

D

# Laboratorium voor Chemische Technologie

Verslag behorende  
bij het processchema  
van

.....  
J. J. M. B R A A T.  
.....

onderwerp:

.....  
M O N O E T H A N O L A M I N E .  
.....  
.....

adres:

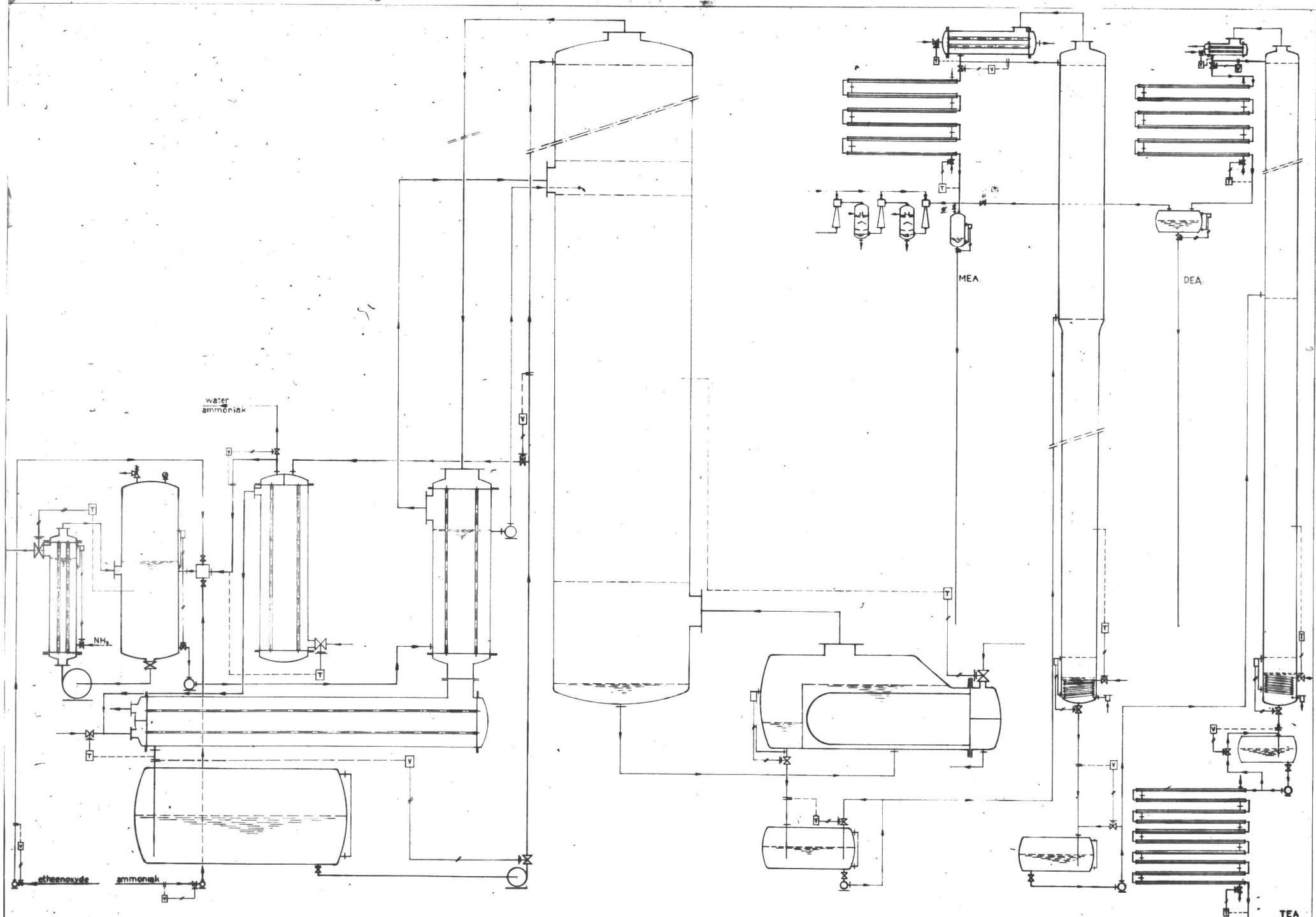
C. TROMPSTRAAT 26

DELFT.

datum:

22 oktober 1961.

1928



MONCETHANOLAMINE  
 SCHAAI 1:25 DATUM 9-10-61  
 J.J.M. BRAAT 1928

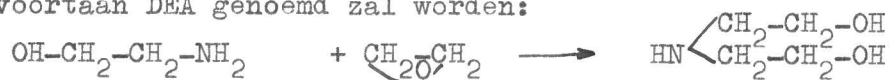
## Inleiding

Wurtz heeft als eerste de ethanolaminen bereid. Hij ging uit van etheenchlorhydrine en ammoniak. De volgende reacties vinden dan plaats:

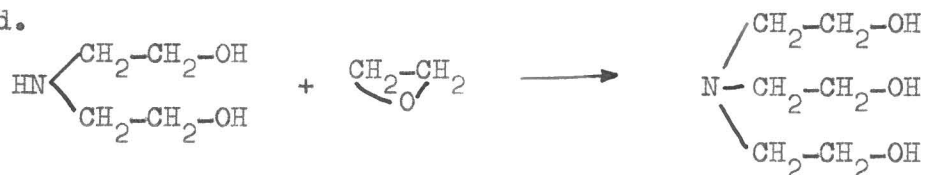


Het ontstane product heet monoethanolamine, wat voortaan in dit proces aangeduid zal worden met de afkorting MEA.

Later is gevonden, dat MEA gemakkelijk reageert met etheenoxjde tot diethanolamine, hetgeen voortaan DEA genoemd zal worden:



Diethanolamine (DEA) reageert met etheenoxjde tot triethanolamine, voortaan TEA genaamd.



(26)

## Bereiding van monoethanolamine

MEA kan op verschillende manieren bereid worden:

1. Uit etheenoxjde en ammoniak bij atmosferische druk en kamertemperatuur. Bij dit proces ontstaat naast MEA ook DEA en TEA en verder nog een soort ether-derivaten van hogere alkanolaminen. De scheiding van het mengsel producten geschiedt door destillatie bij normale druk en bij een druk van 10 mm Hg-druk. (1)
2. Een variatie op het bij 1) genoemde proces is te werken bij een druk van 50 ato. Uit het reactiemengsel wordt de ammoniak verwijderd door absorbtie, de producten worden afgescheiden door destillatie bij 5 mm Hg-druk. (19)  
Zowel proces 1) als proces 2) kunnen continu en ladingsgewijs worden uitgevoerd.
3. Een verouderd proces gaat uit van ammoniak en etheenchlorhydrine. Hieruit is echter wel een selectief proces ontwikkeld voor de bereiding van MEA. (2)
4. Uit formaldehydcyaanhydrine en waterstofgas:



De reactievoorwaarden zijn:

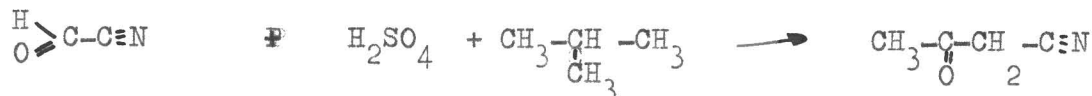
katalysator	Ni/Al
temperatuur	100°C
druk	700 ato.

Het formaldehydcyaanhydrine wordt bereid door katalytische reductie van een *het* aldehyde,  $\text{HOC-C}\equiv\text{N}$ , met  $\text{H}_2$  bij 700 atm. De opbrengst aan MEA is 29%, aan DEA 44% en aan TEA + etherproducten 26%.

Men kan ook  $\text{CH}_2\text{-OH-C}\equiv\text{N}$  laten reageren met etheenoxjde tot een reactieproduct, dat bestaat uit 13,3 % MEA, 54,5 % DEA en 11,5 % TEA.

Reageert formaldehydcyaanhydrine met isobutanol, dan ontstaat 16,4 % MEA,

5. Een variatie op het zojuist genoemde proces bestaat hierin dat men formaldehyd-cyaanhydrine laat reageren met geconcentreerd  $H_2SO_4$  en isobutaan, bij  $90^\circ C$  en een druk van 17 ata in een met zilver beklede reactor.



Het ontstane product laat men met  $NH_3$  reageren tot



Reactievoorwaarden zijn:	katalysator	Co
	temperatuur	$120^\circ C$ tot $138^\circ C$
	druk	600-800 atm.
	tijd	1 uur.

Het laatst ontstane product reageert met  $H_2SO_4$  tot een mengsel van producten. De meest vluchtige hiervan laat men verdampen, het residu wordt geneutraliseerd met natronloog. Het zo ontstane mengsel wordt eerst bij 40 mm Hg-druk gedestilleerd (verwijdering van water), daarna bij 1 mm Hg-druk; het topproduct bij deze laatste destillatie is het gevraagde MEA. (4).

6. Men kan ook  $OHCH_2-C\equiv N$  laten reageren met een mengsel van alcohol, ether en methanol tot een reactieproduct, dat bestaat uit 29 % MEA, 44 % DEA en 20 % TEA.

De reactievoorwaarden zijn:	katalysator	Al/Ni met $H_2$
	druk	700 atm.
	temperatuur	$98-100^\circ C$
	tijd	1 uur

De reactieketel moet met zilver bekleed zijn. (5).

7. Ammoniak en etheenoxys worden in een molaire verhouding van 15:1 bij  $130^\circ C$  en 100 atm. in een verhitte stenen oven geleid. De reactie vindt plaats in de gasfase. De opbrengst is 78,3 % MEA, 16 % DEA en 4,4 % TEA. (6).

8. MEA kan ook bereid worden door hogedruk ammonolyse van etheenchlorhydrine met ammoniak. Reactietemperatuur is  $120^\circ C$ , de werkdruk is 10 atm. De molaire verhouding van ammoniak / etheenchlorhydrine moet 8,5 / 1 zijn. (7).

#### Proceskeuze

*man... waarom bestaat proces? Hoe flexibel zijn beide met getalwaarden?*

Het proces, dat gebruikt wordt, is de bereiding van MEA uit ammoniak en etheenoxys bij atmosferische druk en kamertemperatuur.

De volgende redenen, die tevens soms voordelen aangeven ten opzichte van de andere, voorhanden zijnde processen, hebben geleid tot deze keuze:

- Het proces kan continu uitgevoerd worden.
- Het proces vindt plaats bij een lage, gemakkelijk realiseerbare temperatuur en bij een druk van 1 atmosfeer.
- Het proces is een directe synthese. Sommige voornoemde processen verlopen in 2 à 3



trappen, hetgeen vaak een grotere investering, meer apparatuur, ruimte en personeel vergt. Dikwijls ligt het rendement ook lager, dan bij een directe synthese.

- d. Het constructiemateriaal moet bij dit proces van roestvrij staal zijn, bijvoorbeeld AISI 302, AISI 420, in tegenstelling tot sommige genoemde processen, waarbij de apparatuur of een gedeelte ervan met zilver bekleed moet zijn. *resultaat niet anders in 1937*
- e. Een van de belangrijkste voordelen van dit proces is, dat het flexibel is, wat betreft soort opbrengst. Door de molaire verhouding ethenoxyde / ammoniak te wijzigen, zullen ook de percentages van de ontstane producten veranderen. Met dezelfde installatie kan dus ofwel voornamelijk MEA, ofwel DEA, of TEA gemaakt worden. Dit is van groot belang, omdat de vraag naar MEA, DEA en /of TEA erg aan schommelingen onderhevig is.

### Productie

In 1937 is in de Verenigde Staten de productie van de ethanolaminen begonnen. Pas in 1942 is men in Europa, vooral in Duitsland, ethanolaminen gaan maken.

Enige cijfers zullen de groei van de productie duidelijk maken.

productie in U.S. van alkanolaminen in tonnen per jaar	jaar
8.000	1937
8.800	1938
11.400	1939
46.000	1943
70.000	1946
80.000	1947

De vraag naar alkanolaminen van de niet-amerikaanse landen nam met de jaren toe. Tot ongeveer 1948 leverden de Verenigde Staten de alkanolaminen, die de niet-amerikaanse landen verbruikten, voor een groot deel. (8).

Ook zijn enige cijfers bekend over de bereiding van ethanolaminen in de U.S. uit ethenoxyde:

productie van ethanolaminen in U.S. uit ethenoxyde in tonnen per jaar	jaar
14.160	1950
35.400	1955
69.600	1960

Deze laatste tabel vertoont een tendentie, die ook in Europa verwacht mag worden. De vraag naar ethanolaminen is zoals uit de cijfers blijkt nog steeds stijgende. Deze stijging wordt veroorzaakt door:

1. het op steeds grotere schaal gebruiken van bestaande toepassingen van ethanolaminen.
2. het toenemen van het aantal toepassingen. (9).

Aangezien bij het gebruikte proces naast MEA ook waardevolle bijproducten, zoals DEA en TEA ontstaan, zal in het kort van deze producten het toepassingsgebied besproken worden. De toepassingen zijn beschreven in een ontzettend groot aantal patenten. Daarom worden in de literatuurlijst maar enige boeken en artikelen opgegeven, die een overzicht van de toepassingen geven.

