

W.J.G. Mees,
J.W.M. la Rivière
December 1952.

1367
1.
~ 1367?

Bereiding van aceton langs microbiologische weg.

Inleiding.

Aceton kan bereid worden uit :

- I. Aardolie : propeen → isopropylalcohol → aceton.
- II. Steenkool: cokes → acetyleen → acetaat → aceton.
- III. Vergisting van sacchariden.

De derde methode, het gistingsproces, heeft in beide wereldoorlogen een grote rol gespeeld in de Angel-Saksische landen, maar wordt zoals zovele fermentatie processen op de achtergrond gedrongen door de eerste twee. In de laatste wereldoorlog werd in Duitsland aceton uitsluitend via het acetaat bereid (B.I.O.S. rapport no 1053). Het aandeel van het gistingsproces in de productie van organische aliphatische chemicalieën daalde in de V.S. van 84 % in 1925 tot 27 % in 1948 (Hoog, 1951) terwijl uit de volgende cijfers voor aceton zelf en het meestal belangrijker bijproduct n. butanol een analoog beeld tevoorschijn komt:

| Jaar | 1947 | 1948 | 1949 | 1950 | 1951 | |
|---|--------|--------|--------|--------|-------|--------------------------|
| Totale butanol-productie volgens het gistingsproces | 140000 | 140200 | 120300 | 29000 | 30000 | (eenheid is 1000 pounds) |
| Totale aceton productie volgens het gistingsproces | 40000 | 26900 | 413000 | 481600 | | |

(Lee, 1950, 1951; Perlman 1952)

De cijfers van de laatste jaren zijn nog niet volledig beschikbaar, maar volgens de laatste auteur verkeert de aceton-butanol industrie in de V.S. sinds kort in een moeilijke positie wegens verminderde vraag, hogere kosten der grondstoffen en toenemende concurrentie van de petroleumindustrie; de zwaarte van deze laatste factor wordt getypeerd door het prijsverschil voor butanol in 1951: het gistingsproduct was 30-50% duurder.

Uit het bovenstaande blijkt dus dat de microbiologische bereidingswijze geenszins onder alle omstandigheden verantwoord is; hiermee wil niet gezegd zijn dat deze methode dan ook als zijnde ouderwets opzij dient te worden geschoven; er zijn wel degelijk omstandigheden denkbaar waarbij men b.v. wegens grondstoffenpositie en de daaraan verbonden wens van onafhankelijkheid van het buitenland op deze bereiding als enige is aangewezen terwijl ook voor het ten nutte maken van overigens waardeloze afvalproducten deze wel tot de geschikste zou kunnen behoren.

Anderzijds lijkt ons de conclusie onvermijdelijk dat bij het ontwerpen van een fabrieksinstallatie volgens dit proces, de grote economische gevoeligheid ervan tot uiting moet komen in een zo groot mogelijk aanpassingsvermogen. Aan de ene kant is het wenselijk dat men kan wisselen van grondstof, aan de andere kant moet worden rekening gehouden met de mogelijkheid om dezelfde apparatuur geheel of gedeeltelijk ev. tijdelijk voor andere microbiologische processen te gebruiken.

Over de toepassingen van aceton en butanol is door Porter (1947) een uitvoerige tabel opgenomen. De belangrijkste toepassing is als oplosmiddel.

Het microbiologische proces.

Overzichtsartikelen:

| | |
|-------------------|---------|
| Prescott en Dunn, | 1949, |
| Wijnkoop | , 1943, |
| Porter | , 1947, |
| Hildebrandt | , 1947, |
| Beesch | , 1952. |

Historie

Reeds door Pasteur werd aangetoond, dat n.butanol behoorte tot de producten der boterzuurgisting. Dat ook aceton als gistingsproduct kan optreden werd door Schardinger in 1905 en Buchner en Meisenheimer in 1908 gevonden. Research met het doel tot industriële toepassing te geraken, werd aanvankelijk gestimuleerd door de noodzakelijk geachte uitbreiding van de productie van synthetische rubber, waarbij butanol een der belangrijke grondstoffen is. Iets later, in de eerste wereldoorlog, lag meer het accent op het aceton, dat nodig was voor de bereiding van explosiva. Tot de belangrijkste onderzoekers behoren Weizmann en Fernbach; het hoofdprobleem bij hun onderzoek was, om voor verschillende substraten bijbehorende organismen te isoleren, die een zo hoog mogelijke opbrengst gaven en verhoging van het rendement door het kiezen van de juiste gistingscondities en voorbehandeling van het entmateriaal. Nog steeds ligt het zwaartepunt der onderzoekingen op dit terrein. Evenals dit bij de alcoholische gisting het geval was, leidde de industriële toepassing, zij het in mindere mate, ook hier tot zuiver wetenschappelijk onderzoek van de biochemie van de aceton-butanolgisting.

Reeds spoedig na de oprichting van de eerste fabriek in Engeland kwam in Canada en de Verenigde Staten een grote productie tot stand. Na de eerste wereldoorlog kreeg men weer meer belangstelling voor de butanol, die wegens de voldoende toevoer van natuurlijke rubber nauwelijks toepassing had gevonden maar als oplosmiddel in de lakindustrie zeer gunstige eigenschappen bleek te bezitten. Tot en met de laatste wereldoorlog werd het proces in vrijwel ongewijzigde vorm toegepast al werd, afhankelijk van de omstandigheden, wel van grondstof gewisseld (graan, aardappels, melasse).

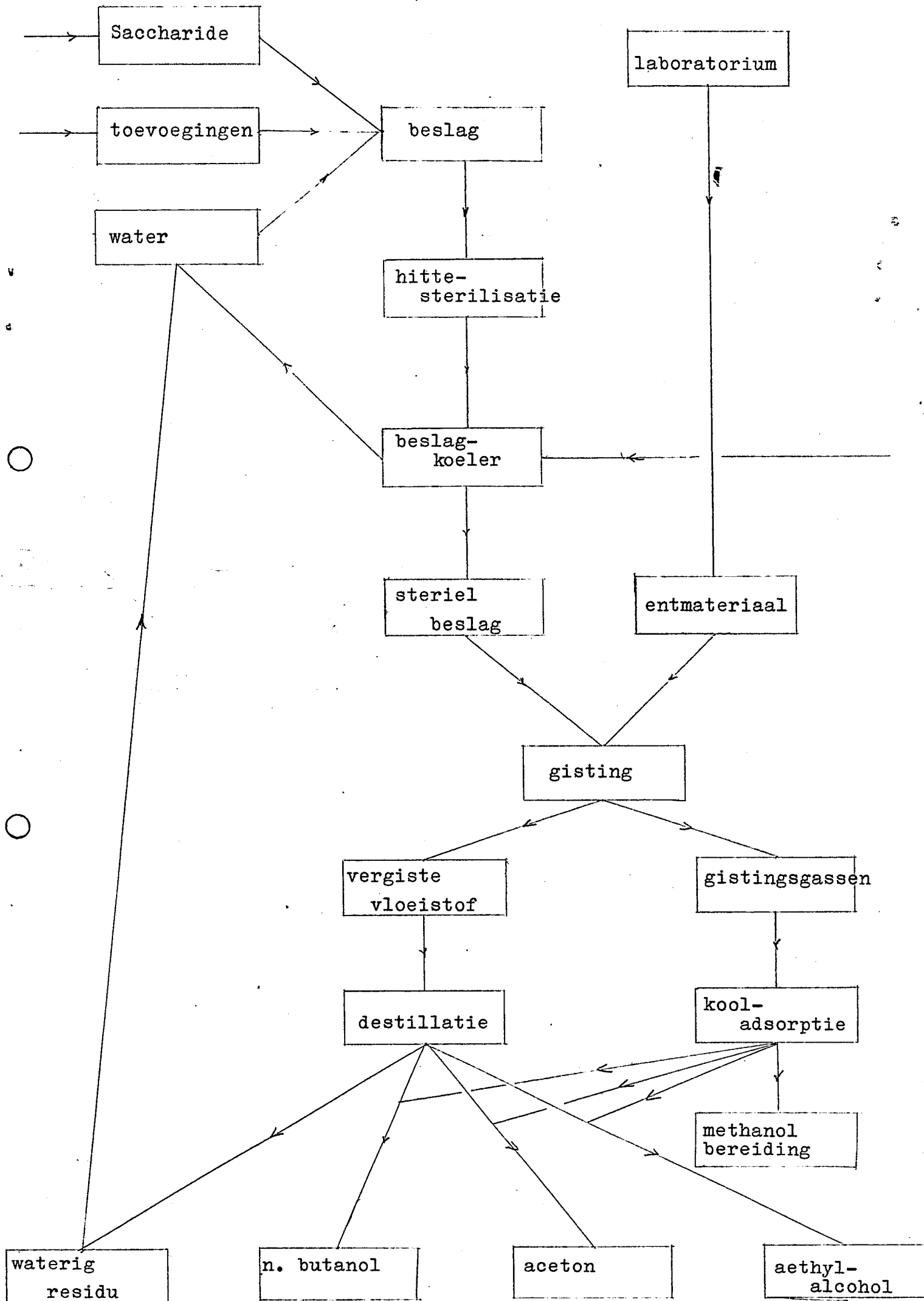
Zoals vermeld is de aceton-butanolgisting in de V.S. op het ogenblik in een precaire situatie; ook in Nederland is de productie bij de K.N.G. & S.F. stilgelegd (Chem. Eng. News 30, 3698, 1952). Het is waarschijnlijk dat hier, zowel als in de V.S., mede de omstandigheid in het spel is, dat de ervaring en apparatuur der gistingsbedrijven meer economisch bij de antibioticaproductie benut kan worden. Uit een artikel van Inskeep (1951) blijkt dat ook de Commercial Solv. Corp. te Terre Haute, een der grootste aceton-butanolgistingsbedrijven zich hier ook op is gaan toeleggen. Het lijkt dus of de ontwikkeling der toegepaste microbiologie zelf een verschuiving in de richting van meer veredelde producten, waar concurrentie met andere bereidingswijzen (nog) niet te vrezen valt, in de hand werkt.

Schematische Beschrijving

Om een verdere bespreking te vergemakkelijken moge een schematisch overzicht voorafgaan. Hierin geeft kolom A het theoretisch verloop, kolom B welke stoffen in de praktijk in het proces betrokken worden en kolom C enkele praktijkcijfers. Uit het blokschema volgen de belangrijkste fysische en chemische bewerkingen.

indit de lenige?

| A | SACCHARIDE | OVERIGE NOODZAKELYKE + VOEDINGSSTOFFEN | STOFWISSELING VAN MICROORGANISMEN | ACETON | + BYPRODUCTEN |
|---|--|---|---|-----------------|---|
| | Poly-, di-, of monosaccharide | Stikstofbron (org. of anorg.) Phosphaat Sulfaat K, Ca, Mg, spore-elementen groeistoffen | Clostridium Aceto-butylicum | | Butanol Aethanol Isopropylalcohol Vetzuren H ₂ en CO ₂ Celmateriaal Riboflavine |
| B | suikerh. b.v. melasse zetmeelh. , , graan afvalstoffen : wei sulfieltoog | wei gistaulysaat dierlijke eiwitten anorg.zouten | | | |
| C | concentraties van 3-12% menging van versch. grondstoffen soms mogelijk. | relatief geringe hoeveelheden | anaerobe condities T = 35° - 43° p _H = 5 - 7 | Opbrengst ± 10% | Gas Oplosmidd. = 1,5-2 Butanol:aceton:aethanol = 6 : 3 : 1 |



De literatuur kan, afgezien van de overzichtsartikelen, in grote trekken in drie categorieën verdeeld worden:

- I. Zuiver wetenschappelijke publicaties, welke beögen de stofwisseling der betrokken bacteriengroep te leren kennen c.q. kunstgrepen beschrijven, die het gistingsproces in de gewenste richting dringen.
- II. Literatuur welke de praktijk van het proces min of meer volledig gedocumenteerd weergeeft.
- III. Octrooiliteratuur waarin, behalve technische werkwijzen en kunstgrepen als boven bedoeld, ook het gebruik van bepaalde bacterienstammen is vastgelegd; dit laatste is niet in alle landen mogelijk, b.v. wel in de V.S. en niet in Nederland.

In verband met de opgave werd van deze groepen de tweede van het meeste belang geacht; een groot deel der zuiver wetenschappelijke artikelen zijn van overwegend theoretisch belang, of geven resultaten van laboratoriumproeven, waarvan de waarde voor semi-technische en technische uitvoering nog niet is vastgesteld en aangezien voor het aanvragen van een octrooi andere motieven en het spel kunnen zijn dan het beschermen van een door de praktijk beproefde werkwijze, werd het meest vertrouwd op die octrooischriften, waarvan vaststond dat praktische toepassing had plaatsgehad.

Grondstoffen.

Daar de grondstof de belangrijkste economische factor uitmaakt streefde men ernaar een zo groot mogelijke onafhankelijkheid hiervan. Aanvankelijk kreeg men beschikking over microben die zetmeelhoudende grondstoffen konden omzetten, en pas later lukte het ook stammen te vinden die (ook) suikers op de gewenste wijze vergisten. Het voordeel van deze grondstof is meestal van economische aard, maar ligt ook in een eenvoudiger proces: men heeft geen suspensie maar een oplossing.

