg van de vorm:

$$F_w = K_1 (P - \Delta\pi) \quad F_s = K_2 (C_1 - C_2) \quad \text{met}$$

F_w = de waterflux in M³/M² s



De verschillende concentratie gebieden rond een membraan.

F_s = de soluteflux in $\text{Kg}/\text{M}^2 \text{ s}$
 K_1 = een constante voor de membraan eigenschappen.
 K_2 = een constante afhankelijk van de solute.
 P = de procesdruk.
 $\Delta\pi$ = de netto osmotische druk.
 C_1 = concentratie van solute aan de voedingszijde.
 C_2 = concentratie aan de permeaatzijde van het membraan.

We zien dat de netto osmotische druk een grote invloed heeft op de waterflux. Van belang is om te weten hoe deze afhangt van de concentraties. Van 't Hoff geeft hiervoor een eenvoudige relatie

$$\Delta\pi = RT/V_m (X_1 - X_2) \text{ met:}$$

V_m = het molaire volume
 X_1 = de fractie solute in de voeding (2 in permeaat)

Volgens van 't Hoff is de netto osmotische druk evenredig met het concentratie verschil over het membraan.

Als we dit gaan quantificeren, dan blijkt dat voor lage concentraties van de voeding al een aanzienlijke bereikt kan worden. Procesdrukken van 28 to 60 bar zijn daarom niet ongewoon. Vanwege deze zeer hoge drukken wordt er een strenge beperking gelegd op de verlaging van de concentratie, ofwel op de zuivering van het water. Toch blijkt vaak dat omgekeerde osmose in samenwerking met verdamping gunstig uitvalt ten opzichte van verdamping alleen. Het is nu aan ons om te bekijken hoe en of omgekeerde osmose zou passen in ons proces van ontwateren.

21.3.3 Het model van Sourirajan.

Sourirajan [31] definieert drie gebieden rond het membraan. De voedings bulk met concentratie X_{a1} , een dun laagje aanliggend aan het membraan met een hogere concentratie X_{a2} (veel dikker dan het absorbtie laagje) en de permeaat bulk met concentratie X_{a3} . Om het membraan-oplossingssysteem te bekijken definieert hij de volgende parameters:

A de zuiver water permeabiliteit. Deze is afhankelijk van de permeabiliteit per vierkante meter van het membraan, de oppervlakte van het membraan, het molgewicht van het water en de procesdruk. Eenheden in $\text{Kg}/\text{M}^2\text{s} \cdot \text{Kmol}/\text{Kg} \cdot 1/\text{M}^2 \cdot 1/\text{bar}$.

Nb het transport van het oplosmiddel, water, afhankelijk van de diffusiesnelheid, de moleculaire dichtheid en de concentratie in de voeding en in het permeaat.

(Dam/Kd)

de parameter van het transport van solute gegeven in cm/s, een combinatie van drie fysich belangrijke quantiteiten, die niet apart te meten zijn, vandaar dat ze altijd gecombineerd voorkomen. Het gaat om de solute diffusie door het membraan (Dam), de effectieve filmdikte (d) en de K factor die het evenwicht aangeeft tussen de solute concentratie in de oplossing en die in het membraan. Uit het oogpunt van ontwerpen is het genoeg om de waarde van de parameter (Dam/Kd) te weten en niet de drie factoren apart.

k

de massatransport coëfficiënt aan de hoge druk kant van het membraan. Een voor ontwerpen belangrijke coëfficiënt. Hij is afhankelijk van de eigenschappen van het solute, de concentratie van de voeding, de voedingssnelheid en van de geometrie van het apparaat. Hij kan experimenteel worden bepaald.

De vergelijkingen die de bovengenoemde parameters beschrijven en relateren volgen hieronder.

$$A = \frac{(PWP)}{M_B \cdot S \cdot P}$$

$$\begin{aligned} N_B &= A \cdot (P - \pi(x_{A2}) + \pi(x_{A3})) \\ &= \left(\frac{D_{AM}}{K_S} \right) \cdot \left(\frac{1 - x_{A3}}{x_{A3}} \right) \cdot (C_2 - x_{A2} - C_3 - x_{A3}) \\ &= \kappa C_1 (1 - x_{A2}) \cdot \ln \left(\frac{x_{A2} - x_{A3}}{x_{A1} - x_{A3}} \right) \end{aligned}$$

Combinatie van deze vergelijkingen en invullen van experimentele waarden geeft met proberen en verbeteren de permeaatflux. Verder wordt met als ingangsgegevens de geeiste scheiding en de voedings concentratie de permeaat concentratie bepaald. Voor ons is van belang de concentratie van de vloeistof die niet door het membraan heen is gegaan. Deze waarde kan nu worden berekend.

21.3.4 Feasibility.

Alvorens diep in berekeningen te duiken lijkt het verstandig om een klein "feasibility" berekeningetje uit te voeren. Als we weten wat de osmotische druk is van ons mensel, dan kunnen we al heel wat zeggen over het energieverbruik van het apparaat. We gebruiken daarvoor de relatie van van 't Hoff. Als we onze procesgegevens invoeren dan krijgen we een osmotische druk van 71 bar.

Om dit resultaat eens te toetsen aan de praktijk werd het membraan producerende bedrijf Stork Wafilin in Friesland gebeld. Hier kwam uit dat zij de vergelijkingen van Sourirajan niet gebruiken omdat voor hen de procesvoeding niet in verhouding nauwkeurig genoeg te definiëren is en omdat het membraangedrag in de tijd niet constant is zoals Sourirajan dat wel aanneemt. Kortom de beperkingen van het model wegen te zwaar.

Daarom wordt er bij Stork Wafilin met een vuistregel gewerkt voor de osmotische druk die een goede benadering geeft van de gevraagde grootte. Deze regel luidt: 1 mol solute per liter oplosmiddel geeft 22 bar druk. Voor ons resulteert dit in, met 10 mol% voeding gelijk aan 6 mol/liter een osmotische druk van ongeveer 130 bar.

Dit betekent dat willen we een permeaatflux bewerkstelligen dan moet de procesdruk hoger zijn dan deze waarde. Verder neemt Stork Wafilin dan nog 75% van de hieruit berekende flux aan als reeel, omdat er rekening gehouden moet worden met vervuiling, retentie en de veranderende eigenschappen van de voeding. Een idee is om net zoals zo vele scheidingsprocessen omgekeerde osmose uit te voeren in tegenstroom. Op deze manier zou de concentratie sprong en daarmee het osmotische druk verschil, over het membraan klein blijven en misschien een grotere verrijking van de voeding bereikt kunnen worden. Echter, hiervoor zijn nog geen modellen beschikbaar dus berekeningen moeten achterwege blijven.

De hoogste druk die gezet kan worden op een modern membraan ligt in de orde grootte van 90 bar. We zien dus dat omgekeerde osmose voor ons proces in deze vorm niet geschikt is.

21.4 Destillatie met sleepmiddel.

Dit is het proces dat op dit moment wordt toegepast door Shell Moerdijk voor de scheiding van het proces water in de fijne sectie. Een hinderlijke eigenschap van Glycol is de lage ontledings temperatuur. Daardoor wordt de maximale toelaatbare temperatuur sterk onder de kook temperatuur bij atmosferische druk gebracht. Er moet dus vacuum gedestilleerd worden.

Een manier om hieraan te ontkomen is om een sleepmiddel in de kolom te brengen, die de kooktemperatuur drukt. Deze methode wordt toegepast in de gaswinnings industrie. Daar wordt het Glycol gebruikt als droogmiddel, vanwege de hydrofiliteit van de stof. Op een platform is weinig ruimte, dus het is belangrijk om geen grote dikke kolommen te hoeven gebruiken. Verschillende methoden zijn hiervoor bedacht, waaronder het Drizo dehydration proces[?]. Vergelijken we dit proces met het vacuum destilleren, dan valt ons op dat:

- Het sleepmiddel moet extra worden verdampt

- Een extra tank is nodig voor de scheiding van product en sleepmiddel, bij voorkeur een azeotropische scheiding.
- Er wordt een vervuilende stof geïntroduceerd bij het product. Er moet rekening gehouden worden met eventuele invloed op de reactie kinetiek vanwege de terugvoer van het proceswater.
- Bij vacuumdestilleren is een dikke kolom nodig vanwege de grote gasstroom.
- Deze kolom moet versterkt worden tegen druk van buiten, en tegen lekkage.
- Het op vacuum houden kost energie.

Het sleepmiddel dat over het algemeen wordt toegepast is Toluëen. Dit blijft in een zeer kleine concentratie in het water zitten, hoeveel er in de Glycol komt is niet bekend. Voor de gasindustrie is dit niet van belang, aangezien daar Glycol niet het product is. Hier echter wel, en dit is van doorslaggevend belang in de keuze van de scheidingsmethode.

Om de laatstgenoemde reden wordt niet gekozen voor destillatie met sleepmiddel.

Hoofdstuk 22

CONCLUSIE.

We hebben om het water van het mengsel glycolen te scheiden een aantal methoden onderzocht. We kunnen concluderen dat slechts een methode echt toepasbaar is. Dit is de serie van achtereenvolgens een flashvat, drie verdampers, en een destillatiekolom. Deze is dan ook verder uitgewerkt. Hierbij konden de verdampers zodanig geoptimaliseerd worden, dat er geen toevoer van verse stoom nodig is.

Voor deze uitwerkingen zijn een aantal modellen gebruikt (bijvoorbeeld: UNIFAC voor de beschrijving van de fasenevenwichten en de methode volgens Billet voor de beschrijving van de vloeistoffilm in de verdampers). Men moet zich er van bewust zijn dat deze modellen van de werkelijkheid kunnen verschillen. Dit blijkt ondermeer uit figuur X.X waar de experimentele- en de theoretische UNIFAC waarden van het fasenevenwicht bij een druk van een bar weergegeven zijn. Deze blijken niet exact overeen te komen.

In een tijdsbestek van drie maanden is getracht een zo goed mogelijk proces te ontwerpen voor de scheiding van water en ethyleenglycol. Er zou verder geoptimaliseerd kunnen worden naar een lager percentage ethyleenglycol uit de verdampers in de recyclestroom (door bijvoorbeeld de druk in de laatste verdamper te verhogen). Dit zal waarschijnlijk een grotere concentratie water in de stroom naar de destillatiekolom veroorzaken, waardoor hogere energiekosten in de reboiler ontstaan. Er moet dan een afweging worden gemaakt tussen deze kosten en de meeropbrengst aan ethyleenglycol.

deel 3

GLYKOLEN_SCHEIDING.

Hoofdstuk 23

INLEIDING.

Het doel van de scheidingssectie is het scheiden van de watervrije produktstroom die afkomstig is van de waterscheiding en de tweede reactor. Deze produktstroom bestaat uit:

- 150 kton/j Mono Ethyleen Glycol (MEG)
- 10 kton/j Di Ethyleen Glycol (DEG)
- 10 kton/j Tri Ethyleen Glycol (TEG)
- 2.8 kton/j Hoger Ethyleen Glycol (HEG)
- 8.7 kton/j MEG-Recyclestroom
- 21 kton/j DEG-Recyclestroom.

Het probleem is nu hoe kunnen deze aan elkaar verwante stoffen op het eerste gezicht zo goedkoop mogelijk van elkaar gescheiden worden en tegelijk aan de gewenste produktspecificaties voldoen.

Voor het scheiden van vier goed in elkaar oplossende stoffen zijn verschillende methoden bekend:

1. Gebruik makend van het verschil in oplosbaarheid van de componenten in een hulpstof (extractie). Dit is echter een verschuiving van het probleem, want na deze scheiding moeten de hulpstoffen weer gescheiden worden van elk der componenten.
2. Gebruik makend van het verschil in relatieve vluchtigheid van de componenten (destillatie). Dit ziet er veelbelovend uit. De kookpunten van de componenten liggen zover uit elkaar dat destillatie op het eerste gezicht geen problemen geeft.

De kookpunten zijn resp. (bij 1 bar)

- MEG 197.6 °C
- DEG 245.5 °C
- TEG 287.6 °C
- HEG 307.8 °C

De voorstudie [10] heeft in de bespreking van de BIOS-rapporten ook de destillatietrein meegenomen. Hierin worden alle scheidingen in enkele kolommen uitgevoerd. De temperaturen die hier worden genoemd zijn hoger dan de voor ons gestelde maximale bodemtemperatuur van 174 °C. Dit heeft tot gevolg dat bij lagere

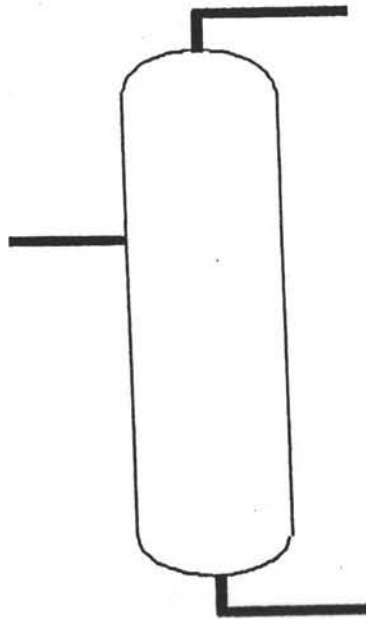
drukken gedestilleerd moet worden om deze maximale temperatuur niet te overschreiden. Deze 174 °C is gebaseerd op een maximaal toelaatbare degradatie van de glycolen.

Er zijn bij destillatieprocessen verschillende uitvoerings mogelijkheden. Deze kunnen grofweg worden verdeeld in :

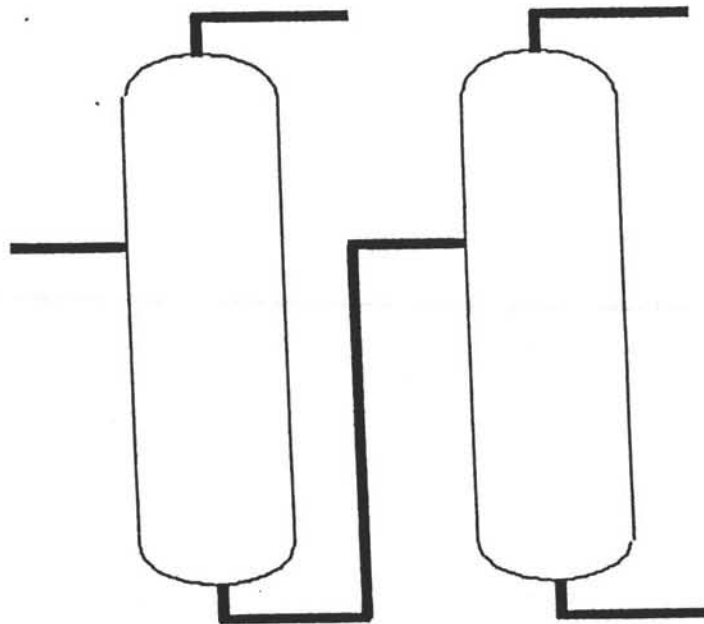
1. schotelkolommen en
2. gepakte kolommen.

- ad 1. De schotelkolommen zijn onder te verdelen in kolommen met klokjes-, klepjes- en zeefschotels. Aangezien er onder lage drukken (vacuum) gedestilleerd moet worden valt de keuze al snel op de schotels met de laagste drukval. Dit zijn zeefschotels. Bij de verdere berekeningen van schotelkolommen wordt hier dan ook van uitgegaan.
- ad 2. De gepakte kolommen zijn onder te verdelen in kolommen met losse- en gestructureerde pakking. De gestructureerde pakkingen hebben een lagere drukval en een hoger rendement dan de losse pakkingen. Bij verdere berekeningen van gepakte kolommen wordt uitgegaan van gestructureerde pakking.

Er is door Shell gevraagd in het kader van deze studie een vergelijking te maken tussen schotelkolommen en kolommen met een gestructureerde pakking. De destillatietrein zal voor beide soorten kolommen ontworpen worden en uiteindelijk zal een aanbeveling voor de gunstigste configuratie gedaan worden.



figuur 24.1



figuur 24.2

Hoofdstuk 24

DE KOLONKONFIGURATIES.

De produktstroom moet door destillatie gescheiden worden. Er moet echter gedestilleerd worden binnen de volgende randvoorwaarden:

1. De specificaties op gebied van zuiverheden moeten gehaald worden. (zie Shell specificatiebladen)
2. De temperatuur van de stromen mag nergens boven 174 °C komen.

Er is geprobeerd de eindprodukten als topprodukt te winnen. Dit heeft als voordeel:

- Als het eindprodukt als topprodukt gewonnen wordt, komt dit de zuiverheid ten goede.
- De scheidingsvolgorde is naar toenemend kookpunt. Op deze wijze is de totale hoeveelheid topstromen geminimaliseerd.

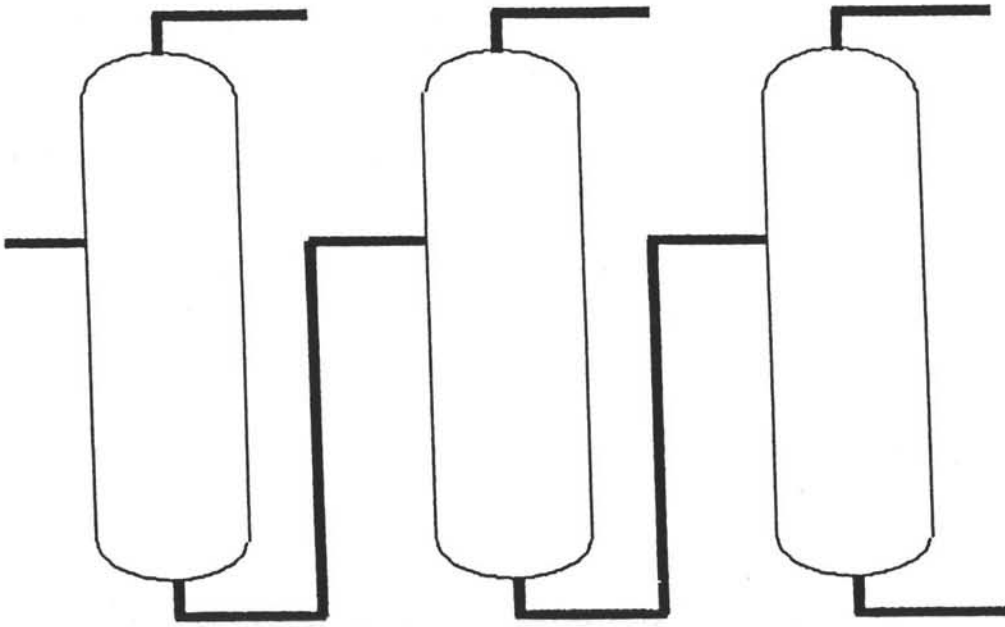
Om vier componenten te kunnen scheiden zijn minimaal drie kolommen nodig. Worden de vorige ontwerpregels aangehouden dan ontstaat de eenvoudigste configuratie (zie figuur 24.1). Op grond van dit plaatje kan de destillatie in drieën gescheiden worden:

1. de MEG-DEG scheiding
2. de DEG-TEG scheiding
3. de TEG-HEG scheiding

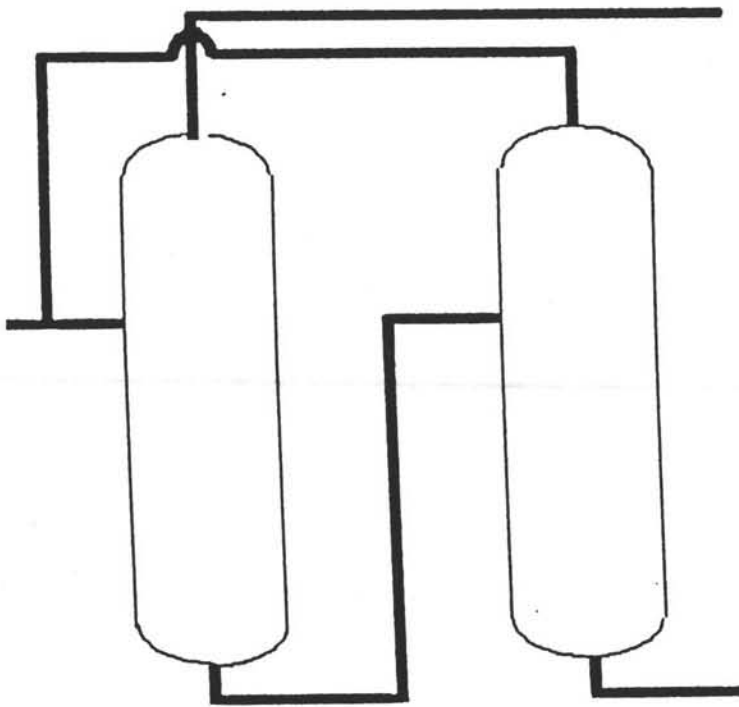
In alle drie de secties is de maximale temperatuur echter 174 °C. Als de configuratie van figuur 24.1 aangehouden wordt zijn de maximale drukken per kolom achtereenvolgens:

- kolom 1 65 mbar
- kolom 2 23 mbar
- kolom 3 4 mbar

Er moet dus onder vacuüm gedestilleerd worden. Dit heeft tot gevolg dat er grote gasstromen en dus grote kolommen ontstaan. Om de kolom afmetingen binnen de perken te houden zijn verschillende oplossingen mogelijk. Een voor de hand liggende oplossing is om niet alle MEG in een keer af te destilleren maar in twee of meer kolommen. Dit in gedachte houdend kunnen voor de MEG-DEG scheiding de volgende alternatieven worden bedacht:



figuur 24.3



figuur 24.4

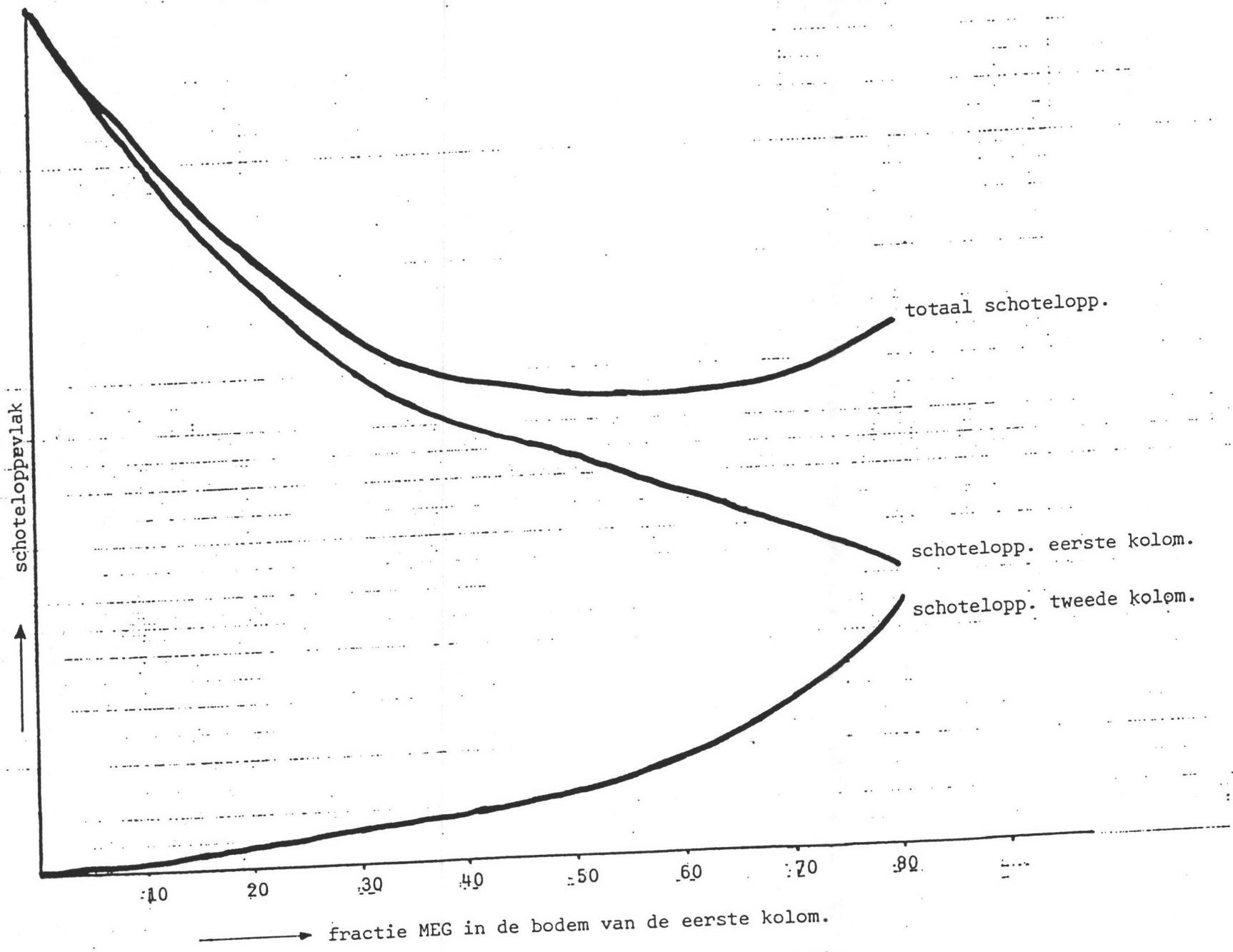
- 2 kolommen in serie (zie figuur 24.2).
- 3 kolommen in serie (zie figuur 24.3).
- 2 kolommen in serie met een terugkoppeling (zie figuur 24.4).

