

# THE-HERWINNING UIT 'N BRISANTSTOFAFVALSTROOM

Deur  
**Julané Bredenkamp**



Verhandeling vir die Magistergraad in die Natuurwetenskappe (Ingenieurswetenskappe)  
aan die Universiteit van Stellenbosch

Studieleier: Prof N J Louw  
STELLENBOSCH  
Maart 1990

## **VERKLARING**

**Ek, die ondergetekene, verklaar hiermee dat die werk wat in hierdie verhandeling vervat is, my eie oorspronklike werk is wat nog nie vantevore in die geheel of gedeeltelik by enige ander universiteit ter verkryging van 'n graad voorgelê is nie.**

## OPSOMMING

Heksanitrostilbeen (HNS) is 'n brisantstof wat plaaslik op loodsaanlegskaal vervaardig en op 'n eksperimentele basis as bymiddel in RDX/TNT-vullings vir die 155 mm brisantgranaat gebruik word. 'n Tegnologievestigingsprogram vir die vervaardiging van HNS is van stapel gestuur met die doel om ontwerpdata vir produksieskaaltoerusting in te samel.

Tetrahidrofuraan (THF) word as oplosmiddel in die sintese van HNS gebruik. As deel van die HNS-tegnologievestigingsprogram is 'n ondersoek na die herwinning van THF, wat verreweg die duurste sintesekomponent vorm, geloods. Die ondersoek het drie fasette behels, naamlik:

- 'n Kwalitatiewe ondersoek op laboratoriumskaal om die uitvoerbaarheid van distillasie as 'n herwinningsmetode te evalueer.
- 'n Kleinskaalondersoek waartydens die herwinning van THF volgens die kontinue-sowel as die enkelladingbedryfswyse ondersoek is.
- 'n Ondersoek op tussenskaal waartydens 'n bepaalde bedryfsprosedure, wat op 'n roetinebasis deur produksiepersoneel vir die herwinning van THF gevolg kon word, ontwikkel is.

### Die ondersoek op laboratoriumskaal

'n Laboratoriumskaalherwinningsfasiliteit is vir die doel van die ondersoek uit standaardtoerusting en -instrumentasie saamgestel. In die eerste fase van die program is daar gebruik gemaak van oplosmiddelmengsels wat die HNS-sintese-afvalstroom simuleer as distillasievoer, omdat die risiko verbonde aan distillasie van die werklike afvalstroom (wat 'n klein persentasie brisantstof bevat), nie bekend was nie. Daar is bewys dat THF teen goeie opbrengste en aanvaarbare suiwerhede dmv 'n atmosferiese distillasie uit hierdie gesimuleerde afvalstroom herwin kan word.

Die behandeling van die afvalstroom met HCl en ekstraheermiddels vóór distillasie ten einde ongewenste komponente te verwyder, is vervolgens ondersoek. Die presipitasie van opgeloste brisantstofprodukte met HCl was suksesvol, maar die ekstraksie van THF met pentaan, toluen en xileen het die opbrengs en suiwerheid van die herwonne produk benadeel en is derhalwe nie voortgesit nie.

In 'n daaropvolgende eksperimentreeks is die werklike brisantstofafvalstroom as distillasievoer gebruik. Daar is getoon dat die afvalstroom sonder ontploffingsgevaar aan 'n atmosferiese distillasie onderwerp kan word.

### Die ondersoek op kleinskaal

Soos voorheen genoem, is HNS 'n ontwikkelingsprodukt wat bloot op 'n eksperimentele basis vervaardig en gebruik word. Die aangewese konsentrasie daarvan as bymiddel in RDX/TNT-vullings is nog nie kwantitatief geëvalueer nie. Om hierdie rede was dit nie bekend in watter hoeveelhede HNS in die toekoms benodig en vervaardig sal word nie. Projeksjies rakende die volume van die afvalstroom waaruit THF herwin moet word, was gevolglik ook nie moontlik nie. In die lig hiervan is besluit dat die herwinning van THF uit die HNS-sintese-afvalstroom volgens beide die kontinue- en enkelladingbedryfswyse ondersoek moet word.

Vir die ondersoek na THF-herwinning op kleinskaal is modulêre distilleertoerusting van glas ontwerp en vervaardig. 'n Groot aantal eksperimentele lopies is uitgevoer waartydens verskeie toerustingprobleme geïdentifiseer en deur modifikasies opgelos is. Resultate het getoon dat 'n kontinue bedryfsprosedure nie uitvoerbaar is nie en die toerustingontwerp is derhalwe gewysig om vir enkelladingdistillasie voorsiening te maak.

### Die ondersoek op tussenskaal

Toerusting van vlek-vry staal is vir die ondersoek na THF-herwinning op tussenskaal ontwerp en opgerig. Massa- en energiebalanse, sowel as plaat-tot-plaat samestellings is bereken. 'n HETP-bepaling is volgens die McCabe-Thiele-metode uitgevoer na 'n reeks metanol/etanol-distillasies. 'n Bepaalde bedryfsprosedure, wat op 'n roetinebasis deur produksiepersoneel vir die herwinning van THF gevolg kon word, is ontwikkel nadat 'n groot aantal eksperimentele lopies by verskillende bedryfskondisies uitgevoer is. Volgens hierdie prosedure kon THF veilig volgens eenvoudige instruksies uit die HNS-sintese-afvalstroom herwin word in suiwerhede en opbrengste wat goed vergelyk met waardes wat in die literatuur gerapporteer word.

## **SUMMARY**

Hexanitrostilbene (HNS) is a high explosive which is manufactured locally on a pilot plant scale and used on an experimental basis as an additive in RDX/TNT fillings for the 155 mm explosive shell. A programme to establish technology for the manufacture of HNS was launched to collect data for the design of production scale equipment.

Tetrahydrofuran (THF) is used as a solvent in the synthesis of HNS and is by far the most expensive component involved in the synthesis of this explosive. As part of the HNS-technology programme an investigation was launched into the recovery of THF from the effluent stream. The investigation involved three facets, namely:

- A qualitative investigation, on a laboratory scale, to evaluate the feasibility of distillation as a method of recovery.
- A small scale investigation during which the recovery of THF was investigated by continuous as well as batch distillation procedures.
- An investigation, on an intermediate scale, to develop a definite procedure for use by production personnel for THF recovery.

### **The laboratory scale investigation**

A laboratory scale recovery facility was constructed using standard glass equipment and instrumentation. In the first phase of the programme, solvent mixtures which simulated the HNS effluent stream were used as distillation feedstock because the risk associated with the distillation of actual effluent (which contains small amounts of high explosives) was not known. It was shown that THF could be recovered at favourable yields and acceptable purities from the simulated effluent stream.

Treatment of the effluent stream with HCl and extraction solvents to remove unwanted components before distillation was investigated next. The precipitation of dissolved high explosive products with HCl was successful, but the extraction of THF with pentane, toluene and xylene adversely affected the yield and purity of the recovered product and was therefore not further pursued.

In a subsequent investigation the actual effluent stream was used as distillation feedstock. It was shown that the effluent stream can be subjected to atmospheric distillation without danger of explosion.

### **The small scale investigation**

As mentioned previously, HNS is a development product which is being manufactured and used on a purely experimental basis; its probable concentration as an additive in

RDX/TNT fillings has not been quantitatively evaluated. Because of this, it was not known in what quantities HNS would be used and manufactured in future; consequently projections as to the volume of effluent arisings from which THF would have to be recovered have also not been possible. In the light of this it was decided that the recovery of THF from the HNS effluent stream should be investigated by continuous as well as batch distillation.

For the investigation into the recovery of THF on a small scale, modular distillation apparatus was designed and manufactured from glass. A large number of experimental runs was done during which several equipment problems were identified and solved by means of modifications. Results showed that continuous separation was impracticable and the apparatus was therefore modified for batch distillation.

### The intermediate scale investigation

Stainless steel apparatus was designed and erected for the investigation on an intermediate scale. Mass and energy balances, as well as plate to plate compositions were calculated. After a series of methanol/ethanol distillations an HETP determination was done according to the McCabe-Thiele method. Following a large number of experimental runs under different conditions of operation, a clear-cut operating procedure was developed for use by production personnel on a routine basis. By this procedure and in accordance with uncomplicated instructions, THF can be safely recovered from the HNS synthesis effluent at yields and purity levels that compare well with values reported in the literature.

## INHOUDSOPGAWE

<b>1. AGTERGROND</b>	<b>1</b>
1.1 Die sintese van HNS	2
1.2 Die samestelling van die HNS-sintese-afvalstroom	3
1.3 Distillatiewe eienskappe van die afvalstroom	3
1.4 Die vereiste samestelling vir herwonne THF	5
1.5 Die analise van THF/MeOH/water-monsters	6
<b>2. LITERATUUROORSIG</b>	<b>7</b>
2.1 Du Pont-literatuur	7
2.2 Saris-literatuur	14
2.3 Samevatting	15
<b>3. THF-HERWINNING OP LABORATORIUMSKAAL</b>	<b>16</b>
3.1 Reeks 1: Eksperimente met oplosmiddelmengsels	17
3.2 Reeks 2: Eksperimente met HCl en ekstraheermiddels	19
3.3 Reeks 3: Eksperimente met die afvalstroom	22
3.4 Samevatting	23
<b>4. THF-HERWINNING OP KLEINSKAAL</b>	<b>24</b>
4.1 THF-herwinning volgens 'n kontinue bedryfswyse	26
4.2 THF-herwinning volgens 'n enkelladingbedryfswyse	38
4.3 Samevatting	42
<b>5. THF-HERWINNING OP TUSSENSKAAL</b>	<b>43</b>
5.1 Die tussenskaalherwinningsfasiliteit	43
5.2 Eksperimentele ondersoek	44
5.3 Tegniese berekeninge	46
5.4 Bedryfsprosedure vir die herwinning van THF deur produksiepersoneel	65
5.5 Samevatting	66
<b>VERWYSINGS</b>	<b>67</b>
<b>NOMENKLATUUR</b>	<b>68</b>

<b>BYLAES</b>	<b>70</b>
A) 'n Metode vir die analise van THF/MeOH/water-mengsels	70
B) Komponente van die kleinskaaltoerusting	73
C) 'n Toets vir peroksiede	84
D) Komponente van die tussenskaaltoerusting	85
E) Die berekening van massabalanse	101
F) Die berekening van energiebalanse	103
G) Die berekening van die HETP	107
H) Die berekening van plaat-tot-plaat-samestellings	109
I) Die berekening van dampnelheid	116
J) Bedryfsprosedure vir die herwinning van THF op tussenskaal	119



# HOOFSTUK 1

## AGTERGROND

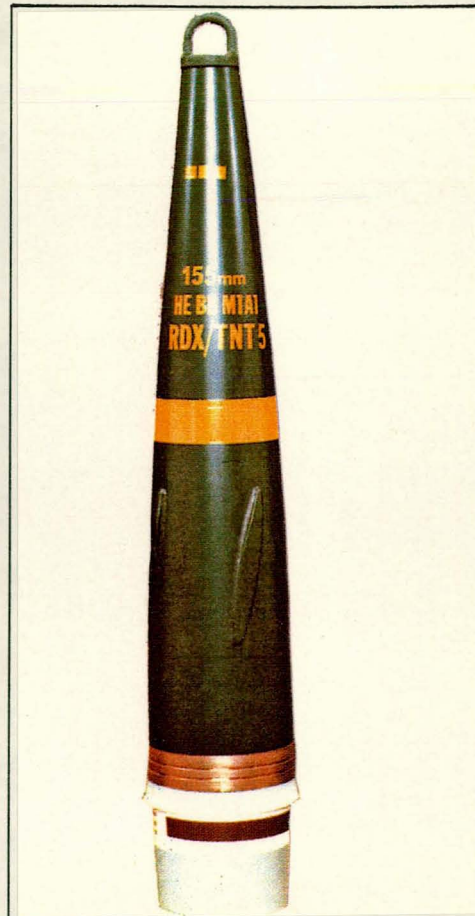
Die brisantstof, heksanitrostilbeen (HNS), word plaaslik op loodsaanlegskaal vervaardig en as bymiddel in RDX/TNT-vullings vir die 155 mm brisantgranaat gebruik.

Tydens die sintese van HNS word daar van tetrahydrofuraan (THF) as oplosmiddel gebruik gemaak. Teen 'n prys van nagenoeg R10,00 per liter, verteenwoordig die gebruik van hierdie oplosmiddel uiteindelik sowat 40 % van die vervaardigingskoste van ru-HNS.

In 'n poging om die produksiekoste van HNS te verlaag, is 'n tegnologievestigingsprogram vir die herwinning van THF uit die HNS-sintese-afvalstroom geloods. As 'n eerste fase in die ondersoek is 'n wye literatuursoektog uitgevoer. In Hoofstuk 3 word die literatuur wat ingesamel is oorsigtelik bespreek. Afgesien van een dokument<sup>(1)</sup>, wat in werklikheid oor die vervaardiging van HNS gaan, kon geen literatuur opgespoor word wat oor die herwinning van THF, spesifiek uit die HNS-sintese-afvalstroom, handel nie. Volgens 'n baie kriptiese verwysing in bogenoemde dokument kan tot 70 massa % van die THF dmv distillasie uit die brisantstofafvalstroom herwin word.

Daar is derhalwe reeds in 'n vroeë stadium besluit om ook plaaslik distillasie as 'n metode vir die herwinning van THF te ondersoek. In die volgende paragrafe word agtergrond tov die ondersoek onder die volgende opskrifte verskaf:

- Die sintese van HNS
- Die samestelling van die HNS-sintese-afvalstroom
- Distillatiewe eienskappe van die afvalstroom
- Die vereiste samestelling van herwonne THF
- Die analise van THF/MeOH/water-monsters.



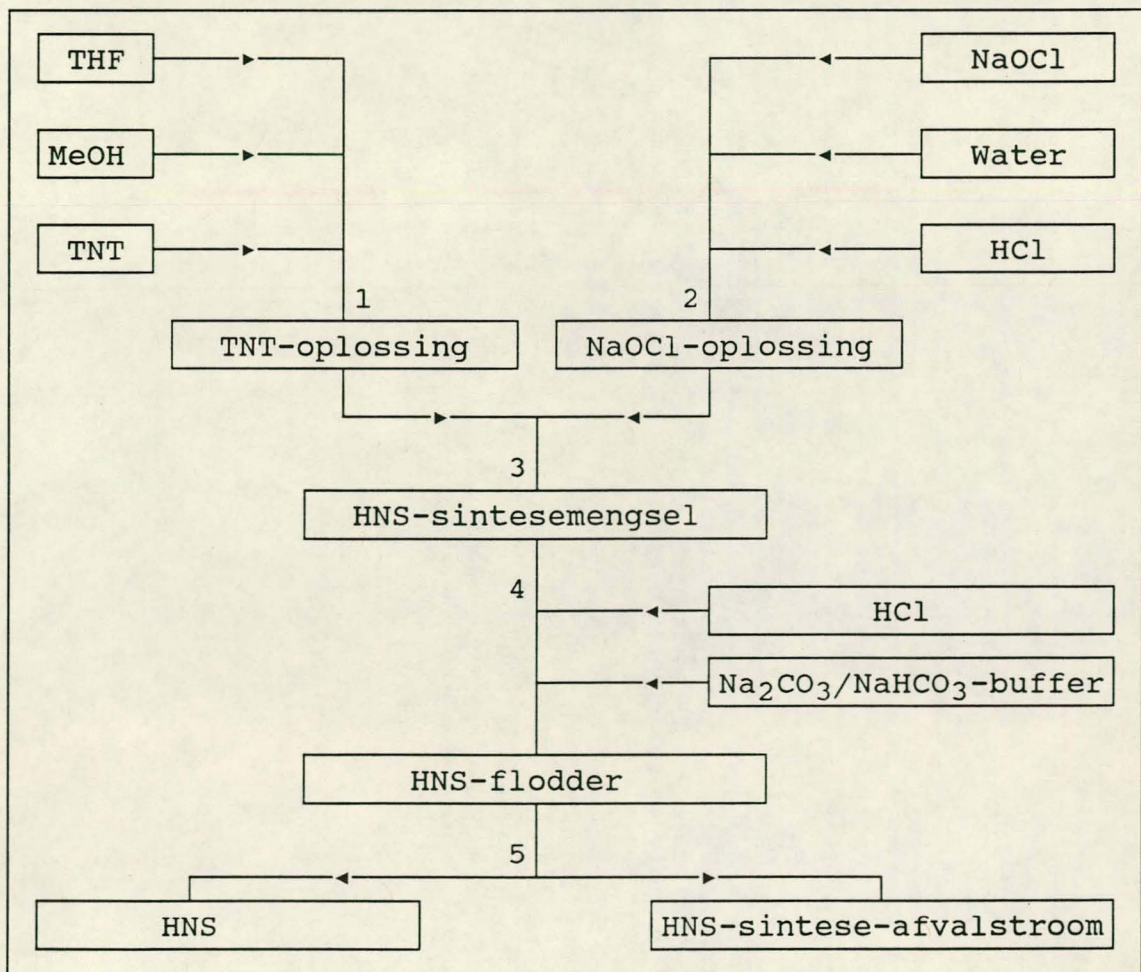
FIGUUR 1: DIE 155 mm BRISANTGRANAAT

## 1.1 DIE SINTESE VAN HNS

Die vervaardiging van ru-HNS volgens die bekende Shipp-metode<sup>(2)</sup> word diagrammadies in Figuur 2 voorgestel.

- Stap 1:** Die primêre grondstof, trinitrotolueen (TNT), word in 'n mengsel van THF en metanol (MeOH) opgelos om die TNT-oplossing te vorm.
- Stap 2:** Die sekondêre grondstof, natriumhipochloriet (NaOCl), word verdun en met HCl aangesuur om die NaOCl-oplossing te vorm.
- Stap 3:** Die TNT-oplossing reageer met die NaOCl-oplossing om die HNS-sintese-mengsel te vorm.
- Stap 4:** HNS presipiteer uit die sintesemengsel in die teenwoordigheid van HCl en 'n  $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$ -buffer om die HNS-flodder te vorm.
- Stap 5:** Die flodder word aan 'n drukfiltrasie onderwerp om HNS en die HNS-sintese-afvalstroom te lewer.

FIGUUR 2:  
DIAGRAMMATIESE VOORSTELLING VAN RU-HNS-VERVAARDIGING



## 1.2 SAMESTELLING VAN DIE HNS-SINTESE-AFVALSTROOM

Die HNS-sintese-afvalstroom bestaan grotendeels uit oplosmiddels. 'n Aantal opgeloste tussen- en neweprodukte van HNS verleen aan die afvalstroom 'n dieprooi, ondeursigtige voorkoms. Hierdie stowwe vorm egter minder as 1 massa % van die totale afvalstroomsamestelling. Vir alle praktiese doeleindes kan die volgende derhalwe as samestelling vir die afvalstroom aanvaar word (verwys asb na Tabel 1):

*TABEL 1:  
SAMESTELLING VAN DIE HNS-SINTESE-AFVALSTROOM*

Komponent	Samestelling		
	(% volume/volume)	(% massa/massa)	(% mol/mol)
THF	33,3	32,0	11,4
MeOH	16,7	14,0	11,3
Water	50,0	54,0	77,3

## 1.3 DISTILLATIEWE EIENSKAPPE VAN DIE AFVALSTROOM

Tetrahidrofuraan vorm aseptrope met MeOH sowel as water. Atmosferiese distillasie sal om hierdie rede altyd 'n distillaat lewer wat (afgesien van THF) 'n hoeveelheid MeOH en water bevat. Die samestellings van hierdie aseptrope word in Tabel 2 aangegee. Verwys ook na Figuur 3 op die volgende bladsy.

*TABEL 2:  
SAMESTELLING VAN BINÊRE THF-ASEOTROPE BY NORMALE DRUK*

Druk (kPa)	Aseptroop	Simbool (Figuur 3)	Samestelling	
			(% massa/massa)	(% mol/mol)
101,3	THF/Water	A1	94,7 : 5,3	81,7 : 18,3
101,3	THF/MeOH	A3	69,0 : 31,0	49,7 : 50,3

Aangesien die binêre mengsel, MeOH/water, geen aseptroop vorm nie, wil dit voorkom asof geen ternêre aseptroop vir die THF/MeOH/water-mengsel bestaan nie.

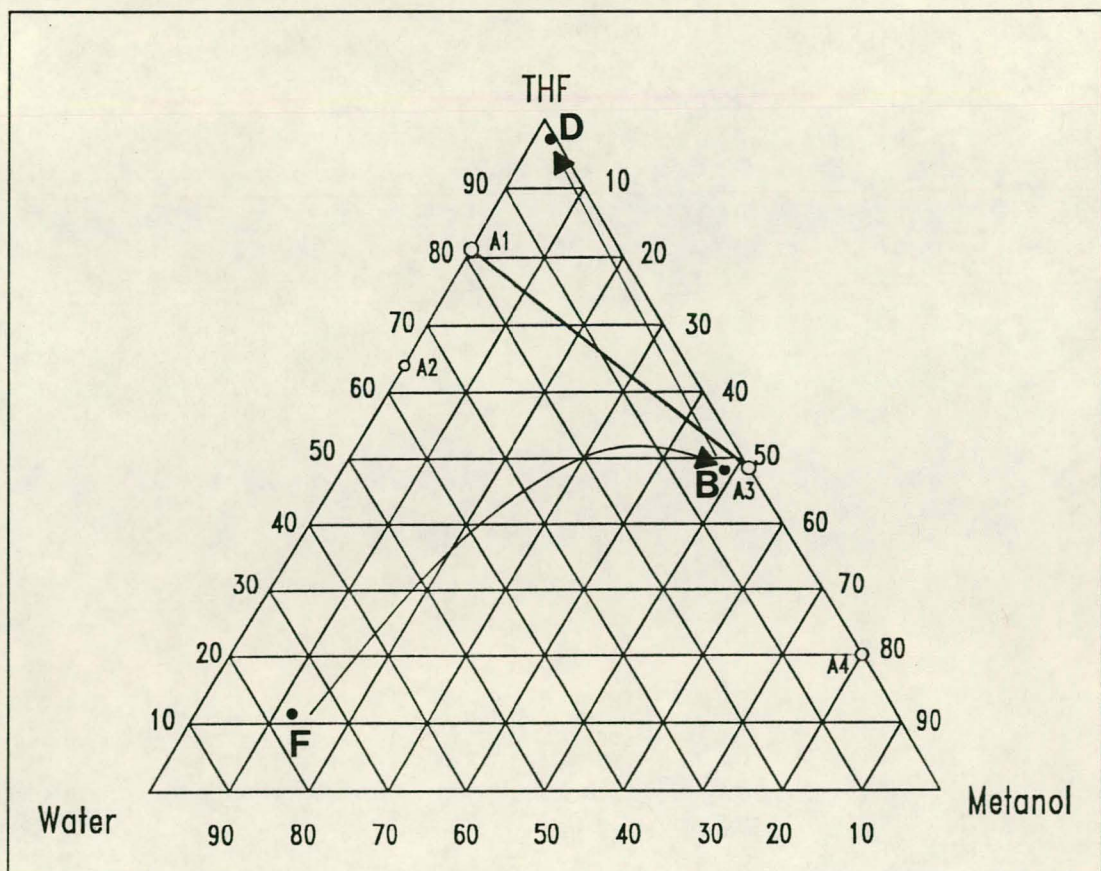
'n Verandering in druk gee aanleiding tot 'n verandering in aseotroopsamestelling. Die volgende aseotroopsamestellings by verhoogde drukke is bekend (verwys asseblief na Tabel 3 en Figuur 3).

*TABEL 3:  
SAMESTELLING VAN BINÊRE THF-ASEOTROPE  
BY VERHOOGDE DRUKKE*

Druk (kPa) (abs.)	Aseotroop	Simbool (Figuur 3)	Samestelling	
			(% massa/massa)	(% mol/mol)
790,7	THF/Water	A2	88,0 : 12,0	64,7 : 35,3
1000	THF/MeOH	A4	36,0 : 64,0	20,0 : 80,0

Figuur 3 toon 'n ternêre diagram vir die THF/MeOH/water-sisteem.

*FIGUUR 3:  
TERNÊRE DIAGRAM VIR DIE THF/MeOH/WATER-SISTEEM  
(EENHEID: % MOL/MOL)*



Die samestelling van die THF/water-aseotroop verskuif van punt A1 na A2 wanneer die druk van 101,3 kPa (absoluut) tot 790,7 kPa (absoluut) verhoog word. Soortgelyk verskuif die samestelling van die THF/MeOH-aseotroop van punt A3 tot A4 wanneer die druk van 101,3 kPa (absoluut) na 1000 kPa (absoluut) verhoog word. Die volgende distillasieprosedure kan derhalwe moontlik gevolg word vir die herwinning van "suiwer" THF:

- Distillasie by atmosferiese druk, met toevoer F en distillaatproduk B
- Distillasie in 'n tweede kolom by verhoogde druk met toevoer B en distillaat-  
produk D.

Vir die distillasie van die THF/MeOH/water-afvalstroom is die volgende kookpunte van belang (verwys asb na Tabel 4):

TABEL 4:

*KOOKPUNTE VAN KOMPONENTE IN DIE HNS-SINTESE-AFVALSTROOM*

Komponent	Kookpunt by 760 mm Hg (abs.) (°C)
THF	66,0
MeOH	64,7
Water	100,0
THF/MeOH-aseotroop	60,7
THF/water-aseotroop	64,0

#### 1.4 DIE VEREISTE SAMESTELLING VAN HERWONNE THF

Die herwonne THF moet uiteraard geskik wees om weer as oplosmiddel in die sintese van HNS gebruik te word. Die teenwoordigheid van MeOH in herwonne THF is daarom aanvaarbaar, aangesien MeOH tydens HNS-vervaardiging ook as oplosmiddel vir TNT aangewend word (verwys weer na Figuur 2 ter illustrasie van dié punt). Die aanwesigheid van water moet egter tot die minimum beperk word, aangesien die oplosbaarheid van TNT in die THF/MeOH-mengsel hierdeur drasties verlaag word. In die lig hiervan is dit duidelik dat 'n distillaat met samestelling B dus heeltemal aanvaarbaar as eindproduk van die herwinningsproses sal wees en dat 'n drukdistillasie, ten einde nóg suiwerder THF te herwin, derhalwe onnodig is. Die volgende gebruikerspesifikasie vir herwonne THF is voorgestel deur die samestelling van

die TNT-oplossing by die sintese van HNS in ag te neem (verwys asb na Tabel 5):

*TABEL 5:  
VOORGESTELDE GEBRUIKERSPESIFIKASIE VAN HERWONNE THF*

Komponent	Samestelling	
	(% massa/massa)	(% mol/mol)
THF	minimum 63,6	minimum 42,1
MeOH	maksimum 30,6	maksimum 42,1
Water	maksimum 5,8	maksimum 15,8

### 1.5 DIE ANALISE VAN THF/MEOH/WATER-MENGSELS

Die ondersoek na die herwinning van THF uit die HNS-sintese-afvalstroom dmv distillasie sou uiteraard die analise van 'n groot aantal THF/MeOH/water-distillaatsamestellings vereis. 'n Metode vir die analise van THF/MeOH/water-monsters mbv gaschromatografie is derhalwe vooraf ontwerp en volgens Krygkor-standaarde gekwalifiseer. Verwys asseblief na Bylae A vir 'n beskrywing van die analisemethode.

Die analisemethode is s6 ontwerp dat resultate uiteindelik in volume % in plaas van massa % gerapporteer is, aangesien 'n volume-bepaling veel vinniger as 'n massa-bepaling uitgevoer kon word. Hierdie situasie was baie ongunstig weens die feit dat volume nie 'n termodinamiese grootheid is nie. Daar is egter uiteindelik op grond van praktiese oorwegings besluit om hierdie tekortkoming in die analisefasiliteit te aanvaar, nadat analitici onderneem het om kondisies tydens die ontleding van monsters met groot omsigtigheid te beheer.

# HOOFSTUK 2

## LITERATUUROORSIG

Literatuur wat tydens die ondersoek na die herwinning van THF uit die HNS-sinteseafvalstroom bestudeer is, kan soos volg gekategoriseer word:

- Du Pont-literatuur
- Saris-literatuur ("Saris" verwys na "South African Retrospective Information System")

### 2.1 DU PONT-LITERATUUR

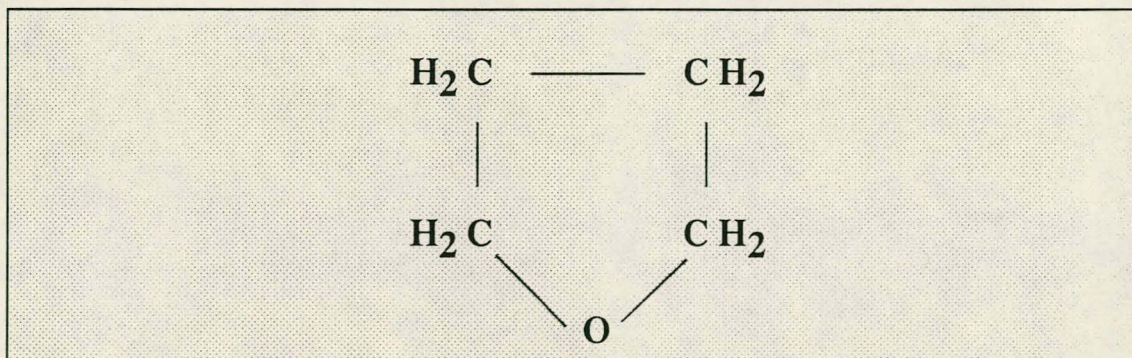
Twee brosjures<sup>(3 en 4)</sup> rakende die eienskappe en herwinning van THF is van die chemikalie-firma, Du Pont, bekom. Hierdie dokumente bevat uiters waardevolle inligting. In die volgende paragrafe word sommige van die onderwerpe wat in die brosjures bespreek word, opgesom.

#### 2.1.1 Die eienskappe en hantering van THF

##### 2.1.1.1 Struktuur

THF is 'n 5-lid sikliese eter met die volgende struktuurformule:

FIGUUR 4:  
STRUKTUURFORMULE VAN THF



THF het ook die volgende alternatiewe benaminge:

- Tetrametileenoksied
- Diëtileenoksied
- 1,4-Epoksibutaan
- Oksalaan

Die mees betekenisvolle eienskap van THF is sy indrukwekkende oplosvermoë vir 'n wye verskeidenheid materiale - selfs by kamertemperatuur. Die suurstofatoom het twee ongepaarde elektrone - 'n struktuur wat die vorming van gekoördineerde komplekse en die solvering van katione begunstig. Die tempo en selektiwiteit van chemiese reaksies word deur hierdie eienskappe van THF as oplosmiddel sterk bevoordeel.

### 2.1.1.2 Fisiese eienskappe van THF

Die fisiese eienskappe van THF word in Tabel 6 opgesom.