Op het ogenblik heerst sterk de tendens, afvalstoffente gebruiken en men is erin geslaagd om voor een groot aantal waardelose producten de mogelijkheid van een bacteriele omzetting in o.a. aceton aan te tonen; of reeds toepassing op grote schaal met blijvend succes heeft plaatsgehad is nog niet voldoende zeker, doch deze ontwikkelingsrichting lijkt van groot belang daar in het algemeen hier een bijuutstek voor de toegepaste microbiologie geschikt arbeidsterrein ligt. Ook geldt dan in veel mindere mate het bezwaar dat men zou kunnen maken tegen de vergisting van landbouwproducten tot voor voedsel ongeschikt materiaal, hetgeen in algemeen verband gezien ongewenst is en niet geldt voor de bereiding uit steenkool of aardolie.

Microbiologie.

Clostridium Aceto-butylicum en Zymobacillus Aceto-aethylicus zijn de voornaamste bacteriengroepen welke aceton in voldoende hoeveelheid als stofwisselingsproduct kunnen leveren. De eerste levert aan oplosmiddelen aceton, butylalcohol en aethylalcohol in een verhouding van $\pm 3:6:1$, de laatste behalve aceton alleen aethanol. Omdat butanol veel duurder is dan aethanol en de acetonrendementen weinig uiteen lopen wordt deze laatste methode verder buiten beschouwing gelaten; ook al omdat van deze bacterie nog geen technische toepassing vermeld is. Deze werkwijze zou wel belangrijk kunnen worden indien bepaalde afvalproducten met meer succes dan Clostridium Aceto-butylicum dit doet, verwerkt zouden kunnen worden.

Tot de belangrijkste eigenschappen van Clostridium Aceto-butylicum behoren beweeglijkheid, spore-vorming en obligate anaerobie. Verder is er een vrij grote substraat-specificiteit: in de loop der jaren heeft men talrijke stammen geïsoleerd, die ondanks de willekeurig toegepaste naamgeving tot ~~dit geslacht~~ behoren en elk voor zich aan een of meer grondstoffen zijn gebonden. Ook vindt men voor één substraat een serie stammen, die verschillen in opbrengst en onderlinge verhouding van geproduceerde oplosmiddelen; van groot belang is verder de maximale concentratie waarin de grondstof nog volledig vergist kan worden; men wenst deze zo groot mogelijk daar de concentratie nagenoeg omgekeerd evenredig is met de

omvang van de fabrieksinstallatie bij gelijke productie.

Beesch (1952) geeft b.v. in een tabel een overzicht van een aantal suikervergistende stammen waarop octrooi is verleend; dit neemt niet weg, dat men dezelfde stammen en vermoedelijk vele anderen door eigen onderzoek in handen kan krijgen en men moet voor zeker aannemen, dat de gistingsbedrijven over reeksen stammen beschikken, die niet in details beschreven zijn, dat zij daaruit een keuze maken, afhankelijk van de wensen van het ogenblik.

Over de chemische verandering die bij de voortschrijding van de gisting in het medium optreden en de factoren die hierop invloed hebben is veel onderzoek verricht (b.v. Donker, 1926; V.d.Lek, 1930; Peterson en Fred, 1932) ; in de eerste plaats betreft dit de samenstelling van het medium; dit moet alle stoffen bevatten die de bacterie nodig heeft en deze ook in voldoende hoeveelheid blijven bevatten tot de koolstofbron geheel vergist is; daar zowel verschillende organismen uiteenlopende eisen stellen alsook de verschillende grondstoffen in samenstelling wisselen moet van geval tot geval worden nagegaan , welke stoffen en hoeveel van elk toegevoegd moet worden.

Als controle op het verloop van de gisting wordt gebruik gemaakt van de gasontwikkeling, die zeer aanzienlijk is (1,5 à 2 maal zoveel als oplosmiddelen) en tijdens de gisting een maximum vertoont. Daarnaast maakt men gebruik van de hoeveelheid titreerbaar zuur, waarvoor hetzelfde geldt. Tijdens de gisting pleegt de p_H vaak tot ongewenst lage waarden te dalen; door toevoeging van b.v. NH₃-gas tijdens de gisting kan men dit in de hand houden terwijl dan tevens voor bepaalde gevallen tegelijkertijd aan de stikstofbehoefte der cultuur kan worden voldaan (Beesch, 1952).

Een andere moeilijkheid is gelegen in het handhaven van de activiteit van de in voorraad aanwezige stammen; bij bewaren op de normale wijze nemen de gewenste eigenschappen af; dit kan ondervangen worden door het celmateriaal voor gebruik in het spore-stadium 1 tot 2 min. op 100 ° te houden (heat-shock).

Het mechanisme van de vorming der oplosmiddelen is biochemisch nog niet geheel opgehelderd; behalve de genoemde producten worden nog wisselende hoeveelheden lagere vetzuren in het vergist beslag aangetroffen.

Behalve de voor een gistingsbedrijf gebruikelijke eisen van steriliteit brengt deze gisting nog enige aparte moeilijkheden met zich mee: het infectiegevaar is abnormaal groot, daar de heersende condities in ons geval meer dan bij vele andere gistingen het geval is, tevens een aantrekkelijke omgeving scheppen voor algemeen voorkomende organismen (vooral melkzuurbacterien) die het substraat tot andere producten afbreken. In de tweede plaats heeft men niet zelden te kampen met ontwikkeling van een bacteriophage, die in het algemeen voor één stam specifiek is; men kan dan het entmateriaal resistent maken door voortgezet kweken in aanwezigheid van toenemende hoeveelheden phaag; de activiteit gaat hierdoor meestal achteruit zodat men beter een nieuwe stam kan nemen. Het is niet bekend waarom de phaag niet door de gebruikelijke sterilisatie geweerd kan worden.

Tenslotte zij er op gewezen, dat bij sommige stammen riboflavine in technisch belangrijke hoeveelheden in het vergiste beslag wordt aangetroffen; de vorming ervan wordt o.a. bepaald door de redox-potentiaal en optimale concentraties aan metaalionen; benutten van deze eigenschap voor de productie van veevoer uit het destillatieresidu kan daarom alleen wanneer de gistingsapparatuur aan bepaalde materiaaleisen voldoet.

Uit de hier aangestipte punten moge zijn gebleken, dat het bedrijf moet beschikken over een hoogwaardig microbiologisch laboratorium in verband met de vele moeilijkheden, die zich onverwachts kunnen voordoen en die niet op andere wijze snel kunnen worden opgelost.

Practijk.

De technische uitvoering van het proces schijnt slechts weinig aan ingrijpende veranderingen onderhevig te zijn geweest; Killeffer (1927) en Gabriel (1928) geven een beschrijving van enkele grote Amerikaanse bedrijven waaraan volgens Wijnkoop (1943) niet veel nieuws behoeft te worden toegevoegd. Ook uit het overzicht van Beesch valt op te maken dat er weinig veranderd is (1952). Weliswaar is er ook op dit gebied een stroom van octrooien waarvan wij om bovenvermelde redenen er slechts enkele in de bespreking zullen betrekken.

Bereiding en Sterilisatie van het beslag.

De gangbare concentratie van de koolstofbron in het beslag bedraagt voor zetmeelhoudende grondstoffen 3-12 % en voor melasse, op suiker berekend 3-7%. In het eerste geval is menging en een hittebehandeling vaak niet te vermijden en bevat het beslag onopgeloste bestanddelen die kans op verstopping en de noodzaak tot roeren met zich meebrengt. De sterilisatie wordt algemeen door verhitting tot stand gebracht; volledige steriliteit komt tot stand door inwerking van hoge temperatuur gedurende een bij die temperatuur behorende tijd; binnen bepaalde temperatuurgrenzen is bij een hogere temperatuur een kortere tijdsduur voldoende. Deze tijdsduur is echter ook afhankelijk van andere factoren o.a. zuurgraad van het milieu en aard van de te doden cellen. Verder is van belang eventuele degradatie van het medium door de hitteinwerking welk effect eveneens van de p_H afhangt. Zo wordt melasse om vorming van onvergistbaar glutose te ontgaan, zuur gesteriliseerd. In de meeste gevallen is voor vloeistoffen een tijd van één uur bij 110° voldoende.

Discontinuu steriliseren in aparte ketels of ook in de gistingketel zelf wordt algemeen toegepast. Volgens het octrooi van Carnarius (1947) is continue sterilisatie technisch uitvoerbaar. Hierbij wordt de vloeistof gedwongen door een serie ketels te stromen, waarin de verblijfs-tijd overeenkomt met de sterilisatietijd.

Een andere methode welke vooral succes belooft bij het steriliseren van gevoelige media is de zgn. Flashsterilisatie; de vloeistof wordt continu door een goed geïsoleerd pijpsysteem geleid onder turbulente stromingscondities (Pfeiffer, 1952). Deze methode is reeds enige tijd in het stadium van semi-technische ontwikkeling.

Ormtetransport.

De hoeveelheid warmte, welke in het gesteriliseerde beslag is gestoken wordt weer nuttig gebruikt om het voor de beslagbereiding nodige water op te warmen. Het beslag wordt dan afgekoeld op de gistingstemperatuur; om handhaving van de steriliteit te garanderen moet lekkage tussen binnen- en buitenvloeistof in de warmtewisselaar worden voorkomen. Als in dit opzicht het meest betrouwbaar worden algemeen dubbelpijpsapparaten gebruikt. Vaak kan voor de bereiding van het beslag eengedeelte van het water worden vervangen door het warme, waterige residu, verkregen bij het destilleren van de vergiste vloeistof hetgeen behalve warmte ook aanvullende voedingsstoffen bespaart.

Entmateriaal.

De in het laboratorium aangehouden reïnculturen worden, eventueel na een "shock" behandeling achtereenvolgens in kolven met toenemend volume voorgecultiveerd tot men een cultuur heeft van enkele liters. Het gedrag en de steriliteit der cultures wordt zorgvuldig gecontroleerd, waarna men overgaat tot enting van de kleinste entketels. Afhankelijk van het gewenste volume entmateriaal werkt men ook hier weer in trappen. De hoeveelheid entcultuur bedraagt meestal 0,5 - 3% van de in de gistingketel te vergisten hoeveelheid beslag. Aan een hoog entpercentage is het voordeel verbonden van garantie van een regelmatig gistingsverloop. Gavronsky (1945) gebruikt zeer hoge entpercentages, waardoor steriliseren van het beslag onnodig zou zijn. In feite komt dit er echter op neer dat slechts een deel van het beslag niet gesteriliseerd wordt, daar nu een grotere hoeveelheid nodig is voor de entcultuur. Deze methode lijkt riskant al kan niet ontken worden dat het hoge aanvangsaantal bacteriële cellen de gisting

snel doet verlopen en de schadelijke werking der/zeker aanwezige nevenorganismen zou kunnen overvleugelen. Het blijkt niet of dit octrooi toepassing heeft gevonden.

Gisting.

Deze wordt discontinu uitgevoerd. Wheeler en Goodale (1932) namen octrooi op een continue werkwijze, waarbij als bij de continue sterilisatie de gistende vloeistof een aantal ketels doorstroomt, doch ook hier staat de bruikbaarheid in de praktijk niet voldoende vast. De duur van de gisting is ongeveer 50 uur. Tijdens het proces moet de temperatuur constant gehouden worden, hetgeen neerkomt op opwarmen in het begin en koelen tegen het eind. Terwille van de steriliteit en anaërobie handhaaft men een kleine overdruk in de ketels. Het verloop van de gisting wordt regelmatig gecontroleerd, terwijl, afhankelijk van de gestelde eisen, door toevoeging tijdens de gisting de omzetting wordt gecompleteerd. Roeren is vooral bij het gebruik van zetmeelhoudende grondstoffen nodig. Soms wordt hiertoe steriel gistingsgas doorgeblazen.

V met behulp van
steriel gistingsgas.

Verwerking der producten.

Men wint de oplosmiddelen door destillatie; hierop wordt nader ingegaan op blz. 19.

De gistingsgassen H_2 en CO_2 (ongeveer in verhouding 2/3) zijn zeer zuiver behoudens een spoor van zwavelverbindingen. Zij zijn echter verzadigd aan oplosmiddelen en moeten daarvan bevrijd worden hetgeen algemeen door kooladsorptie geschiedt. De grote hoeveelheid dezer gassen maakt verwerking op NH_3 of methanol, hetgeen rendabeler geacht wordt, wenselijk. ER^3 blijft dan nog koolzuur over. De verwerking op veevoer van het watrig destillatie-residu is niet altijd rendabel wegens de geringe concentratie.

Handhaving steriliteit.

De handhaving van de steriliteit is in hoge mate bepalend voor het welslagen van het bedrijf. Men gebruikt zo min mogelijk afsluiters en pompen bij het transport van steriele vloeistof. Leidingen, die niet in gebruik zijn worden onder stoom gehouden. Verplaatsing van vloeistof gebeurt veelal met behulp van steriel gistingsgas onder druk. De sterilisatie hiervan wordt algemeen door filtratie ~~bereikt~~ ^{verweerd}.

Het krachtgebruik is voor het bedrijf gering; de afgewerkte stoom kan voor sterilisatie en verwarming gebruikt worden. De opleiding en ervaring van het personeel is van vitaal belang.

De keuze van het schema.

Grondstof.