Een grove verdeling van de toepassing van de drie ethanolaminen in 1955 wordt gegeven in de volgende tabel:

MEA	zuur/gas absorbtie-middel	50 %
	detergents	25 %
	chemisch tussenproduct	15 %
	diversen	10 %
DEA	detergents	40 %
	toepassing in textiel	25 %
	zuur /gas absorbtie-middel	20 %
	chemisch tussenproduct	15 %
TEA	Cosmetica	50 %
	Textiel	20 %
	was en polijstmiddel	10 %
	diversen	20 %

Enige toelichtingen:

zuur/gas absorbtie middel: MEA 10-15 % werkt het meest effectief. Het verdient de voorkeur om 20-30% DEA te gebruiken, wanneer het te wassen gas COS bevat; dit om de vorming van polymerisatie-producten uit MEA en COS te voorkomen. (15)

Detergents, emulgatoren, oppervlakte actieve stoffen: Tot dit doel zijn de ethanolaminen bruikbaar in combinatie met vetzuren. Zij reageren praktisch neutraal ( pH= 8). Zij zijn zowel in water als in koolwaterstoffen oplosbaar, zij zijn niet corrosief en gemakkelijk te bereiden. (14)

Chemische tussenproducten: Derivaten van de ethanolaminen kunnen gebruikt worden in schoenpoets (12), metaal reinigingsmiddelen, emulsiebrekers voor ruwe-aardolie emulsies, handlotions, shampoos (10), soldeervloeistof en andere.

Ook voor de synthese van antihistamine-preparaten, antimalariapreparaten, en plaatselijke anaesthetica. (11). Het MEA-zout van vitamine C wordt gebruikt voor de intramusculaire toediening van vitamine C.

Diversen: Als anticorrosie-middel, onder andere in zure pickling-baden, en in antivries. TEA-fosfaat als anticorrosiemiddel in glycol, gebruikt als antivries. TEA op dierlijke- of plantaardige olie basis wordt gebruikt als antiroest voor vliegtuigmotoren en hydraulische remsystemen. Een mengsel van DEA en TEA wordt toegepast als ontkolings-middel bij vliegtuigmotoren.

MEA + CS<sub>2</sub> in een alkalische oplossing wordt gebruikt als versneller bij het vulcaniseren van rubber. Verder vinden de ethanolaminen nog toepassing als absorbens voor etheen als Cu " en NO<sub>3</sub> aanwezig zijn. Als laatste toepassing wordt gegeven : het bijmengen van DEA in fotografische ontwikkelaars ter verbetering van de korrel. ( 13,14,15, ).

Jaar-productie van de ontworpen fabriek.

Uit de materiaal balans, die verder op in het verslag wordt gegeven blijkt, dat er per seconde wordt geproduceerd:

99 gew.% MEA	98 gew.% DEA	"onzuiver TEA "	
0,00045 kg.			water
0,21594 kg.	0,00061 kg.		MEA
0,00157 kg.	0,102375 kg.	0,00105 kg.	DEA
	0,000745 kg.	0,02905 kg.	TEA
<u>0,21796</u> kg.	<u>0,10373</u> kg.	<u>0,0636</u> kg.	"ether"
		0,0937 kg.	totaal

Een productie-jaar mag men stellen op 8000 werkuren (ongeveer 333 dagen).

Dit in verband met vacantie, feestdagen, reiniging en reparatie van de apparatuur, enz.

Per jaar wordt dus geproduceerd:

8000. 0,21796. 3600 kg. MEA	+	6278 ton	99 gew.% MEA	<i>hoe groot is de flexibiliteit?</i>
8000. 0,10373. 3600 kg. DEA	=	2987 ton	98,7 gew.% DEA	
8000. 0,0937 . 3600 kg. "TEA"	=	2698 ton	"Onzuiver TEA "	

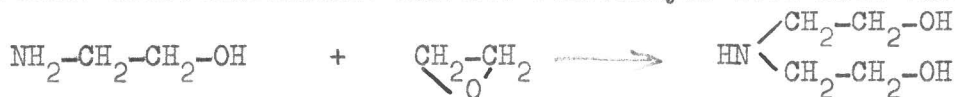
Ongeveer 5 grote bedrijven maken in de Verenigde Staten ethanolaminen uit etheenoxide en ammoniak (9). Uit de productie tabel blijkt, dat er ongeveer 70.000 ton per jaar ethanolaminen op genoemde wijze geproduceerd wordt. Om deze redenen is bij de ontworpen fabriek een productie van ongeveer 12.000 ton ethanolaminen per jaar aangenomen.

Mechanismen en kinetische beschouwing van de reacties.

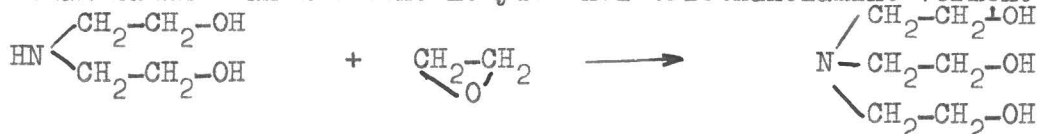
Ammoniak en etheenoxide reageren bij kamertemperatuur en atmosferische druk met elkaar tot

$$\text{NH}_3 + \text{CH}_2\text{-CH}_2 \longrightarrow \text{NH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$$

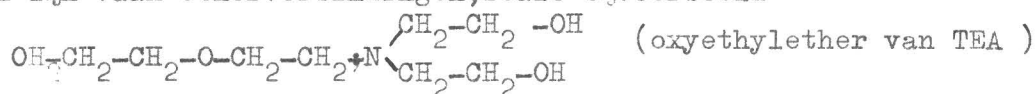
Het gevormde monoethanolamine kan met etheenoxide zeer snel verder reageren tot



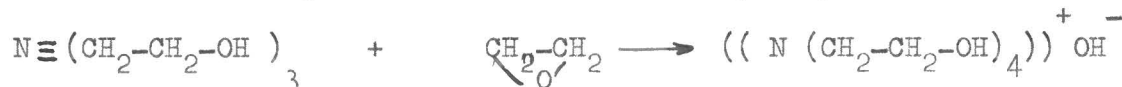
Diethanolamine kan met etheenoxide snel triethanolamine vormen.



Triethanolamine kan met etheenox\_yde tot verschillende verbindingen reageren. Deze stoffen zijn vaak etherverbindingen, zoals bijvoorbeeld



Ook kan de verbinding tetra-ethanol-ammoniumhydroxyde ontstaan:



Voortaan noemen we alle producten, die ontstaan uit TEA en etheenox\_yde, "ether".

We nemen aan dat er per mol. "ether" 5,4 mol. etheenox\_yde aanwezig is in de etherverbinding.

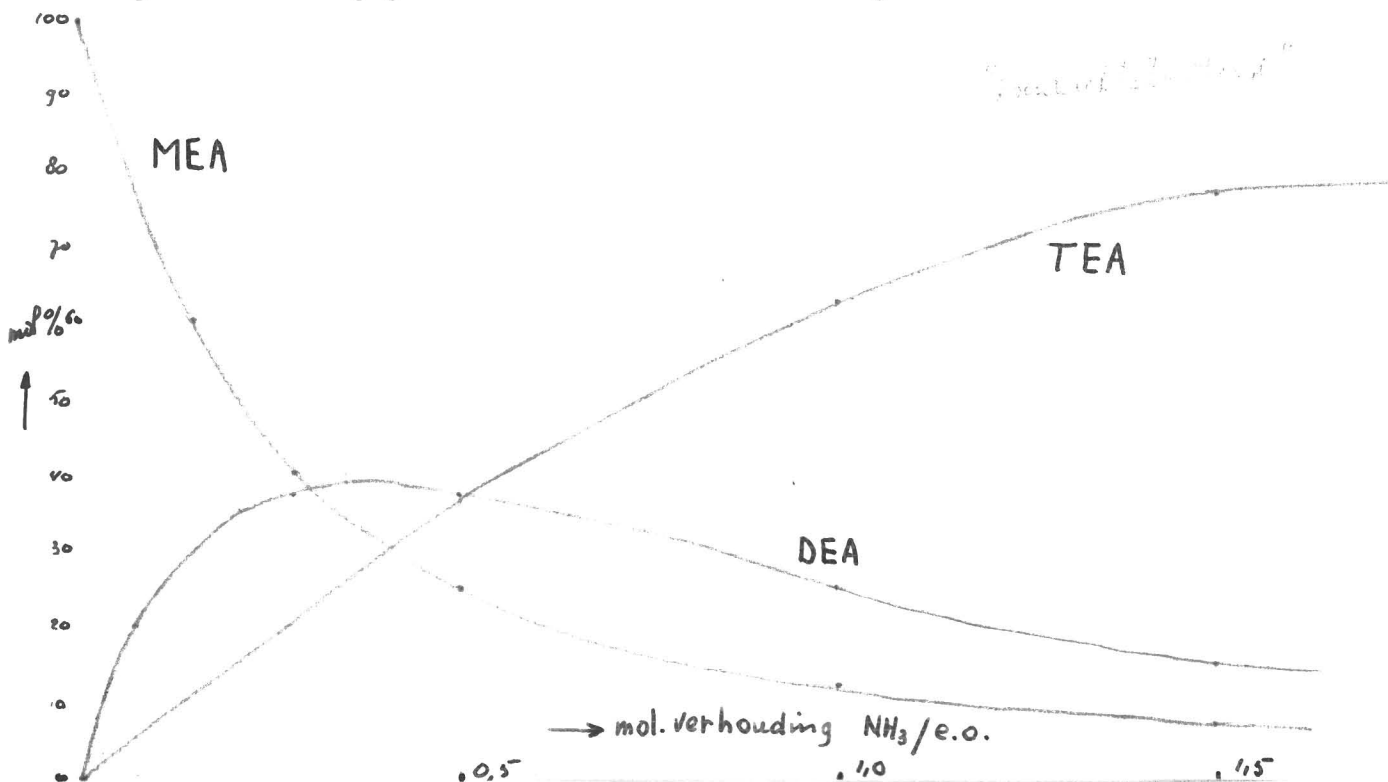
Omdat een ethanolamine sneller met etheenox\_yde reageert, dan ammoniak dit doet, moet er dus altijd, om MEA, DEA en/of TEA gevormd te krijgen een overmaat  $\text{NH}_3$  aanwezig zijn.

De reactie mag nooit in een geconcentreerd ammoniakaal milieu plaats vinden, omdat etheenox\_yde bij lage temperatuur nooit reageert met <sup>gec.</sup>  $\text{NH}_3$  en omdat in zo'n milieu de reactie tussen etheenox\_yde en ethanolaminen veel sneller verloopt dan in een verdund ammoniakaal milieu. (15). Daarom wordt steeds gewerkt met een 30 gew.% oplossing van  $\text{NH}_3$  in water, omdat een zodanige sterkte van de oplossing de beste resultaten geeft bij een reactie tussen etheenox\_yde en ammoniak.

Alle genoemde processen zijn reacties van de tweede orde.

Een overmaat  $\text{NH}_3$  zal de eerstgenoemde reactie naar rechts dringen. De overige reacties lopen nu niet zo sterk, omdat de kans dat etheenox\_yde met  $\text{NH}_3$  reageert veel groter is dan dat MEA, DEA of TEA met etheenox\_yde reageert.

De onderzoekingen, die verricht zijn om de afhankelijkheid tussen de percentages, waarin de ethanolaminen ontstaan, en de mol.verhouding etheenox\_yde / ammoniak te vinden worden grafisch weergegeven in onderstaande tekening.



het v.w. 2 ed/ke  
reactie 7

De gegevens, die in de grafiek verwerkt zijn gelden enkel voor een proces, dat continu wordt uitgevoerd. Bij een ladingsgewijs uitgevoerd proces verschuiven de percentages een weinig ten opzichte van elkaar.

Zoals reeds enige malen is vermeld, ontstaat er steeds een mengsel van MEA, DEA, TEA en "ether". Wanneer nu een van de reactieproducten niet gewenst wordt, kan men dit product, dat aanvankelijk ook ontstaat, terugvoeren in de reactor, waar dan de reactie, via welke het product ontstaat, naar links wordt teruggedrongen. Een voorbeeld zal dit duidelijk maken: Men wenst geen DEA in het reactieproduct. Het aanvankelijk gevormde DEA wordt teruggeleid in de reactor. De reactie



zal naar links teruggedrongen worden. Aan zulke reacties zijn ook metingen verricht: De gegevens om de vorming van DEA te voorkomen volgen hieronder ( zij gelden voor een continu proces)

mol.verhouding NH <sub>3</sub> / e.o.	mol.DEA /mol.e.o.	samenstelling reactieproduct	
		MEA	TEA
3:1	0,18	30 %	70 %
5:1	0,23	40 %	60 %
10:1	0,33	50 %	50 %
15:1	0,43	65 %	35 %

Hieronder volgen nog enige fysische gegevens over de volgende reacties:

1. NH<sub>3</sub> + etheenoxyde  $\longrightarrow$  MEA
2. MEA + etheenoxyde  $\longrightarrow$  DEA
3. DEA + etheenoxyde  $\longrightarrow$  TEA
4. TEA + n etheenoxyde  $\longrightarrow$  "ether"

reactie	reactiesnelheidsconstante			activeringsenergie
	15 °C	20 °C	25 °C	
1.	35.10 <sup>-4</sup>	54.10 <sup>-4</sup>	82.10 <sup>-4</sup>	14,6 kcal.
2.	140.10 <sup>-4</sup>	220.10 <sup>-4</sup>	350.10 <sup>-4</sup>	15,4 kcal.
3.	110.10 <sup>-4</sup>	175.10 <sup>-4</sup>	265.10 <sup>-4</sup>	15,4 kcal.
4.	10.10 <sup>-4</sup>	14,5.10 <sup>-4</sup>	21.10 <sup>-4</sup>	12,8 kcal.

