

16 april 10.50 uur
HB
Nr: 2329

Laboratorium voor Chemische Technologie

Verslag behorende
bij het fabrieksvoorontwerp
van

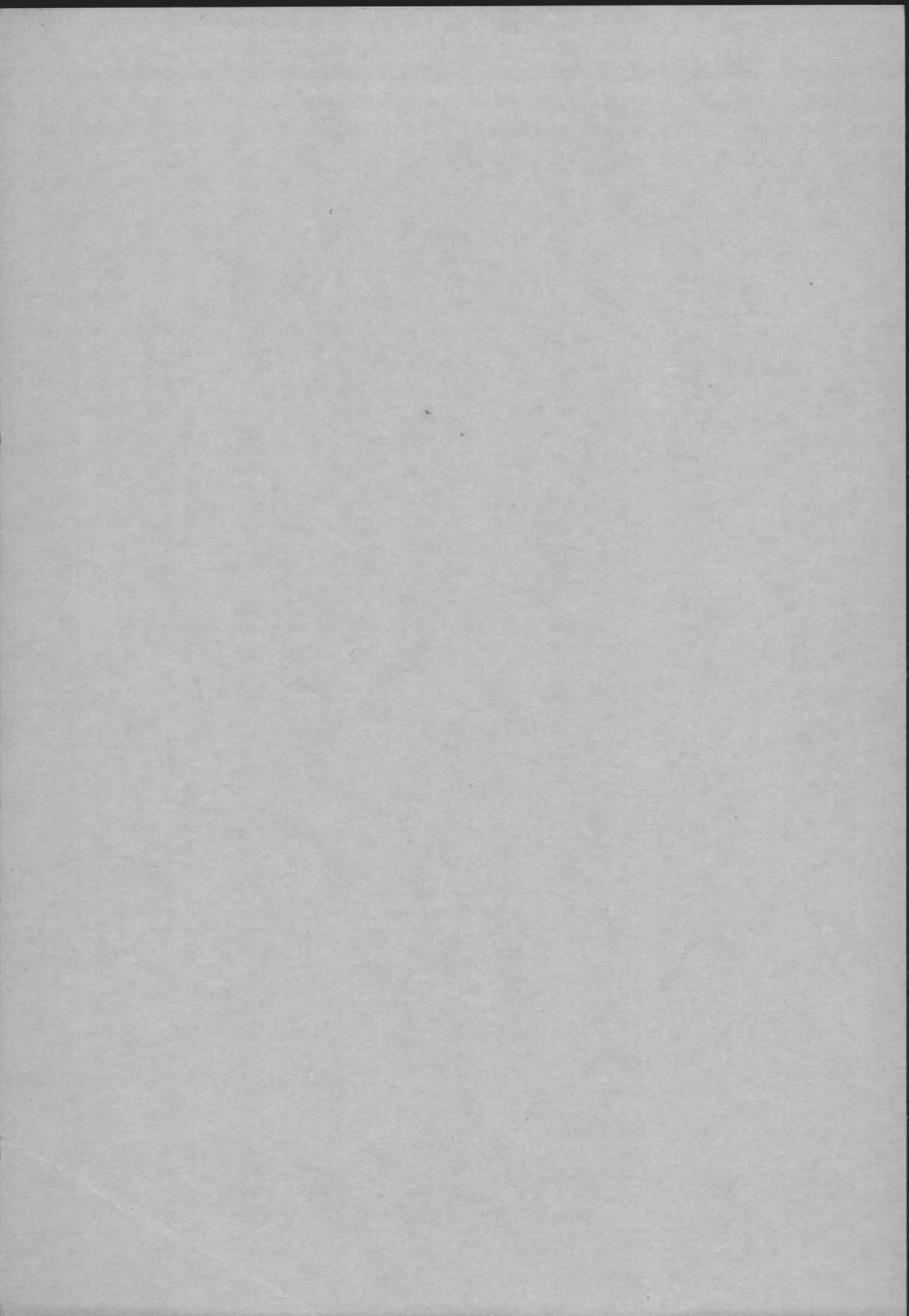
B.H. Broens en F.H. de Vries

onderwerp:

Productie van azijnzuuranhydride via
keteen door pyrolyse van azijnzuur

adres: Van Leeuwenhoeksingel 22
Bosboom Toussaintplein 152

opdrachtdatum: nov. 1971
verslagdatum: mrt. 1972



FABRIEKSVOORONTWERP

voor de productie van

A Z I J N Z U U R A N H Y D R I D E

via

K E T E E N

door pyrolyse van

A Z I J N Z U U R

Delft, maart 1972

B.H. Broens

F.H. de Vries

Inhoud

	pag.
Ia. Samenvatting over de technologische uitvoering van het proces.	3
Ib. Conclusies.	4
II. Inleiding.	6
III. Uitgangspunten voor het ontwerp.	7
IV. Beschrijving van het proces.	11
V. Procescondities.	15
VI. Motivering van keuze van de apparatuur en berekening hiervan.	21
VII. Symbolenlijst.	47
VIII. Literatuuroverzicht.	49
IX. Bijlagen.	51
X. Flowsheet.	appendix
XI. Massa- en warmtebalans	appendix

Ia. Samenvatting over de technologische uitvoering van het proces.

De fabriek heeft een capaciteit van ca 80.000 ton/jaar. Het aantal bedrijfsuren per jaar bedraagt 8.000 uur.

Als grondstof wordt ijsazijn gebruikt, als katalysator triethylfosfaat en om de werking van de katalysator te niet te doen wordt ammoniak gebruikt.

Het rendement bedraagt 93 %. *(66,16 85 maar met mol % azijnzuur in het katalysator op 92,6)*

Eerst wordt een verdamper, oververhitter, reduceerventiel en voorverhitter gebruikt om het azijnzuur bij 750 °C en 0,29 ata in de buizenreactor te brengen.

De reactie vindt plaats in deze buizenreactor bij 750 tot 1000 °C en een druk van 0,29 tot 0,13 ata. Direct vóór de reactor wordt 0,3 % triethylfosfaat in dampvorm gedoseerd als homogene katalysator.

De reactieproducten worden in een serie koelers snel gekoeld tot -10 °C, waarbij direct na de reactor 0,05 % ammoniak aan het productgas wordt toegevoegd om de werking van de katalysator te niet te doen.

In de eerste koeler wordt stoom van 192 °C geproduceerd. In de tweede koeler wordt het productgas met koelwater gekoeld van 250 tot 50 °C. Een serie van zes pekelkoelers in tegenstroom zorgen tenslotte voor de verdere temperatuurverlaging van het productgas, waarbij de waterdamp en azijnzuur condenseert en afgevoerd wordt naar een opwerkinstallatie.

In een vloeistofringpomp wordt het keteen met azijnzuur verder omgezet in azijnzuuranhydride.

Het azijnzuur/azijnzuuranhydridemengsel wordt in een destillatiekolom opgewerkt tot een product, dat meer dan 99 % azijnzuuranhydride bevat.

Ib. Conclusies.

De vloeistofringpomp heeft een tweeledige functie. In de eerste plaats fungeert zij als vacuumpomp voor het kraakproces, in de tweede plaats is zij de reactor, waar de reactie tussen azijnzuur en keteen onder gunstige omstandigheden plaatsvindt (zeer goede menging; druk oplopend tot 1 atm.), waardoor geen grote absorptiekolommen nodig zijn.

In een patent (lit. 1) wordt toevoeging van zwavelkoolstof aan de voeding van de kraakoven aanbevolen om vorming van koolstof in het kraakproduct tegen te gaan. Hoeveelheden en andere gegevens worden daarbij echter niet verstrekt. Over het algemeen wordt koolstofvorming in de literatuur genegeerd. In het voorontwerp is aangenomen, dat deze koolstof zich aan de reactorwand hecht en dat door het Boudouard-evenwicht verder geen koolstofproductie optreedt. Aanbeveling verdient het onderzoek naar de koolstofvorming tijdens het kraken van azijnzuur, het gedrag van deze koolstof en de invloed van zwavelkoolstof op de reactieproducten.

De waarden van de soortelijke warmte en verdampingswarmte van triethylfosfaat zijn niet in de literatuur te vinden. Ook de kritische druk en temperatuur zijn niet bekend, zodat voor de soortelijke warmte en verdampingswarmte waarden zijn geschat. Deze grootheden zullen dus nog experimenteel bepaald moeten worden.

Bij de vloeistofringpomp is koeling nodig. Dit gebeurt door recycle van een deel van de productstroom, nadat die is gekoeld. In dit ontwerp is de totale productstroom gekoeld om zo weinig mogelijk azijnzuur- en azijnzuuranhydriedamp te verliezen in het afgas. Het is echter de vraag of het niet economischer is alleen de recycle te koelen en de voeding voor de destillatiekolom op 40 °C te houden, omdat deze voeding hierin op het kookpunt gebracht moet worden; daarbij een zeker verlies aan azijnzuur en azijnzuuranhydride acceptierend.

koolstof is niet
in evenwicht

of goed
niet by anders
in de kolom
op kookpunt
moet worden
afgevoerd

Het condens, dat in de zes pekelkoelers ontstaat, wordt in één condensleiding afgevoerd. Het kan echter voordeel bieden, wanneer de vloeistof uit de zes pekelkoelers apart wordt afgevoerd. Wanneer het condens van de eerste twee of drie koelers slechts weinig met azijnzuur is verontreinigd kan dit wellicht direct worden geloosd, hetgeen een ontlasting van de opwerkingsinstallatie zou betekenen.

II. Inleiding

Azijnzuuranhydride is een heldere vloeistof met een stekende geur. Het wordt toegepast bij de productie van acetylcellulosen, acetanilide, acetaatesters en diverse andere organische preparaten, reuk- en verfstoffen. Het vindt talloze toepassingen in de pharmaceutische industrie, zoals bij de bereiding van acetylsalicylzuur, acetylcholinchloride, vitamine B-6 enz. Het grootste gedeelte wordt echter gebruikt in de kunstvezelindustrie.

In eerste instantie was de opdracht een fabrieksvoorontwerp te maken voor de bereiding van keteen. Aangezien keteen gemakkelijk dimeriseert en in de industrie voornamelijk als tussenproduct bij de azijnzuuranhydridefabricage wordt gemaakt, is besloten een voorontwerp te maken voor de bereiding van azijnzuuranhydride via keteen.

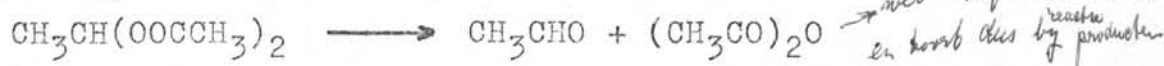
Keteen kan gemaakt worden door pyrolyse van aceton of azijnzuur. Daar azijnzuur bij de verwerking van keteen tot azijnzuuranhydride vereist is, is voor de pyrolyse van azijnzuur gekozen. Dezelfde installatie is echter ook bruikbaar voor de pyrolyse van aceton. (Lit. 2)

Andere bereidingswijzen van azijnzuuranhydride zijn:

- 1) uit azijnzuur met fosgeen:



- 2) uit ethylideendiaceetaat:



- 3) door oxidatie van aceetaldehyde:



In Nederland wordt geen azijnzuuranhydride op grote schaal geproduceerd. De belangrijkste producenten zijn gevestigd in Duitsland, U.S.A. en Canada.

(Lit. 3, 4, 5)

III. Uitgangspunten voor het ontwerp.

Externe gegevens:

De capaciteit moet 80.000 ton/jaar bedragen in een continue productieeenheid van 8.000 bedrijfsuren.

Azijnzuur voldoet aan de volgende specificatie:

gehalte azijnzuur	99,7 %
mierezuur	0,1 %
aceetaldehyde	0,01 %
Fe, Pb, Cl, SO ₄ ieder	1 ppm
indamprest	0,005 %

Specificatie azijnzuuranhydride:

gehalte azijnzuuranhydride	99 %
azijnzuur	1 %

Afgas: 4.828.000 Nm³/jaar (0,1675 Nm³/sec)

Samenstelling afgas:

waterstof	7,2 vol%
etheen	9,2 - %
methaan	25,6 - %
koolmonoxide	38,6 - %
kooldioxide	19,4 - %

Dit gas kan mee verbrand worden in de kraakoven, voorverhitter of eventueel in een stoomketel.

Het gas levert een warmte van 3.420 kW. Dit is echter niet voldoende voor de verwarming van de buizenreactor; er is dus nog een aanvullende hoeveelheid aardgas nodig.

Afvalwater:

Uit het kraakgas wordt 16.760 ton/jaar vloeistof afgescheiden (0,582 kg/sec)

De samenstelling van deze vloeistof is:

azijnzuur	8,4 gew%
triethylfosfaat	1,0 - %
ammoniak	0,1 - %
water	90,5 - %

Voordat dit afvalwater geloosd kan worden, moet eerst het azijnzuur hieruit verwijderd worden, eventueel ook het triethylfosfaat en ammoniak.

Het azijnzuur kan na opwerking weer als voeding van de kraakoven dienen.

Afvalwater uit de warmtewisselaars: 630.000 ton/jaar
22 kg/sec water met een temperatuur van 40 °C.

Hierbij is het koelwater uit de pekelininstallatie niet meegerekend.

Interne gegevens:

Fysische constanten van grondstoffen, tussen- en eindproducten:

Tabel 1

component	sm.pnt °C	k.pnt °C	verd. warmte kcal/kg	s.w. vloeistof kcal/kg°C
azijnzuur	16,6	118	97	0,490
keteen	-95	-56		
water	0	100	539	1
azijnzuuranhydride	-73	138	104	0,432
triethylfosfaat	-56	215		

Tabel 2

component	mol. gew.	C_p in cal/gmol °C = $A + B \cdot 10^{-3} \cdot T + C \cdot 10^{-6} \cdot T^2$		
		A	B	C
azijnzuur	60	9,88	26,78	-5,89
keteen	42	4,79	22,59	-7,19
water	18	6,89	3,28	-0,343
koolmonoxide	28	6,35	1,81	-0,27
kooldioxide	44	6,39	10,14	-3,42
etheen	28	3,02	28,21	-8,54
methaan	16	3,20	18,41	-4,48
waterstof	2	6,95	-0,20	+0,48
azijnzuuranhydride	102	---	---	---
triethylfosfaat	182	---	---	---

Tabel 3

component		standaard bij 25°C			
		C_p^0 J/mol °C	S^0 J/mol °C	ΔH_f^0 kJ/mol	$\Delta G_f/T$ J/mol
keteen		47,84	239,1	-61,9	-200
azijnzuur	L	123,4	159,8	-484,9	-1309
-	G	66,5	282,5	-437,4	-1271
etheen		43,63	219,4	52,28	228,6
methaan		35,79	186,19	-74,85	-170,7
water	G	33,56	188,65	-241,8	-766,6
-	L	75,15	66,56	-285,9	-792,2
koalmonoxide		29,15	197,4	-110,5	-459,8
koalddioxide		37,13	213,6	-393,51	-1323
waterstof		28,83	130,6	0	0
azijnzuuranhydride				(-1806)	

verschil met
aardgas-
aanpakke
en bij 18
met 18
verschil een
factor 2

Lit. 6, 7, 8, 9.

is frub. (enorm te hoog)
zu. 18
x 4

Corrosie aspecten:

Bij de hoge temperaturen is het azijnzuur/keteenmengsel zeer agressief. In de literatuur wordt voor de voorverhitter en de reactor Cr-staal of 25/20 Cr-Ni-staal aanbevolen.

Bij lagere temperaturen kunnen de apparaten en leidingen gebouwd worden van een 18/8 Cr-Ni-staal type 316 of 317.
Lit. 10.

Explosie grenzen:

Azijnzuur:	ondergrens	4	vol%	in	lucht
	bovengrens	17	- %	-	-
azijnzuuranhydride:	ondergrens	2	- %	-	-
	bovengrens	10	- %	-	-

Lit. 3.

Giftigheid:

Keteen: zeer giftig, toxische werking te vergelijken met fosgeen. De maximaal toegestane concentratie in de lucht bedraagt $0,4 \text{ mg/m}^3$

Azijnzuur: geconcentreerd azijnzuur werkt sterk etsend in op de huid en slijmvliezen. In dampvorm werkt het azijnzuur sterk prikkelend op de slijmvliezen. 500 mg/m^3 geven na 1 uur ademen zware beschadigingen van het slijmvlies. Toxicologisch bezien wordt het azijnzuur in het lichaam snel afgebroken, zodat er geen chronisch vergiftigingsgevaar bestaat.

Azijnzuuranhydride: de giftigheid is ongeveer hetzelfde als van azijnzuur. Het azijnzuuranhydride beschadigt echter alleen slijmvliezen, maar geen droge huid. De maximaal toegestane hoeveelheid azijnzuur en azijnzuuranhydride in de lucht is 25 mg/m^3 .

Lit. 3.