Verondersteld wordt dat het project een in Nederland te vestigen bedrijf betreft. Als grondstoffen zouden dan in aanmerking kunnen komen:

| | |
|-----------------|--|
| zetmeelhoudend: | { graansoorten laardappelmeel |
| suikerhoudend : | { melasse bietsuiker |
| afvalstoffen : | { wei groente-en fruit-afval sulfietloog |

De afvalverwerking is thans nog niet voldoende ontwikkeld; de opslag van b.v. fruit zal ook moeilijkheden geven; het lijkt echter wel raadzaam de verwerkingsmogelijkheid ervan niet uit te sluiten bij de inrichting van de fabriek. Daar ons land granen invoert wordt de keuze beperkt tot aardappelen en

en suikerhoudend materiaal.

De opbrengst aan aceton voor zetmeel en suiker ontlopen elkaar weinig. Suiker kost zonder opcenten 22,5 c/kg. Bij een aardappelprijs van 4 c/kg en een zetmeelrendement van 19% komt men op een zetmeel prijs van 21 c/kg, ongerekend de productiekosten. Suiker en melasse worden uitgevoerd en de uitvoerprijs voor melasse is zelfs hoger dan van suiker: 17c/kg melasse geeft voor een suikergehalte van 60% een op suiker berekende prijs van 28 c/kg. De kostprijs moet echter lager liggen dan die van suiker. Van aardappelzetmeel werden ^{gen} uitvoercijfers gevonden. De prijzen van melasse en zetmeel ^{ver-} echter in elk geval zo weinig dat beoordeling op proces- ^{Schillen}voering verantwoord lijkt. In de V.S. is de tendens in de richting van melasse: Beesch (1952) noemt als voordelen:

- Beter hanteerbaar beslag, minder vuilafzetting.
- Lagere sterilisatie en gistingstemperaturen.
- Vorming van minder aethanol.
- Lagere prijs.
- Bij afkeuren van een beslag wegens infectie is verwerking op aethanol nog zeer goed mogelijk zonder hernieuwde sterilisatie.

Op grond van het bovenstaande werd melasse gekozen onder het voorbehoud dat de gebruikte apparatuur behoudens ev. aanvulling, gebruik van andere grondstoffen niet mag uitsluiten terwijl ook de rechtstreekse verwerking van dunsap tijdens de bietencampagne als mogelijkheid niet uit het oog mag worden verloren.

Omvang der productie

De in- en uitvoer van aceton en butanol blijken uit de volgende tabel:

| | Invoer | | | | Uitvoer | | | |
|---------|--------|-------|-------|-------|---------|-------|-------|-------|
| | 1950 | 1951 | 1952 | 1952 | 1950 | 1951 | 1952 | 1952 |
| aceton | 1271 | 1197 | 1441 | 1748 | 9 | 1 | 5 | 8 |
| butanol | 668 | 712 | 346 | 441 | g | e | h | e |
| | f1000 | f1000 | f1000 | f1000 | f1000 | f1000 | f1000 | f1000 |

De invoer geschiedt in hoofdzaak uit de V.S. De cijfers voor 1952 betreffen het eerste halfjaar; de hoge invoer van aceton gedurende die periode behoeft geen verdubbeling te betekenen daar een schip de jaarlijkse behoefte kan hebben aangevoerd. Hoewel de productiecijfers geheim worden gehouden kan op grond van ingewonnen inlichtingen worden aangenomen dat de invoer met het verbruik overeenkomt. Het huidig verbruik schatten wij op 1500 ton/jaar voor aceton en op 800 ton/jaar voor butanol. In verband met de stijgende tendens in de invoer en te verwachten toename van het verbruik bij lagere prijs is als basis voor het schema genomen een jaarproductie van 2500 ton. Aangezien er dan een hoeveelheid van ongeveer 5000 ton butanol tevens geproduceerd wordt, zal het grootste deel hiervan moeten worden uitgevoerd.

Aan melasse is dan nodig 46.700 ton/jaar. In- en uitvoer zijn onregelmatig:

| | Invoer | | | | Uitvoer | | | |
|-----|--------|-------|-------|-------|---------|-----------|-------------------------|--|
| | 1950 | 1951 | 1952 | 1950 | 1951 | 1952 | 1952 | |
| ton | f1000 | f1000 | f1000 | f1000 | f1000 | f1000 | f1000 | |
| 69 | 3 | 28148 | 3418 | 85 | 15 | 592074756 | 20156 2228 11054 1806 | |

De uitvoer overheerst maar zal niet voldoende zijn voor de aceton fabricage. Wegens het terugdringen van de aethanolgisting door andere processen zal in de toekomst misschien meer melasse vrij komen. Voorlopig zal men echter een gedeelte aan andere verbruikssectoren moeten onttrekken.

De hier vermelde prijzen en in- en uitvoer cijfers zijn ontleend aan de desbetreffende Jaarstatistieken van het C.B.S.

Organisme

Reeds eerder werd betoogd dat het ondoenlijk is zich te binden aan één stam. We rekenen daar, om met een gemiddelde prestatie en kiezen veiligheidshalve als gemiddeld rendement aan oplosmiddelen 30 % en een verhouding der oplosmiddelen butanol: acetone : aethanol van 6:3:1. Ook de toevoegingen kunnen niet vastgelegd: de eigenschappen van de melasse kunnen van partij tot partij wisselen en de bacteriestam is medebepalend.

*Alzult ook
het water stam-
worden*

Uitvoeringsvorm van het proces.

Het ontworpen schema draagt het stempel van de volgende twee overwegingen:

1) De belangrijkste ^{prijzen} schommelingen, waaraan de prijzen van de grondstoffen als landbouwproducten nu eenmaal onderhevig zijn vereisen de mogelijkheid van een snel wisselende opportunistisch ingestelde bedrijfsvoering.

2) Het is niet verantwoord om onder de gegeven omstandigheden een gistingsbedrijf te projecteren, dat uitsluitend op de anaerobe oplosmiddelen fabricage is ingesteld. Het is denkbaar dat men de gisting voor een deel van het jaar laat rusten en dan de apparatuur voor andere doeleinden gebruikt.

Op grond hiervan werd het schema met opzet aan de conservatieve kant gehouden.

Bereiding van steriel beslag

De menging van de beslagbestanddelen wordt verkregen door injectie in een warm water stroom, welke naar de sterilisatie ketels leidt. Hiervoor wordt het proces van Carnarius gekozen; volgens Reesch is het met succes praktisch toegepast. De voordelen van de continuïteit zijn: minder bediening, dus minder personeel; minder afsluiters, die geregeld versteld moeten worden, dus minder infectie-gevaar; kleinere ketelcapaciteit; gelijkmatige beslagsamenstelling.

Onder ogen werd nog gezien in hoeverre sterilisatie door filtratie zou kunnen worden toegepast. Hierbij moet dan voorop staan dat men de melasse wegens snelle verstopping van het fijne bacterienfilter in elk geval in geconcentreerde oplossing (12-20%) door hitte steriliseert. Men zou dan het nog toe te voegen water kunnen filtreren en ^{concentreren} steriel, aan de warme melasse kunnen toevoegen, waardoor behalve stoom ook de beslagkoeler bespaard zou kunnen worden bij een geschikte keuze der hoeveelheden. Het nadeel is echter, dat bij onvoldoende functioneren van het filter dit pas na geruime tijd merkbaar wordt en men dan gedwongen is een grote hoeveelheid beslag af te keuren. De controle op de continue hitte sterilisatie is eenvoudiger; zolang de T hoog genoeg is, is het infectiegevaar gering. Bovendien vergen de filters regelmatige bediening, daar periodiek moet worden schoongemaakt wil men de doorloopsnelheid constant houden. Ook omdat de hittesterilisatie van meer geconcentreerde zetmeelhoudende suspensies bezwaren zou opleveren werd van deze methode afgezien.

Gistingsketels.

De in de V.S. gebruikte ketels hebben een volume van maximaal 1890 m³. Afgezien nog van de eisen die zulke ketels aan de fundering stellen geldt als bezwaar dat bij infectie het verlies wel zeer groot is. Wij kozen ketels van 100 m³; hierdoor is het ook financieel minder bezwaarlijk enkele reserveketels in te schakelen, waardoor de bedrijfszekerheid wordt vergroot. Continue gisting werd in principe verworpen. Volgens het octrooi van Wheeler en Goodale (1932) zou dit mogelijk zijn; de gistende vloeistof stroomt dan zodanig door 4 tot 5 in serie geschakelde ketels, dat een voldoende verblijftijd wordt verkregen. Ons lijkt een groot bezwaar dat bij infectie de bron moeilijk kan worden opgespoord en dat hiertoe de gehele serie tijdelijk buiten bedrijf zal moeten worden gesteld. De kans op infectie is veel groter dan bij de continue sterilisatie omdat daarbij de gehele apparatuur constant op hoge temperatuur is en hier elk binnengeslopen organisme zich direct kan gaan ontwikkelen. Hildebrandt (1947) is van mening dat de praktische bruikbaarheid nog niet voldoende is aangetoond.

Voor het continue proces is essentieel dat enkele afzonderlijke vaten doorstroomd worden omdat de verschillende stadia, waarin de gistende vloeistof verkeert van elkaar gescheiden moeten blijven. Indien continue vergisting bruikbaar zou blijken, zou toepassing er van in ons geval mogelijk zijn door de aanwezigheid van een groter aantal kleine re ketels.

In principe maakt het weinig uit of de gistingketels horizontaal of verticaal geplaatst worden. Wij kozen de verticale opstelling omdat dan schuimvorming minder loze ruimte veroorzaakt en de ketel ook beter geschikt is voor microbiologische processen, waarbij aëratie moet worden toegepast.

Overige bewerkingen Voor de afzondering der oplosmiddelen wordt verwezen naar blz. 19. De adsorptie van oplosmiddelen uit de gistingsgassen en de sterilisatie van dit gas voor het vloeistoftransport laten weinig keuze open en zijn niet bepalend voor de doeleinden welke de gistingapparatuur moet kunnen verwezenlijken. Deze bewerkingen werden uitgevoerd op de in de literatuur als meest gebruikelijk aangegeven wijze, te weten: de gassterilisatie door filtratie en het verwijderen van de oplosmiddelen uit de gassen door kooladsorptie.

Beschrijving van het gekozen schema.

(schaal tekening 1:50)

Het schema is in grote trekken ontleend aan Beesch (1952). De sterilisatie berust op gegevens van Carnarius (1947), de kooladsorptie en gassterilisatie resp. op die van Woodruff (1927) en Inskeep (1951)

Materiaalbalans

Bij een opbrengst van 30% aan oplosmiddelen en daarin een acetongehalte van 30% is voor een jaarproductie van 2500 ton nodig aan suiker 100/9 . 2500 ton. Bij een suikergehalte van de melasse van 60% wordt dit 46600 ton melasse/jaar. Gerekend wordt op 300 bedrijfsdagen per jaar. Beesch geeft aan dat de concentratie van het beslag op suiker berekend 5-7% kan bedragen; wij kiezen 6%. Er komt 1,5-2 maal zoveel aan gas als aan oplosmiddelen vrij; wij nemen veiligheidshalve de hoogste waarde. Voor de verhouding der hoeveelheden oplosmiddelen nemen wij de gemiddelde waarde van butanol:aceton:aethanol = 6:3:1. Wij krijgen dan de volgende waarden voor de verschillende stoffen (bij de berekening is van precies 18 kg/sec aan beslag uitgegaan) :

| stof | per jaar | per dag | per uur | per sec. |
|-------------|-----------|-----------|----------|-------------|
| Melasse | 46650 ton | 155,5 ton | 6,48 ton | 1,8 kg |
| Water | 420000 | 1400 | 58,3 | 16,2 |
| Beslag | 466650 | 1555 | 64,8 | <u>18,0</u> |
| aceton | 2520 | 8,4 | 350 kg | 97,2 g |
| aethanol | 840 | 2,8 | 116,6 | 32,4 |
| butanol | 5039 | 16,8 | 700 | 194,4 |
| totaal | 8400 | 28 | 1166 | 324 |
| gistingsgas | 16800 | 56 | 2232 | 648 |

Vervolgens zal aan de hand van het getekende schema de werking van het proces en de globale berekening der apparatuur nader worden toegelicht:

Bereiding beslag Sterilisatie.

In de linkerbovenhoek ^{van de tekening} is aangegeven een aanvoer van warm water (70°), komend van de beslagkoeler. De hoeveelheid is 23 kg/sec (zie voor berekening blz. 16); dit is te veel voor de bereiding van het beslag, zodat een gedeelte naar het ketelhuis of met andere bestemming (waswater voor de gistingketels) wordt afgevoerd. Bij het volgen van de stroom wordt achtereenvolgens aangetroffen:

- 1) een waterinvoer, alleen te gebruiken bij het in bedrijf stellen.
- 2) een invoer voor waterig residu der destillatie. De hoeveelheid kan 10-50% bedragen. Op deze wijze worden voedingsstoffen bespaard. Men kan niet de gehele hoeveelheid terugvoeren omdat ophoping van tijdens de gisting ontwikkelde schadelijke bestanddelen moet worden voorkomen. Hoeveel men terugvoert hangt af van grondstof, organisme en gewenste verhouding der oplosmiddelen.
- 3) Een inlaat voor verzadigde stoom van 120° , waarmee de vloeistof even boven de gewenste sterilisatietemperatuur wordt gebracht.
- 4) een invoer voor een geconcentreerde oplossing van aanvullen-voedingsbestanddelen. Bij melasse zal in elk geval wat zuur moeten worden toegevoegd, afhankelijk van de bufferende werking van de melasse.
- 5) Aanvoer van melasse, gevolgd door een schoep in de leiding om de menging te vervolmaken.