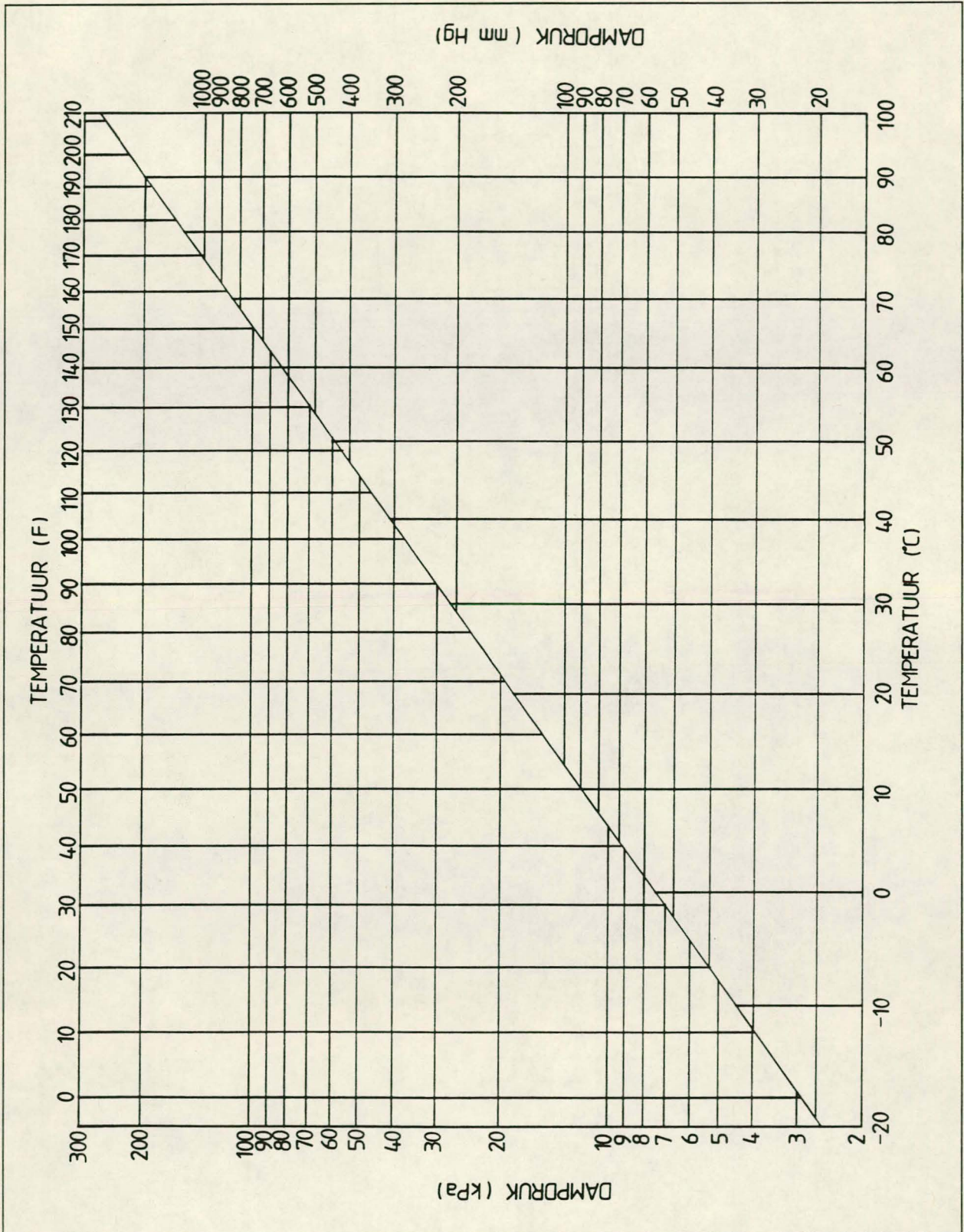
TABEL 6:  
FISIESE EIENSKAPPE VAN THF

Eienskap	Waarde
Molekulêre massa	72,108 g/mol
Kookpunt	66 °C by 760 mm Hg abs.
Vriespunt	-108,5 °C
Dampdruk	19,1 kPa by 20 °C
Digtheid (Vloeistof)	0,888 g/ml by 20 °C
(Damp)	2,49 g/l by 20 °C (lug ekwivalent aan 1)
Viskositeit	0,48 mPa.s by 20 °C
Oppervlakspanning in lug	26,4 mN/m by 25 °C
Brekingindeks ( $n_D^{20}$ )	1,4073
Verdampingswarmte	397 kJ/kg by die kookpunt
Verbrandingswarmte	180 MJ/kg
Soortlike warmte (Vloeistof)	1,962 kJ/kg.K by 20 °C
(Damp)	2,090 kJ/kg.K by 50 °C 1,55 kJ/kg.K by 66 °C
Flitspunt	- 14,4 °C
Ontvlambaarheidslimiete in lug	Onderste limiet: 2 volume % by 25 °C Boonste limiet : 11,8 volume % by 25 °C
Selfontbrandingstemperatuur	321 °C
Kritieke temperatuur	268 °C
Kritieke druk	5,19 MPa
Diëlektriese konstante	7,54 by 20°C
Konduktansie	1,5 $\mu$ S/m by 25 °C
Dipoolmoment	1,7 Debye eenhede by 25 - 50 °C
Oplosbaarheidsparameter	9,7
Waterstofbindingsindeks	2,7
Verdampingstempo	8,0 (n-butielaetaat = 1)
Mengbaarheid	Onbeperkte mengbaarheid met water, esters, ketone, alkohole, diëtleter, alifatiese, aromatiese en gechlloreerde koolwaterstowwe

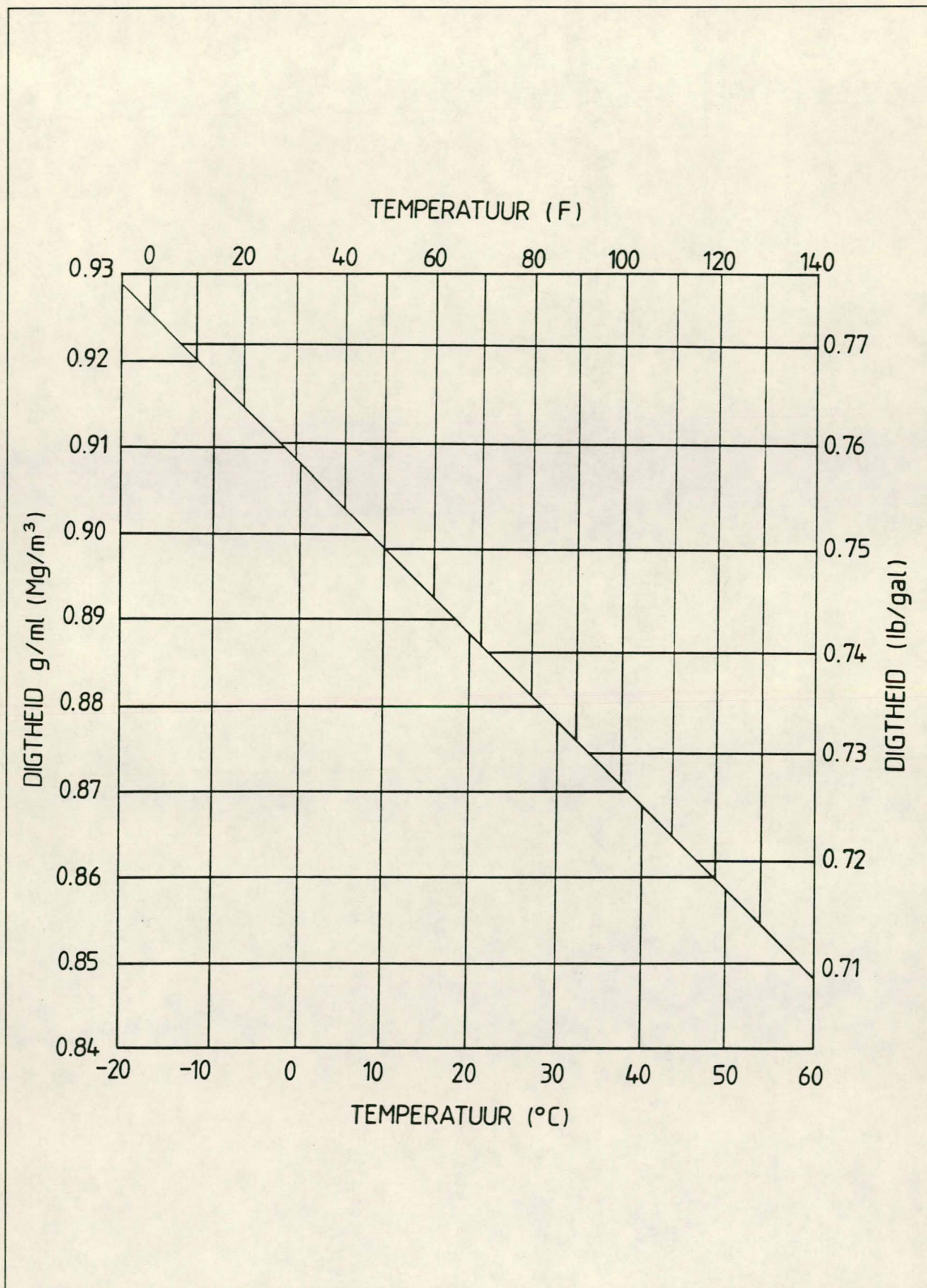


Die verandering in THF-dampdruk en -digtheid met temperatuur word onderskeidelik in Figure 5 en 6 voorgestel.

FIGUUR 5:  
DIE VERANDERING IN THF-DAMPDRUK MET TEMPERATUUR



FIGUUR 6:  
DIE VERANDERING IN THF-DIGTHEID MET TEMPERATUUR



### 2.1.1.3 Gesondheidsrisiko's en veiligheidsmaatreëls

THF is 'n organiese oplosmiddel waarvan die toksisiteit relatief laag is. Ten spyte daarvan moet vertrekke waarin THF gebruik word goed geventileer wees om dampinaseming tot die minimum te beperk.

THF veroorsaak oogirritasie. Om hierdie rede word die dra van 'n veiligheidsbril ten sterkste aanbeveel. Indien THF wel in die oë beland, moet dit vir minstens vyftien minute met water uitgespoel word.

Verder word die vel deur THF ontvet, sodat velirritasie dikwels na blootstelling aan dié oplosmiddel opgedoen word. Die dra van polivinielalkoholhandskoene behoort aangemoedig te word.

### 2.1.1.4 Brandgevaar

Die ontvlambaarheid van THF is die hoofgevaar by hantering van hierdie oplosmiddel. In dié opsig kom THF ooreen met oplosmiddels soos asetoon en n-heksaan. Blootstelling aan hitte, oop vlamme, vonke of ander ontstekingsbronne moet ten alle koste vermy word. Tydens die hantering van THF moet vonkvrye gereedskap gebruik word - veral by die oop- en toemaak van dromme, tenke of enige ander toerusting.

Water is normaalweg nie effektief vir die blus van 'n THF-brand nie. Brandblussers van Klas B (dws droë chemiese poeier of broomchloorfluor-metaan) moet vir hierdie doel byderhand gehou word.

### 2.1.1.5 Peroksiede

Soos in die geval van meeste eters, vorm klein hoeveelhede peroksiede in THF by lugblootstelling. Derhalwe word THF normaalweg deur vervaardigers met butielhidroksitolueen (BHT) teen peroksiedvorming gestabiliseer. In die teenwoordigheid van hierdie stabiliseerder behoort daar onder normale bergingstoestande slegs baie klein hoeveelhede peroksiede (minder as 0,01 massa %) te vorm. Wanneer die peroksiede egter gekonsentreer word (soos in die geval van 'n distillasie) kan brande of ontploffings weens ontbinding van die peroksiede plaasvind. Verder het ernstige ongelukke in die verlede ook voorgekom in gevalle waar peroksiedbevattende THF met bytsoda (NaOH) of bytpotas (KOH) in groot

hoeveelhede gereageer het.

Dit is wenslik om THF vir peroksiede te toets voordat dit gebruik word. Die aangewese toetsmetode word in Bylae C uiteengesit.

THF-peroksiede word maklik verwyder deur bytsodavlokkies by te voeg en die resulterende mengsel te roer. Peroksiedvrye THF kan dan eenvoudig gedekanteer word. 'n Massa van 5 kg vlokkies moet vir elke 100 kg THF gebruik word. Indien die toets vir peroksiede dui op 'n konsentrasie van minder as 0,5 massa % kan die vernietigingsprosedure vinnig uitgevoer word, maar indien die konsentrasie van THF-peroksiede hoër is, moet die vlokkies stadig in klein hoeveelhede bygevoeg word, terwyl deurentyd geroer word.

THF wat tydens herwinningsprosesse as distillaat verkry word, behoort sonder uitsondering met BHT gestabiliseer te word. Die aangewese konsentrasie van BHT in THF is ongeveer 0,025 massa %.

#### 2.1.1.6 Bergingsprosedure

THF moet in 'n koel, bedekte omgewing geberg word. Alle tenke en toerusting wat vir die hantering van THF gebruik word, moet elektries geaard wees, om statiese elektrisiteit wat byvoorbeeld tydens 'n pompproses mag opbou, weg te lei.

### 2.1.2 Die herwinning van THF

THF-herwinningsprosedures kan onder twee opskrifte bespreek word, nl:

- Die herwinning van THF-damp uit mengsels met lug
- Die herwinning van THF uit die THF/water-aseotroop.

#### 2.1.2.1 Die herwinning van THF-damp uit mengsels met lug

Die herwinning van THF uit mengsels met lug word in die volgende paragrawe onder twee opskrifte bespreek:

- Adsorpsie mbv geaktiveerde koolstof
- Absorpsie in water.

### Adsorpsie

Adsorpsie van THF-dampe deur geaktiveerde koolstof is die mees algemene metode in dié verband. Die volgende prosedure word normaalweg gevolg:

Die THF/lug-mengsel word mbv 'n waaier deur 'n filter getrek om alle vaste partikels te verwyder. Na afkoeling word die mengsel na 'n adsorpsie-eenheid met geaktiveerde koolstof gelei, waar die THF adsorbeer. Wanneer die adsorpsie-eenheid versadig is, word die THF met lae druk stoom gedesorbeer. Die THF/water-mengsel word na afkoeling gedistilleer om die THF/water-aseetroop (met ongeveer 6 massa % water) as uiteindelijke produk te lewer.

### Absorpsie

Absorpsie word selde toegepas vir die herwinning van THF-dampe uit mengsels met lug, omdat die THF-konsentrasie in die THF/lug-mengsel normaalweg baie laag is. Dit word egter wel gebruik in gevalle waar die installering van koolstofbeddens nie uitvoerbaar is nie. Die volgende prosedure word gevolg:

Die THF/lug-mengsel word mbv 'n waaier deur 'n filter getrek om alle vaste partikels te verwyder. Na afkoeling word die mengsel opwaarts deur 'n absorpsiekolom verplaas, terwyl water afwaarts vloei. Die THF word deur die water geabsorbeer. Vervolgens word die THF/water-mengsel voorverhit en dan gedistilleer om die THF/water-aseetroop as produk te lewer. Die water wat tydens die distillasie as bodemproduk versamel, word na die absorpsiekolom teruggelei om THF-verliese te bekamp. Energie word bespaar deur dié stroom vir voorverhitting van die THF/water-mengsel aan te wend.

#### **2.1.2.2 Die herwinning van THF uit die THF/water-aseetroop**

Die vorige twee metodes lewer albei die THF/water-aseetroop as eindproduk. Ten einde watervrye THF hieruit te herwin, kan die volgende metodes gevolg word:

- Ekstraksie van die THF/water-aseetroop met 'n  $\text{CaCl}_2$ -pekelplossing
- Distillasie van die THF/water-aseetroop onder druk
- Ekstraksie van die THF/water-aseetroop met oplosmiddels (bv pentaan)
- Dehidrasie van die THF/water-aseetroop met vaste stowwe.

## 2.2 SARIS-LITERATUUR

'n Omvattende Saris-dokumentsoektog\* is in Februarie 1987 uitgevoer in 'n poging om so veel as moontlik literatuur rakende die herwinning van THF uit die HNS-sinteseafvalstroom op te spoor. 'n Opgawe van sowat 82 dokumente, wat patente, joernale, tegniese verslae en artikels vir die periode 1982 tot 1987 insluit, is uit die soektog verkry. 'n Totaal van tien patente is uiteindelik bestel. Hoewel sommige van hierdie dokumente baie waardevol in die algemene benadering tot die ondersoek was, het nie een daarvan spesifiek betrekking op THF-herwinning uit die HNS-sinteseafvalstroom gehad nie.

'n Opgawe van die patente, met 'n kort beskrywing van die betrokke herwinningsmetode wat in elke geval gevolg is, verskyn in Tabel 7.

TABEL 7:  
OPGAWE VAN SARIS-LITERATUUR

Nr	Patentnr.	Herwinningsmetode
1	DD 226885 A1	-Herwinning van THF uit THF/MeOH-mengsels deur drukdistillasie
2	DD 160742 A3	-Ekstraktiewe distillasie van 'n polibutileenreftalaatafvalstroom met NaOH as toegevoegde komponent -Mikrofiltrasie
3	US 4317722 A	-Herwinning van THF uit 'n flodderagtige afvalstroom deur direkte stoominspuiting
4	DD 152722 D	-Aseotropiese distillasie van THF/MeOH-mengsels met koolwaterstowwe as toegevoegde komponent
5	DD 141822	-Ekstraktiewe distillasie van THF/MeOH-mengsels met aromatiese koolwaterstowwe met hoë kookpunte; -Fraksionele distillasie van die bodemproduk
6	DD 142298	-Ekstraktiewe distillasie van 'n polibutileenreftalaatafvalstroom met aromatiese koolwaterstowwe met gemiddelde kookpunte; -Faseskeiding van die bodemproduk in 'n skeivat; -Skeiding van die fases in 'n reeks eenvoudige distilleerkolomme
7	DE 2848979	-Ekstraktiewe distillasie van 'n THF/water/amien-afvalstroom met etileenglikol of 2-amino-etanol as toegevoegde komponent -Fraksionele distillasie van die bodemproduk
8	DD 137188	-Ekstraktiewe distillasie van 'n polibutileenreftalaatafvalstroom met toegevoegde stowwe wat identies aan die dampkomponente is -Fraksionele distillasie van die bodemproduk om die toegevoegde komponent te herwin
9	US 4115408	-Depolimerisasie van 'n politetrametileeneterglykol-afvalstroom onder druk -Fraksionele distillasie van die resulterende mengsel
10	DE 2626124	-Behandeling van 'n PVC-afvalstroom met water -Fraksionele distillasie van die resulterende mengsel

\* Saris verwys na "South African Retrospective Information System"

## 2.3 SAMEVATTING

### 2.3.1 Du pont-literatuur

Twee brosjures rakende THF is van die chemikalie-firma, Du Pont, bekom. Hoewel THF 'n bekende oplosmiddel is wat wye toepassings in die nywerheid het, kon min literatuur opgespoor word wat meer omvattende inligting as dié brosjures bevat.

Die eerste brosjure dek die eienskappe en hantering van THF. Inligting omtrent die struktuur, fisiese eienskappe, en dampdrukgedrag van THF word gegee. Die gesondheidsrisiko's, veiligheidsmaatreëls, brandgevaar, peroksiedvorming en bergingsprosedures wat met THF geassosieer word, word grondig bespreek.

Die tweede brosjure handel uitsluitlik oor die herwinning van THF. Metodes waarvolgens THF uit THF/lug-mengsels en uit die THF/water-aseotroop herwin kan word, word duidelik uiteengesit. Die herwinning van THF uit 'n aantal algemene reaksiemengsels word ook aangeraak. Hoewel daar geen verwysing na die herwinning van THF uit die HNS-sintese-afvalstroom is nie, is die tegnieke wat bespreek word baie nuttig in die algemene benadering tot die ondersoek.

### 2.3.2 Saris-literatuur

Na 'n deeglike Saris-dokumentsoektog is 'n totaal van tien patente uiteindelik bestel. Hoewel daar weer eens geen verwysing na die herwinning van THF uit die HNS-sintese-afvalstroom was nie, was die bestudering van dié dokumente uiters leersaam. Die volgende metodes is onder andere vir die herwinning van suiwer THF aan die hand gedoen: 'n Drukdistillasie van die THF/MeOH-aseotroop, 'n ekstraktiewe distillasie van THF/MeOH-mengsels met aromatiese koolwaterstowwe as toegevoegde komponente en 'n aseotropiese distillasie van THF/MeOH-mengsels met koolwaterstowwe as toegevoegde komponente.

Die oogmerk van die ondersoek was egter nie die herwinning van suiwer THF nie, maar eerder die herwinning van (feitlik) watervrye THF/MeOH-mengsels. Die metodes wat in bogenoemde patente beskryf is, sou suiwerder produkte lewer as wat werklik vereis word. In die lig van die groot uitgawe wat die toepassing van hierdie metodes (in terme van toerusting en grondstowwe) sou meebring, is daar besluit om geen nadere ondersoeke in dié verband te loods nie.

# HOOFSTUK 3

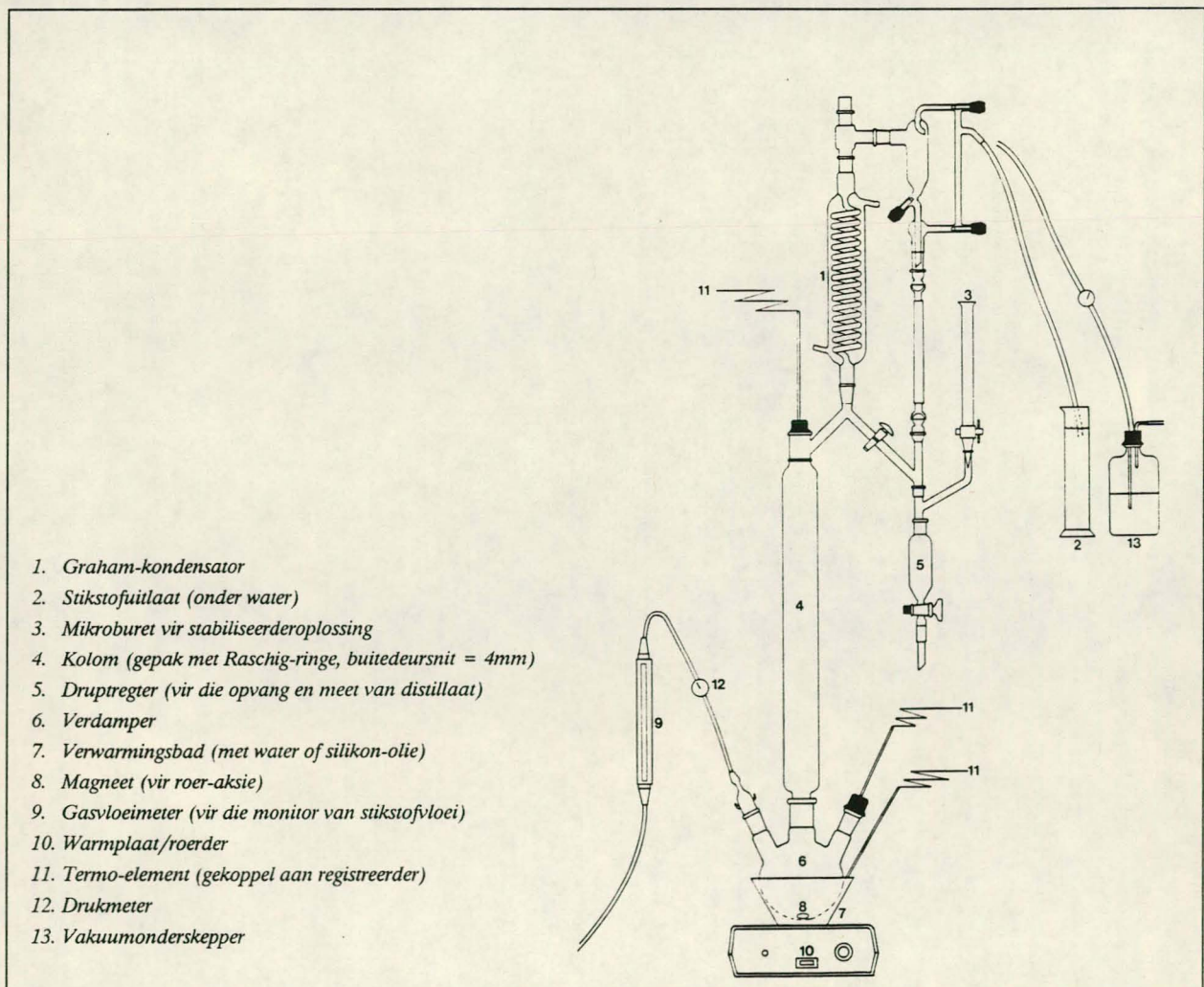
## THF-HERWINNING OP LABORATORIUMSKAAL

'n Kwalitatiewe ondersoek op laboratoriumskaal is onderneem ten einde die uitvoerbaarheid van distillasie as THF-herwinningsmetode te evalueer. Die ondersoek is in drie reekse deurgevoer, naamlik:

- Reeks 1: Eksperimente met oplosmiddelmengsels
- Reeks 2: Eksperimente met HCl en ekstraheermiddels
- Reeks 3: Eksperimente met die HNS-sintese-afvalstroom

Vir die ondersoek op laboratoriumskaal is daar deurgaans van standaard-glastoerusting en -instrumentasie gebruik gemaak. 'n Diagrammatiese voorstelling daarvan verskyn in Figuur 7.

FIGUUR 7:  
LABORATORIUMSKAAL THF-HERWINNINGSTOERUSTING





## **3.1 REEKS 1: EKSPERIMENTE MET OPLOSMIDDELMENGSELS**

### **3.1.1 Doel van die eksperimentreeks**

Distillasie van die HNS-sintese-afvalstroom ten einde THF daaruit te herwin, moes ondersoek word. Weens die feit dat so min omtrent die distillasie van die afvalstroom bekend is, is daar egter besluit om aanvanklik met oplosmiddelmengsels, wat die afvalstroom simuleer, te eksperimenteer. Hierdie THF/MeOH/water-mengsels sou nie alleen veiliger wees om te distilleer nie, maar ook veel geriefliker, aangesien die werklike afvalstroom ondeursigtig en dieprooi van kleur is.

Tydens die uitvoer van hierdie eksperimentreeks is 'n aantal distillasieparameters gevarieer om die invloed van so 'n variasie kwalitatief te bepaal. Die invloed van 'n verandering in voersamestelling, waterbadtemperatuur, druk en distillasie-tempo op die opbrengs en suiwerheid van herwonne THF is ondersoek.

### **3.1.2 Eksperimentele metode**

Die volgende eksperimentele prosedure is vir die distillasie van oplosmiddelmengsels gevolg:

'n Bepaalde volume THF, MeOH en proseswater is in die verdamper afgemeet en met die waterbad en warmplaat verhit. Die bad- en damptemperature is deurlopend mbv termo-elemente geregistreer.

Stikstof is voortdurend deur die toerusting verplaas in 'n poging om peroksiedvorming te inhibeer. Die druk in die sisteem is aangepas deur die posisie van die stikstofuitlaat in die ventilasiewater te varieer. Sommige eksperimente is onder vakuum uitgevoer.

Distillaat is versamel terwyl stabiliseerderoplossing met 'n mikroburet teen 'n konstante tempo bygevoeg is. Die distillasie is voortgesit todat die distillasietempo feitlik nul was.

'n Verskeidenheid monsters is tydens eksperimente geneem, nl:

- 1 Voermonster (uit die verdamper - nadat die voer opgemaak is)
- 7 Distillaatmonsters, met 5-minuut-intervalle
- 1 Bodemproduktmonster (uit die verdamper - na afloop van die distillasie)
- 1 Ventilasiemonster (uit die ventilasiewater of vakuumonderskepper - na afloop van die distillasie)

Die monsters is na die laboratorium versend in spesiale glas monsterbottels met skroefproppe en Teflon-seëls (verwys asseblief na Figuur 8). Hier is die monstersamestelling deur gaschromatografie geanaliseer.

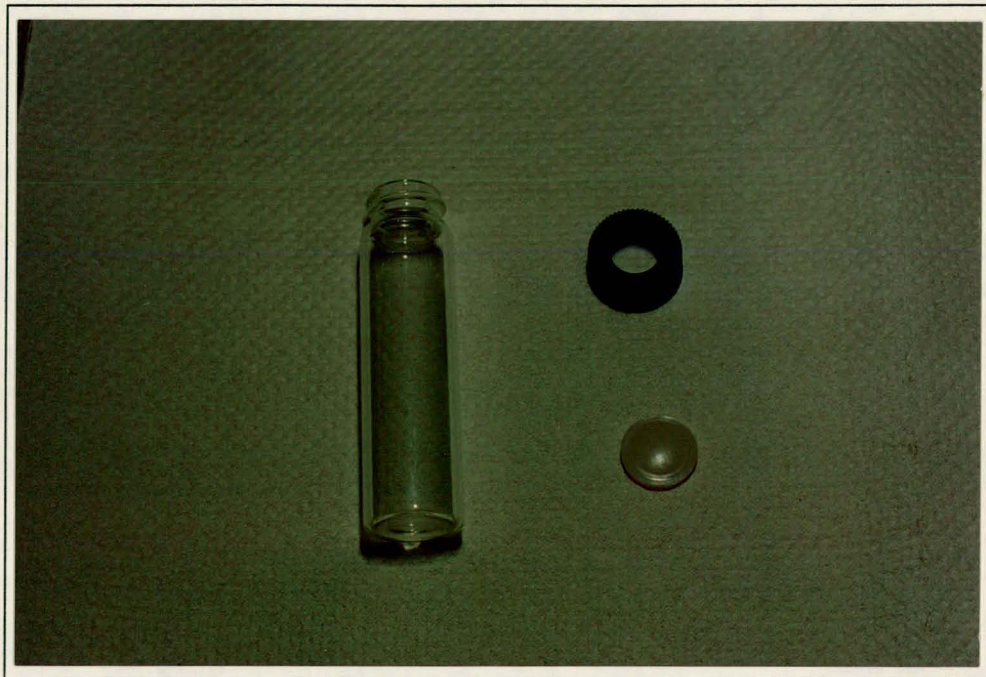
### 3.1.3 Waarnemings

Die volgende kwalitatiewe waarnemings is tydens die uitvoer van Reeks 1 gemaak:

- THF is baie vlugtig; goeie afkoeling is derhalwe noodsaaklik ten einde verliese aan die atmosfeer te voorkom.
- Goeie beheer oor die toediening van warmte-energie is belangrik, aangesien 'n klein verhoging in bodemtemperatuur 'n groot toename in distillasietempo meebring.
- Soos deur die literatuur voorspel, kan THF, MeOH en water (weens aseptroopvorming) nie deur 'n atmosferiese distillasie geskei word nie.
- Dit is moontlik om 'n distillaat met 'n baie lae water-inhoud te verkry, dws goeie suiwerhede in terme van THF/MeOH is moontlik.
- Dit is verder prakties moontlik om feitlik alle THF af te damp, dws goeie waardes in terme van THF-herwinning kan verwag word.