IV. Beschrijving van het proces.

Het proces wordt beschreven door puntsgewijs de apparaten te behandelen.

T 1 Verdamper. De voeding, 2 kg/sec ijsazijn, wordt verdampt. De benodigde warmte wordt geleverd door condenserende stoom van 192 °C en 13 ata. -

H 2 Oververhitter. De azijnzuurdamp, die een temperatuur heeft van 118 °C, wordt oververhit tot 150 °C door stoom onder dezelfde condities als bij T 1.

De damp, die een druk heeft van 1 atm., wordt door een reduceerventiel adiabatisch geëxpandeerd tot een druk van 0,45 ata, wat mogelijk gemaakt wordt door een vacuumpomp P 11, die het vacuum in stand houdt. Hierbij daalt de temperatuur tot 136 °C. *→ moet 108°C omdat met C gekond is en niet met H₂O*

? O 3 Voorverhitter. Hierin wordt de damp verhit tot 750 °C, waarbij een drukval optreedt van 0,16 ata (lit. 2). - *is geschat. maar niet bekend*
Direct na de voorverhitter wordt 0,3 % triethylfosfaat, die in verdamper T 4 in de gasfase is gebracht, via een *reducer* → ~~doe~~erventiel gesuppleerd.

O 5 Reactor. Het reactiemengsel wordt in de buizenoven gebracht, waar de temperatuur door verhitting met rookgassen oploopt van 750 tot 1000 °C en de druk afneemt tot 0,132 ata. De reactie is endotherm. De verblijftijd in de reactor bedraagt ca. 0,23 sec. (Lit. 2, 11) Direct na de reactor wordt 0,05 % ammoniak toegevoegd om de katalytische werking van het triethylfosfaat te niet te doen.

H 6 Gaskoeler. In deze koeler wordt het productgas zeer snel gekoeld (in 0,15 sec) van 1000 tot 250 °C. De verblijftijd in deze koeler mag niet meer bedragen dan 0,8 sec (lit. 12), omdat er anders azijnzuur weer teruggevormd zou worden, ondanks de ammoniak suppletie.

Gekoeld wordt met kokend water ^{stoom} van 192 °C en 13 ata. De stoomproductie kan gebruikt worden voor de verdamper, de oververhitter en de reboiler van de destillatiekolom.

H 7 Warmtewisselaar. Hier wordt verder gekoeld tot 50 °C, waarbij koelwater als koelend medium wordt gebruikt. Bij de heersende druk (0,126 ata) treedt nog geen condensatie van de aanwezige dampen op.

H 8 Warmtewisselaar. Een serie van zes pekelkoelers zorgen, in tegenstroom, voor een verdere afkoeling van het procesgas tot -10°C . Het overgrote deel van het water, ammoniak, triethylfosfaat en een gedeelte van het niet omgezette azijnzuur condenseert en wordt afgevoerd naar een azijnzuur-opwerkingsinstallatie.

Cy 10 Cycloon. De in de gasstroom nog aanwezige vloeistofdruppels worden in vier parallel geschakelde cyclonen afgescheiden. Deze vloeistofdruppels worden gevoegd bij de condensstroom uit de pekelkoelers. Een barometrisch been en een vacuumslot V 9 zorgen voor het instand houden van het vacuum.

P 11 Vloeistofringpomp. De vloeistofringpomp zorgt voor het vacuum vereist bij de productie van keteen. De gasstroom wordt hierin gecomprimeerd tot 1 atm. en kan door de goede menging van het gas met de vloeistofring, welke bestaat uit 87 % azijnzuuranhydride en 13 % azijnzuur, snel reageren met het azijnzuur. Het gas dat de vloeistofringpomp verlaat is keteenvrij. (Lit. 13, 14)

De vloeistofvoeding van de pomp is samengesteld uit het topproduct van de destillatiekolom, recirculatievloeistof uit de hierna te bespreken koeler/afscheider en azijnzuur-suppletie. De temperatuur van de vloeistof in de toevoer van de vloeistofringpomp is 25°C .

H 12 Koeler/afscheider. De productstroom uit de vloeistofringpomp, bestaande uit een vloeistofmengsel van 87 % azijnzuuranhydride en 13 % azijnzuur en de restgassen met een temperatuur van 40°C , wordt gekoeld tot 25°C . Er wordt gekoeld met pekel van -15°C , waarvan de temperatuur oploopt tot $+10^{\circ}\text{C}$. De gassen scheiden zich hierbij af en worden afgevoerd naar de verbrandingskamer.

Een deel van de afgekoelde vloeistof wordt gerecirculeerd in de vloeistofringpomp; de rest gaat naar de destillatiekolom.

D 13 Destillatiekolom. De voeding komt met een temperatuur van 25°C in de destillatiekolom op de 13e schotel van onderen van de 17 theoretische schotels. Het topproduct bestaande uit 90 % azijnzuur en 10 % azijnzuuranhydride, wordt gecondenseerd in de totale condensor H 14. Een deel

In literatuur
staat dat
om de 90 % heeft
is

wordt gerecirculeerd in de destillatiekolom (refluxverhouding 2); de rest wordt in warmtewisselaar H 16 nagekoeld tot 25°C en in de vloeistofringpomp gevoerd. Het bodemproduct wordt voor een deel in de reboiler H 15 opnieuw verdampt en in de destillatiekolom teruggevoerd. Het andere deel is de opbrengst aan azijnzuuranhydride en wordt in warmtewisselaar H 17 gekoeld tot 40°C , waarna het wordt opgeslagen en geleverd kan worden aan de afnemer.

met 25°C

Bij het opstarten van de fabriek moet eerst de installaties met inert gas worden gespoeld tot alle zuurstof is verdwenen. Daarbij kunnen met behulp van een extra stoomketel en de vloeistofringpomp alle temperaturen en drukken worden ingesteld. De pomp heeft in het begin een vloeistofring van zuiver azijnzuur. Tot er een concentratie van 87 % azijnzuuranhydride is gevormd moet deze vloeistof uitsluitend gerecirculeerd worden.

Eventueel kan de pomp en de koeler/afscheider gevuld worden met elders betrokken azijnzuuranhydride.

Wanneer alle zuurstof uit de apparaten enleidingen is gespoeld, kan het azijnzuur worden toegevoegd in de verdamper T 1 en kan de productie beginnen.

Uiteraard moet tijdens de bouw van de fabriek grondig op lekken in de apparaten, leidingen en appendages worden gecontroleerd om binnendringen van lucht in het vacuum gedeelte te voorkomen, hetgeen explosies ten gevolge zou kunnen hebben. Na de vloeistofringpomp kunnen door lekkages azijnzuur- en azijnzuuranhydriedamp (of vloeistof bij grote lekken) ontsnappen, wat zeer onaangenaam is voor het milieu en bovendien productieverlies ten gevolge heeft.

De flexibiliteit van het bedrijf is zeer gering, aangezien de snelheden in de reactor en koelers bepalend is voor de warmteoverdracht. Kleine productie schommelingen zijn echter wel haalbaar, doch een ander productieniveau is met de ontworpen installatie niet te verwezenlijken. Dit zou wel mogelijk zijn, indien niet één unit van reactor en koelers zou zijn gebouwd, doch een aantal units parallel

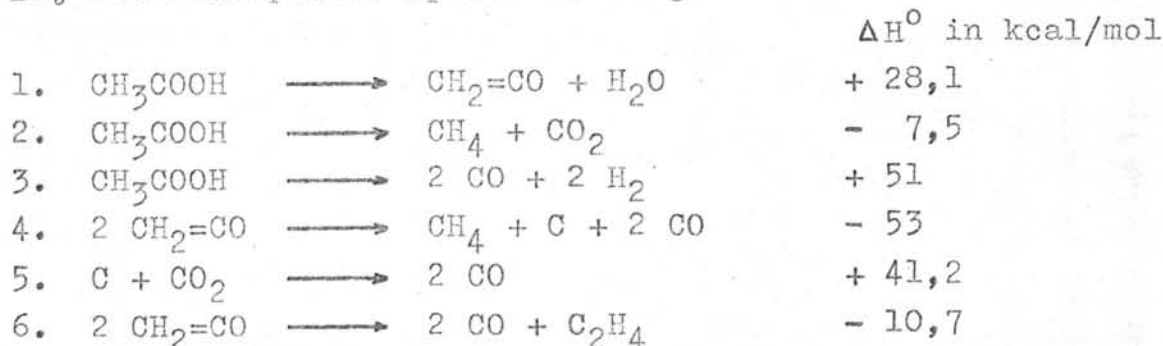
geschakeld, zoals bij de vloeistofringpompen.

Ten opzichte van de soort voeding is de flexibiliteit wel groot. Wanneer het aceton in vergelijking met het azijnzuur veel goedkoper zou worden, dan kan heel eenvoudig met dezelfde installatie overgegaan worden op aceton als voeding. Wel zal opnieuw de diverse temperaturen, de massa- en warmtebalans en dergelijken, bekeken moeten worden.

V. Procescondities.

A. Kraakproces

Bij het kraakproces spelen de volgende reacties een rol:



(Lit. 15)

De reactiewarmten van de reacties 2, 3, 4, 6 zijn berekend uit de vormingswarmten (Tabel 3). De reactiewarmten van de reacties 1 en 5 zijn gevonden in respectievelijk lit. 3 en 16.

$$\begin{aligned}\Delta G^{\circ}_{\text{f azijnzuur}} &= - 111,14 + 5,37 \cdot 10^{-2} \cdot T \\ \Delta G^{\circ}_{\text{f keteen}} &= - 14,51 + 0,29 \cdot 10^{-2} \cdot T \\ \Delta G^{\circ}_{\text{f water}} &= - 59,14 + 1,32 \cdot 10^{-2} \cdot T\end{aligned}$$

Als de temperatuur hoger is dan 725°C is de $\Delta G^{\circ}_{\text{f keteen}} + \Delta G^{\circ}_{\text{f water}}$ kleiner dan de $\Delta G^{\circ}_{\text{f azijnzuur}}$.

De reactie vindt dus plaats bij een temperatuur hoger dan 725°C . Bij temperaturen lager dan 725°C gaat de reactie in omgekeerde richting. Daarom moet de katalysator snel vergiftigd worden en het productgas snel worden gekoeld, teneinde de reactiesnelheid te verlagen.

In vrijwel alle gevonden literatuur (2, 3, 4, 5, 17) wordt een conversie van azijnzuur tot keteen van meer dan 85 % aangegeven. Literatuur 15 geeft meer informatie over de reactiekinetiek, maar geeft daarin slechts een opbrengst van ca 50 % bij 750°C en 100 mm Hg.

Aangezien er blijkbaar een veel hogere conversie mogelijk is, is bij de berekening uitgegaan van een conversie van 85 %, waarbij aangenomen werd, dat de reacties in de volgende percentages kunnen worden uitgedrukt:

in literatuur 15

Tabel 4.

reactie no.	omzetting %	aard van de reactie
1.	4	niet omgezet
2.	90	hoofdreactie
3.	5	nevenreactie
4.	1	nevenreactie
5.	1	volgreactie
6.	4	volgreactie
5.	het Boudouardevenwicht stelt zich in zodra voldoende koolstof is gevormd.	

De totale conversie naar keteen is dus 85 %.
Het resultaat is de volgende productsamenstelling, uitgaande van 2 kg/sec azijnzuur voeding:

azijnzuur	0,080	kg/sec
keteen	1,190	-
water	0,540	-
koolmonoxide	0,076	-
kooldioxide	0,066	-
methaan	0,029	-
etheen	0,018	-
waterstof	0,001	-

Reactie-evenwicht:

Bij 1000 °C is:

$$\Delta G^{\circ}_f \text{ azijnzuur} = -48 \text{ kcal/mol}$$

$$\Delta G^{\circ}_f \text{ keteen+water} = -53 \text{ kcal/mol}$$

$$\Delta G^{\circ}_r = -5 = -RT \cdot \ln K_F$$

$$\ln K_F = \frac{5 \cdot 10^3}{1,9858 \cdot 1273} = 1,975$$

$$K_p = K_F = 7,2$$

$$K_x = K_p / P_{\text{tot}}$$

$$P_{\text{tot}} = 0,132 \text{ ata}$$

$$K_x = 54,7$$

$$K_x = x^2 / (1 - x^2)$$

$$x = 0,99$$

(Dit volgt niet met de kg)

Evenwicht wordt bereikt als 99 % azijnzuur is omgezet. Door de korte verblijftijd in de reactor, die aangehouden moet worden om neven en volgreacties te beperken (lit. 15), wordt het evenwicht niet bereikt.

De verblijftijd in de reactor is 0,23 sec.

Reactiewarmte:

De reactiewarmte is de enthalpieverandering, die als gevolg van de reactie bij constante druk en temperatuur optreedt.

$$\Delta H_r = \Delta H_{r.s}^{\circ} + \Delta H_{\text{producten}} - \Delta H_{\text{reactanten}}$$

$$\Delta H_{r.s}^{\circ} = (0,9.28,1 - 0,05.7,5 + 0,01.51 - 0,01.53 + 0,01.41,2 - 0,04.10,7) \cdot \frac{2.000}{60} \cdot 4,18$$

$$\Delta H_{r.s}^{\circ} = 3470 \text{ kW}$$

$$\Delta H_{\text{producten}} = 5325 \text{ kW}$$

$$\Delta H_{\text{reactanten}} = 5957 \text{ kW}$$

$$\Delta H_r = 2838 \text{ kW}$$

De druk en temperatuur zijn hier bij respectievelijk 100 mm Hg en 1000 °C genomen.

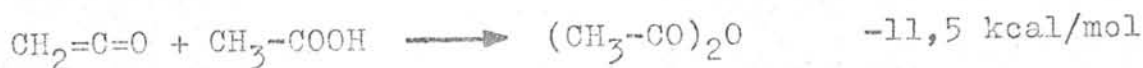
Omdat er 2.000/60 gmol/sec voeding wordt toegevoegd, is hier de reactiewarmte in kJ/sec (kW) uitgedrukt en niet in kJ/mol.

Katalysator:

Het kraakproces wordt gekatalyseerd door zure katalysatoren zoals fosforzure esters. Triethylfosfaat wordt hiervoor het meest gebruikt. Het voordeel van deze esters is de homogene katalyse. Eventuele vergiftiging blijft dus achterwege. Direct na de reactor moet de katalytische werking te niet worden gedaan door de zure groep te neutraliseren. Dit gebeurt door toevoeging van ammoniak. Het is nuttig om na te gaan of het triethylfosfaat uit het condens van de pekelkoelers is af te scheiden. Het kan dan weer opnieuw als katalysator worden gebruikt en ook uit het oogpunt van milieubeheer is dit toe te juichen. Bij lozing komt nl. bijna 500 kg/dag triethylfosfaat in het oppervlakte water. (Lit. 2, 3, 4, 5, 11, 12)

B. Omzetting van keteen met azijnzuur tot azijnzuuranhydride.

In de vloeistofringpomp vindt de volgende reactie plaats:



$$\Delta G_f^\circ \text{ keteen} = -14,51 + 0,29 \cdot 10^{-2} \cdot T$$

$$\Delta G_f^\circ \text{ azijnzuur} = -109,33 + 5,07 \cdot 10^{-2} \cdot T \quad \text{met } T \text{ in } ^\circ\text{K}$$

$$\Delta G_f^\circ \text{ azijnzuuranhydride} = -96,42 + 7,05 \cdot 10^{-2} \cdot T$$

$$\text{Reactietemperatuur } T = 40^\circ\text{C} = 313^\circ\text{K}$$

$$\text{Reactiedruk } p = 1 \text{ atm.}$$

$$\Delta G_r^\circ = -RT \ln K_F = -32,71$$

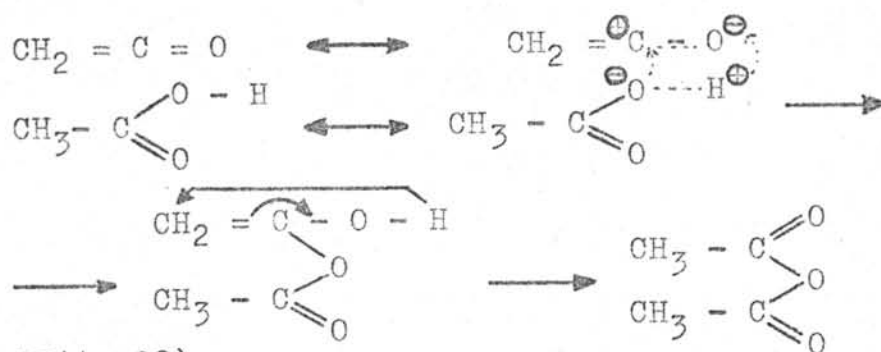
$$\ln K_F = \frac{32,71 \cdot 10^3}{1,9858 \cdot 313} = 52,7$$

$$K_F = 7,7 \cdot 10^{22}$$

Deze reactie is dus aflopend.