De daaropvolgende centrifugaalpomp moet het beslag tot in het voorraadvat voor steriel beslag pompen omdat het m.h.o. infectiegevaar gewenst is in de leidingen voor steriel beslag geen pompen op te nemen. Het opgewarmde beslag doorstroomt nu de sterilisatieketels van boven naar beneden; de invoer is tangentiaal, de afvoer centraal, waardoor een gelijkmatige spiraalvormige stroming wordt verkregen. Gedurende 1 uur moet een temperatuur van 110° C₃ gehandhaafd blijven. We hebben dus een totaal volume van 65 m³ nodig. Voor een goede stroming moet volgens Carnarius de hoogte van de vaten 4-5 maal zo groot zijn als de diameter. Als men 3 vaten van 22 m³ met hoogte 9m en diameter 1,8m neemt wordt aan de eisen voldaan. Door het aangegeven leidingen-en afsluiter-systeem is het mogelijk elke groep van 3 der 4 getekende ketels te gebruiken; De aanwezigheid van de vierde ketel opent de mogelijkheid tot schoonmaak zonder storing van het proces, tot een verhoging van de sterilisatie capaciteit met 33% of wel van de verblijftijd met hetzelfde bedrag. Bij de inlaat der laatste 3 ketels is een stoominvoer getekend om de verliezen door warmte straling goed te maken. De ketels zijn geïsoleerd.

Het steriele beslag wordt afgevoerd via de beslagkoeler (zie berekening p 16), waar tot op gistingstemperatuur wordt afgekoeld, naar het voorraadvat voor steriel beslag. Met behulp van de afsluiters bij de warmtewisselaar is het mogelijk de warmwaterleiding aan die voor steriel beslag te verbinden; dit is nodig bij het in bedrijf brengen; na vullen der sterilisatie ketels pompt men eerst een uur rond voor met de afvoer van steriel beslag mag worden begonnen. De regeling der hoeveelheden en temperatuur geschiedt als aangegeven. De toegevoerde hoeveelheid stoom beïnvloedt zowel de temperatuur als de benodigde hoeveelheid water, doch dit laatste slechts in geringe mate: om 16 Kg water/sec op te warmen van 70° tot 110° is 1-2kg stoom/sec. nodig. De melasse invoer wordt constant gehouden. De invloed van de stoominlaat ter compensatie van de stralingsverliezen op de waterhoeveelheid is verwaarloosd, maar kan aan de hand van de ervaring gemakkelijk op de waterregeling in rekening worden gebracht.

De inhoud van het voorraadvat voor steriel beslag bedraagt 125 m³ en kan de aanvoer van 1-2 uur herbergen. De ketel wordt via een ventiel onder een overdruk van 0,3 at. gehouden door aansluiting op de persleiding voor steriel gistingsgas. Bij het vullen van het vat moet gas kunnen ontsnappen; dit geschiedt wederom via een ventiel aangesloten op het net, dat de afvoer van het gistingsgas verzorgt. Een stoomspiraal houdt de vloeistof op 40° .

De koeler zowel als het voorraadvat moeten met stoom gesteriliseerd kunnen worden; in het schema zijn alle leidingen voor stoomsterilisatie terwille van de overzichtelijkheid weggelaten.

Gisting.

Het steriele beslag wordt gevoerd naar de gistingketels. Wij nemen de gistingduur op 50 uur, zodat de totale capaciteit der ketels $50 \cdot 65 = 3250 \text{ m}^3$ moet bedragen. Bij gebruik van ketels van 100 m^3 (hoogte 8m, diameter 4m), welke met 95 m^3 vloeistof worden gevuld zijn tenminste 35 ketels nodig. Steeds na 1,43 uur moet een ketel gevuld worden indien men alle ketels met hetzelfde phaseverschil laat werken. Het in werkelijkheid benodigde aantal ketels hangt af van de tijd die nodig is om een ketel na gebruik weer bedrijfsklaar te te maken. In het ongunstigste geval moet de ketel na elke gisting schoongemaakt en gesteriliseerd worden. Schoonmaken kan waarschijnlijk zeer snel (15 min.) geschieden met een draaiende warmwatersproeier (Inskeep 1951). De stoomsterilisatie van de ketel en bijbehorende leidingen vergt meer tijd dan de sterilisatie van vloeistoffen; de hele bewerking zal in 6 uur kunnen plaats hebben. Het aantal ketels zal dan dus $56/50 \cdot 35 = 40$ moeten bedragen. Het is echter zeer waarschijnlijk dat men elke ketel 2 of meer keren achter elkaar kan gebruiken zonder onderbreking, daar de afvoer met behulp van steriel gistingsgas plaats heeft. Men heeft dan dus enkele ketels in reserve, als men het aantal 40 aanhoudt.

Het is uiteraard ook mogelijk te werken met een een phase verschil tussen 2 of meer groepen van in phase verkerende ketels. Om snel te kunnen vullen zal dan een grotere voorraadtank voor steriel beslag beschikbaar moeten zijn. Zoals gemeld is door groepsgewijs in serie schakelen gelegenheid tot continue gisting te verkrijgen.

De ketels zijn voorzien van elektrische roerders, spiralen, welke aanvankelijk door stoomverwarming en later door waterkoeling de temperatuur constant houden; door aansluiting via ventielen op beide gasleidingen wordt een overdruk van 0,3 atm. gehandhaafd. De invoer van NH_3 gas is onderin aangebracht. Het voordeel van het gebruik van dit gas is dat het niet gesteriliseerd hoeft te worden.

Enting

Wij kiezen een entpercentage van 3%, hetgeen aan de hoge kant is en gunstig i.v.m. infectiegevaar en regelmatig gistingverloop. Hierop zijn de inhouden der getekende entketels berekend. Vanuit het laboratorium moet dan geent worden met cultuur van 2-3 L. Aangezien men met jong en krachtig gistend celmateriaal wil enten is de gistingduur in de entketels korter, n.l. 24 uur. Het lijkt onvermijdelijk dat in dit geval wel elke keer na gebruik gewassen en gesteriliseerd wordt. Voor elk stel ketels bedraagt dus de cycluseduur 30 uur. Steeds na 1,43 uur moet geent worden, zodat minimaal $30/1,43 = 21$ paar nodig is. Het gistproces in de entketels wordt voortdurend gecontroleerd; om enige speling te hebben bij tegenslag is een aantal van 25 aan te bevelen.

De uitrusting van de entketels is terwille van de duidelijkheid niet getekend; deze is in principe gelijk aan die van de gistingketels; temperatuurregeling en sterilisatie gebeurt echter meestal met een stoommantel terwijl het beste geroerd kan worden door steriel gistingsgas door te blazen.

Winning van oplosmiddelen uit de gistingsgassen.

Aangezien het adsorberend vermogen van kool daalt bij stijgende temperatuur, wordt het gas eerst van 40° op 20° gekoeld. Wij doen dit met de koudwaterstroom van 23 kg/sec , welke toch al voor de beslagkoeler nodig is. Wij nemen de maximale gasontwikkeling, 2 maal het gewicht aan oplosmiddelen, dus 648 g/sec . De verhouding CO_2/H_2 is in vol. procenten ongeveer $3/2$. Het s.g. van het mengsel wordt dan $1,22 \text{ kg/M}^3$. Per sec. wordt dan $0,5 \text{ m}^3$ gas (1 atm, 0°) gevormd. De soortelijke warmte van het gasmengsel bedraagt per M^3 berekend $0,36 \text{ Kcal/M}^3$. Per sec. moet onttrokken worden; $(40-20) \cdot 0,5 \cdot 0,36 \cdot 4,19 \cdot 10^3$ of 15100 J/sec . De temperatuursverhoging van het water is te verwaarlozen. Het Log. T verschil bedraagt 12,5 en als we voor U de laagste waarde, $10 \text{ J/m}^2 \text{ sec. } ^\circ\text{C}$, nemen krijgen we een oppervlak van 121 M^2 . Als we pijpen kiezen met 1 " buitendiameter waarvan het buisoppervlak $0,058 \text{ m}^2/\text{m}$ bedraagt hebben we een totale buislengte van 2080 m nodig. Kieswij een pijplengte van 20 ft, dan zijn $2080/6,1$ of 341 pijpen nodig. Voor

4 passes van 86 pijpen elk krijgen wij voor het Re getal:

$$\rho = 1,2 \text{ Kg/m}^3 \quad D = 0,0186 \text{ Msec} \quad \eta = 12,6 \cdot 10^{-6} \text{ Nsec/m}^2$$

$Re = 37000$. Deze waarde is hoog genoeg. Bij de aldus naar orde van grootte berekende warmte wisselaar zou een straal van 76 cm voor de buitencylinder moeten worden genomen. Aangenomen is dat 2 "shell-passes" voldoende zijn.

De afgekoelde gassen worden nu achtereenvolgens door 2 der 3 aangegeven koolcilinders geleid (invoer rechts boven, afvoer links onder). In de eerste worden de oplosmiddelen geadsorbeerd, de tweede is zojuist met stoom van oplosmiddelen bevrijd en wordt gekoeld, terwijl de derde met stoom wordt bewerkt. Door het getekende leidingen en afsluitersysteem zijn de koolcilinders cyclisch verwisselbaar. De grootte der cilinders is naar verhouding dezelfde als door Woodruff beschreven. Onze gashoeveelheid is 2,5 maal zo klein, zodat i.p.v. een lengte 3,6 m met doorsnede 2,5 m een cylinder van dezelfde lengte met 1 m diameter werd genomen. Bij 20° adsorbeert kool 23% van zijn gewicht aan aceton (prospectus Carbo Norit Union) Als dit ook geldt voor de overige oplosmiddelen en wij een concentratie van 10 g/m^3 hebben kunnen wij de cyclusduur als volgt benaderen: Bij een s.g. van de kool van 480 kg/m^3 en een laagdikte van 10 cm kan aan oplosmiddelen worden opgenomen $0,23 \cdot 0,1 \cdot 3,6 \cdot 1 \cdot 480 = 40 \text{ kg}$. Per uur wordt 1900 m^3 bevattende 19 kg oplosmiddelen doorgevoerd. Afhankelijk van de weerstand per eenheid van laagdikte en de voor goede adsorptie toelaatbare gassnelheid moet een geschikte dikte gekozen worden. De horizontale opstelling is in dit opzicht gunstiger. Bij een laagdikte van 30 cm krijgen we een cyclusduur van 6,5 uur. Deze methode is goedkoop, betrouwbaar en blijft geschikt voor geringere en - bij verandering van cyclusduur of laagdikte - ook grotere gashoeveelheden. Het dampmengsel, door afstomen der oplosmiddelen verkregen wordt naar kolom II der destillatie afgevoerd. Omgekeerd wordt een hoeveelheid gas, bij de ontgassing, aan de destillatie voorafgaand, verkregen, door de koolcilinders geleid. Het van oplosmiddelen bevrijde gas wordt naar de gashouder van de methanolsynthese gevoerd. De beide blowers die dit transport verzorgen zijn zo gekozen, dat verhoging van het toerental, wenselijk bij pieken in de gasproductie, mogelijk is. De afsluiter van de kortsluitleiding wordt bediend door de druk in de zuigleiding; daar het de bedoeling is, dat in het gehele gasnet het ontwikkelde gas direct kan worden afgevoerd, moet bij de instelling rekening worden gehouden met het drukverval in de koeler en de koolcilinders.

Gassterilisatie.

Inskeep geeft aan, dat bij gebruik van kool als filtermateriaal het effect gestoord wordt indien vloeistofvorming door condensatie in de koolkolom plaatsvindt. Daarom warmt men het gas tevoren op; het wordt door een blower vanuit de gashouder der methanolsynthese zodanig aangezogen, dat in het persnet voor steriel gas een constante druk gehandhaafd blijft. De grootste hoeveelheid te verwerken gas treedt op wanneer een gistingsetel leeggedrukt wordt en een andere vanuit de voorraadtank tegelijkertijd wordt gevuld. Indien wij als eis stellen, dat de ketel in 15 minuten vol is, hebben wij, ruim genomen, een gasstroom van $0,25 \text{ m}^3$ per sec. nodig. Wij warmen op met stoom van 15° tot op 50° en nemen aan, dat aan de stoomkant de temperatuur constant 100° bedraagt. Het log T verschil is dan 66. Als wij wederom $U = 10$ kiezen volgt het benodigde oppervlak A uit: $10 \cdot 66 \cdot A = 4,19 \cdot 10^3 \cdot 0,25 \cdot 0,36$
 $A = 20 \text{ m}^2$. Voor 1" pijpen wordt de totale pijplengte 345 m wij kiezen 4 passes van 57 pijpen met lengte 1,52 m en nemen twee shell passes. De bijbehorende diameter van de buitencylinder is dan 61 cm. Het Re-getal heeft voor de gasstroom de waarde 28600; ook bij doorstromen van de halve hoeveelheid gas is dus de turbulentie nog voldoende.