*FIGUUR 8:*

*MONSTERBOTTELS WAT VIR DIE VERSENDING VAN THF/MeOH/WATER-MONSTERS GEBRUIK IS*



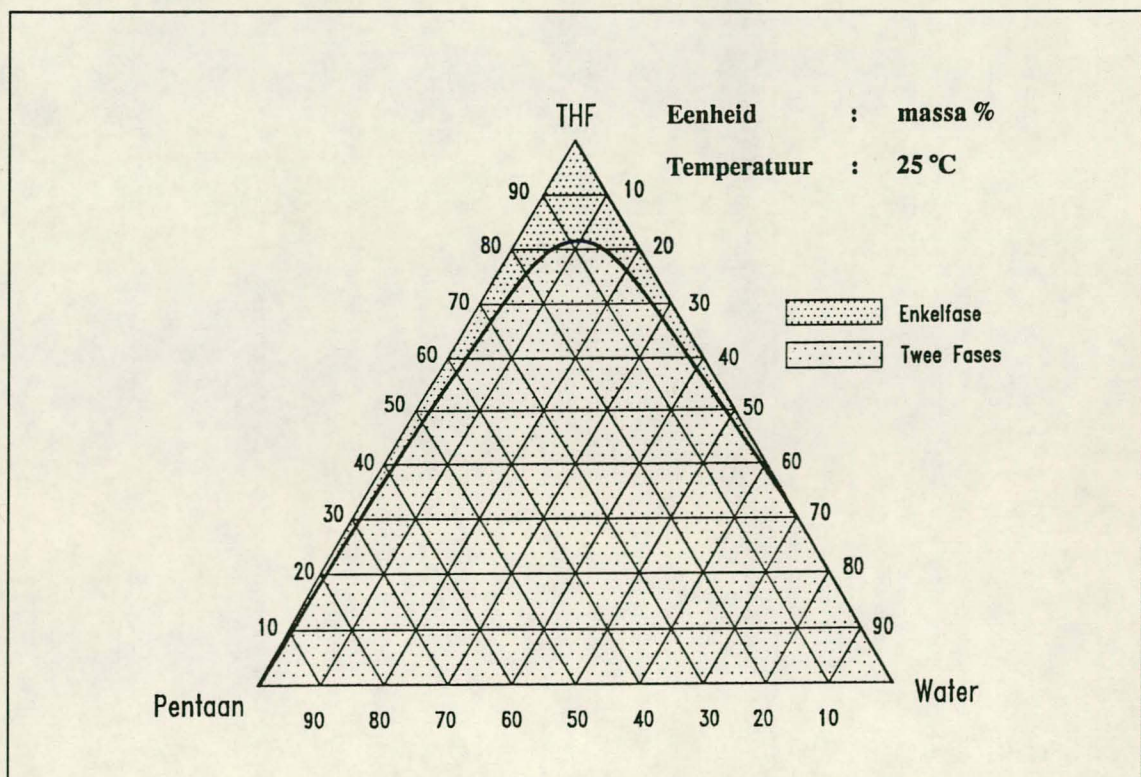
### 3.2 REEKS 2: EKSPERIMENTE MET HCl EN EKSTRAHEER-MIDDELS

Die afvalstroom, afkomstig uit die HNS-loodsaanleg, bevat 'n aantal opgeloste produkte wat daaraan 'n ondeursigtige, dieprooi kleur gee. Hierdie produkte begin presipiteer sodra die THF- en MeOH-inhoud van die afvalstroom afneem. Dit is dus moontlik dat hierdie produkte aan die einde van die distillasie, wanneer feitlik alle THF en MeOH afgedamp is, kan presipiteer en 'n aanpaksel in die verdamer vorm. Die behandeling van die afvalstroom voor distillasie met HCl, lei egter tot die presipitasie van hierdie opgeloste stowwe as teeragtige produkte, om 'n deursigtige samestelling na filtrasie te lewer.

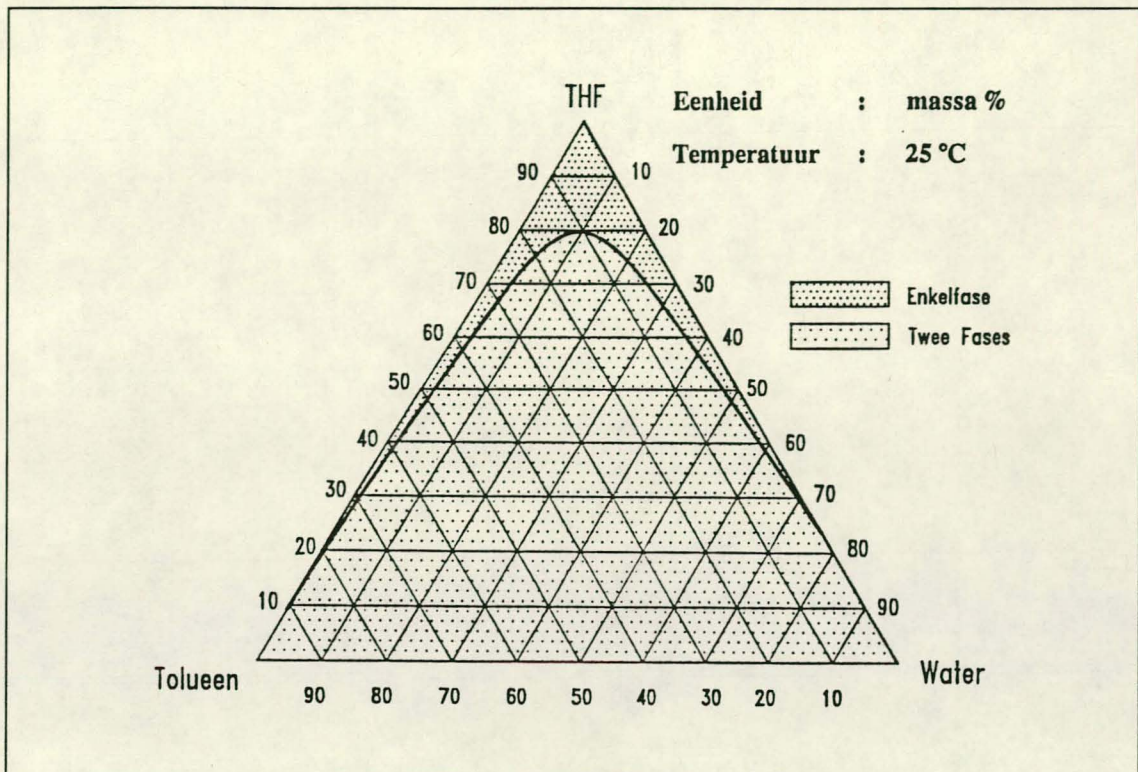
In die tweede instansie was die groot hoeveelheid water in die afvalstroom problematies, aangesien herwonne THF wat baie water bevat, nie geskik sal wees vir hergebruik in die vervaardiging van HNS nie. Daar is derhalwe besluit om die moontlikheid van THF-ekstraksie voor distillasie te ondersoek. Dit is bekend<sup>(3)</sup> dat ekstraksies met pentaan, toluen en xileen suksesvol op ander oplosmiddelsisteme van THF toegepas is. Die onderstaande mengbaarheidsdiagramme was baie nuttig in die bepaling van ewewigsamestellings (verwys asseblief na Figure 9 en 10).

FIGUUR 9:

MENGBAARHEIDSDIAGRAM VIR DIE THF/WATER/PENTAAN-SISTEEM



FIGUUR 10:  
MENGBAARHEIDSDIAGRAM VIR DIE THF/WATER/TOLUEEN-SISTEEM



### 3.2.1 Doel van die eksperimentreeks

Die behandeling van die HNS-sintese-afvalstroom met HCl en sekere ekstraheermiddels lewer materiaal wat geriefliker is om te distilleer. Die invloed van hierdie stowwe op die verloop van die distillasieproses, die THF-opbrengs en -suiwerheid moes egter ondersoek word. Die eksperimentreeks het derhalwe die volgende oogmerke gehad:

- Die bepaling van die invloed van HCl op die herwinning van THF; en
- Die bepaling van die invloed van die ekstraheermiddels (nl. pentaan, toluen en xileen) op die herwinning van THF.

Aangesien daar onsekerheid bestaan het oor die reaksie van bogenoemde stowwe met die HNS-sintese-afvalstroom by verhoogde temperatuur, is daar besluit om weer eens met oplosmiddelmengsels as basismateriaal te eksperimenteer, ipv die werklike afvalstroom.

### 3.2.2 Eksperimentele metode

'n Bepaalde hoeveelheid THF, MeOH en proseswater is in 'n erlenmeyerfles geplaas en goed vermeng voordat hetsy HCl of een van die ekstraheermiddels bygevoeg is.

In die geval van HCl-byvoeging, is genoeg tyd gelaat vir goeie vermenging alvorens die resulterende mengsel as voermateriaal in die verdamper geplaas is.

Na die byvoeging van ekstraheermiddels is die THF/MeOH/water/-ekstraheermiddel-mengsel toegelaat om in 'n skeitregter in twee fases te skei voordat die organiese fase as voermateriaal in die verdamper geplaas is.

Vir die distillasie van die voermateriaal is nagenoeg dieselfde prosedure gevolg as wat voorheen in paragraaf 3.1.2 beskryf is. Die volgende monsters is tydens eksperimente geneem, nl:

- 1 Oplosmiddelmengselmonster (uit die THF/MeOH/water-mengsel - voor die byvoeging van HCl of ekstraheermiddels)
- 1 Waterfasemonster (uit die anorganiese fase - na die ekstraksie). Hierdie monster is uiteraard nie geneem in eksperimente waar HCl bygevoeg is nie.
- 1 Voermonster (uit die voermateriaal)
- 7 Distillaatmonsters, met 5-minuut-intervalle
- 1 Bodemprodukmonster (uit die verdamper - na afloop van die distillasie)
- 1 Ventilasiemonster (uit die ventilasiewater of vakuuonderskepper - na afloop van die distillasie)

Soos voorheen is die monsters gaschromatografies vir samestelling geanaliseer.

### 3.2.3 Waarnemings

Die volgende kwalitatiewe waarnemings is tydens die uitvoer van Reeks 2 gemaak:

#### 3.2.3.1 Behandeling met HCl

Behandeling van die gesimuleerde afvalstroom met HCl was relatief suksesvol, hoewel die THF- en MeOH-herwinning ietwat swakker was as wat die geval was in gevalle waar geen HCl bygevoeg is nie. Die suiwerheid van die distillaat is egter nie noemenswaardig beïnvloed nie. Die behandeling van die afvalstroom met HCl sal dus nie skeiding bevorder of benadeel nie, maar lewer bloot voermateriaal wat geriefliker is om te distilleer.

### 3.2.3.2 Behandeling met ekstraheermiddels

#### Pentaaan

Die herwinning van THF uit die oplosmiddelmengsel, ná ekstraksie met pentaan, was onsuksesvol, hoofsaaklik weens die hoë vlugtigheid van dié ekstraheermiddel. Geweldige verliese aan THF en MeOH is ondervind, weens meganiese meesleuring daarvan terwyl pentaan afgedamp is.

#### Tolueen

Die gebruik van tolueen as ekstraheermiddel was meer suksesvol as die gebruik van pentaan in dié sin dat geen verliese ondervind is nie. Die suiwerheid van die herwonne THF het egter veel te wense oorgelaat.

#### Xileen

Die distillasieproses met xileen as ekstraheermiddel het soortgelyk as met tolueen verloop, hoewel die suiwerheid van die distillaat ietwat hoër was.

## 3.3 EKSPERIMENTE MET DIE HNS-SINTESE-AFVALSTROOM

Met die kundigheid wat in die vorige twee reekse rakende die herwinning van THF uit gesimuleerde afvalstroom verwerf is, kon daar nou oorgegaan word na distillasie van die werklike HNS-sintese-afvalstroom. Daar is besluit om die reaksiemengsel vooraf met HCl te ont kleur.

### 3.3.1 Doel van die eksperimentreeks

Met die uitvoer van hierdie eksperimentreeks is gepoog om die risiko verbonde aan die distillasie van die HNS-sintese-afvalstroom te evalueer. Vir hierdie doel is 'n aantal eksperimente met baie klein hoeveelhede as distillasievoer by verskillende drukke en waterbadtemperatuur onderneem.

### 3.3.2 Eksperimentele metode

Die prosedure wat voorheen in paragraaf 3.1.2 beskryf is, is gevolg met dié uitsondering dat werklike afvalstroom as voermateriaal gebruik is, nadat dit met HCl behandel is. Strenger veiligheidsmaatreëls as voorheen is egter in die hantering en distillasie van die afvalstroom gevolg.

### 3.3.3 Waarnemings

Die HNS-sintese-afvalstroom kan sonder ontploffingsgevaar gedistilleer word om THF daaruit te herwin. Badtemperature is tot so hoog as 100 °C geneem terwyl drukke van tot -4 kPa (meterdruk) in sommige eksperimente geïmplementeer is, sonder dat enige ontbindingsreaksie waargeneem is.

### 3.4 SAMEVATTING

Eksperimente met oplosmiddelmengsels wat die HNS-sintese-afvalstroom simuleer, het getoon dat 'n produk met 'n hoë THF/MeOH-opbrengs en -suiwerheid deur atmosferiese distillasie verkry kan word, ten spyte van die feit dat THF met water 'n aseptrop vorm. Die samestelling van distillate was heeltemal binne die voorgestelde gebruikersspesifikasie vir herwonne THF, wat voorheen in Hoofstuk 1 uiteengesit is.

Die behandeling van gesimuleerde afvalstroom met HCl ten einde die presipitasie van opgeloste brisantstofkomponente vóór distillasie te ondersoek, was suksesvol en is later vir die behandeling van die werklike afvalstroom geïmplementeer.

Die ekstraksie van THF mbv die ekstraheermiddels, pentaan, toluen en xileen, om van die groot hoeveelheid water in die afvalstroom ontslae te raak, was egter onsuksesvol. Daar is besluit dat die bykomende investeringskoste wat deur die gebruik van ekstraheermiddels afgedwing word, nie regverdigbaar is indien hierdie stowwe nie ook uiteindelik herwin word nie. Die addisionele toerusting wat vir so 'n stap nodig sou wees, sou 'n verdere groot kapitaalligting vereis wanneer die herwinningsfasiliteit opgegradeer word. Daar is derhalwe besluit om die gebruik van ekstraheermiddels vir die ekstraksie van THF nie verder te ondersoek nie.

Eksperimente waarin klein hoeveelhede werklike afvalstroom gedistilleer is, het getoon dat die materiaal wel sonder ontploffingsgevaar aan verhoogde temperature en verlaagde drukke onderwerp kan word.

## HOOFSTUK 4

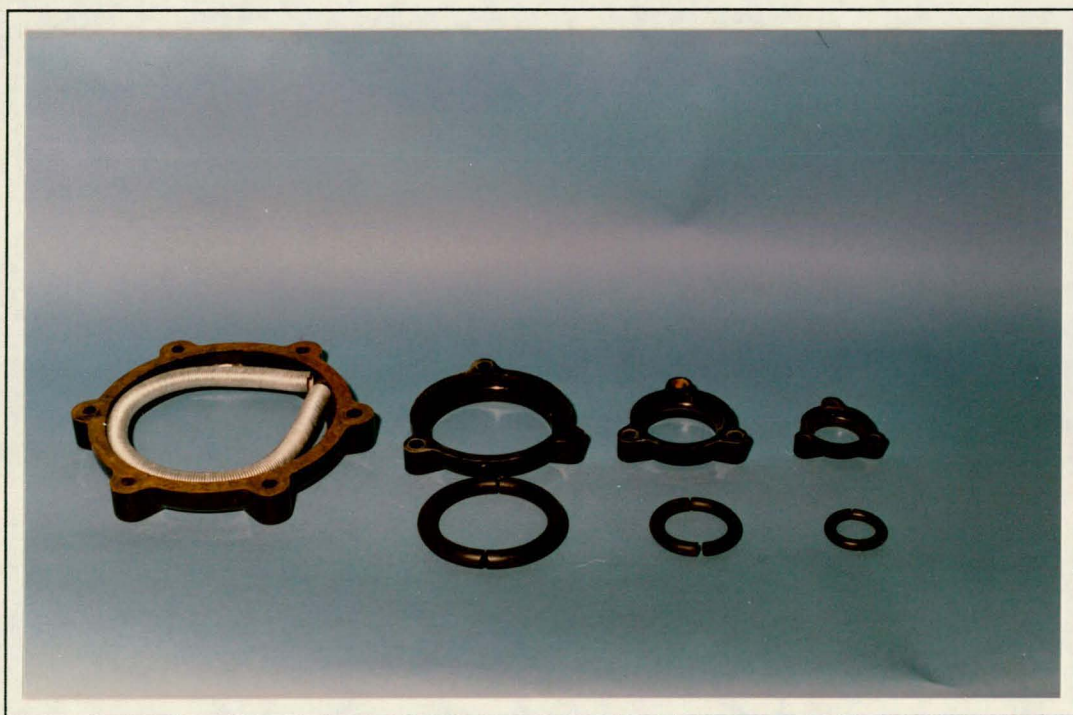
### THF-HERWINNING OP KLEINSKAAL

HNS is 'n ontwikkelingsproduk wat in Suid-Afrika bloot op 'n eksperimentele basis vervaardig en gebruik word; die aangewese konsentrasie daarvan as bymiddel in RDX/TNT-vullings is nog nie kwantitatief geëvalueer nie. Om hierdie rede is dit nie bekend in watter hoeveelhede HNS in die toekoms benodig en vervaardig sal word nie; projeksies rakende die volume van die afvalstroom waaruit THF herwin moet word, is gevolglik ook nie moontlik nie. In die lig hiervan is besluit dat die herwinning van THF uit die HNS-sintese-afvalstroom volgens beide die kontinue- en enkelladingbedryfswyse ondersoek moet word.

Vir die ondersoek na die herwinning van THF uit die HNS-sintese-afvalstroom op kleinskaal is spesiale glastoerusting ontwerp en vervaardig. Die individuele komponente van die uiteindelijke opstelling word in Bylae B dmv foto's geïllustreer. Aangesien die kleinskaal herwinningstoerusting uitsluitlik 'n navorsingsfasiliteit was, is 'n hoë premie op buigbaarheid geplaas. Indien enige wysiging in die opstelling nodig sou wees, moes dit sonder moeite bewerkstellig kon word. Die toerusting is gevolglik modulêr ontwerp. Die onderskeie komponente is mbv flense gekoppel (verwys na Figuur 11).

*FIGUUR 11:*

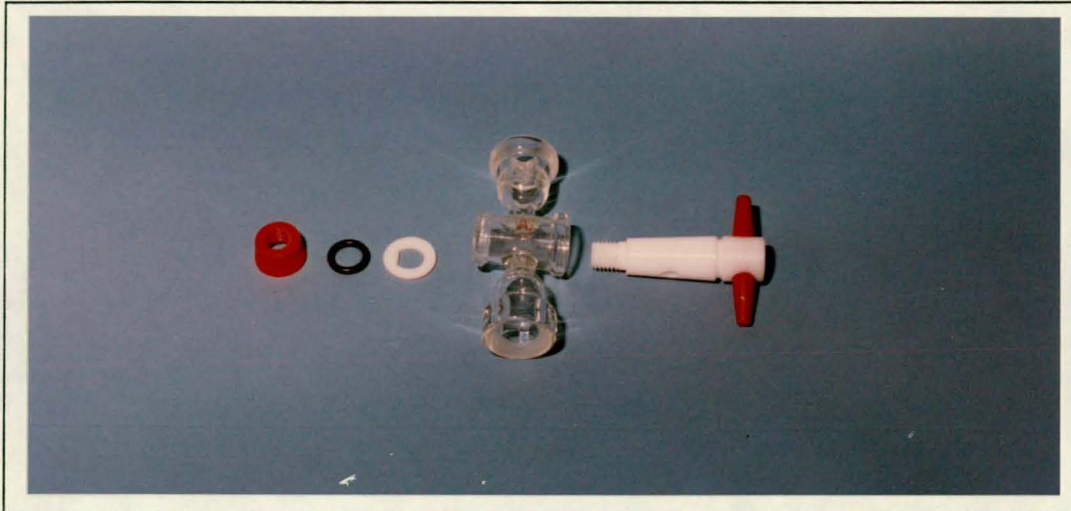
*FLENSE VIR DIE KOPPELING VAN KOMPONENTE*





Die indrukwekkende oplosvermoë van THF het 'n ernstige beperking op die toerustingontwerp gelê, in dié sin dat slegs 'n baie beperkte reeks materiale (nl. glas, vlek-vry staal en Teflon) vir die vervaardiging van toerustingkomponente gebruik kon word. Verwys na Figuur 12 in dié verband.

*FIGUUR 12: AL DIE DELE VAN DIE KLEP WAT MET AFVALSTROOM IN AANRAKING KOM, IS VAN GLAS OF TEFLON*

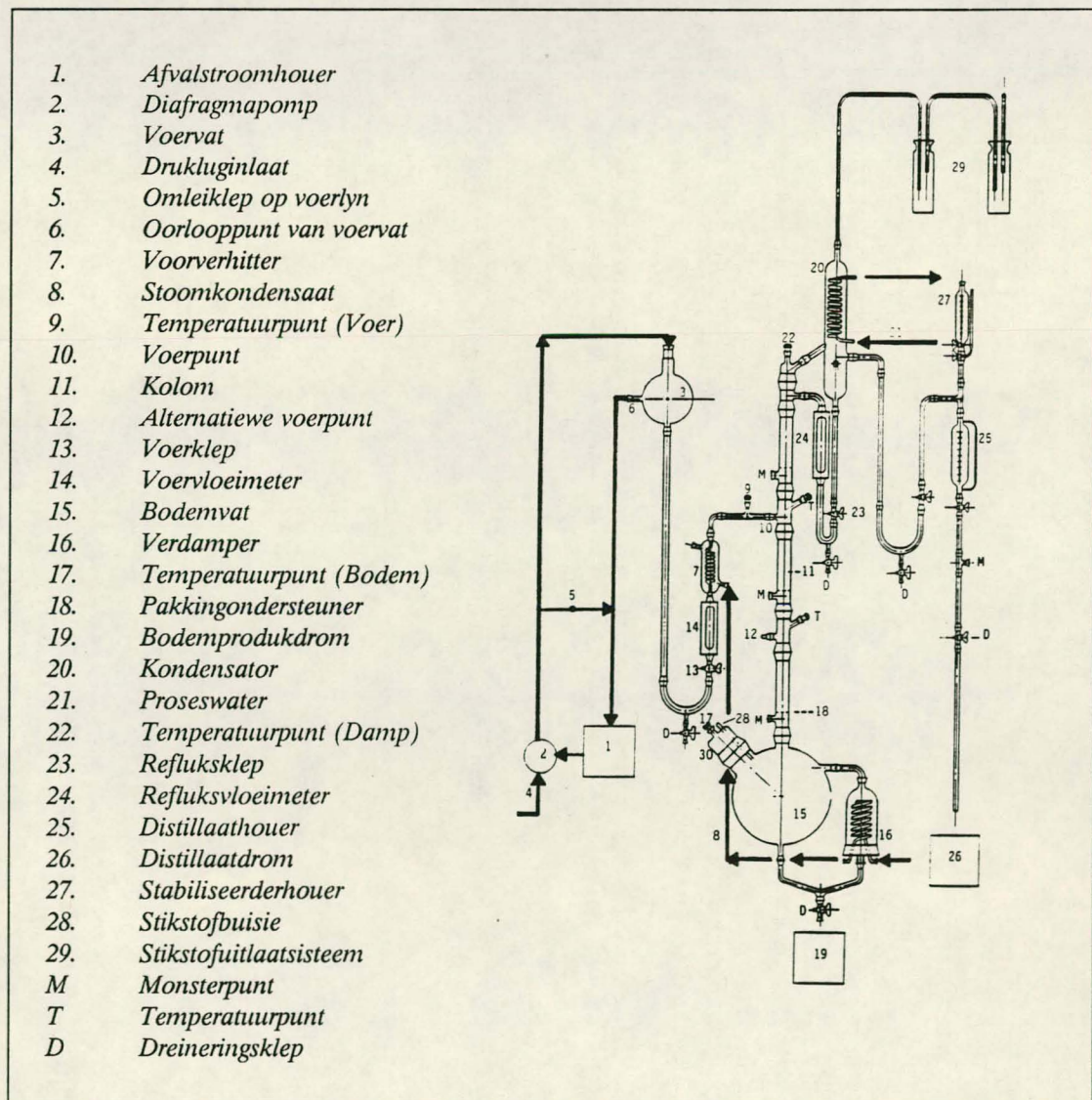


## 4.1 HERWINNING VOLGENS DIE KONTINUE BEDRYFSWYSE

### 4.1.1 Toerustingontwerp vir kontinue bedryf

Vir die ondersoek na die herwinning van THF uit die HNS-sintese-afvalstroom dmv 'n kontinue distillasieproses is die kleinskaaltoerusting só saamgestel dat die gelyktydige voer van afvalstroom, aftrek van bodemprodukt en aftrek van distillaat moontlik was. Die konfigurasie van die kleinskaal THF-herwinningstoerusting (soos vir die kontinue bedryfswyse) word in Figuur 13 voorgestel.

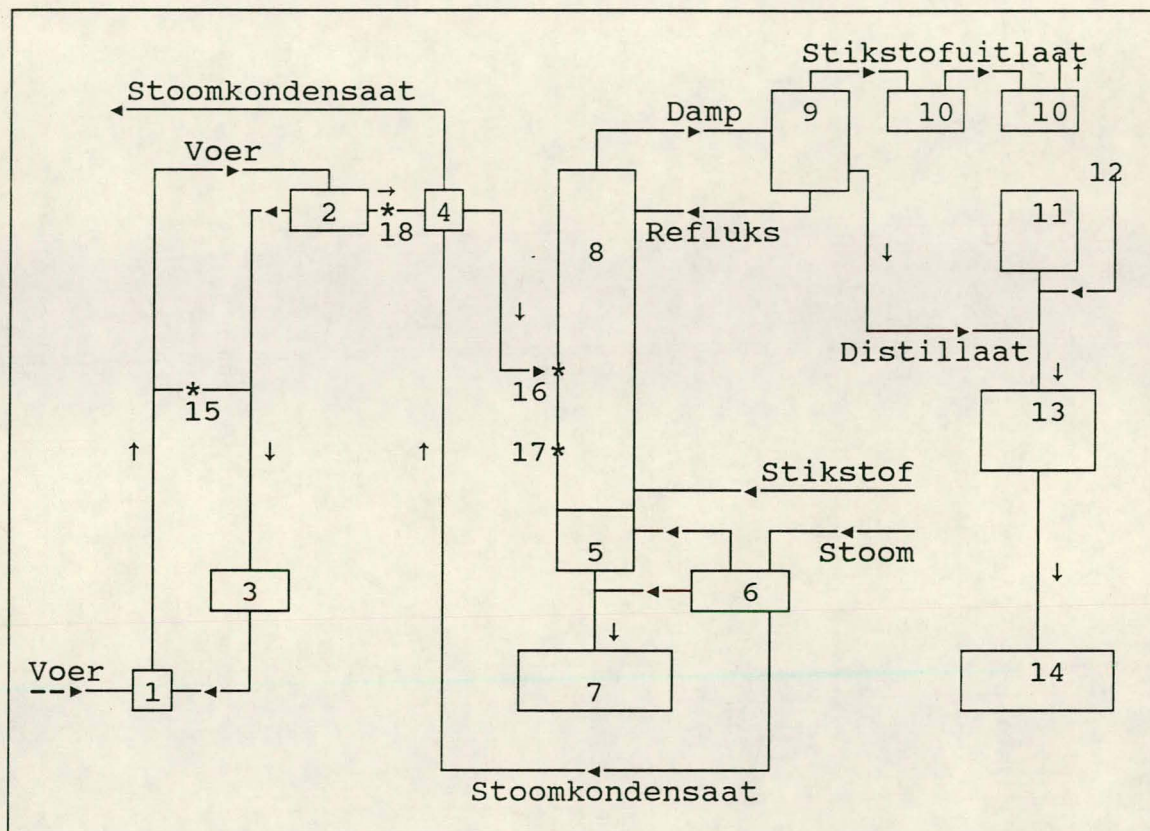
FIGUUR 13:  
KLEINSKAAL THF-HERWINNINGSTOERUSTING  
(KONTINUE BEDRYFSWYSE)



#### 4.1.2 Prosesvloei vir kontinue bedryf

Die prosesvloei wat vir die herwinning van THF op kleinskaal volgens die kontinue bedryfswyse gevolg is, word in Figuur 14 diagrammaties voorgestel en in die daaropvolgende paragrawe beskryf.

FIGUUR 14:  
PROSESVLOEI VIR KONTINUE THF-HERWINNING



1. Diafragma pomp
2. Voervat
3. Afvalstroomhouer
4. Voorverhitter
5. Bodemvat
6. Verdamper
7. Bodemprodukdrom
8. Distilleerkolom (gepak met Raschig-ringe)
9. Kondensator
10. Stikstofuitlaatsisteem
11. Stabiliseerderhouer
12. Mikroburet vir stabiliseerderoplossing
13. Distillaathouer
14. Distillaatdrom
15. Omleiklep op voerlyn
16. Voerpunt
17. Alternatiewe voerpunt
18. Voerklep

#### 4.1.2.1 Vorbereiding vir die distillasie

Die HNS-sintese-afvalstroom is na afloop van die HNS-sinteseproses vanaf die loodsaanleg na 'n oplosmiddelstoor gepomp, waar dit tydelik in spesiale dromme bewaar is. Vir die herwinning van THF daaruit, is volumes van 30 liter afvalstroom per keer in plastiekdrommetjies na die herwinningsfasiliteit geneem en mbv 'n tregter in die afvalstroomhouer (3) gegooi. Die tregter is met vlekvrystaalfiltermateriaal uitgevoer, sodat enige vaste stowwe, wat in die afvalstroom teenwoordig was, in die proses verwyder sou word.

Vanaf die afvalstroomhouer is die afvalstroom mbv 'n diafragmapomp (1) na die voervat (2) gepomp. Die tempo waarteen afvalstroom na die voervat gepomp is (ongeveer 25 l/h), is gevarieer deur die toevoertempo van druklug na die pomp te varieer. Die lyn na die voervat is van 'n omleiklep (15) voorsien; hierdie klep kon ook gebruik word om die toevoertempo van afvalstroom na die voervat te varieer.

Die voervat (2) is van 'n oorlooppunt voorsien, sodat 'n konstante volume afvalstroom in hierdie houer gehandhaaf kon word. Die oorloop (ongeveer 5 l/h) is terug in die afvalstroomhouer (3) gestort. Die uitsluitlike doel van hierdie voervat was om die pulseffek, wat deur die werking van die diafragmapomp (1) ontstaan het, te absorbeer.

Die afvalstroom is voorts mbv 'n voorverhitter (4) tot ongeveer 60 °C verwarm. Die voorverhitter is met stoomkondensaat uit die verdamper (6) gevoed. Die temperatuur van die afvalstroom kon gevarieer word deur die vloietempo van die stoomkondensaat deur die voorverhitter te varieer. Die temperatuur van die verwarmde afvalstroom is mbv 'n registrerende termokoppel gemonitor.

Die verwarmde afvalstroom is by 'n bepaalde voerpunt (16) op die kolom (8) ingevoer. Daar was ook 'n alternatiewe voerpunt (17) beskikbaar, sodat dit moontlik was om die toevoerhoogte te wysig indien nodig. Die voervloietempo (ongeveer 20 l/h) is met die voerklep (18) beheer en mbv 'n registrerende voervloeieter gemonitor. 'n Klein gedeelte van die voorverhitte afvalstroom het direk verdamp, terwyl die res na die bodemvat (5) afbeweeg het.

#### 4.1.2.2 Distillasie van die reaksiemengsel

In die bodemvat is die afvalstroom mbv die verdamper (6) tot die verlangde temperatuur (ongeveer 75 °C) verhit. 'n Maksimum van 300 kPa stoom is deur die verdamper gestuur. Materiaal wat kookpunt in die bodemvat bereik het, het onder natuurlike konveksie na die bodemvat (5) beweeg en het terselfdertyd ruimte vir onverhitte materiaal aan die onderpunt van die verhitte geskep. Op dié wyse het materiaal deur die verdamper gesirkuleer en is die afvalstroom regdeur verhit sonder die teenwoordigheid van 'n roerder. Die temperatuur van die afvalstroom in die bodemvat is mbv 'n registrerende termokoppel gemonitor. Die temperatuur van die afvalstroom kon gevarieer word deur die stoomdruk te varieer. Die laagkokende komponente (THF en MeOH) het verdamp, terwyl die komponente met hoër kookpunte as bodemprodukt teen 'n tempo van ongeveer 8 l/h na die bodemprodukdrom (7) afgetrek is.

Raschig-ringe is as pakking vir die kolom gebruik. Hierdie glasringe het die oppervlakarea van die kolom vergroot, sodat die mate waartoe uitruiling van komponente tussen die dampfase en die vloeistoffase plaasgevind het, bevorder is. Die pakking is in posisie gehou deur sogenaamde "pakking-ondersteuners" van vlekvrystaal.

Damp het die bo-punt van die kolom teen sowat 12 l/h verlaat en is tot ongeveer 30 ° C mbv die kondensator (9) afgekoel. Die temperatuur van die damp kon gevarieer word deur die tempo waarteen verkoelingswater deur die kondensator gevloei het, te varieer. 'n Registrerende termokoppel is gebruik om die temperatuur van die damp te monitor. 'n Gedeelte van die dampkondensaat (5 l/h) is na die kolom gerefluks; die refluksvloei tempo is met die refluksklep beheer en mbv die registrerende refluksvloei meter gemonitor. Die res is teen sowat 7 l/h as distillaat afgetrek.