Uit deze gegevens volgt, dat reactie 4. langzaam verloopt ten opzichte van de andere. Dit ether-product zal dus niet veel voorkomen, omdat de reactiesnelheidsconstante van 4. relatief klein is en er al niet veel TEA gevormd zal zijn.

Uit de kleine activeringsenergieën volgt, dat de temperatuur haast geen invloed heeft op de reactiesnelheid. Om deze reden heeft men de prettige reactietemperatuur van 30 graden Celcius kunnen aannemen. (16) en (17)



Uit de gegevens van reactiesnelheidsconstante en activeringsenergie is het ook mogelijk de reactiesnelheid te berekenen, wanneer de orde van de reactie bekend is, Omdat de reacties van de tweede orde zijn geldt:

$$v = - \frac{d C_{\text{reactanten}}}{dt} = + \frac{d C_{\text{product}}}{dt} = k \cdot C_1 \cdot C_2$$

Hierin stelt  $C_1$  de concentratie van  $\text{NH}_3$  voor,  $C_2$  de concentratie van etheenoxye. Voor de reactie



is  $k_{25} = 82 \cdot 10^{-4}$ . Uit de materiaalbalans volgt :

$$C_1 = 16,6 \quad \text{en} \quad C_2 = 1,66$$

$$\text{dus } v = 82,4 \cdot 10^{-4} \cdot 16,6 \cdot 1,6 = 0,23.$$

Het volume van de reactor zullen we later toch niet uitrekenen aan de hand van de reactieduur, maar met behulp van de warmte afvoer.

De reacties, die plaats vinden zijn namelijk alle exotherm. De vrijkomende reactiewarmte per mol. ontstaan product is te berekenen uit de vormingswarmten, verdampingswarmten en condensatie warmte.

Voor de reactie  $\text{NH}_3 + \text{etheenoxye} \longrightarrow \text{MEA}$  is gegeven:

vormingsenthalpie van MEA in vloeibare fase	-62,52	kcal/grol.
vormingsenthalpie van $\text{NH}_3$ in water opgelost	-19,27	kcal/grol.
vormingsenthalpie van etheenoxye gasvormig	-16,1	kcal/grol.
verdampingswarmte van etheenoxye	+ 6,09	kcal/grol.

De vormingsenthalpie van etheenoxye in vloeibare toestand is dus: - 22,2 kcal/grol.

$$\text{Reactiewarmte} = H_{\text{NH}_3} + H_{\text{etheenoxye}} - H_{\text{MEA}} = + 21,05 \text{ kcal/grol.}$$

Eerst was zeer onnauwkeurig de reactiewarmte berekend uit de bindingsenergieën van de verschillende atoombindingen. (20). Hieruit bleek, dat de vrijkomende reactie warmte bij reactie 2. (zie vorige pagina) even groot was als die van 1., evenals die van 3. Daarom mag het volgende aangenomen worden

reactie	reactiewarmte
1. $\rightarrow$ MEA	+ 21,05 kcal/grol
1. + 2. $\rightarrow$ DEA	+ 42,1 kcal/grol.
1. + 2. + 3. $\rightarrow$ TEA	+ 63 kcal/grol.
1. + 2. + 3. + 4. $\rightarrow$ ether	+ 90 kcal/grol. (gemaakte aanname)

De reactiewarmtes moeten wel geschat worden, omdat geen andere gegevens bekend zijn. (23) en (20)

De conversie van etheenoxide is 100 %. Het rendement aan ethanolaminen is variabel, afhankelijk van de hoeveelheid hogere ethanolamine-ethers, die men kan laten ontstaan. De verhouding, waarin de hoeveelheden reactieproduct ontstaan, kan men variëren door:

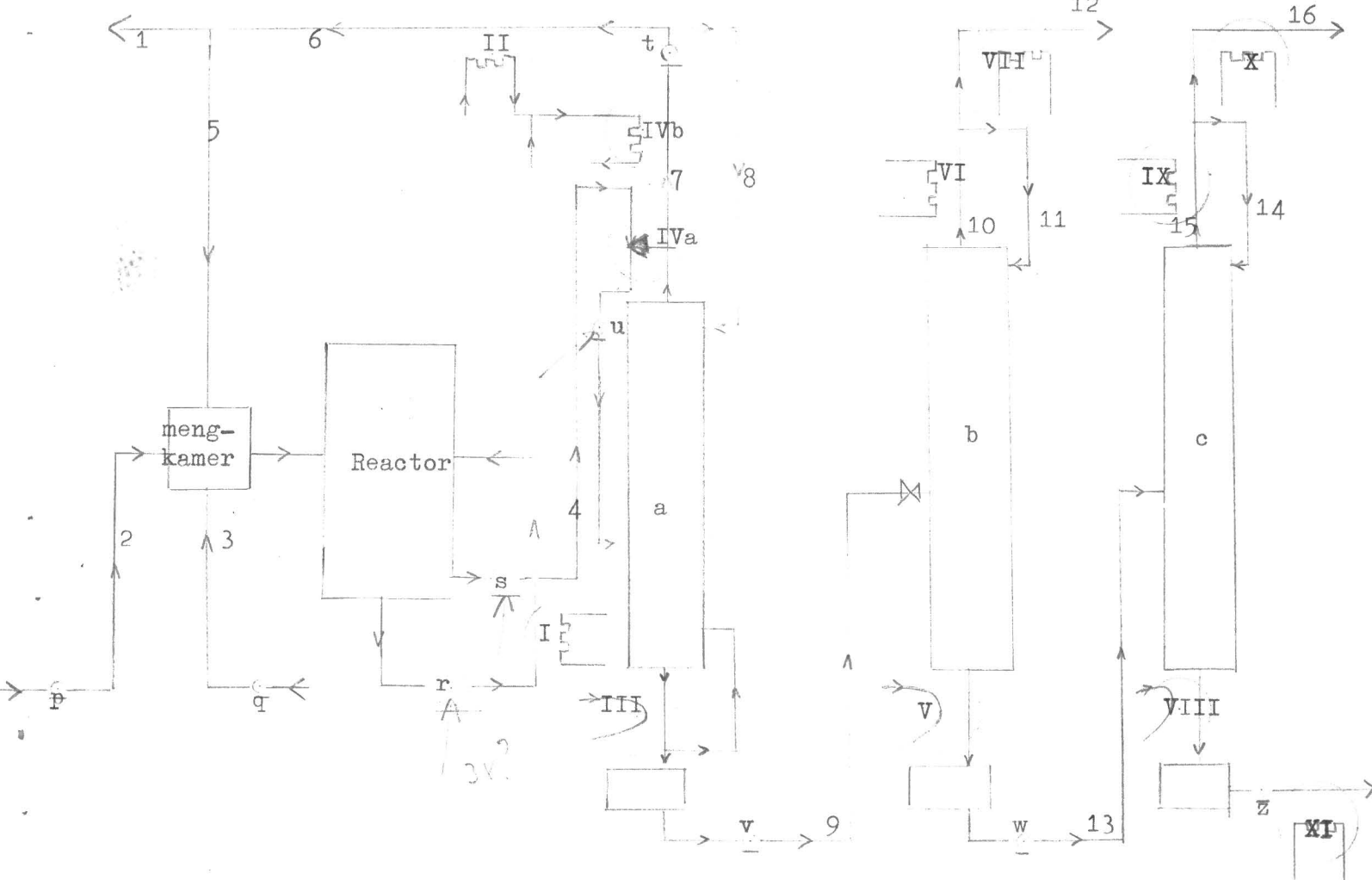
1. een andere molaire verhouding van de reactanten te kiezen,
2. een ongewenst product terug te voeren in de reactor, waardoor een reactie wordt teruggedrongen,
3. door de reactanten te verdunnen in een inert oplosmiddel, bijvoorbeeld in koolstofdioxide. Dit CO<sub>2</sub> dringt tevens de reactie, waarmee "ether" kan ontstaan een weinig terug. (18).

Bij het ontworpen proces zijn geen kunstgrepen toegepast om voor een zeer hoog percentage monoethanolamine te verkrijgen, omdat de bijproducten (DEA en TEA) haast even waardevol zijn als het hoofdproduct.

Uit de latere proces-beschrijving en -berekening zal volgen dat het warmte-economisch erg onvoordelig is om een grote verhouding NH<sub>3</sub>/ etheenoxide te nemen, iij verband met grote verdampings- en condensatiewarmtekosten van de overmaat waterige NH<sub>3</sub>.

Beschrijving van het proces aan de hand van "flow-sheet", warmte- en materiaalbalans

Aan de hand van een eenvoudig "blokjeschema" zal het proces besproken worden. In het schema zijn de vloeistof- en gasstromen genummerd met arabische cijfers van 1 tot en met 17. De voorkomende warmtewisselaars, verwarmingsketels en koelers worden aangegeven met romeinse cijfers I tot en met XI. Pompen met de letters p, q, r, s, t, enz.



In een mengkamer worden ammoniak, etheenoxjde en de later te bespreken recycle-stroom samengebracht. De nu gemengde stroom treedt de reactor tangentiaal binnen. Dit wordt gedaan, om een goede roering tot stand te brengen. In de reactor vindt de reactie plaats. Omdat de reactie sterk exotherm is, wordt een pomp ingeschakeld, die een groot gedeelte van de vloeistof, aanwezig in de reactor, door een ammoniak koeler pompt om de reactiewarmte af te voeren. Stroom 1 is de spuistroom. Een gedeelte van het water en dus ook van de ammoniak moet gespuid worden omdat er met het etheenoxjde meer water in het systeem komt dan er afgevoerd wordt bij de destillatie. Stroom 2 stelt de geconcentreerde ammoniak-suppletie voor, stroom 3 de aanvoer van etheenoxjde, dat vanuit een vat naar de mengkamer wordt gepompt. Stroom 5 vervoert 28% ammoniak in water naar de reactor. Een gedeelte van de koelcirculatie-stroom wordt afgetapt en gevoerd naar de eerste destillatiekolom (stroom 4). Voordat 4 bij de voedingschotel de kolom ingaat, wordt de stroom nog opgewarmt, doordat men een gedeelte van de condensatiewarmte van deze kolom gebruikt hiertoe. In deze kolom, die bij 1 atmosfeer werkt, worden ammoniak en water afgescheiden van het ethanolaminemengsel. Ammoniak en water gaan als topproduct uit de kolom ( stroom 7 ). Een gedeelte wordt als reflux weer de kolom terug ingeleid ( stroom 8 ), het overige deel wordt gevoerd, via een waterkoeler naar de mengkamer ( stroom 6 ). Als ketelproduct wordt het ethanolaminemengsel afgevoerd ( stroom 9 ). Dit wordt in een kolom, die onder 10 mm Hg-druk werkt, gescheiden in een topproduct ( stroom 10 ) en een ketelproduct ( stroom 13 ). Het topproduct bestaat uit 99 gew.% MEA; een gedeelte van stroom 10 dient als reflux ( stroom 11 ), het andere gedeelte vormt het genoemde eindproduct ( stroom 12 ). Stroom 13 gaat naar een tweede destillatiekolom, die onder 10 mm Hg-druk werkt. Stroom 15 stelt het topproduct voor. Een gedeelte dient ook hier als reflux ( stroom 14 ). Het topproduct, een 98 gew.% oplossing van DEA wordt gekoeld en afgevoerd ( stroom 16 ). Het ketelproduct van deze kolom bevat TEA en ether, het wordt gekoeld en opgeslagen ( stroom 17 ).

De reactiewarmte wordt afgevoerd door koeler I. Bij kolom a wordt het topgas voor een gedeelte gecondenseerd door de voeding voor a op te warmen (IV<sub>a</sub>), het andere gedeelte wordt gecondenseerd door een waterkoeler (IV<sub>b</sub>). De stroom 6 wordt afgekoeld van de condensatietemperatuur tot 30 °C door waterkoeler II. De ketel van de kolom wordt verhit, door Dowtherm-damp van 260 °C te laten condenseren (III). In kolom b wordt de condensatiewarmte afgevoerd door VI, de ketel wordt verhit door V. Het topproduct wordt met water afgekoeld tot 40 °C in VII. In kolom c stelt IX de condensor, VIII de "kookketel" voor. Het topproduct wordt afgekoeld tot 40 °C door X, het ketelproduct door XI. Op de volgende pagina zullen de voorwaarden en eisen besproken worden, waaraan de stofstromen moeten voldoen, om een kloppende materiaal-balans te verkrijgen.

Aanvulling: (horende bij pag. 10)

Kolom b en c werken onder vacuum. De druk is 10 mm Hg. Dit vacuum wordt verkregen met behulp van stoomejecteurs. Omdat het vacuum vrij hoog is, moeten er enige ejecteurs in serie geplaatst worden. Beide kolommen worden aangesloten op dezelfde serie ejecteurs.

Na de koelers VII en X lopen stroom 12 en 16 in 2 vaten. Aan deze vaten zit de aansluiting voor het vacuum zuigen. Vanuit deze vaten lopen de MEA en DEA oplossing door een lange buis naar de opslagtanks. Door het hoogteverschil (gas) in de buizen wordt er weer een druk opgebouwd, zodat in de opslagtanks er weer atmosferische druk heerst.