9

*Mit CO₂ & H₂O
 Methanol*

Voor het welslagen van de sterilisatie is gunstig (Kluyver en Visser, 1946):

- I. Laag kiemgetal van het te steriliseren gas.
- II. Lage gassnelheid $\frac{1}{2}$
- III. Grote dikte van de filtrerende laag.

Door een compromis te treffen met de gasweerstand moeten de meest geschikte afmetingen van de sterilisatiekolom worden vastgesteld. Bij aanhouden van de verhouding der afmetingen volgens Inskeep krijgen we een kolom van 3,4m hoogte met diameter 1,14m; de dikte van de laag kool moet dan afhankelijk van de ervaring in de praktijk nader worden vastgesteld. Er zijn twee kolommen welke afwisselend gebruikt worden om sterilisatie met stoom mogelijk te maken zodra het filter onwerkzaam is geworden.

*Materiaal.

Het meest gebruikte materiaal voor de gistings-apparatuur is roestvrij staal. Duurder maar zeer aantrekkelijk zijn ketels met een glazen binnenbekleding. Dit maakt het schoonmaken gemakkelijk en vermindert de infectiekans van achtergebleven vuil in dode hoeken. Uit een catalogus van de A.O. Smith Corp. blijkt, dat ons formaat gistingsketels geleverd kunnen worden. Daar bij de sterilisatieketels geen celmateriaal aanwezig is en de T voortdurend hoog is, spelen deze factoren daar niet zo'n grote rol; aanbevolen wordt in elk geval de entketels en zo mogelijk de gistingsketels op deze wijze uit te voeren.

Maximale Capaciteit.

De productie kan met gelijk blijven van de apparatuur worden opgevoerd door:

- I. Hogere beslagconcentratie te nemen; 7% i.p.v. 6% is mogelijk.
- II. Groter oplosmiddelenrendement na te streven 33% i.p.v. 30% kan bereikt worden.
- III. De fabriek langer dan 300 dagen per jaar te laten werken.

De twee eerstgenoemde factoren zouden dan een verhoging van de acetonopbrengst met ongeveer 600 ton per jaar kunnen geven.

Wij kozen als gemiddelde verhouding der oplosmiddelen butanol: aceton: aethanol 6 : 3: 1. Het is mogelijk deze bewust in een gewenste richting te verschuiven; volgens Beesch zijn de volgende factoren van belang voor verhoging der aceton opbrengst:

- I. Bacteriestam. I.p.v. 30% aceton is 40% bereikbaar.
- II. Grondstof; bietmelasse geeft een hoger acetonopbrengst.
- III. Beslagbereiding; waterig destillatieresidu is gunstig.
- IV. Neutraliseren tijdens de gisting, NH_3 is beter dan CaCO_3 .
- V. Kleine verhoging van de gistingstemperatuur bevordert de acetonopbrengst.

Het is echter denkbaar dat het bedrijf als geheel beter rendeert en dus goedkopere aceton levert wanneer men juist de butanolproductie opvoert. Men zal dus afhankelijk van de markt moeten manoeuvreren, waartoe door de boven aangegeven hulpmiddelen een beperkte gelegenheid is geschaapen.

Berekening van de beslagkoeler

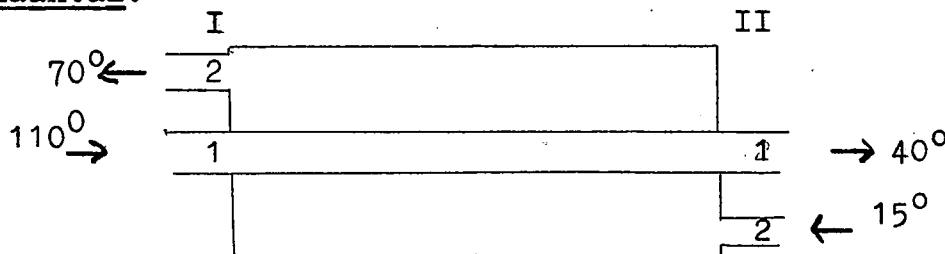
(Practische eenheden)

(Lit: McAdams, 1951; Fysische Werkwijzen I)

Gegevens: Er moet 18 kg/sec beslag (gelijk te stellen met een 6%ige suiker-oplossing) van 110° tot op 40° C gekoeld worden. Voor het koelwater nemen we aan een begin temp. van 15° en een eind temp. van 70° C

Benodigde hoeveelheid koelwater: Deze bedraagt $\frac{18 \times (110-40)}{70-15} = 23 \text{ kg/sec}$

Voor het maken van het beslag is minder dan 18 kg/sec aan water nodig, zodat we meer dan genoeg water van 70° hebben ter bereiding van het beslag. Het overschot wordt afgevoerd naar het ketelhuis om als voedingswater dienst te doen.

Eerste benadering van het benodigde uitwisselende oppervlak en pijpenaantal.

We berekenen een tegenstroom-dubbelpijpswarmtewisselaar.

$$\begin{aligned} \dot{Q}_w &= 18 \cdot 70 \cdot 4,19 \cdot 10^3 = 5.280.000 \text{ J/sec} \\ &= U \cdot A \cdot \Delta T \end{aligned}$$

Voor U nemen we veiligheidshalve een lage waarde: 1000 J/sec.m².°C
Voor T nemen we het logaritmisch temp.verschil.

$$\begin{aligned} \text{Aangezien: } \Delta T_{\text{I}} &= 110 - 70 = 40^\circ\text{C} \\ \Delta T_{\text{II}} &= 40 - 15 = 25^\circ\text{C} \end{aligned}$$

bedraagt dit:

$$(\Delta T)_{\ln} = \frac{25 - 40}{\ln \frac{25}{40}} = 32^\circ\text{C}$$

A wordt dan:

$$\frac{5.280.000}{1000 \times 32} = 165 \text{ m}^2$$

Als we voor de pijpdiameter 5/4" kiezen, wordt de benodigde pijplengte al vrij hoog:

Voor 5/4" buizen met wanddikte 0,065" is: opp.buiten 0,3271 $\frac{\text{sq.ft}}{\text{ft}}$

opp.binnen 0,2932 "

$$\begin{aligned} \text{uitw.opp. } \frac{1}{2} \times 0,6203 &= 0,31 \\ &= 94,5 \times 10^{-3} \frac{\text{m}^2}{\text{m}} \end{aligned}$$

$$\text{De totale pijplengte wordt dan: } \frac{16,5}{94,5 \times 10^{-3}} = 1764 \text{ m}$$

Bij een lengte van 20 ft = 6,1 m wordt het ^{en}pijpenaantal 290. Het lijkt dus verstandig, geen nauwere pijpen te kiezen. Om niet te veel aan de hoog gekozen waarde voor de lengte gebonden te zijn, voeren we de verdere berekening uit voor een groter pijpenaantal; nagegaan zal worden in hoeverre 4 passes van 80 pijpen elk, dus in totaal 320 pijpen, de gestelde taak kunnen vervullen, en welke diameter de buitenbuis dan zal moeten hebben

Nadere berekening voor het geval van 4 passes van 80 $\frac{5}{4}$ "pijpen elk

Berekening Re, binnenbuis inlaat.

$$\begin{aligned} \rho &= 1000 \text{ kg/m}^3 \\ \eta &= 0,33 \times 10^{-3} \frac{\text{N}\cdot\text{sec}}{\text{m}^2} \\ D_i &= 1,12'' = 0,028 \text{ m} \\ \text{opp. binnendoorsnede; } \pi/4 \cdot D_i^2 &= 0,9852 \text{ sq.in} = 0,635 \times 10^{-3} \text{ m}^2 \\ \text{doorstromende hoeveelh.: } G &= \frac{18}{80} \text{ kg/sec} = \frac{18}{80 \times 1000} \text{ m}^3/\text{sec} \\ \text{dus: } \bar{v} &= \frac{18 \times 1000}{80 \times 1000 \times 0,635} = 0,36 \text{ m/sec} \\ \text{en: } Re &= \frac{1000 \times 0,36 \times 0,028}{0,33 \times 10^{-3}} = 30600 \end{aligned}$$

Re, binnenbuis uitlaat.

$$\begin{aligned} \eta &= 2,5 \times \eta_{\text{inlaat}} (= 0,81 \times 10^{-3}) \\ \text{dus: } Re &= \frac{30600}{2,5} = 12200 \end{aligned}$$

Deze cijfers zijn bevredigend voor een turbulente stroming.

Berekening Re, buitenbuis uitlaat.

Kiezen we een hydraulische diameter van 0,04 m, dan is:

$$D_{i,\text{buitenbuis}} - D_{u,\text{binnenbuis}} = 2 \times 2 \text{ cm}$$

$$D_{u,\text{binnenbuis}} = 0,032 \text{ m, dus}$$

$$D_{i,\text{buitenbuis}} = 0,072 \text{ m}$$

Het doorstroomde oppervlak is dus: $\pi/4 (0,072^2 - 0,032^2) = 3,26 \times 10^{-3} \text{ m}^2$

$\rho_{70^\circ} = 977,8 \text{ kg/m}^3$; de doorstromende hoeveelheid bedraagt:

$$G = \frac{23}{80 \times 977,8} \text{ m}^3/\text{sec, dus:}$$

$$\bar{v} = \frac{23}{80 \times 977,8 \times 3,26 \times 10^{-3}} = 0,09 \frac{\text{m}}{\text{sec}}$$

$$\eta = 3,16 \times 10^{-3}$$

Dit is aan de lage kant. Daar bij constante G, Re bij benadering omgekeerd evenredig is met D, kunnen we een betere waarde krijgen door D kleiner te kiezen. Voor $D_{i,\text{buiten}} = 0,052$, dus $D = 0,02 \text{ m}$

vinden we, de berekening op dezelfde wijze herhalend, een waarde voor v van 0,195 m/sec. Deze is nog aan de lage kant, maar het lijkt niet raadzaam D nog kleiner te kiezen, daar Re voor deze waarde bevredigend is:

$$\text{Re, buitenbuis uitlaat wordt: } \frac{977,8 \times 0,195 \times 0,02}{0,407 \times 10^{-3}} = 9370$$

Re, buitenbuis inlaat: wordt 2,8 x zo klein, dus: = 3340

Deze waarden zijn voldoende, zodat de berekening op deze basis kan worden voortgezet.

Berekening van de warmteoverdrachtscoëfficiënten aan elk der uiteinden van de warmtewisselaar. (voor notatie, zie schets)

De berekening, volgens de empirische formule:

$$Nu = 0,027 (Re)^{0,8} \cdot (Pr)^{1/3}, \quad Nu = \frac{\alpha D}{\lambda}$$

is weergegeven in de volgende tabel. De waarden voor $Nu(Pr)^{-1/3}$ werden voor de gegeven Re-getallen afgelezen uit de grafiek Fysische Werkwijzen, P 18. $Pr^{1/3}$ werd berekend uit de reeds vermelde fysische gegevens.

| Plaats | I ₁ | I ₂ | II ₁ | II ₂ | |
|------------------------|----------------|----------------|-----------------|-----------------|-----------|
| Re | 30600 | 9371 | 12240 | 3346 | A |
| Nu(Pr) ^{-1/3} | 90 | 35 | 45 | 16 | B |
| Pr ^{1/3} | 1,24 | 1,37 | 1,76 | 2,03 | C |
| Nu | 111,6 | 47,95 | 79,2 | 32,48 | C x B |
| λ | 0,74 | 0,67 | 0,63 | 0,57 | E |
| αD | 85,6 | 32,13 | 50,0 | 18,5 | C x B x E |

We verwaarlozen de geleidingsweerstand in de buiswand, en vinden dan voor U_I en U_{II}:

$$\frac{1}{U_I} = \frac{0,028}{85,6} + \frac{0,02}{32,13}$$

$$U_I = 1050$$

$$\frac{1}{U_{II}} = \frac{0,028}{50,0} + \frac{0,02}{18,5}$$

$$U_{II} = 610$$

Toepassing van de benaderingsformule:

$$\phi_w = A \frac{U_I \Delta T_{II} - U_{II} \Delta T_I}{\ln \left(\frac{U_I \Delta T_{II}}{U_{II} \Delta T_I} \right)} \quad \text{geeft:}$$

$$\phi_w = A \frac{1050 \times 25 - 610 \times 40}{\ln \frac{1050 \times 25}{610 \times 40}} = A \times 25330$$

$$\phi_w \text{ bedroeg } 5.280 \text{ kJ/sec, dus } A = \frac{5.280.000}{25330} = 208 \text{ m}^2$$

Het uitwisselend oppervlak van 80 pijpen bedraagt:

$$80 \times 94,5 \times 10^{-3} = 7,56 \text{ m}^2/\text{m}$$

De totale lengte van een pijpenbundel van 80 stuks moet dus bedragen:

$$\frac{208}{7,56} = 27,5 \text{ m.}$$

Bij gebruik van 4 passes wordt de lengte van de uitwisselaar: 6,87 m

Bij deze berekening is, afgezien van de bovengenoemde benaderingen, de invloed van afgezet vuil op de binnenwand van de binnenbuis verwaarloosd. Het lijkt dus aanbevelenswaardig, de lengte wat groter te nemen; b.v. 10%. De lengte wordt dan 7,50 m.