Distillasie volgens die kontinue bedryfswyse is onbepaald voortgesit deur die afvalstroomhouer voortdurend te hervul.

#### 4.1.2.3 Veiligheidsmaatreëls

Voordat die distillaat via die distillaathouer (13) na die distillaatdrom (14) beweeg het, is stabiliseerderoplossing mbv 'n mikroburet (12) vanuit die nabyliggende stabiliseerderhouer (11) bygevoeg, ten einde peroksiedvorming in die distillaat te inhibeer.

Die toerusting is in geheel onder stikstoftoevoer bedryf, sodat enige suurstof wat peroksiedvorming sou bevorder, op dié wyse verplaas kon word. Stikstof het die toerusting deur 'n stikstofbuisie binnegekom en het die sisteem by die kondensatoruitlaat verlaat. Die kondensatoruitlaat is aan die stikstofuitlaatsisteem (10) ('n sisteem van wasbottels wat met water gevul is) gekoppel, sodat damp wat nie gekondenseer het nie en uiteindelik hierdie punt bereik het, in die water sou oplos. Die opstelling van die stikstofuitlaatsisteem was sodanig dat geen water die kolom tydens afkoeling binnegesuig sou word nie.

Dit het later duidelik geword dat die die toevoer van stikstof tydens die distillasie van die ternêre mengsel foutief was, aangesien die ternêre ewewig hierdeur versteur is. Data van eksperimente waarby hierdie stikstofvloei geïmplementeer is, is verwerp.

#### 4.1.2.4 Monsterneming

Daar is verskeie monsterpunte op die kolom aangebring, elkeen met 'n nabyliggende temperatuurmeetpunt. Die ontwerp van hierdie monsterpunte was sodanig dat die neem van sowel gas- as vloeistofmonsters moontlik was. Aangesien monsters oor die algemeen besonder vlugtig was, is dit in spesiale monsterhouers na die laboratorium versend. Dié silindriese glashouers was van 'n skroefdop en Teflonseël voorsien om te verseker dat verdamping tot die minimum beperk word.

#### 4.1.2.5 Skoonmaak van die toerusting

Die bodemvat kon binne skoongemaak word deur die bodemvatprop te verwyder. Die opening van die vat was dan groot genoeg om die hand in te steek en die binnewand daarvan met 'n borsel skoon te maak. Die toerusting is verder voorsien van dreineringskleppe in verskeie posisies, sodat dit met gemak totaal gedreineer kon word wanneer nodig.

#### 4.1.2.6 Die meting van temperatuur

Alle termokoppels was van digitale syferuitlese voorsien, wat om veiligheidsredes in 'n kas onder positiewe druk geïnstalleer was. Indien 'n ongeluk sou plaasvind en die kas getref word, sou die positiewe druk in die kas opgehef word met 'n gelyktydige staking van alle elektriese stroomtoevoer. Elektriese vonking, wat 'n brandgevaar inhou, is op hierdie wyse voorkom. Temperature (en vloeie) is deurlopend in die beheerkamer van die herwinningsfasiliteit geregistreer.

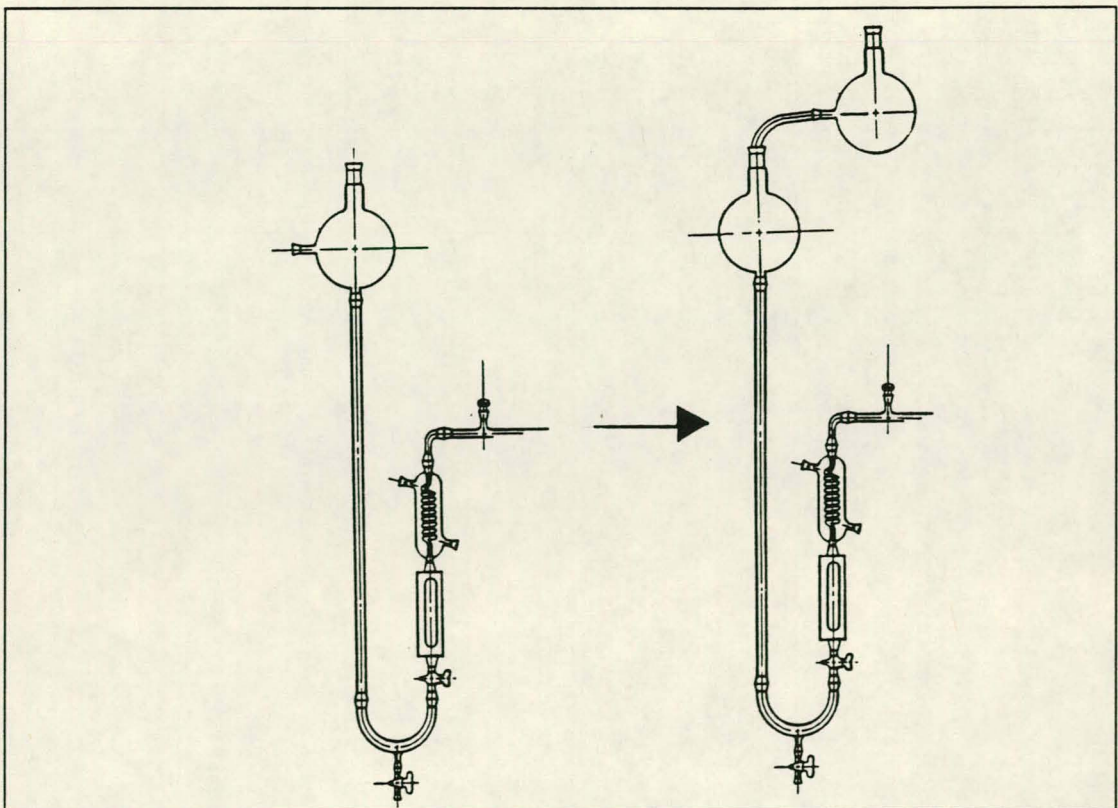
### 4.1.3 Ontwerpaanpassings

Die kontinue opstelling van die kleinskaal THF-herwinningtoerusting is met inerte oplosmiddelmengsels (THF, MeOH en water) in bedryf gestel. Die probleme wat tydens hierdie fase na vore gekom het, asook die oplossings wat aan die hand gedoen is, word in die volgende paragrawe bespreek.

#### 4.1.3.1 Pulserende vloei

Die pulseffek, wat deur die werking van die diafragma pomp ontstaan het, kon nie suksesvol deur die teenwoordigheid van die voervat uitgeskakel word nie. Daar is gepoog om die probleem te oorkom deur 'n kleiner toevoertempo te handhaaf, maar dié oplossing het nie die gewenste uitwerking gehad nie. 'n Bykomende voervat is uiteindelik tussen die bestaande voervat en die bodemvat geplaas. Hierdie vat is deur die oorloop van die oorspronklike voervat gevoed en het só 'n reëlmatige toevoer na die kolom verseker. Die oplossing word in Figuur 15 geïllustreer.

FIGUUR 15:  
UITSKAKELING VAN DIE PULSEFFEK

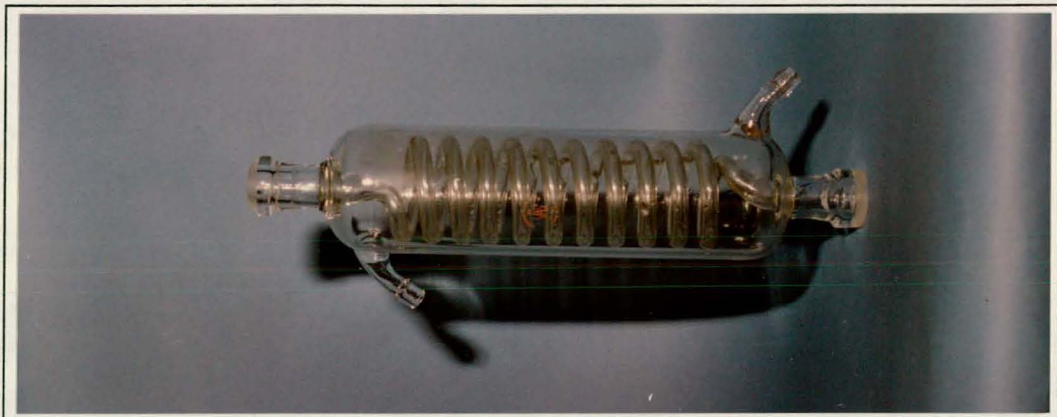


#### 4.1.3.2 Foutiewe vloei-meting

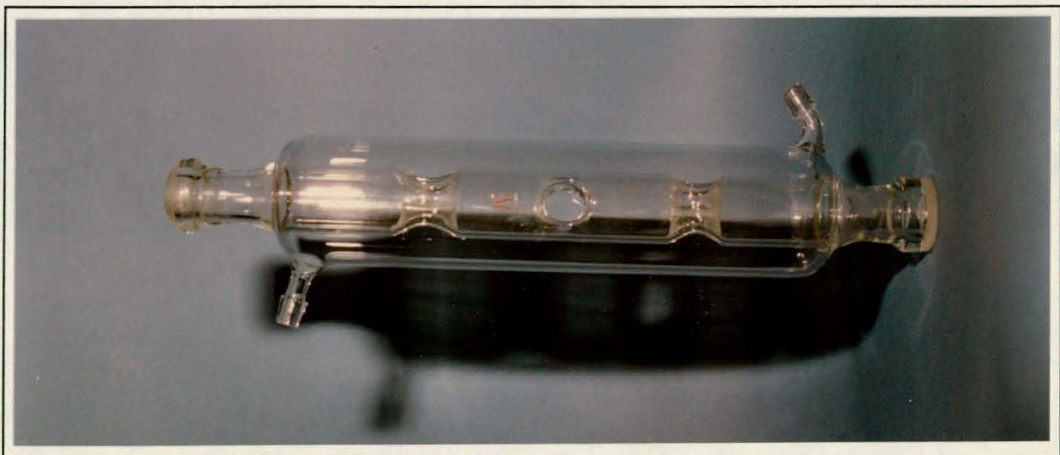
Die voervloei-meter het nie na behore gefunksioneer nie, ten spyte daarvan dat dit by verskeie geleenthede deur interne tegnisiërs elektries getoets en gekalibreer is. Dit het telkens slegs 'n aanvanklike uitwyking opgelewer, maar daarna die vloeitempo as zero aangedui.

Aanvanklik is gemeen dat die voorverhitter, wat net bokant die vloei-meter geplaas is, terugwaartse druk veroorsaak het, wat die werking van die vloei-meter kon benadeel. Die oorspronklike voorverhitter (verwys na Figuur 16) is vervang met 'n nuwe voorverhitter (verwys na Figuur 17) wat minder vloeieweerstand sou bied.

*FIGUUR 16:  
DIE OORSPRONKLIKE VOORVERHITTER*



*FIGUUR 17:  
DIE NUWE VOORVERHITTER*



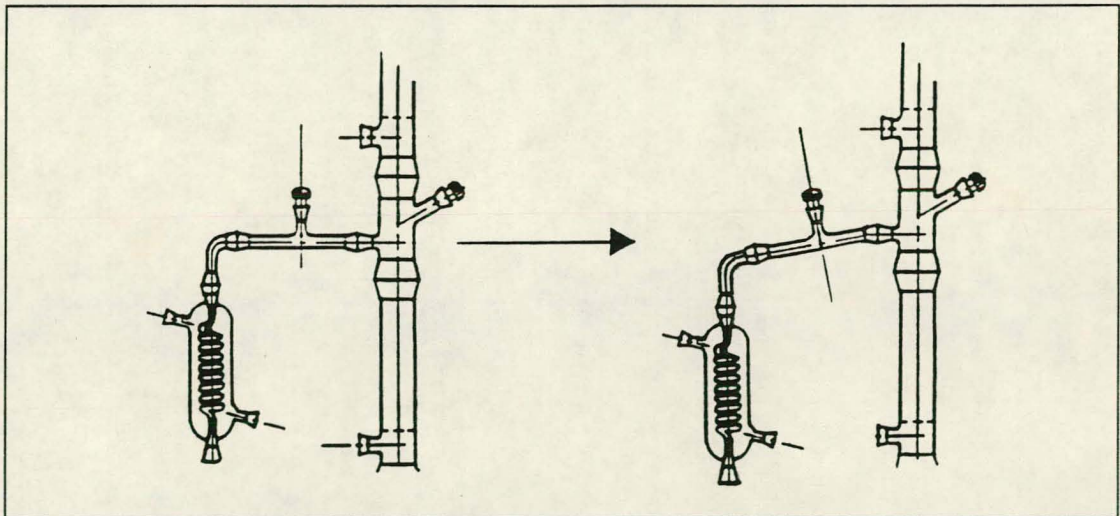


Die vloeimeter het na hierdie modifikasie egter steeds nie gefunksioneer nie. Die leweransier van die vloeimeter is in verband met dié verskynsel genader. Sy uitspraak was dat die vloeimeter nie oor genoeg "hoogteverskil" (tussen die voervat en die vloeimeter) beskik het om doeltreffend te funksioneer nie. Daar is derhalwe reëlins getref om die voervat hoër te lig deur die bestaande voerlyn met sowat 700 mm te verleng. Die probleem is opgelos.

#### 4.1.3.3 Onreëlmatige voer na die kolom

Die voer na die kolom was onreëlmatig, weens die "sluk" van lugborrels. Die inlaat na die kolom is gewysig sodat die voer die kolom teen 'n helling binne kon gaan. Lugborrels het hierna gevorm in 'n posisie waar dit nie die vloei van materiaal beïnvloed het nie. Die wysiging word in Figuur 18 geïllustreer.

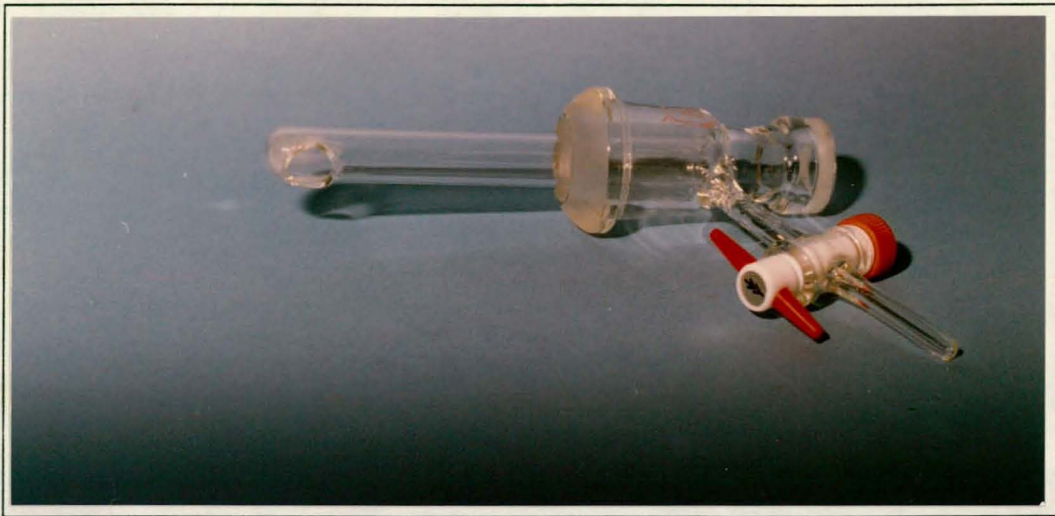
FIGUUR 18:  
WYSIGING VAN DIE KOLOMINLAAT



#### 4.1.3.4 Swak vloeistofverspreiding in die kolom

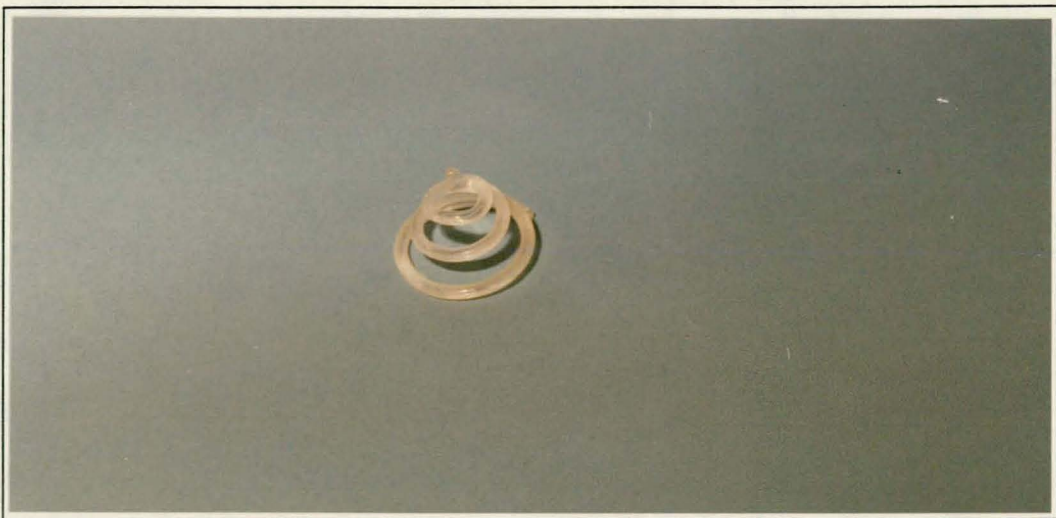
Die verspreiding van vloeistof deur die kolom was nie na wense nie. Materiaal het hoofsaaklik teen die wande van die kolom afbeweeg, eerder as om 'n onreëlmatige weg deur die pakkingsmateriaal te volg. In 'n poging om hierdie probleem op te los is drie aksies geneem: Eerstens is die refluksinlaat gewysig deur 'n buis aan te bring wat die materiaal in die middel van die kolom sou inlaat (verwys na Figuur 19).

*FIGUUR 19:  
BUISVORMIGE REFLUKSINLAAT*



Die vloeistofverspreiding is verder verbeter deur bepaalde strukture in die kolom te plaas wat alle materiaal wat teen die wand afbeweeg moes sentreer. Groot sukses is met hierdie sogenaamde "herverspreiders" (verwys na Figuur 20) behaal.

*FIGUUR 20:  
HERVERSPREIDER*

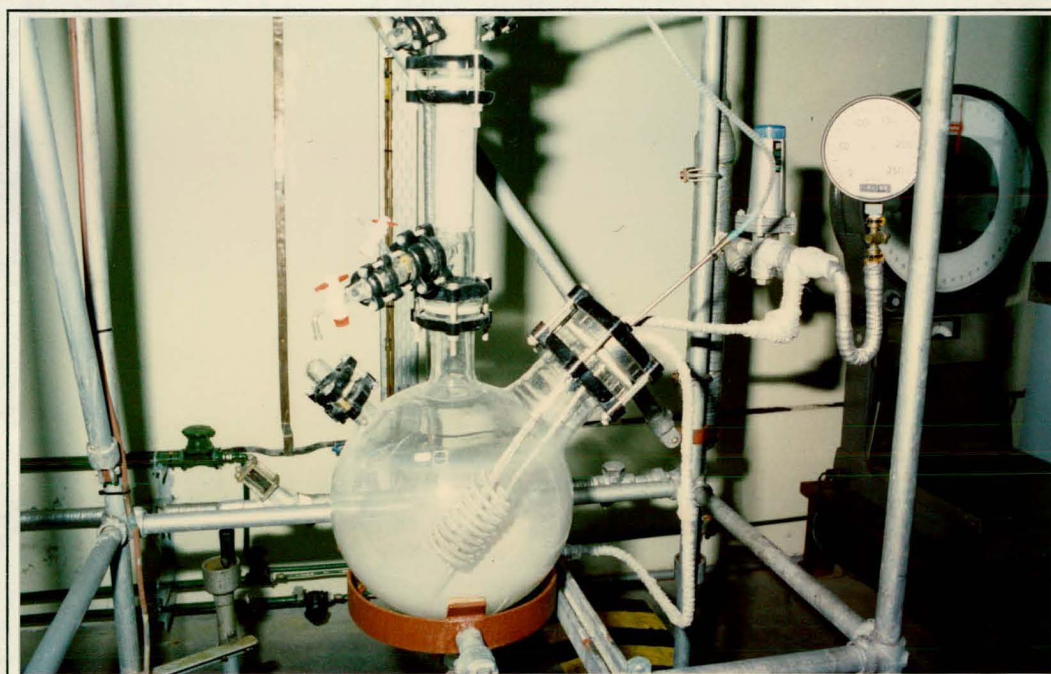


Derdens is die bestaande 10 mm Raschig-ringe deur ringe van 5 mm in deursnee vervang. Dié optrede was in ooreenstemming met die algemene reël vir pakingsmateriaal, nl: Die deursnit van die pakking moet ongeveer 'n tiende van die kolomdeursnit (50 mm) beloop.

#### 4.1.3.5 Ondoeltreffende verhitting deur die verdamper

Die bodemvat/verdamper-sisteem het goed gefunksioneer terwyl die bodemvat vol was, maar hoe meer materiaal verdamp het, hoe minder was die natuurlike konveksie en hoe swakker die verhitting. Die probleem is opgelos deur die verhitter in geheel binne die bodemvat te plaas. Dié opstelling het 'n verdere voordeel gehad, nl die natuurlike roeraksie wat deur opborrelende komponente teweeg gebring is. Die modifikasie word in Figuur 21 geïllustreer.

*FIGUUR 21:  
GEMODIFISEERDE BODEMVAT/VERDAMPER-KONFIGURASIE*



#### 4.1.3.6 Geen reflux

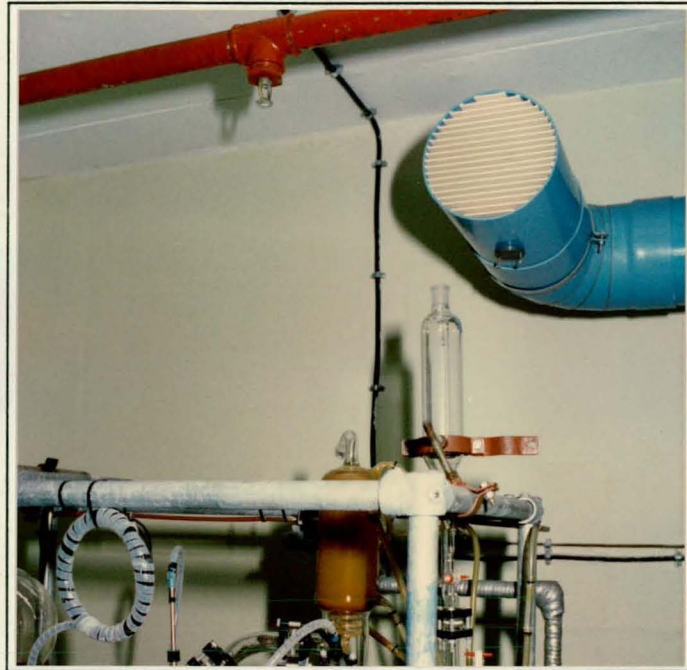
Geen materiaal kon na die kolom gerefluks word nie. Dit het uiteindelik geblyk dat die refluxvloeiometer 'n obstruksie veroorsaak het omdat die druk wat deur die refluxstroom uitgeoefen is, nie genoeg was om die dryfelement te lig nie. Die vloeiometer is verwyder.

#### 4.1.3.7 Hoë kolomdruk

Daar is gevind dat die damp slegs by onverwagte hoë temperature (bokant 70 °C, ipv ongeveer 60 °C) die bo-punt van die kolom kon bereik, waarskynlik omdat

die druk in die kolom hoog was. Hierdie probleem kon alleen opgelos word deur die stikstofuitlaatsisteen (verwys na item 29, Figuur 13) te verwyder. Om besoedeling van die gebou in die afwesigheid van hierdie uitlaatsisteen te voorkom, is 'n uitsuigwaaier (verwys na Figuur 22) geïnstalleer.

*FIGUUR 22:  
UITSUIGWAAIER*

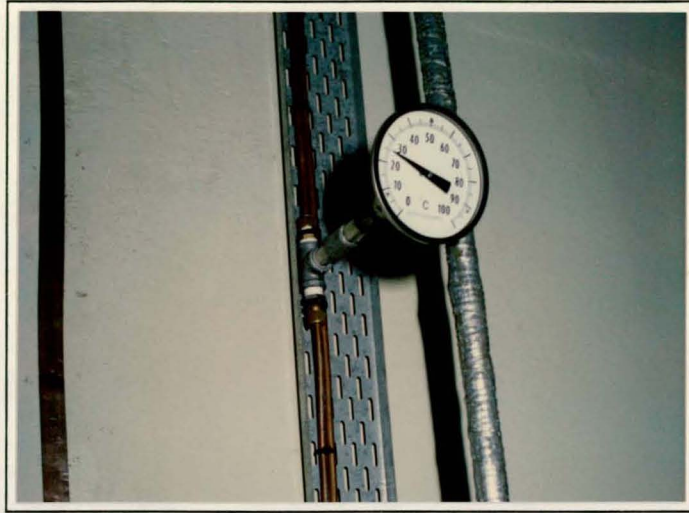


#### 4.1.3.8 Onvoldoende afkoeling deur die kondensator

Afkoeling deur die kondensator was nie doeltreffend genoeg om alle dampe te kondenseer nie. Na 'n hele aantal toetslopie is besluit dat die ontwerp van die kondensator wel doelgeskik was, maar dat die sirkulasie van verkilde water (ipv proseswater) deur die kondensator, beter afkoeling sou bewerkstellig. Die nodige modifikasies is aangebring en die probleem is inderdaad opgelos.

'n Volgende probleem het egter uit hierdie modifikasie voortgevloei: Die temperatuur van die kondensaat wat na die kolom gerefluks is, was toe so laag dat die gestadigde kondisies wat in die kolom bestaan het, summier deur die invloei van dié koue kondensaat omvergewerp is. 'n Rotameter (verwys na Figuur 23) is op die verkilde waterlyn geïnstalleer. Die sirkulasietempo van die verkilde water (en dus die mate van afkoeling) kon toe akkuraat beheer word.

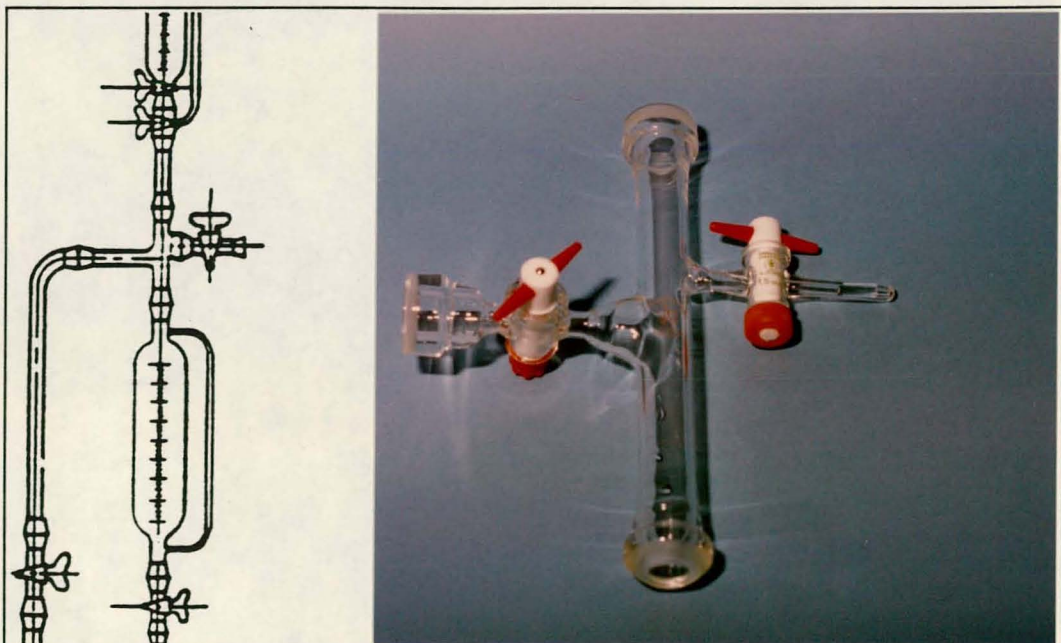
**FIGUUR 23:**  
**ROTAMETER OP DIE VERKILDE WATERLYN**



#### **4.1.3.9 Positiewe druk in die distillaatlyn**

Die aftrek van distillaat het agv positiewe druk in die distillaatlyn pulsagtig geskied. 'n Ekstra uitlaat na die atmosfeer is net bokant die distillaathouer aangebring om die druk by hierdie posisie te verlig. Die wysiging word in Figuur 24 geïllustreer.

**FIGUUR 24:**  
**UITLAAT NA DIE ATMOSFEER BOKANT DIE DISTILLAATHOUER**



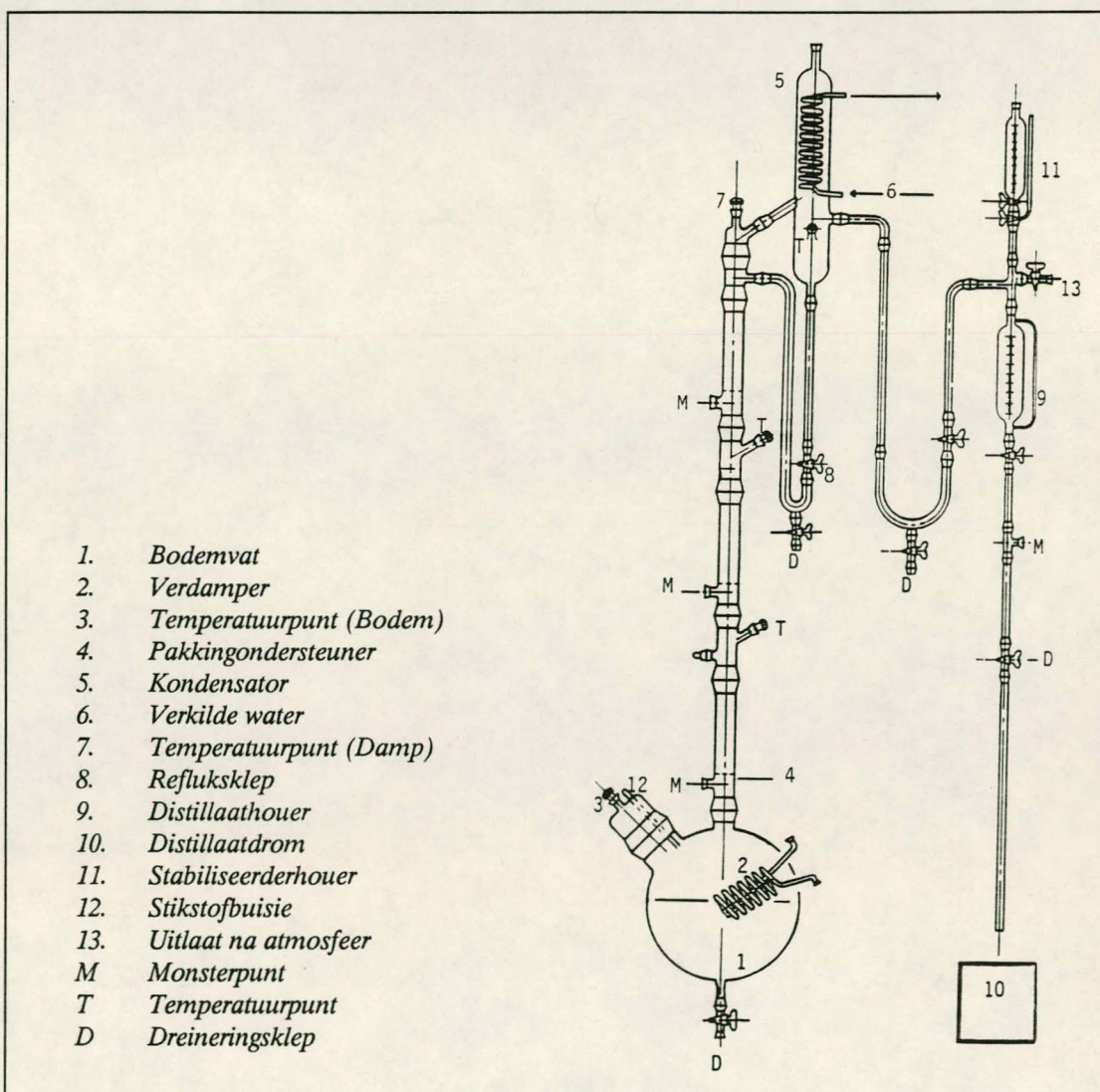
## 4.2 HERWINNING VOLGENS DIE ENKELLADINGBEDRYFSWYSE

Enkelladingsgewyse distillasie word dikwels in die nywerheid gebruik, veral in gevalle waar die hoeveelheid vloeistofmengsel te gering is om 'n deurlopende proses ekonomies te regverdig. Die oorsakeling na enkelladingherwinning het verskeie modifikasies tov die oorspronklike ontwerp afgedwing.