Deze alternatieve configuraties gelden ook voor de DEG-TEG en de TEG-HEG scheiding met de zelfde voordelen. De vier genoemde configuraties zullen per sectie worden bekeken en er zal een gemotiveerde keuze worden gedaan.

Bij de berekening van de configuraties is gebruik gemaakt van een Shortcut programma uit Process. Dit Shortcut programma berekent de kolom met behulp van Underwood-Fenske. Bij de configuratiekeuze is eerst naar de eerste sectie gekeken: de MEG-DEG scheiding. Bij een keuze van een kolom is na enkele berekeningen gebleken dat deze kolom erg groot zou worden door grote massastromen en lage drukken. Een scheiding in twee kolommen blijkt al een grote verbetering te geven, twee veel kleinere kolommen met ongeveer gelijkblijvend energieverbruik MEG over de bodem van de eerste kolom heeft de volgende voordelen:

- MEG in de bodem geeft een kookpuntverlaging van het bodemprodukt. Hierdoor is een hogere druk in de eerste kolom mogelijk met als gevolg een kleinere kolom. Dit is erg belangrijk omdat in de eerste kolom de grootste hoeveelheid MEG wordt afgescheiden. MEG is namelijk verreweg de grootste massastroom in de kolommen.
- Omdat de bodemspecificatie van de eerste kolom minder streng is krijgt deze kolom minder schotels en een lagere drukval.

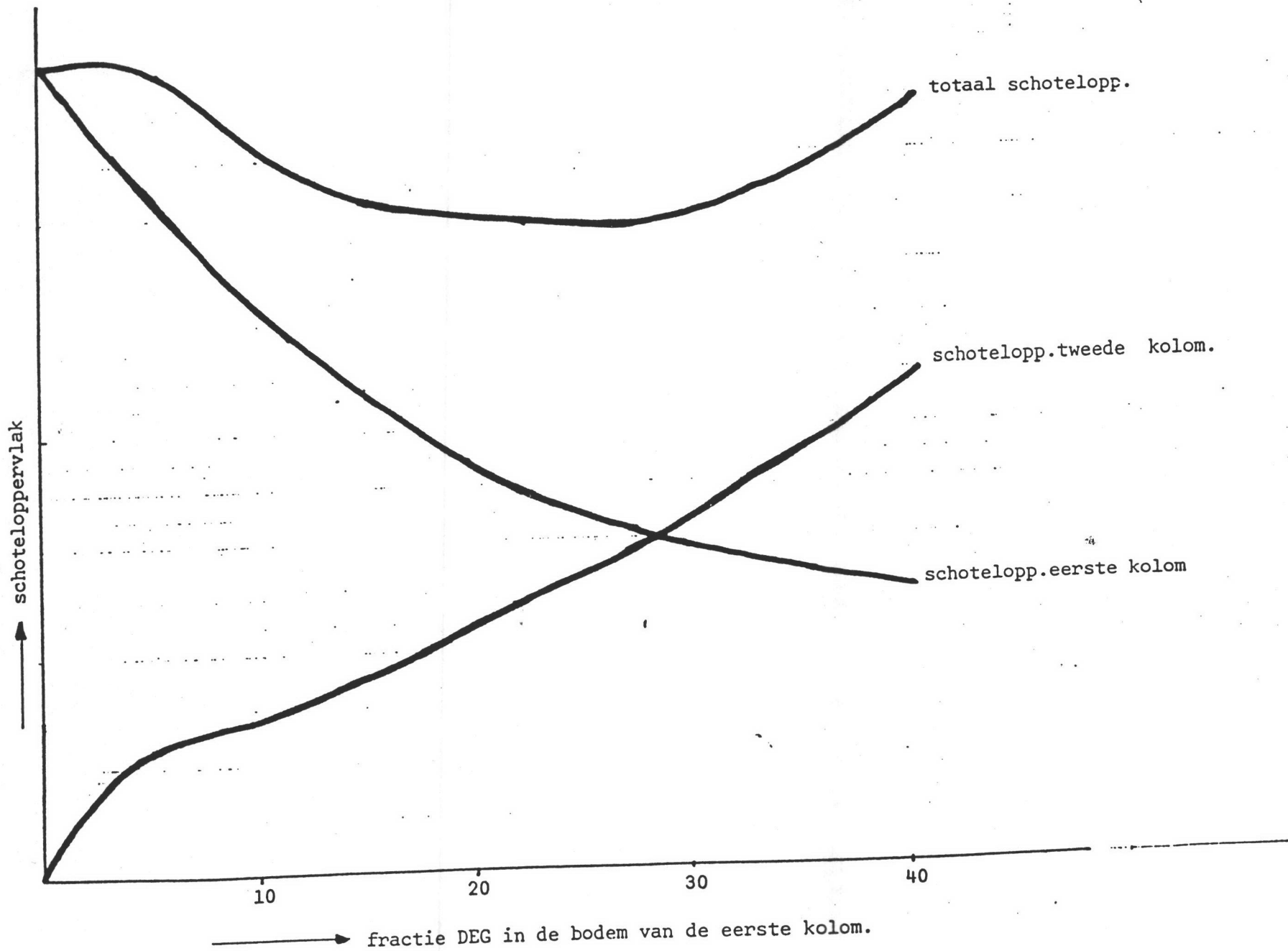
Nu is een optimum gezocht voor het percentage MEG in de bodem van de eerste kolom. Er is geoptimaliseerd naar minimaal schoteloppervlak in de beide kolommen. Met Underwood-Fenske is dit voor verschillende fracties MEG in de bodemstroom berekend. Het optimum blijkt te liggen bij een fractie MEG van 0.55 over de bodem van de eerste kolom zoals blijkt uit figuur 24.5. Hierna zijn ook nog drie kolommen in serie doorgerekend. Dit blijkt nog iets gunstiger uit te komen, dus nog kleinere oppervlakken in de kolommen. Het verschil is echter zo klein dat de extra kosten voor een derde kolom waarschijnlijk niet opwegen tegen de voordelen. Als laatste is nog gekeken naar een terugvoer van het topprodukt van de tweede kolom naar de eerste kolom. Het topprodukt van de tweede kolom hoeft niet zo zuiver te zijn. De tweede kolom kan minder schotels krijgen, wat resulteert in een lagere drukval en een minder hoge kolom. Daar tegenover staat echter dat het totale energie verbruik van beide kolommen door deze terugvoer stijgt. De stijging blijkt zo groot dat de besparing door een goedkopere tweede kolom snel teniet wordt gedaan. De keuze voor de MEG-DEG scheiding valt voorlopig op twee kolommen in serie (zie figuur 24.2), zonder terugvoer van het topprodukt van kolom twee, en met een fractie MEG in het eerste bodemprodukt van 0.55. Van de tweede reactor wordt ook nog een produktstroom aan de destillatietrein toegevoerd. Deze stroom die ongeveer 30 procent MEG bevat, wordt in de tweede kolom toegevoerd net onder de voedingsschotel.



fractie MEG in de bodem van de eerste kolom.
 figuur 24.5. Optimalisatiekurve eerste sectie

Bij de tweede sectie, de DEG-TEG scheiding, kan eenzelfde redenatie als bij de eerste sectie worden gevolgd. De scheiding in een kolom uitvoeren geeft een grote kolom met veel schotels, dus een hoge drukval en met grote gasstromen door de lage druk van 23 mbar. Ook hier bieden meerdere kolommen een oplossing. Er is weer met Process geoptimaliseerd naar minimaal schoteloppervlak in de kolommen. Dit geeft een optimum. (zie figuur 24.6). Bij een configuratie van twee kolommen in serie ligt het optimum bij een fractie DEG van 0.30 over de bodem van de eerste kolom. Drie kolommen in serie en twee kolommen met terugkoppeling vallen om dezelfde reden als bij de eerste sectie af. Bij de DEG-TEG scheiding is dus gekozen voor twee kolommen in serie zonder terugkoppeling (zie figuur 24.2), met 30 procent DEG in het bodemprodukt van de eerste kolom.

Bij de derde sectie, de TEG-HEG scheiding, gaat het nog maar om een kleine massastroom. De scheiding in een kolom zou dus geen bezwaar zijn. Uit de berekeningen blijkt echter dat de kolom een groot aantal theoretische schotels krijgt. De bodemdruk is echter maar 4 mbar waardoor de hoge drukval niet toelaatbaar is. Deze kolom is dus niet mogelijk. Er is hierna weer gekeken naar twee kolommen in serie (zie figuur 24.2). Als het eerste bodemprodukt 30 procent TEG bevat krijgt de eerste kolom minder schotels en een hogere toelaatbare bodemdruk, waardoor deze wel mogelijk lijkt. De tweede kolom houdt echter zijn lage bodemdruk waardoor het twijfelachtig is of deze kolom uit te voeren is binnen de gestelde randvoorwaarden zoals zuiverheden en maximale temperatuur.



fractie DEG in de bodem van de eerste kolom.

figuur 24.6. Optimalisatiekurve tweede sectie.

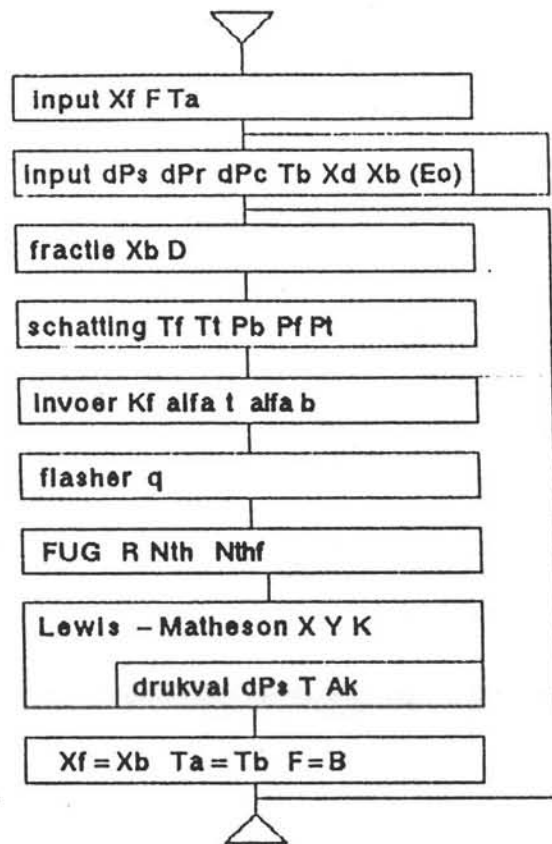
Hoofdstuk 25

REKENMODELLEN DESTILLATIE.

De destillatiekolommen zijn eerst met de hand doorgerekend met Underwood-Fenske en met de grafische methode van McCabe-Thiele. Doordat bij de optimalisatieprocessen van de kolomconfiguraties vele kolommen doorgerekend moesten worden, is computerprogrammatuur opgezocht. Process [19] blijkt verschillende destillatie berekeningen te bevatten. Voor het doorrekenen van de kolommen is een programma geschreven dat gebruik maakt van Underwood-Fenske. Een voorbeeld van dit shortcut programma staat in appendix X. De resultaten van dit programma blijken goed overeen te komen met de handberekeningen. Met behulp van dit programma zijn de kolomconfiguraties bepaald.

Om de kolommen op een nauwkeurigere manier te berekenen is met behulp van Process een "schotel tot schotel"-berekening uitgevoerd gebaseerd op Lewis-Matheson. Een voorbeeld van dit rigoureuze programma staat in appendix Y. In dit programma wordt een drukval over de kolom geïntroduceerd. De eerste sectie (de eerste twee kolommen) is met dit programma nagerekend. Het programma blijkt echter zo weinig flexibel dat er veel werk verricht moet worden om een kolom kloppend te krijgen (de massa-, kookpunt-, en enthalpiebalansen moeten kloppen over de gehele kolom).

Omdat het rigoureuze programma vrij gebruikers onvriendelijk blijkt, en om een meer reële benadering van de kolom te krijgen, is een eigen komputerprogramma geschreven. Dit komputerprogramma is ook gebaseerd op Lewis-Matheson. Met behulp van dit programma zijn de definitieve kolomberekeningen uitgevoerd. Hierbij worden de mengsels ideaal verondersteld. Bij dit programma zijn we uit gegaan van een geïntegreerd model. Hierbij moet de voedings- en geschatte destillaatsamenstelling (in molfracties), de temperatuur van de aanvoerstroom, de temperatuur van het bodemprodukt, de geschatte drukval over een theoretische schotel en bij een schotelkolom het geschatte schotelrendement worden opgegeven. De rest van de gegevens wordt door het model zelf berekend waarbij de uitvoer van de ene subroutine als invoer dient voor de volgende (zie figuur 25.1). Iedere bewerking die uitgevoerd wordt in de subroutines zullen hier heel kort worden toegelicht. Een uitgebreide bespreking van het programma vindt u in appendix Z.



figuur 25.1

25.1 Fractie

Hier wordt met de invoer gegevens de destillaatstroom berekend. Met de overall massabalans per component wordt de samenstelling van het bodemprodukt berekend.

25.2 Schatting

Met de gegeven bodemtemperatuur-en samenstelling wordt, m.b.v. een interpolatieformule voor de dampspanning, de druk onder in de kolom berekend. Het aantal theoretische schotels (en de plaats van de voedingsschotel) wordt berekend met de Fenske vergelijking (zie appendix Z). Met de geschatte drukval per theoretische schotel kan nu de voedings-en topdruk worden berekend. Met de voedings-en destillaatsamenstelling (in molfracties) kan de temperatuur op de voedingsschotel en de temperatuur in de top berekend worden.

25.3 Invoer

Met de geschatte druk en temperatuur kan m.b.v. de formules voor de dampspanningen (zie appendix Z) en de berekende druk, de evenwichtsconstante bij voedingscondities berekend worden. Bij de top-en bodemcondities wordt de relatieve vluchtigheid van de componenten (t.o.v. de zware sleutelcomponent) berekend.

25.4 Flasher.

Daar (bij de door ons doorgerekende configuraties) de temperatuur van de aanvoerstroom hoger is dan de gewenste voedingstemperatuur wordt deze stroom adiabatisch geflasht. Hierdoor zal de aanvoerstroom afkoelen tot de (geschatte) voedingstemperatuur. De warmte die hierbij vrijkomt wordt gebruikt om een deel van de aanvoerstroom te verdampen. Daar de verdampingswarmte van de verschillende componenten niet het zelfde is moeten de evenwichtsconstanten bij de voedingscondities bekend zijn (zie appendix Z). De damp-vloeistof verhouding van de voeding wordt uitgedrukt in een q-waarde.

25.5 FUG

Met de methode van Fenske, Underwood en Gilliland wordt bij gegeven top-, voeding- en bodem samenstelling (in molfracties) en de gemiddelde relatieve vluchtigheid van de lichte sleutelcomponent, het aantal theoretische schotels, de plaats van de voedingsschotel en de reflux berekend.

25.6 Lewis Matheson

Met de methode van Lewis Matheson wordt de kolom van schotel tot schotel doorgerekend. Hierbij wordt gebruik gemaakt van de gegevens uit de FUG methode. De samenstelling van de damp en de vloeistof is nu op iedere schotel bekend.

25.7 Drukval

De drukval berekeningen per theoretische schotel wordt van de top naar de bodem uitgevoerd. De berekende top druk dient hierbij als startwaarde. Met de samenstellingen gevonden met de schotel tot schotel berekeningen worden de temperatuur, het molgewicht van de damp en de vloeistof, de dichtheid van de damp en de vloeistof en de oppervlaktetenspanning berekend. Met de gegevens wordt dan de drukval over een theoretische schotel uitgerekend. De druk op de volgende schotel is nu de druk met daarbij opgeteld de drukval over de schotel. Op de manier wordt door gerekend tot de bodem. Als de bodem druk niet overeenstemt met de geschatte bodemdruk moet de berekening opnieuw worden uitgevoerd (zie ook hoofdstuk 26.5).

Symbolen lijst

xf = molfractie in de voeding
xd = molfractie in het destillaat
xb = molfractie in het bodemprodukt
dPs = drukval over een theoretische schotel (mbar)
Eo = gemiddelde schotel rendement
dPr = drukval over de reboiler (mbar)
dPc = drukval over de condensor (mbar)
Pb = bodemdruk (mbar)
Pf = voedingsdruk (mbar)
Pt = topdruk (mbar)
Tb = bodemtemperatuur (°K)
Tf = voedings temperatuur (°K)
Tt = top temperatuur (°K)
Ta = aanvoertemperatuur (°K)
K = evenwichts constante
R = reflux

Nth =aantal theoretische schotels
Nthf=plaats van de voedings schotel
x =molfractie in de vloeistof
y =molfractie in de damp
Ak =kolom oppervlakte (m²)
T =temperatuur (°K)
F =voedingsstroom (mol/s)
D =destillaatstroom (mol/s)
B =bodemprodukt stroom (mol/s)

Hoofdstuk 26

DIMENSIONERING VAN SCHOTELKOLONNEN MET ZEEFSCHOTELS.

26.1 Stromingsverschijnselen op een schotel.

Bij het dimensioneren van destillatiekolommen wordt de kolom in twee delen opgesplitst :

een sectie boven de voeding : de topsectie
een sectie onder de voeding : de bodemsectie

De molaire verdampingswarmtes van de verschillende componenten worden verondersteld gelijk aan elkaar te zijn. De molenstromen van gas en vloeistof in elk der secties zijn dus constant en worden berekend op navolgende wijze :

$$\begin{aligned} \text{top :} \quad L &= R * D \\ G &= (R+1) * D \\ \text{bodem :} \quad L &= R * D + q * F \\ G &= (R+1) * D - (1-q) * F \end{aligned}$$

Het verdere verloop van de berekening van de dimensies is identiek voor top- en bodemsectie. In een destillatiekolom kunnen beide secties dus als onafhankelijke kolommen worden beschouwd, ieder met hun eigen diameter, hoogte, etc. De verticale snelheden van gas en vloeistof in de kolom (bij een bekend verondersteld oppervlak A) laten zich als volgt berekenen :

$$\begin{aligned} U_g &= G * M_g / (\rho_g * A) && \text{(m/s)} \\ U_l &= L * M_l / (\rho_l * A) && \text{(m/s)} \end{aligned}$$

De dimensieloze flowparameter is een procesvariabele (L/G in het McCabe-Thiele diagram) gecorrigeerd voor de dichtheidsverhouding van de fasen en is als volgt gedefinieerd :

$$\phi = \frac{U_{l,s} * \rho_l^{1/2}}{U_{g,s} * \rho_g^{1/2}} = \frac{L * M_l * \rho_g^{1/2}}{G * M_g * \rho_l^{1/2}}$$

De flowparameter is een maat voor de relatieve vloeistofbelasting van de kolom. In ons geval van vacuumdestillatie hebben we te

maken met lage vloeistofbelastingen. De flowparameter varieert van minimaal 0.001 in de topsectie tot maximaal 0.040 in de bodemsectie. Het operatiegebied van deze destillatie kan - gezien deze waarden - zowel in het druppelregime als in het "froth"-regime liggen. Het druppelregime treedt op bij lage vloeistofbelastingen en hoge dampnelheden. Aldus is op een schotel de gasfase de continue fase waarin de vloeistof wordt gedispergeerd in de vorm van druppels. Bij wat hogere vloeistofbelastingen treedt het zogenaamde "froth" op, een situatie waarin bellen en druppels in een schuimende toestand naast elkaar voorkomen. Het overgangsgebied van het druppelregime naar het "froth"-regime is niet duidelijk aan te geven. Het is daarom belangrijk dat we bij het bepalen van de belastinggrenzen van onze schotelkolommen met beide stromingsverschijnselen rekening houden.

26.2 Maximale gasbelasting.

Flooding door meesleuring.

De maximale gasbelasting in het druppelregime wordt bepaald door flooding door meesleuring ("entrainment"). De vloeistofdruppels mogen door de gasstroom niet meegesleept worden tot de bovenliggende schotel. De effectiviteit van de stofoverdracht wordt nadelig beïnvloed en daalt sterk als gevolg van kortsluiting tussen de schotels. De maximale gasbelastingfactor $L_{s,max}$ kan geschat worden met behulp van het kritisch Webergetal $We(kr)$:

$$L_{s,max} = F^{\frac{1}{2}} * \left[\frac{4 We(kr) * g}{3 Cd} \right]^{\frac{1}{2}} * \frac{\sigma^{\frac{1}{4}}}{\rho l^{\frac{1}{4}}}$$

We stellen dat wanneer bij een bepaalde gassnelheid de druppeldiameter groter is dan overeenkomt met $We(kr)$, dat dan deze druppels opgebroken worden tot kleinere. Dit moet voorkomen worden omdat kleinere druppels makkelijker meegesleept worden. $We(kr) = 15$. De meesleepcoëfficiënt $Cd = 0.44$. Afhankelijk van de vrije ruimte F varieert $L_{s,max}$ van 0.10 - 0.13 m/s.

Flooding door bedexpansie.

Bij voldoende capaciteit van de valpijpen en kleine schotelafstand wordt de maximale gasbelasting bepaald door expansie van het tweefasenbed. De maximale belastbaarheid wordt dan bereikt wanneer de bedhoogte h_b gelijk wordt aan de schotelafstand H_s . Bij lage vloeistofbelastingen, waar wij mee te maken hebben, geldt bij benadering voor de maximale gasbelastingfactor $L_{s,max}$:

$$L_{s,max} = 0.15 * H_s^{\frac{1}{4}}$$

Bij een schotelafstand van 0.5 m is $L_{s,max}$ 0.106 m/s.