Indien de pijpen 8 cm uit elkaar geplaatst worden, en in een vierkantige doorsnede, krijgen we als globale hoofdafmetingen van de doorsnede: 2,2 x 2,2 m, bij een lengte van 7,50 m

Op grond van de berekening mag verwacht worden, dat deze warmte-wisselaar de gestelde taak zal vervullen.

WINNING VAN DE OPLOSMIDDELEN

Alternatief: destillatie, dan wel adsorptie aan actieve kool

Adsorptie: Vlg. M.Sulzbacher, U.S.P. 2.474.170, 21-6-'49

Selectieve adsorptie van butanol, daarna van aceton, vanuit de gefiltreerde fermentatie-vloeistof. Uit de kooltoeren zijn de producten door stoomdestillatie te winnen; de kool wordt geregenererd, en gaat in adsorptiekracht niet achteruit. Voordelen boven destillatie zijn evident, de toepassingen op ander gebied trouwens legio. Voor de hier beschreven toepassing zijn in de literatuur echter geen andere aanduidingen te vinden; de proeven van Sulzbacher zijn nog slechts op laboratoriumschaal, met een nagebootste fermentatievloeistof op basis van maïsmeel. Daar men bij melasse stoffen kunnen verwachten, die de kooltoeren in korten tijd door vergiftiging onwerkzaam kunnen maken, is toepassing zonder voorafgaande ontwikkeling niet goed mogelijk, en is men dus vooralsnog op de klassieke destillatie aangewezen.

Destillatie: Vlg. Kirschbaum is de scheiding van vier niet-ideale vloeistoffen een van de lastigste destillatieproblemen. Volledige berekening van het aantal theor.schotels is niet goed mogelijk (toepassing van de formule van Fenske, zie Perry 2nd ed. pg 1415, voor de berekening van het schotel-aantal bij totale reflux, gevolgd door schatting bij andere reflux-verhouding volgens de correlatie van Gilliland, zie Perry 2nd, pg 1436, is alleen bij ideale vloeistoffen geoorloofd; bovendien zijn slechts de binaire evenwichten, en het ternaire evenwicht aceton-butanol-water onderzocht). Blijkbaar kan de destillatie-apparatuur slechts aan de hand van semitechnische proeven ontworpen worden. Kirschbaum geeft een beschrijving van bestaande apparatuur, van de ontwerper van de apparaten-fabriek Golzern-Grimmau: G.Reichhardt, U.S.P. 2.095.347, 12 Oct.'37, daterend van 1933. Werking in grote trekken:

Kolom I Strippen van het vergist beslag met stoom, destillaat 50% aan oplosmiddelen.

Kolom II Scheiding in butanol-water en aceton-aethanol-water

Kolom III Heterogene azeotropische destillatie van butanol-water: de uit II afstromende vloeistof ontmengt, waterrijke fase naar I teruggevoerd, butanolrijke fase gedestilleerd tot zuiver bodemproduct, damp terug naar II

Kolom IV Destillatie van aceton-aethanol-water. Aceton als zuiver destillaat; het bodemproduct wordt in

Kolom V onderworpen aan homogene azeotropische destillatie.

De apparatuur, uitgerust met vele terugvoerleidingen om onafhankelijke werking van alle kolommen mogelijk te maken, is o.i. wel erg ingewikkeld, en zal moeilijk te regelen zijn. Aan hetzelfde euvel gaat mank de opzet vlg. E.A.Barbet, U.S.P. 2.080.194, 11-5-'37, eveneens uit 1933 stammend.

Twee latere patenten, te weten:

A.Placek, U.S.P. 2.400.370, 14-5-'46, en:

H.N.Darlington- H.Holdworth, U.S.P. 2.454.734, 23-11-'48, stellen verbeteringen voor, die echter in principe reeds door de twee eerstgenoemde aangegeven zijn.

Harlington-Holdworth voeren halverwege kolom II vloeistof af naar kolom IV, en de damp van deze laatste terug naar II, op ongeveer 2/3 van de hoogte. Vloeibaar aceton wordt in kolom II afgetapt van een der bovenste schotels, vermoedelijk om een scheiding van vluchtige aldehyden te verkrijgen, een detail, dat ook bij Barbet voorkomt, en bij Placek terug te vinden is in het gebruik van een partiële condensor. De bedoelingen zijn verder niet toegelicht, en het resultaat moeilijk te controleren. De uitwerking is zeer schematisch aangegeven.

Placek's opzet is doorzichtiger, en beter toegelicht:

1) Een gedeelte van de damp uit kolom I wordt in tegenstroom met de voeding door een zeefplatenkolom geleid, ter verwijdering van de inerte gassen.

2) Het bodemproduct van kolom II wordt, tot 60° gekoeld, in de ontmengtank geleid, om een scherpere scheiding te krijgen.

3) De latente warmte uit kolom I of II wordt gebruikt om kolom IV op te warmen.

4) Gebruik van twee condensoren boven kolom II; de voeding van de kolom IV is uitsluitend van de eerste -partiële- condensor afkomstig. Effect: zie boven. Bovendien beweert Placek op deze wijze een watervrij destillaat te krijgen, zodat kolom V overbodig wordt.

Beoordeling: ad 1): bruikbaar, mits men zich realiseert, dat zeefplaten gemakkelijk vervuilen. Filtratie van de vloeistof vóór de destillatie verdient dus aanbeveling. Ook het gebruik van de onlangs beschreven staaf-bodems ("grid-trays"), zie Ind.& Eng.Chem., Oct.1952, 3A, komt in aanmerking. Ad2) Geeft in kolom III slechts besparing van 1 à 2 theor.

schotels tegenover twee extra warmtewisselaars en een ingewikkelder opstelling.

Ad 3) een bekend middel om de warmte-economie te verbeteren; doch een bezwaar, dat zwaarder dan het voordeel zal wegen, is het koppelen van twee onderling reeds afhankelijke grootheden. Bovendien is de uitvoeringsvorm met gebruik van de latente warmte van kolom I voor de verwarming van kolom IV onmogelijk wegens te klein temp. verschil tussen top van I en bodem van IV

Ad 4) Het gebruik van een partiële condensor ter vervanging van één of meer schotels moet niet overschat worden, doch het verdelen over twee condensoren maakt de werking flexibeler.

Een en ander heeft geleid tot de hier geprojecteerde apparatuur. De kolomdoorsneden zijn berekend door toepassing van de formule op pg 347 van Brown, Unit Operations: $G = C \sqrt{\rho_v (\rho_l - \rho_v)}$, waarin:

G = massastroomdichtheid damp

ρ_l en ρ_v = dichtheden van damp en vloeistof

C = parameter, afhankelijk van schotelafstand en opp. spanning (karakteriseert entrainment door schuimen). Te bepalen uit grafiekje.

We vinden aldus de maximaal toelaatbare dampnelheid, over de kolom gemiddeld. Gezien de noodzakelijke marge, is hier de berekening telkens voor de voet van de kolom uitgevoerd. De hoogte is geschat m.b.v. het evenwichtsdiagram (McCabe-Thiele) van de twee voornaamste componenten. Van de condensoren, verdampers en warmtewisselaars zijn de uitwisselingsoppervlakken berekend onder aanname van een totale warmteoverdrachtscoëfficiënt, waarvoor grafiek P 17 uit Phys. Werkw. I een globaal overzicht geeft. Afmetingen van de apparaten zijn uitgewerkt m.b.v. een prospectus van "Downingtown".

Korte beschrijving van de apparatuur.

De gefermenteerde vloeistof wordt, als koelvloeistof voor de 1^o condensor van kolom II, van 35 tot 40^o opgewarmd, daarop door de afvoer van kolom I in een dubbelpijps-warmtewisselaar op 80^o gebracht. In de "grid-tray" kolom volgt ontgassing; 1/3 van de dampstroom uit kolom I wordt hiervoor gebruikt. In kolom I volgt stoomdestillatie. Gerekend is op 30 schotels, dus hoogte 15 m (Killefer, Ind. Eng. Chem. 1932 meldt een hoogte van 16,5 m). Het bovenstuk van kolom I kan smaller zijn, doch veel verschil zou dit niet maken. De terugvloeicondensor zorgt voor een refluxverhouding van 1. De damp, bevattend 50% aan oplosmiddelen, wordt onderin kolom II geleid. Deze kolom vormt met de ontmengsectie en de butanolfractionering één stuk. Het onderstuk zou weer iets smaller kunnen zijn. De ontmenging geschiedt boven een blinde schotel. De bovenste, butanolrijke laag wordt naar beneden geleid, de onderste, waterrijke laag naar kolom I teruggepompt. De invoer in de ontmengsectie geschiedt zo goed mogelijk op het scheidingsvlak der vloeistoffen.

De butanolfractionering levert nagenoeg zuiver butanol als bodemproduct. Hoewel eigenlijk niet geoorloofd, is een schatting van het theor. schotel aantal m.b.v. McCabe-Thiele gemaakt. Bij een wasverhouding van 1,5 vindt men dan 5 schotels. Stel Overall Eff. = 0,8, dan tellen we iets meer dan zes schotels.

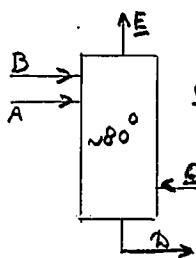
Het destillaat van kolom II bevat aceton, aethanol en sporen water. Gerekend is, dat aethanol en water in azeotropische verhouding aanwezig zijn. Bij de volgende berekeningen is het watergehalte telkens als correctie meegerekend. De refluxverhouding in kolom II ligt reeds vast, en bedraagt 9. Het schotelaantal is moeilijk te schatten, wordt op 20 gesteld. Van kolom II stroomt het destillaat, dat dus alleen van condensor 1 afkomstig is, naar kolom III. Hier worden aceton en aethanol gescheiden. In het McCabe-Thiele diagr. blijkt de minimum-reflux-verhouding voor de verrijkssectie 1½ te bedragen. De optimale refluxverhouding is meestal ongeveer 1½ maal zo groot. Gezien het toch al grote aantal theor. schotels is de verhouding iets groter genomen. Bij een wasverhouding van 3/4 telt men 14 theor. schotels boven en 7 beneden de voeding. Stel de schotel-eff. op 80%, dan heeft men ongeveer 26 praktische schotels nodig.

Ter neutralisatie van boterzuur en verzeping van esters is de apparatuur gecompleteerd met toevoerleidingen voor 20% loog.

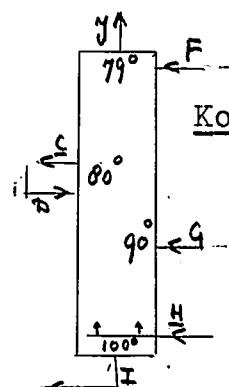
De alkalische omstandigheden veroorloven de constructie in een normale staalsoort.

Warmte en stof-balans

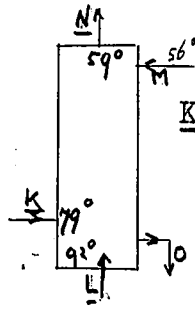
(onderstreept zijn de gasstromen)



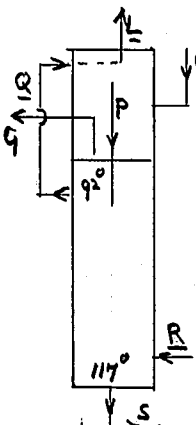
ontgassing



Kolom I

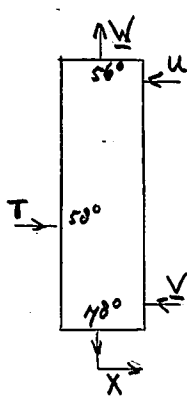


Kolom II



ontmenging

Kolom IIa



Kolom III

stofstromen, kg/sec
totaal water butanol aceton aethan. enthalp. kJ/sec

| | | | | | | |
|-------|-------|-------|-------|------------------|------------------|------|
| A | 16,5 | 16,2 | 0,194 | 0,097 | 0,032 | 5400 |
| B | 0,5 | | | | | |
| C | 0,5 | | | | | 800 |
| D | 17,0 | | | | | 5500 |
| E | 0,5 | | | | | |
| F | 0,71 | 0,355 | 0,225 | 0,097 | 0,032 | 190 |
| G | 0,39 | 0,354 | 0,032 | | | 100 |
| H | 1,9 | 1,9 | | | | 4950 |
| I | 17,6 | 17,6 | | | | 7450 |
| J | 1,42 | 0,710 | 0,451 | 0,194 | 0,065 | 2400 |
| K | 0,71 | 0,355 | 0,225 | 0,097 | 0,032 | 1200 |
| L | 0,14 | 0,090 | 0,055 | | | 400 |
| M | 1,18 | 0,012 | | 0,075 | 0,22 | 300 |
| N | 1,3 | 0,013 | | 0,072 | 0,224 | 1800 |
| O | 0,73 | 0,444 | 0,281 | <u>1,05</u> | <u>0,25</u> | 100 |
| P | 0,34 | 0,090 | 0,249 | | | 100 |
| Q = L | | | | | | |
| R | 0,308 | | 0,388 | | | 360 |
| S | 0,582 | | 0,582 | | | 190 |
| T | 0,13 | 0,001 | | 0,0972 | 0,0324 | 1020 |
| U | 0,24 | | | 0,244 | | 30 |
| V | 0,21 | 0,018 | | | 0,20 | 280 |
| W | 0,34 | | | 0,341 | | 220 |
| X | 0,24 | 0,009 | | 0,23 | | 60 |

Stralingsverliezen zijn hier niet in rekening gebracht. Te stellen op 10-15% van de toegevoerde warmte. Het stoom verbruik is dan met dit bedrag te verhogen.