Aan de vaten is een peilglas met een "level controller" gemaakt, om te bereiken, dat er steeds een laag vloeistof in de vaten zal staan. Zou alle vloeistof uit de vaten weggelopen, dan zou het vacuum wegvallen omdat via de opslagtanks lucht aangezogen zou worden.

Tussen de stoomejecteurs zijn nog koelers ingeschakeld, om de grootste hoeveelheid stoom te condenseren. De stoom wordt langs en door een watergordyn geleid. Dit wordt gedaan, omdat anders de buitenste ejecteur een zeer grote hoeveelheid gas moet afzuigen.

Er is uitgegaan van een molverhouding van de reactanten  $\text{NH}_3$ /etheenoxyde = 10 : 1. Uit de V-grafiek volgt, dat er een product ontstaat, dat ongeveer de volgende samenstelling heeft: 75 % MEA, 21 % DEA, 5 % TEA. Rekening houdend met de vorming van de diverse etherachtige ethanolaminen, nemen we aan, dat er ontstaat:

71 % MEA, 20 % DEA, 4 % TEA en 5 % ether.

Aan de eindproducten zijn de volgende eisen gesteld:

De MEA-oplossing bestaat uit 99 gew.% MEA, 0,25 gew.%  $\text{H}_2\text{O}$  en 0,75 gew.% DEA.

Deze aanname is gemaakt, omdat in de handel MEA als een 99 gew.%-zuivere oplossing wordt verkocht. (9). DEA wordt verhandeld als een 98 gew.% zuivere stof. De volgende samenstelling van DEA wordt daarom aangenomen: 98,7 gew.% DEA, 0,6 gew.% MEA en 0,7 gew.% TEA. Er moet voor gezorgd worden, dat het ammoniak als een 30 % waterige oplossing in de reactor komt. De recycle-stroom moet dus met zuivere  $\text{NH}_3$  aangevuld worden totdat er inderdaad een 30 %  $\text{NH}_3$ -oplossing aanwezig is.

Om de massa-stromen te berekenen moet verder nog bekend zijn de terugvloei-verhouding in de verschillende kolommen,

Deze wordt berekend uit een benaderde methode ter bepaling van de minimale reflux volgens Fenske en Underwood (21 en 22). Deze berekening wordt later uitgevoerd bij het berekenen van de kolommen.

de samenstelling van voeding, top- en ketelproduct. Dit volgt direct uit de eisen, die die men aan het eindproduct stelt, uit de aanname van de sleutelcomponenten en uit de volgende formules, die gelden voor een destillatiekolom:

$x_D + x_K = x_F$	x geeft de samenstelling aan in
$D + K = F$	D het destillaat
$D \cdot x_D + K \cdot x_K = F \cdot x_F$	K het ketelproduct
	F de voeding

Omdat er in het systeem nergens een ophoping van een of andere stof mag en kan optreden, gelden nog de volgende betrekkingen, (de cijfers duiden de stromen aan):

$4 = 6 + 9$	$13 = 16 + 17$
$7 = 6 + 8$	$15 = 16 + 14$
$9 = 12 + 13$	$6 = 1 + 5$
$10 = 11 + 12$	$(2 + 3 + 5 = 4)$ voor componenten, die niet aan de reactie deelnemen.

Zo is na enig rekenen en kiezen van hoeveelheden, in verband met de gestelde jaar-productie, de volgende materiaalbalans ontstaan. De eerste balans is gegeven in gram moleculen per seconde, de tweede in kilogrammen per seconde.



*g mol*  
in grol/ sec.

stroom	etheen oxyde	NH <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O	MEA	DEA	TEA	ether
1	-	0,025	0,075				
2	-	5,025	-				
3	7,5	-	0,1				
4	-	70,0	166,725	3,6	1,0	0,2	0,25
5	-	69,975	166,625	0,65			
6	-	70,0	166,7	0,05			
7	-	78,8	187,7	0,055			
8	-	8,8	21,005	0,005			
9	-		0,025	3,55	1,0	0,2	0,25
10	-		0,0255	3,64	0,0155		
11	-		0,0005	0,1	0,0005		
12	-		0,025	3,54	0,015		
13				0,01	0,985	0,2	0,25
14				0,00288	0,273	0,00144	
15				0,01288	1,248	0,0064	
16				0,01	0,975	0,005	
17					0,01	0,195	0,25

in kg/sec.

1	-	0,0004	0,00135				
2	-	0,0854	-				
3	0,33		0,0018				
4	-	1,190	3,0015	0,2198	0,10513	0,02984	0,0636
5	-	1,1880	2,9997	0,00305			
6	-	1,190	3,00105	0,00305			
7	-	1,33994	3,37914	0,00335			
8	-	0,14994	0,37809	0,000365			
9	-	1,19000	0,00045	0,2165	0,10513	0,02984	0,0636
10	-		0,00046	0,222	0,001629		
11	-		0,00001	0,0061	0,00005		
12	-		0,00045	0,21594	0,00157		
13	-			0,0061	0,10355	0,02984	0,0636
14	-			0,00018	0,376	0,00097	
15	-			0,00078	0,02875	0,000225	
16	-			0,0061	0,102375	0,000745	
17					0,00105	0,02905	0,0636

Berekening van de hoeveelheden warmte, die overgedragen worden bij de diverse warmte-uitwisseling plaatsen. (Voor fysische gegevens zie tabel verderop, pag. 16)

Warmtewisselaar I:

Per seconde wordt 7,5 grol. etheenoxyde in de mengkamer, dus ook in de reactor gevoerd. Er is aangenomen, dat ontstaat 71 % MEA, 20 % DEA, 4 % TEA en 5 % ether. Hieruit is te berekenen hoeveel grol. van genoemde producten ontstaat.

Met een kleine verwaarlozing, die bestaat uit de aanname, dat alle stoffen ~~in~~ de reactor binnenkomen en verlaten bij dezelfde temperatuur, mag worden aangenomen, dat warmtewisselaar I alleen de reactiewarmte hoeft af te voeren.

% samenstelling	aantal mol/sec. dat ontstaat	reactiewarmte kcal./grol	af te voeren warmte in kcal./grol
MEA 71	3,55	21,05	74,8
DEA 20	1,0	42,1	42,1
TEA 4	0,2	63	12,6
ether 5	0,25	90	<u>22,5</u>
			152,0 kcal.

Per seconde moet afgevoerd worden 152 kcal. = 635 kW.

We nemen aan, dat het product bij 30 °C de reactor verlaat, Het mengsel wordt met behulp van vrijkomende condensatiewarmte van kolom a opgewarmd tot 80 °C. Als aangenomen wordt, dat bij 30 °C het mengsel geheel vloeibaar is, dan zal bij opwarmen tot 80 °C een aantal molen van het mengsel verdampen. De hoeveelheid, die verdampt, wordt berekend met de wet van Raoult/Dalton en met de massabalans. Er wordt verondersteld, dat de 3 zwaarste componenten niet verdampen (DEA, TEA en ether)

Nu geldt  $L + V = 241,80 - 1,45 = 240,4$  (materiaalbalans)

$$x_{1,2,3} \cdot L + y_{1,2,3} \cdot V = 241,80 \cdot x_{F 1,2,3}$$

Hierin is L : totaal aantal niet verdampte molen vloeistof

V : aantal molen ontstane damp

$x_{1,2,3}$  : samenstelling van de vloeistoffase

$y_{1,2,3}$  : ,, ,, ,, dampfase

$x_{F 1,2,3}$  : oorspronkelijke samenstelling

De indices 1,2,3 slaan op respectievelijk  $\text{NH}_3$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ , en MEA

$$y_{1,2,3} = \frac{P_{1,2,3} \cdot x_{1,2,3}}{P_{\text{totaal}}} \quad \begin{array}{l} P_{1,2,3} \text{ dampspanning bij bepaalde temp.} \\ P_{\text{totaal}} \text{ totale druk, hier 1 atm.} \end{array}$$

Steeds moet gelden  $\sum x_F = 1 \quad \sum x = 1 \quad \sum y = 1$ .

Uit deze formules is af te leiden

$$x_{1,2,3} = \frac{241,80 \cdot x_{F 1,2,3}}{L + \frac{P_{1,2,3}}{P_{\text{totaal}}} (240,80 - L)}$$

Hierbij moet altijd gelden  $\sum x = 1$  (23).

De rekenwijze loopt nu als volgt: Kies een waarde voor L en bereken  $\sum x$ . Geldt nu  $\sum x = 1$ , dan is de gekozen waarde voor L juist. Na proberen is gevonden

$$L = 140 \text{ grol.} \quad V = 100,4 \text{ grol.}$$

Er is dus verdampt 67,24 grol.  $\text{NH}_3$ , 41,2 grol.  $\text{H}_2\text{O}$  en 0,1 grol. MEA.

Samenstelling van de voeding voor kolom a:

temp	30°C		80°C			
	vloeibaar		gas		vloeibaar	
fase	aantal mol.	$x_F$	mol.	y	mol.	x
$\text{NH}_3$	70	0,289	67,24	0,620	2,76	0,0207
$\text{H}_2\text{O}$	166,7	0,689	41,2	0,378	125,5	0,904
MEA	3,6	0,015	0,1	0,0009	3,5	0,0262
DEA	1,0	0,004	-	-	1,0	0,0075
TEA	0,2	0,0008	-	-	0,2	0,0015
ether	0,25	0,001	-	-	0,25	0,0019

De warmte, die nodig is om de voeding voor a (stroom 4) op te warmen tot 80 °C is: Van 30

verdampingswarmte	$\text{NH}_3$	67,24	• 4,253 kcal.	=	286
	$\text{H}_2\text{O}$	41,2	• 9,729 ,,	=	339
	MEA	0,1	• 11,9 ,,	=	1
					<u>686 kcal/sec</u>

opwarmen : aantal mol.  $\times C_p \times \Delta T = \dots \dots \dots \text{cal.}$

$\text{NH}_3$	70	17	50	59,5
$\text{H}_2\text{O}$	166,7	18	50	150,3
MEA	3,6	33,5	50	6,0
DEA	1,0	60	50	3,0
TEA	0,2	90	50	0,9
ether	0,25	130	50	1,6

totaal 907,0 kcal./sec

De capaciteit van IVa moet dus zijn:  $907,0 \cdot 4,18 = 3795 \text{ kW.}$

De hoeveelheid condensatiewarmte, die vrijkomt bij kolom a :

aantal mol stroom 7	verdampingswarmte	af te voeren warmte
$\text{NH}_3$	78,8	4,253
$\text{H}_2\text{O}$	187,7	9,729
MEA	0,055	11,9
		<u>0,65</u>
		2164,65 kcal/sec = 9047 kW.

De capaciteit van IVb is dus  $9047 \text{ kW} - 3795 \text{ kW} = 5252 \text{ kW.}$

De warmte, die afgevoerd moet worden om stroom 6 af te koelen van 91,5°C (top-temperatuur van kolom a, zie kolomberekeningen) tot 30 °C wordt op dezelfde wijze

berekend, dus  $\phi_w = \text{aantal mol. stroom 6} \times C_p \times \Delta T$

De capaciteit van II is berekend op 1079 kW.

De hoeveelheid warmte, die in de ketel van kolom a moet worden toegevoerd, wordt

berekend met een warmtebalans over de gehele kolom a.

$$H_F' + Q = H_D' + Q' + H_K'$$

$H_K'$  warmteinhoud ketelproduct  $Q'$  condensatiewarmte  
 $H_F'$  ,, voeding  $Q$  toevoeren ketelwarmte  
 $H_D'$  ,, condensaat

De warmteinhouden zijn berekend op 0 °C.

Warmteinhoud van de voeding: verdampingswarmte 686 kcal.  
 aantal mol  $\cdot C_p \cdot 80$  353 kcal.  
 1039 kcal.

Warmte inhoud van het destillaat ( $H_D'$ )

$$\phi_w = \text{aantal molen stroom 6} \cdot C_p \cdot T = 383,59 \text{ kcal.}$$

$T = 91,5$  °C

Warmteinhoud van het ketelproduct ( $H_K'$ )

$$\phi_w + \text{aantal molen stroom 9} \cdot C_p \cdot 178 = 40,869 \text{ kcal.}$$

$$H_D' + H_K' + Q' = 2589,11 \text{ kcal}$$

$$H_F' = \underline{1039,80 \text{ kcal}}$$

$$Q = 1549,31 \text{ kcal/sec} = 6480 \text{ kW.}$$

*Puffax  
atmisch*

Stroom 9, het ketelproduct van kolom a, tevens de voeding voor kolom b wordt geëxpandeerd van 1 atmosfeer tot 10 mm Hg-druk. Op een analoge wijze, als gebruikt is voor de berekening van de samenstelling van de tot 80 °C opgewarmde voeding voor kolom a, is de samenstelling berekend van stroom 9 vóór dat hij kolom b ingaat. Het resultaat wordt hieronder in tabelvorm gegeven:

	760 mm		10 mm			
	178 °C		79,5 °C			
	vloeistof		damp		vloeistof	
	aantal grol	x	aantal grol	y	aantal grol	x
H <sub>2</sub> O	0,025	0,005	0,025	0,013	-	-
MEA	3,55	0,706	1,8825	0,987	1,6675	0,535
DEA	1,0	0,199	-	-	1,0	0,321
TEA	0,2	0,040	-	-	0,2	0,064
ether	0,25	0,049	-	-	0,25	0,080

Op dezelfde wijze zijn voor kolom b en c de warmtewisselaars berekend. De uitkomsten van deze berekeningen zullen in de volgende tabel met enige nadere aanduidingen worden gegeven. De top- en bodem temperaturen, die voor deze berekening nodig waren, worden uitgewerkt bij de kolom-berekening.

nummer	te koelen stroom	temp. °C		fase		capaciteit
		inlaat	uitlaat	inlaat	uitlaat	
V	-	153	153	L	G	119 kW
VI	10	74	74	G	L	183 kW
VII	12	74	40	L	L	16,2kW
VIII	-	214	214	L	G	66 kW
IX	15	154	154	G	L	51 kW
X	16	154	40	L	L	28 kW
XI	17	214	40	L	L	36,8kW

Fysische gegevens over de stoffen, die in het systeem voorkomen.

	etheen oxyde	NH <sub>3</sub> (H <sub>2</sub> O)	H <sub>2</sub> O	MEA	DEA	TEA	ether
mol. gew.	44	17	18	61	105	149	254 <sup>x</sup>
vriespunt °C			0	10	28	21	
kookpunt °C	11		100	171	269	360	
dichtheid ρ		1	1	1,022	1,09	1,1225	
brekingsind.				1,4538	1,4776	1,4852	
pH 1/10 N			7	12,05	11,0	10,5	
verd.warmte kcal/grol		4,253	9,729	11,9	9,56	9,46	
c <sub>p</sub> kcal/kg		1	1	0,55 <sup>x</sup>	0,57	0,597	
C <sub>p</sub> kcal/grol		17	18	33,5	59,7	90	130 <sup>x</sup>
visc.cP (20°C)				25 <sup>x</sup>	550 <sup>x</sup>	930	

x wil zeggen, dat de grootheid geschat is.