### 4.2.1 Toerustingontwerp vir enkelladingbedryf

Die gewysigde ontwerp word in Figuur 25 voorgestel.

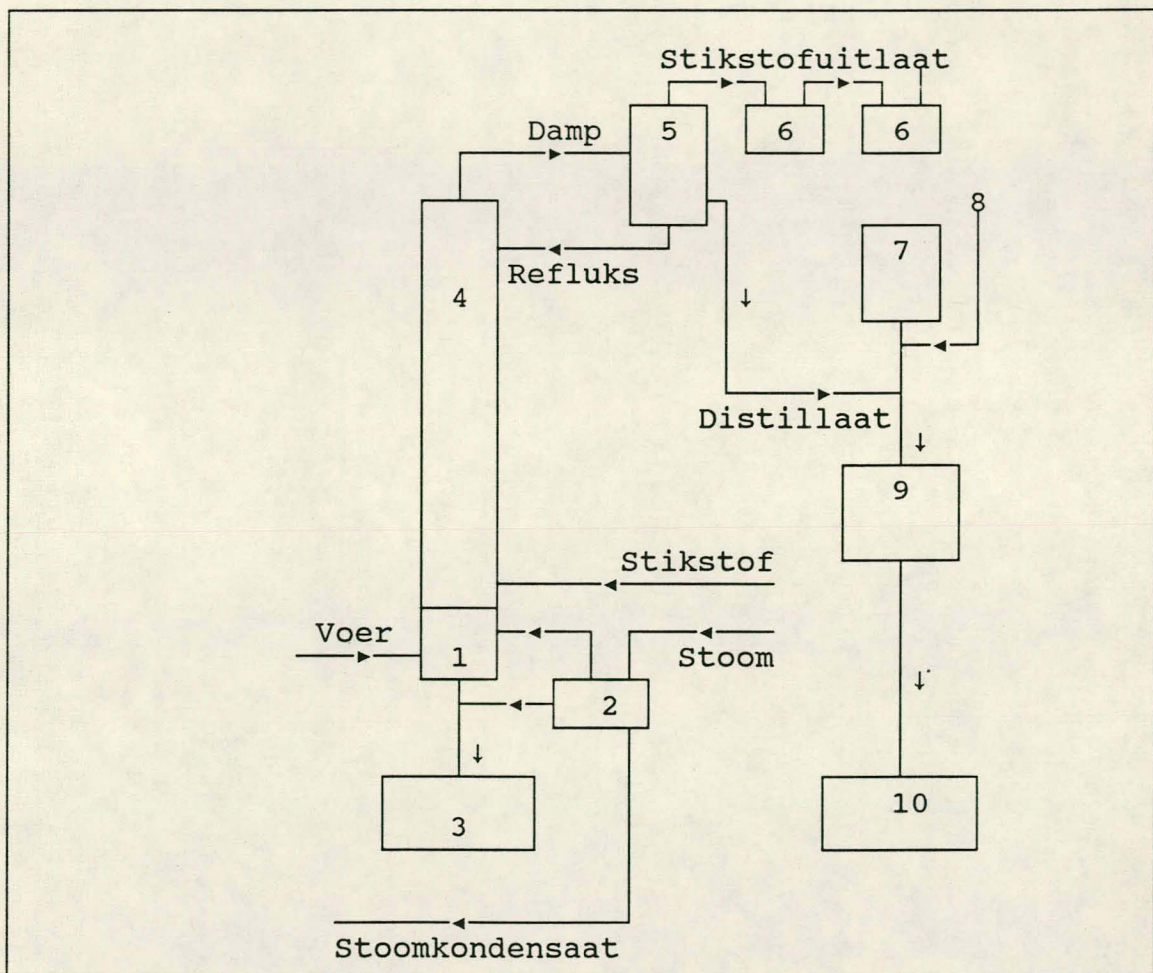
FIGUUR 25:  
KLEINSKAAL THF-HERWINNINGSTOERUSTING  
(ENKELLADINGBEDRYFSWYSE)



## 4.2.2 Prosesvloei vir enkelladingbedryf

Die prosesvloei vir enkelladingbedryf stem grotendeels ooreen met die prosesvloei vir kontinue bedryf; trouens, die prosesvloei is identies, afgesien van die voorbereiding van die afvalstroom vir distillasie. Die prosesvloei vir enkelladingbedryf word diagrammatis in Figuur 26 voorgestel en in die daaropvolgende paragrafe bespreek.

FIGUUR 26:  
PROSESVLOEI VIR ENKELLADING THF-HERWINNING



1. Bodemvat
2. Verdamer
3. Bodemprodukdrom
4. Distilleerkolom (gepak met Raschig-ringe)
5. Kondensator
6. Stikstofuitlaatsisteem
7. Stabiliseerderhouer
8. Mikroburet vir stabiliseerderoplossing
9. Distillaathouer
10. Distillaatdrom

#### 4.2.2.1 Vorbereiding van die reaksiemengsel vir enkelladingdistillasie

Soos voorheen is die afvalstroom in plastiekdrommetjies vanaf die oplosmiddelstoor na die herwinningsfasiliteit geneem. Die afvalstroom is egter hier nie in die afvalstroomhouer gegooi nie, maar wel direk in die bodemvat. Vir hierdie doel is die bodemvatprop verwyder en die tregter (uitgevoer met vlekvrystaal- filtermateriaal) in die opening geplaas. 'n Volume van 20 liter afvalstroom is op dié wyse vanuit die plastiekdrommetjie na die bodemvat oorgedra.

#### 4.2.2.2 Distillasie van die reaksiemengsel

Enkelladingdistillasie van die reaksiemengsel is op dieselfde wyse as kontinue distillasie (soos beskryf in paragraaf 3.1.1.2) uitgevoer. Vir enkelladingbedryf is daar egter geen bodemprodukt afgetrek nie. Distillasie volgens die enkelladingbedryfswyse is voortgesit totdat die distillasietempo onaanvaarbaar laag was.

#### 4.2.2.3 Veiligheidsmaatreëls

Paragraaf 4.1.2.3 is ook hier van toepassing.

#### 4.2.2.4 Monsterneming

Soos beskryf onder paragraaf 4.1.2.4.

#### 4.2.2.5 Skoonmaak van die toerusting

Paragraaf 4.1.2.5 is ook hier van toepassing.



### 4.2.3 Eksperimentele resultate

Die eksperimentele resultate wat vir die herwinning van THF volgens die enkelladingbedryfswyse verkry is, was beslis meer belowend as dié wat vir die kontinue distillasie van die HNS-sintese-afvalstroom verkry is. Die volgende data illustreer die stelling:

*TABEL 8:  
EKSPERIMENTELE RESULTATE VIR DIE HERWINNING VAN THF  
VOLGENS DIE KONTINUE BEDRYFSWYSE (LOPIE 19)*

Monster	Samestelling (mol %)		
	THF	MeOH	Water
F1	9,06	10,47	80,47
F2	8,81	10,04	81,15
F3	9,04	10,30	80,66
D1	45,65	16,62	37,73
D2	44,69	20,61	34,70
D3	42,56	23,86	33,59

*TABEL 9:  
EKSPERIMENTELE RESULTATE VIR DIE HERWINNING VAN THF  
VOLGENS DIE ENKELLADINGBEDRYFSWYSE (LOPIE 29)*

Monster	Samestelling (mol %)		
	THF	MeOH	Water
F1	10,63	11,62	77,75
F2	10,72	11,50	77,78
F3	10,39	11,59	78,02
D1	68,04	16,70	15,26
D2	63,62	25,33	11,05
D3	59,57	31,45	8,97

In beide gevalle is F-monsters bodemprodukmonsters en die D-monsters distillaatmonsters. F1 en D1 is op dieselfde tydstip geneem (30 minute nadat die distillasie 'n aanvang geneem het). F2 en D2 is 15 minute later geneem en F3 en D3 'n verdere 15 minute later. Dit is duidelik dat die distillaat wat deur enkeladingdistillasie verkry is, suiwerder is as dié wat deur die kontinue bedryfswyse verkry is.

### 4.3 SAMEVATTING

Een van die eerste stappe in die ontwerp van 'n distillasie-aanleg is die keuse tussen enkellading- en kontinue bedryfswyse. In die uitoefening van hierdie keuse moet daar aan die volgende faktore oorweging geskenk word:

- Die volume afvalstroom wat deur die aanleg geakkomodeer moet word
- Die intervalle waarop hierdie afvalstroom beskikbaar gestel word
- Variasie in die samestelling van die afvalstroom
- Die aard van die produkte wat deur die aanleg gelewer moet word.

Vir groot volumes afvalstroom van konstante samestelling, wat op 'n gereelde basis vrygestel word, is kontinue herwinning die mees ekonomiese oplossing. Indien 'n klein hoeveelheid afvalstroom van wisselende samestelling met ongereelde tussenposes gedistilleer moet word, is enkelladingdistillasie die antwoord.

Die brisantstof HNS is tans 'n ontwikkelingsprodukt; projeksies omtrent die toekomstige produksietempo daarvan is tans nie moontlik nie. Die volume afvalstroom wat deur 'n toekomstige herwinningsfasiliteit geakkomodeer moet word, is dus uiteraard ook onbekend. Om hierdie rede is besluit om die herwinning van THF uit die HNS-sintese-afvalstroom volgens beide die kontinue- en enkelladingbedryfswyse te ondersoek.

Die herwinning van THF volgens die kontinue bedryfswyse met die beskikbare kleinskaaltoerusting was nie suksesvol nie, ten spyte daarvan dat 'n groot aantal modifikasies aangebring is om die ontwerp van die opstelling te verbeter. Die beperkte kolomdeursnit was waarskynlik die vernaamste rede hiervoor. Klein kolomme lewer baie probleme weens swak vloeistofverspreiding en swak pakkingbenutting. Warmte-verliese deur die wande van klein kolomme verteenwoordig 'n groot persentasie van die warmte-inhoud van die materiaal in die kolom, sodat 'n beduidende persentasie van die damp tot nadeel van die vloeistof/damp-verhouding in die kolom kondenseer.

Wanneer klein kolomme egter teen oneindige terugvloei enkelladingsgewys bedryf word, word 'n goeie kwantitatiewe aanduiding van die distillatiewe skeiding wat onder die omstandighede bereik kan word, verkry. Resultate wat behaal is met die herwinning van THF volgens die enkelladingbedryfswyse was derhalwe baie waardevol en veel meer belowend as dié wat tydens kontinue distillasie verkry is.

# HOOFSTUK 5

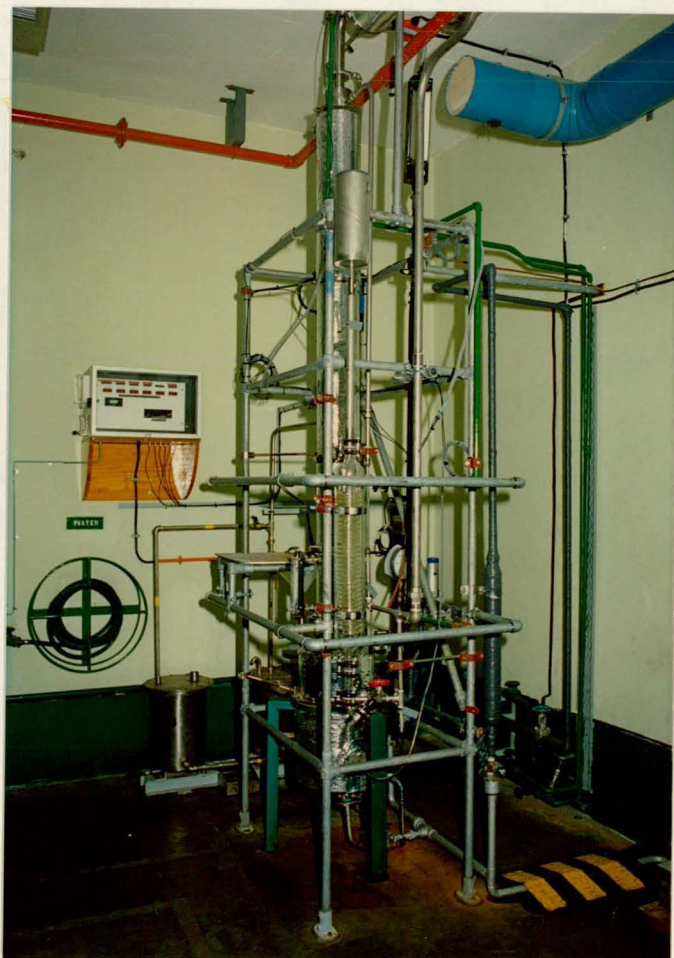
## THF-HERWINNING OP TUSSENSKAAL

Die ondersoek na die herwinning van THF uit die HNS-sintese-afvalstroom is verder gevoer deur 'n opskaling van die enkellading kleinskaaldestilleertoerusting na tussenskaal. Die vernaamste oogmerk van die tussenskaalondersoek was die ontwikkeling van 'n bepaalde bedryfsprosedure, wat op 'n roetinebasis deur produksiepersoneel vir die herwinning van THF gevolg kon word. Vir hierdie doel is daar as volg te werk gegaan:

'n Geskikte tussenskaalherwinningsfasiliteit is ontwerp en vervaardig. Nadat die toerusting met oplosmiddelmengsels in bedryf gestel is, is 'n groot aantal eksperimentele lopies uitgevoer. Eksperimentele data wat tydens dié lopies ingesamel is, is gebruik vir die berekening van massa- en energiebalanse, sowel as die analise van die fraksioneringskolom volgens die McCabe-Thiele-metode. Resultate wat op dié wyse beskikbaar gestel is, is gebruik vir die daarstel van 'n bedryfsprosedure vir die herwinning van THF teen sowat 70 massa % opbrengs en 65 massa % suiwerheid.

### 5.1 DIE TUSSENSKAALHERWINNINGSFASILITEIT

Die tussenskaaltoerusting is van vlekvrystaal vervaardig. Die komponente waaruit dit saamgestel is, word in Bylae D dmv tekeninge geïllustreer, terwyl Figuur 27 die uiteindelijke opstelling toon.



*FIGUUR 27:  
DIE  
TUSSENSKAALFASILITEIT*

## 5.2 EKSPERIMENTELE ONDERSOEK

'n Totaal van 17 eksperimentele lopies is uitgevoer met die doel om genoeg data in te samel vir die ontwikkeling van bedryfsinstruksies wat op 'n roetinebasis deur produksiepersoneel vir die herwinning van THF gevolg kon word. Die volgende prosedure het deurgans gegeld:

Een uur voor die aanvang van 'n eksperimentele lopie is die verkillingseenheid aangeskakel, sodat die water wat deur die kondensator gesirkuleer sou word, reeds tot ongeveer 7,5 °C verkil sou wees op dié stadium dat damp die kondensator bereik. Die vloeitempo en temperatuur van die verkillingswater is deurlopend mbv die geskikte instrumentasie gemonitor. 'n Vloeitempo van nagenoeg 5,85 l/min is in die meeste gevalle gehandhaaf.

'n Bepaalde massa afvalstroom (20 kg in alle gevalle) is afgeweg en as voer in die verdamer geplaas nadat 'n verteenwoordigende monster (F0) daaruit onttrek is. Die afvalstroom is vooraf gefiltreer om enige presipitaat daaruit te verwyder.

Die waterseëlbus is met water gevul sodat die ventilasie-uitlaat presies 1 meter onder water was. Hierna is stikstof vir dertig minute lank deur die toerusting gesirkuleer sodat alle suurstof wat peroksiedvorming tot gevolg kon hê, verplaas kon word. Aan die einde van die dertig minuut-periode is die stikstoftoevoer gestaak, en is die stoomtoevoer en outomatiese registreerder aangeskakel.

Die stoomtoevoer is voortdurend rondom 2,5 kPa (meterdruk) aangepas om 'n totale terugvloei van sowat 0,735 l/min te lewer. Presies een uur is toegelaat vir die instelling van ewewig voordat die distillaatklep oopgedraai en distillaat teen gemiddeld  $9,0 \times 10^{-4}$  kg/s afgetrek is. Distillaatmonsters (D-monsters) is met gereelde tussenpose getrek. Stabiliseerderoplossing is tot die distillaat bygevoeg om peroksiedvorming in die herwonne THF te inhibeer.

Tydens alle eksperimentele lopies is die stoomkondensaatvloeitempo en reflukstempo deurlopend gemonitor en verskeie temperature geregistreer.

'n Lopie is normaalweg voortgesit todat die reflukstempo na 0,100 l/min afgeneem het. Die stoomtoevoer is op hierdie stadium gestaak en die waterseëlbus onmiddelik gedreineer om die terugsuig van water by afkoeling van die kolom te verhoed. Die verdamer is in 'n houer gedreineer, sodat die massa van die bodemprodukt bepaal kon word. 'n Verteenwoordigende monster (F) is ook hieruit geneem.

Alle monsters is in digsluitende monsterbottels na die analitiese laboratoria vir samestellingontleding gestuur. 'n Voorbeeld van die logstate wat tydens die uitvoer van eksperimente opgestel is, word in Figuur 28 getoon.

### THF-HERWINNING UIT 'N BRISANTSTOFVALSTROOM

LOT : 34  
DATUM : Donderdag 12 Oktober 1989 (vm)

#### AANVANGSKONDISIE

VOERSAMESTELLING : 20 kg Reaksiemengsel Lot 147  
KAMERTEMPERAATUUR : 19 °C  
ATMOSFERIESE DRUK : 1022 mbar (= 102,2 kPa)  
TOEGEPASTE DRUK : 9,810 kPa (= 1000 mm water)  
TEMPERATUUR VAN VERKILLINGSWATERTOEVER : 7,5 °C  
VLOEITEMPO VAN VERKILLINGSWATERTOEVER : 4,10 l/min (= 100 mm)

#### VERLOOP VAN DIE DISTILLASIE

-Die stoomdruk is aan die begin van die eksperiment op 2,5 kPa ingestel en vir die res van die eksperiment toegelaat om vryelik te varieer.  
-Tydens die aftrek van distillaat : Oefen geen beheer oor stoomdruk uit nie; Stoomdruk styg na die einde van die eksperiment.  
-Vir hierdie eksperiment is (soos in die vorige eksperiment) die stoomreguleerkliep heel oopgedraai (dus in effek onaktief gestel).  
Die stoomdruk is met behulp van die eenvoudige handbeheerkliep gevarieer.

TYD (min)	OPMERKING
0	Laai reaksiemengsel in voervat (20 kg). Nem monster F0 uit voer. Stoom oop (2,5 kPa), distilleer onder volle reflux. Maak distillaatkliep oop.
60	Distillaat bereik beker.
61	Versamel vier distillaatfraksies (Verwys na Tabel 1).
61 - 170	Nik na konstante distillasietempo van 4,0 l/uur (= 40 mm) deur 'n konstante instelling van die distillaatvloeiester. Die vloeiester het eeter nie na baneer ges funksioneer nie - 'n variasie in distillasietempo is ondervind. Monitor refluksitempo, stoomdruk, kolom- en kop-temperatuur (Verwys na Tabel 2). Monitor stoomkondensaat (Verwys na Tabel 3). Monsters is uit elke fraksie geneem en vir analise versend. (Verwys na Tabel 4, D1 tot D4). Stak distillasie. Dreineer voervat. Weeg bodemresidu. Trek monster F uit bodemprodukt. Dreineer lyn. Weeg lynresidu. Trek monster L uit lynresidu. Monitor watersaal - nooite onveranderd.
171	

TABEL 1: Metings tov distillaatfraksies

Fraksie	Tydperk (min)	Massa (kg)	Vloei tempo (kg/s)	Voer	Temperatuur (°C)		
					Kolom	Kop	Kondensaat
1	61 - 90	1,491	8,568 x 10 <sup>-4</sup>	68-72	60	55	47
2	90 - 120	1,704	9,466 x 10 <sup>-4</sup>	72-81	60	55	47 - 46
3	120 - 150	1,816	1,009 x 10 <sup>-4</sup>	81-92	60-63	56	46
4	150 - 170	1,048	8,716 x 10 <sup>-4</sup>	92-98	63-77	56-57	46 - 43

TABEL 2: Metings tov stoomdruk, refluksitempo, kolom- en kop-temperatuur

Tydperk (min)	Stoomdruk (kPa)	Refluksitempo (mm) (l/min)	Kolomtemperatuur (°C)	Koptemperatuur (°C)
9	2,5	0	0,000	51
18	2,5	245	0,720	61
21	2,5	265	0,780	61
26	2,5	245	0,720	60
33	2,5	250	0,735	60
44	2,5	240	0,705	60
50	2,5	240	0,705	60
57	2,5	235	0,690	60
65	2,5	215	0,625	60
85	2,5	200	0,590	59
104	15,0	195	0,575	59
110	18,0	190	0,569	60
118	14,0	180	0,535	59
126	50,0	185	0,545	59
137	60,0	160	0,480	60
148	79,0	160	0,480	62
155	91,0	135	0,410	64
160	99,0	130	0,400	64
164	>100,0	115	0,355	65
169	>100,0	110	0,340	80

TABEL 3: Metings tov stoomkondensaat

Tydperk gemet (min)	Tydsduur (min)	Massa (kg)	Vloei tempo (kg/s)	Temperatuur (°C)
7 - 16,5	9,5	2,056	3,607 x 10 <sup>-3</sup>	21 - 39
20,5 - 30	9,5	2,023	3,549 x 10 <sup>-3</sup>	46 - 53
32 - 41,5	9,5	2,010	3,526 x 10 <sup>-3</sup>	55
45 - 55	10	2,098	3,497 x 10 <sup>-3</sup>	55
62,5 - 72	9,5	2,005	3,518 x 10 <sup>-3</sup>	55
91 - 101	10	2,018	3,363 x 10 <sup>-3</sup>	59 - 63
103 - 114	11	1,843	2,944 x 10 <sup>-3</sup>	65
120,5 - 130,5	10	2,156	3,593 x 10 <sup>-3</sup>	65 - 68
134,5 - 143,5	9	2,008	3,719 x 10 <sup>-3</sup>	69 - 71
150,5 - 160,5	10	1,952	3,253 x 10 <sup>-3</sup>	72 - 75
163 - 168	5	0,947	3,157 x 10 <sup>-3</sup>	75 - 77

### RESULTATE

TABEL 4: Analitiese resultaat tov monsters

Lot	Samestelling (% v/v)			Samestelling (% m/m)			Samestelling (% mol/mol)		
	THF	MEOH	WATER	THF	MEOH	WATER	THF	MEOH	WATER
D1	63.06	34.10	2.84	65.28	31.42	3.31	43.74	47.4	8.9
D2	68.91	30.46	0.63	71.24	28.03	0.73	51.90	46.0	2.1
D3	67.74	32.26	0.00	70.23	29.77	0.00	51.18	48.8	0.0
D4	58.32	41.03	0.65	61.02	38.21	0.76	40.66	57.3	2.0
F0	29.79	22.08	48.13	28.76	18.97	52.26	10.25	15.2	74.5
F	0.00	0.00	100.00	0.00	0.00	100.00	0.00	0.0	100.0
L	37.12	62.88	0.00	39.88	60.12	0.00	22.76	77.2	0.0

L.W. D1 tot D4 is nie oombliklike monsters soos voorheen nie, maar wel verteenwoordigend van die drie onderskeie fraksies.

TABEL 5: Massabalans

Stroom	Massa	Samestelling (% m/m)			Samestelling (kg)		
		THF	MEOH	Water	THF	MEOH	Water
Voer	20,000	28,76	18,97	52,27	5,752	3,794	10,454
Distillaat*	6,057	67,71	31,14	1,15	4,101	1,886	0,070
Bodemprodukt	10,700	0,00	0,00	100,00	0,000	0,000	10,700
Lynresidu	1,919	39,88	60,12	0,00	0,765	1,154	0,000
Verlies	1,324	66,92	56,95	- 23,87	0,886	0,754	- 0,316

'n Groot hoeveelheid teeragtige produk is na die distillasie uit die bodemvat gewas; die massa hiervan is onbekend en nie by dié van "Bodemprodukt" in Tabel 5 gereken nie.

\* Hierdie waardes is kumulatief oor die distillaatfraksies bereken. Indien die lynresidu bygereken word is syfers vir die distillaat as volg:

Stroom	Massa	Samestelling (% m/m)			Samestelling (kg)		
		THF	MEOH	Water	THF	MEOH	Water
Distillaat*	7,976	61,01	38,11	0,88	4,886	3,040	0,070

#### Herwinning

Sonder lynresidu: THF : 71,30 % (massa/massa)  
MeOH : 49,71 % (massa/massa)  
Water : 0,67 % (massa/massa)

Met Lynresidu : THF : 84,60 % (massa/massa)  
MeOH : 80,13 % (massa/massa)  
Water : 0,67 % (massa/massa)

FIGUUR 28: VOORBEELD VAN 'N LOGSTAAT

## 5.3 TEGNIESE BEREKENINGE

### 5.3.1 Massabalanse

Volgens Einstein is massa en energie ekwivalent: Energie kan in massa omgeskakel word en massa in energie. Einstein se vergelyking gee die verband tussen massa en energie:

$$E = mc^2 \quad (1)$$

waar E = Energie, in Joule

m = massa, in kg

c = die spoed van lig in vakuum,  $3 \times 10^8$  m/s

Dit is egter slegs in kernreaksies dat die omsetting van massa met die vrystelling van energie betekenisvol is. Daar word derhalwe altyd aanvaar dat massa en energie afsonderlik tydens chemiese reaksies behoue bly.

Vir distillasie (waartydens geen chemiese reaksie plaasvind nie) illustreer die volgende vergelyking die behoud van massa:

$$\text{Massa in} = \text{Massa uit} \\ \text{of}$$

$$F = B + D \quad (2)$$

waar F = die massa voer, in kg

B = die massa bodemprodukt, in kg

D = die massa distillaat, in kg

'n Rekenaarprogram is vir die berekening van massabalanse volgens bostaande vergelyking geskryf. 'n Uiteensetting van die program word in Bylae E gegee. Die resultate van die berekening vir 'n aantal lotte wat as verteenwoordigend vir die res beskou word, word in Tabel 10 gegee.

**TABEL 10:**  
**DIE BEREKENING VAN MASSABALANSE : RESULTATE**

Lot	Samestelling (% massa/massa)									Herwinning (massa %)	
	Aanvangsmengsel			Distillaat			Residu			THF	MeOH
	THF	MeOH	Water	THF	MeOH	Water	THF	MeOH	Water		
30	27.03	16.74	56.23	66.47	30.69	2.88	11.16	11.13	77.70	70.55	52.60
31	25.75	16.09	58.16	67.91	30.50	1.51	10.26	10.80	78.97	70.85	50.93
32	26.46	14.90	58.64	64.04	31.17	4.85	8.98	7.33	83.66	76.83	66.41
35	29.28	19.24	51.48	69.03	30.97	0.00	14.65	14.92	70.42	63.42	43.30
36	28.65	18.41	52.94	60.05	30.37	9.56	11.86	12.02	76.13	73.02	57.47
37	29.18	18.89	51.93	61.95	33.58	4.44	7.87	9.34	82.81	83.65	70.04

Bostaande data word as verteenwoordigend van die totale databasis rakende massabalanses beskou. Die volgende rekenkundige gemiddeldes is bereken:

Samestelling (% massa/massa)									Herwinning (massa %)	
Aanvangsmengsel			Distillaat			Residu			THF	MeOH
THF	MeOH	Water	THF	MeOH	Water	THF	MeOH	Water		
27.73	17.38	54.89	64.91	31.21	3.88	9.89	9.79	80.32	73.05	59.79

Indien bostaande gemiddelde distillaatsamestelling met die voorgestelde gebruikersspesifikasie (Tabel 5) vergelyk word, is dit duidelik dat die tussenskaalkolom 'n distillaat lewer wat heeltemal geskik is om as sulks in die sintese van HNS hergebruik te word. Die gemiddelde THF-herwinning (nl 73,05 massa%) vergelyk uitstekend met die waarde van 70 massa % wat vir die herwinning van THF uit die HNS-sintese-afvalstroom in Brittanje gerapporteer word.

Dit is belangrik om daarop te let dat bostaande die resultate van 'n nie-geoptimeerde proses is. Indien die proses volgens bekende metodes (bv. die fraksionele faktoriaalmetode) geoptimeer word, behoort die tussenskaalkolom bo-gemiddeld goeie resultate op te lewer.