Gebruik is hierbij gemaakt van de volgende Phys.eigenschappen:

| | water | butanol | aceton | aethanol | |
|----------------|----------|-----------|----------|----------|-------------------|
| M | 18 | 74,1 | 58,1 | 46,1 | |
| ρ | 1000(4°) | 810(20/4) | 792(id) | 789(id) | kg/m ³ |
| ρ , 0° at | 0,805 | 3,31 | 2,60 | 2,06 | " |
| kpt. 100° | | 117° | 56,5° | 78,4° | C |
| r | 2255 | 592 | 525(58°) | 865 | kJ/kg |
| c_p , 0° | 4,19 | 2,10 | 2,14 | 2,05 | kJ/kg.°C |
| 50° | 4,21 | 2,68 | 2,30 | 2,80 | " |
| 100° | 4,23 | 2,27 | 2,45 | 3,52 | " |

Gegevens warmtewisselaars, condensors, verdamper.

(n.b. toeslag voor warmteverliezen niet in rekening gebracht)

| | \dot{Q}_w kJ/sec | $(T)_{ln}$ °C | U J/m ² .sec.°C | A m ² | Stoom kg/sec | Koelwater kg/sec |
|--|-----------------------|------------------|-------------------------------|---------------------|-----------------|---------------------|
| Dubbelpijps-w.w. (A-I) | 2700 | 21 | 1000 | 135 | - | - |
| Condens.ontgassing | 500 | 57 | 1000 | 9 | - | 8 |
| Refluxcond., kolom I | 1000 | 54 | 1500 | 12 | - | 16 |
| 1 ^o condensor, kolom II, zie afzonderlijke berekening | | | | | | |
| 2 ^o condensor, kolom II | 800 | 35 | 1000 | 23 | - | 13 |
| Condensor, kolom III | 180 | 32 | 500 | 11 | - | 3 |
| Verdamper, kolom IIa | 230 | 10 | 1500 | 15 | 0,11 | - |
| Verdamper, kolom III | 180 | 15 | 1500 | 8 | 0,08 | - |
| koeler, butanol | 42 | 33 | 800 | 1,7 | - | 0,7 |
| koeler, aceton | 8 | 16 | 500 | 1 | - | 0,015 |
| koeler, aethanol | 5 | 35 | 500 | 0,3 | - | 0,01 |

De warmteoverdrachts-coëff. zijn geschat.

Berekening van de eerste condensor, kolom II

Een gedeelte van het topproduct N uit kolom II wordt in deze condensor gecondenseerd, om het destillaat en een gedeelte van de reflux te leveren. De samenstelling van het destillaat (X voeding T voor kolom III) ligt vast, en dus ook die van het condensaat uit deze condensor.

Het condensaat kan op drie wijzen ontstaan zijn:

- 1) Totale condensatie van een gedeelte van de damp, zonder verandering van samenstelling (N en T zijn gelijk in samenstelling)
- 2) Damp en vloeistof blijven met elkaar in evenwicht; de samenstelling verandert geleidelijk: de condensor vervult de functie van een theor. schotel.
- 3) Het condensaat wordt direct afgevoerd, doch de damp condenseert volgens de evenwichtsfiguur; de condensor vervult de functie van enige theor. schotels.

In het gegeven geval wensen we een topproduct, dat rijker is aan aceton dan het destillaat. De derde uitvoeringsvorm is te ingewikkeld, doch de tweede vorm kunnen we benaderen. We wensen dus een topproduct, dat zo veel mogelijk in samenstelling van het gegeven- destillaat verschilt. Het ideaal wordt bereikt, als de eerste condensor slechts het destillaat, en de tweede de volledige reflux levert. De reflux-verhouding = 9, d.w.z., dat de eerste condensor 10% van N moet condensereren. Het verloop van deze condensatie is op de evenwichtsfiguur aangegeven. Daar deze extreme conditie te star en dus niet verkieslijk is, bepalen wij ons tot een condensor, die 30% condenseert. Ook deze situatie is in de figuur aangegeven. We zien, dat de samenstelling van N dan 77 mol% aceton, d.i. 81% moet zijn. Temp. van de top $59\frac{1}{2}^{\circ}$, de condensatie loopt tot 59° .

Bij de berekening maken we de volgende vereenvoudigingen:

- 1) De vloeistoffilm op de pijpen heeft de samenstelling van het uiteindelijke condensaat, dus die van het destillaat T.
- 2) Terugdiffusie van de vluchtigste component naar de dampfase blijft buiten beschouwing
- 3) De weerstand tegen warmteoverdracht, ontstaan door diffusie in de dampfase t.g.v. van verarming aan de minst vluchtige component valt door gebrek aan gegevens niet te berekenen. Bij grote dampsnelheid is het effect klein; we verrekken deze weerstand met de eveneens onbekende vuilweerstand aan de vloeistofzijde (de koeling geschiedt door het vergist beslag), door de gevonden totale overdrachtscoëff. met een bepaald percentage te verminderen.

De berekening behoeft verder weinig toelichting; de overdrachtscoëfficienten worden onafhankelijk van het temp.verschil tussen in- en uitgang verondersteld; stofeigenschappen η, c_p, λ en ρ additief.

Phys.eigenschappen;

| | Water | Aceton | Aethanol | Vergist besl. | Condensaat | |
|-------------|----------------------|----------|----------|---------------|------------|---------------------------|
| ρ_1 | 1000 (4°) | 792 (20) | 789 (id) | 1000 | 790 | kg/m ³ |
| r | 2255 | 525 (58) | 865 | | 618 | kJ/kg |
| c_p { | | | | | | kJ/kg.°C |
| 6° | 4,19 | 2,14 | 2,05 | 4,17 | | |
| 50° | 4,21 | 2,30 | 2,80 | 4,19 | | |
| η { | | | | | | $\times 10^{-3}$ kg/m.sec |
| 6° | 1,8 | 0,43 | 1,8 | 1 (40°) | 0,31 | |
| 50° | 0,6 | 0,26 | 0,72 | | (59°) | |
| 100° | 0,28 | 0,17 | 0,32 | | | |
| λ { | | | | | | J/m.sec.°C |
| 40° | 0,63 | | | 0,5 | | |
| 60° | | 0,17 | 0,17 | | 0,17 | |

$Pr = \frac{c_p \eta}{\lambda} = 7 (40^{\circ})$
 dus: $Pr^{1/3} = 1,9$

Gegevens condensorpijpen, gebaseerd op McAdams (tabel XXVIII, Append.)

| D_u | D_{Li} | | πD_{gem} | $\pi/4 D_i^2$ | gewicht, kg/m pijp | | |
|--------|----------|------|---------------|-----------------|--------------------|-------|-------|
| in. cm | in | cm | cm | cm ² | messing | staal | |
| 1/2 | 1,27 | 0,43 | 1,09 | 3,71 | 0,93 | 0,283 | 0,257 |
| 5/8 | 1,59 | 0,55 | 1,41 | 4,71 | 1,56 | 0,359 | 0,327 |
| 3/4 | 1,90 | 0,65 | 1,66 | 5,60 | 2,16 | 0,597 | 0,543 |
| 7/8 | 2,22 | 0,78 | 1,98 | 6,60 | 3,07 | 0,704 | 0,641 |
| 1 | 2,54 | 0,90 | 2,29 | 7,57 | 4,11 | 0,798 | 0,727 |
| 1 1/4 | 3,19 | 1,15 | 2,93 | 9,61 | 6,72 | 1,007 | 0,917 |
| 1 1/2 | 3,81 | 1,37 | 3,48 | 11,46 | 9,50 | 1,625 | 1,478 |
| 2 | 5,08 | 1,87 | 4,75 | 15,60 | 17,7 | 2,19 | 1,99 |

πD_{gem} stelt de gemiddelde omtrek, of wel: het uitwisselingsoppervlak in m²/100m pijplengte voor

Te gebruiken formules:

$$\phi_w = UA(\Delta T)_{ln} \quad 1/U = 1/\alpha_u + 1/\alpha_i + 1/\alpha_v + 1/\alpha_d$$

$$\alpha_i = \lambda / D_i \cdot 0,027 \cdot Re^{0,80} Pr^{1/3} \quad (\text{invloed van viscosit. verschillen tussen wand en centrum v.d. pijp verwaarloosd})$$

$$\alpha_u = 0,725 \cdot \left(\frac{r \cdot \rho \cdot \lambda^3 \cdot g}{N \cdot D_u \cdot \eta \cdot \Delta T} \right)^{1/4} \quad \text{voor horizontale pijpbundels}$$

(ΔT = temp. film - temp. wand; voor α_i & α_u op $\frac{1}{2}(\Delta T)_{ln}$ te stellen)

$$\left. \begin{array}{l} 1/\alpha_v = \text{vuilweerstand vloeistofzijde} \\ 1/\alpha_d = \text{diffusieweerstand dampzijde} \end{array} \right\} U \text{ met } 25\% \text{ verminderen}$$

$$\phi = 380 \text{ kJ/sec.}, \text{ temp. condensaat} = 59^\circ\text{C}$$

koeling door vergist beslag:

$$\text{in: } 16,5 \text{ kg/sec, } 35^\circ\text{C} \rightarrow 35 \cdot 16,5 \cdot 4,19 = 2420 \text{ kJ/sec}$$

$$\text{uit: } 2420 + 380 = 2800 \text{ kJ/sec, dus temp.} = 40,5^\circ\text{C}$$

$$(\Delta T)_{ln} = \frac{(59-35) - (59-40,5)}{2,3 \log \frac{59-35}{59-40,5}} = 21,9^\circ\text{C}$$

$$UA = \frac{380 \cdot 000}{21,9} = 17400$$

$$\text{totale pijplengte} = L = \frac{100 A}{\pi D_{gem}}$$

$$\text{aantal pijpen} = n = \frac{16,5}{\pi/4 \cdot D_i^2 \cdot \rho \cdot v}$$

$$\text{lengte condensor (1 pass)} = l = L/n$$

Aantal boven elkaar geplaatste pijpen: bij 1 pass $\cong \sqrt{\pi n/4}$
 bij 2 passes = $\frac{1}{2} \sqrt{\pi n/4}$ (gemiddeld)
 uitgedrukt in D_i : $N = (\frac{1}{2} x) \frac{1}{D_i} \sqrt{16,5/\rho} v$

Berekening α_i

$Nu \cdot Pr^{-1/3}$ staat als functie van Re uitgezet in grafiek P 18 (Phys. Werkw. I);
 Pr is bekend, zie Phys. eigenschappen; dus ook $Pr^{1/3}$. Met behulp hiervan
 is Nu tegen Re uitgezet: Grafiek I.

$\alpha_i = \frac{\lambda Nu}{D_i} = \frac{Nu \lambda \rho}{Re \eta} \cdot v$; $\frac{\alpha}{v}$ is op deze wijze uitgezet tegen Re : Grafiek II.

Bij Re en D_i behoort een bepaalde v . Voor de gebruikelijke waarden van D_i
 is v tegen Re uitgezet: Grafiek III. De verticale rode streep toont de
 wijze, waarop voor elke pijpsort v en α_i bijeengezocht worden.