De p-T curven worden in bijgevoegde grafieken gegeven. Die van MEA, TEA en ether waren maar voor een gedeelte bekend. Ze zijn door extrapolatie aangenomen. Voor MEA zijn de volgende gegevens nog bekend.

$$\log p \text{ (mm Hg)} = 44,008 - 11,446 \log T - \frac{4809}{T}$$

$$d_4^t = 1,0334 - 0,000785 t \quad (^\circ\text{C})$$

$$n_D = 1,4616 - 0,000315 t \quad (^\circ\text{C})$$

$$\log \eta \left( \frac{\text{g}}{\text{cm} \cdot \text{sec}} \right) = \frac{1750}{T} - 6,575$$

(litt. 23,24,25,27)



De mengkamer

In de mengkamer worden de drie stromen (stroom 2,3 en 5) reeds gemengd.

Het ammoniak wordt onder druk aangevoerd om het zoveel mogelijk vloeibaar te houden.

Hetzelfde geldt voor de toevoer van het etheenoxjde. In de mengkamer lossen etheenoxjde en ammoniak snel en volledig in het water op. De druk is nu iets hoger dan 1 atmosfeer,

De ammoniak en het etheenoxjde worden naar de mengkamer gepompt. De beschrijving van deze pompen geschiedt later (pompen p en q)

De reactor met koeler

Als reactor wordt gebruikt een verticaal staande, aan boven- en benedenzijde afgeronde cylinder. De inhoud moet zodanig zijn, dat de reactor steeds voor de helft gevuld is met vloeistof. De cylinder moet van roestvrijstaal vervaardigd zijn. (28)

De reactanten worden tangentiaal, juist onder het vloeistofoppervlak ingevoerd vanuit de mengkamer. Dit om een goede menging en roering te bewerkstelligen. In de reactor heerst een iets hogere druk dan 1 atm., ongeveer 1,5 atm. Het volume van de cylinder boven het vloeistofniveau dient nu als een soort buffervat. Op de reactor zijn een manometer en een veiligheidsklep geplaatst, om te voorkomen, dat de druk uit de hand loopt

In verband met de hierna te bespreken afvoer van de reactiewarmte wordt een grootte aangenomen van : hoogte 3000 mm, diameter 1000 mm. De inhoud van de reactor is dus  $2,35 \text{ m}^3$ . Per seconde wordt er ingevoerd:

$$\frac{\text{stroom 2} + \text{3} + \text{5}}{\bar{p}} = 5,1 \text{ liter} \quad \bar{p} = 1,1$$

De verblijftijd in de reactor is dus  $\frac{2,35 \cdot 10^3}{2 \cdot 5,1} = 230 \text{ sec.}$

Ondertussen wordt door een pomp r een grote hoeveelheid vloeistof onder uit de reactor aangezogen en door een ammoniak koeler geperst. Na de koeler wordt de reactievloeistof recht tegenover de andere inlaat tangentiaal de reactor terug ingevoerd. De ammoniakverdamper werkt bij  $-30^\circ \text{C}$ . De verdampingswarmte van  $\text{NH}_3$  bij  $-30^\circ \text{C}$  is  $20,3 \text{ kJ/grol}$ .

(23). Per seconde moet dus  $635/20,3 = 31,3 \text{ grol}$   $\text{NH}_3$  als vloeistof worden aangevoerd en als damp worden afgevoerd.  $31,3 \text{ grol}$   $\text{NH}_3$  damp heeft bij die temperatuur een volume

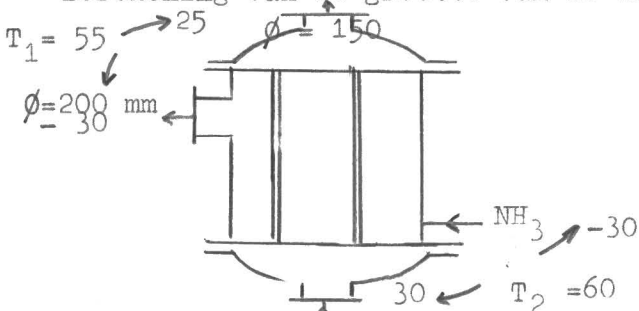
$31,3 \cdot 243/273 \cdot 22,4 \text{ l} = 625 \text{ l}$ . De snelheid van de ammoniakdamp in de afvoerbuis stellen we op  $20 \text{ m/sec}$ .  $\phi_v = v \cdot F$   $F = \text{doorstroomde oppervlak}$ .

$$\frac{\pi}{4} D^2 = \frac{625}{200} = 3,1 \text{ dm}^2 \quad \text{dus } D = 200 \text{ mm.}$$

De uitlaat voor de ammoniakdamp moet dus een diameter van 200 mm hebben.

De vloeibare ammoniak wordt onder een druk van 1,22 atm. ingeperst.

Berekening van de grootte van de wisselaar:



$$\Delta T_1 = 60 \quad \Delta T_{\text{log.gem.}} = 57$$

$$\Delta T_2 = 55$$

$$U = 600 \text{ W/m}^2 \cdot \text{sec}$$

$$\text{Nu geldt: } \phi_w = U \cdot A \cdot \Delta T_{\text{log.gem.}}$$

$$A = 635000/57 \cdot 600 = 18,6 \text{ m}^2$$

De ammoniak komt dus de koeler bij  $-30^{\circ}\text{C}$  binnen en verlaat hem ook weer bij  $-30^{\circ}\text{C}$ .  
 De reactievloeistof komt onder in de koeler bij  $30^{\circ}\text{C}$  binnen en verlaat hem boven bij  $25^{\circ}\text{C}$ . De buizen waardoor de reactievloeistof moet stromen hebben een inwendige diameter van 25 mm. Het oppervlak van zo'n buis per m is dus  $0,0785 \text{ m}^2/\text{m}$ . De totale buislengte moet dus zijn:

$$L = \frac{A}{0,0785} = \frac{18,6}{0,0785} = 237 \text{ m.}$$

We nemen een buislengte van 2 meter, het aantal buizen wordt dus  $237/2 = 118$  buizen. Hierbij hoort een diameter van de warmtewisselaar van 500 mm.

Hoeveelheid circulatie-vloeistof :

$$\phi_w'' = \phi_m'' \cdot c_p \cdot T \quad \rightarrow \quad \frac{635.000}{4200 \cdot 1.5} = \phi_m'' = 110.000 \text{ kg/uur} = 122.000 \text{ l/uur.}$$

De totale doortocht door de buizen is  $118 \cdot 0,05 = 5,9 \text{ dm}^2$ .

De snelheid van de circulatiestroom in de buizen van de wisselaar is dus

$$v = \frac{122.000}{3600 \cdot 5,9} = 5,75 \text{ dm/sec.}$$

Met behulp van het getal van Reynolds is te

bepalen of de stroming turbulent is, dit in verband met een goede warmte-uitwisseling.

Berekening van de buisdiameter van het circulatie systeem:

Stel  $v = 2 \text{ m/sec.}$        $\phi_v = v \cdot F$        $D^2 = 2,25 \text{ dm}^2$        $D = 150 \text{ mm.}$

*Laarzen, Aquatische verhouding*

Berekening van de kolommen

De kolommen zullen op de volgende wijze berekend worden:

1. het bepalen van de sleutelcomponenten
2. samenstelling van voeding, destillaat en ketelproduct
3. bepaling van de topytemperatuur
4. bepaling van de bodemtemperatuur
5. bepaling van de minimale reflux, waaruit de terugvloeiverhouding in de kolom bepaald wordt.
6. berekening van de gassnelheid in de top
7. berekening van de gassnelheid in de bodem-sectie
8. diameter van de kolom boven de voedingsinlaat
9. diameter van de kolom onder de voedingsinlaat
10. diameter van de inlaat van de voeding
11. diameter van de uitlaat in de top
12. diameter van de gasinlaat in de bodem
13. berekening van het aantal theoretische schotels
14. bepaling van het aantal praktische schotels
15. bepaling van de plaats waar de voeding de kolom binnentreedt.

Kolom a

1. In deze kolom moeten gescheiden worden  $\text{NH}_3$  en  $\text{H}_2\text{O}$  van MEA DEA TEA en ether.

Als sleutelcomponenten worden gekozen:

lichte sleutelcomponent (l.s.)  $\text{H}_2\text{O}$

zware sleutelcomponent (z.s.) MEA

Als kolom wordt een kolom met klokjesschotels gebruikt.

3. De temperatuur, die boven in de kolom heerst is het dauwpunt van het gasmengsel (stroom 7), dat de kolom verlaat. Aangenomen wordt dat dit gasmengsel ideaal is en in evenwicht is met een ideaal reagerende vloeistof. Met behulp van de formule van Raoult / Dalton  $y_i \cdot P = x_i \cdot P_i$  (i slaat op een bepaalde component.)

kan deze temperatuur berekend worden. Bij een bepaalde temperatuur lezen we uit de grafiek  $P_i$  af en berekenen  $x_i$ . Is de temperatuur goed gekozen, dan blijkt te gelden  $\sum x_i = 1$ .

stroom 7

component	molverhouding	$P_i$ 91,5 °C
$\text{NH}_3$	0,295	43050 mm
$\text{H}_2\text{O}$	0,704	565 mm
MEA	0,00021	36,5 mm

Nu blijkt te gelden:  $\sum x_i = \sum \frac{y_i \cdot P}{P_i} = 1$

De toptemperatuur is dus 91,5 °C.

4. De bodemtemperatuur wordt op analoge wijze berekend.  $y_i$  wordt berekend, de temperatuur is goed gekozen als blijkt te kloppen  $\sum y_i = 1$ . De bodemtemperatuur blijkt te zijn 178 °C. Deze rekenwijze mag ook hier toegepast worden, omdat de uitlopende vloeistof van de laatste theoretische schotel ook in evenwicht is met een ideaal gasmengsel.

2. De samenstelling van voeding, destillaat en ketelproduct.

voeding				destillaat		ketelproduct		
(stroom 4)								
gas		vloeistof		gas(stroom 7)		vloeistof(stroom 9)		
mol	ij	mol	x	mol	y	mol	x	
$\text{NH}_3$	67,24	0,620	2,76	0,0207	78,8	0,295	-	-
$\text{H}_2\text{O}$	41,2	0,378	125,5	0,904	187,7	0,704	0,025	0,005
MEA	0,1	0,0009	3,5	0,0262	0,055	0,00021	3,55	0,7064
DEA	-	-	0,2	0,0015	-	-	0,2	0,040
TEA	-	-	0,25	0,0019	-	-	0,25	0,049

## 5. Bepaling van de terugvloei-verhouding (21,22)

$$\left(\frac{L}{D}\right)_{\min.} = \frac{1}{\alpha - 1} \left( \frac{x_{D \text{ l.s.}}}{x_{\text{l.s.}}} - \alpha \frac{x_{D \text{ z.s.}}}{x_{\text{z.s.}}} \right)$$

$\alpha$  = de relatieve vluchtigheid van de sleutelcomponent (l.s.) ten opzichte van de zware sleutelcomponent (z.s.)

$x_{D \text{ l.s.}}$  = molverhouding van l.s. in het destillaat, respectievelijk ketelproduct

$$x_{\text{l.s.}} = \frac{r_f}{(1 + r_f) (1 + \sum \alpha \cdot x_{Fh})}$$

$$x_{\text{z.s.}} = x_{\text{l.s.}} / r_f$$

$r_f$  is de verhouding van de sleutelcomponenten in het vloeibare deel van de voeding  
 $\sum \alpha \cdot x_{Fh}$  is de som van  $\alpha \cdot x$  voor alle componenten in het vloeibare deel van de voeding, zwaarder dan de zware sleutelcomponent.