Zowel in de formule voor entrainment als in de formule voor bedexpansie komen parameters voor die direkt te maken hebben met het schotelontwerp, namelijk H_s en F . De schotelafstand wordt in dit stadium voor het ontwerp op 0.5 m geschat. Deze afstand is een standaardmaat bij vacuümdestillaties (0.4 - 0.6 m) en deze is net groot genoeg voor het inbouwen van mangaten.

F is de vrije ruimte betrokken op het actief schoteloppervlak en deze kan bij vacuümdestillaties variëren van 10 - 15 %. In dit stadium wordt F voorlopig op 15 % gesteld om de drukval per schotel zo klein mogelijk te houden. Bij vacuümdestillaties met een maximale kooktemperatuur in de bodem is het toelaatbaar drukverlies erg klein. De flexibiliteit met betrekking tot het dooregenen van de onderste schotels (in bodem en top) wordt hierbij voorlopig veronachtzaamd. De vrije ruimte F zal echter in een latere fase van het ontwerp waar nodig worden verkleind om het doorregenen te voorkomen. $L_{s,max}$ voor entrainment bedraagt dan 0.130 en $L_{s,max}$ voor bedexpansie bedraagt 0.106. De kleinste maximale gasbelasting wordt gebruikt voor het berekenen van de kolomdiameter.

26.3 Constructieve vormgeving.

Bij een schotelafstand H_s van 0.5 m is de maximale gasbelastingfactor $L_{s,max}$ gelijk aan 0.106. Op de bovenste schotel in de topsectie en in de bodemsectie is de belasting voor de kolom het grootst, zodat de omstandigheden daar (dichtheid, molmassa, oppervlaktespanning) bepalend zijn voor de diameter. Een redelijke belastingfactor is 80 % van de maximale. Omdat per definitie geldt :

$$L_s = U_{g,s} * \left(\frac{\rho_l - \rho_g}{\rho_l} \right)^{1/2} \quad (\text{m/s})$$

volgt hieruit de waarde voor de superficiële gassnelheid $U_{g,s}$ (m/s). Dit is de gassnelheid door de lege kolom zonder valpijpen en schotels. Voor het oppervlak van de kolomdoorsnede A_k (m²) en de diameter van de kolom D_k (m) geeft dit :

$$A_k = G * M_g / (\rho_g * 1000 * U_{g,s})$$

$$D_k = \sqrt{(4 * A_k / \pi)}$$

Voor de valpijpconstructie komen crossflow en splitflow in aanmerking. Als de lengte van de vloeistofweg op een schotel groter wordt dan 1 meter moet eigenlijk splitflow worden toegepast, omdat anders de vloeistofgradient op de schotel te groot kan worden. Dit leidt tot ontmenging van de gas-vloeistof dispersie. Dit effect zou bij lage vloeistofbelastingen en lage hold-up verwaarloosd kunnen worden. Het criterium van een

vloeistofweg van maximaal 1 m werd echter te laat opgemerkt, zodat onderzoek naar en berekeningen met splitflow constructies niet meer uitgevoerd konden worden.

Bij de valpijpconstructie is aldus uitgegaan van crossflow met rechte valpijpen.

Voor de gaten in de zeefplaten is gekozen voor een driehoekpatroon. Met een vrije ruimte F van 0.15 en een steek s van 2.5 cm laat zich hieruit eenvoudig de diameter van de gaten d berekenen : $d = 1.02 \text{ cm}$. Is de vrije ruimte te groot met betrekking tot het doorregenen, dan kan deze in praktische zin verkleind worden door de steek te vergroten of de diameter van het gat te verkleinen. In verband met verstoppingen door vuil mag de diameter niet te klein worden en kiest men meestal voor vergroting van de steek. Stichlmair geeft in [33] voor vacuümdestillaties richtwaarden voor de constructieve vormgeving van kolommen met zeefplaten. Enkele van deze richtwaarden zijn overgenomen en gevoegd bij de reeds gevonden waarden in Zuiderweg [43].

In tabel 26.1 zijn de afmetingen samengevat. Tevens zijn hierin waarden opgenomen die niet zozeer van direkt belang zijn bij de constructie van de kolom, maar die wel bij de berekeningen in het vervolg van dit hoofdstuk nodig zijn.

tabel 26.1: Dimensies voor constructie van schotelkolom.

Symbol	Omschrijving	S.I.
Dk	Diameter kolom	
Hs	Schotelafstand	0.5
s	Steek	0.025
d	Diameter gat	0.010
Hw	Hoogte overlooprand	0.030
H _z	Hoogte uitlaatspleet	0.021
Lw	Lengte overlooprand	0.6 * Dk
L _l	Lengte vloeistofweg	0.8 * Dk
Ak	Oppervlak kolomdoorsnede	0.785 * Dk ²
Ab	Aktief schoteloppervlak	0.704 * Dk ²
b	Lengte overlooprand per m ² Ab	0.852 / Dk
%	Percentage voor bovenkant valpijpen	5.15

N.B. In dit geval is de lengte van de overlooprand afhankelijk van de diameter van de kolom gesteld. Dit houdt in dat daarmee

tevens andere dimensies zijn vastgelegd, zoals de lengte van de vloeistofweg tussen toe- en afvoerpunten en het % oppervlak voor de valpijpen.

Ook Zuiderweg [43] geeft aan dat bij lage vloeistofbelasting ($\phi < 0.02$) van het totaaloppervlak A_k ongeveer 5 % gereserveerd moet worden voor de bovenkant van de valpijpen. Uit de waarden van tabel 26.1 volgt dat het actief oppervlak bij crossflow en rechte valpijpen precies gelijk is aan : $A_b = 0.897 * A_k$. Hierdoor worden de verticale vloeistof- en gassnelheden betrokken op het actief oppervlak groter dan de superficiële :

$$U_g = G * M_g / (\rho_g * 1000 * A_b)$$

$$U_l = L * M_l / (\rho_l * 1000 * A_b)$$

De nog te bepalen dimensies zijn het aantal praktische schotels N_{pr} en de totale hoogte van de destillatiekolom H_k . Hiervoor moet het gemiddeld rendement E_o van de schotels bekend zijn.

Alvorens tot de rendementberekeningen over te gaan, worden in de volgende paragrafen achtereenvolgens de heldere vloeistofhoogte h_l en het drukverlies per schotel ΔP berekend. Dan wordt gecontroleerd of bij het voorlopig ontwerp van de kolommen en bij gegeven belasting het operatiegebied van de gehele kolom binnen de minimale en maximale belastinggrenzen valt.

26.4 De heldere vloeistofhoogte (hold-up).

Voor de bepaling van de heldere vloeistofhoogte h_l is gebruik gemaakt van een directe correlatie die redelijk nauwkeurig de hoogte bepaalt. Voor zeefschotels met een hoogte van de overlooprand $H_w = 3$ cm is deze:

$$h_l = 0.60 * H_w^{1/2} * \psi^{1/4} * s^{1/4}$$

waarin $\psi = \phi / b$

De gemiddelde fractie vloeistof in de dispersie wordt bij hoge gassnelheden betrokken uit :

$$1/\epsilon_l - 1 = 420 * U_g^2 * \rho_g / (g * h_l * \rho_l)$$

Bij gegeven condities varieert l van 0.03 - 0.12. De hoogte van het tweefasenbed h_b tussen de schotels wordt bepaald door de verhouding van de hold-up en de gemiddelde fractie vloeistof in de dispersie : $h_b = h_l / \epsilon_l$. Deze varieert van 0.16 - 0.39 m en is dus kleiner dan de schotelafstand.

26.5 Het drukverlies.

Het drukverlies per theoretische schotel kan op eenvoudige wijze met behulp van Zuiderweg [] berekend worden, mits op de schotel druk, temperatuur, samenstelling en dus ook de dichtheden en molmassa's bekend zijn (via Lewis-Matheson). Het drukverlies per schotel dient geminimaliseerd te worden, omdat de kooktemperatuur in de bodem van alle kolommen niet hoger mag zijn dan 174 °C. Het toelaatbare drukverlies in de tweede destillatiekolom van de MEG-DEG sectie (P bodem= 65 mbar) blijkt slechts met moeite haalbaar te zijn. Namelijk met een vrije ruimte F van 0.15 en een doorstroomcoëfficiënt Cd van 0.90. De waarde van Cd is gebaseerd op zeefplaten waarvan de gaten aan de onderkant zijn afgerond. In de eerste destillatie kolom van MEG-DEG sectie (P bodem= 300 mbar) mag het toelaatbare drukverlies groter zijn. De vrije ruimte kan dan kleiner gekozen worden. De minimale en maximale gasbelastinggrenzen komen hierdoor verder uit elkaar te liggen, wat de flexibiliteit ten goede komt.

Omdat druk, temperatuur en samenstelling op een praktische schotel onbekend zijn, wordt na een schatting van het gemiddelde rendement E_o het drukverlies over een praktische schotel berekend uit de verhouding van ΔP en E_o .

Uit de gegeven samenstelling in de bodem en temperatuur van 174 °C volgt de bodemdruk. Het totale drukverlies over de hele kolom wordt geschat en hieruit volgt dan dus een schatting van de topdruk welke als startwaarde bij de berekeningsmethode volgens Lewis-Matheson gebruikt wordt. Vervolgens wordt met Lewis-Matheson de kolom van boven naar beneden doorgerekend waarbij de druk op een schotel gelijk is aan de druk op de daarbovenliggende vermeerderd met de drukval, enz. Beneden aangekomen wordt gekeken of bij de berekende bodemdruk de temperatuur in de buurt ligt van 174 °C. Is dit niet het geval dan moet opnieuw een schatting van de drukval over de kolom gemaakt worden en het rendement opnieuw berekend worden, enz.

Het gemiddelde rendement en de berekening van de drukval per theoretische schotel zitten beide verweven in het programma van Lewis-Matheson (zie hoofdstuk 25). Door middel van een dubbele iteratieprocedure komt men tenslotte uit op de gewenste bodemtemperatuur van 174 °C.

26.6 De minimale gasbelasting.

Bij de dimensionering is uitgegaan van een gasbelasting in de top die 80 % bedraagt van de maximale gasbelasting. Zowel in de topsectie als in de bodemsectie nemen ten gevolge van de drukval de gassnelheid en dus de belasting naar beneden toe aanzienlijk af. Vooral in de tweede MEG-DEG kolom is de afname van de gassnelheid groot, namelijk een factor 2 tot 3. Zo kan een punt

bereikt worden dat onder een schotel de gassnelheid zo laag wordt dat de vloeistof door de betreffende schotel regent. Deze toestand is niet gewenst. Het criterium waarbij net geen doorregenen optreedt is volgens Stichlmair [33]

$$U_{g/F} * e_g^x \geq \sqrt{(0.37 * d * g * (\rho_l - \rho_g)^{3/4} / e_g^{1/4})}$$

Dit criterium komt nagenoeg overeen met het criterium voor doorregenen zoals geformuleerd in [43]. Het doorregenen kan bij een zeefschotel voorkomen worden door de steek van de gaten te vergroten (zie ook paragraaf "constructieve vormgeving"), waardoor de vrije ruimte afneemt en dus de gassnelheid door de perforaties $U_{g/F}$ toeneemt. Het programma van Lewis-Matheson voorziet in de mogelijkheid om tijdens de berekeningen van trap tot trap de steek te vergroten, als het doorregen-criterium overschreden wordt.

26.7 De maximale vloeistofbelasting.

Bij een te geringe capaciteit van de valpijpen kan flooding optreden ten gevolge van overstroming van de valpijpen. Bij lage vloeistofbelastingen doet zich deze situatie meestal niet voor, maar de eventuele overbelasting wordt voor de volledigheid gecontroleerd. Aan het volgende criterium moet hierbij worden voldaan :

$$H_{vp} < 0.5 * (H_s + H_w)$$

waarin H_{vp} = hoogte van de vloeistof in valpijp

$$H_{vp} = \Delta H + h_l + h_s$$

$$H = \Delta P / (g * \rho_l)$$

$$h_l = \text{hold-up}$$

$$h_s = 1/2g * (U_{l,sp}/Cd)^2$$

$U_{l,sp}$ = horizontale vloeistofsnelheid bij uitlaat

$$U_{l,sp} = L * M_l / (\rho_l * 1000 * L_w * H_z)$$

$$Cd = \text{doorstroomcoëfficiënt} = 0.55$$

Verder dient de verticale vloeistofsnelheid in de valpijpen voldoende laag te zijn om de gasbellen, die in de valpijp zijn meegesleurd, te laten ontsnappen. Aan het volgende criterium moet dus worden voldaan :

$$U_{l,vp} < 0.1 \text{ m/s}$$

waarin $U_{l,vp}$ = vloeistofsnelheid in valpijp

$$U_{l,vp} = L * M_l / (\rho_l * 1000 * A_{vp})$$

$$A_{vp} = \text{doorsnede van een valpijp}$$

Aan beide criteria wordt ruimschoots voldaan.

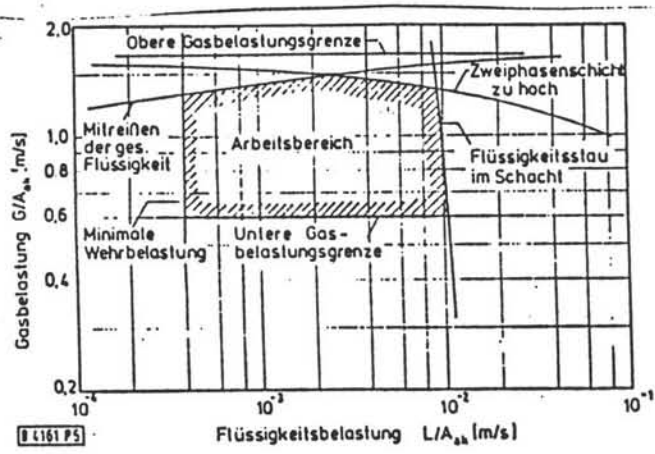


Abb. 2.4. Arbeitsbereich einer Bodenkolonne. Berechnet für eine Siebbodenkolonne, die mit dem System Benzol/Toluol bei 1 bar betrieben wird.

Figuur 26.1. Voorbeeld van het operatiegebied van een schotelkolom met bovenste en onderste belastinggrenzen.

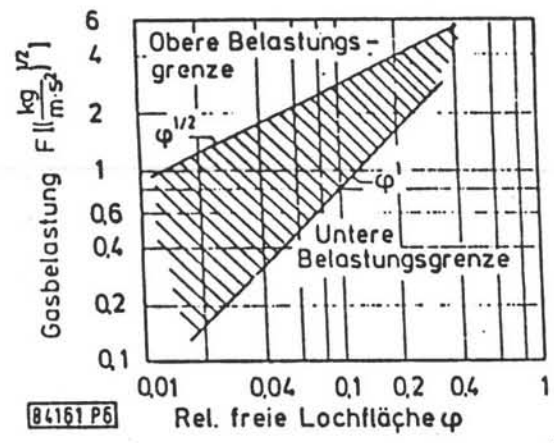


Abb. 2.5. Abhängigkeit des Gasbelastungsbereiches eines Siebbodens von der relativen freien Lochfläche φ .

Figuur 26.2. Afhankelijkheid van het bereik van gasbelasting van de vrije ruimte F .

26.8 De minimale vloeistofbelasting.

In principe laat een schotelkolom zich bijna bij elke willekeurig kleine vloeistofbelasting bedrijven, omdat door de hoogte van de overlooprand steeds een toereikende hoogte van het tweefasenbed op de schotel gewaarborgd is. Echter, bij zeer kleine vloeistofbelastingen stroomt de vloeistof ongelijkmatig over de schotel, wat nadelig is voor de scheidende werking. Daarom wordt voor het praktisch bedrijven meestal geëist (volgens Stichlmair [33]) dat de overlooprandbelasting minimaal gelijk moet zijn aan $2 \text{ m}^3/(\text{mh})$. Verder moet natuurlijk aan een schotel meer vloeistof via de uitlaatspleet toegevoerd worden dan door het gas wordt meegesleurd door entrainment.

Nu de minimale en maximale gasbelasting en de minimale en maximale vloeistofbelasting van de kolommen zijn bepaald, kan een belastingsdiagram worden geconstrueerd zoals het voorbeeld in figuur 26.1. Bij een goed ontworpen kolom blijft de vloeistof- en gasbelasting van elke schotel binnen het operatiegebied.

Uit Figuur 26.2 blijkt dat de invloed van constructieparameter F op het gasbelastingsbereik groot is. Het bereik wordt snel kleiner bij een toenemende vrije ruimte. Bij constructie van een zeefschotel wordt een vrije ruimte die groter is dan 0.15 om deze reden niet toegepast. De tweede destillatiekolom van de MEG-DEG sectie laat slechts een vrije ruimte toe die kleiner is dan 0.12. Een belastingsdiagram voor de beide kolommen is niet gemaakt, doch is in praktijk noodzakelijk bij de presentatie van de prestaties van een kolom.

26.9 Het rendement.

Voor de vertaling van het theoretische aantal schotels N_{th} naar het praktische aantal schotels N_{pr} wordt het gemiddelde rendement E_o berekend. E_o wordt voor zowel de top- als bodemsectie apart berekend. De omstandigheden (strippingfactor, dichtheid, Bodenstein-getal, etc.) op de middelste schotel in top en bodem worden gekozen als zijnde representatief voor de sectie. Dit is uiteindelijk ook bevestigd door het rendement te berekenen van de onderste en bovenste schotel in zowel de top- als bodemsectie. De berekening is onder te verdelen in een aantal fasen :

1. Berekening van $E_{p,og}$, het plaatselijk rendement aan de gaszijde.
2. Berekening van $E_{m,og}$, het overall-rendement aan de gaszijde.
3. Berekening van E_a , het overall-rendement gecorrigeerd voor entrainment.

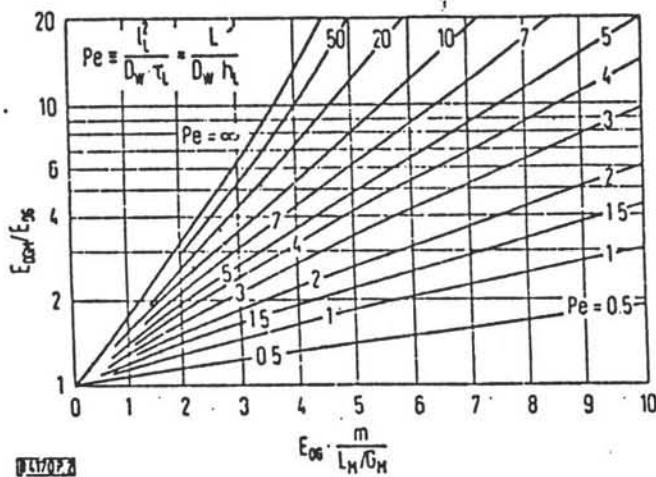


Abb. 4.2. Zusammenhang zwischen Bodenverstärkungsverhältnis E_{OGM} und Punktverstärkungsverhältnis E_{OG} nach [3].

Figuur 26.3. De verhouding $E_{m,og}/E_{p,og}$ als functie van $S_{E_{p,og}}$ en het Peclet-getal.

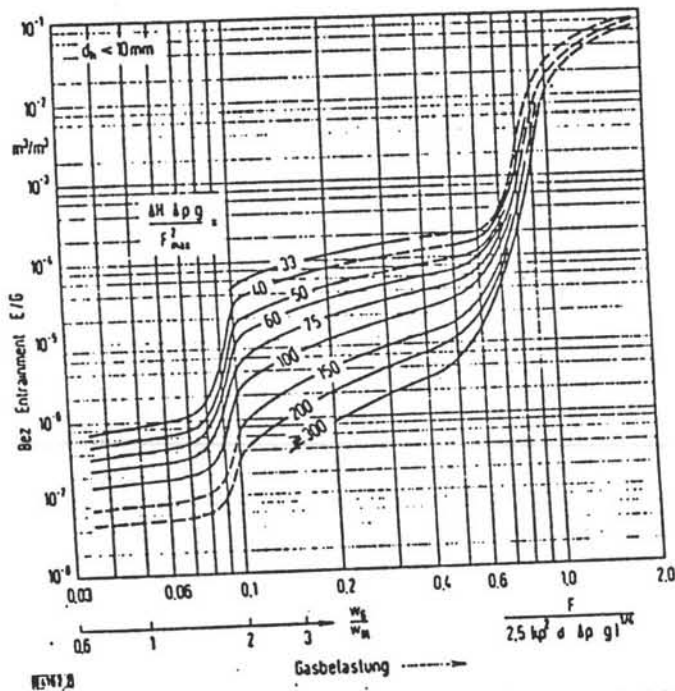


Abb. 3.2. Diagramm zur Bestimmung des Entrainments. Die nicht durch Meßdaten gesicherten Bereiche sind gestrichelt [6]. Bei kleiner Gasbelastung ist der Ausdruck w_G/w_{B1} die dominierende Einflußgröße.

Figuur 26.4. Entrainment E/G (m^3/m^3) als functie van de relatieve gasbelasting.

4. Berekening van E_o , het gemiddelde rendement.

De berekeningswijze is analoog aan die van Zuiderweg blz.59-74 [43]. Daarom wordt hier volstaan met enkele kanttekeningen die specifiek betrekking hebben op de MEG-DEG destillatie en met een toelichting daar waar van de berekeningswijze is afgeweken.

ad 1. De waarde van $E_{p,og}$ is op dezelfde wijze berekend als in [43]. De waarde van m (de mol/volume verhouding) is als volgt berekend :

$$m = K \cdot \rho_g \cdot M_l / (\rho_l \cdot M_g)$$

Hierin is K de verdelingscoëfficiënt van de lichtste sleutelcomponent op de betreffende schotel volgend uit Lewis-Matheson. De viscositeit μ van het glycolenmengsel wordt constant verondersteld : 0.001 Ns/m^2 [23]. $E_{p,og}$ varieert van 0.54-0.89.

ad 2. Berekening van $E_{m,og}$ uit $E_{p,og}$. Het Bodensteingetal varieert bij de MEG-DEG sectie van 10-43 (gebied van partiele menging). Bij de berekening kan dus niet zomaar uitgegaan worden van volledige menging ($Bo = 0$) of ideale propstroom ($Bo \rightarrow \infty$) waarvoor respectievelijk geldt :

$$Bo : E_{m,og} = E_{p,og}$$

$$Bo : E_{m,og} = 1/S * (\exp(S * E_{p,og}) - 1)$$

De strippingfactor S is gelijk aan $K \cdot G/L$ van de lichtste sleutelcomponent en varieert van 1.0-5.3. Als het produkt $S \cdot E_{p,og}$ kleiner of gelijk is aan 2 dan wordt fig.19 op blz.66 [43] gebruikt. Als het produkt $S \cdot E_{p,og}$ groter is dan 2 wordt Figuur 16.3 gebruikt. Hier is het Peclet-getal de floating parameter, die evenals het Bodenstein-getal de verhouding van convectie en menging weergeeft. Het Peclet-getal varieert van 11-35. Uit beide figuren blijkt dat menging het overall-rendement nadelig beïnvloedt. $E_{m,og}$ varieert van 0.9-2.1.

ad 3. Berekening van E_a uit $E_{m,og}$. E_a kan als volgt uit $E_{m,og}$ berekend worden :

$$E_a = E_{m,og} / (1 + eG/L * E_{m,og})$$

Hierin is e = mol meegesleurde vloeistof per mol damp. Als de flowparameter ϕ tussen 0.01 en 0.04 ligt wordt eG/L bepaald met behulp van fig.22 blz.70 [43]. Als de flowparameter ϕ tussen 0.001 en 0.01 ligt wordt eG/L bepaald met behulp van Figuur 16.4 E/G (m^3/m^3) moet dan nog omgerekend worden naar eG/L (mol/mol). eG/L varieert van 0.02-1.16. E_a varieert van 0.6-1.2.

ad 4. Berekening van E_o uit E_a . E_o kan als volgt uit E_a berekend worden :

$$E_o = \log(1 + E_a \cdot (S - 1)) / \log S$$

De berekening levert de volgende rendementen op :

kolom 1.1 top : $E_o = 0.80$

kolom 1.1 bodem : $E_o = 1.0$

kolom 1.2 top : $E_o = 0.85$

kolom 1.2 bodem : $E_o = 1.0$

Nu de rendementen bekend zijn kan de totale hoogte van de kolom berekend worden.