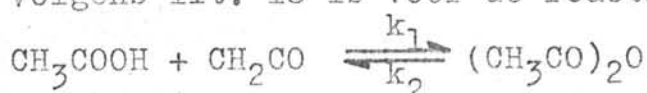
Reactiekinetiek:

Het reactiemechanisme is als volgt:



(Lit. 28)

Volgens lit. 18 is voor de reactie:



de reactiesnelheidsconstante van de teruggaande reactie gegeven met:

$$k_2 = A \cdot \exp(-E/RT) \quad \text{waarin} \quad \begin{array}{l} A = 10^{12} \text{ sec}^{-1} \\ E = 34.500 \text{ cal} \\ R = 1,9858 \text{ cal/mol } ^\circ\text{K} \\ T = 313^\circ\text{K} \end{array}$$

$$k_2 = 10^{12} \cdot e^{-55,5} = 8,2 \cdot 10^{-13}$$

$$K_F = k_1/k_2 \quad \text{dus} \quad k_1 = K_F \cdot k_2 = 7,7 \cdot 10^{22} \cdot 8,2 \cdot 10^{-13}$$

$$k_1 = 6,3 \cdot 10^{10}$$

(Aangenomen is dat de reacties in eerste orde verlopen)

Voor een omzetting van 99,9 % van het keteen moet de verblijftijd in de vloeistofringpomp bedragen:

$$-\ln 0,001 = k \cdot \tau$$

$$\tau = \frac{6,908}{6,3 \cdot 10^{10}} = 1,1 \cdot 10^{-10} \text{ sec.}$$

De reactiesnelheid wordt echter geremd door de absorptie van het keteen in de vloeistofring. Daar de druk van de gassen in de vloeistofringpomp oploopt tot 1 atm. kan deze absorptie sneller verlopen dan in de absorptiekolommen onder vacuum. Bovendien worden de gassen en de vloeistof door de pomp zeer goed gemengd, waardoor veel snellere verversing van het oppervlak in de gas- en vloeistoffase optreedt.

Van de reactie:



is bij 40 °C de reactiesnelheidsconstante $k = 0,380 \text{ sec}^{-1}$.

(Lit. 19)

Als de verblijftijd in de reactor 1,7 sec. bedraagt is de omzetting, bij een eerste orde reactie in water (er is een overmaat azijnzuuranhydride aanwezig):

$$-\ln (1 - \xi) = k \cdot \tau$$

$$\ln (1 - \xi) = - 0,380 \cdot 1,7 = - 0,646$$

$$1 - \xi = 0,0015$$

$$\xi = 99,85 \%$$

Na de vloeistofringpomp komt het reactiemengsel in de leiding naar de koeler/afscheider, welke mede fungeert als buisreactor, zodat kan worden aangenomen dat alle water en keteen is omgezet, wanneer het reactiemengsel in de koeler/afscheider komt.

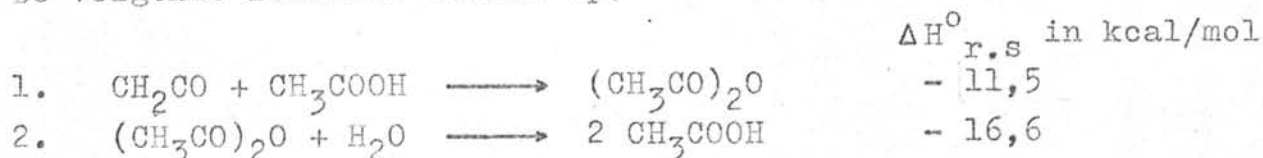
W. Hoe lang blijft het in vloeistofringpomp?

= 0,5 sec. - gerekend op 2 sec. maar is veel te lang bij 550 toeren van de pomp

het contact in de pomp van gas en vloeistof is ook twijfelachtig

Reactiewarmte:

De volgende reacties treden op:



Aangenomen wordt dat de reactie bij 1 atm en 25 °C plaats vindt, waarna de reactieproducten en de vloeistof in de pomp worden opgewarmd tot 40°C.

De reactiewarmte is dan:

$$\begin{aligned} \left. \begin{aligned} \Delta H_{r,1} &= 1190/42 \cdot 11,5 \cdot 4,184 = 1366 \text{ kW} \\ \Delta H_{r,2} &= 14/18 \cdot 16,6 \cdot 4,184 = 54 \text{ kW} \end{aligned} \right\} \Delta H_{r,\text{totaal}} &= 1420 \text{ kW} \end{aligned}$$

De reactanten komen in de vloeistofringpomp met $\Delta H = 131 \text{ kW}$.

De reactieproducten komen uit de vloeistofringpomp met

$\Delta H = 1551 \text{ kW}$. Om de temperatuur op 40 °C te houden is er dus 56,048 kg/sec van een azijnzuur/azijnzuuranhydride-mengsel als koelvloeistof nodig.

VI. Motivering van keuze van de apparatuur en berekening hiervan.

Het kraakproces vindt plaats bij 750 tot 1000 °C en een druk van 220 tot 100 mm Hg. Azijnzuur is dan in dampvorm aanwezig. De voeding wordt achtereenvolgens door verdamper T 1, oververhitter H 2, het reduceerventiel en voorverhitter O 3 van 25 °C en 1 atm. op de bovengenoemde condities gebracht.

Verdamper T 1:

De verdamper is een "Robertverdamer" met inwendige verticale pijpenbundel en inwendige natuurlijke circulatie. Het benodigde verwarmend oppervlak is 6,4 m². Voor de verwarming wordt stoom gebruikt van 13 atm. en 192 °C, welke in de gaskoeler H 6 wordt opgewekt.

In deze verdamper moet per seconde 2 kg azijnzuur worden verdampt. Het azijnzuur komt de verdamper in met een temperatuur van 25 °C. De benodigde warmte is dus:

$$\phi_w = (T_{\text{kookp.}} - T_{\text{in}}) \cdot M \cdot \text{soort.w.} + r \cdot M$$

$$\phi_w = (93 \cdot 2 \cdot 0,49 + 96,8 \cdot 2) \cdot 4,184 = 1191 \text{ kW}$$

Het benodigd verwarmend oppervlak is:

$$A = \frac{\phi_w}{U \cdot \Delta T}$$

$$h_{\text{kokende azijnzuur}} = 10 \text{ kW/m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$h_{\text{condenserende stoom}} = 15 \text{ -}$$

$$h_{\text{pijpwand}} = 7 \text{ -}$$

$$h_{\text{vervuiling}} = 10 \text{ -}$$

(Lit. 20, 21)

$$U = 2,5 \text{ kW/m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

De temperatuur van de vloeistof in de verdamper is 118 °C; de temperatuur van de condenserende stoom is 192 °C, dus is $\Delta T = 74 \text{ } ^\circ\text{C}$

$$A = \frac{1191}{2,5 \cdot 74} = 6,4 \text{ m}^2$$

Bij pijpen met ϕ 25 - 30 mm zijn er 164 verticale pijpen van 0,5 m lengte in de verdamper nodig.

Het stoomverbruik is 0,6 kg/sec.

Deze verdamper wordt geheel uitgevoerd in 18/8 Cr-Ni-staal.

Oververhitter H 2:

De oververhitter dient om te voorkomen dat tijdens het smoorproces, bij plaatselijke onderkoeling, condensatie plaats vindt en om eventuele meegevoerde kleine druppels alsnog te verdampen. Deze druppeltjes kunnen erosie en corrosie in het reduceerventiel veroorzaken.

De verwarming geschiedt door condenserende stoom aan de buitenzijde van een horizontale pijpenbundel; de azijnzuurdamp gaat door de pijpen. Het verwarmend oppervlak is 36 m^2 . De verdamping en de oververhitting vindt plaats bij 1 atm. pas daarna wordt de druk met behulp van een reduceerventiel en vacuumpomp P 11 gereduceerd. Door dit reduceerventiel is het proces beter regelbaar, dan wanneer het azijnzuur onder vacuum zou worden verdampt. De azijnzuurdamp moet in deze oververhitter van 118 tot 150°C gebracht worden. De temperatuur van de stoom is 192°C , dus $\Delta T_{\text{log.gem.}} = 56^\circ\text{C}$.

$$\phi_w = n \int_{391}^{423} c_p dT$$

$$\phi_w = \frac{2000}{60} \cdot 4,184 \cdot 10^{-3} \cdot \int_{391}^{423} (9,88 + 26,78 \cdot 10^{-3} T - 5,89 \cdot 10^{-6} T^2) dT$$

$$\phi_w = 121 \text{ kW}$$

Het verwarmend oppervlak is:

$$A = \frac{\phi_w}{U \cdot \Delta T}$$

$$U = 60 \text{ W/m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

(Lit. 20)

$$A = \frac{121.000}{60 \cdot 56} = 36 \text{ m}^2$$

Bij pijpen met ϕ 25 - 30 mm is er een lengte van 456 m nodig. Om een goede warmteoverdracht te verkrijgen moet $Re > 10^4$. De snelheid in de pijpen is dan ca. 60 m/sec. Per pass zijn dan 38 pijpen nodig. De warmtewisselaar wordt uitgevoerd met 4 pijppasses. Er zijn dan 152 pijpen van 3 m lengte nodig.

In deze oververhitter moeten de pijpen, de pijpenplaten en de rompsels met keerschotten van 18/8 Cr-Ni-staal zijn; de romp kan van C-staal zijn.

Voorverhittingsoven 03:

lk " $\rightarrow p = 0,45$
 $T = 136$

Na het reduceerventiel is de temperatuur en druk van de azijnzuurdamp respectievelijk 108°C en 340 mm Hg .

In deze oven wordt de azijnzuurdamp weer verhit tot 750°C .

De druk neemt daarbij af tot 220 mm Hg . 230 *omgerekend in atm*

De benodigde warmte wordt geleverd door de rookgassen uit de reactor 0,5. Bij de berekening is aangenomen, dat de gemiddelde temperatuur van de pijpen 300°C is.

Dan is $\Delta T_{\log.\text{gem.}} = 371^{\circ}\text{C}$

de gemiddelde temperatuur van de azijnzuurdamp $\bar{T} = 429^{\circ}\text{C}$.

De massastroom bedraagt 2 kg/sec , hetgeen overeenkomt met $33,3\text{ gmol/sec}$.

Door de lage druk kan de damp als een ideaal gas beschouwd worden, dus:

$$\phi_v = n \cdot \frac{22,4 \cdot 760}{273} \cdot \frac{T}{p} \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{sec}$$

$$\phi_{v \text{ in}} = 2,32 \text{ m}^3/\text{sec}$$

$$\phi_{v \text{ uit}} = 9,60 -$$

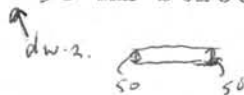
$$\phi_{v \text{ gem}} = 5,36 -$$

In verband met de lage druk zijn hoge gassnelheden vereist om een goede warmteoverdracht te verkrijgen. Indien de damp door 24 pijpen met $\phi 50 - 58\text{ mm}$ stroomt, treden de volgende gassnelheden op:

$$v_{\text{in}} = 49,2 \text{ m/sec}$$

$$v_{\text{uit}} = 205 -$$

$$\bar{v} = 114 -$$



Bij de gemiddelde druk en temperatuur heeft de azijnzuurdamp de volgende eigenschappen:

$$\bar{\eta} = 1,66 \cdot 10^{-5} \text{ Nsec/m}^2$$

$$\bar{\lambda} = 4,6 \cdot 10^{-2} \text{ W/m}^{\circ}\text{C}$$

$$\bar{c}_p = 3,5 \text{ kJ/kg}^{\circ}\text{C}$$

$$\bar{\rho} = 0,37 \text{ kg/m}^3$$

(Lit. 22,23)

Dit geeft:

$$\text{Re} = 12.680$$

$$\text{Pr} = 1,2$$

$$\text{Re}^{0,8} = 1780$$

$$\text{Pr}^{0,3} = 1,06$$

$$Nu = 0,023 \cdot Re^{0,8} \cdot Pr^{0,3} = 43,4 \quad (\text{Lit. 24})$$

$$h = \frac{\lambda \cdot Nu}{D} = 40 \text{ W/m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

De warmte die moet worden overgedragen is 3020 kW.

Het verwarmend oppervlak is:

$$A = \frac{\phi_w}{h \cdot \Delta T} = \frac{3020000}{40 \cdot 371} = 204 \text{ m}^2$$

*fout er is een grote afwijking aanwezig
pijpen zijn rood gloeiend dus deze manier*

De lengte van de pijpen moet dan zijn: *van berekening is alles op eenveel
gebaseerd*

$$L = \frac{204}{24 \cdot \pi \cdot 0,05} = 54 \text{ m}$$

Voor de voorverhittingsoven zijn dus 24 pijpen met een lengte van 54 meter, dit zijn 9 lengten van 6 meter, en met ϕ 50 - 58 mm nodig.

Deze pijpen moeten in verband met de hoge temperatuur van de pijpwand en de agressiviteit van het azijnzuur bij deze temperatuur van 25/20 Cr-Ni-staal zijn.

Reactor 0 5:

Hier wordt de benodigde reactiewarmte toegevoerd en het gasmengsel verhit tot 1000 $^\circ\text{C}$. De benodigde warmte wordt verkregen uit de rookgassen van gasbranders. Hier is de voorkeur gegeven aan gasbranders boven elektrische verhitte, omdat in Nederland aardgas goedkoper is, en omdat in het proces gas wordt geproduceerd, dat kan worden mee-verbrand. De warmteinhoud en temperatuur van de rookgassen die de reactor verlaten zijn voldoende om het azijnzuur in de voorverhitter te verwarmen tot 750 $^\circ\text{C}$. De rookgassen, die de voorverhitter verlaten, kunnen eventueel nog gebruikt worden voor opwekking van stoom.

Om volgreacties te vermijden moet de verblijftijd in de reactor klein zijn.

Bij aannahme van een gemiddelde pijpwandtemperatuur van 985 $^\circ\text{C}$ wordt gevonden:

$$\Delta T_{\log.\text{gem.}} = 110 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\bar{T}_{\text{gas}} = 875 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\phi_v \text{ in} = 9,6 \text{ m}^3/\text{sec}$$

$$\phi_v \text{ uit} = 47,8 \quad -$$

$$\phi_v \text{ gem} = 33,3 \quad -$$

Bij 36 pijpen met ϕ 75 - 87 mm geeft dit de volgende snelheden:

$$v_{\text{in}} = 60 \text{ m/sec}$$

$$v_{\text{uit}} = 301 \quad -$$

$$v_{\text{gem}} = 210 \quad -$$

Verder is bekend:

$$\bar{\eta} = 2,05 \cdot 10^{-5} \text{ N sec/m}^2$$

$$\lambda = 5 \cdot 10^{-2} \text{ W/m } ^\circ\text{C}$$

$$\bar{\rho} = 0,30 \text{ kg/m}^3$$

$$\bar{c}_p = 2,5 \cdot 10^3 \text{ J/kg } ^\circ\text{C}$$

(Lit. 22, 23)

dus is:

$$Re = 45.500$$

$$Re^{0,8} = 5500$$

$$Pr = 1$$

$$Nu = 127$$

$$h = 85 \text{ W/m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Het verwarmend oppervlak moet dan zijn:

$$A = \frac{3.837.000}{85 \cdot 110} = 407 \text{ m}^2$$

De lengte der pijpen is:

$$L = \frac{407}{36 \cdot \pi \cdot 0,075} = 48 \text{ m}$$

Er zijn dus 36 pijpen met ϕ 75 - 87 mm nodig van 48 meter lengte. Dit zijn 288 lengten van 6 meter.

De verblijftijd in de reactor is 0,23 sec.

Ook deze pijpen moeten van 25/20 Cr-Ni-staal zijn.

De grote wanddikte van de pijpen is noodzakelijk in verband met de corrosietoeslag.

Verdamper T 4:

Om de katalysator goed te kunnen doseren moet zij eerst in de gasfase worden gebracht. Dit geschiedt in de verdamer T 4 bij 1 atm. en 215 °C. De stoom, die hiervoor nodig is, heeft een temperatuur van 250 °C en een druk van 40 atm. Daarna wordt met behulp van een reduceerventiel het triethylfosfaat gedoseerd.

Aangezien er geen gegevens over triethylfosfaat bekend zijn, is hier verder geen berekening uitgevoerd. Wanneer de gegevens, nodig voor de berekening van de verdamer, bekend zijn, verloopt de berekening analoog met verdamer T 1.

Gaskoeler H 6:

Na reactor O 5 moet het reactiemengsel zo snel mogelijk worden gekoeld om volgreacties en de teruggaande reactie zoveel mogelijk tegen te gaan. Bovendien wordt ammoniak toegevoegd om de katalysator te vergiftigen.