### 5.3.2 Die berekening van energiebalanse

Volgens die Eerste Wet van Termodinamika bly energie behoue, dws:

$$\text{Energie in} = \text{Energie uit} \quad (3)$$

In die geval van distillasie geld die volgende:

Energie in  $\equiv$  Warmte afgegee deur stoom

Energie uit  $\equiv$  Warmte verwyder deur kondensator

+ warmte verwyder tydens die aftrek van distillaatfraksies

+ diverse warmteverliese na die omgewing

#### Warmte afgegee deur stoom

Die hoeveelheid warmte afgegee deur die stoom kan mbv die volgende vergelyking bereken word:

$$Q_s = \Delta h_s \cdot m_s \quad (4)$$

waar  $\Delta h_s = h_s - h_w$  [kJ/kg]

$Q_s$  = die hoeveelheid warmte afgegee deur die stoom [kJ]

$h_s$  = die spesifieke entalpie van die stoom wat die verdamper binnekom [kJ/kg]

$h_w$  = die spesifieke entalpie van die stoomkondensaat wat die verdamper verlaat [kJ/kg]

$m_s$  = die hoeveelheid stoomkondensaat wat die verdamper verlaat gedurende die gegewe distillasieperiode [kg]

Die waarde van die spesifieke entalpie van die stoom wat die verdamper binnekom ( $h_s$ ) kan uit Figuur 29 (wat mbv data uit die stoomtabelle opgestel is) verkry word. Die waarde van die spesifieke entalpie van die stoomkondensaat wat die verdamper verlaat ( $h_w$ ) kan uit Figuur 30 (wat ook mbv data uit die stoomtabelle opgestel is) verkry word. Die hoeveelheid stoomkondensaat wat die verdamper gedurende die gegewe distillasieperiode verlaat ( $m_s$ ), word as volg bereken:

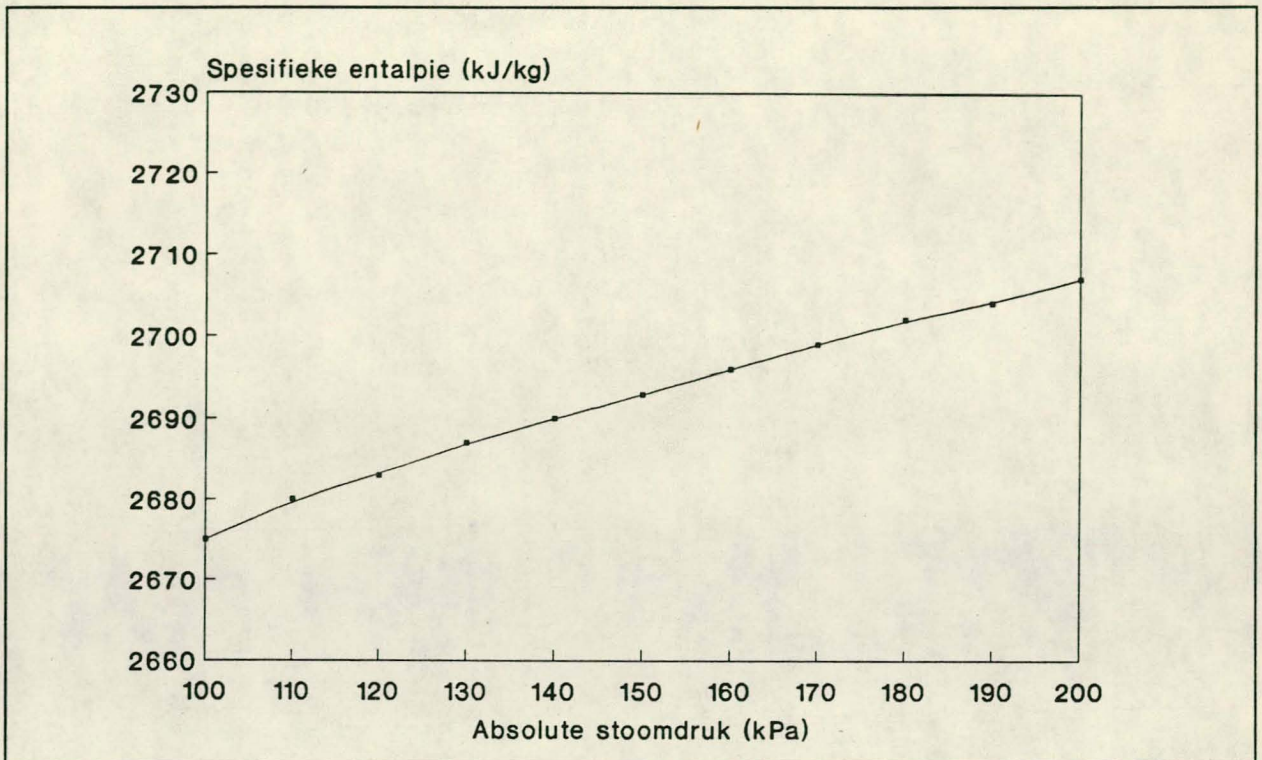
$$m_s = \dot{m}_s \cdot \Delta\Theta \quad (5)$$

waar  $\dot{m}_s$  = die vloeitempo van die stoomkondensaat wat die verdamper verlaat [kg/s]. Dit is eksperimenteel bepaal.

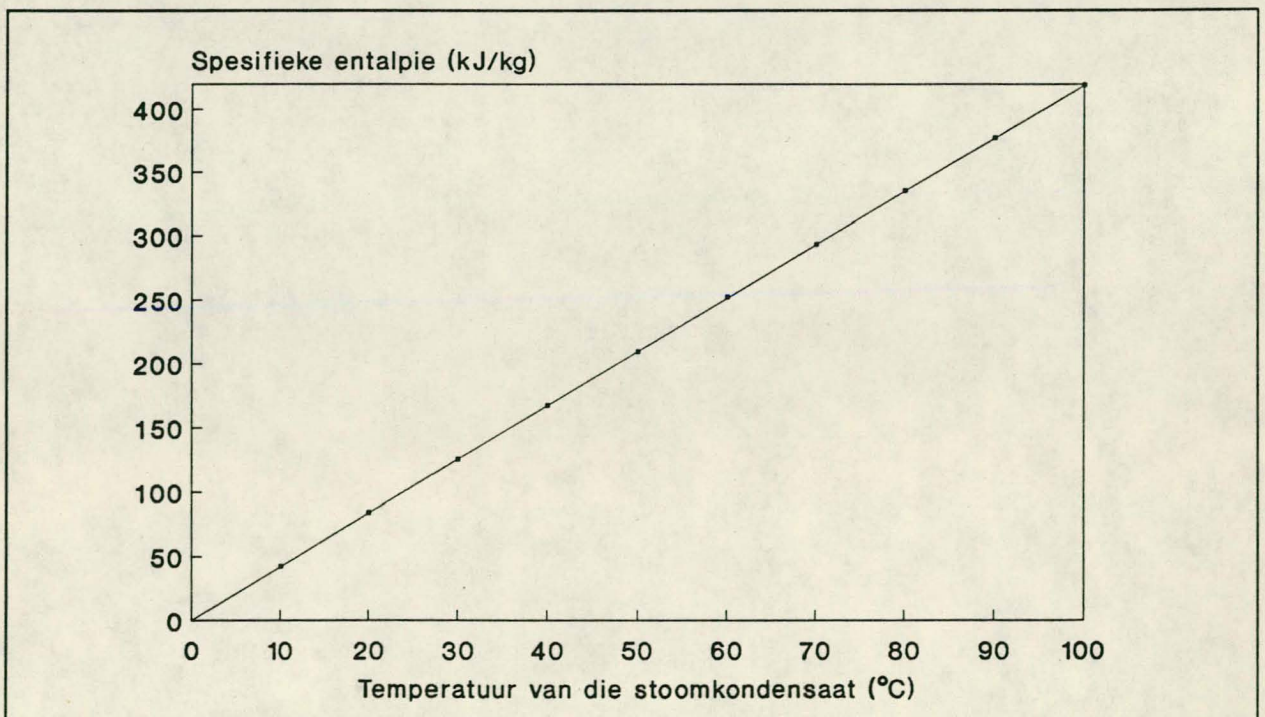
$\Delta\Theta$  = die distillasieperiode [s]



**FIGUUR 29:**  
**PLOT VAN ABSOLUTE STOOMDRUK TEENOR SPESIFIEKE ENTALPIE**  
**VIR DIE STOOMTOEVOER**



**FIGUUR 30:**  
**PLOT VAN TEMPERATUUR TEENOR SPESIFIEKE ENTALPIE**  
**VIR DIE STOOMKONDENSAAT**



**Warmte verwyder deur die kondensator**

Die warmte verwyder deur die kondensator kan mbv van die volgende vergelyking bereken word:

$$Q_w = \dot{m}_w \cdot \Delta\Theta \cdot c_p \cdot \Delta t_w \quad (6)$$

- waar  $Q_w$  = die hoeveelheid warmte verwyder deur die kondensator [kJ]  
 $\dot{m}_w$  = die vloeitempo van die verkoelingswater [kg/s]  
 $\Delta\Theta$  = die periode waaroor die distillaatfraksie versamel is [s]  
 $c_p$  = die soortlike warmte van water [kJ/kg.K]  
 $\Delta t_w$  = die temperatuurverskil tussen water wat die kondensator binnekom en water wat die kondensator verlaat [K].

Die vloeitempo van die verkoelingswater ( $\dot{m}_w$ ), die temperatuurverskil ( $\Delta t_w$ ) sowel as  $\Delta\Theta$  word eksperimenteel bepaal. Die soortlike warmte ( $c_p$ ) is uit die literatuur bekend.

**Warmte verwyder met die aftrek van distillaat**

$$Q_D = m_D \cdot c_p \cdot \Delta t_D \quad (7)$$

- waar  $Q_D$  = die hoeveelheid warmte verwyder met die aftrek van distillaat [kJ]  
 $m_D$  = die massa distillaat [kg]  
 $c_p$  = die soortlike warmte van die THF/MeOH-mengsel wat die distillaatfraksie vorm [kJ/kg.K]  
 $\Delta t_D$  = die verskil tussen die temperatuur van die distillaat en 0 °C (die entalpieverwysingstemperatuur) [K]

Die waardes van  $m_D$  en  $\Delta t_D$  word eksperimenteel bepaal. Die waarde van  $c_p$  is 'n geweegde gemiddelde tussen die soortlike warmtes van THF, MeOH en water.

Normaalweg word gevind dat die "Energie in" meer is as die "Energie uit" wat volgens bogenoemde metodes bereken word. Die verskil is te wyte aan warmteverliese aan die omgewing wat dikwels soveel as 15 % kan beloop, afhange van die mate waartoe die distilleertoerusting geïsoleer is.

'n Rekenaarprogram is vir die berekening van energiebalanse volgens bostaande vergelykings geskryf. 'n Uiteensetting van die program sowel as die dataleër word in Bylae F gegee. Die resultate van die berekening vir lotte 34 tot 37 word in Tabel 11 gegee.

**TABEL 11:**  
**DIE BEREKENING VAN ENERGIEBALANSE : RESULTATE**

Lotnommer	$Q_s$ (kJ)	$Q_w$ (kJ)	$Q_D$ (kJ)	Warmte-verlies(%)
34D1	14929	12455	144	15.6
34D2	15089	12111	167	18.6
34D3	15452	11596	179	23.8
34D4	10251	7387	99	27.0
36D1	15626	13202	158	14.5
36D2	15329	12627	172	16.5
36D3	16121	12369	247	21.7
37D1	16253	13861	150	13.8
37D2	16821	13604	140	18.3
37D3	16158	12869	141	19.5
37D4	15121	11373	149	23.8

Uit bostaande kan afgelei word dat 'n groot hoeveelheid energie weens hitte-oordrag aan die onmiddelijke omgewing verlore gaan. Dit is ook duidelik dat die warmteverlies vir opeenvolgende distillaatfraksies al meer word: Die volgende gemiddeldes is in dié verband bereken:

Gemiddelde warmteverlies vir die eerste distillaatfraksie: 14,6 %

Gemiddelde warmteverlies vir die tweede distillaatfraksie: 17,8 %

Gemiddelde warmteverlies vir die derde distillaatfraksie: 21,7 %

Gemiddelde warmteverlies vir die vierde distillaatfraksie: 25,4 %

Dit is egter so dat die bodemtemperatuur na die einde van die distillasie al hoër word, aangesien die teenwoordigheid van vlugtige komponente in die verdamper afneem. Dit is dus verstaanbaar dat meer energie by hierdie verhoogde temperature aan die atmosfeer verlore sal gaan.

Die kolom is wel goed geïsoleer met 'n tipe glasveselmateriaal, maar die onderkant van die verdamper is moeilik isoleerbaar, aangesien heelwat pypaansluitings hier aangetref word. Dit verklaar waarskynlik die relatiewe groot warmteverliese.

### 5.3.3 Bepaling van die HETP

Die HETP (hoogte ekwivalent van die aantal teoretiese plate), 'n aanduiding van die skeidingseffektiwiteit van die kolom, is op die volgende wyse bereken.

$$\text{HETP} = \frac{\text{hoogte van die kolompakking in meter}}{\text{aantal teoretiese plate}}$$

Die aantal teoretiese plate waaroor die tussenskaalkolom beskik, is eksperimenteel bepaal. In die paragrafe wat volg word die bepaling beskryf met verwysing na verskeie teoretiese aspekte.

#### 5.3.3.1 Teorie

##### Interfase massa-oordrag

Om 'n homogene, enkelfase mengsel ekonomies te skei, is dit noodsaaklik dat 'n tweede fase geskep word. Die komponente wat geskei moet word, moet verder oor die potensiaal beskik om tot verskillende mates tussen die twee fases te verdeel. Skeiding vind dan dmv herhaalde massa-oordrag tussen die fases plaas. Deur die fases in baie nou kontak met mekaar te bring, word massa-oordrag bevorder en kan algehele verdeling gouer bewerkstellig word.

Tydens distillasie, die mees algemene industriële skeidingstegniek, word die tweede fase (nl. die gasfase) deur die toediening van energie geskep. Die komponente verdeel op grond van vlugtigheidsverskille tot verskillende mates tussen die vloeistof- en dampfase. Die vloeistof- en dampfase beweeg tov mekaar agv die gravitasieveld van die aarde en agv drukverskille in die kolom. Tydens hierdie vertikale beweging ontstaan kontak tussen die twee fases sodat daar eerstens vermenging (en massa-oordrag) en daarna faseskeiding plaasvind. Die damp wat na die bo-punt van die kolom beweeg is na elke kontak ryker aan die meer vlugtige komponente, terwyl die vloeistof wat na die verdamer terugbeweeg na elke kontak ryker aan die minder vlugtige komponente is.

##### Die konsep van ewewigstadia

Sommige distilleerkolomme beskik oor plate wat horisontaal gerangskik is om as kontakoppervlakte vir die fases te dien. Indien genoeg kontaktyd toegelaat word, sal die komponente by elke plaat volgens termodinamiese ewewigsoorwegings tussen die fases verdeel. Elke plaat sal dan 'n sg. "ewewigstadium" verteenwoordig. In 'n gepakte kolom is daar kontinue kontak tussen damp- en vloeistoffases waar ewewig kan plaasvind; die totale pakking verteenwoordig dan 'n bepaalde aantal "teoretiese" plate wat elk op 'n afsonderlike ewewigstadium dui.

Ewewigsamestellings

Indien 'n bepaalde plaat 'n volledige ewewigstadium verteenwoordig sal die samestelling van die vloeistoffase wat die plaat verlaat in ewewig met die samestelling van die dampfase wat die plaat verlaat wees. Maar hoe kan die samestelling van hierdie fases bereken word?

Gestel komponente i en j vorm 'n ideale mengsel, dws a) geen warmte word tydens vermenging van die komponente vrygestel nie en b) die totale volume van die mengsel is gelyk aan die som van die volumes van die suiwer komponente. Vir hierdie ideale mengsel geld Raoult se Wet:

$$p_i = P_i^\circ x_i \quad (8)$$

$$p_j = P_j^\circ x_j \quad (9)$$

waar  $p_i$  = die parsiele dampdruk van die meer vlugtige komponent i [Pa]  
 $p_j$  = die parsiele dampdruk van die minder vlugtige komponent j [Pa]  
 $x_i$  = die molfraksie van komponent i in die vloeistoffase  
 $x_j$  = die molfraksie van komponent j in die vloeistoffase  
 $P_i^\circ$  = die dampdruk van suiwer komponent i by die sisteemtemperatuur [Pa]  
 $P_j^\circ$  = die dampdruk van suiwer komponent j by die sisteemtemperatuur [Pa]

Verder geld Dalton se Wet by relatief lae sisteemdrukke vir die dampfase:

$$p_i = P y_i \quad (10)$$

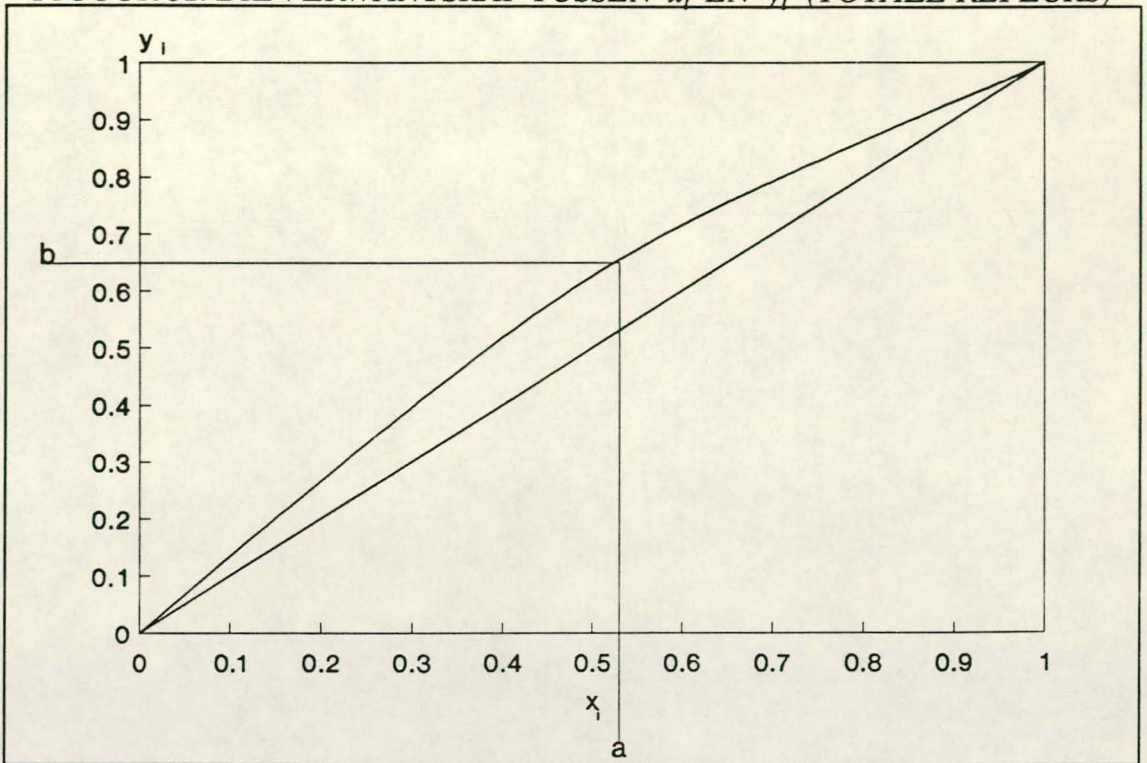
$$p_j = P y_j \quad (11)$$

waar  $y_i$  = die molfraksie van komponent i in die dampfase  
 $y_j$  = die molfraksie van komponent j in die dampfase  
 $P$  = die totale druk [Pa]

Uit bostaande is dit duidelik dat die volgende verwantskap bestaan:

$$y_i = (P_i^\circ / P) x_i \quad (12)$$

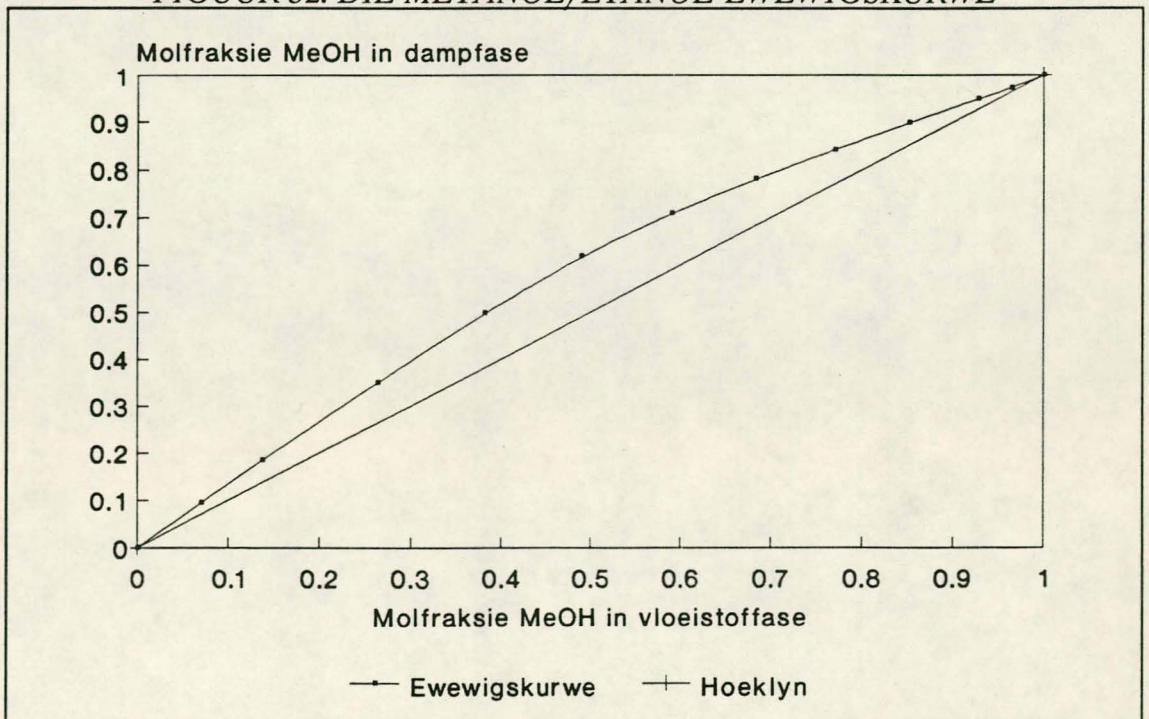
Hierdie verwantskap word grafies in Figuur 31 voorgestel: Gestel die samestelling van die aanvangsmengsel in die verdamer is a. Die dampfase in ewewig met hierdie vloeistofmengsel het dan samestelling b.

FIGUUR 31: DIE VERWANTSKAP TUSSEN  $x_i$  EN  $y_i$  (TOTALE REFLUKS)

### 5.3.1.2 Eksperimentele bepaling

Ewewigskurwes soos dié in Figuur 31 word gebruik vir die bepaling van die aantal teoretiese plate waaroor distilleerkolomme beskik. Vir die bepaling van die aantal teoretiese plate waaroor die tussenskaalkolom beskik, is 'n metanol/etanolewewigskurwe (verwys na Figuur 32) gebruik. Data vir die opstel van die kurwe is uit die literatuur<sup>(5)</sup> verkry (verwys asseblief na Bylae G).

FIGUUR 32: DIE METANOL/ETANOL-EWEWIGSKURWE



Distillasie van 'n metanol/etanol-mengsel met die tussenskaaldistilleertoerusting het die volgende resultate opgelewer (verwys asseblief na Tabel 12).

TABEL 12:  
EKSPERIMENTELE RESULTATE VAN METANOL/ETANOL-DISTILLASIE

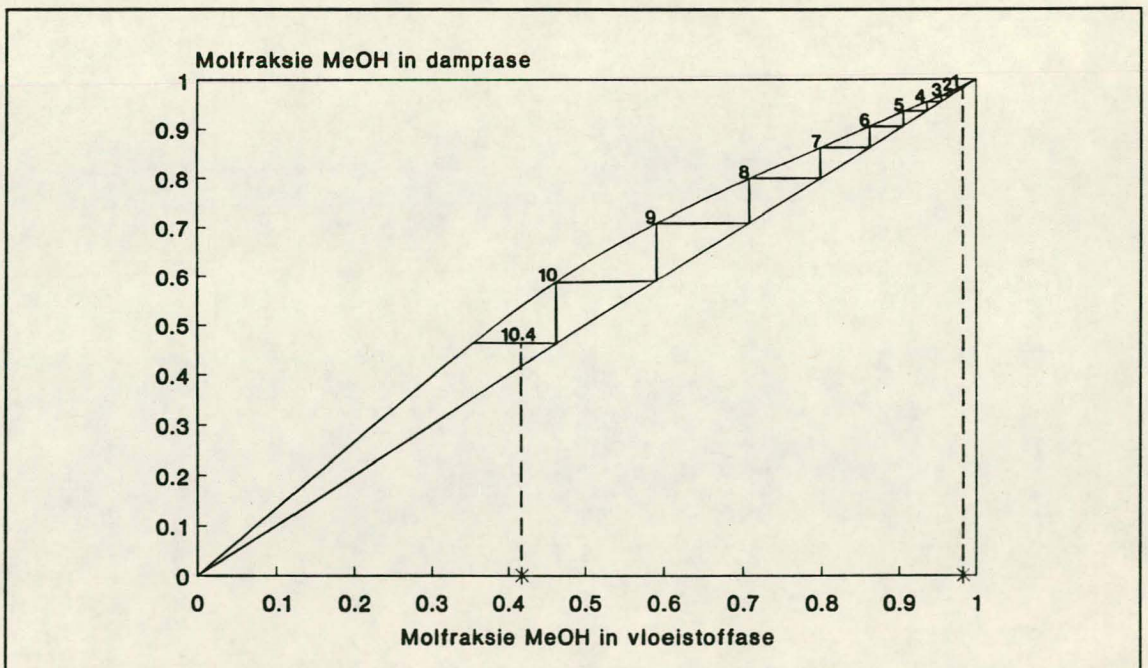
Monster	Samestelling (% mol/mol)	
	Metanol	Etanol
Distillaat	98,3	1,7
Bodemprodukt	41,7	58,3

Dus: Aangesien metanol die meer vlugtige komponent is, is:

$$x_i = 0,983 \text{ (vir die distillaat) en } x_i = 0,417 \text{ (vir die bodemprodukt)}$$

Plaataftasting volgens die McCabe-Thiele-metode het die volgende resultaat opgelewer (verwys na Figuur 33):

FIGUUR 33:  
BEPALING VAN DIE AANTAL TEORETIESE PLATE  
VOLGENS DIE MCCABE/THIELE-METODE

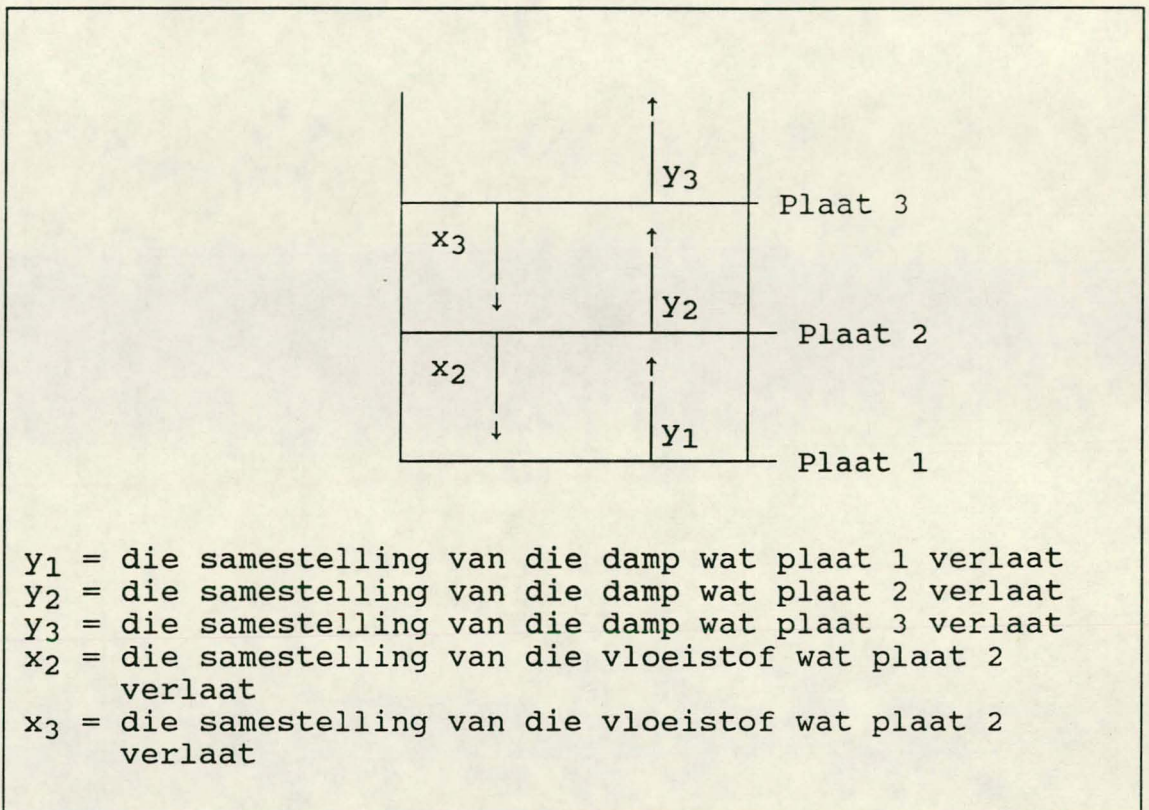


Die distilleertoerusting beskik dus in totaal oor 10,4 teoretiese plate. Die verdamer verteenwoordig egter die eerste plaat, sodat die kolom derhalwe oor 9,4 teoretiese plate beskik. Aangesien die kolompakking oor 'n lengte van 2,4 meter strek, kan die HETP volgens bogenoemde formule as 0,26 bereken word.

### 5.3.4. Plaat-tot-plaat samestellings

In paragraaf 5.3.3 is die bepaling van die aantal teoretiese plate in die tussenskaalkolom beskryf. Daar is bevind dat die kolom oor 9,4 plate beskik. Die volgende stap in die analise van die distilleerkolom is die bepaling van die plaat-tot-plaat-samestelling. Verwys in hierdie verband na Figuur 34:

FIGUUR 34:  
DIE BEREKENING VAN PLAAT-TOT-PLAAT-SAMESTELLINGS



Die samestelling by plaat 2 word gespesifiseer deur die waardes van  $x_2$  en  $y_2$  te evalueer. Om die samestellings by daaropvolgende plate te bereken, word gebruik gemaak van fase-ewewigte en massabalans: Die verband tussen  $x_2$  en  $y_2$  in Figuur 35 word deur die berekening van fase-ewewigte opgelos. Die verband tussen  $y_2$  en  $x_3$  word verkry deur 'n massabalans oor daardie segment te bereken. Die verband tussen  $x_3$  en  $y_3$  word weer deur die berekening van fase-ewewigte opgelos, ensovoorts.

Plaatsamestellings verander uiteraard voortdurend soos wat distillaat afgetrek word. Dus word hierdie berekenings vir elke distillaatfraksie gedoen deur fase-ewewigte en massabalans vir elke komponent in die sisteem te bereken.



Soos voorheen verduidelik verteenwoordig elke teoretiese plaat 'n volledige ewewigstadium sodat die samestelling van die vloeistoffase wat die plaat verlaat in ewewig met die samestelling van die dampfase wat die plaat verlaat, is. Termodinamiese ewewigskonstantes ( $K$ ) kan gebruik word om die verwantskap tussen hierdie samestellings te beskryf:

$$K_{ni} = y_{ni}/x_{ni} \quad (13)$$

waar  $K_{ni}$  = die termodinamiese ewewigskonstante vir plaat  $n$  en komponent  $i$   
 $y_{ni}$  = die molfraksie van komponent  $i$  in die damp wat plaat  $n$  verlaat  
 $x_{ni}$  = die molfraksie van komponent  $i$  in die vloeistof wat plaat  $n$  verlaat.

As  $K_{ni}$  en  $x_{ni}$  bekend is kan  $y_{ni}$  mbv vergelyking 13 bereken word. Die verband tussen  $y_n$  en  $x_{(n+1)}$  word vervolgens mbv die vergelyking 14 bereken:

$$x_{(n+1)i} = \frac{(R+1)}{R} \cdot y_{ni} - \frac{1}{R} \cdot x_{Di} \quad (14)$$

waar  $x_{(n+1)i}$  = die molfraksie van komponent  $i$  in die vloeistof wat plaat  $(n+1)$  verlaat  
 $y_{ni}$  = die molfraksie van komponent  $i$  in die damp wat plaat  $n$  verlaat  
 $R$  = die terugvloeiverhouding vir die betrokke distillaatfraksie  
 $x_{Di}$  = die molfraksie van komponent  $i$  in die betrokke distillaatfraksie.

Kort aantekeninge rakende vergelykings 13 en 14 word in Bylae H gegee. 'n Rekenaarprogram, wat vir die berekening van plaat-tot-plaat-samestellings volgens bostaande metode geskryf is, word ook in dié bylae uiteengesit.

By die uitvoer van die plaat-tot-plaat berekening word die aanname gemaak dat die molêre vloeitempo deur die kolom konstant is. Verder is benaderde  $K$ -waardes vir die 3-komponent mengsel (wat hoogs nie-ideaal is) gebruik.