26.10 De hoogte van de destillatiekolom.

Het aantal praktische schotels wordt voor de top en bodem sectie bepaald uit de verhouding N_{th}/E_o en afgerond op gehele getallen (naar boven). Het totale aantal praktische schotels wordt vermenigvuldigd met de schotelafstand en in de top en bodem van de kolom wordt een meter extra toegevoegd. De hoogte van de kolommen is samen met de andere dimensies opgenomen in het hoofdstuk "resultaten en conclusies".

Hoofdstuk 27

DIMENSIONERING VAN GEPAKTE KOLOMMEN.

Bij de gestructureerde pakkingen is de keuze gevallen op Sulzer Mellapak 250Y. In kolom 3.2 van de TEG-HEG scheiding, waar onder hoog vacuum (1-4 mbar) gedestilleerd wordt en het toelaatbaar drukverlies zeer klein is, is Mellapak niet geschikt. Dit is de enige kolom die met het veel duurdere Sulzer BX gepakt zal moeten worden. Voor de overige kolommen geldt: Mellapak heeft een kleiner aantal schotels per meter in vergelijking met BX-pakking. Mellapak levert dus over het algemeen hogere kolommen op; de diameter is echter kleiner. Het pakkingvolume van Mellapak is onder gelijke belasting maximaal een factor 2 groter dan bij BX. BX-pakking is per m 3 ongeveer 5 maal zo duur, zodat de keuze met betrekking tot de prijs nog in het voordeel van Mellapak uitvalt.

Samenvattend worden de kolommen 1.1-3.1 met Mellapak 250Y uitgevoerd en kolom 3.2 wordt met BX-pakking uitgevoerd. Het materiaal voor beide types is standaard koolstofstaal.

In de brochure van Sulzer "Separation Columns for Distillation and Absorption" blz.12-15 [35] wordt een berekeningsmethode gepresenteerd waarmee men in eerste benadering de afmetingen van een kolom kan bepalen. Deze methode wordt zo goed als volledig gevolgd voor de dimensionering van de kolommen in de destillatietrein.

Het aantal theoretische schotels, de gas- en vloeistofstromen door de kolom en de reflux R zijn betrokken uit het programma volgens de FUG-methode. Net als bij de schotelkolommen wordt ook hier elke kolom in twee delen opgesplitst: voor zowel de topsectie als de bodemsectie worden de diameter en de hoogte apart berekend.

Sulzer komt bij de afweging van de operationele kosten tot het volgende criterium: $G=1.5 \cdot G_{\min}$ waarin G de gasstroom in kg/h is en G_{\min} de minimale gasstroom bij oneindig aantal schotels. Een significant verschil is dat hier bij de optimalisatie naar de minimale operationele kosten gekozen is voor $R=1.25 \cdot R_{\min}$ waarin R_{\min} de minimale reflux is bij oneindig aantal schotels. Dit is hetzelfde criterium als waarbij de schotelkolommen ontworpen zijn. Een goede vergelijking tussen gepakte kolommen en schotelkolommen is hierdoor mogelijk.

Bij de bepaling van de diameter van de kolom is gebruik gemaakt van de F-factor, die per definitie gelijk is aan $F = U_g \cdot \rho_g$. Deze F-factor is evenals de L-factor bij schotels een maat voor de gasbelasting van een kolom. Uit de gassnelheid in de top volgt direkt de diameter.

De Mellapak kolom wordt bedreven bij een F-factor van 2.3 (in de top) omdat dit het optimale belastinggebied is voor dit pakking-type. De F-factor van de BX kolom wordt eveneens gelijk gesteld aan 2.3 in de top.

Bij Mellapak varieert het aantal theoretische schotels per meter NTSM van 2.6-2.8 en de drukval per meter ΔP van 1-1.5 mbar/m. Bij BX-pakking varieert het aantal theoretische schotels per meter NTSM van 5.5-6.5 en de drukval per meter ΔP van 1.5-2 mbar/m.

Uit NTSM en ΔP kan een drukval per theoretische schotel berekend worden, die in de trap-tot-trap berekening volgens Lewis-Matheson geïntegreerd wordt.

Uit NTSM en het theoretische aantal schotels N_{th} volgt de hoogte van de pakking. De totale hoogte van de destillatiekolom wordt bepaald uit de sommatie van de hoogtes van de pakkingen in de top- en bodemsectie en de ruimtes die gereserveerd moeten worden op de plaats van de voeding en in de top en bodem. Deze ruimtes zijn elk een meter hoog en in de top en voeding worden vloeistofverdelers geplaatst.

Voor de afmetingen van de kolommen wordt verwezen naar hoofdstuk 29 "Resultaten en Conclusies".

Hoofdstuk 28

RANDAPPARATUUR.

28.1 de condensor.

De condensors van de destillatiekolommen zijn op een eenvoudige manier uitgerekend. Het oppervlak van de condensor wordt berekend bij een ingaande koelwater temperatuur van 23 °C en een uitgaande temperatuur van 30 °C. Voor de totale warmteoverdrachtscoëfficiënt van de condensor is een waarde volgens tabel 2 [11] gekozen. De massastroom koelwater wordt hierna ook uitgerekend. De waarden van het V.O. en de massastroom koelwater zijn gegeven in de appendix T in tabel T.1. Voor de berekeningsmethode zie appendix T.

28.2 de thermosyphon reboiler.

De eerste MEG-DEG scheidingskolom kan uitgevoerd worden met een thermosyphon reboiler. De rest van de kolommen kan hiermee niet uitgevoerd worden omdat de drukval over de reboiler te hoog is. Voor de rest van de kolommen is gerekend met falling film verdamper. De berekening is gebaseerd op het collegedictaat [11] en op [15]. Het totale oppervlak van de reboiler wordt uitgerekend met een totale warmteoverdrachts coëfficiënt uit tabel 2 [11]. Na een gekozen pijpconfiguratie kan de lengte en drukval van de reboiler uitgerekend worden. De hoeveelheid gekondenseerde stoom wordt ook uitgerekend. Voor de berekeningsmethode zie hoofdstuk 19. Voor de resultaten zie appendix U tabel U.2.

28.3 de falling film verdamper.

De berekeningsmethode van de falling film verdamper is gebaseerd op het collegedictaat [11]. Er is gekozen voor de falling film verdamper vanwege de lage drukval. Het is een eenvoudige berekeningsmethode die een indicatie geeft voor het minimum oppervlak voor de warmteoverdracht. Voor de totale warmteoverdrachtscoëfficiënt is gekeken in tabel 2 [11]. De massa gecondenseerde stoom wordt ook berekend. In tabel in appendix W zijn de hoofddata weergegeven. Voor de berekeningsmethode zie appendix W.

28.4 de warmtepomp.

Bij een niet al te groot temperatuurverschil tussen de kondensor en de reboiler kan het aantrekkelijk zijn de warmte die vrijkomt bij het condenseren op een hoger temperatuurniveau te brengen en af te staan aan de reboiler. Dit is bekeken voor de eerste MEG-DEG kolom

De MEG kan niet rechtstreeks tegen de reboiler gekondenseerd worden daar de temperatuur van de MEG dan te hoog zou worden. Daarom is gekozen voor een apart circuit met water als energiedragend medium.

De compressor is uitgevoerd als tweetraps kondensor met tussenkoeling om een adiabatische compressie te benaderen. Bij het afwegen van het economisch voordeel van de warmtepomp is aangenomen dat mechanische energie drie keer zo duur is als warmteenergie. Bij deze aanname heeft een warmtepomp een rendement van 70 % (bij de eerste kolom). Voor de berekeningsmethode zie appendix AA .

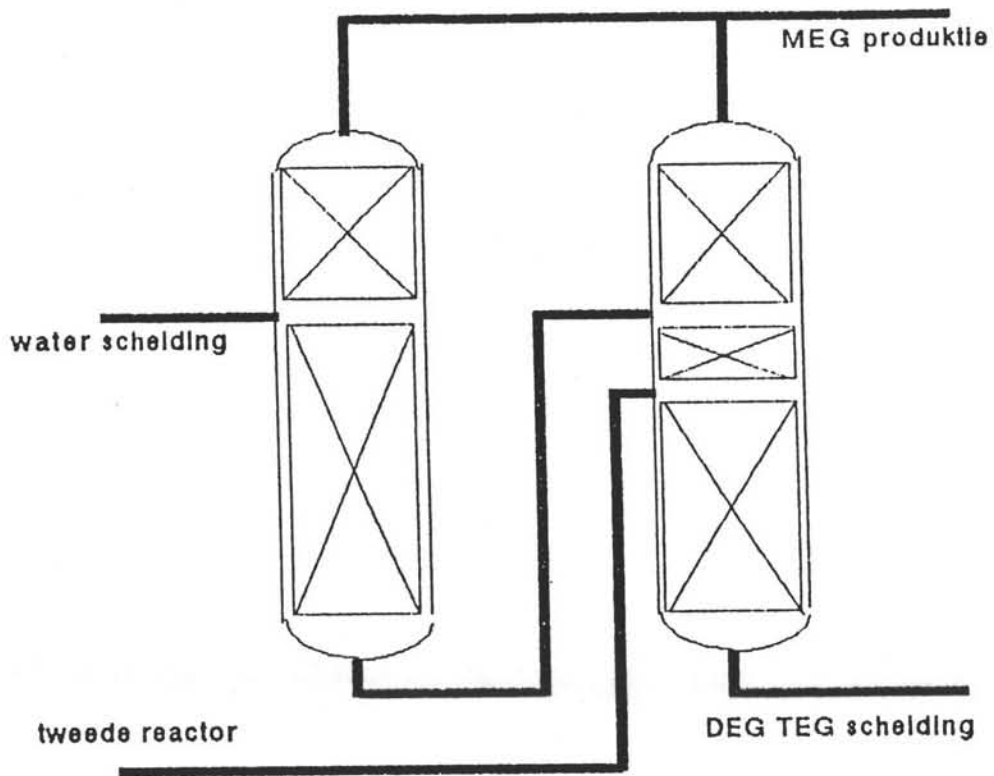
28.5 de vacuumpompen.

Voor de vacuumpompen zijn stoomejectoren genomen. Dit is gedaan omdat er een erg lage druk gecreeerd moet kunnen worden (4 mbar in de laatste kolom). Voor de capaciteitsberekeningen is als ontwerpregel gesteld dat de kolommen in twee uur op hun gespecificeerd vacuüm gebracht moeten kunnen worden. De capaciteit is dan zeker voldoende om de leklucht te kunnen wegzuigen. Voor de berekeningsmethode uit [23] zie appendix V . Er zijn geen capaciteiten uitgerekend. Om de capaciteiten van de ejectoren te bepalen moeten de leidingconfiguraties bekend zijn. De formules zijn gegeven in de appendix zodat bij een bekend leiding en pompsysteem de capaciteiten eenvoudig uitgerekend kunnen worden.

28.6 de pompen.

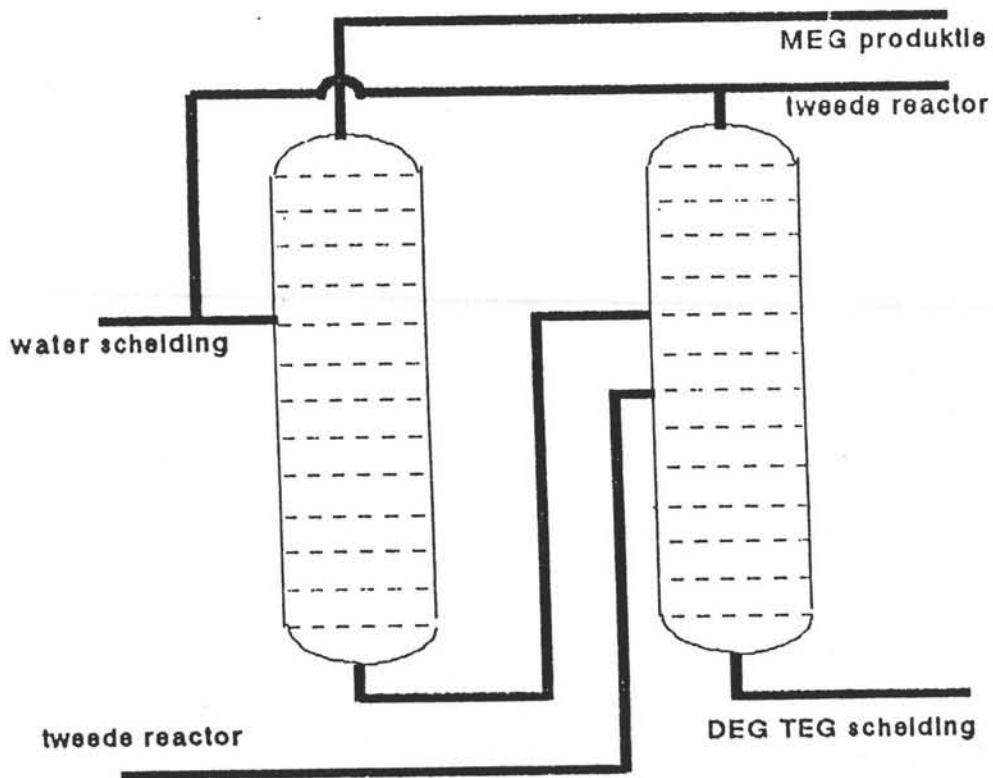
De berekeningsmethode van de pompen is afkomstig uit het dictaat [11]. Het is een eenvoudige berekening die alleen rekening houdt met de vloeistofhoogte in de leidingen en met de drukval over de pomp. Met leidingen, kleppen enz. is geen rekening gehouden. Voor de berekeningsmethode zie appendix G . Aangezien de leidingconfiguraties niet bekend zijn is alleen de berekeningsmethode gegeven en zijn geen pompen uitgerekend. Bij een bekende configuratie kunnen de pompen eenvoudig uitgerekend worden.

MEG DEG scheidung met 2 gepakte kolommen



figuur 29.1

MEG DEG scheidung met 2 schotel kolommen en een MEG - recycel



figuur. 29.2

Hoofdstuk 29

RESULTATEN EN CONCLUSIES.

29.1 resultaten.

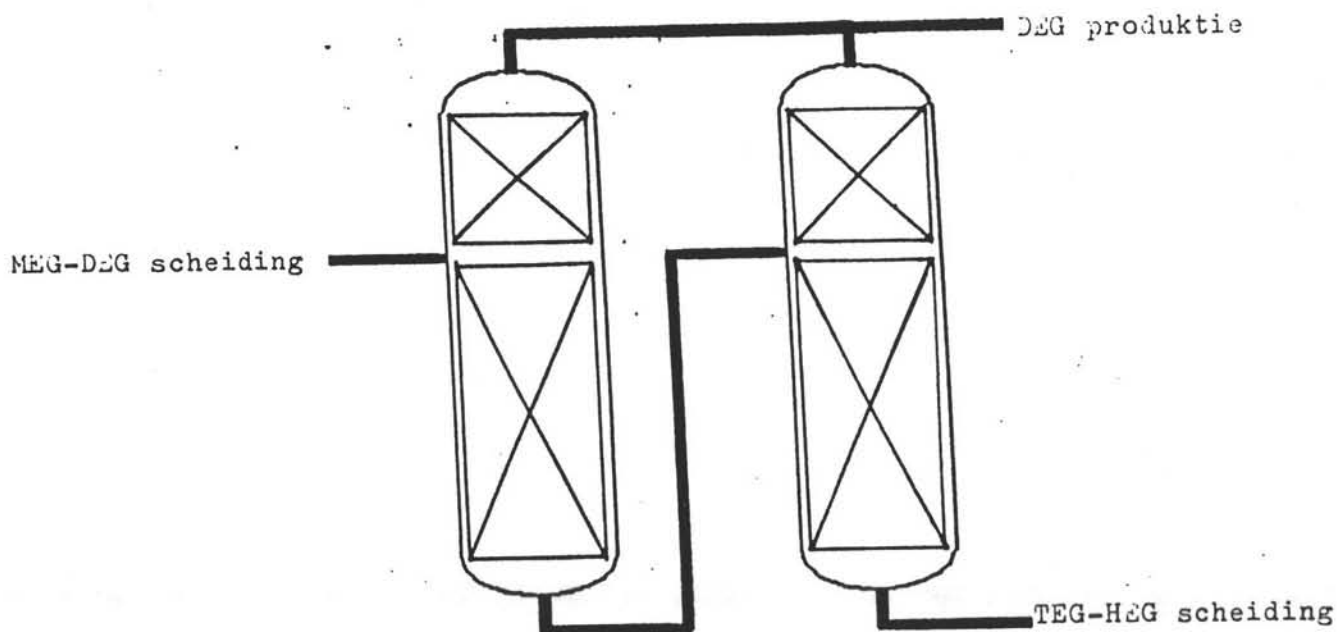
Voor de eerste destillatiesectie (de MEG-DEG scheiding) is voor gepakte kolommen gekozen. Voor twee kolommen in serie met een fractie MEG in de bodem van kolom 1.1 van 0.55 (zie figuur 29.1). Voor de resultaten zie tabel 29.1. Als alternatief kan de eerste sectie uitgevoerd worden met schotelkolommen. Voor schotelkolommen zijn twee kolommen in serie niet mogelijk daar de drukval in kolom 1.2 te hoog zou worden. Daarom is gekozen voor een terugvoer van het niet zuivere topproduct van kolom 1.2 naar kolom 1.1. (zie figuur 29.2). Voor de resultaten zie tabel 29.3.

Voor de tweede destillatiesectie (de DEG-TEG scheiding) is gekozen voor twee kolommen in serie met een bodemfractie DEG in kolom 2.1 van 0.30. De twee kolommen kunnen alleen uitgevoerd worden met pakking. Er is gekozen voor mellapak. (zie figuur 29.3) Voor de resultaten zie tabel 29.1, 29.2.

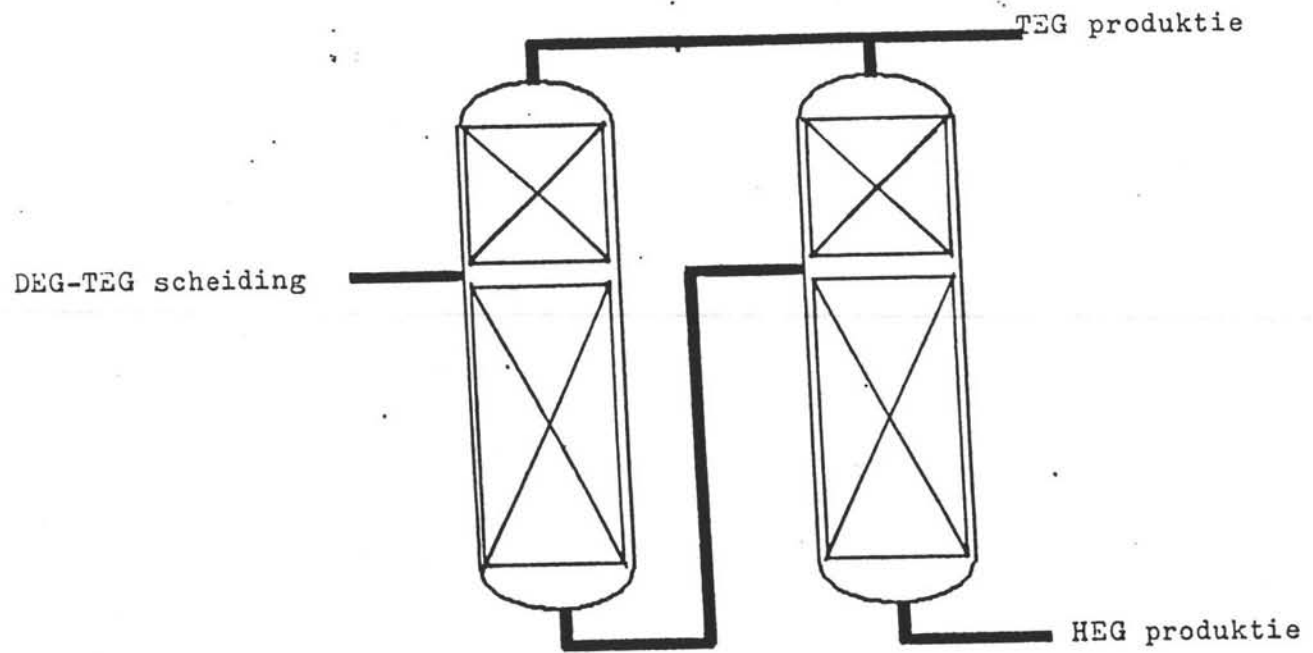
Voor de derde sectie (de TEG-HEG scheiding) is ook gekozen voor twee kolommen in serie met een bodemfractie TEG in kolom 3.1 van 0.30. (zie figuur 29.4). Kolom 3.1 kan met BX-pakking nog wel op specificatie werken (temperatuur en zuiverheden), maar kolom 3.2 komt duidelijk boven de toegestane temperatuur, namelijk 189 C. Voor de resultaten zie tabel 29.2.

29.2 conclusies en aanbevelingen.

De eerste sectie is geheel uit te voeren als schotel kolommen. De eerste kolom (kolom 1.1) is zonder problemen uit te voeren als schotelkolom. De tweede kolom is ook als schotelkolom uit te voeren, als gebruik gemaakt wordt van een recycle stroom van de top van kolom 1.2 naar kolom 1.1. Deze tweede kolom is echter weinig flexibel daar in de top tegen de entrainment grens en op de schotel boven de voeding tegen de doorregen grens geopereerd wordt. (Dit is gedaan om de drukval in deze kolom zo laag mogelijk te krijgen.) Een goed alternatief voor de eerste sectie zijn gepakte kolommen met MELLA-pakking. Daar de drukval per theoretische schotel veel lager is kan de recycle stroom van de tweede kolom achterwege blijven. Mede hierdoor is de configuratie met gepakte kolommen energetisch gunstiger.



figuur 29.3 :DE DEG-TEG scheiding



figuur 29.4 :DE TEG-HEG scheiding

De tweede sectie is binnen de gegeven randvoorwaarden niet uit te voeren met schotelkolommen. Met gepakte kolommen (MELLA-pakking) levert deze sectie echter weinig problemen op.

De derde sectie is binnen de gegeven randvoorwaarden ook niet uit te voeren met schotelkolommen. Ook met gepakte kolommen levert deze sectie nog problemen op. De eerste kolom (kolom 3.1) opereert met MELLA-pakking nog net binnen de gegeven randvoorwaarden. Voor de tweede kolom is een BX-pakking genomen vanwege de nog lagere drukval per theoretische schotel. Zelfs met deze BX-pakking lukt het niet kolom 3.2 binnen de randvoorwaarden te laten opereren. Als de specificaties op gebied van zuiverheid gehaald moeten worden, stijgt de bodemtemperatuur tot 189°C.