Aangezien de gassen een temperatuur hebben van 1000 °C, is het zinvol de warmte te gebruiken voor het opwekken van stoom. Volgens literatuur 12 moet het gas binnen 0,8 seconde beneden een temperatuur van 360 °C worden gebracht. Om de warmte van het productgas zoveel mogelijk te benutten, en er toch nog verder gekoeld moet worden, wordt in gaskoeler H 6 tot 250 °C gekoeld. De berekening leert dat dit in 0,15 seconde kan geschieden.

De stoom, die hierbij wordt geproduceerd, is voldoende om de warmte, vereist in de verdamer T 1, oververhitter H 2 en de reboiler van de destillatiekolom H 15, te leveren. Voor de verdamer T 4 moet een deel van de stoom worden verhit en gecomprimeerd tot 250 °C en 40 atm.

? { Dit kan eventueel in de rookgassen uit de voorverhitter O 3 geschieden. De temperatuur en druk van de stoom die de gaskoeler verlaat bedraagt respectivelijk 192 °C en 13 ata.

$$\Delta T_{\log, \text{gem}} = 287 \text{ }^{\circ}\text{C}.$$

De gaskoeler wordt uitgevoerd met horizontale U-pijpenbundel. Boven de pijpenbundel wordt een ruimte opgehouden waar de stoom zich kan verzamelen, om bij onregelmatige stoomafname toch stoom te kunnen houden.

De gasstroom gaat door de pijpen, de stoom wordt aan de buitenzijde van de pijpen opgewekt.

Om een goede warmteoverdracht te verkrijgen moet de gas-snelheid groot zijn en de buisdiameter niet te klein worden gekozen.

$$\begin{aligned}\phi_v \text{ in} &= 47,8 \text{ m}^3/\text{sec} \\ \phi_v \text{ uit} &= 20,6 \text{ -} \\ \phi_v \text{ gem} &= 31 \text{ -}\end{aligned}$$

Bij 244 pijpen met ϕ 50 - 58 mm is:

$$\begin{aligned}v_{\text{in}} &= 100 \text{ m/sec} \\ v_{\text{uit}} &= 43 \text{ -} \\ v_{\text{gem}} &= 65 \text{ -}\end{aligned}$$

verder is:

$$\begin{aligned}\lambda &= 0,046 \text{ W/m }^{\circ}\text{C} \\ \eta &= 2,1 \cdot 10^{-5} \text{ N sec/m}^2 \\ \rho &= 0,065 \text{ kg/m}^3 \\ \bar{c}_p &= 1,9 \cdot 10^3 \text{ J/kg }^{\circ}\text{C}\end{aligned}$$

dus is:

$$\begin{aligned}Re &= 10.100 & Re^{0,8} &= 1.610 \\ Pr &= 0,87 & Pr^{0,3} &= 0,96 \\ Nu &= 35,5 \\ h_{\text{gas}} &= 33 \text{ W/m}^2 \text{ }^{\circ}\text{C} \\ h_{\text{wand}} &= 5000 \text{ -} \\ h_{\text{stoom}} &= 295 \text{ -} \\ h_{\text{vervuiling}} &= 10000 \text{ -} \\ U &= 30 \text{ W/m}^2 \text{ }^{\circ}\text{C}\end{aligned}$$

$$\phi_w = \sum_i n_i \int_{T_1}^{T_2} c_{p_i} dT$$

$$T_1 = 523 \text{ } ^\circ\text{K} \quad T_2 = 1273 \text{ } ^\circ\text{K}$$

azijnzuur:	1,33.4,184(7,420 + 18,050 - 3,770) =	121 kW
keteen:	28,35.4,184(3,590 + 15,210 - 4,610) =	1680 -
water:	30 .4,184(5,160 + 2,215 - 0,220) =	900 -
koolmonoxide:	2,71.4,184(4,760 + 1,220 - 0,173) =	66 -
kooldioxide:	1,5 .4,184(4,790 + 6,840 - 2,185) =	59 -
etheen:	0,64.4,184(2,265 + 19,030 - 5,465) =	43 -
methaan:	1,61.4,184(2,400 + 12,420 - 2,870) =	81 -
waterstof:	0,5 .4,184(5,210 - 0,128 + 0,336) =	11 -
triethylfosfaat:		6 -

$$\phi_w = 2967 \text{ kW}$$

Het koelend oppervlak is dus:

$$A = \frac{2967 \cdot 10^3}{30 \cdot 287} = 345 \text{ m}^2$$

244 pijpen met ϕ 50 - 58 mm en een lengte van 9 meter hebben een oppervlak van 345 m².

Dit zou een koeler kunnen zijn van 3 meter met 3 pijp-passes; er is echter om hierna genoemde redenen de voorkeur gegeven aan een bundel U-vormige pijpen met een gemiddelde lengte van 9 meter.

In de koeler hebben 488 pijpen een doorsnede nodig met een oppervlak van 3,47 m².

Voor de stoomruimte wordt in de doorsnede een oppervlak van 0,84 m² gelaten, zodat het totale oppervlak van de doorsnede van de koeler 4,31 m² wordt.

De inwendige diameter van de koeler is dan:

$$D = \sqrt{\frac{4,31 \cdot 4}{\pi}} = 2,34 \text{ m}$$

De hoogte van de stoomruimte is 54 cm.

De verblijftijd van de gassen in de koeler bedraagt ongeveer 0,15 seconde. Hiermee wordt ruimschoots voldaan aan de eis van 0,8 seconde in literatuur 12.

De dikte van de wand van de romp moet minimaal zijn:

$$2t \sigma = pD \quad t = \frac{13 \cdot 2340}{2 \cdot 740} = 21 \text{ mm}$$

In verband met een corrosietoeslag en drukveiligheid wordt voor de wanddikte 30 mm genomen. Tevens moet op deze koeler een drukveiligheid van 16 ata worden aangebracht.

Aangezien het gas deze koeler binnenkomt met een temperatuur van 1000 °C, wordt in deze koeler de pijpen, de pijpenplaat en de rompsdeksel met keerschot van 25/20 Cr-Ni-staal vervaardigd. De romp zelf kan van C-staal worden gemaakt, wat een kostenbesparing op het materiaal ten gevolge heeft. Het 25/20 Cr-Ni-staal heeft echter een veel grotere uitzettingscoëfficiënt dan het C-staal van de romp. Daardoor gaan de pijpen, wanneer zij tussen twee pijpenplaten worden gemonteerd, bij verhitting tot ca. 200 °C knikken. Dit onplezierig effect kan door de hoge druk in de romp niet met een balg worden opgeheven. Het werken met een losse pijpenplaat geeft een mogelijkheid tot lekkage, zodat hier gekozen is voor een warmte-wisselaar met een U-bundel. Bij de bouw van deze warmte-wisselaar moet dan rekening gehouden worden met de grotere lengteverandering van de pijpen, dan van de romp. Er moet een extra ruimte hiervoor in de romp van 5 mm aangehouden worden.

zod.!!
knud uitgerand

Wanneer de gehele koeler van 25/20 Cr-Ni-staal gebouwd zou worden, treedt het probleem van het knikken niet noemenswaard op. De warmteweerstand ligt voornamelijk in het gas, zodat het gemiddelde temperatuursverschil tussen de pijpen en de wand van de romp slechts 25 °C is. De romp vervaardigd van 25/20 Cr-Ni-staal is echter ca. driemaal zo duur.

De stoomproductie in deze gaskoeler is:

$$\phi_{m, \text{ stoom}} = \frac{2967}{2000} = 1,48 \text{ kg/sec.}$$

Warmtewisselaar H 7:

Om uit het productgas zoveel mogelijk water te halen moet zo diep mogelijk gekoeld worden. Eerst wordt gekoeld met koelwater tot 50 °C. Lager heeft weinig zin, omdat de meeste warmte vrijkomt bij de condensatie van de waterdamp, welke onder de heersende condities pas optreedt bij een temperatuur beneden 35 °C. Met water als koelend medium is hiervoor een zeer groot koelend oppervlak vereist.

In deze warmtewisselaar wordt het productgas van 250 °C gekoeld tot 50 °C. De temperatuur van het koelwater bedraagt 20 °C, welke oploopt tot 40 °C.

$$\Delta T_{\text{log.gem.}} = 92 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\phi_w = 629 \text{ kW}$$

$$h_{\text{water}} = 10.000 \text{ W/m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$h_{\text{pijp}} = 7.000 \text{ -}$$

$$h_{\text{gas}} = 75 \text{ -}$$

$$h_{\text{verv.}} = 2.000 \text{ -}$$

$$U = 72 \text{ -}$$

(Lit. 20)

Het koelend oppervlak moet dus zijn:

$$A = \frac{629.000}{72 \cdot 94} = 93 \text{ m}^2$$

De totale lengte pijp met ϕ 25 - 30 mm is dus 1188 meter.

Bij een lengte van 3 meter zijn er dus 396 pijpen nodig.

De benodigde hoeveelheid koelwater is:

$$\phi_m = \frac{629}{20,4,184} = 7,6 \text{ kg/sec}$$

Om een $Re > 10^4$ te krijgen moet door één pijp 0,23 kg/sec gaan. Er zijn dus per pass 33 pijpen nodig. Het aantal pijppasses is dus 12.

Voor de correctiefactor op het gemiddeld temperatuursverschil zie ook literatuur 21.

$$p = 0,87$$

$$R = 10$$

Bij één shellpass is $F = 0,9$.

Bij twee shellpasses, door een horizontale baffle aan te brengen, kan deze correctiefactor teruggebracht worden tot 0,98; bij drie horizontale baffles zelfs tot 0,99. Deze correctiefactor is verder bij deze berekening verwaarloosd.

De diameter van de warmtewisselaar is:

$$D_{\text{inw.}} = 878 + 30 + 62 + 120 = 1090 \text{ mm}$$

Om aan de buitenzijde een goede warmteoverdracht van het gas te verkrijgen moet om de 500 mm een baffle worden aangebracht; in totaal dus 5 stuks. De openingen in de baffles beslaan ongeveer 20 % van de totale warmtewisselaar. Zij worden aangebracht als in figuur 1.

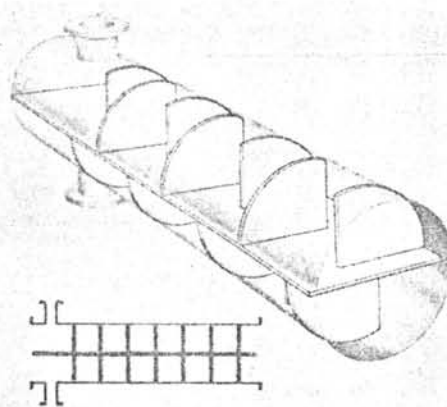


fig. 1

standard segmental two shell pass baffle design

Bij deze warmtewisselaar moeten de romp, de pijpen, de baffles en de pijpenplaten van 18/8 Cr-Ni-staal zijn. De rompdeksels met de keerschotten kunnen echter van C-staal gemaakt worden.

Warmtewisselaar H 8:

Om voldoende water uit het productgas te verwijderen wordt het productgas tot -10°C gekoeld. Koeling tot slechts 0°C zou een productieverlies aan azijnzuuranhydride van 6 % betekenen, hetgeen neerkomt op 5.000 ton/jaar.

Voor de koeling wordt pekkel gebruikt, omdat eventuele lekkage direct merkbaar is in de condensstroom, terwijl freon met de productgassen meegaat. Bovendien is traps-

gewijze koeling in tegenstroom met freon moeilijker te verwezenlijken. Wordt het productgas in de koelers meteen tot -10°C gekoeld, dan treedt ijsvorming op.

Bij tegenstroom zijn zes pekkelkoelers in serie vereist. In de eerste koelers condenseert uitsluitend water (met wellicht kleine verontreiniging in de vorm van ammonium-acetaat e.d.), daarna condenseert een water/azijnzuur-mengsel, dat in de laatste koeler een smeltpunt heeft beneden -10°C .

Het condens wordt onder uit de koelers afgetapt.

In de pekkelkoelers wordt het productgas gekoeld van 50°C tot -10°C in tegenstroom in een serie van zes pekkelkoelers. De temperatuur van de pekkel loopt op van -15°C tot $+10^{\circ}\text{C}$.

$$\Delta T_{\text{log.gem.}} = 17^{\circ}\text{C}$$

De af te voeren warmte bedraagt :

$$\phi_w = 1662 \text{ kW}$$

De benodigde hoeveelheid pekkel is:

$$\phi_m = \frac{1662}{25.4 \cdot 184} = 15,9 \text{ kg/sec}$$

$$U = 70 \text{ W/m}^2 \text{ }^{\circ}\text{C} \quad (\text{Lit. 20})$$

Het koelend oppervlak moet zijn:

$$A = \frac{1.662.000}{70 \cdot 17} = 1400 \text{ m}^2$$

De totale lengte pijp met ϕ 25 - 30 mm is 17.800 meter. Wanneer per pass 82 pijpen worden doorstroomd door de benodigde pekkel, is $Re = 10.000$. In totaal zijn er dan 82 pijpen van 216 meter nodig. Om een goede tegenstroom te verkrijgen, worden deze ondergebracht in 6 koelers van 6 meter lengte. Per koeler zijn dan 6 pijppasses nodig; iedere koeler heeft dan $6 \times 82 = 492$ pijpen van 6 meter lengte.

Omdat hier zes afzonderlijke koelers worden toegepast zijn hier geen horizontale baffles nodig. Per koeler zijn wel 14 verticale baffles op een afstand van 40 cm van elkaar vereist om een goede warmteoverdracht in de gasfase te verkrijgen.

De openingen in de baffles dienen 20 % van de totale doorsnede van de koelers te beslaan.

Corrosie-technisch geven deze warmtewisselaars grote problemen bij de constructie. Enerzijds is voor het keteen en azijnzuur Cr-Ni-stalen pijpen vereist, anderzijds is monel voor de pekkel het aangewezen constructie materiaal. Monel wordt echter door azijnzuur sterk aangetast, zodat gekozen is voor 18/8 Cr-Ni-staal. Wanneer een geschikte inhibitor voor het chloride gevonden kan worden, kunnen deze warmtewisselaars van dit materiaal goed voldoen.

In verband met de electrolytische corrosie wordt de gehele warmtewisselaar van 18/8 Cr-Ni-staal vervaardigd.

*monel is te duur
binnen warmtewisselaar
van buiten monel
maar pekkel is ondoordringend*

Cycloon Cy 10:

In het gas, dat met grote snelheid door de pekkelkoelers stroomt, worden kleine vloeistofdruppels meegevoerd. Deze worden in vier parallel geschakelde cyclonen afgescheiden. Er worden hier vier parallel geschakelde cyclonen toegepast, om de drukval over deze afscheidingssectie zo laag mogelijk te houden; bovendien is de scheidende werking van een cycloon met kleine diameter groter dan van een cycloon met grote diameter. In de handel zijn cyclonen te verkrijgen als in figuur 2 is aangegeven. (Lit. 29)

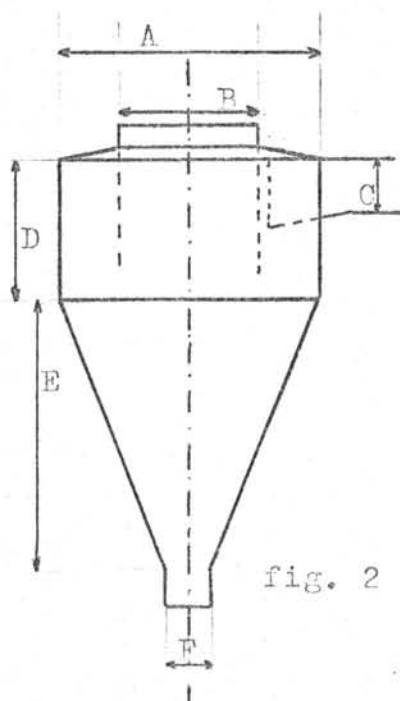


fig. 2

capaciteit in m^3/sec
maten in mm.

cap.	1,65	6,6
A	1830	3050
B	965	1730
C	355	635
D	1315	2135
E	1755	3125
F	203	203

De drukval in een cycloon is:

$$\Delta p = c \cdot \frac{1}{2} \rho v^2$$

$$\rho = 0,216 \text{ kg/m}^3$$

$$c = 16$$

Bij de cycloon met een capaciteit van $1,65 \text{ m}^3/\text{sec}$ is
 $v = 13,5 \text{ m/sec}$.

Bij de cycloon met een capaciteit van $6,6 \text{ m}^3/\text{sec}$ is
 $v = 15,8 \text{ m/sec}$.

Bij vier kleine cyclonen bedraagt de drukval:

$$\Delta p = 16 \cdot \frac{1}{2} \cdot 0,216 \cdot 184 = 318 \text{ N/m}^2$$

$$\Delta p = 0,003 \text{ ata}$$

Bij één grote cycloon bedraagt de drukval:

$$\Delta p = 16 \cdot \frac{1}{2} \cdot 0,216 \cdot 250 = 432 \text{ N/m}^2$$

$$\Delta p = 0,004 \text{ ata}$$

Aangezien hier bij lage drukken wordt gewerkt is een kleinere drukval erg belangrijk in verband met de capaciteit van de vloeistofringpomp.