	$x_{D \text{ l.s.}}$	$x_{D \text{ z.s.}}$	T	$\alpha$
top	0,704	0,00021	91,5	16
bodem	0,005	0,7064	178	7,2

Voor een ideale vloeistof geldt:  $\alpha = P_1/P_2$

$$\bar{\alpha} = \sqrt{\alpha_{\text{top}} \cdot \alpha_{\text{bodem}}} = 10,73$$

$$r_f = 0,904 / 0,0262 = 34$$

De  $\alpha$  voor  $\sum \alpha \cdot x$  wordt berekend voor een gemiddelde kolomtemperatuur

$$\bar{T} = \sqrt{T_{\text{top}} \cdot T_{\text{bodem}}} = 127 \text{ } ^\circ\text{C.}$$

$$\alpha_{\text{TEA/MEA}} = 0,38/140 = 0,0027 ; \alpha_{\text{DEA/MEA}} = 3/140 = 0,0215$$

$$\alpha_{\text{ether/MEA}} = 0,045 / 140 = 0,00032$$

$$\sum \alpha \cdot x = 0,0002$$

$$x_{\text{l.s.}} = 0,945 \quad x_{\text{z.s.}} = 0,0278$$

Gesubstitueerd in de formule, geeft:  $\left(\frac{L}{D}\right)_{\min.} = 0,063$

Als terugvloei-verhouding wordt nu genomen  $2 \cdot 0,063 = 0,126$ .

6. Berekening van de gassnelheid in een kolom. Hiervoor wordt de volgende formule gebruikt.

$$u = K_v \sqrt{\frac{\rho_2}{\rho_1} - 1} \quad (29)$$

Hierin is  $u$  snelheid van het gas in ft/sec

$\rho_2$  dichtheid van de vloeistof

$\rho_1$  dichtheid van het gas

$K_v$  een constante, afhankelijk van de schotelafstand en bouw der klokjes.

De dichtheid van het gas wordt met behulp van de ideale gaswet berekend:

$$p \cdot V = R \cdot T \text{ voor 1 mol} \quad P \cdot \frac{\bar{M}}{\bar{\rho}} = R \cdot T \quad \bar{\rho} = \frac{p \cdot \bar{M}}{R \cdot T}$$

Voor een schotelafstand van 60 cm is  $K_v = 0,17$  (29)

Top: Stel  $\rho_2 = 1000 \text{ kg/m}^3$ ;  $\bar{M} = 17,7$ ;  $\bar{\rho} = 17,7/22,4 \cdot 273/364 = 0,593 \text{ kg/m}^3$

$$u = 7 \text{ ft/sec} = 2,13 \text{ m/sec.}$$

*gassen zie af p. 27*

*alredes hi formule by termen  $\alpha$ 's*

x

G is het volumen gas van stroom 7

$$G = \text{aantal molen stroom 7} \cdot \text{volumen 1 grol gas} \cdot \frac{\text{toptemperatuur}}{273}$$

$$G = 246,56 \cdot 364/273 \cdot 22,4 = 7350 \text{ l/sec.}$$

8. De diameter van de kolom boven de voedinginlaat is te berekenen uit  $G = u \cdot F$

$$D = 2100 \text{ mm}$$

7. Met dezelfde formule, als gebruikt is bij de berekening van de gassnelheid in de top, wordt de gassnelheid van de bodem berekend.  $u = 3,91 \text{ ft/sec} = 1,19 \text{ m/sec.}$

9. De gasstroom bij de bodem wordt berekend uit  $G = \frac{\phi_w}{\bar{r}}$ , hierin is  $\bar{r}$  de gemiddelde verdampingswarmte van de componenten in de ketel.

$$\bar{r} = 10,5 \text{ kcal/grol} \quad G = 6480000/1,16 \cdot 10,5 \cdot 3600 = 155 \text{ grol/sec.}$$

$$\phi_w = 155 \cdot 451/273 \cdot 22,4 = 7350 \text{ l/sec.}$$

$$\phi_w = u \cdot F \quad \text{Hieruit is te berekenen : } D = 2500 \text{ mm}$$

Omdat de vereiste kolomdiameter onder- en boven in de kolom niet veel uiteenloopt, wordt als uniforme kolomdiameter 2500 mm genomen.

10. Er is berekend, dat er van de voeding bij het opwarmen 100,4 grol/sec verdampt.

$$\text{Het volumen is dus } 100,4 \cdot 353/273 \cdot 22,4 = 2900 \text{ l/sec.}$$

$$\text{Stel de gassnelheid op } 20 \text{ m/sec, dan geldt } G = v \cdot F. \quad 2900 = 200 \cdot F$$

$$\text{Hieruit wordt voor } D \text{ gevonden : } D = 450 \text{ mm}$$

11. Uitlaat van de top.  $G = 7350 \text{ l/sec.}$  (zie 6). De gassnelheid wordt gelijk genomen aan de doorvoersnelheid van het gas door warmtewisselaar IVa, aan 28 dm/sec.

$$\text{Hieruit volgt voor } D, \quad D = 594 \text{ mm.}$$

12. Inlaat bodem. Stel de gassnelheid van het gas, dat uit de ketel komt op 25 m/sec.

$$G = 5750 \text{ l/sec. Hieruit volgt voor } D: \quad D = 550 \text{ mm.}$$

13. Voor een schotel tot schotel berekening van de samenstelling van vloeistof en damp in een kolom zijn nodig: de twee werklijnen en de evenwichtsbetrekking tussen vloeistof en damp. De werklijn, die geldt voor het deel van de kolom boven de voedinginlaat wordt gegeven door

$$y_{n+1} = \frac{R}{R+1} x_n + \frac{1}{R+1} x_D$$

Na substitutie levert dit op voor

$$\text{NH}_3 \quad y_{n+1} = 0,1119 x_n + 0,2820$$

$$\text{H}_2\text{O} \quad y_{n+1} = 0,1119 x_n + 0,61515$$

$$\text{MEA} \quad y_{n+1} = 0,1119 x_n + 0,00019$$

De gassamenstelling, die van schotel 1 komt is bekend ( $x_D = y_1 = \text{samenstelling stroom 7}$ )

Met behulp van de formule  $y = K \cdot x$  bepaalt men de vloeistofsamenstelling, die hoort bij het gas, dat bij een bepaalde temperatuur hiermee in evenwicht is. Dit is de

methode van Sorel. Uit de wet van Raoult is af te leiden, als men het systeem ideaal veronderstelt, dat  $K = P_i / P$ .

Men neemt een bepaalde temperatuur aan en berekent voor de verschillende componenten de waarden van K. Met behulp van de formule  $y = K \cdot x$  berekent men, als de waarden van y voor het gasmengsel bekend zijn, de x-waarden voor de vloeistof.



Die temperatuur is de juiste, die na berekening bij controle geeft:

$$\sum x = 1 = \sum y$$

Is zo de  $x$  bekend geworden, dan kan men met behulp van de werkelijke samenstelling van het gas berekenen, dat naar de schotel toekomt, waarop de vloeistof met de berekende  $x$ -waarden zich bevindt. Ter controle moet weer gelden  $\sum y = 1$ .

De berekening wordt begonnen bij het destillaat. Men rekent langs deze weg van schotel tot schotel naar beneden. Van de andere kant begint men bij de samenstelling van het ketelproduct en rekent zo van schotel tot schotel naar boven. De algemene werklijn voor de kolom onder de voedinginlaat is:

$$Y_{m+1} = \frac{RD + qF}{RD + qF - K} \cdot X_m - \frac{K}{RD + qF - K} \cdot X_K \quad \text{Dit wordt voor}$$

H <sub>2</sub> O	$Y_{m+1} = 1,0207 X_m$	$- 0,0001$
MEA	$Y_{m+1} = 1,0207 X_m$	$- 0,0146$
DEA	$Y_{m+1} = 1,0207 X_m$	$- 0,0041$
TEA	$Y_{m+1} = 1,0207 X_m$	$- 0,0008$
ether	$Y_{m+1} = 1,0207 X_m$	$- 0,0010$

De berekeningen worden op de volgende pagina in tabelvorm gegeven.

Uit de tabel blijkt, dat schotel 3 en schotel 25 het meest met elkaar overeenkomen, qua samenstelling van damp en vloeistof en temperatuur. De kolom heeft dus, uitgeteld, 8 theoretische schotels.

De voeding zal daar de kolom binnentreden, waar de verhouding van de sleutelcomponenten in de vloeibare voeding het meest de overeenkomstige verhouding in de aflopende vloeistof in de kolom benadert. Dit blijkt tussen schotel 26 en 27 te zijn.

Boven de inlaat van de voeding bevinden zich dus 4 theoretische schotels, eronder ook.

14. De efficiency van de kolom wordt berekend volgens een grafische methode van O'Connell (30). In een grafiek staat uitgezet de schotelefficiency tegen het product van  $\alpha$  l.s./z.s. en de viscositeit van de vloeistof bij gemiddelde kolomcondities.

	$\eta$ in cP bij 80°C	$x_f$	product
H <sub>2</sub> O	0,3564	0,904	0,9 . 0,36
MEA	3,4	0,0262	0,03 . 3,4
DEA	90	0,0075	0,0075 . 90
TEA	150	0,0015	0,0015 . 150
ether	250	0,0019	0,0019 . 250

$$\bar{\eta} = 1,8 \text{ cP}$$

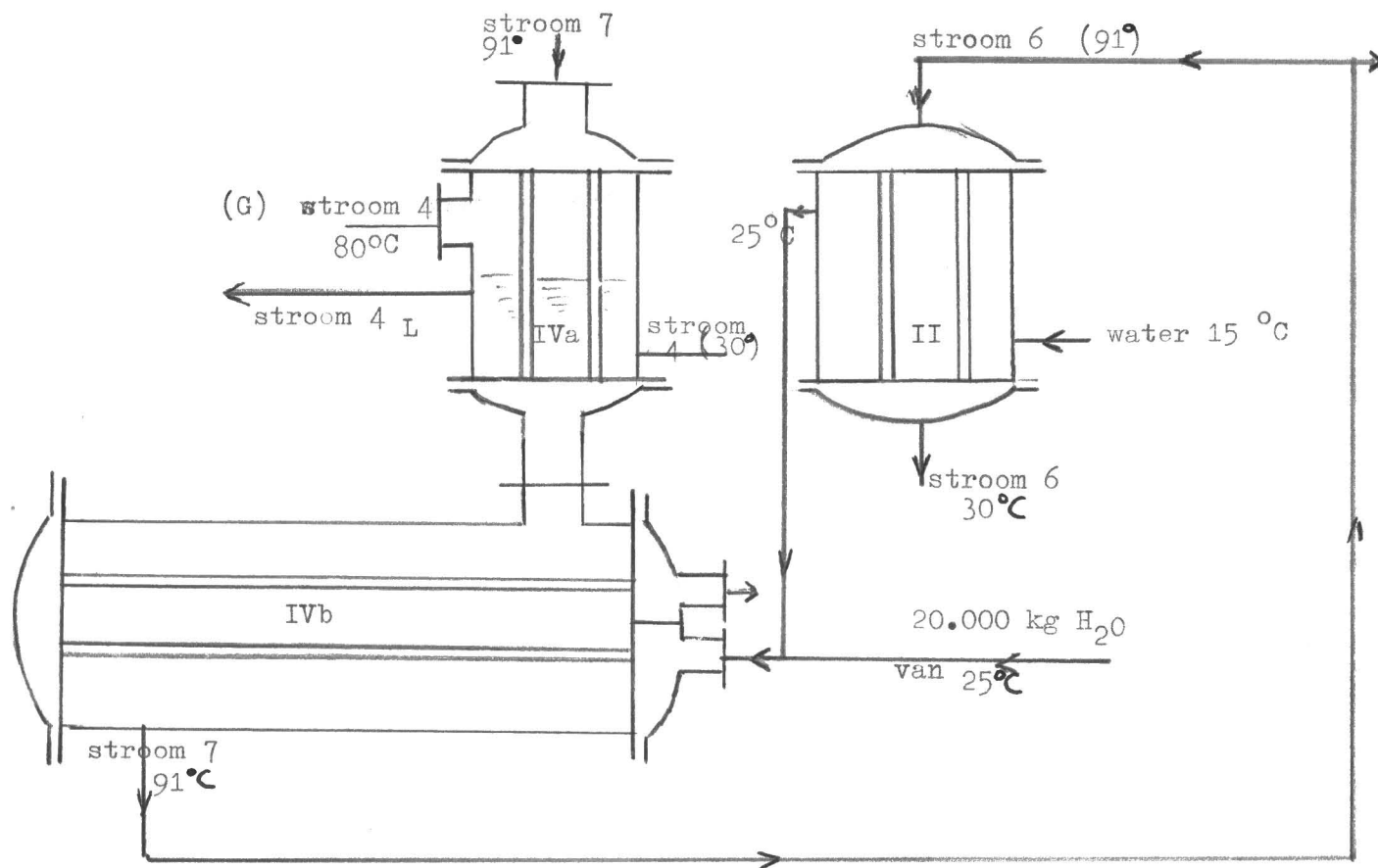
$$\bar{\alpha} = 10,73 \quad \bar{\alpha} \cdot \bar{\eta} = \text{ongeveer } 20.$$

(zie pag. 24)

We vinden een schotelrendement van 25%. De kolom bestaat dus uit  $4 \cdot 8 = 32$  schotels. De onderlinge afstand tussen de praktische schotels is 60 cm. Boven de voedinginlaat bevinden zich dus 16 schotels, eronder ook 16 schotels. Dit klopt redelijk met de in de literatuur opgegeven waarde. (28).