De berekeningen en resultaten van de randtemperatuur zijn gegeven in hoofdstuk 28. en in de appendix de tabellen.

De warmtepomp ziet er op het eerste gezicht veelbelovend uit. Het is aan te bevelen deze aan een nader onderzoek te onderwerpen omdat deze warmtepomp bij kolom 1.1 een grote energiebesparing kan geven. Er moet dan bij dit onderzoek blijken of de energiebesparing opweegt tegen de investering.

In deze studie is een vergelijking gemaakt tussen schotelkolommen en gestructureerde pakking. Losse pakkingelementen zijn hier niet aan de orde gekomen. Het lijkt aan te bevelen deze nog nader te bekijken en te vergelijken met de gestructureerde pakkingen en met schotels.

Na een economische evaluatie (vervolgstudie behorend bij het college : De chemische fabriek, ST44) kunnen wellicht beter gefundeerde conclusies getrokken worden.

kolom		1.1 top	1.1 bodem	1.2 top	1.2 bodem	2.1 top	2.1 bodem
diam	m	2.40	2.30	1.40	1.00	1.80	1.60
Ug	m/s	3.64	3.61	7.03	5.90	7.59	6.95
aantal schotels		7	4	10	6	12	3
hoogte pakking	m	3.33	2.22	4.44	2.96	5.18	2.22
druk top	mbar	228.3		53.6		28.6	
druk bodem	mbar		235		65.2		37.4
volume pakking	m ³	15.06(mella)	9.22(mella)	6.83(mella)	2.32(mella)	13.18(mella)	3.72(mella)
volume kolom	m ³	19.59	17.53	8.37	3.89	15.73	7.74
temp top	°C	156		121		151	
temp bodem	°C		174		174		174
condensor duty	W	-5827.10 ³		-1126.10 ³		-1177.10 ³	
reboiler duty	W		5526.10 ³		602.10 ³		1089.10 ³

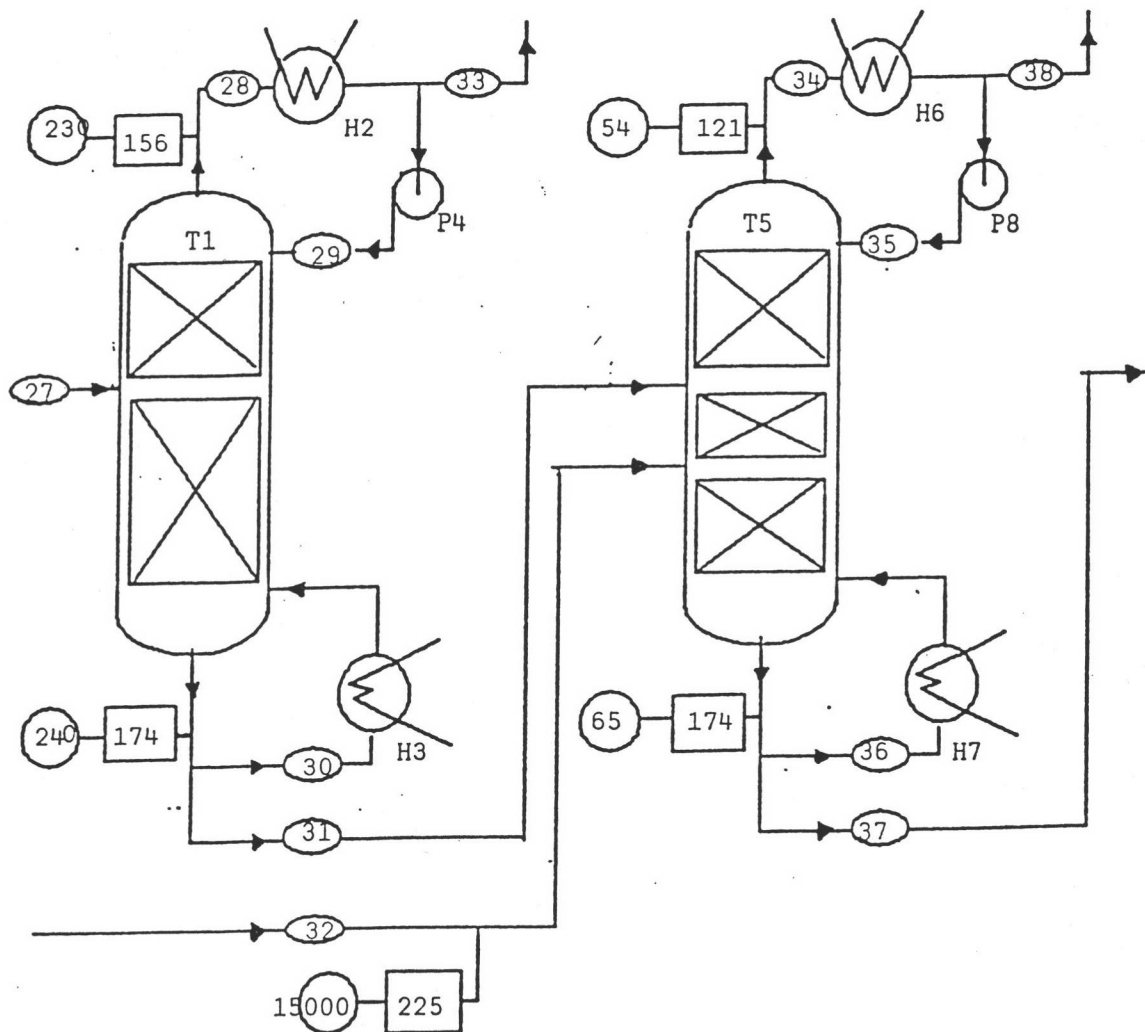
tabel 29.1. Gepakte kolommen.

kolom		2.2 top	2.2 bodem	3.1 top	3.1 bodem	3.2 top	3.2 bodem
diam	m	1.20	1.00	1.30	1.00	0.60	0.45
Ug	m/s	14.21	10.04	16.24	12.19	21.35	15.51
aantal schotels		14	8	9	2	10	5
hoogte pakking	m	5.92	4.07	4.07	1.48	1.72	1.00
druk top	mbar	5.8		2.7		1.4	
druk bodem	mbar		18.4		9.3		6.0
volume pakking	m ³	6.70(mella)	2.91(mella)	5.40(mella)	1.16(mella)	0.49(bx)	0.16(bx)
volume kolom	m ³	7.83	4.48	6.73	2.73	0.77	0.48
temp top	°C	120		137		125	
temp bodem	°C		173		176		189
condensor duty	W	-270.10 ³		-210.10 ³		-33.10 ³	
reboiler duty	W		216.10 ³		170.10 ³		24.10 ³

tabel 2.1. Gepakte kolommen.

kolom	1.1 top	1.1 bodem	1.2 top	1.2 bodem
diameter m	2.30	2.10	2.00	1.00
U _g m/s	5.05	4.69	17.87	9.40
aantal theor. schotels	7	4	6	5
schotel rend.	0.80	1.00	0.85	1.00
aantal prak. schotels	9	4	8	5
druk top mbar	207		13.1	
druk bodem mbar		259		69
hoogte m	5.0	3.0	4.5	3.5
temp top °C	153		90	
temp bodem °C		176		177
condensor duty W/m ² K	-6612.10 ²		-1365.10 ³	
reboiler duty W/m ² K		5809.10 ³		567.10 ³

tabel 29.3. Schotelkolommen eerste sectie.

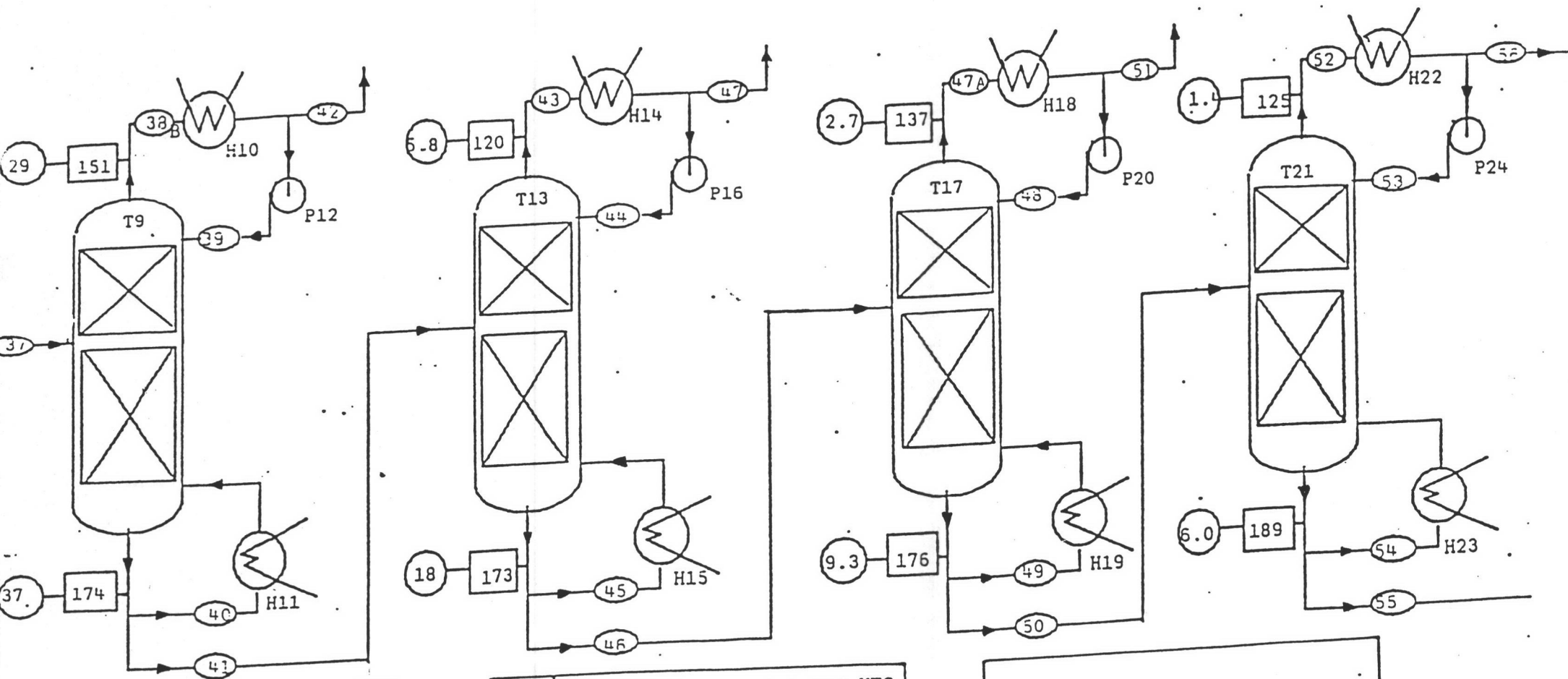


T1	Destillatiekolom 1.1 MEG-DEG
H2	Condensor 1.1
H3	Reboiler 1.1
P4	Refluxpomp

T5	Destillatiekolom 1.2
H6	Condensor 1.2
H7	Reboiler 1.2
P8	Refluxpomp

PROCESSCHEMA GLYCOLEN DESTILLATIE	
○	stroomnr.
□	temp in C
○	eff. druk in mbar

Figuur 2g.5 . Flowschema Destillatiesectie. Kolom 1.1 en 1.2 met Mellapak.



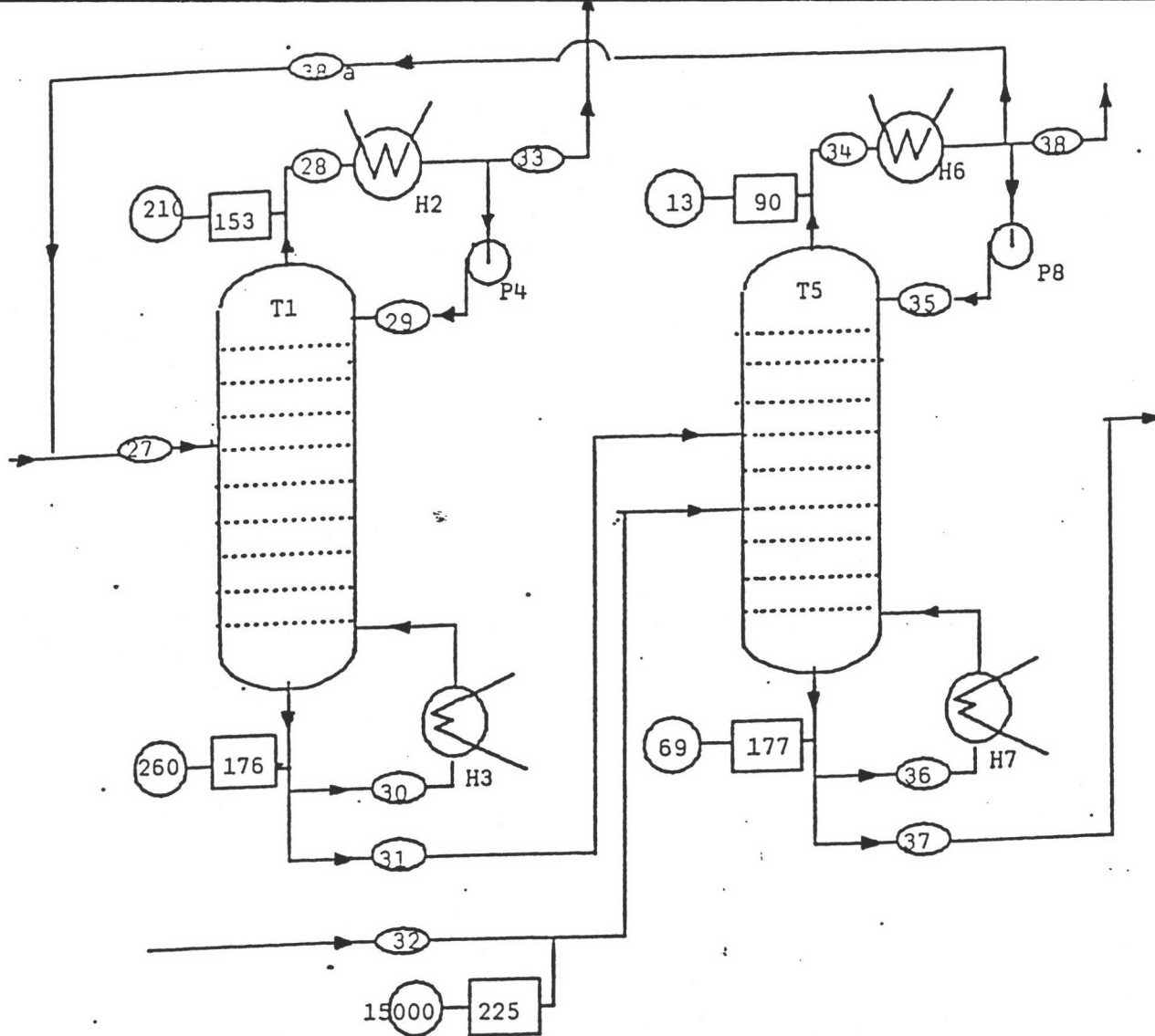
T9	Destillatiekolom 2.1 DEG-TEG
H10	Condensator 2.1
H11	Reboiler 2.1
P12	Refluxpomp
T13	Destillatiekolom 2.2 DEG-TEG
H14	Condensator 2.2
H15	Reboiler 2.2
P16	Refluxpomp

T17	Destillatiekolom 3.1 TEG-HEG
H18	Condensator 3.1
H19	Reboiler 3.1
P20	Refluxpomp
T21	Destillatiekolom 3.2 TEG-HEG
H22	Condensator 3.2
H23	Reboiler 3.2
P24	Refluxpomp

PROCESSCHEMA GLYCOLEN DESTILLATIE

○ stroomnr
 □ temp in C
 ○ eff. druk in mbar

Figuur 29.6 . Destillatiesectie. Kolom 2.1, 2.2 en 3.1 met Mellapak. .
 Kolom 3.2 met BX-pakking.



T1	Destillatiekolom 1.1 MEG-DEG
H2	Condensor 1.1
H3	Reboiler 1.1
P4	Refluxpomp

T5	Destillatiekolom 1.2 MEG-DEG
H6	Condensor 1.2
H7	Reboiler 1.2
P8	Refluxpomp

PROCESSCHEMA GLYCOLEN DESTILLATIE	
○	stroomnr.
□	temp in C
○	eff. druk in mbar

Figuur 29.7. Flowschema Destillatiesectie. Kolom 1.1 en 1.2 met zeefschotels.

Stromen en samenstelling.

Kolom 1.1 MEG-DEG Mellapak

Kolom 1.2 MEG-DEG Mellapak

stroom- nummer	mol/s	x_{MEG}	x_{DEG}	x_{TEG}	x_{HEG}
27	90.004	0.9509	0.0475	0.0016	-
28	99.72	0.9991	0.0009	-	-
29	19.30	0.9991	0.0009	-	-
30	91.09	0.5462	0.4384	0.0150	0.0004
31	9.583	0.5462	0.4384	0.0150	0.0004
32	11.720	0.2727	0.4989	0.1855	0.0429
31 + 32	21.303	0.3957	0.4717	0.1088	0.0238
33	80.420	0.9991	0.0009	-	-
34	18.15	0.9968	0.0032	-	-
35	9.69	0.9968	0.0032	-	-
36	7.42	0.0004	0.7790	0.1808	0.0398
37	12.844	0.0004	0.7790	0.1808	0.0398
38	8.458	0.9968	0.0032	-	-

Tabel 29.4 . Stromen en samenstelling van de stroomnummers
behorend bij het flowschema van Figuur 29.5. x = molfractie.

Stromen en samenstelling.

Kolom 2.1 DEG-TEG Mellapak

Kolom 2.2 DEG-TEG Mellapak

stroom- nummer	mol/s	x_{MEG}	x_{DEG}	x_{TEG}	x_{HEG}
37	12.839	-	0.7799	0.1806	0.0395
38b	15.19	-	0.9983	0.0017	-
39	6.33	-	0.9983	0.0017	-
40	13.91	-	0.2943	0.5784	0.1273
41	3.982	-	0.2943	0.5784	0.1273
42	8.856	-	0.9983	0.0017	-
43	3.32	-	0.9693	0.0307	-
44	2.12	-	0.9693	0.0307	-
45	2.60	-	0.0011	0.8163	0.1826
46	2.776	-	0.0011	0.8163	0.1826
47	1.206	-	0.9693	0.0307	-

Tabel 29.5. Stromen en samenstelling van de stroomnummers

behorend bij het flowschema in Figuur 29.6. x = molfractie.

Stromen en samenstelling.

Kolom 3.1 TEG-HEG Mellapak
 Kolom 3.2 TEG-HEG BX-pakking

stroom- nummer	mol/s	x_{MEG}	x_{DEG}	x_{TEG}	x_{HEG}
46	2.776	-	-	0.8166	0.1834
47a	2.59	-	-	0.9990	0.0010
48	0.53	-	-	0.9990	0.0010
49	2.09	-	-	0.2929	0.7071
50	0.717	-	-	0.2929	0.7071
51	2.059	-	-	0.9990	0.0010
52	0.40	-	-	1.0000	-
53	0.19	-	-	1.0000	-
54	0.29	-	-	0.0020	0.9980
55	0.508	-	-	0.0020	0.9980
56	0.209	-	-	1.0000	-

Tabel 29.6. Stromen en samenstelling van de stroomnummers
 behorend bij het flowschema in Figuur 29.6. x = molfractie.

Stromen en samenstelling.

Kolom 1.1 MEG-DEG Zeefschotels
 Kolom 1.2 MEG-DEG Zeefschotels

stroom- nummer	mol/s	x_{MEG}	x_{DEG}	x_{TEG}	x_{HEG}
27	94.027	0.9507	0.0477	0.0015	-
28	104.12	0.9991	0.0009	-	-
29	20.14	0.9991	0.0009	-	-
30	95.32	0.5470	0.4383	0.0143	0.0004
31	10.052	0.5470	0.4383	0.0143	0.0004
32	11.720	0.2727	0.4989	0.1855	0.0429
31 + 32	21.772	0.3993	0.4709	0.1065	0.0233
33	83.976	0.9991	0.0009	-	-
34	20.10	0.9482	0.0518	-	-
35	10.94	0.9482	0.0518	-	-
36	6.68	0.0003	0.7756	0.1839	0.0402
37	12.608	0.0003	0.7756	0.1839	0.0402
38	5.142	0.9482	0.0518	-	-
38a	4.023	0.9482	0.0518	-	-
38 + 38a	9.165	0.9482	0.0518	-	-

Tabel 29.7. . Stromen en samenstelling van de stroomnummers
 behorend bij het flowschema in Figuur 29.7. x = molfractie.

Hoofdstuk 30

DE TWEEDE REACTOR.

30.1 Inleiding.

De samenstelling van de productstroom uit de eerste "natte" reactor is niet gelijk aan de gewenste productsamenstelling. In tabel 1 is de gewenste samenstelling zoals opgegeven door Shell vermeld. In deze tabel staat tevens de productsamenstelling zoals berekend in de voorstudie [10] met de door Shell opgegeven overall k-waardes in het homogeen gekatalyseerde model. Deze verhoudingen zijn gebruikt als uitgangspunt voor onze berekeningen. Naar andere verhoudingen van de aangereikte productstroom is ook gekeken, zie hiervoor paragraaf 30.5 Alternatieven.

Tabel 30-1.

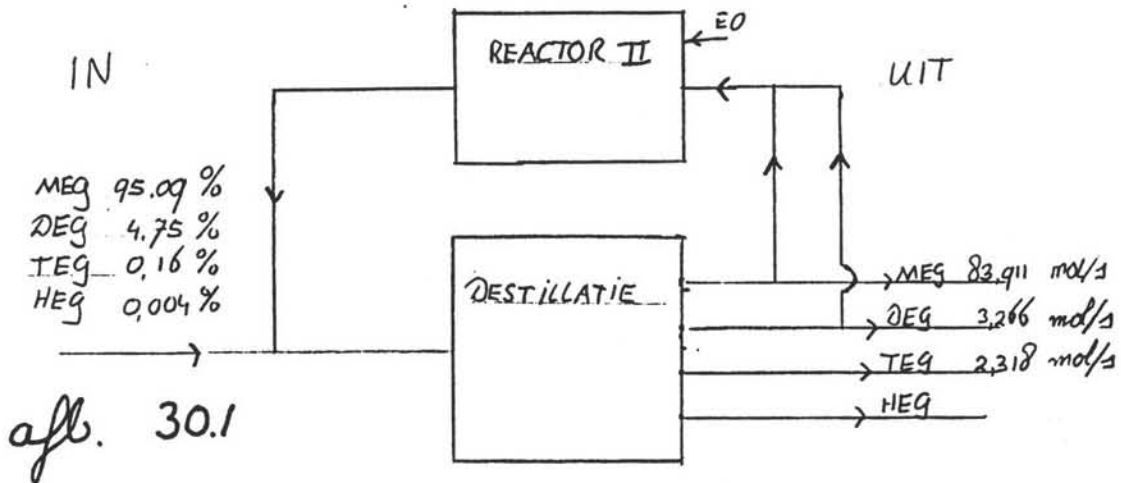
	Gewenste samenstelling			Samenstelling uit R1
	kton/jaar	mol/s *	mol %	mol %
MEG	150	83.911	93.76	95.09
DEG	10	3.266	3.65	4.75
TEG	10	2.318	2.59	0.16
HEG	-	-	-	0.004

* 1 jaar = 8000 uur

Om aan de wensen te voldoen zullen er lichte glycolen in zwaardere omgezet moeten worden. Dit gebeurt in een tweede watervrije reactor. De in deze reactor optredende reacties zijn:



en dus geldt:



Figuur 30-1. Schema met uitgangspunten voor de berekening van de tweede reactor. Van de uitgaande HEG-stroom is percentage noch absolute hoeveelheid bekend.

$$d(\text{MEG})/d\text{TAU} = -k_3 * (\text{EO}) * (\text{MEG})$$

$$d(\text{DEG})/d\text{TAU} = k_3 * (\text{EO}) * ((\text{MEG}) - (\text{DEG}))$$

$$d(\text{TEG})/d\text{TAU} = k_3 * (\text{EO}) * ((\text{DEG}) - (\text{TEG}))$$

De reactiesnelheidsconstante k_3 voor al deze tweede orde reacties is gelijk en bedraagt [10] :

$$k_3 = k_{\infty} \exp(-E_a/RT) = 1.87 \text{ E5} * \exp(-22327/1.987 * T) \text{ (l/mol*s)}$$

Op de kinetiek van de reacties en de fysische constanten na zijn alle uitgangspunten voor de berekening van de tweede reactor in nevenstaand schema vermeld (afbeelding 30-1).