De centripetale versnelling van een cycloon is:

$$a = v^2/r$$

Bij de kleine cyclonen bedraagt deze 201 m/sec^2 , dit is $20,5 \times g$.

Bij de grote cycloon bedraagt deze 164 m/sec^2 , dit is $16,7 \times g$.

De scheidende werking van de kleine cyclonen is dus ook beter dan van de grote cycloon.

Deze cyclonen moeten worden uitgevoerd in 18/8 Cr-Ni-staal.

Vacuumslot V 9:

Het condens uit de pekelkoelers en de cyclonen wordt via een barometrisch been en het vacuumslot afgevoerd. Dit is noodzakelijk om het vacuum in stand te houden. Het barometrisch been van 9 meter lengte mondt uit onder de vloeistofspiegel van het vacuumslot. Via een overloop wordt het condens naar de opwerkinstallatie geleid.

Het vacuumslot en het barometrisch been worden in 18/8 Cr-Ni-staal uitgevoerd.

Vloeistofringpomp P 11:

Het productgas is nu vrijwel geheel ontdaan van waterdamp en het gas kan nu in contact worden gebracht met azijnzuur, waarbij het keteen met azijnzuur reageert tot azijnzuuranhydride. Bij vrijwel alle bestaande industriële processen wordt het keteen in een serie absorptiekolommen bij de heersende lage druk (ca. 100 mm Hg) in het azijnzuur geabsorbeerd. De vacuumpomp, welke de benodigde vacuum moet leveren, is na deze kolommen geplaatst. Bij deze methode is men gedwongen om bij lage druk te absorberen, hoewel dit de absorptie in sterke mate afremt. Het productgas heeft een zo hoge keteenconcentratie, dat bij atmosferische druk dimerisatie en polymerisatie van het keteen zal plaatsvinden, met als gevolg ongewenste aanslag van polymerisatieproducten in de apparaten en leidingen, en verlaging van de opbrengst. (Lit. 13, 14) Behalve de slechte absorptie heeft dit werken bij deze lage druk ook nog tot gevolg, dat een groot deel van het azijnzuur en azijnzuuranhydride in de dampfase overgaat, hetgeen impliceert dat na de absorptiekolommen nog nawassers nodig zijn om dit uit de afgassen te verwijderen. In literatuur 14 wordt aangegeven, dat bij een productie van 500 ton/maand azijnzuuranhydride twee 4,3 meter hoge absorptiekolommen met ϕ 800 mm en twee evengrote nawassers nodig zijn. Dit betekent dus, dat in dit fabrieksvoorontwerp (gebaseerd op 80.000 ton/jaar) een enorm grote absorptieinstallatie nodig zou zijn. Dezelfde literatuur geeft een aantrekkelijk alternatief. Deze houdt in, dat men een vloeistofringpomp plaatst direct na de cycloon Cy 10. Door als vloeistof in de pomp een azijnzuur/azijnzuuranhydridemengsel te nemen kan de pomp twee functies vervullen. In de eerste plaats levert zij het vacuum voor het kraakproces en in de

tweede plaats vindt in de pomp de absorptie van het keteen en de reactie tot azijnzuuranhydride plaats. In een proefopstelling is aangetoond, dat bij een aanzuigvolume van $28 \text{ m}^3/\text{min}$ bij 110 mm Hg en met een bedrijfsinhoud van de pomp van ca. 80 liter en slechts 7 - 8 % azijnzuur in de vloeistofring er geen keteen meer in het afgas aantoonbaar is.

Figuur 3 geeft het proces weer met absorptiekolommen. Ook hier moeten de stromen, die de apparaten verlaten gekoeld worden om productieverlies door verdamping te voorkomen.

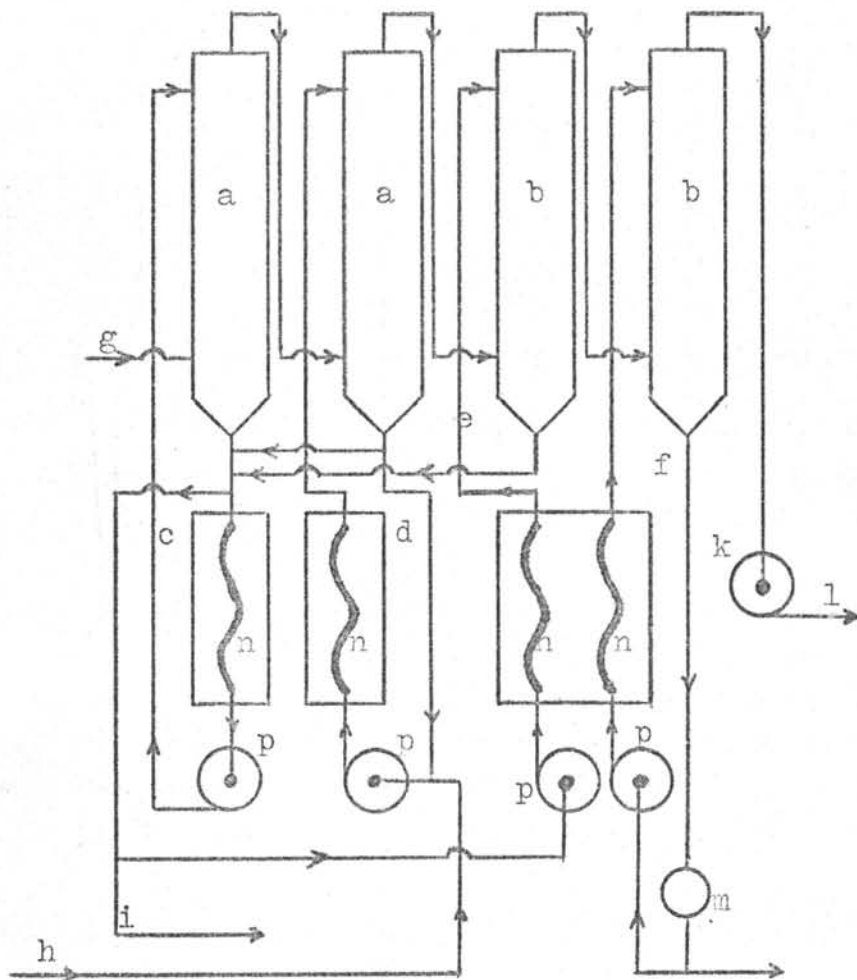


fig. 3

- | | |
|--------------------------|----------------------------|
| a. hoofdwasser | h. azijnzuurtoevoer |
| b. nawasser | i. ruwe azijnzuuranhydride |
| c. } gekoelde azijnzuur/ | k. vacuumpomp |
| d. } azijnzuuranhydride- | l. afgas |
| e. } kringloop | m. buffertank voor verdund |
| f. kringloop voor | azijnzuur |
| verdund azijnzuur | n. koeler |
| g. keteentoevoer | p. pomp |

Figuur 4 geeft weer de eenvoud van het proces met een vloeistofringpomp.

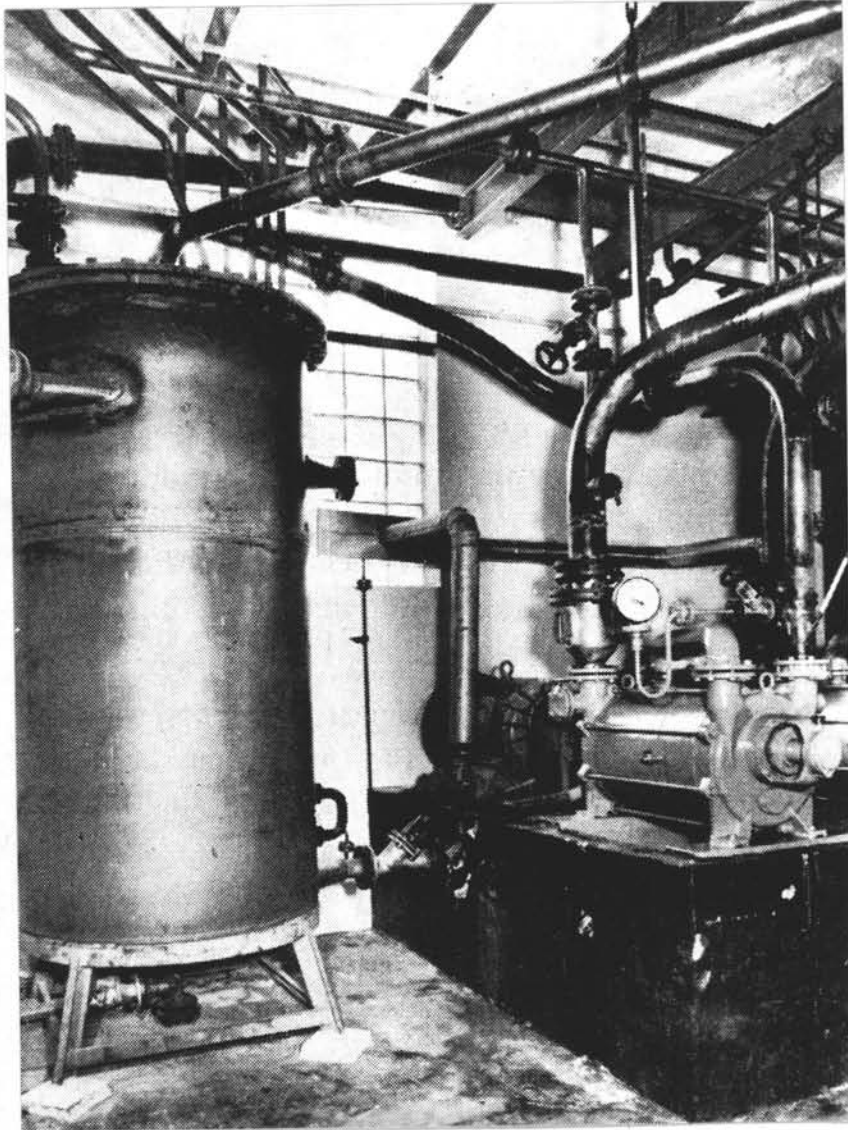


fig. 4 (foto overgenomen uit lit. 14) *is nu proefopstelling en veel kleiner als de pomp die je nodig hebt*

Doordat het keteen in de vloeistofringpomp zeer intensief in contact is met het azijnzuur, vindt zeer snelle absorptie plaats en is de kans op polymerisatie en dimerisatie zeer gering, terwijl de druk toch oploopt tot 1 atm.

Verder heeft de vloeistofringpomp de volgende voordelen:

1. Het afgas verlaat de koeler/afscheider bij normaal druk en 25 °C. De partiaalspanning van azijnzuur en azijnzuuranhydride zijn te verwaarlozen, dus zijn er geen nawassers nodig.

2. Een hoger in te stellen azijnzuuranhydride concentratie in de vloeistof van de vloeistofringpomp dan in de wasvloeistof van de absorptiekolom. Dus lager energie verbruik in de destillatiekolom.

3. Weinig storing; een pomp uitgerust met sleepringen kan jarenlang ononderbroken werken, voordat de sleep- ringen vervangen moeten worden. Bij een eventuele storing kan makkelijk een reserve pomp worden bijgezet.

4. Weinig grote vacuumruimten, dus minder kans op lekken.

5. De vloeistofringpomp neemt aanzienlijk minder ruimte in beslag, dan een uitgebreide absorptieinstallatie.

Deze voordelen wegen duidelijk op tegen het energiever- bruik van de pomp. Daarom is in dit ontwerp gekozen voor de vloeistofringpomp.

Volgens literatuur 25 is de maximale bouwgroote van de vloeistofringpomp een pomp met een capaciteit van $15.000 \text{ m}^3/\text{h}$ bij 250 Torr en $8.000 \text{ m}^3/\text{h}$ bij 30 Torr.

Het verband tussen capaciteit en aanzuigdruk wordt ge- geven door figuur 5. Bij 90 Torr = 0,118 ata is de capaciteit $13.000 \text{ m}^3/\text{h} = 3,6 \text{ m}^3/\text{sec}$.

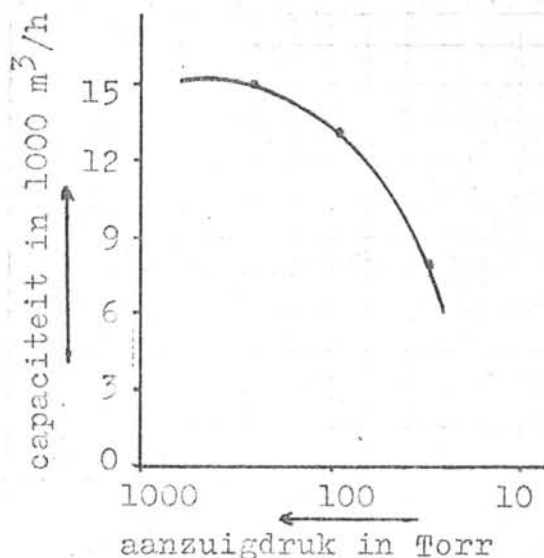


fig. 5

De aan te zuigen hoeveelheid productgas is:

$$\phi_m = \frac{31}{60} + \frac{1190}{42} + \frac{14}{18} + \frac{76}{28} + \frac{66}{44} + \frac{29}{18} + \frac{13}{28} + \frac{1}{2} = 36,6 \text{ gmol/sec}$$

Het volume bij 0,118 ata en -10°C bedraagt:

$$\phi_v = 36,6 \cdot 22,4 \cdot 10^{-3} \cdot \frac{760}{90} \cdot \frac{263}{273} = 6,66 \text{ m}^3/\text{sec}$$

Er zijn dus twee vloeistofringpompen met een capaciteit van $3,33 \text{ m}^3/\text{sec} = 12.000 \text{ m}^3/\text{h}$ bij 90 Torr per stuk nodig.

Voor de koeling moet per pomp 26 liter/sec van een azijnzuur/azijnzuuranhydridemengsel van 25°C worden toegevoegd, hetgeen overeenkomt met de aangegeven hoeveelheid vloeistof in literatuur 25.

Het bedrijfsvolume van de vloeistofringpomp is niet bekend. In de literatuur was daar niets over te vinden. Ook bedrijven als Maters in Beverwijk en K.S.B. in Amsterdam konden daar geen inlichtingen over verschaffen. Aangenomen wordt een volume van 200 liter. De verblijftijd van de reactanten in de vloeistofringpomp bedraagt dan:

$$\phi_{v \text{ uit}} = 26,5 + 89,5 = 116 \text{ liter/sec.}$$

$$\tau = \frac{V}{\phi_{v \text{ uit}}} = \frac{200}{116} = 1,7 \text{ sec}$$

Deze pompen moeten van 18/8 Cr-Ni-staal worden vervaardigd. Bij een goede constructie van de pomp is geen kavitatie te verwachten, aangezien de dampdruk bij 40°C van azijnzuur 34 mm Hg en van azijnzuuranhydride 13 mm Hg is.

Voor deze pompen zijn zeer zware motoren nodig; het vermogen ligt in de orde van 1000 pk, dit is ca. 750 kW.

Koeler/afscheider H 12:

De productstroom uit de vloeistofringpomp heeft een temperatuur van 40°C . De gasstroom bevat de diverse restgassen uit het kraakproces en bovendien 18 g/sec azijnzuurdamp en 12 g/sec azijnzuuranhydriedamp. Om het verlies aan azijnzuur en azijnzuuranhydride in de afgassen te minimaliseren wordt de totale stroom tot 25°C gekoeld. In het afgas zit dan nog respectievelijk 8 en 3 g/sec. Deze hoeveelheden zijn in dit ontwerp verwaarloosd.

De koeling geschiedt met pekkel, omdat hiermee een veel kleiner koelend oppervlak nodig is dankzij de grotere ΔT dan bij koeling met koelwater. Bovendien kan de koeling nu in een bakkoeler verwezenlijkt worden, waardoor een eenvoudige afscheiding plaats vindt. Er is nu geen tegenstroom noodzakelijk en een pekkelinstallatie moet toch worden gebouwd voor de pekkelkoelers H 8. De producten worden van 40°C tot 25°C gekoeld, de pekkel wordt opgewarmd van -15°C tot $+10^{\circ}\text{C}$.

$$\Delta T_{\text{log.gem.}} = 35^{\circ}\text{C}$$

$$p = 0,455$$

$$R = 0,6$$

$$F = 0,95$$

$$\Delta T_M = F \cdot \Delta T_{\text{log.gem.}} = 33^{\circ}\text{C}$$

De te koelen stroom bestaat uit 53 liter/sec vloeistof en 179 liter/sec gas; dus 77 % is gasvormig.