De lengte van de kolom kan niet precies berekend worden, omdat de ruimten boven de eerste schotel en onder de laatste schotel aangenomen moeten worden. De lengte zal ongeveer 20 meter worden.

	COMPONENTENTEN												T					K				
	NH <sub>3</sub>		H <sub>2</sub> O		MEA		DEA		TEA		ether			NH <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O	MEA	DEA	DEA	ether			
	y	x	y	x	y	x	y	x	y	x	y	x										
1	y <sub>1</sub>	0,295		0,704		0,00021								91,5	52,5	0,72	0,04					
	x <sub>1</sub>		0,0056		0,983		0,0048															
2	y <sub>2</sub>	0,262		0,725		0,0007								92	53	0,74	0,045					
	x <sub>2</sub>		0,005		0,984		0,0163															
3	y <sub>3</sub>	0,2625		0,725		0,002								93,2	54,5	0,764	0,049					
	x <sub>3</sub>		0,0048		0,988		0,0408															
4	y <sub>4</sub>	0,2625		0,7213		0,0047								95	56	0,803	0,053					
	x <sub>4</sub>		0,0047		0,898		0,0903															
5	y <sub>5</sub>	0,2625		0,7155		0,0103								97	59	0,868	0,058					
	x <sub>5</sub>		0,0044		0,824		0,178															
30	x <sub>30</sub>			0,005		0,7064		0,199		0,040		0,049										
	y <sub>30</sub>			0,046		0,931		0,0084		0,0002		3.10 <sup>-5</sup>		178		9,21	1,316	0,042	0,006		-	
29	x <sub>29</sub>			0,045		0,926		0,012		0,001		0,001										
	y <sub>29</sub>			0,298		0,708		0,0003		-		-		163		6,64	0,796	0,021	24510 <sup>-5</sup>		-	
28	x <sub>28</sub>			0,292		0,706		0,004		0,0008		0,001										
	y <sub>28</sub>			0,826		0,190		0,0003		-		-		134		2,83	0,269	0,08	0,001		-	
27	x <sub>27</sub>			0,809		0,2000		0,0043		0,0008		0,001										
	y <sub>27</sub>			0,98		0,018		-		-		-		107		1,21	0,091	0,0015			-	
26	x <sub>26</sub>			0,969		0,032		0,004		0,0008		0,001										
	y <sub>26</sub>			0,994		0,002		-		-		-		101		1,025	0,069	0,0009			-	
25	x <sub>25</sub>			0,973		0,0145		0,004		0,0008		0,001		93								



Deligging van de warmtewisselaars, die nodig zijn om het topproduct te condenseren en aftekoelen tot  $30^{\circ}\text{C}$  wordt schematisch weergegeven in bovenstaande **tekening**.

Berekening van IVa: Over te dragen warmte : 3795 kW.

$$\begin{aligned} \Delta T_1 &= 11,5 & \Delta T_{\text{log.gem.}} &= 29,2 & U &= 1500 \text{ W/m}^2 \text{ }^{\circ}\text{C} \\ \Delta T_2 &= 61,5 \end{aligned}$$

Uitwisselend oppervlak  $A = 3795 / 1,5 \cdot 29,2 = 87 \text{ m}^2$ . We nemen buizen van 25 mm doorsnede. Het oppervlak per meter van de buis is  $0,0785 \text{ m}^2/\text{m}$ . Dus nodig  $87 / 0,0785 = 1100 \text{ m}$  buis. Er wordt een buislengte van 2 meter genomen, dus nodig  $1100 / 2 = 550$  buizen.

We gebruiken 2 passes. De diameter van de warmtewisselaar is dan 1050 mm.

De doortocht door de koelbuizen is  $550 \cdot \frac{\pi}{4} \cdot (2,5)^2 = 27,5 \text{ dm}^2$ . Het gasvolumen bij de inlaat is 7380 l/sec.

De gassnelheid in de buizen is dus bij het intreden  $7380 / 27,5 = 26 \text{ m/sec}$ . Er is dan een turbulente stroming. Er condenseert ongeveer 0,4 deel van het gas. De gasstroom, die condensor IVa verlaat is dus  $G = 0,6 \cdot 7380 \text{ l/sec}$ . De snelheid wordt dan aan genomen:  $0,6 \cdot 26 \text{ m/sec} = 15,5 \text{ m/sec}$ .

De voeding voor kolom a ( stroom 4 ) wordt tussen de buizen opgewarmt tot  $80^{\circ}\text{C}$ . Er verdampt per sec. 100,4 grol. Dat is, omgerekend, 2900 l/sec.

Wanneer de snelheid van de gasstroom  $20 \text{ m/sec}$ . wordt, dan is hieruit de diameter van de uitlaat van de warmtewisselaar en de inlaat voor de voeding van de kolom te berekenen.

De diameter wordt:  $D = 450 \text{ mm}$ .

De vloeistof wordt met een aparte pomp u in de kolom gepompt.

In condensor IV<sub>b</sub> wordt het overige deel gecondenseerd, tussen de buizen. Het koelwater, dat komt uit warmtewisselaar II, met een temperatuur van 25 °C, wordt nogmaals gebruikt in IV<sub>b</sub>. Het tekort aan koelwater wordt aangevuld met water van 25 °C, dat reeds is gebruikt, via een toevoerleiding.

Over te dragen warmte 5252 kW.  $U = 600 \text{ W/m}^2 \text{ sec.}$

$$\Delta T_1 = 31 \quad \Delta T_{\text{log.gem.}} = 46,3 \quad \text{Het uitwisselend oppervlak } A = \frac{5252}{0,6 \cdot 46,3} = 182 \text{ m}^2$$

$$\Delta T_2 = 66$$

Hoeveelheid koelwater, die nodig is:  $\frac{5252000}{1,16 \cdot 35 \cdot 1} = 113000 \text{ l/uur.}$

(het koelwater komt binnen bij een temperatuur van 25 °C en gaat er uit bij 60 °C).

We nemen buizen van 25 mm doorsnede. Per buis kan getransporteerd worden

700 kg H<sub>2</sub>O/uur. Dus nodig  $\frac{113000}{700} = 160$  buizen per pass.

De lengte van een buis wordt:  $\frac{182}{160 \cdot 0,0785} = 14,5 \text{ m.}$  We nemen een buislengte van 12 m (in verband met de in de handel verkrijgbare lengten). Het aantal buizen wordt nu  $14,5/12 \cdot 160 = 195$  buizen/pass. We nemen 2 passes, dus 390 buizen met een lengte van 6000 mm. De doorsnede van de warmtewisselaar wordt  $D = 900 \text{ mm.}$

Aansluiting van de te condenseren damp: Gasstroom  $G = 0,6 \cdot 7380 = 4160 \text{ l/sec.}$

Stel  $v = 15,5 \text{ m/sec.}$  Hieruit volgt  $D = 600 \text{ mm.}$

Aansluiting voor het koelwater: Hoeveelheid koelwater  $113000 \text{ l/uur} = 31,4 \text{ l/sec.}$

Stel  $v = 2 \text{ m/sec.}$  Hieruit volgt  $D = 145 \text{ mm.}$

Uit warmtewisselaar II komt 93000 kg H<sub>2</sub>O/uur. Er moet dus 20.000 kg H<sub>2</sub>O/uur gesuppleerd worden. De diameter voor deze leiding wordt:

Stel  $v = 2 \text{ m/sec.}$  Hieruit is te berekenen  $D = 60 \text{ mm.}$

Bij II moet de aansluiting voor het koelwater een diameter hebben van ( $v = 2 \text{ m/sec}$ )

$$D = 131,5 \text{ mm.}$$

Kookketel van kolom a: In de kookketel heerst de bodemtemperatuur van 178 °C. Het toevoeren van warmte geschiedt door Dowtherm<sup>damp</sup> van 260 °C (kookpunt) te laten condenseren in buizen.

$$\phi_w = 6480 \text{ kW} \quad \Delta T = 260 - 178 = 82 \text{ °C} \quad U = 800 \text{ W/m}^2 \text{ °C}$$

Uitwisselend oppervlak  $A = \frac{6480}{0,8 \cdot 82} = 100 \text{ m}^2.$  De gebruikte buis heeft een diameter van 25 mm. Totale lengte van de buis:  $100/0,0785 = 1275 \text{ m.}$

Als lengte van de bundel wordt 3 m genomen. Aantal buizen  $1275/3 = 426$

De diameter van de bundel is dan 950 mm. Hieruit volgt voor de diameter van de kookketel  $D = 1700 \text{ mm.}$

De condensatiewarmte van Dowtherm is 69 kcal/~~g~~kg en de dichtheid van Dowtherm-gas (kpt 260) is 4,4 kg/m<sup>3</sup>. Er is nodig  $6480/4,2 \cdot 69 = 0,39 \text{ kg/sec} = 0,088 \text{ m}^3.$

Stel de gassnelheid van de Dowtherm = 25 m/sec. De inlaat voor de damp is dan  $D = 90 \text{ mm.}$

Dampaansluiting voor kolom en kookketel: Stel  $v = 25 \text{ m/sec.}$   $G = 5750 \text{ l/sec,}$  hieruit volgt voor de diameter:  $D = 550 \text{ mm.}$

Vanuit de tweede condensor, IVb, loopt het condensaat in een tank. Vandaar wordt het met een pomp t verpompt naar warmtewisselaar II; een gedeelte wordt gevoerd naar de top van kolom a als reflux. Ook het ketelproduct loopt in een tank. Vandaar uit wordt het met pomp v als voeding naar kolom b geleid.

De tankinhoud wordt gelijk genomen aan het volumen van de stroom, die gedurende een half uur in de tank loopt.

Volumen van de tank onder de condensor IVb. Per seconde is de toevoer 4,3 l.

Het volumen van de tank moet dus zyn  $4,30 \cdot 1800 = 7,74 \text{ m}^3$ . Stel de lengte van de tank

$$L = 2D. \text{Inhoud van de tank : } L \cdot \frac{\pi}{4} \cdot D^2 = \frac{\pi}{2} \cdot D^3 = 7,74 \text{ m}^3. \quad D = 1730 \text{ mm}$$

$$L = 3460 \text{ mm}$$

Voor de tank onder de kookketel van kolom a zijn de afmetingen  $D = 752 \text{ mm}$

$$L = 1505 \text{ mm.}$$

Omdat de berekening van de overige kolommen en warmtewisselaars identiek verloopt aan de tot nu toe gebruikte rekenwijze, zal volstaan worden met het geven van de resultaten in tabelvorm.

### Kolom b

In deze kolom moeten  $\text{H}_2\text{O}$  en MEA gescheiden worden van DEA, TEA en ether. Als lichte sleutelcomponent wordt MEA gekozen, als zware sleutelcomponent DEA.

Samenstelling van de voeding, het topproduct en het ketelproduct:

De voeding moet, voordat hij de kolom binnengaat, eerst door een smookklep.

comp.	voeding				topproduct		ketelproduct	
	gas		vloeistof		gas		vloeistof	
	2. mol	y	2. mol	x	2. mol	y	2. mol	x
$\text{H}_2\text{O}$	0,05	0,013	-	-	0,05	0,007	-	-
MEA	3,765	0,987	3,335	0,535	7,08	0,989	0,02	0,007
DEA	-	-	2,0	0,321	0,03	0,004	1,97	0,682
TEA	-	-	0,4	0,064	-	-	0,4	0,138
ether	-	-	0,5	0,080	-	-	0,5	0,173

Toptemperatuur  $74^\circ\text{C}$  De druk, waaronder gewerkt wordt is 10 mm Hg-druk.

Bodentemperatuur:  $153^\circ\text{C}$ .

Minimale reflux:  $\bar{\alpha} = 67$

$$\sum \alpha \cdot x = 0,007$$

$$r_f = 1,667$$

$$x_{1.s.} = 0,618$$

$$\bar{P} = 110^\circ\text{C}$$

$$x_{z.s.} = 0,371.$$

$$\left( \frac{L}{D} \right)_{\min.} = 0,0133 \quad \text{Als refluxverhouding wordt genomen } R = 0,027.$$

Top; Gassnelheid in de top 11,4 m/sec.

$$\text{Hoeveelheid gas } 2,66 \cdot 346 / 273 \cdot 22,4 \cdot 760 / 10 = 5530 \text{ l/sec.}$$

Diameter kolom 804 mm

Bodem: Gassnelheid 3,81 m/sec.  
 Hoeveelheid gas 1210 l/sec  
 Diameter kolom 650 mm.

Uitlaat top  $D = 680$  mm

Berekening van het aantal theoretische schotels:

Op de volgende pagina zullen de berekeningen in tabelvorm worden gegeven.

Het blijkt uit de tabel dat schotel 2 en schotel 26 het meest aan elkaar gelijk zijn. De kolom heeft dus 6 theoretische schotels. De voeding komt binnen tussen schotel 2 en schotel 3, van bovenaf gerekend.

Uit de grafiek blijkt (30), dat het rendement 25 % is. In totaal bevinden zich dus 24 praktische schotels in de kolom, 8 schotels boven de voedinginlaat, 16 eronder. De schotelafstand is 60 cm. (zie pag. 24)

De kolom zal ongeveer 16 m lang worden.

Het ketelproduct van kolom b loopt een tank in. De grootte van deze tank is

$$L = 1236 \text{ mm}$$

$$D = 618 \text{ mm.}$$

Vanuit deze tank wordt het ketelproduct als voeding voor kolom c naar deze kolom geleid door middel van een pomp w.