30.2 De stromen door de tweede reactor.

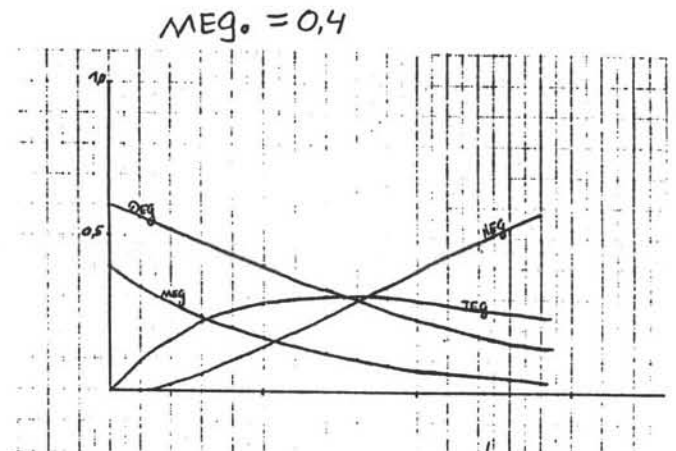
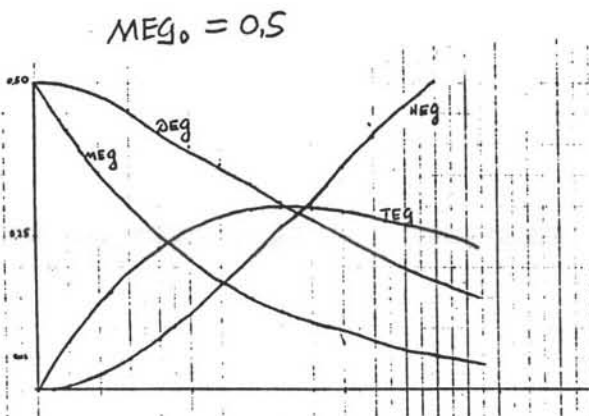
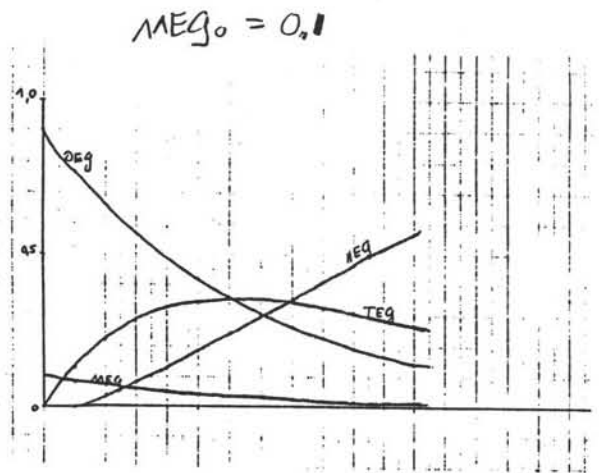
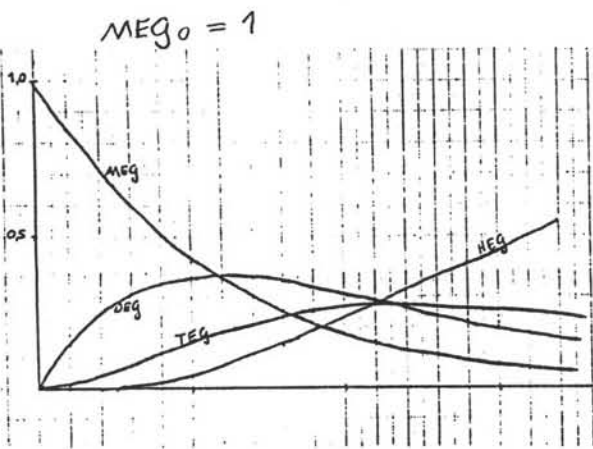
Het eerste probleem was dat aan de IN-kant alleen percentages bekend zijn terwijl aan de UIT-kant slechts drie van de vier molstromen bekend zijn.

Oplossing wordt verkregen door de vierde molstroom te schatten zodat de totale molstroom (IN=UIT) bekend is en dus de percentages omgerekend kunnen worden in absolute molstromen. Achteraf moet dan bekeken worden of de gemaakte schatting reeel was.

Als zowel de in- als de uitgaande stromen in mol/s bekend zijn, kan er gemakkelijk uitgerekend worden hoeveel MEG en DEG er omgezet moet worden en hoeveel HEG er gevormd mag worden in de tweede reactor. Een en ander is voor verschillende HEG producties uitgerekend in TABEL 30-2.

TABEL 30-2 (Alle waarden in mol/s)

HEG-productie (schatting)	0.0	0.505	1.16
Totale productie	89.43	90.0	90.65
Voedingssamenstelling			
MEG	85.04	85.581	86.20
DEG	4.25	4.275	4.31
TEG	0.14	0.144	0.145
Om te zetten in R II			
delta MEG	1.13	1.67	2.29
delta DEG	0.98	1.01	1.04
Te produceren in R II			
delta TEG	2.18	2.17	2.17



figuur 30.2
 vertikaal: molfracties
 horizontaal: "reactievorderingsgraad"

Figuur 30-2. De molfracties van de componenten als functie van de reactievorderingsgraad, uitgaande van een bepaalde beginconcentratieverhouding MEG_0/DEG_0 .

Onder welke condities worden de berekende conversies gerealiseerd?

De voedingsstroom voor de tweede reactor bestaat uit een mengsel van MEG en DEG en uiteraard EO. Omdat de reactiesnelheidsconstanten voor MEG, DEG en TEG gelijk zijn en de concentratie EO uiteraard ook is de verhouding van de reactiesnelheden voor MEG, DEG en TEG onderling alleen afhankelijk van de respectievelijke glycolconcentratie. Dit maakt het mogelijk om met behulp van een eenvoudig computerprogramma uitgaande van een bepaalde beginconcentratieverhouding MEG/DEG het molfractie verloop van MEG, DEG, TEG en HEG met het vorderen van de reactie te berekenen. Hieronder zijn enkele resultaten hiervan voor verschillende beginverhoudingen MEG/DEG afgebeeld. Het computerprogramma is te vinden in bijlage (1).

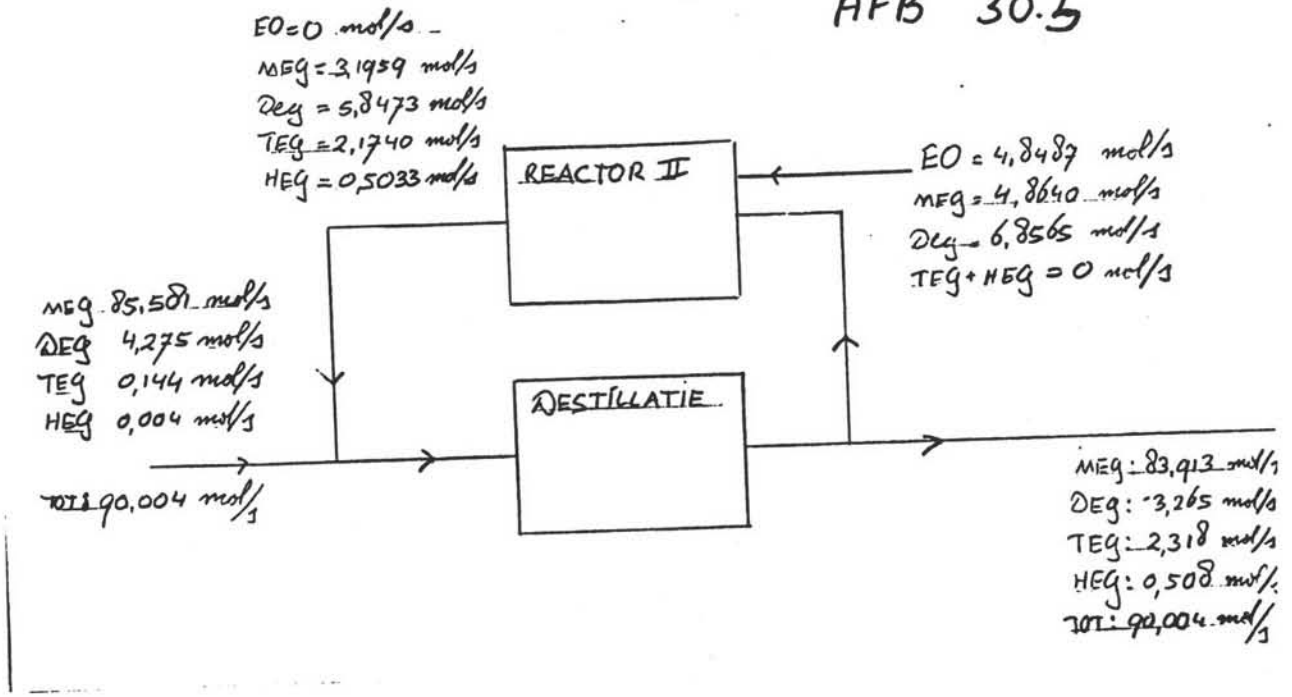
Op de horizontale as van figuur 30-2 staat de reactievorderingsgraad uit. Deze geeft aan in welke mate de glycolen voedingsstroom de gelegenheid wordt geboden met EO te reageren en is dus ongeveer gelijk aan de molverhouding van glycol/ethyleenoxide in de voeding. (Door het optreden van de serie reacties $MEG + EO \rightarrow DEG + EO \rightarrow TEG + EO \rightarrow HEG$ is de reactievorderingsgraad niet precies gelijk aan deze verhouding). Op de verticale as is de glycolen molfractie-verhouding in de productstroom na volledige EO-omzetting direct af te lezen.

Ter vereenvoudiging van de berekening is geen rekening gehouden met eventuele verontreinigingen in de voedingsstroom. Ook het eventuele nog verder reageren van HEG is verwaarloosd. Gezien de eenvoudige kinetiek aangenomen voor de optredende reacties, leken deze verwaarlozingen ons gerechtvaardigd.

De molfracties in het reactievorderingsplaatje kunnen op ieder moment omgerekend worden naar molstromen (mol/s) door bijv. de fractie geproduceerde TEG gelijk te stellen aan de gewenste productie van TEG in mol/s. Door proberen moet er een beginverhouding MEG/DEG en een reactievorderingsgraad gevonden worden, waarbij delta MEG, delta DEG, productie van TEG en HEG praktisch gelijk zijn aan de gewenste.

Bestaan er meer oplossingen die tot het gewenste resultaat leiden of is dit er slechts een? Een vrijheidsgraden onderzoek [22] over het hele systeem, dat wil zeggen de destillatietrein en de recyclereactor liep vast op de grote hoeveelheid stromen met een steeds wisselend aantal componenten, die het geheel te complex maakten. Bekijken wij alleen de recyclereactor, dan kunnen wij het volgende vaststellen: Legt men bij complete EO-conversie de te produceren hoeveelheid HEG vast, dan is daarmee zowel de verhouding MEG/DEG in de voeding als de grootte van de voedingsstroom bepaald. Dit is in overeenstemming met wat wij hebben geconstateerd tijdens het berekenen.

AFB 30.3



Figuur 30-3. De in- en uitgaande molenstromen van de tweede reactor en de glycolendestillatie.

Wij hebben verder gerekend aan het geval dat er 0.5 mol/s (= 2.8 kton/jaar) HEG gevormd wordt. Dit is dus de middelste stroom uit LABEL 30-2. Door iteratie met behulp van het aangepaste en verbeterde programma (zie bijlage 2) waarmee ook de reactievorderingsplaatjes berekend zijn, is gevonden dat aan de eisen voor wat delta MEG, delta DEG en delta TEG betreft, wordt voldaan bij een beginmolfractie MEG gelijk aan 0.415 ($X_{DEG,0} = 0.585$) en een totale glycolstroom van 11.72 mol/s.

In de reactor wordt daarbij 1.67 mol/s MEG omgezet en netto 1.01 mol/s DEG. De TEG-productie is 2.17 mol/s. Het EO-verbruik bedraagt dus $2 * \text{delta MEG} + 1 * \text{delta DEG} + 1 * \text{delta HEG} = 4.85$ mol/s.

In afbeelding 30-3 staan de in- en uitgaande stromen van de reactor, de glycolen destillatiesectie en het gehele systeem weergegeven.

30.3 Het reactorontwerp.

De in- en uitgaande molstromen van de reactor zijn nu dus bekend. Hoe moet de reactor nu worden uitgevoerd?

Eerste eis is dat met het oog op de glycolen ontleding de maximale temperatuur in de reactor niet meer dan 225 °C bedraagt. Tweede eis is dat er volledige EO conversie optreedt. Gezien de eerste eis ligt het voor de hand om een buisreactor toe te passen. Om een eerste indruk te krijgen, hebben we een ideale buis doorgerekend, die isotherm op 200 °C bedreven wordt.

De ingaande stroom ziet er bij 200 °C als volgt uit:

	mol/s	kg/s	kg/m ³	m ³ /s	mol/m ³
EO	4.8487	0.2136	688.3	3.103E-4	3630
MEG	4.8640	0.3019	1004.1	3.007E-4	3641
DEG	6.8565	0.7276	1003.7	7.249E-4	5132
Totaal		1.2431		13.360E-4	

Voor de berekening van de dichtheid is gebruik gemaakt van de formules in bijlage 3. Uit de tabel volgt de gemiddelde dichtheid $RHO_{\text{gem}} = 1.2431/13.360E-4 = 930.5$ kg/m³

De uitgaande stroom na 100 % EO-conversie ziet er als volgt uit:

	mol/s	kg/s	kg/m ³	m ³ /s	mol/m ³
MEG	3.1959	0.1984	1004.1	1.976E-4	2577
DEG	5.8473	0.6205	1003.7	6.182E-4	4716
TEG	2.1740	0.3265	1002.1	3.264E-4	1753
HEG	0.5033	0.0977	999.7	0.977E-4	406
Totaal		1.2431		12.399E-4	

Hieruit volgt een gemiddelde dichtheid van 1002.7 kg/m .

De verblijftijd in de reactor kan nu worden berekend met behulp van de formule:

$$\text{TAU} = -\ln(1-\text{KSI})/k_3 \cdot (\text{gly})$$

De afleiding van deze formule wordt gegeven in bijlage 4.

$$k_3 = 1.87E5 \cdot \exp(-22327/1.987 \cdot T) \quad (\text{l/mol} \cdot \text{s}) \quad [10]$$

$$(\text{gly}) = ((\text{gly})_{\text{in}} + (\text{gly})_{\text{uit}})/2 = (8.77 + 9.05)/2 = 8.91$$

Daar KSI = 1 rekenkundig niet kan worden ingevuld, is hiervoor 0.99 gebruikt. Hieruit volgt een verblijftijd van 57356 secondes (dit is ongeveer 16 uur). Het benodigde volume is hierbij :

$$V = \text{TAU} \cdot \text{PHI} = 57356 \cdot 13.36E-4 = 76.6 \text{ m}^3 .$$

Deze lange verblijftijd duidt erop dat de reactie blijkbaar zeer traag is. Daar de reactiesnelheid toeneemt met de temperatuur, lijkt het daarom raadzaam om de reactor te bedienen op zijn maximum temperatuur van 225 °C.

De isotherme buisreactor bij 225°C

Bij de volgende berekening gaan wij ervan uit dat de buis isotherm opereert bij 225 °C. De temperatuur van de voedingsstroom bedraagt dus ook 225 °C. De ingaande stroom ziet er nu als volgt uit:

	mol/s	kg/s	kg/m ³	m ³ /s	mol/m ³
EO	4.8487	0.2136	667.3	3.201E-4	3564.2
MEG	4.8640	0.3019	990.3	3.049E-4	3575.4
DEG	6.8565	0.7276	989.4	7.354E-4	5040.1
Totaal		1.2431		13.604E-4	

De gemiddelde dichtheid is nu 913.8 kg/m³. De uitgaande stroom na volledige EO-conversie ziet er als volgt uit:

	mol/s	kg/s	kg/m ³	m ³ /s	mol/m ³
MEG	3.1959	0.1984	990.3	2.003E-4	2541.0
DEG	5.8473	0.6205	989.4	6.272E-4	4649.2
TEG	2.1740	0.3265	986.9	3.308E-4	1728.6
HEG	0.5033	0.0977	983.5	0.993E-4	400.2
Totaal		1.2431		12.576E-4	

De gemiddelde dichtheid bedraagt 988.4 kg/m³.

Voor de berekening van de verblijftijd vullen we voor KSI weer 0.99 in en $(gly) = (8.6155 + 8.919)/2 = 8.77$

De verblijftijd bedraagt dan 17682 s (dit is ongeveer 5 uur). Uit deze verblijftijd volgt een volume van 24 m³.

De dimensies van de isotherme reactor.

Wij zijn bij de berekening van de reactor uitgegaan van een ideale buisreactor. Er moet dus propstroming optreden. De voorwaarden die gelden voor propstroming zijn:

- $L/D > 50$
- $Re > 10000$ [13]

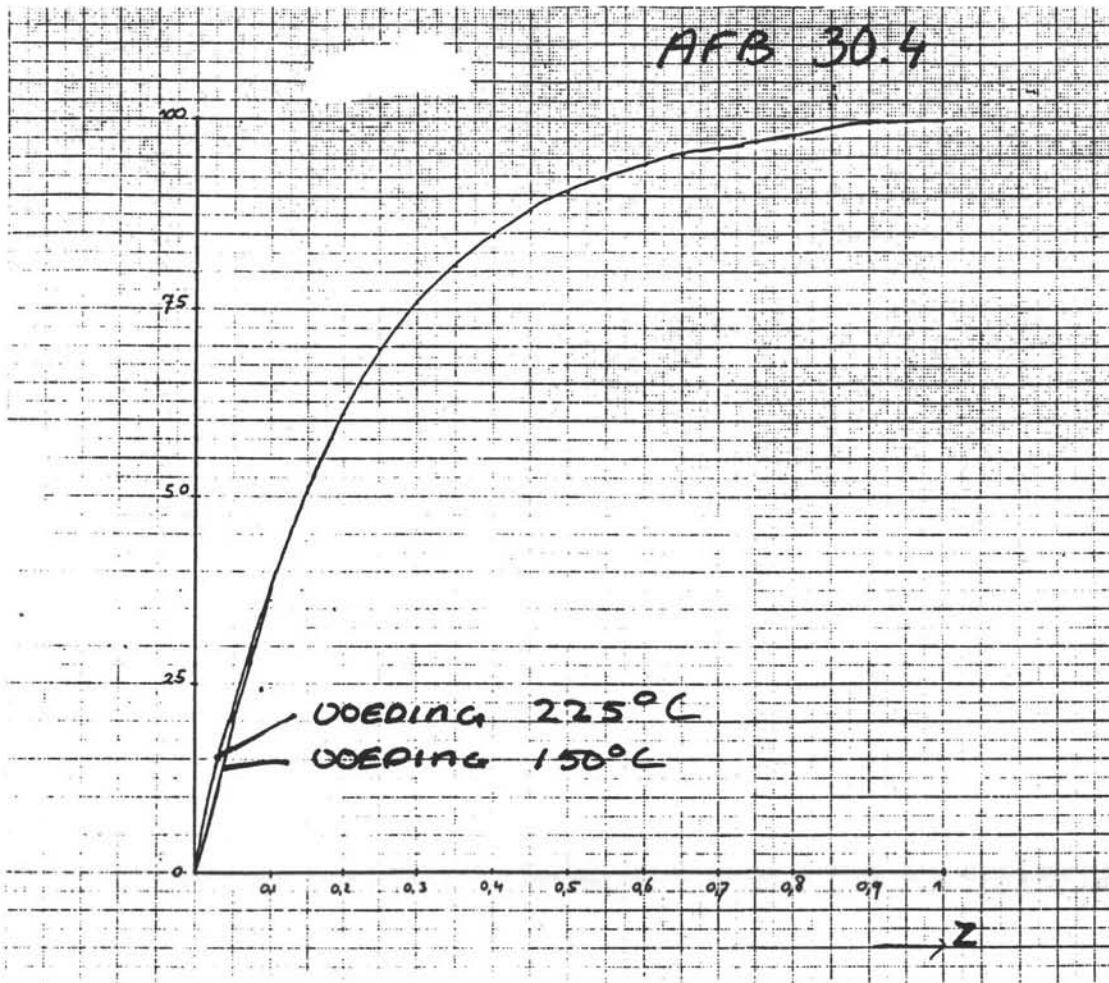
Met deze twee voorwaarden en het volume van 24 m³ kunnen mogelijke uitvoeringsvormen van de reactor berekend worden. In de tabel hieronder zijn enkele mogelijke pijpconfiguraties weergegeven.

aantal pijpen (m)	diameter (m)	lengte per pijp (m)
1	0.158	1224
2	0.079	2448
10	0.016	12240
100	1.58E-3	122098

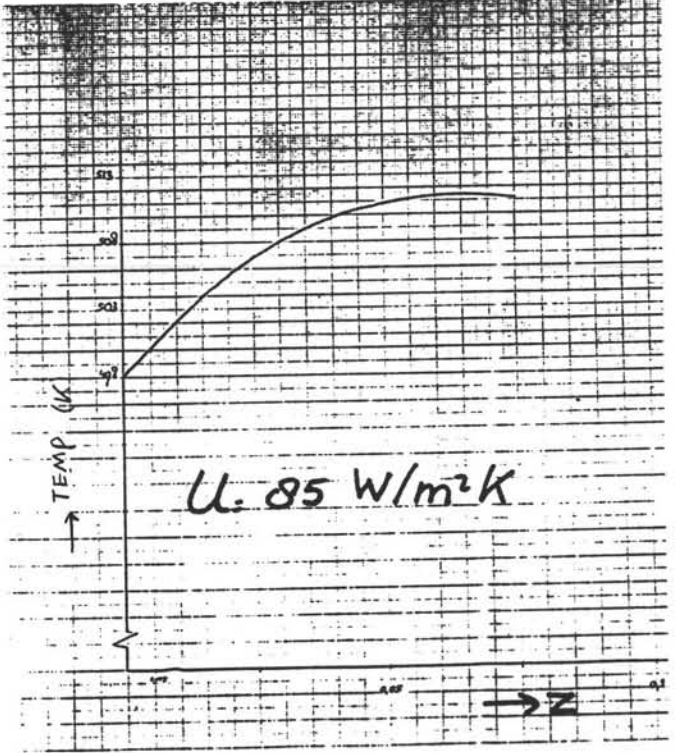
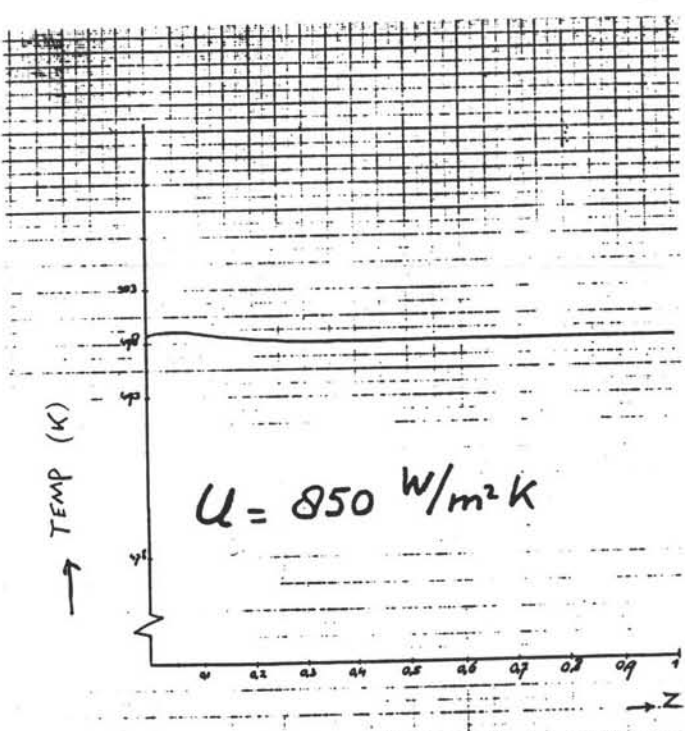
Uit de mogelijke configuraties blijkt dat de reactor absurde afmetingen krijgt, wil men voldoen aan de voorwaarden voor propstroming.