Bij een goede bellenverdeling in de stroom tussen de pijpen, hiertoe wordt een zeefplaat onder de pijpen aangebracht, is de warmteoverdrachtscoëfficiënt

$$U = 250 \text{ W/m}^2 \text{ }^{\circ}\text{C}. (\text{Lit. 20})$$

De hoeveelheid af te voeren warmte is:

$$\phi_w = 1551 \text{ kW}$$

Het benodigde koelend oppervlak bedraagt:

$$A = \frac{1.551.000}{250 \cdot 33} = 188,5 \text{ m}^2$$

Bij pijpen met ϕ 25 - 30 mm is er een lengte van 2412 meter nodig. Dat zijn 1206 pijpen van 2 meter lengte.

Om een goede warmteoverdracht te verkrijgen moeten de pijpen horizontaal worden opgesteld; de voeding komt onderin aan de buitenzijde van de pijpen de koeler in, waardoor de bellen zich langs de dwarsdoorsnede van de pijpen een weg moeten banen. De pijpenbundel mag niet te lang en te breed zijn om een gelijkmatig over de pijpenbundel verdeelde bellenstroom te verkrijgen, waardoor de bellenstroom een gelijkmatiger beweging in de vloeistof veroorzaakt.

De pijpenbundel is 2 meter lang, ca 1,45 m breed en 1,50 m hoog.

De benodigde hoeveelheid pek is:

$$\phi_m = \frac{1551}{25 \cdot 4,134} = 14,9 \text{ kg/sec}$$

Per pass worden 67 pijpen doorstroomd; in de koeler zijn dus 18 pijppasses. Per pass worden twee rijen pijpen doorstroomd.

Hier treedt voor de corrosiebestendigheid dezelfde problemen op als bij de pekkoelers H 8. Ook dit apparaat wordt geheel vervaardigd van 18/8 Cr-Ni-staal.

Destillatiekolom D 13:

Bij de destillatie is alleen een hoge zuiverheid van het azijnzuuranhydride bij het bodemproduct van belang. Het topproduct wordt, na koeling in warmtewisselaar H 16 tot 25 °C, gerecirculeerd in de vloeistofringpomp. Hierdoor is het niet nodig zo zuiver mogelijk azijnzuur te verkrijgen.

Voor de berekening van de destillatiekolom is uitgegaan van een topproduct bestaande uit 90 % azijnzuur en 10 % azijnzuuranhydride. Het bodemproduct heeft een zuiverheid groter dan 99 % azijnzuuranhydride.

De voeding is 3,282 kg/sec bestaande uit 0,427 kg/sec azijnzuur en 2,855 kg/sec azijnzuuranhydride.

Dit wordt gesplitst in y kg/sec destillaat en (3,282 - y) kg/sec ketelaftap.

Bij beschouwing van de azijnzuuranhydridefractie, wordt voor y gevonden:

$$2,855 = 0,10 \cdot y + 0,99 \cdot 3,282 - 0,99 \cdot y$$

$$y = \frac{0,99 \cdot 3,282 - 2,855}{0,89} = 0,443$$

Dus de voeding wordt gesplitst in;

0,443 kg/sec destillaat en 2,839 kg/sec ketelaftap.

Berekening van het aantal theoretische schotels.

Aangezien in de literatuur alleen gegevens voor de x,y-grafiek van een azijnzuur/azijnzuuranhydridemengsel waren te vinden, is de grafische methode van McCabe en Thiele gekozen ter bepaling van het aantal theoretische schotels. (Lit. 24) De gegevens zijn afkomstig uit literatuur 26 en 27. De grafische bepaling van het aantal theoretische schotels vindt men uitgewerkt in figuur 6 en 7 in de bijlagen I en II. Figuur 7 is een gedeeltelijke uitvergroting van figuur 6 om een nauwkeurige bepaling van het aantal schotels te verkrijgen.

In literatuur 17 wordt aangegeven, dat een refluxverhouding van 2 een goede aanname is. De afsnijding van de y-as door de eerste werklijn is gelijk aan:

$$x_D/(R+1) \quad (\text{Lit. 24}) \quad \text{en bedraagt dus } 0,90/3 = 0,30.$$

De eerste werklijn gaat door de punten (0,90 - 0,90) en (0 - 0,30)

De voeding heeft een temperatuur van 25 °C.

$$H_F = 0 \quad \text{J/mol}$$

$$H'' = 595,5 \quad \text{J/mol}$$

$$H' = 218,1 \quad \text{J/mol}$$

$$q = \frac{H'' - H_F}{H'' - H'} = 1,58$$

$$\text{De helling van de q-lijn is: } \frac{q}{q-1} = 2,72$$

Gevonden wordt: 17 theoretische schotels

Bij een schotelrendement van 0,5 is dus een kolom met 34 praktische schotels vereist.

Als de hoogte tussen twee schotels 40 cm bedraagt, is de totale hoogte van de kolom ca. 14 meter.

Deze destillatiekolom moet geheel van 18/8 Cr-Ni-staal vervaardigd worden.

Condensor H 14:

Aangezien het topproduct in vloeibare vorm wordt gerecirculeerd, wordt hier een totale condensor toegepast. De temperatuur van de damp en het condens is 120°C ; van het koelwater loopt de temperatuur op van 20°C tot 40°C .

$$\Delta T_{\text{log.gem.}} = 90^{\circ}\text{C}$$

$$\phi_w = 524 \text{ kW}$$

$$U = 2000 \text{ W/m}^2 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

Het benodigd verwarmend oppervlak bedraagt:

$$A = \frac{524.000}{2000 \cdot 90} = 2,91 \text{ m}^2$$

Hiervoor is nodig 38 meter pijp met ϕ 25 - 30 mm.

De condensor wordt horizontaal toegepast met 38 pijpen van 1 meter lengte.

De hoeveelheid benodigd koelwater is:

$$\phi_m = \frac{524}{20 \cdot 4,184} = 6,25 \text{ kg/sec}$$

Bij twee pijppasses is de snelheid van het koelwater in de pijpen:

$$v = 0,67 \text{ m/sec}$$

$$\text{Re} = 17.000$$

Van de condensor moeten de pijpen, depijpenplaten en de romp van 18/8 Cr-Ni-staal, de rompdeksels met het keerschot kan van C-staal vervaardigd worden.

Reboiler H 15:

Het bodemproduct wordt in deze reboiler tot koken gebracht met behulp van de stoom verkregen uit de gaskoeler H 6.

Temperatuur van de condenserende stoom is 192°C .

Temperatuur van het kokend bodemproduct is 138°C .

$$\Delta T = 54^{\circ}\text{C}$$

$$U = 5000 \text{ W/m}^2 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$\phi_w = 1199 \text{ kW}$$

Het verwarmend oppervlak bedraagt:

$$A = \frac{1.199.000}{54 \cdot 5000} = 44,4 \text{ m}^2$$

Hiervoor is nodig 566 meter pijp met ϕ 25 - 30 mm.

Er wordt een verdamper toegepast met verticale pijpenbundel. De verdamping geschiedt in de pijpen. Bij 566 pijpen van 1 meter lengte is de diameter van de reboiler ca. 1,15 m.

De benodigde hoeveelheid stoom is:

$$\phi_m = \frac{1199}{2000} = 0,6 \text{ kg/sec stoom.}$$

Van de reboiler worden de pijpen, de pijpenplaten en de rompdeksels van 18/8 Cr-Ni-staal, de romp van C-staal uitgevoerd. De temperatuur van de romp wordt hoger, dan van de pijpen. Door de grotere uitzettingscoëfficiënt van 18/8 Cr-Ni-staal dan van C-staal worden de pijpen toch op druk belast. Deze belasting is echter niet zo groot dat gevaar voor knikken optreedt.

Warmtewisselaar H 16:

Het topproduct uit de destillatiekolom heeft een temperatuur van 120 °C. Om bij te kunnen dragen tot de koeling van de vloeistofringpomp wordt het gekoeld tot 25 °C in een dubbele pijpkoeler met koelwater in tegenstroom. Om een groter koelend oppervlak te verkrijgen wordt een vinpijp gebruikt.

$$\Delta T_{\text{log.gem.}} = 27 \text{ °C}$$

$$\phi_w = 85 \text{ kW}$$

$$U = 500 \text{ W/m}^2 \text{ °C}$$

Het benodigd koelend oppervlak is:

$$A = \frac{85.000}{27 \cdot 500} = 6,30 \text{ m}^2$$

Dit oppervlak wordt volgens de tabel in bijlage III geleverd door een pijp met ϕ 39,5 - 44,5 mm met 24 ribben van 20 mm hoogte en een lengte van 6 meter.

De benodigde hoeveelheid koelwater is:

$$\phi_m = \frac{85}{20 \cdot 4,184} = 1 \text{ kg/sec}$$

De vinpijp wordt uitgevoerd van 18/8 Cr-Ni-staal;
de buitenpijp met ϕ 85 - 93 mm van C-staal. Om de
drukspanning op de binnenpijp te verlagen, wordt de
buitenpijp uitgevoerd met een balg.

Warmtewisselaar H 17:

Het bodemproduct van de destillatiekolom heeft een tem-
peratuur van 138 °C en moet, voordat het naar de opslag-
tanks wordt geleid, worden gekoeld. Koeling tot 40 °C
zal voldoende zijn om de adem-verliezen te minimaliseren.
In de leidingen naar de opslagtank en in de opslagtank
zal het product verder afkoelen.

In verband met de betrekkelijk geringe hoeveelheden te
koelen vloeistof wordt ook hier een dubbele pijpkoeler
met vinpijpen gebruikt.

$$T_{\text{koelwater in}} = 20 \text{ °C}$$

$$T_{\text{koelwater uit}} = 40 \text{ °C}$$

$$T_{\text{product in}} = 138 \text{ °C}$$

$$T_{\text{product uit}} = 40 \text{ °C}$$

$$\Delta T_{\text{log.gem.}} = 49 \text{ °C}$$

$$\phi_w = 590 \text{ kW}$$

$$U = 1000 \text{ W/m}^2 \text{ °C}$$

Het benodigd koelend oppervlak is:

$$A = \frac{590.000}{49 \cdot 1000} = 12 \text{ m}^2$$

Dit oppervlak wordt volgens de tabel in bijlage III
geleverd door een pijp met ϕ 50 - 57 mm met 36 ribben
van 26,5 mm hoogte en een lengte van 6 meter.

De massastroom door de pijp is 2,393 kg/sec azijnzuur-
anhydride, hetgeen overeenkomt met 2,68 liter/sec.

$$v = \frac{2,68}{\frac{1}{4} \pi 2,5^2} = 1,38 \text{ m/sec}$$

$$Re = 7.10^4$$

De massastroom door de buitenpijp is de benodigde hoeveelheid koelwater:

$$\dot{m} = \frac{590}{20 \cdot 4,184} = 7,1 \text{ kg/sec}$$

Het Reynoldsgetal van het koelwater om de ribbenpijp is ca. $1,3 \cdot 10^4$. Dus beide zijn hoog genoeg voor een goede warmteoverdracht.

De vinpijp wordt uitgevoerd van 18/8 Cr-Ni-staal; de buitenpijp met ϕ 101 - 109 mm van C-staal. Ook hier moet de buitenpijp uitgerust worden met een balg. Door de vinnen is de pijp welliswaar tegenknikken beschermd, doch de spanning loopt zonder balg op tot boven de maximaal toelaatbare spanning (Lit. 21).

VII. Symbolenlijst.

Symbool	Omschrijving	Eenheid
A	oppervlak	m
A	frequentiefactor	sec ⁻¹
a	versnelling	m/sec ²
C _p	soortelijke warmte bij constantedruk	J/kg °C
C _v	soortelijke warmte bij constant volume	J/kg °C
D, d	diameter	m
E _a	activeringsenergie	J
F	vrije energie	J/kmol
F	correctiefactor op T bij warmtewisseling	
f	frictiefactor	
G	vrije enthalpie	J/kmol
G	gasfase	
g	versnelling van de zwaartekracht	m/sec ²
H	enthalpie	J/kmol
Δ H _r	reactie enthalpie	J/kmol
Δ H _f	reactie enthalpie bij vorning uit elementen	J/kmol
h	warmteoverdrachtscoëfficiënt	W/m ² °C
k	reactiesnelheidsconstante	
K	evenwichtsconstante	
L	lengte	m
L	vloeistoffase	
M	massastroom	kg/sec
n	aantal grammoleculen	
Nu	kengetal van Nusselt	
P	druk	ata
Pr	kengetal van Prandtl	
Q	hoeveelheid warmte	J
R	gasconstante	J/kmol °K
R	terugvloeiverhouding	
r	verdampingswarmte	J/kmol
Re	kengetal van Reynolds	
S	entropie	J/kmol °C

Symbool	Omschrijving	Eenheid
T	temperatuur	$^{\circ}\text{C}$, $^{\circ}\text{K}$
t	tijd	sec
U	totale warmteoverdrachts- coëfficiënt	$\text{W}/\text{m}^2 \text{ } ^{\circ}\text{C}$
v	snelheid	m/sec
V	volume	m^3
x_d	massafractie topproduct	
x_F	massafractie voeding	
x_k	massafractie ketelproduct	
η	dynamische viscositeit	$\text{N sec}/\text{m}^2$
κ	C_p/C_v	
λ	warmtegeleidingscoëfficiënt	$\text{W}/\text{m } ^{\circ}\text{C}$
ν	kinematische viscositeit	m^2/sec
ξ	omzettingsgraad	
ρ	dichtheid	kg/m^3
σ	materiaalspanning	bar, N/m^2
τ	verblijftijd	sec
ϕ_m	massadebiet	kg/sec
ϕ_v	volumedebiet	m^3/sec
ϕ_w	warmtedebiet	W

VIII. Literatuuroverzicht.

1. B.P. nr. 643620
2. U.S.Pat. nr. 3.259.469
3. Uhlmanns Encyclopädie der technischen Chemie, 3. Auflage, Band 6 en 9.
4. Kirk & Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, sec. ed., vol. 8 & 12.
5. Winnacker-Küchler, Chemische Technologie, Band 3 Org. Technologie I
6. Hougan O.A. and Watson K.M., Chemical Process Principles (1948) New York, John Wiley & Co.
7. Scheibel E.G., Ind. Eng. Chem. (1954) 46 pag. 1569
8. V.D.I. Wärme Atlas D.C. 1, 3, 14, 15.
9. Landolt-Börnstein, Zahlenwerte und Functionen 2-4.
10. Ritter F., Korrosionstabellen metallische Werkstoffen.
11. U.S.Pat. nr. 2.820.058
12. U.S.Pat. nr. 3.378.583
13. D.B.P. nr. 1.076.090
14. Spess, Chem Ing. Techn. 38 (9) 1966 p. 963.
15. Padmabham N. e.a., I. & E.C. Process Design 7 (1968) p. 514
16. Van den Berg P.J. en De Jong W.A., Chemische Werkwijzen en Chemische Reactorkunde, Delft (1970).
17. Jeffreys G.V., A Problem in Chemical Engineering Design.
18. Szwarc M. & Murawski J., Trans. Faraday Soc., 47 (1951) p. 269.
19. Walas S.M., Reaction Kinetics for Chemical Engineers, (1959) New York.
20. Beek W.J., Fysische Transportverschijnselen I, VSSD (1968) Delft.
21. Van Berkel F.C.A.A., Chemische Werktuigen, (1965) Delft.
22. Perry J.H. (Ed), Chemical Engineers Handbook, 4th ed. (1950) New York, McGraw Hill Book Co.
23. Scheibel E.G., Industr. Engng. Progr. (1948) 44 p.299.
24. De Leeuw den Bouter J.A. & De Nie L.H., Fysisch-Technische Scheidingsmethoden (1967) D.U.M. Delft.
25. Leuschner G., Kleines Pumpen Handbuch für Chemie und Technik, Verlag Chemie-GmbH, Weinheim (1967)
26. Timmermans, Physico-Chemical Constants of Binary Systems, vol. 2, p. 621.

27. Kogan-Friedman, Handbuch der Dampf-Flüssigkeitsgleichgewichte, p. 183 tabel 425.
28. Technisch Repertorium III, Agon-Elsevier 1963, p. 427, 469.
29. Uhlmanns Encyclopädie der technischen Chemie, 3. Aufl., Band 1.