*Nachter*  
 $\Delta p?$

### KOLOM C

In deze kolom moet MEA en DEA gescheiden worden van TEA en ether. Als lichte sleutelcomponent wordt aangenomen DEA, als zware TEA.

Samenstelling van voeding, topproduct en ketelproduct:

	voeding		topproduct		ketelproduct	
	vloeistof		gas		vloeistof	
	mol	x	mol	y	mol	x
MEA	0,01	0,007	0,01	0,010	-	-
DEA	0,985	0,682	0,975	0,985	0,02	0,0225
TEA	0,2	0,138	0,005	0,005	0,195	0,4285
ether	0,25	0,173	-	-	0,25	0,549

Toptemperatuur 154 °C

Bodemtemperatuur 214 °C

Bepaling  $(L/D)_{\min.}$ :  $r_f = 4,87$  ;  $\bar{\alpha} = 7,805$  ;  $\bar{T} = 180$  °C ;  $x_{b.s.} = 0,8126$

$x_{z.s.} = 0,1668$  Hieruit is berekend  $(L/D)_{\min.} = 0,144$

We nemen als terugvloeiervhouding aan  $R = 0,288$ .

Berekeningen aantal theoretische schotels voor kolom b.

componenten												T	K				
		H <sub>2</sub> O		MEA		DEA		TEA		ether			H <sub>2</sub> O	MEA	DEA	TEA	ether
		y	x	y	x	y	x	y	x	y	x						
1	y <sub>1</sub>	0,007		0,989		0,004		-		-		74	26,5	1,4	0,013	-	-
	x <sub>1</sub>		0,0003		0,706		0,307		-		-						
2	y <sub>2</sub>	0,007		0,981		0,012		-		-		81	37	2,1	0,023	-	-
	x <sub>2</sub>		0,0002		0,467		0,517		-		-						
3	y <sub>3</sub>	0,007		0,975		0,017		-		-		86	43	2,55	0,029	-	-
	x <sub>3</sub>		0,0001		0,382		0,602		-		-						
25	x <sub>25</sub>		-		0,548		0,309		0,062		0,078						
26	y <sub>26</sub>	-		0,991		0,006		0,00001		-		78,2	-	1,79	0,019	0,002	-
	x <sub>26</sub>		-		0,544		0,309		0,062		0,078						
27	y <sub>27</sub>	-		0,984		0,006		0,0001		-		79	-	1,80	0,02	0,0021	-
	x <sub>27</sub>		-		0,546		0,310		0,062		0,078						
28	y <sub>28</sub>	-		0,986		0,008		0,0001		-		80	-	1,90	0,021	0,0022	-
	x <sub>28</sub>		-		0,519		0,336		0,062		0,078						
29	y <sub>29</sub>	-		0,938		0,054		0,0006		-		102,5	-	5,72	0,08	0,008	-
	x <sub>29</sub>		-		0,162		0,684		0,073		0,079						
30	y <sub>30</sub>	-		0,287		0,686		0,0196		0,003		153	-	41	1,005	0,142	0,0175
	x <sub>30</sub>		-		0,007		0,682		0,138		0,173						



Top:

Gassnelheid : 8,25 m/sec.

Hoeveelheid gas  $G = 2000$  l/sec.Diameter kolom  $D = 550$  mm.Bodem:

gassnelheid : 2,56 m/sec.

Hoeveelheid gas  $G = 720$  l/sec.Diameter kolom  $D = 600$  mm. Als diameter van de kolom wordt genomen  $D = 600$  mm.Uitlaat top :  $D = 365$  mm.

Uit de berekening van het aantal theoretische schotels op de volgende pagina, blijkt dat schotel 5 en schotel 27 identiek verondersteld kunnen worden.

Kolom c heeft dus 8 theoretische schotels. Het schotelrendement blijkt ook weer 25 % te zijn. (zie pag. 24)

Het aantal praktische schotels, bij een schotelafstand van 60 cm, is dus 32 schotels.

De voeding komt binnen onder de vijfde theoretische schotel, van boven af gerekend.

Boven de voeding-inlaat zijn dus 20 praktische schotels, eronder 12.

De lengte van de kolom wordt ongeveer 20 m.

Omdat de warmtewisselaars VII, X en XI, uitgevoerd met buizenbundels in een cylinder, te klein zouden worden bij uitvoering, vindt de koeling plaats door koelbuizen om de buis, die de te koelen stroom bevat.

Om dezelfde reden worden in kolom b en c in plaats van een kookketel, verwarmings-spiralen gebruikt. Als warmtebron dient ook hier condenserende Dowtherm-damp van  $260^{\circ}\text{C}$ .

De tank onder kolom c heeft de volgende afmetingen:  $D = 479$  mm.

$L = 958$  mm.

De eindproducten kunnen in de opslag-tanks van  $40^{\circ}\text{C}$  afkoelen tot omgevings-temperatuur.

Pompen: De gegevens over de pompen zullen in tabelvorm worden gegeven

	doel	te verpompen in l/min.	Type	D
p	NH <sub>3</sub> naar mengkamer brengen	8,3	Viking	90
q	eth.ox. ,, ,,	20	Viking	90
r	koelcircuit van reactor	2000	Begemann S 6	550
s	voeding voor a	316,7	Begemann L2 <sup>5</sup>	330
t	recycle	280	Begemann L2 <sup>5</sup>	330
u	voeding voor a	200,7	Begemann L2 <sup>5</sup>	330
v	voeding voor b	21,2	Viking E g 2	90
w	voeding voor c	6,6	Viking F 54 F	90
z	ketelproduct van c naar XI	5,4	Viking F 54 F	90

Berekening van het aantal theoretische schotels voor kolom c

		componenten								T	K			
		MEA		DEA		TEA		ether			MEA	DEA	TEA	ether
		y	x	y	x	y	x	y	x					
1	y <sub>1</sub>	0,010		0,985		0,005		-		153,5	41	1,02	0,147	-
	x <sub>1</sub>		0,0002		0,960		0,034		-					
2	y <sub>2</sub>	0,008		0,979		0,010		-						
	x <sub>2</sub>		0,0002		0,934		0,070		-					
3	y <sub>3</sub>	0,008		0,973		0,020		-						
	x <sub>3</sub>		0,0002		0,868		0,122		-	155	43	1,12	0,160	-
4	y <sub>4</sub>	0,008		0,959		0,031		-						
	x <sub>4</sub>		0,0002		0,812		0,182		-					
5	y <sub>5</sub>	0,008		0,946		0,045		-						
26	x <sub>26</sub>		-		0,720		0,136		0,148	157	-	1,2	0,175	0,020
	y <sub>27</sub>	-		0,970		0,032		0,003		159	-	1,4	0,19	0,023
27	x <sub>27</sub>		-		0,693		0,164		0,148					
	y <sub>28</sub>	-		0,935		0,070		0,004						
28	x <sub>28</sub>		-		0,557		0,289		0,153					
	y <sub>29</sub>	-		0,750		0,238		0,011						
29	x <sub>29</sub>		-		0,234		0,554		0,221	178	-	3,2	0,43	0,048
	y <sub>30</sub>	-		0,281		0,600		0,104		214	-	12,5	1,45	0,19
30	x <sub>30</sub>		-		0,022		0,428		0,549					

Gegevens in tabelvorm over de warmtewisselaars.

№	kW	opwarm- koel- stof	te koelen stof op te warmen		koelende stof opwarmende-		$\Delta T_{l.g.}$	$U$ W/m <sup>2</sup> ·°C	$A$ m <sup>2</sup>	aantal meter buis $\phi=0,078$	buis- lengte mm.	passes	aantal buizen	D koeler mm	
			T <sub>in</sub>	T <sub>uit</sub>	T <sub>in</sub>	T <sub>uit</sub>									
I	635	NH <sub>3</sub> -30°	30	25	- 30	-30	57	600	18,6	237	2000	1	118	500	
II	1079	H <sub>2</sub> O	91	30	15	25	30,9	500	69,9	906	3000	12	300	850	
III	6480	Dowth. 260	179	179	260	260	81	800	100	1275	3000	-	426	1700 (bundel 950)	
IVa	3795	voeding a	91	91	30	80	29,2	1500	87	1100	3000	1	550	1050	
IVb	5252	H <sub>2</sub> O	91	91	25	60	46,3	600	182	2340 1 pass	6000	2	390	900	
V	119	Dowth. 260	153	153	260	260	107	800	1,4	18	600	-	30	500 bundel 300)	ketel
	119	Dowth. 260	153	153	260	260	107	800	1,4	8,9 D=50mm	-	-	5 wind	-	spiraal
VI	183	H <sub>2</sub> O	73	73	20	50	36	600	8,5	112	1500	1	75	400	
VII	16,2	H <sub>2</sub> O	73	40	20	53	20	500	1,6	12	2000	(6)	6	-	
VIII	66	Dowth. 260	214	214	260	260	46	800	1,8	D=44mm 12	500	-	24	425	ketel
	66	,,	214	214	260	260	46	800	1,8	11,4 D=50mm	-	-	7 wind	-	spiraal
IX	51	H <sub>2</sub> O	154	154	20	60	112	600	0,76	21,6 D=12mm	600	6	36	200	
X	28	H <sub>2</sub> O	154	40	20	54	50	500	1,12	12	2000	(6)	6	-	
XI	36,8	H <sub>2</sub> O	214	40	20	84	58,8	500	1,25	20	2000	(10)	10	-	

### Contrôle en regelsysteem

Bij dit verslag hoort een tekening, waarop de apparatuur is getekend op schaal 1:25. In deze tekening is schematisch de regelapparatuur aangebracht. We onderscheiden:

**Temperatuur regeling:** Deze wordt aangebracht bij warmtewisselaars enz.

Is op een plaats de temperatuur anders, dan vereist, dan zal door het openen of sluiten van een kraan, die de toevoer van koelwater of opwarm-medium regelt, de temperatuur weer op de juiste waarde ingesteld worden.

**stroom regeling** : In een buis zal door een bepaald mechanisme de juiste hoeveelheid gas of vloeistof geleid worden.

**niveau regeling** : Door openen of sluiten van de kranen, die de toevoer en afvoer van een stroom tot/vanaf een ruimte regelen, wordt in een ruimte de vloeistof op een bepaald niveau gehouden.

Aan cylinders, opslagtanks en dergelijke zijn peilglazen aangebracht.

In de tekening wordt duidelijk gemaakt hoe en waarom bepaalde regelaars op een bepaalde plaats in het systeem worden toegepast.

Litteratuur-opgave

- (1) BIOS Final report 1154
- (2) US patent 2.065.113 dec.1936
- (3) B.P. 598.984 2 maart 1948. E.I. du Pont de Nemours en Co.
- (4) US 2.491.659 20 dec. 1949 E.I. du Pont de Nemours en Co
- (5) U.S. 2.586.325 19-2-1952 E.I. du Pont de Nemours en Co.
- (6) U.S. 2.373.199 10-8-1954 Sharpless Chemicals
- (7) U.A.Krishnawurthy en MrR.A. Rao  
J. Indian Inst. Sci. 40A 145-151 (1958)
- (8) Report U.S. Department of Commerce 1948.
- (9) Faith,Keyes en Clark : "Industrial Chemicals" pag.334 (1957)
- (10) H.J.Henk Deutsches Parfum Zeitung 28 89 (1942)
- (11) F.R.Eckert Deutsches Apotheker Zeitung 53 281 (1938)
- (12) C.Becker Seifensieder Zeitung 62 183 (1935)
- (13) E.J.Fischer Farbe und Lack 41 519 (1935)
- (14) E.J.Fischer "Triäthanolaminen und andere Aminen" 3<sup>e</sup> druk  
Allg.Industrie Verlag Berlin 1942
- (15) Melvin J.Astle "Industrial organic nitrogen Compounds" 1<sup>e</sup> druk  
Reinhold Publishing Corporation New-York 1961.
- (16) C.Potter,R.R.Mc Laughlin Can.J.Research 25B 405 (1947)
- (17) P.Ferrero,F.Berbe,L.R.Flamme Bull. Soc.chim.Belges 56 349 (1947)
- (18) E.P. 497.093 de Bataafse (1937)
- (19) DOW Ind.and Eng.Chem. 51 894 (1959)
- (20) J.A.A.Ketelaar "De chemische Binding" pag.189  
Elsevier Publishing Company 1952
- (21) E.Fenske Ind.Eng.Chem. 24 482 (1932)
- (22) L.Underwood Trans.Inst. Chem.Engrs.(London) 10 112 (1932)
- (23) J.H.Perry "Chemical Engineers Handbook" 3<sup>e</sup> druk 1950  
Mac Graw Hill Book Company
- (24) T.E. Jordan "Vapor Pressures of Organic Compounds" 1954  
Interscience Publication London
- (25) C.D.Hodgman "Handbook of Chemist and Physics" 1952  
Chemical Rubber Publishing Co Cleveland Ohio

- (26) L.Wurtz Ann 121 226
- (27) J. d'Ans en E.Lax "Taschenbuch für Chemiker und Physiker"  
Springer Verlag Heidelberg 1949
- (28) Petroleum Refiner 36 231 (nov. 1957)
- (29) Souders and Brown Ind. Eng. Chem. 26 98 (1934)
- (30) L. O'Connell Trans. Am. Inst. Chem. Eng. 42 741 (1946)



# P/t curven

P  
mmHg  
↑