Die resultaat van die berekening vir lopies 22 (eerste fraksie) word in Tabel 13 gegee en in Figuur 35 geïllustreer. Die berekening vir hierdie fraksie toon goeie ooreenstemming tussen die benodigde aantal teoretiese stadia (nl 11,0 stadia) en die beskikbare aantal teoretiese stadia (nl 10,4 stadia) van die kolom. Die aanname van konstante molêre vloeitempo en die gebruik van benaderde  $K$ -

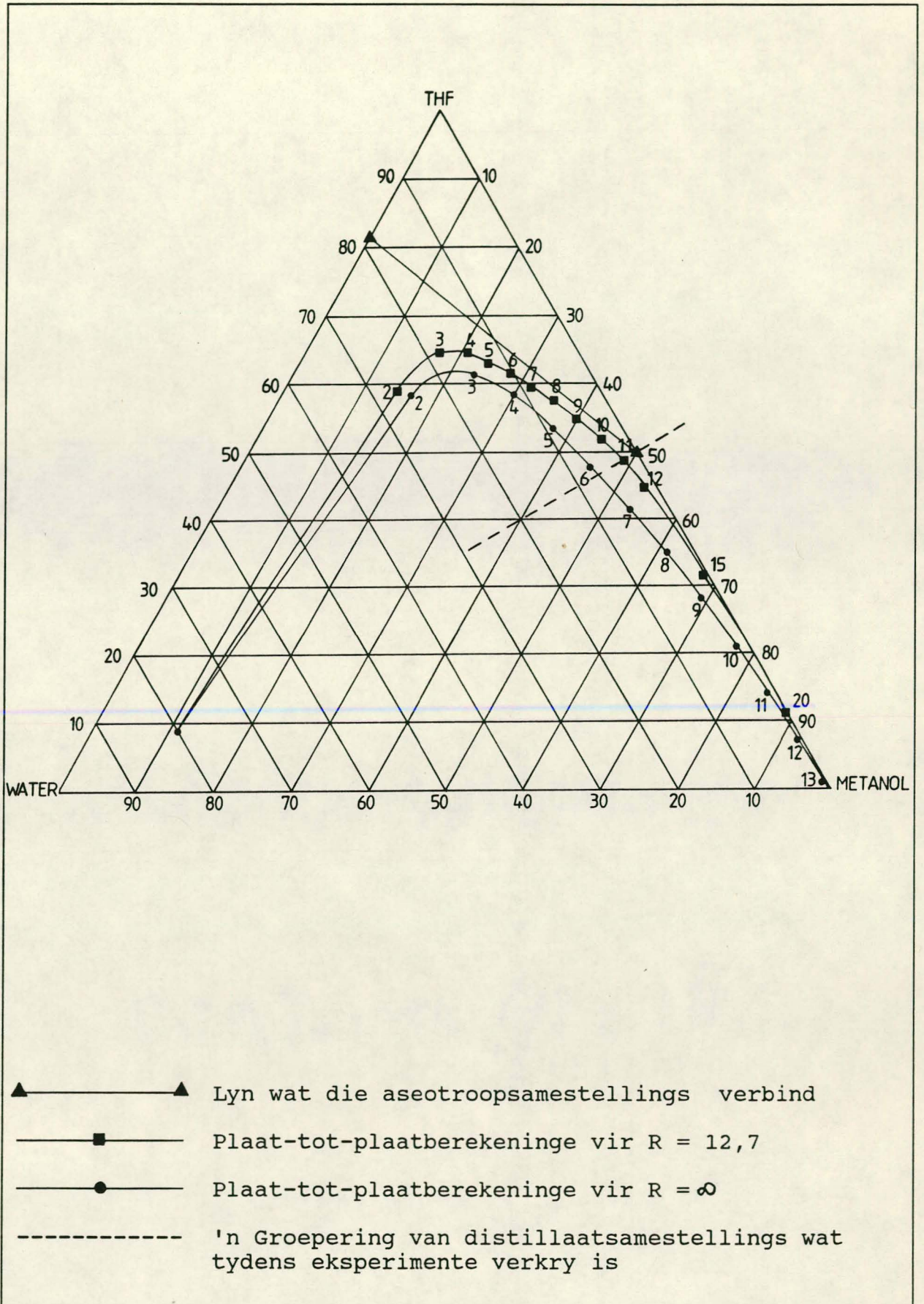
waardes bring egter mee dat die akkuraatheid van die plaat-tot-plaat berekeninge sterk afneem by die hoër fraksies wanneer die konsentrasie van die vlugtige komponente in die verdamper sterk begin afneem.

Die berekeninge is uitgevoer vir twee waardes van die terugvloei-verhouding ( $R$ ), naamlik vir  $R=12,7$  (die refluksverhouding wat werklik geïmplementeer is) en ook vir  $R=5000$  (dws prakties totale terugvloei). Soos verwag is die aantal teoretiese stadia wat vir totale terugvloei benodig word, heelwat minder as dié wat vir  $R=12,7$  benodig word.

TABEL 13:  
PLAAT-TOT-PLAAT-SAMESTELLINGS VIR LOPIE 22

R	Plaatnr	Samestelling (molfraksie)					
		$x_{THF}$	$x_{MeOH}$	$x_{water}$	$y_{THF}$	$y_{MeOH}$	$y_{water}$
12,7	1	0.087	0.111	0.802	0.585	0.167	0.248
	2	0.589	0.144	0.268	0.636	0.196	0.168
	3	0.644	0.175	0.181	0.635	0.226	0.139
	4	0.643	0.208	0.150	0.631	0.258	0.121
	5	0.628	0.242	0.130	0.608	0.292	0.100
	6	0.614	0.278	0.108	0.592	0.328	0.080
	7	0.597	0.317	0.087	0.573	0.365	0.062
	8	0.575	0.357	0.067	0.548	0.405	0.047
	9	0.549	0.400	0.051	0.520	0.446	0.035
	10	0.518	0.444	0.037	0.487	0.488	0.025
	11	0.483	0.490	0.027	0.451	0.531	0.018
	12	0.444	0.536	0.019	0.413	0.575	0.012
	13	0.403	0.584	0.013	0.373	0.619	0.008
	14	0.360	0.631	0.009	0.332	0.662	0.006
	15	0.316	0.678	0.006	0.291	0.705	0.004
	16	0.272	0.724	0.004	0.252	0.746	0.002
	17	0.229	0.768	0.003	0.213	0.785	0.002
	18	0.188	0.811	0.002	0.177	0.822	0.001
	19	0.148	0.851	0.001	0.143	0.857	0.001
	20	0.112	0.887	0.001	0.112	0.888	0.000
5000	1	0.090	0.114	0.797	0.583	0.170	0.247
	2	0.583	0.170	0.247	0.612	0.233	0.155
	3	0.612	0.233	0.155	0.581	0.301	0.119
	4	0.581	0.301	0.119	0.531	0.374	0.096
	5	0.531	0.374	0.096	0.475	0.451	0.074
	6	0.475	0.451	0.074	0.415	0.531	0.055
	7	0.415	0.531	0.055	0.349	0.612	0.039
	8	0.349	0.612	0.039	0.280	0.693	0.027
	9	0.280	0.693	0.027	0.209	0.772	0.019
	10	0.209	0.772	0.019	0.139	0.848	0.013
	11	0.139	0.848	0.013	0.072	0.920	0.008
	12	0.072	0.920	0.008	0.009	0.986	0.005
	13	0.009	0.986	0.005	-0.048	1.045	0.003
	14	-0.048	1.045	0.003	-0.099	1.097	0.002
	15	-0.099	1.097	0.002	-0.142	1.141	0.001

FIGUUR 35:  
PLAAT-TOT-PLAATBEREKENING VIR LOPIE 22



### 5.3.5 Die lineêre dampnelheid in die kolom

Volgens die ideale gasvergelyking geld die volgende:

$$P\dot{V} = \dot{n}R_0T \quad (15)$$

waar  $P$  = die druk in die kolom (geneem as atmosferies) [Pa] abs.

$\dot{V}$  = die volume-vloei van die damp [ $\text{m}^3/\text{s}$ ]

$\dot{n}$  = die molêre vloeitempo van die damp [kmol/s]

$R_0$  = die universele ideale gaskonstante [8,314 kJ/kmol.K]

$T$  = die temperatuur van die damp [K]

maar ook:

$$\dot{V} = uA \quad (16)$$

waar  $\dot{V}$  = die volume-vloei van die damp in die kolom [ $\text{m}^3/\text{s}$ ]

$u$  = die dampnelheid in die kolom [m/s]

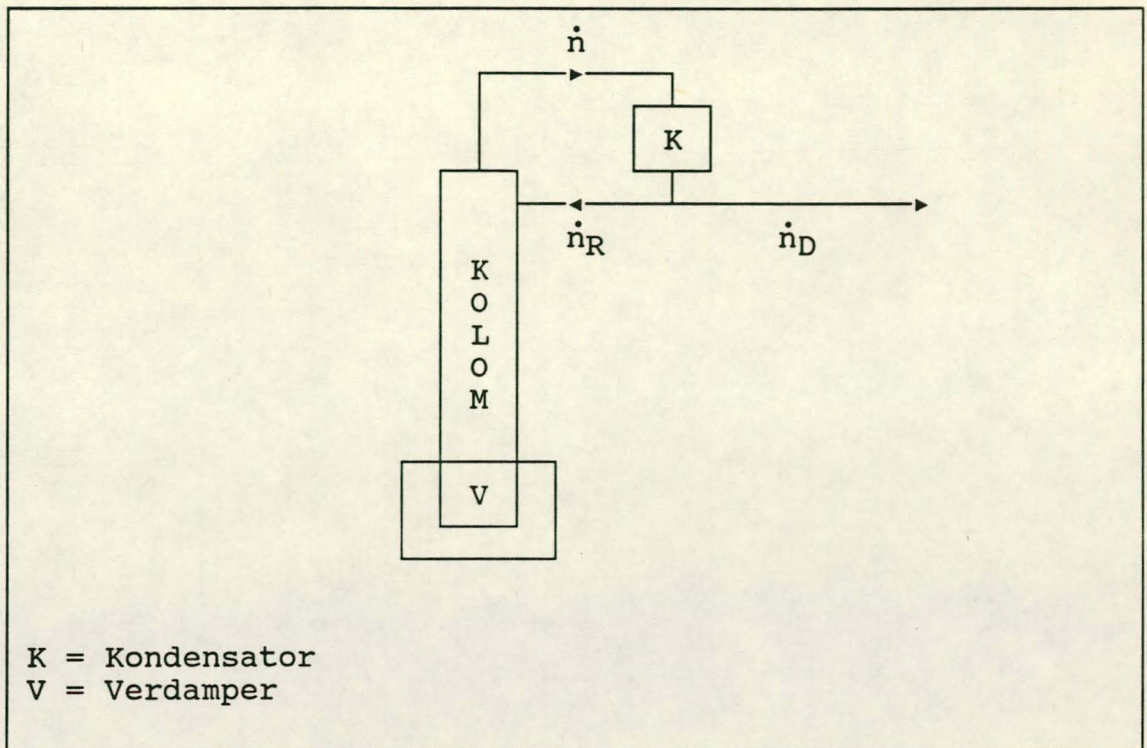
$A$  = die interne deursnitsarea in die leë kolom [ $\text{m}^2$ ]

Uit vergelykings (15) en (16) kan die volgende vergelyking vir die dampnelheid ( $u$ ) in die kolom dus afgelei word:

$$u = (\dot{n}R_0T)/(AP) \quad (17)$$

Voordat die dampnelheid egter volgens bostaande formule bereken kan word, moet die molêre vloeitempo van die damp in die kolom ( $\dot{n}$ ) eers geëvalueer word. Verwys na Figuur 36 in dié verband.

FIGUUR 36:  
DIE MOLÈRE VLOEITEMPO VAN DAMP IN DIE KOLOM



Vir die bepaling van die dampsnelheid ( $u$ ) volgens vergelyking 17 moet die molêre vloeitempo van damp in die kolom ( $\dot{n}$ ) bekend wees. Wat egter eksperimenteel bepaal is, is die aantal kmol van elke komponent in die distillaat ( $n_{Di}$ ). Die molêre vloeitempo van damp in die kolom ( $\dot{n}$ ) kan egter as volg hieruit bereken word:

'n Molêre balans oor die kondensator sou as volg lui:

$$\dot{n} = \dot{n}_D + \dot{n}_R \quad (18)$$

waar  $\dot{n}$  = die molêre vloeitempo van damp in die kolom [kmol/s]

$\dot{n}_D$  = die molêre vloeitempo van distillaat [kmol/s]

$\dot{n}_R$  = die molêre vloeitempo van reflux [kmol/s]

maar ook:

$$R = \dot{n}_R / \dot{n}_D \quad (19)$$

waar  $R$  = die terugvloeiëverhouding

Uit bostaande kan die volgende afgelei word:

$$\dot{n}_R = R\dot{n}_D \quad \text{uit (4)}$$

en  $\dot{n}_R = (\dot{n} - \dot{n}_D) \quad \text{uit (5)}$

dus  $\dot{n} - \dot{n}_D = R\dot{n}_D$

en dus  $\dot{n} = (R + 1)\dot{n}_D$

$\dot{n} = (R + 1)\dot{n}_D$	(20)
------------------------------	------

'n Rekenaarprogram is vir die berekening van dampnelhede volgens bostaande metode geskryf. 'n Uiteensetting van die program sowel as die dataleër word in Bylae I gegee. Met behulp van hierdie program is dampnelhede vir elke distillaatfraksie van elke lopies bereken. Die resultate van die berekening word in Tabel 14 gegee.

Uit Tabel 14 is dit duidelik dat die dampnelheid geleidelik afneem na die einde van die distillasie. Die volgende gemiddeldes is bereken:

Gemiddelde dampnelheid vir die eerste distillaatfraksie:	0,53 m/s
Gemiddelde dampnelheid vir die tweede distillaatfraksie:	0,46 m/s
Gemiddelde dampnelheid vir die derde distillaatfraksie:	0,37 m/s

Die afname in dampnelheid word as volg verklaar: As gevolg van die kookpuntverhoging van die vloeistof in die verdamer (die vlugtige bestanddele is reeds afgedistilleer) word die verskil in temperatuur van hierdie vloeistof en die stoomtemperatuur al kleiner. Hierdie temperatuurverskil is egter direk eweredig aan die energie wat die verdampingsproses onderhou. Wanneer hierdie energie afneem (weens die kleiner wordende temperatuurverskil) sal die dampnelheid uiteraard ook afneem.

Die rekenkundige gemiddeld van bostaande drie waardes (nl 0,45 m/s) word as 'n goeie gemiddelde dampnelheid vir die tussenskaalkolom beskou.

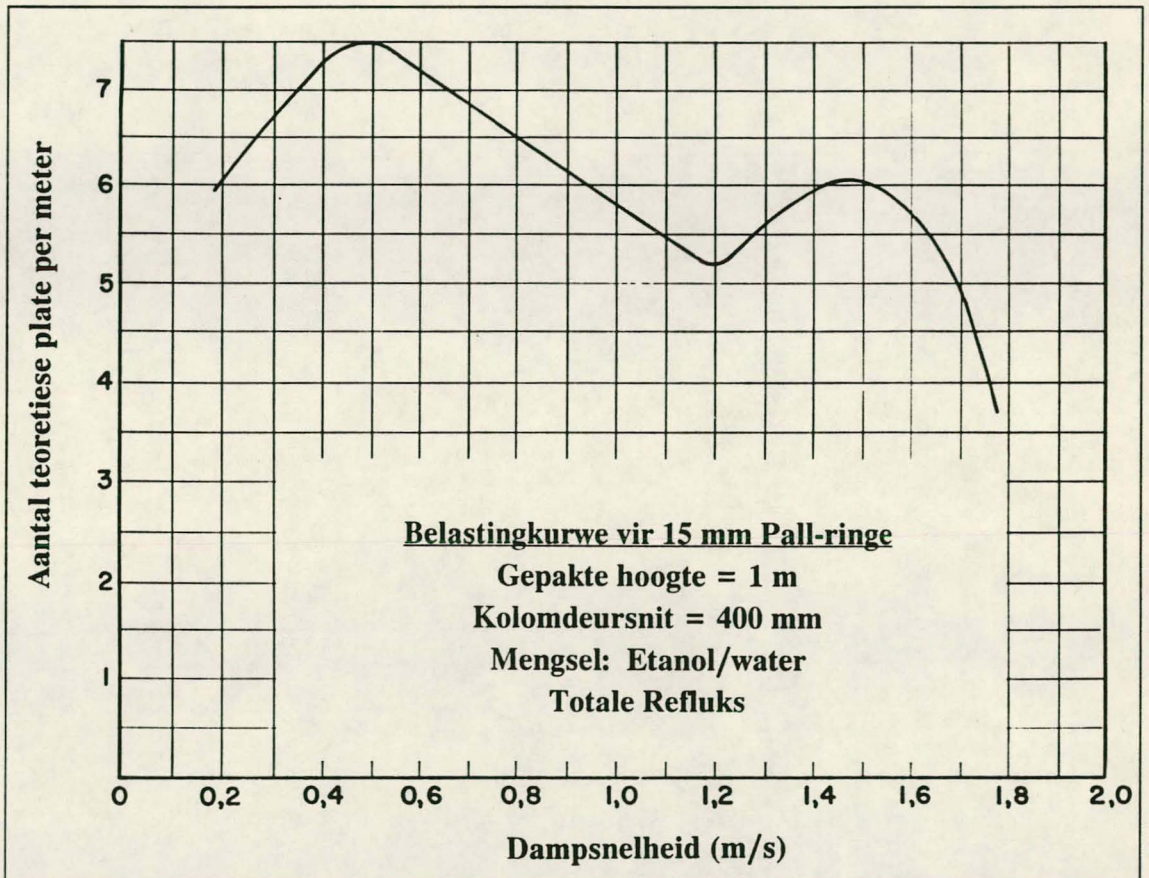
**TABEL 14:**  
**DIE BEREKENING VAN DAMPSNELHEID : RESULTATE**

Lotnommer	Dampsnelheid (m/s)	Lotnommer	Dampsnelheid (m/s)
21D1	0.47	28D1	0.69
21D2	0.52	28D2	0.59
21D3	0.51	28D3	0.65
21D4	0.49	28D4	0.40
21D5	0.50	28D5	0.32
22D1	0.41	28D6	0.26
22D2	0.45	29D1	0.50
22D3	0.42	29D2	0.43
22D4	0.40	29D3	0.36
22D5	0.38	29D4	0.30
22D6	0.40	30D1	0.51
23D1	0.62	30D2	0.45
23D2	0.52	30D3	0.37
23D3	0.43	30D4	0.30
23D4	0.40	30D5	0.28
23D5	0.38	30D6	0.21
23D6	0.53	30D7	0.16
24D1	0.45	31D1	0.86
24D2	0.40	31D2	0.35
24D3	0.34	31D3	0.24
24D4	0.29	31D4	0.19
24D5	0.19	31D5	0.07
24D6	0.24	31D6	0.05
25D1	0.52	31D7	0.05
25D2	0.46	32D1	0.47
25D3	0.38	32D2	0.27
25D4	0.34	32D3	0.11
25D5	0.27	33D1	0.46
25D6	0.22	33D2	0.41
25D7	0.15	33D3	0.36
26D1	0.56	33D4	0.34
26D2	0.50	34D1	0.47
26D3	0.43	34D2	0.40
26D4	0.38	34D3	0.35
26D5	0.32	34D4	0.34
26D6	0.31	35D1	0.44
26D7	0.26	35D2	0.50
27D1	0.61	36D1	0.46
27D2	0.50	36D2	0.42
27D3	0.40	36D3	0.22
27D4	0.32	37D1	0.51
27D5	0.23	37D2	0.64
27D6	0.16	37D3	0.41
27D7	0.09	37D4	0.39

### 5.3.6 Werkverrigting van die tussenskaalkolom

Voorheen is bereken dat die tussenskaalkolom oor 9,4 teoretiese plate beskik en dat 'n dampnelheid van 0,45 m/s as 'n goeie gemiddelde beskou kan word. Verder is die gepakte hoogte van die kolom ook bekend, naamlik 2,4 meter. Die pakking in die kolom bestaan uit 15 mm metaal Pall-ringe. Met hierdie data kan die werkverrigting van die tussenskaalkolom gekwantifiseer word deur van Figuur 37<sup>(6)</sup> gebruik te maak:

FIGUUR 37:  
BELASTINGKURWE VIR 15 MM PALL-RINGE



Uit Figuur 37 kan afgelei word dat indien die tussenskaalkolom as 'n ideale kolom met 'n groterige deursnit (van 400 mm) en baie goeie vloeistofverspreiding sou funksioneer, dit oor sowat 18 teoretiese plate sou beskik (dws 7,5 plate/meter x 2,4 meter = 18 plate).

Die tussenskaalkolom het egter 'n deursnit van slegs 125 mm - wat minder goeie vloeistofverspreiding tot gevolg het. Daarom kan daar nie verwag word dat hierdie kolom tot ideale werkverrigting in staat sal wees nie.



Die werklike werkverrigting van die tussenskaalkolom kan as volg bereken word:

$$\begin{aligned} E &= N_t (\phi = 125 \text{ mm}) / N_t (\text{ideale werking}) \times 100 \\ &= 9,4/18 \times 100 \\ &= 52 \% \end{aligned}$$

waar  $E$  = die % benuttingsgraad van die tussenskaalkolom  
 $N_t (\phi = 125 \text{ mm})$  = die aantal teoretiese plate van die tussenskaalkolom  
 $N_t (\text{ideale werking})$  = die aantal teoretiese plate van 'n ideale kolom vir soortgelyke dampnelheid

#### 5.4 BEDRYFSPROSEDURE VIR DIE HERWINNING VAN THF DEUR PRODUKSIEPERSONEEL

Met die kundigheid wat tydens die uitvoer van die 17 eksperimentele lopies rakende die bedryf van die tussenskaaltoerusting gevestig is, is bedryfsinstruksies, wat op 'n roetinebasis vir die herwinning van THF uit die HNS-sintese-afvalstroom deur produksieperoneel gevolg kan word, ontwikkel. Die parameterwaardes wat in die instruksies genoem word, het die herwinning van THF teen sowat 65 massa % suiwerheid en 73 massa % opbrengs tydens eksperimentele lopies moontlik gemaak, en behoort derhalwe dieselfde resultate tydens roetine herwinning te lewer.

'n Uiteensetting van hierdie instruksies word in Bylae J gegee.

## 5.5 SAMEVATTING

Die ondersoek na die herwinning van THF op tussenskaal is uitgevoer met die doel om 'n bepaalde bedryfsprosedure vir die herwinning van THF deur produksiepersoneel, te ontwikkel. 'n Totaal van 17 eksperimentele lopies is uitgevoer waartydens data ingesamel is vir die berekening van massa- en energiebalanse en die analise van die distilleerkolom. Die volgende resultate is verkry:

THF kan teen 'n opbrengs van 73 massa % uit die HNS-sintese-afvalstroom herwin word. Die suiwerheid van die herwonne produk in terme van THF is ongeveer 65 massa %. Die samestelling daarvan is sodanig dat die distillaat as sulks in die sintese van HNS hergebruik kan word.

Warmteverliese deur ongeïsoleerde toerustingkomponente beloop ongeveer 15 %, maar verhoog met verloop van die distillasie. Bykomende isolasie kan ondersoek word indien hierdie probleem uitgekakel wil word, maar sal heel waarskynlik nie koste-effektief wees nie.

Die tussenskaalkolom beskik oor 9,4 teoretiese plate en funksioneer teen 'n HETP van 0,26. Die gemiddelde dampnelheid in die kolom is as 0,45 m/s bereken, terwyl die werkverrigting van die kolom 52 % vergeleke met 'n ideale kolom is.

Die berekening van plaat-tot-plaat-samestellings was relatief onsuksesvol. Dit kan waarskynlik toegeskryf word aan die gebruik van K-waardes wat nie korrek bereken is nie. Die nie-idealiteit van die THF/MeOH/water-sisteem het hierdie taak uiters bemoelik.

'n Bedryfsprosedure vir die herwinning van THF deur produksiepersoneel is ontwikkel uit die kundigheid wat tydens die uitvoer van hierdie ondersoek gevestig is. Die sukses waarmee die prosedure deur produksiepersoneel gebruik kan word, moet egter nog geëvalueer word.

## VERWYSINGS

1. Gallo, A E and Tench, N. *Commissioning of a production plant for hexanitrostilbene*. Royal Ordnance Factory, Bridgwater, Somerset, England. (Verslag)
2. Shipp, K G. *Hexanitrostilbene*. Silver Spring, United States of America, 1970. (US Patent 3,505,413)
3. E I du Pont de Nemours & Company. *Tetrahydrofuran: Properties, uses, storage and handling*. Electrochemicals Department, Wilmington, United States of America, (Brochure).
4. E I du Pont de Nemours & Company. *Recovery of THF*. Electrochemicals Department, Wilmington, United States of America, (Brochure).
5. Kirschbaum, E. *Destillier und Rektifizier Technik*. Binäre mengsel nr. 22 (MeOH/EtOH) in bylae. Springer Verlag (1960).
6. Fuchs-Letschert. Firma brochure. Baumbach (1960).
7. Thiart, J J. *Die bepaling van vloeistof/damp fase-ewewigte deur die berekening van aktiwiteitskoeffisiënte mbv beskikbare korrelasies*. Stellenbosch, (Skripsie). (1988).

## NOMENKLATUUR

### Simbole

$A$	=	die interne deursnitsarea van die leë kolom, [ $m^2$ ]
$B$	=	voetproduk, [kg]
$c$	=	die spoed van lig in vakuum, [ $3 \times 10^8$ m/s]
$c_p$	=	die soortlike warmte by konstante druk, [kJ/kg. $^{\circ}C$ ]
$D$	=	distillaat, [kg]
$D1, D2..$	=	monsters geneem uit opeenvolgende distillaatfraksies
$E$	=	die persentasie benuttingsgraad in die kolom, [%]
$E$	=	energie, [J]
$F$	=	kolomtoevoer, [kg]
$F0$	=	monster geneem uit die voer voor die aanvang van die distillasie
$h_s$	=	die spesifieke entalpie van die toegevoerde stoom, [kJ/kg]
$\Delta h_s$	=	die spesifieke entalpieverskil tussen toegevoerde stoom en afgevoerde stoomkondensaat, [kJ/kg]
$h_w$	=	die spesifieke entalpie van die afgevoerde stoomkondensaat, [kJ/kg]
$K_i$	=	die termodinamiese ewewigskonstante vir komponent $i$
$K_{ni}$	=	die termodinamiese ewewigskonstante vir plaat $n$ en komponent $i$
$m$	=	massa, [kg]
$m_D$	=	die massa distillaat, [kg]
$m_s$	=	die hoeveelheid stoomkondensaat wat die verdamper gedurende 'n gegewe distillasieperiode verlaat, [kg]
$\dot{m}_s$	=	die massavloeiempo van stoomkondensaat wat die verdamper gedurende 'n gegewe distillasieperiode verlaat, [kg]
$\dot{m}_w$	=	die verkoelingswater se massavloeiempo, [kg/s]
$\dot{n}$	=	die molêre vloeiempo van damp in die kolom, [kmol/s]
$\dot{n}_D$	=	die molêre vloeiempo van die distillaat, [kmol/s]
$\dot{n}_R$	=	die molêre vloeiempo van die reflux, [kmol/s]
$N_t$	=	die aantal teoretiese plate in die kolom
$P$	=	die totale druk, [Pa] (absoluut)
$P_i$	=	parsiële druk van die meer vlugtige komponent $i$ in die damp, [Pa] (absoluut)
$P_j$	=	parsiële druk van die minder vlugtige komponent $j$ in die damp, [Pa] (absoluut)
$P_i^{\circ}$	=	die dampdruk van suiwer komponent $i$ by die sisteemtemperatuur [Pa] (absoluut)

$P_j^\circ$	=	die dampdruk van suiwer komponent j by die sisteemtemperatuur [Pa] (absoluut)
$Q_s$	=	die hoeveelheid warmte afgegee deur stoom, [kJ]
$Q_v$	=	die warmteverlies na die omgewing, [kJ]
$Q_w$	=	die hoeveelheid warmte verwyder deur die kondensator, [kJ]
$R$	=	die terugvloei-verhouding
$R_0$	=	die universele gaskonstante, [8,314 kJ/kmol.K]
$S_t$	=	die nommer van die betrokke teoretiese stadium in plaat-tot-plaatberekeninge
$T$	=	die temperatuur, [K]
$\Delta t_D$	=	die temperatuurverskil tussen die distillaat se temperatuur en 0 °C, [K]
$\Delta t_w$	=	die verkoelingswater se temperatuurverskil, [K]
$u$	=	die dampnelheid in die kolom, [m/s]
$\dot{V}$	=	die volume-vloei van damp in die kolom, [m <sup>3</sup> /s]
$x_{(n+1)i}$	=	die molfraksie van komponent i in die vloeistof wat plaat (n + 1) verlaat
$x_{1,2,..}$	=	die samestelling van die vloeistof wat plaat 1,2.. verlaat
$x_{Di}$	=	die molfraksie van komponent i in die distillaat
$x_i$	=	die molfraksie van die meer vlugtige komponent i in die vloeistoffase
$x_j$	=	die molfraksie van die minder vlugtige komponent j in die vloeistoffase
$x_{ni}$	=	die molfraksie van komponent i in die vloeistof wat plaat n verlaat
$y_{1,2,..}$	=	die samestelling van die damp wat plaat 1,2.. verlaat
$y_i$	=	die molfraksie van die meer vlugtige komponent i in die dampfase
$y_j$	=	die molfraksie van die minder vlugtige komponent j in die dampfase
$y_{ni}$	=	die molfraksie van komponent i in die damp wat plaat n verlaat

#### Griekse simbole

$\Delta\theta$  = die distillasieperiode, [s]

#### Afkortings

HNS = die brisantstof, heksanitrostilbeen

RDX = die brisantstof, siklotrimetileentrinitramien

TNT = die brisantstof, trinitrotolueen

THF = tetrahidrofuraan

MeOH = metanol

BHT = butielhidroksietolueen

HETP = hoogte ekwivalent van die aantal teoretiese plate

# **BYLAE A**

## **DIE ANALISE VAN THF/MEOH/WATER-MONSTERS**

THF/MeOH/water-monsters wat tydens die ondersoek na die herwinning van THF gegenereer is, is gaschromatografies volgens die volgende laboratoriumvoorskrif geanaliseer:

### **'N METODE VIR DIE ANALISE VAN THF/MEOH/WATER-MENGSELS**

#### **1. Apparaat**

Kry die volgende toerusting gereed:

- 3 Volumetriese flesse (inhoudsmaat: 100 ml)
- 1 Outomatiese pipetteerder (inhoudsmaat: 2 ml akkuraat)
- 1 "Carlo Erba Fractovap"-gaschromatograaf, toegerus met 'n "Porapak Q"-glaskolom (Lengte = 2 m, Deursnit = 3 mm)
- 1 Vlam-ionisasiedetektor
- 1 Elektroniese integreerder
- Flessies vir die outomatiese monsterbediener

#### **2. Reagense**

Die volgende reagense word benodig:

- Propanol-1 (AR-graad) as interne standaard (IS)
- THF (AR-graad)
- MeOH (AR-graad)
- Gedeïoniseerde water

#### **3. Metode**

##### **3.1 Bereiding van oplossings**

Berei die volgende drie oplossings:

- Die interne standaardoplossing
- Die kalibrasie-oplossing
- Die monsteroplossing

**BYLAE A (VERVOLG)****Die interne standaard-oplossing:**

Berei die interne standaardoplossing deur 20 ml propanol-1 met gedeïoniseerde water na 100 ml in 'n 100 ml-volumetriese fles te verdun

(L.W. Elke 2 ml van die interne standaard-oplossing bevat 0,4 ml propanol-1)

**Die kalibrasie-oplossing**

Berei die kalibrasie-oplossing deur die volgende in 'n 100 ml-volumetriese fles saam te voeg:

- 0,4 ml metanol (doen die byvoeging met die outomatiese pipetteerder)
- 0,4 ml THF (doen die byvoeging met die outomatiese pipetteerder)
- 2 ml interne standaardoplossing (doen die byvoeging akkuraat met die outomatiese pipetteerder).
- Verdun die mengsel met gedeïoniseerde water na 100 ml.

Vul 'n flessie van die monsterbediener met hierdie oplossing.

(L.W. Die kalibrasieoplossing bevat dus 0,4 ml elk THF, MeOH en propanol-1)

**Die monsteroplossing**

Berei die monsteroplossing deur die volgende in 'n 100 ml-volumetriese fles saam te voeg:

- 2 ml monster (doen die byvoeging akkuraat met die outomatiese pipetteerder)
- 2 ml van die voorbereide interne standaard oplossing (doen die byvoeging akkuraat met die outomatiese pipetteerder).
- Verdun die mengsel met gedeïoniseerde water na 100 ml.