Voor onze verdere berekeningen hebben wij een reactor gekozen met 1000 pijpen met een diameter van 2 inch en een lengte per pijp van 11.84 m. Deze reactor voldoet niet aan de voorwaarde voor propstroming. De afmetingen zijn echter reeeler.

AFB 30.4



Figuur 30-4. De conversiegraad van E0 in procenten als functie van de (dimensieloze) plaats z in de reactor.



AFB 30.5

Figuur 30-5. De temperatuur T in K als functie van de van de dimensieloze plaats z in de reactor.

De warmtehuishouding van de reactor.

We hebben verondersteld, dat de buisreactor isotherm bij 225 °C opereert. Is dit in werkelijkheid wel te realiseren? In de reactor vindt immers een zeer exotherme reactie plaats. Wanneer de door de reactie ontwikkelde warmte volledig ten goede zou komen aan het mengsel in de reactor, zou dit mengsel een temperatuursstijging ondervinden van ruim 100 °C (De adiabatische temperatuursstijging). Gezien het feit dat de maximumtemperatuur 225 °C is, is dit ontoelaatbaar. De gevormde warmte zal dus moeten worden afgevoerd. Dit kan gebeuren door de reactor uit te voeren als een warmtewisselaar, waarbij het mengsel door de pijpen stroomt en waarbij een verdampend medium met een kookpunt van 225 °C aan de shell-zijde stroomt.

Nu moet onderzocht worden of de geproduceerde warmte ook werkelijk afgevoerd kan worden. Het probleem van deze isotherme buisreactor is, dat er in het begin van de reactor veel warmte zal worden ontwikkeld. Hier is, immers de concentratie EO en dus de reactiesnelheid het hoogst. Het is de vraag of de warmte hier snel genoeg kan worden afgevoerd.

Een alternatief is de voeding "koud" in te voeren. (Koud wil zeggen de temperatuur waarmee het mengsel uit de destillatiesectie komt; na overleg 150 °C) De stroom wordt dan aanvankelijk in de reactor opgewarmd door de warmtewisselaar en de zelf geproduceerde warmte. Eenmaal op temperatuur gekomen, zal het mengsel warmte afgeven via de warmtewisselaar. Deze methode heeft als voordeel dat de voedingsstroom niet apart hoeft te worden opgewarmd. Bovendien kan hiermee de warmteproductie-piek in het begin van de buis wat worden afgevlakt. Een deel van de vrijkomende warmte wordt nl. gebruikt om het mengsel zelf op te warmen.

Voor de gekozen reactor wordt nu berekend of de geproduceerde warmte kan worden afgevoerd voor het geval de voeding "koud" wordt ingevoerd en voor het geval de voedingstemperatuur 225 °C bedraagt.

Voor de warmte overdrachtscoëfficiënt hebben wij volgens tabel A9 [11] een waarde aangenomen van 850 W/K*m**2.

Via een computerprogramma (zie bijlage 5) is het verloop van de conversiegraad en de temperatuur van het medium berekend als functie van de plaats in de reactor.

In grafiek 30-4 is te zien dat de toestand van de voeding weinig invloed heeft op de conversie. Aan grafiek 30-5 is te zien dat de warmte gemakkelijk af te voeren is. De temperatuur schiet nauwelijks door boven 225 °C. Voor het doorschieten van de temperatuur maakt het niet veel uit of wij de voeding op 225 °C invoeren of "koud". De methode van de koude invoer heeft echter de voorkeur daar deze geen warmtewisselaar nodig heeft voor de

reactor. In grafiek 30-5 is tevens uitgezet wat het effect is van een warmte-overdrachtscoëfficiënt die een factor tien lager is. De temperatuur schiet weliswaar iets door, maar het loopt niet uit de hand.

Resumerend kunnen wij stellen dat de reactor zijn warmte gemakkelijk af kan voeren. Isotherm bedrijf bij 225 °C is dus mogelijk. De beoogde conversie is te realiseren. De reactor voldoet hiermee aan de in het begin gestelde eisen.

Echter:

- Het benodigd V.O. is zeer groot
- Het volume is groot
- De reactor zal moeten opereren bij 30 bar (zie bijlage 6). Deze druk is zo hoog daar de concentratie EO in de voeding zo hoog is.
- Door het grote aantal pijpen en het verdampende medium om de pijpen is de reactor gecompliceerd.

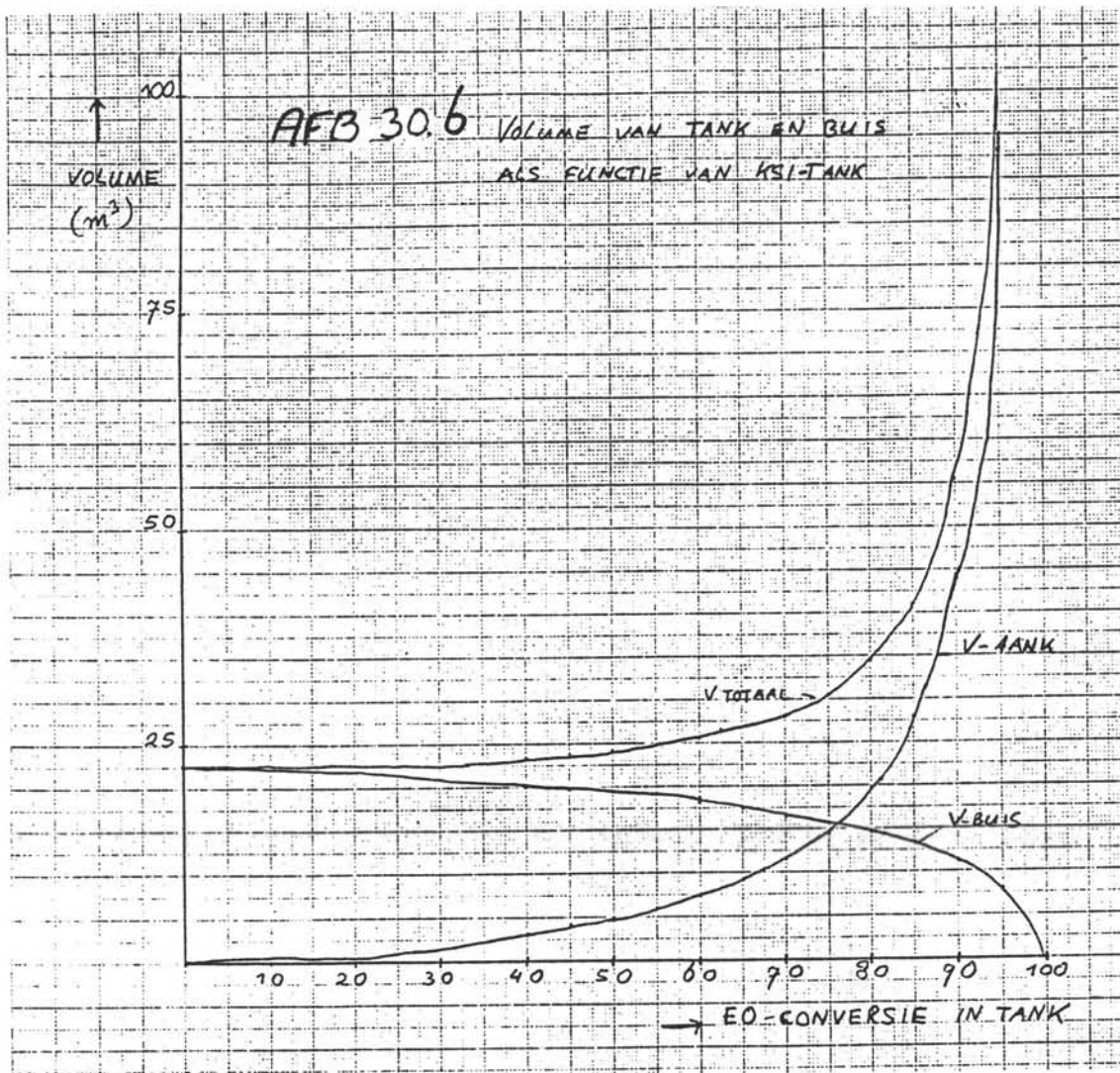
Al deze nadelen samen maken de reactor enorm duur. De buisreactor uitgevoerd als warmtewisselaar is in theorie een mooie oplossing, het blijkt echter geen realistische oplossing te zijn.

De adiabatiscbe buis.

De buisreactor waaraan gerekend is, werd ontoelaatbaar duur door de uitvoering als een warmtewisselaar. Een mogelijkheid om aan deze dure warmtewisselaar te ontkomen is de buis uit te voeren als een eenvoudige adiabatiscbe buis. Hiervoor is het noodzakelijk dat de voeding zo koud binnenkomt, dat het mengsel na de adiabatiscbe temperatuursstijging ten hoogste 225 °C wordt.

Als voorbeeld hebben we gerekend met een voedingstemperatuur van 130 °C. (Zie bijlage 7)

Het blijkt dat bij deze temperatuur de reactiesnelheid zo laag is dat de reactie nauwelijks op gang komt. Het benodigd volume zou hierdoor zeer groot moeten worden. De uitvoering zonder ingewikkelde warmtewisseling blijkt dus ook geen realistische oplossing te zijn.



Figuur 30-6. Het volume van tank en buis in m³ als functie van de EO-conversie in procenten.

30.4 Combinatie van tank en buis.

Een buis alleen als reactor is dus geen oplossing. Ook een tank alleen als reactor is geen oplossing. Om de EO conversie van 99% in een tank te laten plaatsvinden zou deze een volume moeten hebben van 500 m³. (Zie bijlage 8)

Beide reactortypen kunnen gecombineerd worden. In de tank laten we bij een redelijke EO concentratie het grootste deel van de omzetting plaatsvinden. Het in de uitgang van de tank nog aanwezige EO wordt in de daaropvolgende buis omgezet.

Via een computerprogramma (Zie bijlage 8) is berekend hoe groot de volumina van tank en buis zijn als functie van de EO-conversie in de tank. De totale conversie is steeds 99 %.

Aan grafiek 30-6 is duidelijk te zien dat de buis alleen het kleinste totale volume inneemt. Deze uitvoering gaf echter problemen met de warmtehuishouding en de praktische uitvoering.

Gezien de resultaten van de grafiek lijkt het niet gunstig om te kiezen voor een tank gevolgd door een buis. Het benodigd totale volume neemt immers sterk toe. De tankreactor heeft echter ook grote voordelen.

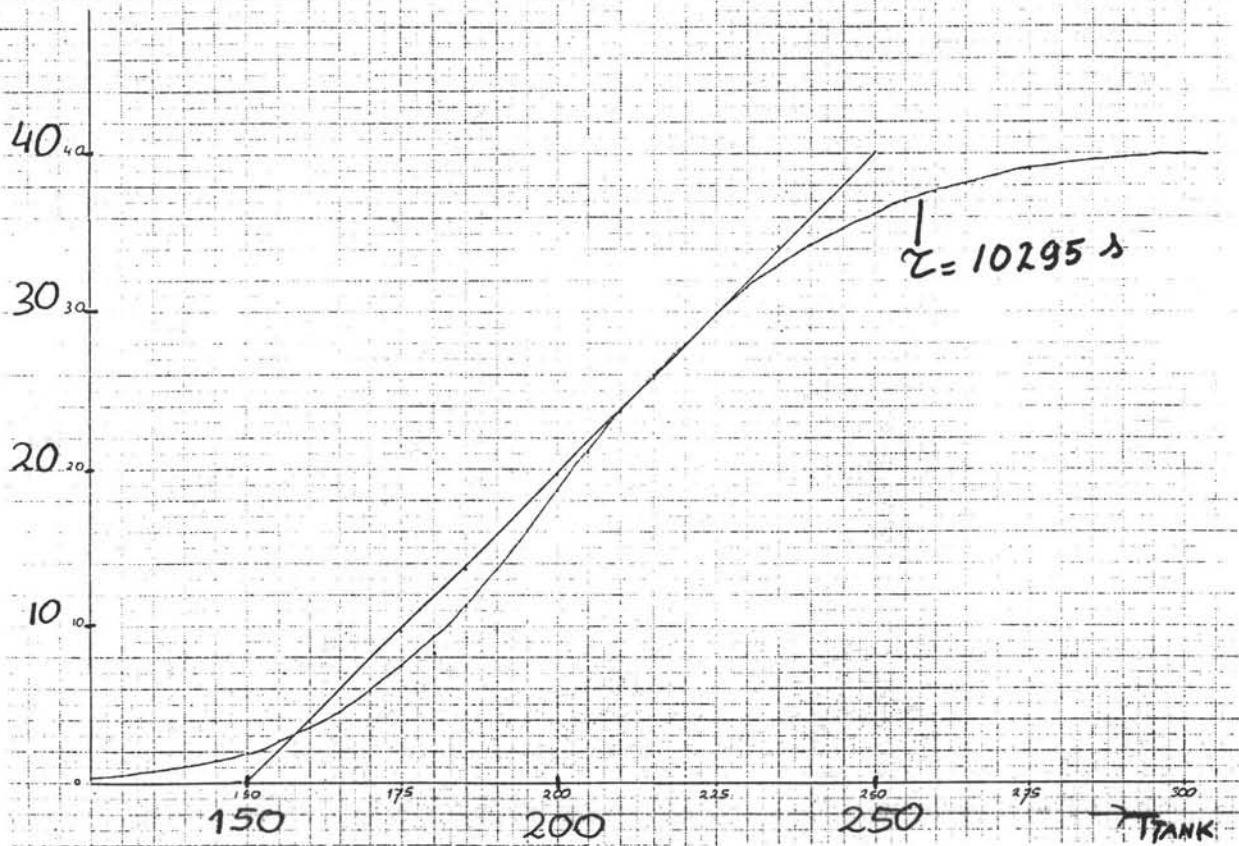
- Ten eerste kan de voeding koud worden ingevoerd. De in de tank ontwikkelde warmte zal in de ideaal geroerde tank, deze voeding direct opwarmen.

- Ten tweede kan de in de tank eventueel te veel ontwikkelde warmte gemakkelijk worden afgevoerd door een koelspiraal.

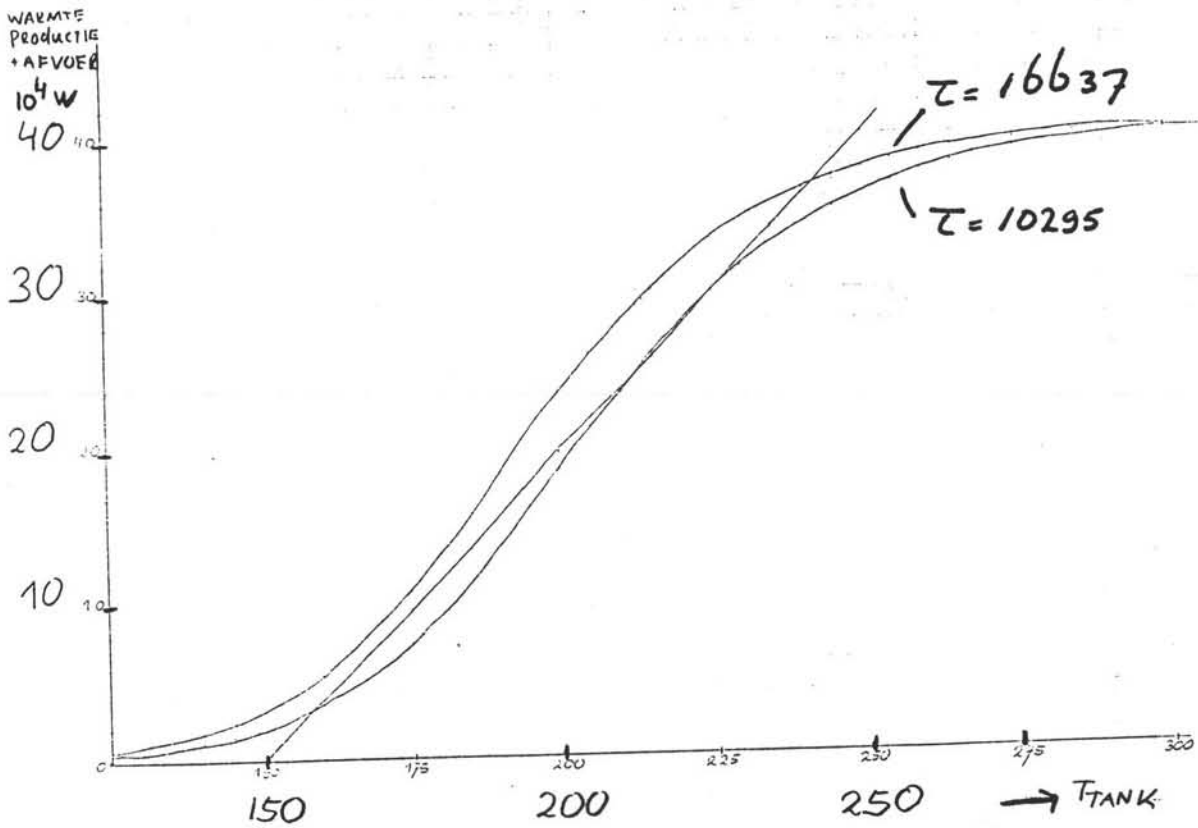
- Ten derde mag de druk in de tank beduidend lager zijn dan bij een buis. De concentratie EO is in een goed geroerde tank immers veel lager en daarmee de dampspanning van het reactiemengsel in de tank. (Zie bijlage 6)

In de tank is de concentratie EO overal laag, in de buis slechts op het eind. Deze voordelen van de tank wegen op tegen de nadelen.

Wij moeten nu een geschikt punt in afbeelding 30-6 kiezen. Het lijkt aantrekkelijk om dat punt te kiezen waarbij in de tank precies genoeg warmte wordt ontwikkeld om de voeding op te warmen tot de tanktemperatuur. Er hoeft dan immers geen warmte te worden toe- of afgevoerd. De voedingstemperatuur van de tank bedraagt 150 °C. De bedrijfstemperatuur van de tank is 225 °C. (De maximale temperatuur voor maximale reactiesnelheid)



AFB 30.8



Figuur 30-8. De warmteproductie en -afvoer als functie van de temperatuur

De tank.

De conversie waarbij de tank adiabatisch kan worden bedreven bedraagt 73.6% (Zie bijlage 9). Hierbij hoort een verblijftijd van 10295 s en een volume van 13 m³

De stabiliteit van de tank.

Nu moet nog de stabiliteit van de tank onderzocht worden. De warmteproductie van de tank, berekend via een computerprogramma (zie bijlage 10), is uitgezet als functie van de temperatuur in de tank, de zgn. S-curve. In figuur 30-8 is tevens de warmteafvoerlijn getekend voor het geval de tank gevoed wordt met een "koude" voeding van 150 °C.

Duidelijk is te zien dat de S-curve en de warmteafvoerlijn elkaar snijden bij 225 °C (Dit is immers het adiabatiese punt). In principe is dit snijpunt een stabiele situatie voor de tank. De S-curve slingert echter zo dicht om de warmteafvoerlijn dat de reactor niet echt stabiel is.

Wanneer bijvoorbeeld de temperatuur van de voedingsstroom iets zal toenemen, zal de warmteafvoerlijn naar rechts verschuiven. Het evenwichtspunt van de tank ligt dan bij een veel hogere temperatuur. Dit is ontoelaatbaar. Wanneer de voeding kouder wordt verschuift de warmteafvoerlijn naar links en zal de reactor zichzelf uitdoven hetgeen niet wenselijk is.

Mogelijke oplossingen hiervoor zijn :

- - Een tank nemen met een grotere verblijftijd. In afbeelding 30.8 is dit uitgezet voor een tank met een verblijftijd van 16637 sec. Dit blijkt geen goede oplossing te zijn ; Hoewel het werkpunt nu wel stabiel is, ligt het snijpunt bij een temperatuur boven de 225 °C. Deze mogelijkheid voldoet dus niet.
- - De helling van de warmteafvoerlijn vergroten. Dit is mogelijk door een koelspiraal in de tank aan te brengen.