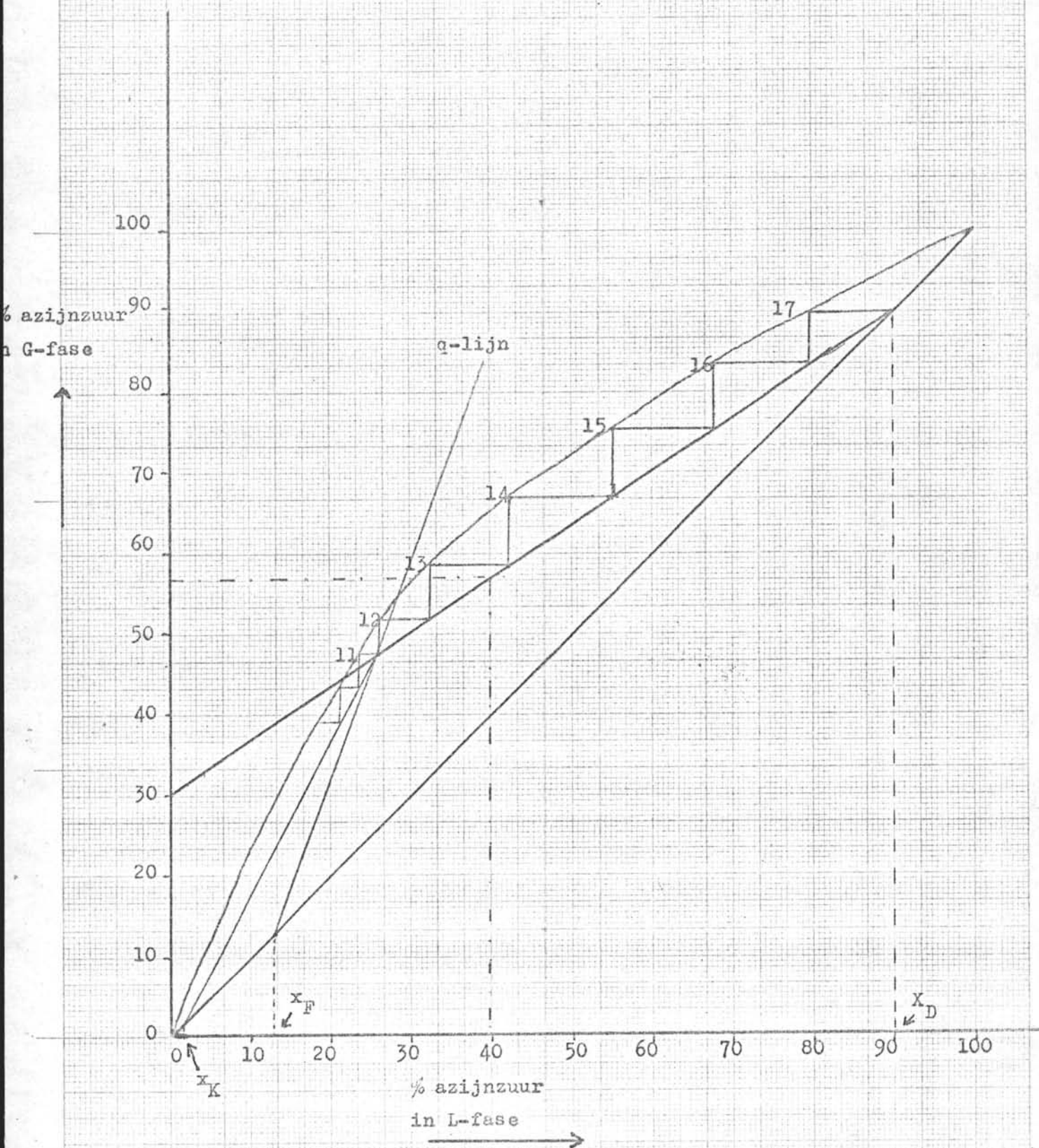


fig. 6

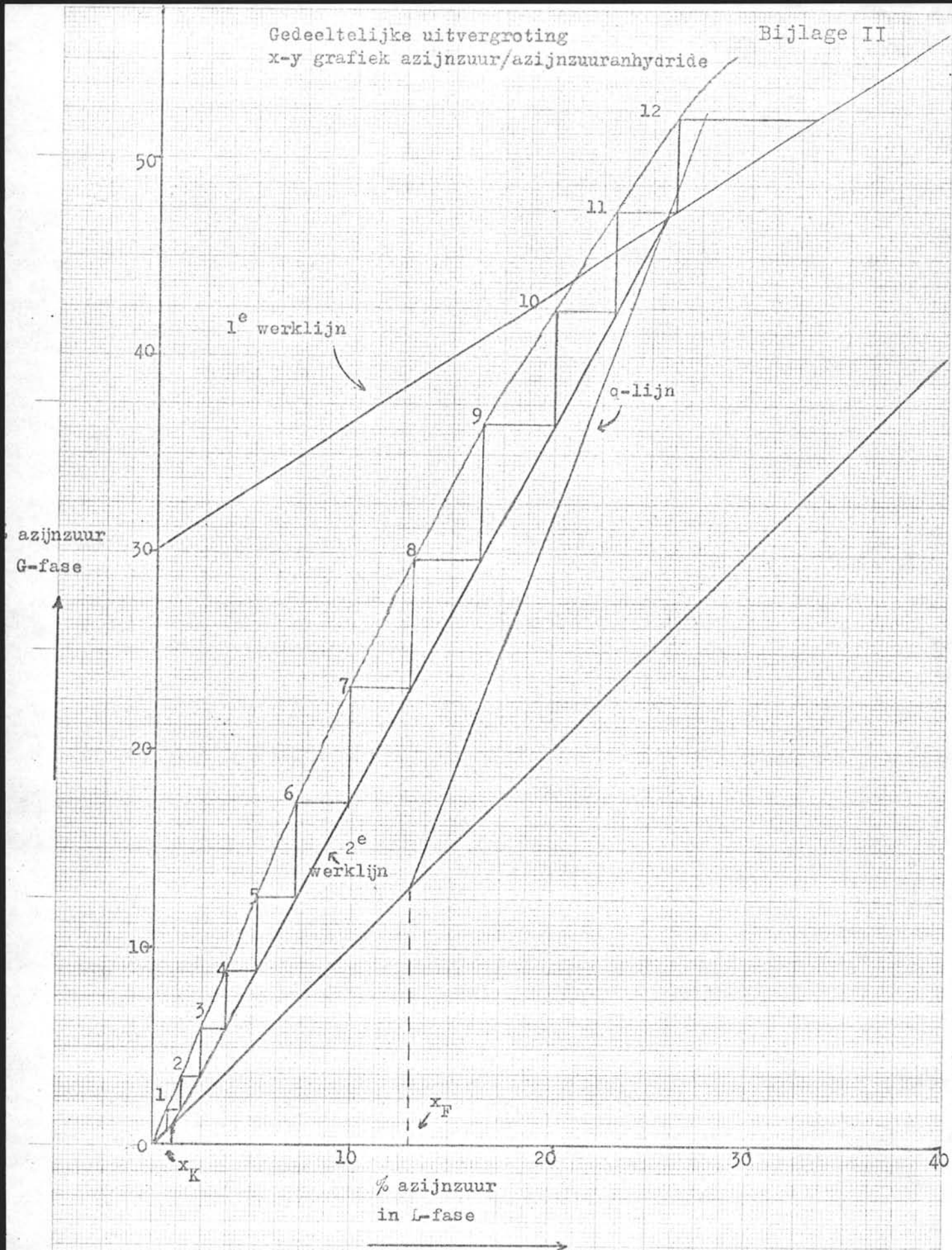
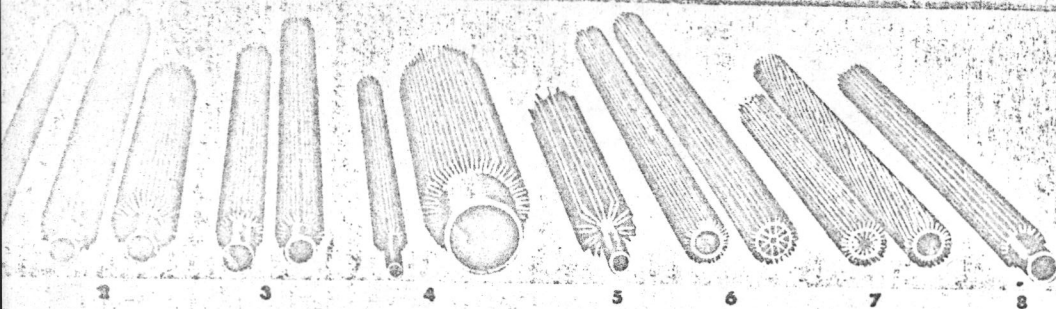
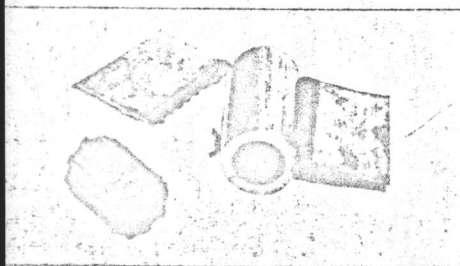


fig. 7

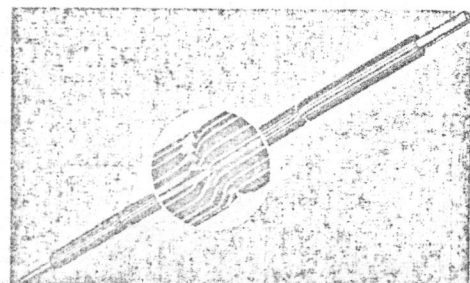


Eine Anzahl von Brown-Längsrippen-Rohren

	nahtloses Rohr			Rippen				
	Äußerer Ø mm	Wandstärke mm	Material	Anzahl	Material	Höhe mm	Dicke mm	
1	32	2,5	Stahl	24	Stahl	17,5	0,9	außen
2	51	3,5	Stahl	24	Stahl	23,5	1,2	außen
	51	3,5	Stahl	36	Stahl	27	0,9	außen
3	56	2,5	Stahl	28	Stahl	11,5	0,9	außen
	51	5,5	Stahl	28	Stahl	11,5	0,9	außen
4	25	2	Stahl	20	Stahl	17,5	0,9	außen
	108	8	Stahl	60	Stahl	26,5	0,9	außen
5	25	2,5	Cr-Ni	20	Cr-Ni	36	0,9	außen
6	44,5	2,5	Stahl	32	Stahl	17,5	0,9	außen
	57	2,5	Stahl	24	Stahl	17,5	0,9	außen
7	51	2,5	Al	28	Al	13,5	1,2	außen
				7	Al	10	1,2	innen
				7	Al	13,5	1,2	innen
8	51	2,5	Messing	28	Al	13,5	1,2	außen spiralig
				24	Ms	11,5	0,8	außen



Dieses Stück Rohr wurde einer Zerreißprobe unterzogen.
Abbildung zeigt deutlich die Festigkeit der Schweißverbindung.



Rippen mit Einschnitten und verdrehten Schnittenden zur Erhöhung der Turbulenz auf der Rippenseite.

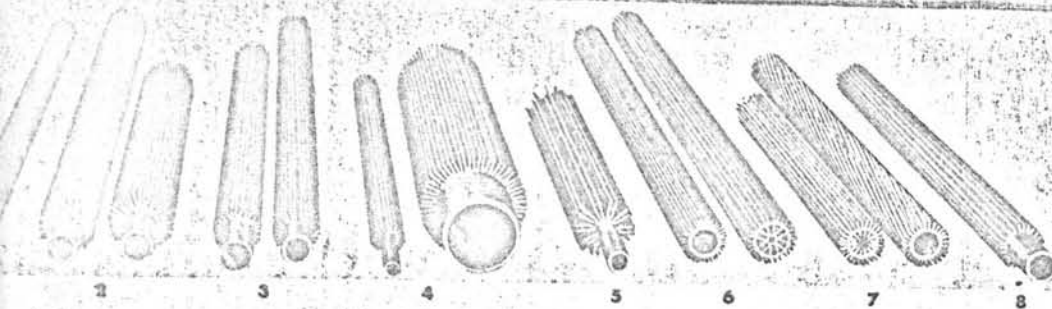


0,5 m eines Rippenrohres haben die gleiche Oberfläche wie 4 m und mehr eines glatten Rohres.

*von pyren sollen gebrauch anwenner de elementen facher bys
gas gas de buntkand gebew langer lops
En met ritten aan de buntkand w onprettig werken*

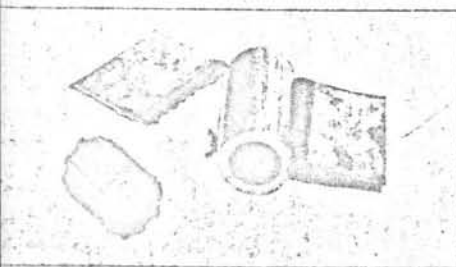
Größenvergleich der Außenoberfläche eines glatten Rohres mit einem Brown-Längsrippenrohr

Rohr- Äußen- Ø mm	Oberfläche des glatten Rohres m ² /m	Anzahl der Rippen	Oberfläche von Brown-Längsrippen-Rohren m ² /m							
			Höhe der Rippen in mm							
			11,5	13,5	17,5	20,0	23,5	26,5	27,0	33,5
25	0.0785	12	0.3545	0.4025	0.4985	0.5585	0.6425	0.7145	0.7265	0.8825
		16	0.4465	0.5735	0.6385	0.7185	0.8305	0.9265	0.9425	1.1505
		20	0.5385	0.6185	0.7785	0.8785	1.0185	1.1385	1.1585	1.4185
		24	0.6305	0.7105	0.8705	0.9705	1.1105	1.2305	1.2505	1.5105
44,5	0.1397	12	0.4157	0.4637	0.5597	0.6197	0.7037	0.7757	0.7877	0.9467
		16	0.5077	0.5707	0.6997	0.7797	0.8917	0.9877	1.0047	1.2097
		20	0.5997	0.6797	0.8397	0.9397	1.0797	1.1997	1.2197	1.4797
		24	0.6917	0.7877	0.9797	1.0997	1.2677	1.4117	1.4297	1.7457
		28	0.7837	0.8957	1.1197	1.2597	1.4557	1.6237	1.6527	2.0147
		32	0.8757	1.0037	1.2607	1.4197	1.6447	1.8357	1.8577	2.2827
		36	0.9677	1.1107	1.3997	1.5797	1.8307	2.0407	2.0627	2.5147
		40	1.0597	1.2107	1.5197	1.7197	2.0007	2.2407	2.2627	2.7647
57	0.1790	16	0.5470	0.6110	0.7390	0.8190	0.9310	1.0270	1.0430	1.2490
		20	0.6390	0.7190	0.8790	0.9790	1.1190	1.2390	1.2590	1.5190
		24	0.7305	0.8270	1.0190	1.1390	1.3090	1.4520	1.4690	1.7860
		28	0.8290	0.9340	1.1590	1.2990	1.4970	1.6640	1.6910	2.0540
		32	0.9270	1.0420	1.2890	1.4490	1.6740	1.8610	1.8880	2.3040
		36	1.0250	1.1500	1.4190	1.5990	1.8440	2.0510	2.0780	2.5340
		40	1.1230	1.2580	1.5390	1.7390	2.0000	2.2170	2.2440	2.7440
		44	1.2210	1.3660	1.6590	1.8790	2.1500	2.3770	2.4040	2.9440
70	0.2198	16	0.5878	0.6518	0.7798	0.8598	0.9718	1.0678	1.0838	1.2928
		20	0.6798	0.7598	0.9198	1.0198	1.1598	1.2798	1.2998	1.5598
		24	0.7718	0.8678	1.0598	1.1798	1.3468	1.4918	1.5158	1.8268
		28	0.8643	0.9758	1.1998	1.3398	1.5348	1.7048	1.7328	2.0948
		32	0.9568	1.0788	1.3198	1.4798	1.6848	1.8698	1.8978	2.3098
		36	1.0488	1.1808	1.4398	1.6198	1.8348	2.0398	2.0678	2.5198
		40	1.1408	1.2828	1.5598	1.7598	2.0008	2.2058	2.2328	2.6828
		44	1.2328	1.3848	1.6798	1.8998	2.1508	2.3658	2.3928	2.8428

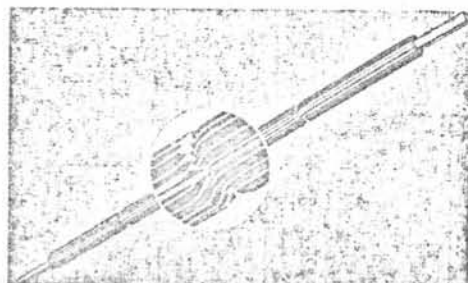


Eine Anzahl von Brown-Längsrippen-Rohren

	nahtloses Rohr			Rippen				
	Äußerer Ø mm	Wandstärke mm	Material	Anzahl	Material	Höhe mm	Dicke mm	
1	32	2,5	Stahl	24	Stahl	17,5	0,9	außen
2	51	3,5	Stahl	24	Stahl	23,5	1,2	außen
	51	3,5	Stahl	36	Stahl	27	0,9	außen
3	56	2,5	Stahl	28	Stahl	11,5	0,9	außen
	51	5,5	Stahl	28	Stahl	11,5	0,9	außen
4	25	2	Stahl	20	Stahl	17,5	0,9	außen
	108	8	Stahl	60	Stahl	26,5	0,9	außen
5	25	2,5	Cr-Ni	20	Cr-Ni	36	0,9	außen
6	44,5	2,5	Stahl	32	Stahl	17,5	0,9	außen
	57	2,5	Stahl	24	Stahl	17,5	0,9	außen
7	51	2,5	Al	28	Al	13,5	1,2	außen
				7	Al	10	1,2	innen
				7	Al	13,5	1,2	innen
8	51	2,5	Messing	28	Al	13,5	1,2	außen spiralig
				24	Ms	11,5	0,8	außen



Dieses Stück Rohr wurde einer Zerreißprobe unterzogen. Die Abbildung zeigt deutlich die Festigkeit der Schweißverbindung.