Berekening α_u

Uit de formule blijkt, dat $\alpha_u = \text{const.} (N \cdot D_u)^{-1/4}$; α_u dus uitgezet tegen
 $N D_u$: Grafiek IV. Nu is (zie boven) $N \cdot D_u = N \cdot D_i \cdot D_u/D_i = D_u/D_i \sqrt{\frac{16,5}{\rho \cdot v}} = 0,15 \sqrt{\frac{16,5}{\rho \cdot v}}$

○ Bij elke v behoort dus een bepaalde α_u (alleen nog van aantal passes afhan-
 kelijk)

Pijpenaantal n tegen v uitgezet voor elke pijpsort: Grafiek V

Voor 3 snelheden en 4 pijpsorten zijn hiermee de volgende grootheden
 berekend:

Tabel I

$v = 0,3$ m/sec λ (1 pass)

| D_u | n | α_i | α_u | U | 3/4U | A | L | l | (practische eenheden) |
|--------|-----|------------|------------|-----|------|------|-----|------|-----------------------|
| 1/2" | 593 | 1320 | 1580 | 720 | 540 | 32,2 | 870 | 1,47 | |
| 3/4" | 255 | 1260 | " | 700 | 525 | 33,2 | 595 | 2,33 | |
| 1" | 134 | 1180 | " | 680 | 510 | 34,2 | 450 | 3,36 | |
| 1 1/2" | 58 | 1080 | " | 640 | 480 | 35,2 | 315 | 5,44 | |

$v = 0,6$

| D_u | n | α_i | α_u | U | 3/4U | A | L | l | (2 passes) | | | | | |
|--------|-----|------------|------------|------|------|------|-----|------|------------|------|------|------|-----|--------|
| | | | | | | | | | α_u | U | 3/4U | A | L | l |
| 1/2" | 296 | 2400 | 1750 | 1020 | 770 | 22,6 | 610 | 2,06 | 2200 | 1150 | 860 | 20,2 | 560 | 1,89/2 |
| 3/4" | 127 | 2170 | " | 970 | 735 | 23,7 | 425 | 3,32 | | 1090 | 820 | 21,3 | 380 | 3,00 |
| 1" | 67 | 2060 | " | 940 | 710 | 24,5 | 324 | 4,84 | | 1060 | 790 | 21,9 | 290 | 4,30 |
| 1 1/2" | 29 | 1900 | " | 910 | 680 | 25,6 | 223 | 7,70 | | 1020 | 760 | 22,8 | 199 | 6,86 |

$v = 0,9$

| | | | | | | | | |
|--------|-----|------|------|------|-----|------|-----|------|
| 1/2" | 197 | 3260 | 1850 | 1180 | 880 | 19,8 | 535 | 2,72 |
| 3/4" | 85 | 3060 | " | 1150 | 860 | 20,2 | 360 | 4,23 |
| 1" | 45 | 2840 | " | 1120 | 840 | 20,7 | 274 | 6,10 |
| 1 1/2" | 19 | 2610 | " | 1080 | 810 | 21,5 | 187 | 9,85 |

Bij de keuze van snelheid dient men het voordeel van betere warmteoverdr.
 en dus geringer pijplengte, af te wegen tegen het nadeel van groter druk-
 verlies. Een behoorlijke snelheid is voorts gewenst op grond van de aan-
 wezigheid van gesuspendeerde deeltjes. Kiezen wij $v = 0,6$, $D_u = \frac{1}{2}$ ", dan
 vinden we in een tabel van standaardafmetingen voor warmtewisselaars:
 $\phi 14"$ = 42,5 cm, lengte 2 m. Aangewezen is dus een wisselaar met 2 passes;
 de gegevens staan hiervan in de tweede kolom vermeld. Met de nodige
 marge: $\phi 22"$, lengte $l = 1$ m; 2 x 300 $\frac{1}{2}$ " pijpen. Tegenover de betere warmte-
 overdracht (α_u groter) staat een toename van 30% in aanschafkosten (McAdams
 pg 351, fig. 193) t.o.v. een one-pass warmtewisselaar. Het formaat is hand-
 zamer.

Optimale afmetingen:

Te bepalen door de kosten van de apparatuur en van de benodigde pomp-energie in rekening te brengen. Buiten beschouwing blijven:

a) eventuele variatie van $(\Delta T)_{ln}$, daar deze bij de warmteconomie van de gehele unit betrokken is.

b) verschillen in bedieningskosten, waaronder speciaal gerekend worden de periodieke schoonmaak-kosten (bij wijde pijpen lager dan bij nauwe)
Te beschouwen:

1°) Invloed van de pijpdiameter

Pijpkosten in eersten aanleg :: het gewicht. Uit de tabel met condensor- pijp gegevens ziet men, dat het gewicht per eenheid van lengte ongeveer :: de diameter is. Kosten dus :: $D_u L$; $\frac{1}{2}$ " ongeveer 8% gunstiger dan $1\frac{1}{2}$ ". Daar de vervaardigingskosten voor alle pijptypen nagenoeg gelijk zullen zijn, en de nauwe pijpen dus wel degelijk relatief duurder zullen zijn, hetgeen het bovengenoemde voordeel nivelleert, is de pijpdiameter ~~g~~ niet van invloed op de aanschafkosten.

2°) Drukverlies als functie van diameter en snelheid.

$\Delta p = 4f \frac{L}{D_i} \cdot \frac{1}{2} \rho v^2$, zie Phys. Werkw. I, pg 18. Voor L is hier de lengte van de afzonderlijke pijpen, dus l te nemen. Grafiek P4 uit Ph. Werkw. I geeft f als functie van Re ; de curve voor gladde pijpen te gebruiken. Uit Grafiek III volgt het verband tussen v , D_i en Re

Tabel II

| D_u | $v = 0,3$ | | | $v = 0,6$ | | | $v = 0,9$ | | |
|-------|-----------|----------------|-------------------|-----------|----------------|------------|-----------|----------------|------------|
| | Re | $\frac{v}{4f}$ | $\Delta p, N/m^2$ | Re | $\frac{v}{4f}$ | Δp | Re | $\frac{v}{4f}$ | Δp |
| 1/2" | 3300 | 0,042 | 252 | 6600 | 0,034 | 1150 | 9900 | 0,031 | 3100 |
| 1" | 6900 | 0,035 | 230 | 13800 | 0,028 | 1060 | 20700 | 0,025 | 2680 |
| 1½" | 10500 | 0,030 | 210 | 20800 | 0,025 | 990 | 31300 | 0,023 | 2620 |

Voor $1\frac{1}{2}$ "-pijpen is Δp dus globaal 15% lager dan voor $\frac{1}{2}$ " pijpen.

We rekenen verder met $\frac{1}{2}$ " pijp. De kosten variëren het sterkst met de doorstroomsnelheid van de koel-vloeistof. De jaarlijkse kosten worden berekend, bij gebruik van staal en van koper. Het gebruik van het duurdere koper zal slechts zin hebben, indien de duurzaamheid een factor van betekenis is, dan wel de geleidingsweerstand van de pijpwand groot is t.o.v. de filmweerstand. Geen van beide is het geval; de berekening wordt slechts ter vergelijking gegeven.

Stel: rente 3%/jaar; afschrijving in 15 jaar, dus 7%/jaar; totaal 10%/jaar

Staal: $f2,-/kg - f0,515/m$; Koper: $f5,-/kg - f1,46/m$ $\frac{1}{2}$ "-pijp

Uit tabel II ziet men, dat de overdruk bij $v=0,6$ tenminste 1 atm., en bij $v=0,9$ tenminste 3 atm. zal moeten bedragen; aan het materiaal zullen dus hoger eisen gesteld moeten worden, hetgeen vlg. McAdams, pg 351, fig 193b tot verhoging van de kosten met resp. 10% en 25% leidt (bij staal)

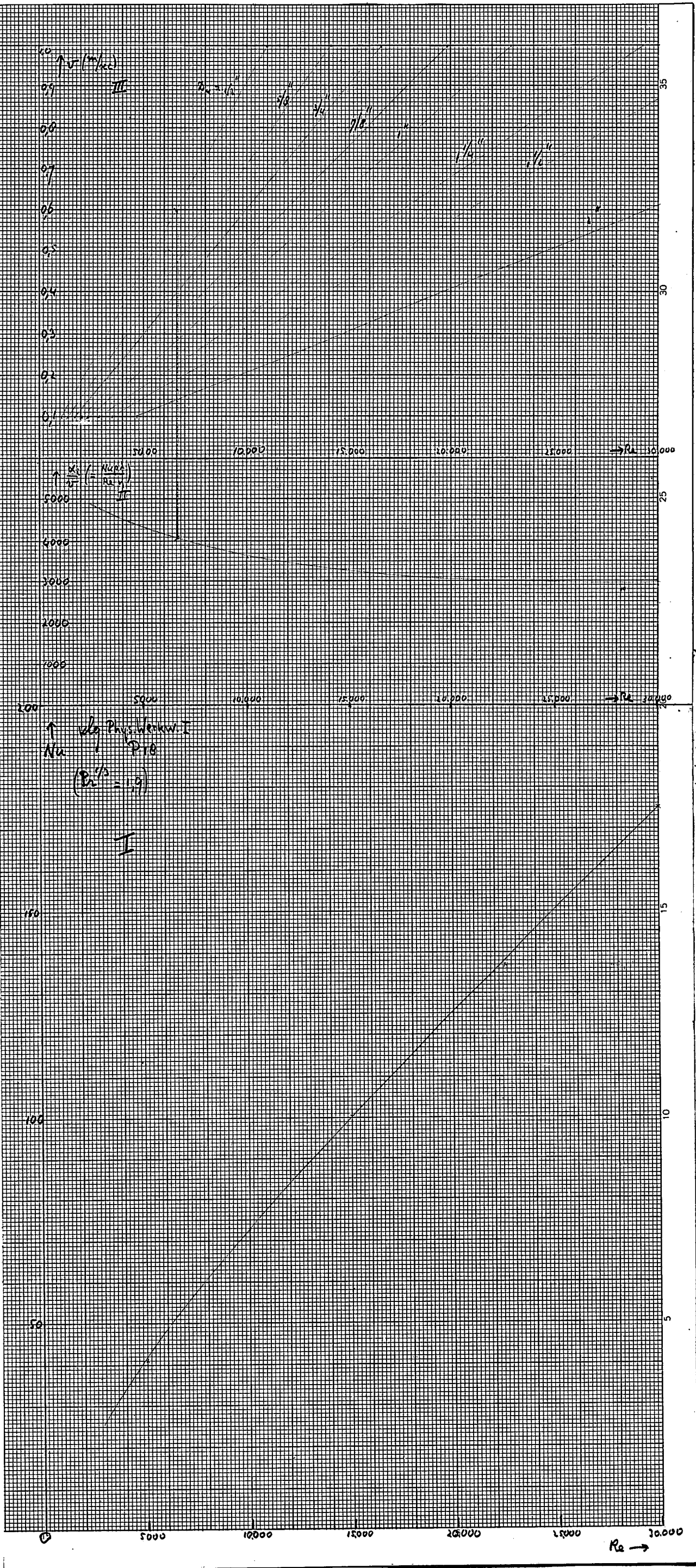
De pompenergie kan men stellen op 2 ct/kWh, d.i. $f0,176/W$.jaar.

Daar de pomp 16,5 kg/sec, d.i. $0,0165 m^3/sec$ moet verpompen, is voor de doorstroming van de condensor een vermogen van $0,0165 \cdot \Delta p$ W nodig.

Tabel III

| | $v=0,3 \rightarrow 870m$ | | $v=0,6 \rightarrow 610m$ | | $v=0,9 \rightarrow 535m$ | |
|-----------------------|--------------------------|---------|--------------------------|--------|--------------------------|--------|
| | staal | koper | staal | koper | staal | koper |
| Rente en afschrijving | $f 45$ | $f 128$ | $f 31$ | $f 89$ | $f 28$ | $f 78$ |
| Toeslag voor overdruk | | | $f 3$ | $f 9$ | $f 7$ | $f 20$ |
| Energieverbruik | $f 0,70$ | | $f 3,30$ | | $f 9$ | |

Het optimum zal dus niet ver van $v=0,6$ afliggen, en verschuift naar hoger snelheden bij toename van de materiaalkosten.



Literatuur.

- Anonymus, Chem.Eng. News, 30, 3698, (1952)
 E.A. Barbet, U.S.P. 2.080.194 (1937)
 S.C. Beesch, Ind.Eng.Chem. 44, 1676, (1952)
 B.I.O.S. Rapport no 1053.
 G.Brown e.a. Unit Operations.
 E.H.Carnarius, U.S.P. 2.423.580 (1947)
 Centraal Bureau voor de Statistiek: In-en uitvoer statistieken
 (1950, 1951, 1952)
 H.N.Darlington, H.Holdsworth, U.S.P. 2.454.734 (1948)
 H.J.L.Donker, Bijdrage tot de kennis der boterzuur-butylalcohol-
 gisting, Delft 1926.
 C.L.Gabriel, Ind.Eng.Chem. 20, 1063, (1928)
 J.O.Gavronsky, B.P. 571.630, (1945)
 F.M. Hildebrandt, Advances in Enzymology, 7, 601, (1947)
 H.Hoog, Chem.Weekblad, 47, 765, (1951)
 G.C.Inskeep, Ind.Eng.Chem. 43, 1488, (1951)
 D.H.Killeffer, Ind.Eng.Chem. 19, 46, (1927)
 A.J.Kluyver, J.Visser, Antonie van Leeuwenhoek, 16, 311, (1946)
 E.Kirschbaum, Destillier- und Rektifizierteknik, (1950)
 S.B.Lee, Ind.Eng.Chem. 42, 1673, (1950)
 S.B.Lee, Ind.Eng.Chem. 43, 1948, (1951)
 J.B. van der Lek, Onderzoekingen over de butylalkoholgisting,
 Delft, (1930)
 W.H.Mc Adams, Heat Transmission, London, (1951)
 D.Perlmann e.a. Ind.Eng.Chem. 44, 1996, (1952)
 W.H.Peterson, E.B. Fred, Ind.Eng.Chem. 24, 237, (1932)
 V.F.Pfeiffer, Ind.Eng.Chem. 44, 1940, (1952)
 A.Placek, U.S.P. 2.400.370 (1946)
 J.R.Porter, Bacterial Chemistry and Physiology, New-York, (1947)
 S.C.Prescott, C.G.Dunn, Industrial Microbiology, New-York, (1949)
 G.Reichhardt, U.S.P. 2.095.347, (1937)
 M.Sulzbacher, U.S.P. 2.474.170, (1949)
 M.C.Wheeler, C.D.Goodale, U.S.P. 1.875.536, (1932)
 J.C.Woodruff, Ind.ENG.Chem. 19, 1147, (1927)
 R.Wynkoop, Ind.Eng.Chem. 35, 1240, (1943).

Inhoud.

| | |
|--|-----|
| Inleiding | 1 |
| Het microbiologische proces | 2 |
| De keuze van het schema | 8 |
| Beschrijving van het gekozen schema | 11 |
| Berekening van de beslagkoeler | 16 |
| Winning van de oplosmiddelen | 19 |
| Berekening condensor | 23. |

Per Hs