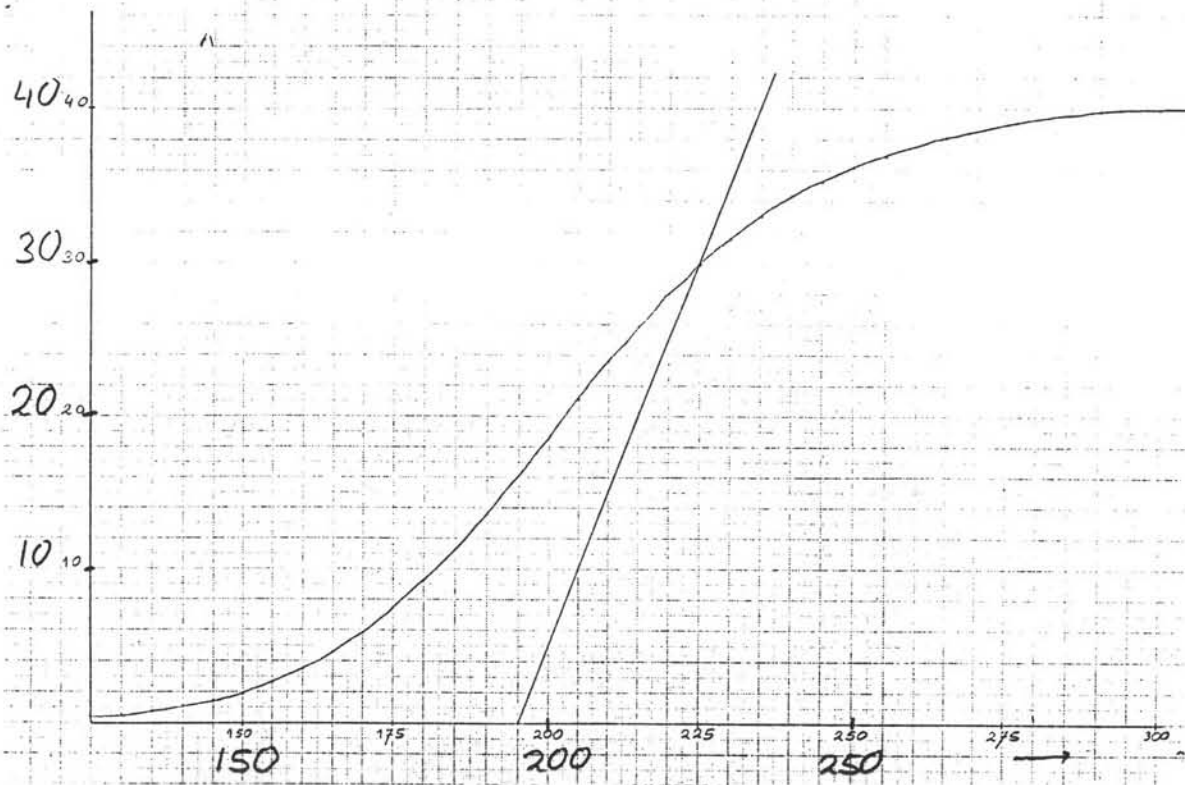
$$\text{Tank zonder koeling : } \phi_{WAFV} = \phi_V \cdot \rho \cdot C_p \cdot (T_T - T_{VOED})$$

$$\text{helling ZK} = \phi_V \cdot \rho \cdot C_p$$

$$\text{Tank met koeling : } \phi_{WAFV} = \phi_V \cdot \rho \cdot C_p \cdot (T_T - T_{VOED}) + U \cdot A \cdot (T_T - T_{KOEL})$$

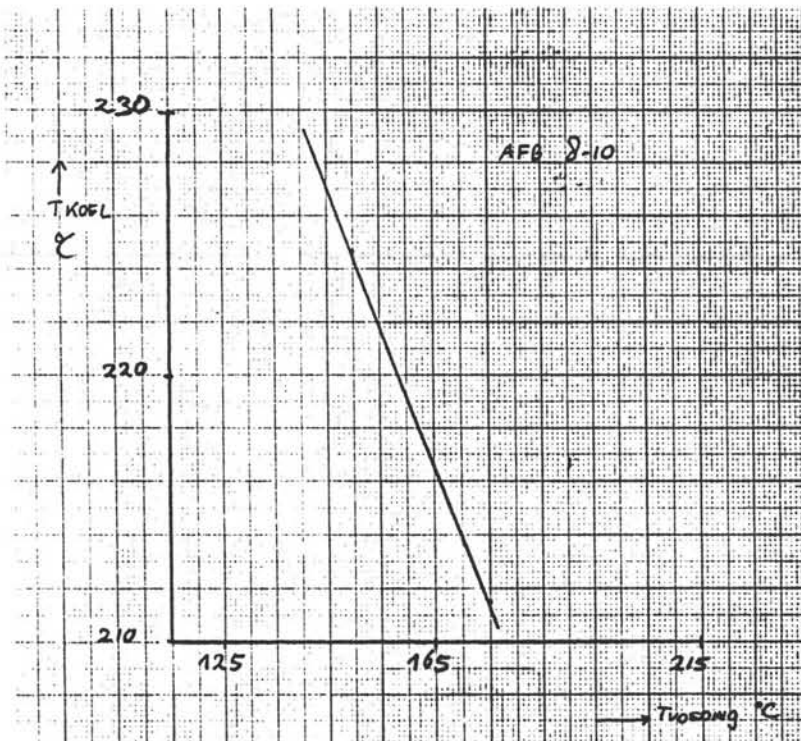
$$\phi_{WAFV} = (\phi_V \cdot \rho \cdot C_p + U \cdot A) \cdot T_T - (\phi_V \cdot \rho \cdot C_p \cdot T_{VOED} + U \cdot A \cdot T_{KOEL})$$

$$\text{helling MK} = \phi_V \cdot \rho \cdot C_p + U \cdot A \quad > \text{ helling ZK}$$



AFB 30-9

Figuur 30-9. Warmteafvoer en -productie als functie van de temperatuur.



AFB 30-10

Figuur 30-10. Relatie tussen temperatuur van de voeding en koelmedium.

Wanneer het temperatuursverschil van T-tank en T-koeling klein is moet de term $U \cdot A$ groter worden om toch een bepaalde hoeveelheid warmte af te voeren. Door te koelen met een warm medium zal de stabiliteit van de tank dus vergroot worden. De grotere helling van de warmteafvoerlijn leidt tot een stabielere situatie in de tank. De warmteafvoerlijn kan nu immers meer verschuiven zonder dat er grote temperatuursveranderingen in de tank plaatsvinden. Dit omdat de hoek tussen de S-curve en de warmteafvoerlijn groter is geworden in het snijpunt.

In afbeelding 30.9 is de warmteafvoerlijn met vergrote helling uitgezet. Het koeloppervlak van de koelspiraal bedraagt 10.64 m^2 . De warmteoverdrachtscoëfficiënt is geschat op $567 \text{ W/K} \cdot \text{m}^2$ volgens tabel A9 [11]

Een voordeel van deze koeling is dat eventuele veranderingen in de voedingstemperatuur kunnen worden opgevangen door aanpassing van de koeltemperatuur. In figuur 30.10 is de relatie uitgezet tussen de temperatuur van de voeding en de temperatuur van het koelmedium die nodig is opdat de warmteafvoerlijn niet verschuift. Aangenomen is dat T-koelmedium constant is in de koelspiraal.

De enorme warmtecapaciteit van de tank werkt als een buffer. Het zal dus lang duren voordat de tanktemperatuur verandert als gevolg van gewijzigde condities. Ter illustratie : warmtecapaciteit tank = $38.3 \text{E}6 \text{ J/K}$, warmteproductie in de stabiele situatie = $0.3 \text{E}6 \text{ J/s}$. Wanneer deze warmteproductie volledig ten goede zou komen aan het opwarmen van de tank (en er dus geen koude voeding opgewarmd moet worden) duurt het ruim twee minuten voordat de temperatuur in de tank met een graad is toegenomen. De temperatuurregeling van de tank kan geschieden met behulp van de koelspiraal. Gezien de grote bufferwerking van de tank is het raadzaam te regelen op de voedingstemperatuur zodat eventuele schommelingen gelijk opgevangen worden.

Wanneer er in de tank door de koelspiraal warmte afgevoerd wordt zal er om de tank isotherm te blijven bedrijven meer warmte ontwikkeld moeten worden (groter volume) of de voedingstemperatuur een paar graden worden verhoogd.

Bij het opstarten van de reactor kan de koelspiraal met het warme medium worden gebruikt om de tank op de gewenste temperatuur te brengen.

De buis.

De conversie in de tank bedraagt 73.6% . Voor het resterende deel van de EO-omzetting plaatsen wij achter de tank een buisreactor. De uitgaande stroom van de tankreactor na 73.6% EO-conversie ziet er als volgt uit :

	mol/s	kg/s	m ³ /s	conc, mol/l
EO	1.282	0.0565	8.47E-5	1.003
MEG	3.5849	0.2225	22.47E-5	2.797
DEG	6.1660	0.6543	66.13E-5	4.811
TEG	1.7217	0.2586	26.20E-5	1.343
HEG	0.2477	0.0481	4.89E-5	0.193

Totaaldebiet : 1.24 kg/s - 1.28E-3 m³/s

De gemiddelde dichtheid bedraagt 967.5 kg/m³.

De molfractie EO is 0.099 en de molfractie glycolen is 0.901. Hieruit volgt een dampspanning van 11.4 bar.

De totale conversie van tank en buis wordt wederom gesteld op 99 %. De uitgaande EO-stroom van de buis bedraagt dus 0.04847 mol/sec.

$$\text{KSI-buis} = \frac{1.282 - 0.04847}{1.282}$$

De benodigde verblijftijd om bovenstaande conversie te realiseren is 12082 seconden (=3.4 uur) en geeft dus een buis met een volume van 15 m³.

De adiabatiese temperatuursverhoging in de buis bedraagt :

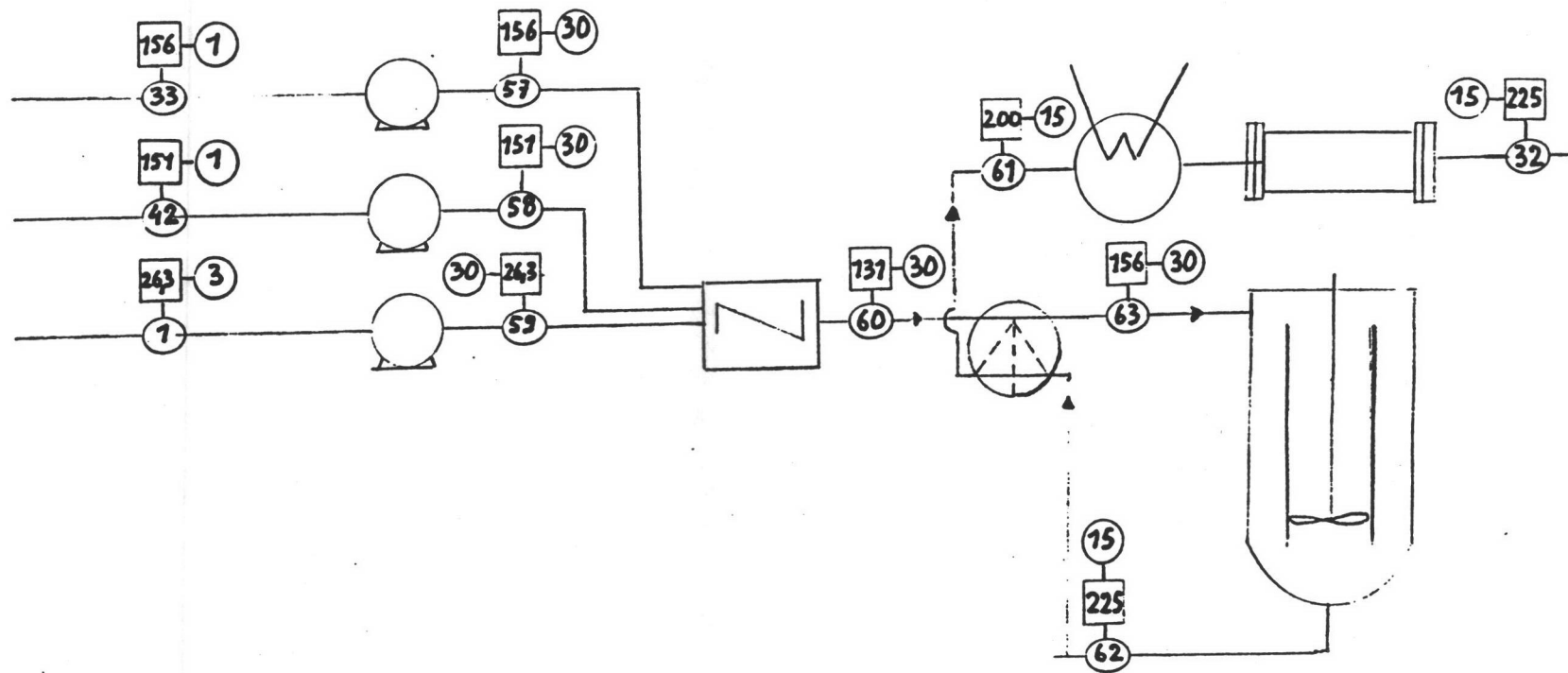
$$\Delta T_{\text{adia}} = \frac{\Delta \phi_{\text{mol}} \cdot \Delta H_r}{\phi_{\text{massa}} \cdot C_p}$$

$$\Delta T_{\text{adia}} = (1.282 - 0.04847) \cdot 84E3 / (1238.1 \cdot 3.2) = 26.2 \text{ K}$$

Deze temperatuursstijging is ontoelaatbaar wanneer de voedingstemperatuur reeds 225 °C bedraagt. Mogelijke oplossingen:

- De buis als een warmtewisselaar-reactor uitvoeren. Gezien het nog altijd grote volume levert dit dezelfde problemen als beschreven bij de buis alleen als reactor. Geen goede oplossing.
- De uitgaande stroom van de tankreactor zoveel koelen dat de temp. in de buisreactor na de adiabatiese temperatuursstijging 225 °C bedraagt

De tweede methode heeft de voorkeur. Voor de beoogde conversie zal het volume van de buis echter wat groter moeten zijn. Berekening toonde aan dat het volume nu 21 m³ wordt. De reactor is dus weliswaar groter maar veel en veel simpeler. Hij kan worden uitgevoerd als een eenvoudige gepakte buis. (propstroming) Er hoeft geen warmte te worden afgevoerd.



○ STROOM NUMMER
 □ TEMP. °C
 ○ DRUK bar

afb 30.11

Figuur 30-11. Het process-schema van de tweede reactor.

Constructieve uitvoering van de tank.

Wij zijn bij onze berekeningen ervan uitgegaan dat de tank ideaal geroerd is. Er mogen dus geen concentratie- of temperatuursverschillen optreden. Deze situatie wordt redelijk benaderd door het toepassen van een geleide buis boven de roerder. De reeds in de tank aanwezige koelspiraal kan door een juiste plaatsing en uitvoering als geleidebuis fungeren.

De tank opereert bij een druk van 15 bar. Deze druk is hoger dan de dampspanning van het mengsel in de tank. De aankomende voedingsstroom heeft een druk van 30 bar en zal via een smookklep in de tank komen.

Het volume van de tank is 13 m^3 , kiezen wij voor de tank een L/D-verhouding gelijk aan drie dan krijgt de tank de volgende afmetingen :

Lengte = 5.3 meter
DIAMETER = 1.8 meter

De tank is een drukvat. Er is gekozen voor Fe 490, dit vanwege de vrij hoge temperatuur in de tank. De minimale wanddikte bedraagt dan volgens de ketelformule 15.7 mm.

Het processchema.

De ingaande stromen MEG en DEG van de destillatie sectie worden met pompen op de gewenste druk gebracht. Deze stromen worden vervolgens gemengd met de EO stroom. Zie figuur 30-11.

De menger kan worden uitgevoerd als een geroerd vat of als een statische menger. Gezien de hoge druk en de eenvoud van een statische menger lijkt deze het gunstigst. Door de vrij hoge temperatuur is de viscositeit van de glycolen vrij laag. Er kan dus gebruik worden gemaakt van een Sulzer SMV mixer. De stromen die gemengd moeten worden zijn:

- 1.026 l/s MEG + DEG.
- 0.310 l/s EO.

Uit berekeningen volgt dat een L/D verhouding nodig is van 9. Bij een diameter van 5 cm, een lengte van 45 cm en een debiet van 1.336 l/s bedraagt de drukval 0.12 bar over deze menger.

Na de menger gaat de productstroom door een tegenstroom warmtewisselaar waarin deze stroom wordt opgewarmd tot de voedings temperatuur van de tank.

De w.w. kan vrij eenvoudig worden uitgevoerd. Er zijn immers geen grote temperatuurs verschillen en er hoeft slechts $PHI \cdot cp \cdot dT = 1.24 \cdot 3.2 \cdot 25 = 99.2 \text{ kW}$ te worden uitgewisseld.

Met de uit tabel A9 (ref) geschatte waarde voor de warmte-overdrachtscoëfficiënt van $240 \text{ W/K} \cdot \text{m}^2$ volgt een V.O. van 6 m^2 .

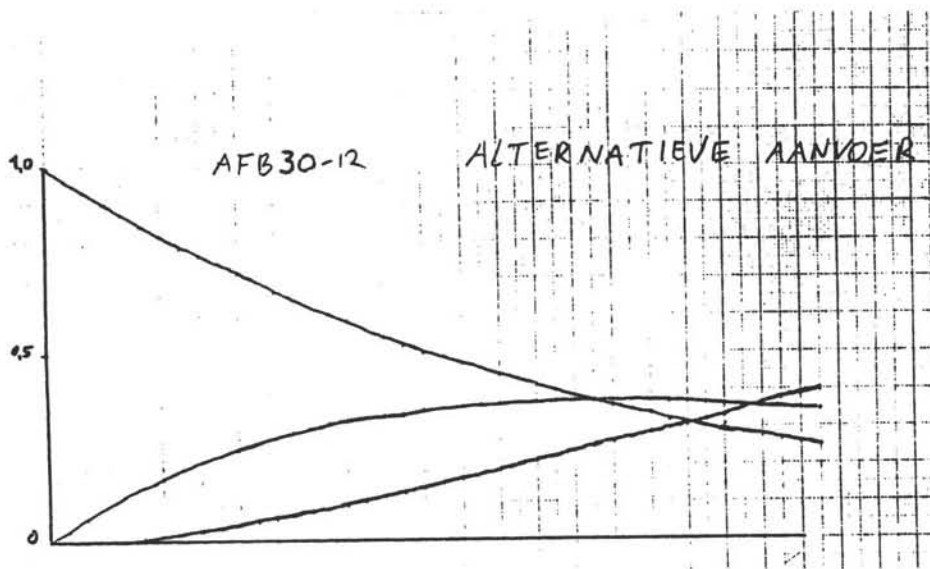
De stroom gaat vervolgens via een smoorklep de tank in. In de smoorklep wordt de druk van 30 bar teruggebracht tot de druk in de tank van 15 bar.

Na de tank gaat de stroom door de reeds besproken w.w. en wordt daar afgekoeld tot $200 \text{ }^\circ\text{C}$. Op deze w.w. volgt nog een w.w. . Deze is nodig voor het geval de voeding te heet aangevoerd wordt. De uitgaande stroom van de tank zal dan immers te weinig worden gekoeld en dus te heet de buis ingaan. Wanneer deze w.w. wordt weggelaten is het mogelijk dat de temperatuur in de buisreactor 25°C te hoog wordt. Deze w.w. dient dus slechts voor de veiligheid. Als koelmedium kan in deze w.w. gebruik worden gemaakt van koelwater. De capaciteit van de w.w. bedraagt ten hoogste 99.2 kW .

Een alternatief voor het bovenstaande schema is de buisreactor in de tank te hangen. Een heel groot voordeel is dat de reactie in de buis praktisch isotherm op de maximale temperatuur kan verlopen zonder gecompliceerde warmtewisselaars of tussenkoelers. Een nadeel is dan wel dat het volume van de tank veel groter moet worden, wat problemen met zich meebrengt voor de wanddikte en de roerder. De buis kan in de tank worden gehangen als een soort spiraal.

Conclusies en aanbevelingen

Het bovenstaande processchema lijkt ons een geschikt ontwerp. De afmetingen van de reactor zijn erg groot gezien de hoeveelheid die moet worden omgezet. Zo is reactor 1 veel kleiner terwijl er veel meer wordt omgezet. De oorzaak van de grote afmetingen is het feit dat de reactie erg traag is. Het is daarom aan te bevelen om te onderzoeken of er een katalysator kan worden toegepast.



Figuur 30-12. De molfracties van de componenten als functie van de reactievorderingsgraad met een alternatieve aanvoer.

30.5 Alternatieven.

De verschillende reactoren uit de vorige paragraaf zijn berekend voor een stroom waarbij precies aan de gevraagde hoeveelheden MEG, DEG en TEG wordt voldaan en daarnaast 0.5 mol HEG /sec (oftewel 2.8 kton HEG per jaar) geproduceerd wordt. Als een grotere HEG-productie geen bezwaar is kan de glycolenstroom door de tweede reactor kleiner worden om dezelfde hoeveelheid TEG te blijven produceren. Omgekeerd geldt dat als de HEG-productie nu reeds te groot is, de selectiviteit naar TEG verhoogd kan worden. Dit door de glycolenstroom door de reactor en dus de reactor zelf (verblijftijd TAU immers bepaald door de EO-conversie) te vergroten.

De stroom zoals die wordt aangereikt door de waterafscheidingssectie ziet er als volgt uit :

MEG	83.707	mol/sec	
DEG	5.242	mol/sec	
TEG	0.186	mol/sec	

	89.135	mol/sec	TOTAAL

Deze totaalproductie is lager dan de gevraagde.

Aan de eisen kan zo dus niet worden voldaan. Om de verhoudingen in de productstroom beter met de door Shell gevraagde verhouding te laten overeenstemmen zou er in de tweede reactor een gedeelte van de DEG-productie in TEG omgezet moeten worden.

De in deze reactor optredende reacties zijn (aanname!) :



Naar analogie van de EG/DEG reactor kan nu ook weer een "reactievorderingsplaatje" worden opgesteld. (Afbeelding 30.12) De plaats waar men gaat zitten werken in dit plaatje is weer een afweging tussen de HEG-productie en de grootte van de reactor.

Omdat in dit geval de MEG, DEG en TEG productie al minder is dan gevraagd zal men zo weinig mogelijk HEG willen vormen. Dus neemt men een zeer grote reactor waarin slechts een fractie van de aangeboden DEG wordt omgezet. Wij hebben dit niet verder uitgewerkt.

Hoofdstuk 31

ALGEMENE CONCLUSIES EN AANBEVELINGEN.

31.1 1 en 2 reactor systeem-kinetiek.

Ten aanzien van de vergelijking tussen het een en twee reactor systeem is niet gekeken naar de economische waarde van de flexibiliteit die ontstaat bij een twee reactor systeem. Voor de productie zoals opgegeven wordt in de opdracht (150kTon/jaar MEG, 10 kTon/jaar DEG, 10 kTon/jaar MEG) is de tweede reactor niet nodig en brengt dus alleen extra kosten met zich mee.

Het ontwerp van de eerste reactor is uiteraard in grote mate bepaald door de kinetiek zoals opgegeven in de opdracht volgens Shell Data. In de literatuur blijken de gegevens over de kinetiek te verschillen. Bevestiging van de Shell data is aan te bevelen.

31.2 Verdampers sectie.

De beperkingen in de verdampers serie zoals nu ontworpen ligt in de thermodynamische beschrijving van het systeem. De nu gekozen toestandsvergelijking (Soave Redlich Kwong) en beschrijving van de activiteitscoëfficiënten (UNIFAC) verschillen van experimentele gegevens. Daar de verdampers direct gekoppeld zijn zullen kleine verschillen in kooktemperaturen of samenstellingen doorwerken in de hele serie. Zo kunnen aanzienlijke verschillen ontstaan in procescondities (temp en druk).

31.3 Pakkingen en schotels.

Vergelijking tussen pakkingen en schotels is grotendeels gemaakt met economische overwegingen. Bij de DEG-TEG en de TEG-HEG scheiding is de werkdruk zo laag dat toepassing van schotels niet mogelijk is. Door pakkingen kunnen de kolommen kleiner blijven en de drukvallen zijn kleiner dan bij schotels. Daar staan de aanzienlijke pakkingskosten tegenover. De exacte economische vergelijking tussen schotels en pakkingen voor een kolom waar beide oplossingen mogelijk zijn lijkt zinvol om nog te doen.

31.4 Algemene opmerkingen.

Conclusie moet ook zijn dat het uiteindelijke ontwerp ook voor een deel bepaald is door de opsplitsing in drie groepen. Zeker in het begin hebben die groepen min of meer onafhankelijk gewerkt. Dit leverde uiteraard problemen bij de koppeling. De voorstudie heeft het schema van de fabriek bepaald waardoor het niet in onze opdracht lag naar een andere opzet te kijken. Binnen de blokken is wel geoptimaliseerd. De blokken zijn ook energetisch optimaal gekoppeld.