Rippen mit Einschnitten und verdrehten Schnittenden zur Erhöhung der Turbulenz auf der Rippenseite.



0,5 m eines Rippenrohres haben die gleiche Oberfläche wie 4 m und mehr eines glatten Rohres.

*Das Rohr allein gebrauch wenn man die Elemente falsch besetzt
gas gas die buntekand gebau langer langes
En met ritten aan de buntekand u onprettig werken*

Größenvergleich der Außenoberfläche eines glatten Rohres mit einem Brown-Längsrippenrohr

Rohr- Äußen- Ø mm	Oberfläche des glatten Rohres m ² /m	Anzahl der Rippen	Oberfläche von Brown-Längsrippen-Rohren m ² /m							
			Höhe der Rippen in mm							
			11,5	13,5	17,5	20,0	23,5	26,5	27,0	33,5
25	0.0785	12	0.3545	0.4025	0.4985	0.5585	0.6425	0.7145	0.7265	0.8825
		16	0.4465	0.5735	0.6385	0.7185	0.8305	0.9265	0.9425	1.1505
		20	0.5385	0.6185	0.7785	0.8785	1.0185	1.1385	1.1585	1.4185
		24	0.6305	0.7105	0.8705	0.9705	1.1105	1.2305	1.2505	1.5105
44,5	0.1397	12	0.4157	0.4637	0.5597	0.6197	0.7037	0.7757	0.7877	0.9467
		16	0.5077	0.5707	0.6977	0.7797	0.8917	0.9877	1.0047	1.2097
		20	0.5997	0.6797	0.8197	0.9397	1.0797	1.1997	1.2197	1.4797
		24	0.6917	0.7877	0.9797	1.0997	1.2677	1.4117	1.4297	1.7457
		28	0.7837	0.8957	1.1197	1.2597	1.4557	1.6237	1.6527	2.0147
		32	0.8757	1.0037	1.2607	1.4197	1.6447	1.8357	1.8677	2.2827
		36	0.9677	1.1077	1.3807	1.5597	1.7947	2.0397	2.0747	2.5047
		40	1.0597	1.2097	1.5007	1.6997	1.9547	2.2097	2.2447	2.7047
57	0.1790	16	0.5470	0.6110	0.7390	0.8190	0.9310	1.0270	1.0430	1.2490
		20	0.6390	0.7190	0.8790	0.9790	1.1190	1.2390	1.2590	1.5190
		24	0.7305	0.8270	1.0190	1.1390	1.3090	1.4520	1.4690	1.7860
		28	0.8220	0.9340	1.1590	1.2790	1.4970	1.6640	1.6910	2.0540
		32	0.9140	1.0360	1.2890	1.4290	1.6840	1.8740	1.9010	2.3140
		36	1.0060	1.1380	1.4090	1.5690	1.8340	2.0640	2.0910	2.5440
		40	1.0980	1.2380	1.5290	1.7090	1.9840	2.2390	2.2740	2.7740
		44	1.1900	1.3380	1.6390	1.8390	2.1340	2.3890	2.4240	2.9240
70	0.2193	16	0.5878	0.6518	0.7798	0.8598	0.9718	1.0678	1.0838	1.2938
		20	0.6798	0.7598	0.9198	1.0198	1.1598	1.2798	1.2998	1.5598
		24	0.7718	0.8678	1.0598	1.1798	1.3468	1.4918	1.5158	1.8268
		28	0.8643	0.9758	1.1998	1.3398	1.5348	1.7048	1.7328	2.0948
		32	0.9563	1.0778	1.3098	1.4698	1.6848	1.8748	1.9018	2.3148
		36	1.0483	1.1798	1.4598	1.6398	1.9118	2.1248	2.1648	2.5748
		40	1.1403	1.2798	1.5898	1.7898	2.0848	2.3398	2.3848	2.8348
		44	1.2323	1.3798	1.6898	1.9098	2.2048	2.4648	2.5148	2.9648

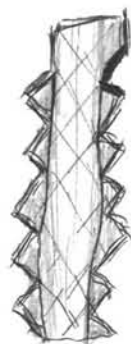


T1 VERDAMPER	T4 VERDAMPER	H7 WARMTEWISSELAAR	CY 10 CYCLOON	D13 DESTILLATIEKOLM	H16 WARMTEWISSELAAR
H2 OVERVERHITTER	O5 REACTOR	H8 WARMTEWISSELAAR	P 11 VLOEI STOFRINGPOMP	H14 CONDENSOR	H17 WARMTEWISSELAAR
O3 VOORVERHITTINGSOVEN	H6 GASKOELER stoom	V9 VACUUMSLOT	H 12 KOELER/AFSCHEIDER	H15 REBOILER	

[illegible]

P in ATA	☒ STROOMNUMMERS	☐ T in °C
BEREIDING VAN AZIJNZUUR- ANHYDRIDE UIT AZIJNZUUR		
B.H. BROENS		
F.H. de VRIES		
FEBRUARI '72		

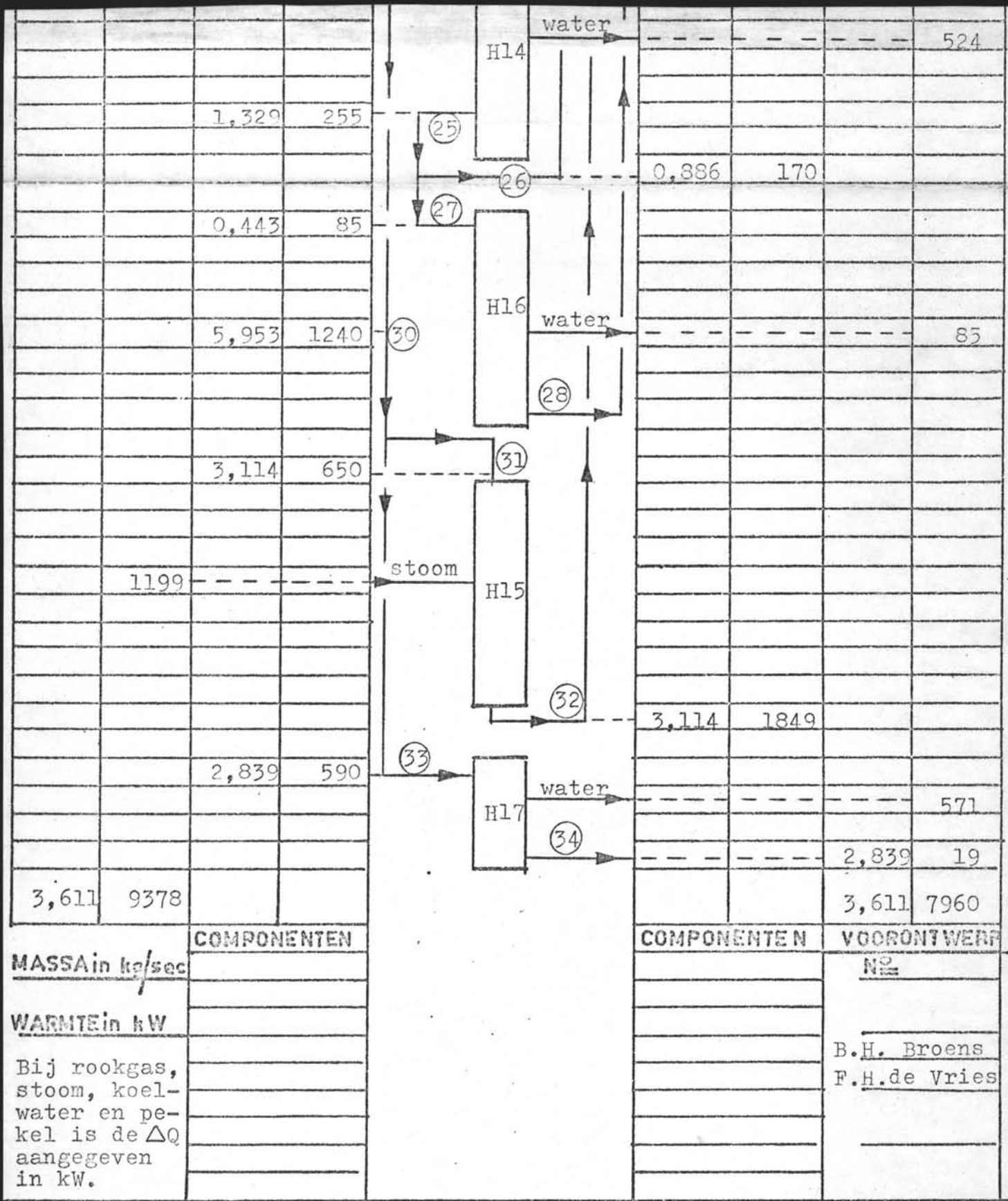
T1 VERDAMPER	T4 VERDAMPER	H7 WARMTEWISSELAAR	CY 10 CYCLOON	D 13 DESTILLATIEKOLOM	H 16 WARMTEWISSELAAR
H 2 OVERVERHITTER	O5 REACTOR	H8 WARMTEWISSELAAR	P 11 VLOEISTOFRINGPOMP	H 14 CONDENSOR	H 17 WARMTEWISSELAAR
O 3 VOORVERHITTINGSOVEN	H6 GASKOELER stoom	V9 VACUUMSLOT	H 12 KOELER/AFSCHIEDER	H 15 REBOILER	

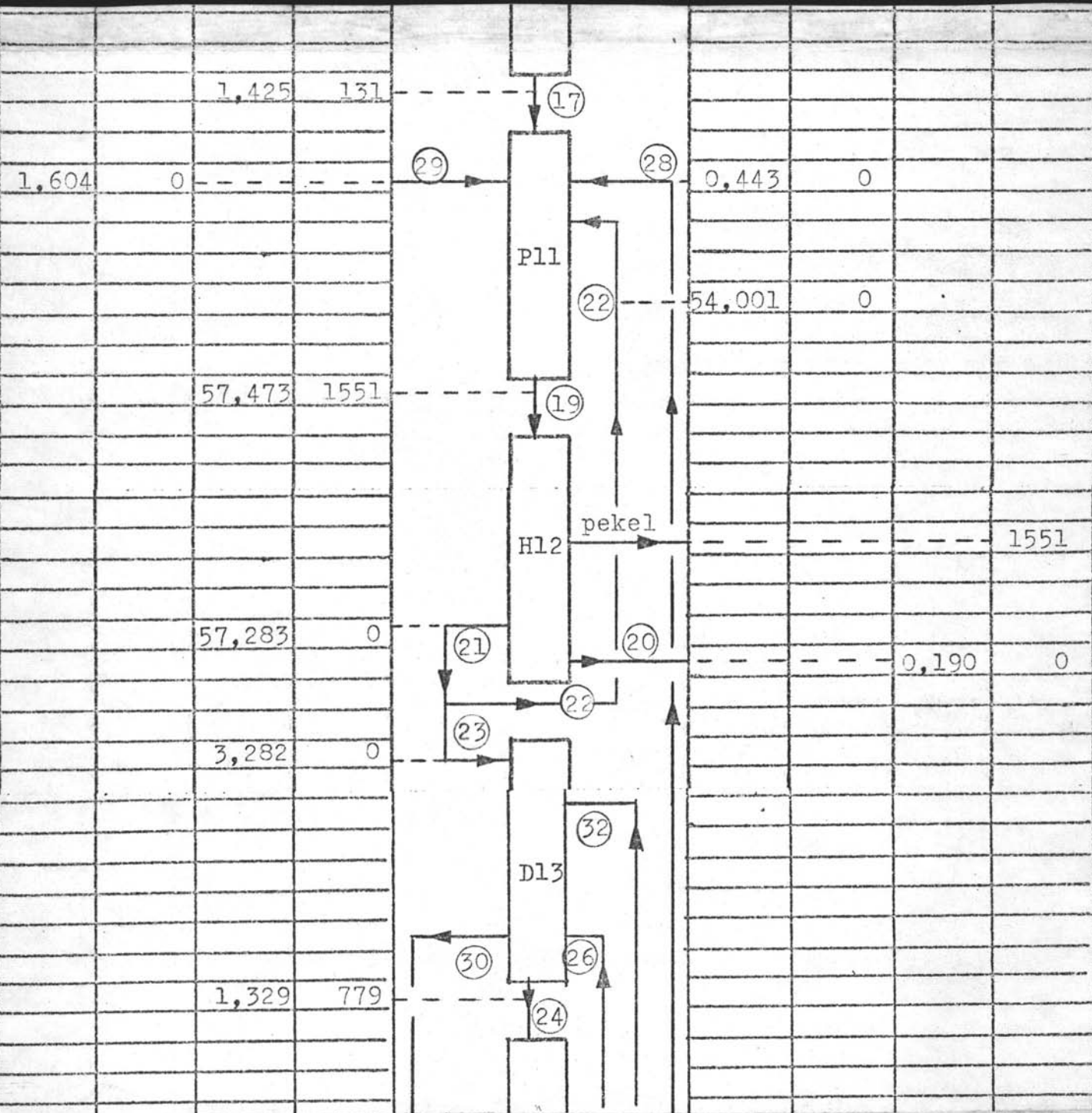


APPARAATSTROOM	1		2		3		4		5		6	
COMPONENTEN	M	Q	M	Q	M	Q	M	Q	M	Q	M	Q
azijnzuur	2,000	0	2,000	1191	2,000	1312	2,000	1312	2,000	4332		
triethylfosfaat											0,006	0
totaal	2,000	0	2,000	1191	2,000	1312	2,000	1312	2,000	4332	0,006	0
apparaatstroom	6a	6a	6b	6b	7	7	8	8	9	9	10	10
componenten	M	Q	M	Q	M	Q	M	Q	M	Q	M	Q
azijnzuur					2,000	4332	0,080	238			0,080	238
keteen							1,190	2133			1,190	2133
water							0,540	2600			0,540	2600
koolmonoxyde							0,076	93			0,076	93
kooldioxyde							0,066	77			0,066	77
methaan							0,029	114			0,029	114
etheen							0,018	54			0,018	54
waterstof							0,001	16			0,001	16
triethylfosfaat	0,006	10	0,006	10	0,006	10	0,006	16			0,006	16
ammoniak									0,001	0	0,001	0
TOTAAL	0,006	10	0,006	10	2,006	4342	2,006	5341	0,001	0	2,007	5341

APPARAATSTROOM	11		12		13		14		15		16	
COMPONENTEN	M	Q	M	Q	M	Q	M	Q	M	Q	M	Q
azijnzuur	0,080	117	0,080	94	0,032	34	0,048	- 2	0,001	0	0,049	- 2
keteen	1,190	453	1,190	111	1,190	34						
water	0,540	1700	0,540	1494	0,016	37	0,524	- 46	0,002	0	0,526	- 46
koolmonoxyde	0,076	27	0,076	11	0,076	7						
kooldioxyde	0,066	18	0,066	5	0,066	2						
methaan	0,029	33	0,029	17	0,029	14						
etheen	0,018	11	0,018	4	0,018	2						
waterstof	0,001	5	0,001	2	0,001	1						
triethylfosfaat	0,006	10	0,006	7			0,006	0			0,006	0
ammoniak	0,001	0	0,001	0			0,001	0			0,001	0
totaal	2,007	2374	2,007	1745	1,428	131	0,579	- 48	0,003	0	0,582	- 48
apparaatstroom	17	17	18	18	19	19	20	20	21	21	22	22
componenten	M	Q	M	Q	M	Q	M	Q	M	Q	M	Q
azijnzuur	0,031	34	9,023	0	7,447	224			7,447	0	7,020	0
keteen	1,190	34										
water	0,014	37										
koolmonoxyde	0,076	7			0,076	1	0,076	0				
kooldioxyde	0,066	2			0,066	1	0,066	0				
methaan	0,029	14			0,029	1	0,029	0				
etheen	0,018	2			0,018	0	0,018	0				
waterstof	0,001	1			0,001	0	0,001	0				
azijnzuur-												
anhydride			47,025	0	49,836	1324			49,836	0	46,981	0
TOTAAL	1,425	131	56,048	0	57,473	1551	0,190	0	57,283	0	54,001	0

[illegible]





3837

rook-
gasen

05

2,006 5341

⑨

⑧

0,001

0

⑩

2,007 5341

H6

stoom

2967

2,007 2374

⑪

H7

water

629

2,007 1745

⑫

H8

pekel

1662

⑭

(0,579 -48)

1,428 131

⑬

⑯

0,532

-48

⑮

(0,003 0)

Cy
10