Vul 'n flessie van die monsterbediener met hierdie oplossing.

(L.W. Die monsteroplossing bevat dus 0,4 ml propanol-1)

**3.2 Opstelling van gaschromatograaf**

Stel die gaschromatograaf op met die volgende kondisies as riglyn:

- |                           |   |           |
|---------------------------|---|-----------|
| - Draergas                | : | Helium    |
| - Vloeitempo van draergas | : | 30 ml/min |
| - Oondtemperatuur         | : | 180 °C    |
| - Detektortemperatuur     | : | 280 °C    |
| - Inspuitblokttemperatuur | : | 210 °C    |

Raadpleeg die handleiding van die gaschromatograaf vir die kalibrasie en bedryf van die apparaat.

**BYLAE A (VERVOLG)****4. Berekeninge**

Alle hoeveelhede is in volume gemeet. Die finale antwoord moet derhalwe in volume % gerapporteer word.

Bereken die kalibrasiefaktor (KF) vir elke komponent as volg na analise van die interne standaard-oplossing:

$$KF_{\text{THF}} = \frac{\text{volume THF}}{\text{area van THF}} \times \frac{\text{area van IS}}{\text{volume van IS}}$$

$$KF_{\text{MeOH}} = \frac{\text{volume MeOH}}{\text{area van MeOH}} \times \frac{\text{area van IS}}{\text{volume van IS}}$$

L.W. volume THF = volume MeOH = volume IS = 0,4 ml

Bereken die konsentrasie (C) vir elke komponent as volg na analise van die monsteroplossing:

$$C_{\text{THF}} = \frac{\text{volume IS}}{\text{volume van monster}} \times \frac{\text{area van THF}}{\text{area van IS}} \times 100 \times KF_{\text{THF}}$$

$$C_{\text{MeOH}} = \frac{\text{volume IS}}{\text{volume van monster}} \times \frac{\text{area van MeOH}}{\text{area van IS}} \times 100 \times KF_{\text{MeOH}}$$

$$C_{\text{Water}} = 100 - (C_{\text{THF}} + C_{\text{MeOH}})$$

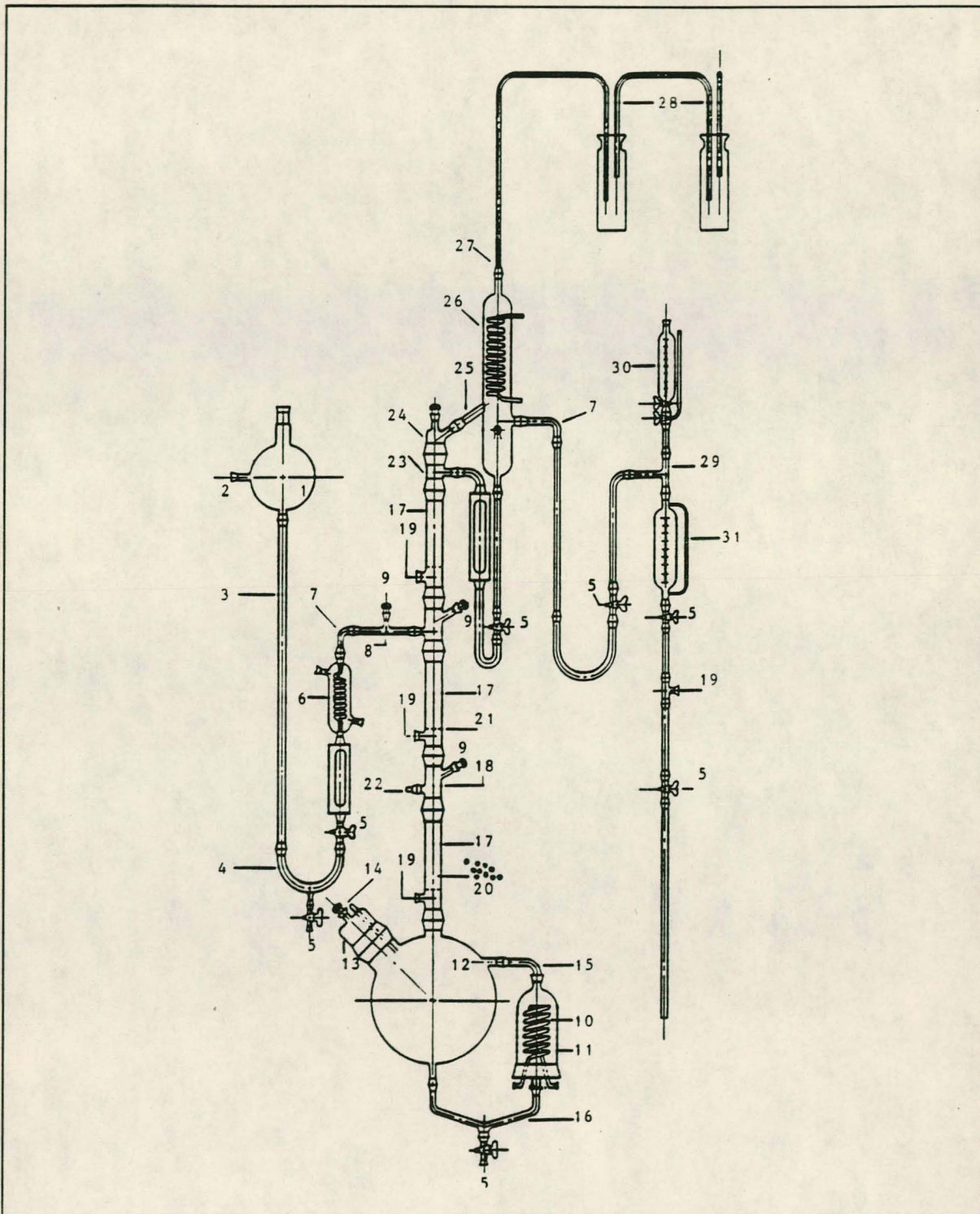
L.W. volume IS = 0,4 ml  
volume monster = 2 ml



# BYLAE B

## KOMPONENTE VAN DIE KLEINSKAALTOERUSTING

Individuele komponente van die kleinskaal THF-herwinningstoerusting word in hierdie bylae dmv foto's geïllustreer. Die onderstaande diagram kan as sleutel gebruik word:



**BYLAE B (VERVOLG)**

Item nr	BESKRYWING
1	<b>Voervat</b>
2	<b>Oorlooppunt van voervat</b>
3	<b>Voerlyn</b>
4	<b>Geboë lynseksie (met klepaansluiting)</b>
5	<b>Klep</b>
6	<b>Voorverhitter</b>
7	<b>Lynseksie : 90 ° Elmboog</b>
8	<b>Kolominlaat met temperatuurpunt</b>
9	<b>Temperatuurkoppelstuk</b>
10	<b>Hoofverhitter : Stoomspiraal</b>
11	<b>Hoofverhitter : Glaskoepel</b>
12	<b>Bodemvat</b>
13	<b>Bodemvatprop</b>
14	<b>Koppelstuk met stikstofinlaat en temperatuurpunt</b>
15	<b>Boonste aansluiting tussen bodemvat en hoofverhitter</b>
16	<b>Onderste aansluiting tussen bodemvat en hoofverhitter (met klep-aansluiting)</b>
17	<b>Lang kolomseksie</b>
18	<b>Kort kolomseksie</b>
19	<b>Monsterpunt</b>
20	<b>Pakkingsmateriaal: Raschig-ringe</b>
21	<b>Pakkingondersteuner</b>
22	<b>Blokstuk vir alternatiewe voerpunt</b>
23	<b>Kolomseksie met refluksaansluiting</b>
24	<b>Kolomseksie met kondensatoraansluiting</b>
25	<b>Koppelstuk tussen kolom en kondensator</b>
26	<b>Kondensator</b>
27	<b>Koppelstuk tussen kondensator en stikstofuitlaatsisteem</b>
28	<b>Stikstofuitlaatsisteem</b>
29	<b>Koppelstuk tussen kondensator, stabiliseerderhouer en distillaathouer</b>
30	<b>Stabiliseerderhouer</b>
31	<b>Distillaathouer</b>

**BYLAE B (VERVOLG)**

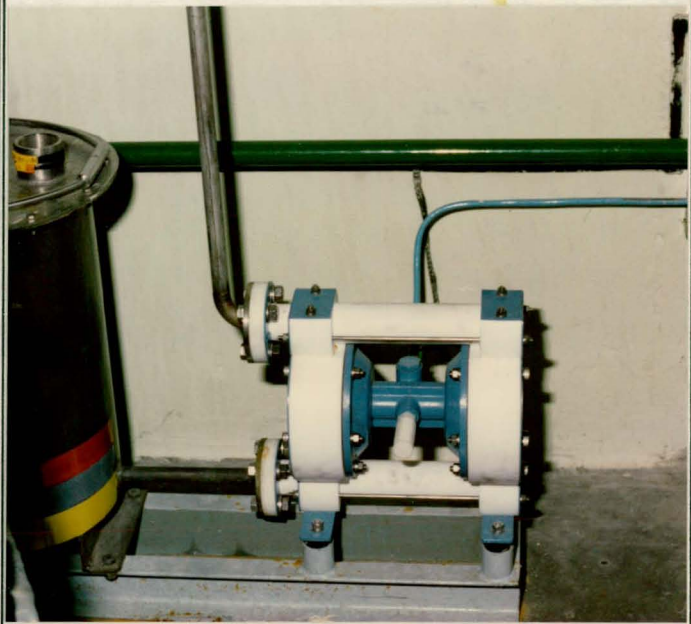
AFVALSTROOMHOUER



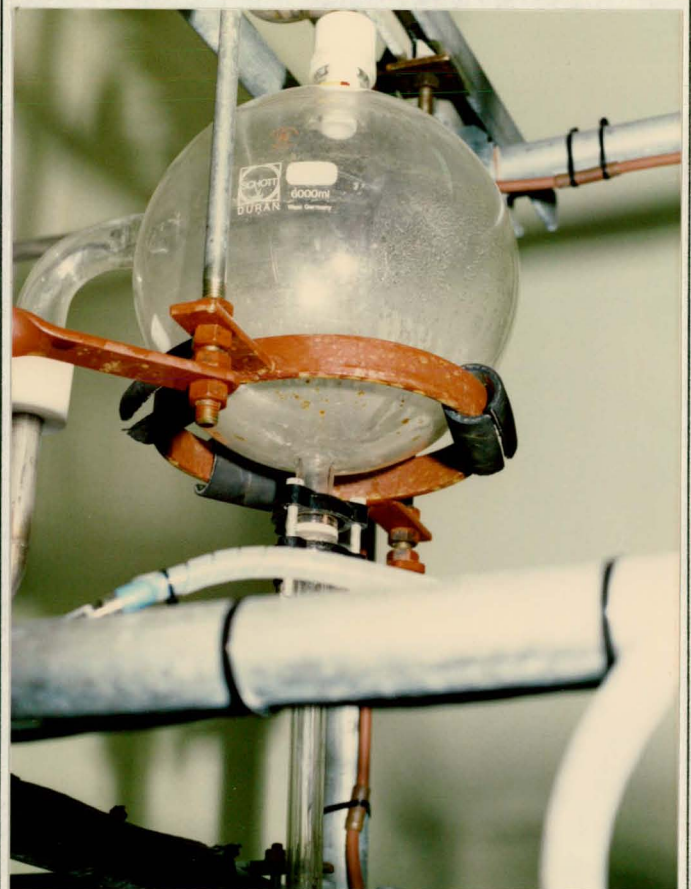
1



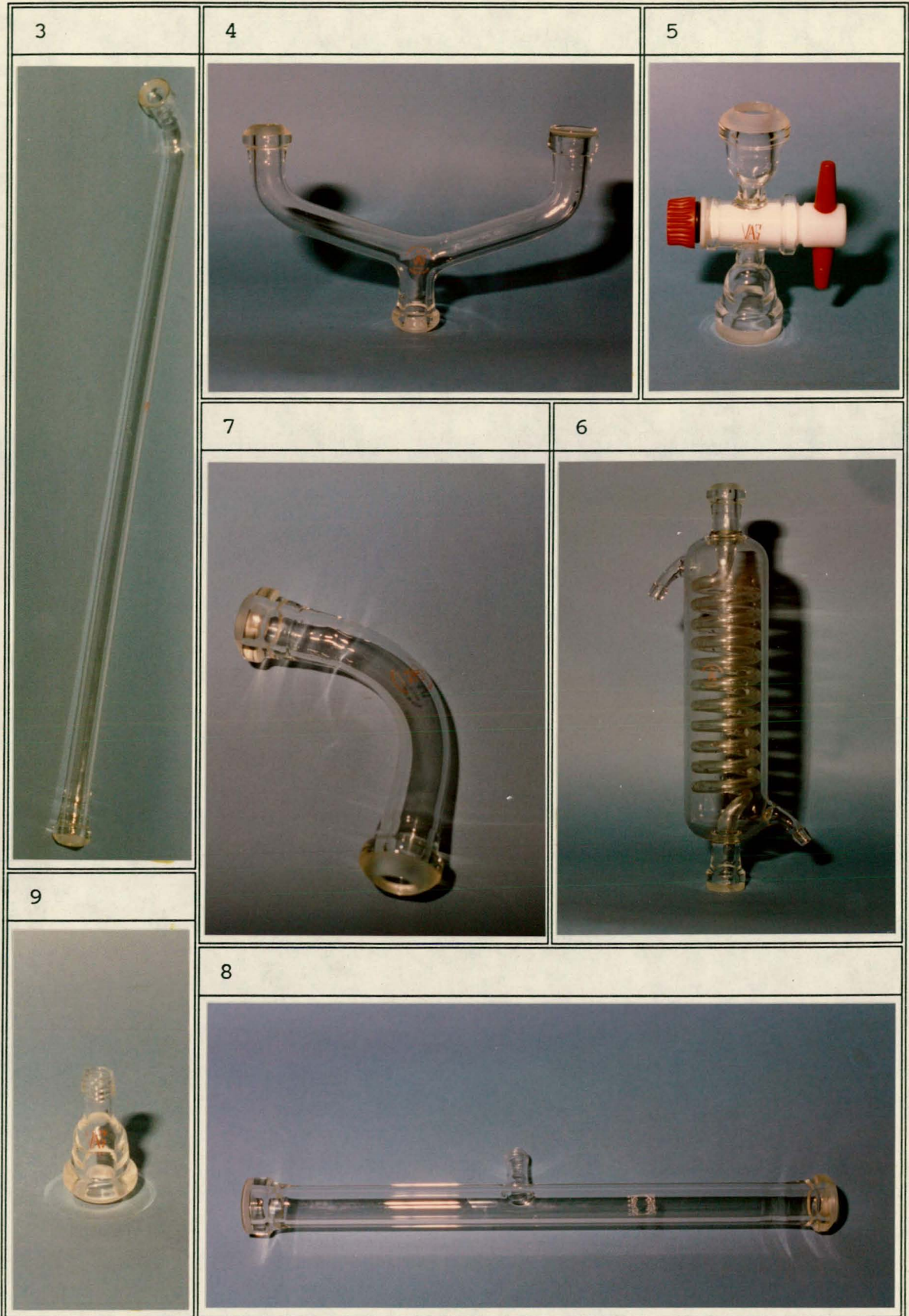
DIAFRAGMAPOMP




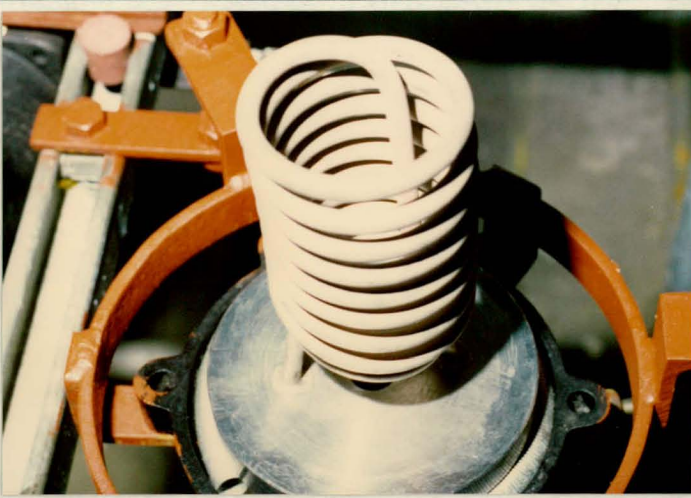


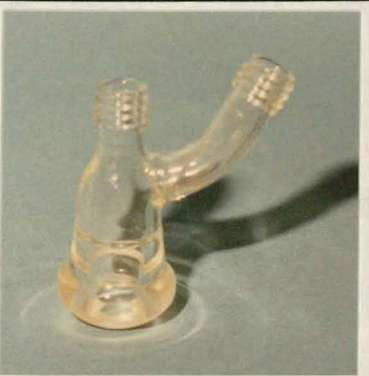

2



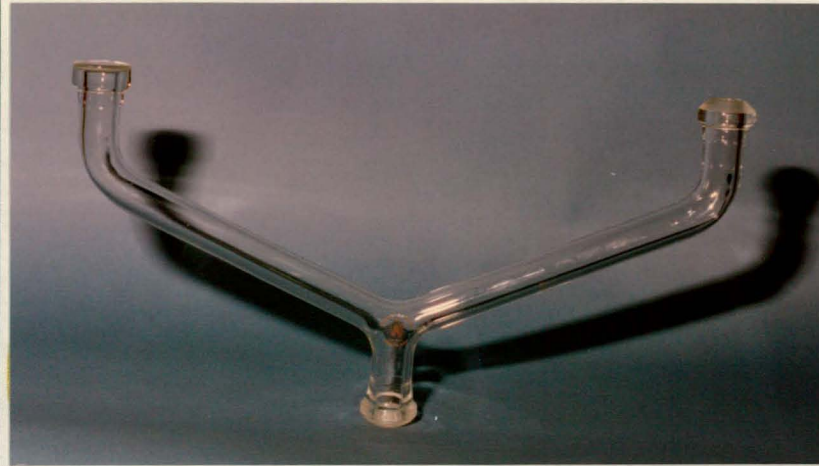
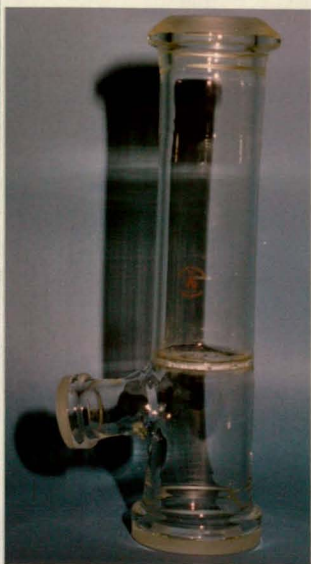
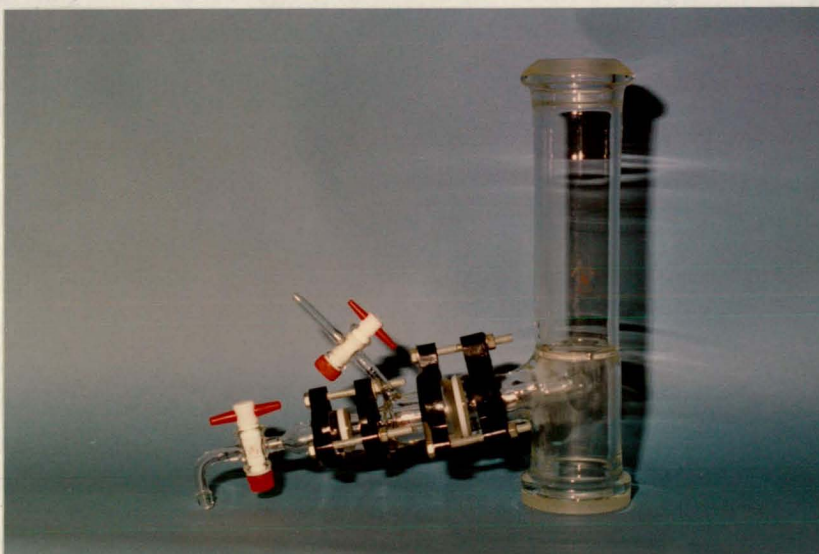


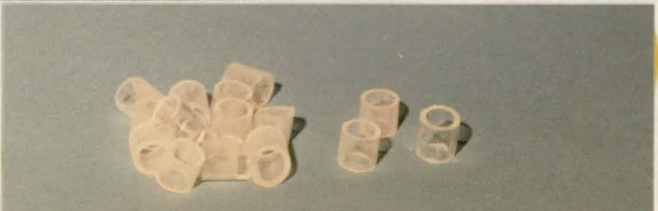
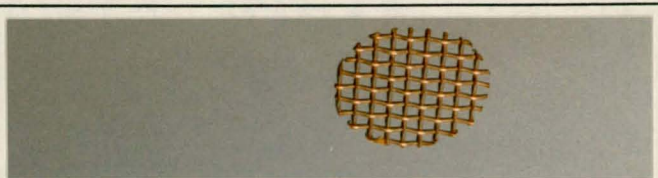
**BYLAE B (VERVOLG)**



**BYLAE B (VERVOLG)**

<p>11</p> 	<p>10</p> 
<p>13</p> 	<p>12</p> 
<p>14</p> 	<p>15</p> 

**BYLAE B (VERVOLG)**

<p>16</p> 	<p>17</p> 
<p>19</p> 	<p>22</p> 
<p>18</p> 	<p>20</p> 
	<p>21</p> 

**BYLAE B (VERVOLG)**

23



26



24




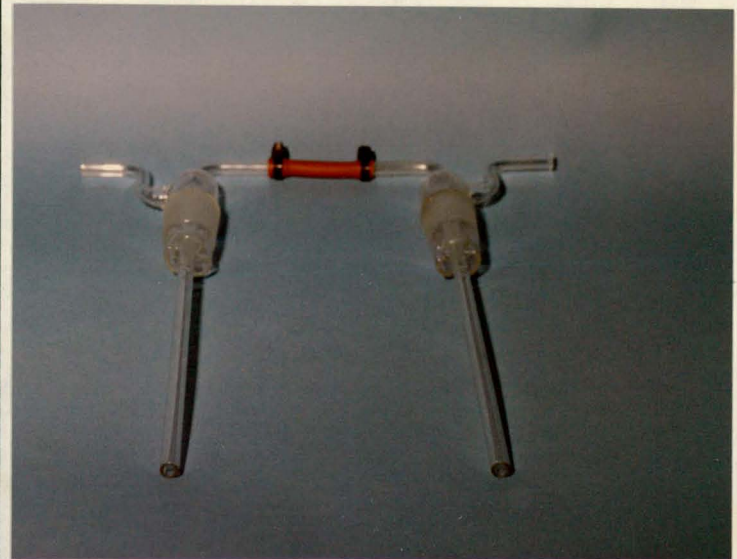
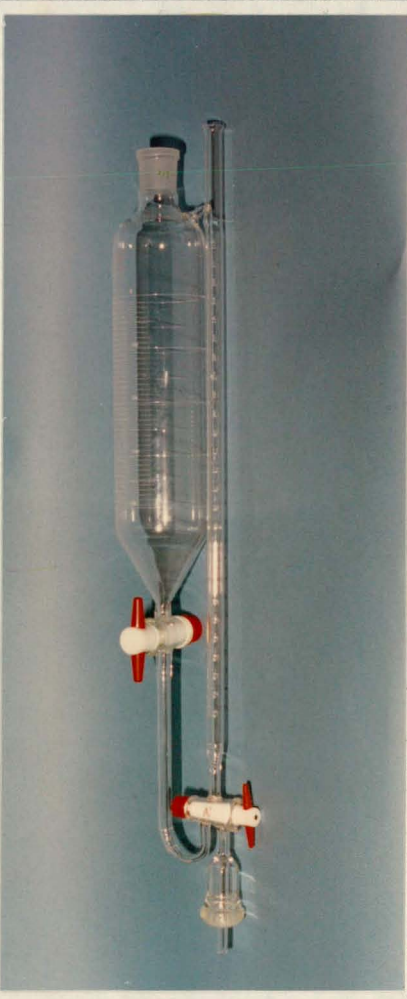

25



27



**BYLAE B (VERVOLG)**

<p>29</p> 	<p>28</p> 
<p>30</p> 	<p>31</p> 



**BYLAE B (VERVOLG)****INSTRUMENTASIE VIR DIE KLEINSKAALFASILITEIT****Vloeimeters:**

Die spesifikasies van die vloeimeters is soos volg:

**Voervloeimeter:**

<b>Type:</b>	Heinrich Flow Transmitter
<b>Model:</b>	BGN/S/120/15/50 E2EX
<b>Vloeigebied:</b>	5 - 50 l/h SG 1.0
<b>Druk :</b>	100 kPa
<b>Temperatuurgebied:</b>	20 - 100 °C
<b>Viskositeit:</b>	2.14 mPa.s
<b>Oordrag:</b>	4 - 20 mA EX
<b>Materiaal:</b>	Vlekvry staal

**Refluksvloeimeter:**

<b>Type:</b>	Heinrich Flow Transmitter
<b>Model:</b>	BGN/S/120/15/25 E2EX
<b>Vloeigebied:</b>	2.5 - 25 l/h SG 1.0
<b>Druk:</b>	100 kPa
<b>Temperatuurgebied:</b>	20 - 100 °C
<b>Viskositeit:</b>	0.48 mPa.s
<b>Oordrag:</b>	4 - 20 mA EX
<b>Materiaal:</b>	Vlekvry staal



**BYLAE B (VERVOLG)****Termokoppels:**

Die spesifikasies van die termokoppels is soos volg:

**Tipe:** Dual RTD 3 wire  
**Lengte:** 150 mm  
**Deursnit:** 6 mm  
**Materiaal:** Vlekvry staal  
**Koppelstuk:** "Pratley Box"-tipe  
**Bedrading:** 2 x 9 meter PVC elektriese koord

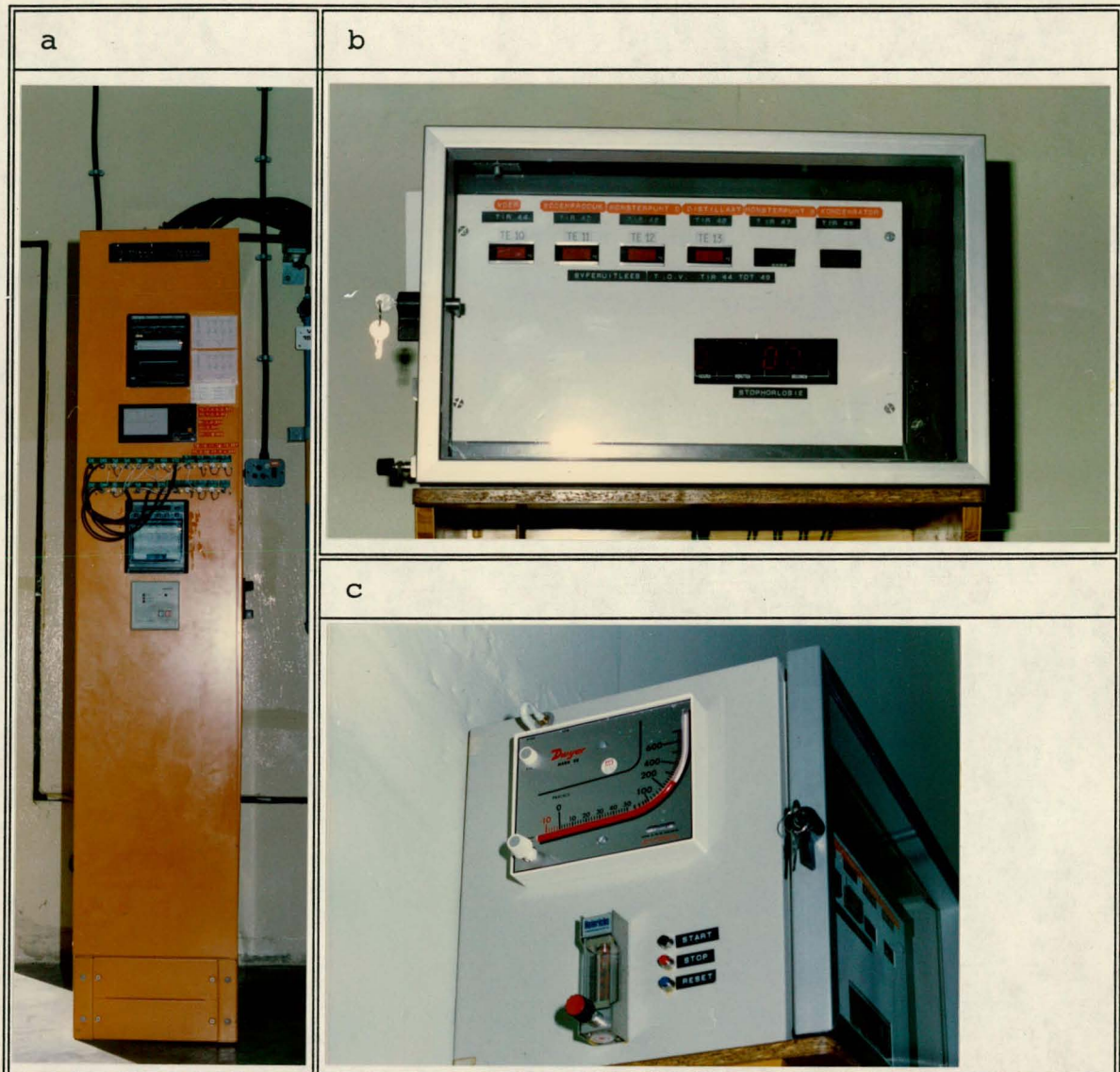
**Barometer:**

'n Barometer is aangekoop en geïnstalleer vir die meting van absolute druk - 'n baie belangrike parameter tydens die distillasieproses. Die spesifikasies van die barometer is soos volg:

**Tipe:** Edwards total pressure gauge  
**Model:** EMV 251  
**Sensor:** EPS 10

**BYLAE B (VERVOLG)**

Alle termokoppels en vloeimeters was registrerend en aan 'n Yokogawa-registreerder (Foto a) gekoppel, wat in die beheerkamer gehuisves was. Die termokoppels was van syferuitlese voorsien, wat om veiligheidsredes in 'n kas (Foto b) geplaas was. 'n Positiewe druk is in die kas gehandhaaf. 'n Manometer en rotameter (Foto c) is teen die kas aangebring om die druk te monitor en beheer.



# BYLAE C

## TOETS VIR PEROKSIEDE

Dit is raadsaam om THF aan 'n peroksiedtoets te onderwerp voordat dit gebruik word. Die volgende prosedure kan gevolg word:

a) Berei die volgende oplossings:

- 'n 5 % (massa/massa) ammoniummolibdaatoplossing
- 'n 1:4 mengsel van gekonsentreerde  $H_2SO_4$  en water
- 'n 10 % (massa/massa) kaliumjodiedoplossing
- 'n 0,02 N Natriumtiosulfaatoplossing

b) Plaas 100 ml gedistilleerde water in elk van twee Erlenmeyer-flesse.

c) Voeg by elke fles die volgende:

- 5 druppels van die ammoniummolibdaatoplossing
- 25 ml van die verdunde  $H_2SO_4$
- 25 ml van die kaliumjodiedoplossing

d) Voeg 25 ml van die THF-monster mbv 'n pipet by een van die flesse.

e) Dig beide flesse af mbv glasproppe, skud goed en plaas 'n 'n donker kas vir 'n periode van 15 tot 20 minute.

f) Titreer die inhoud van elke fles met natriumtiosulfaatoplossing totdat die oplossings kleurloos word.

g) Bereken die peroksiedkonsentrasie soos volg:

$$\text{THF-peroksiedkonsentrasie in massa \%} = (X - Y) \times Z \times 0,23$$

waar X = die volume getitreerde natriumtiosianaatoplossing tov die monster (ml)

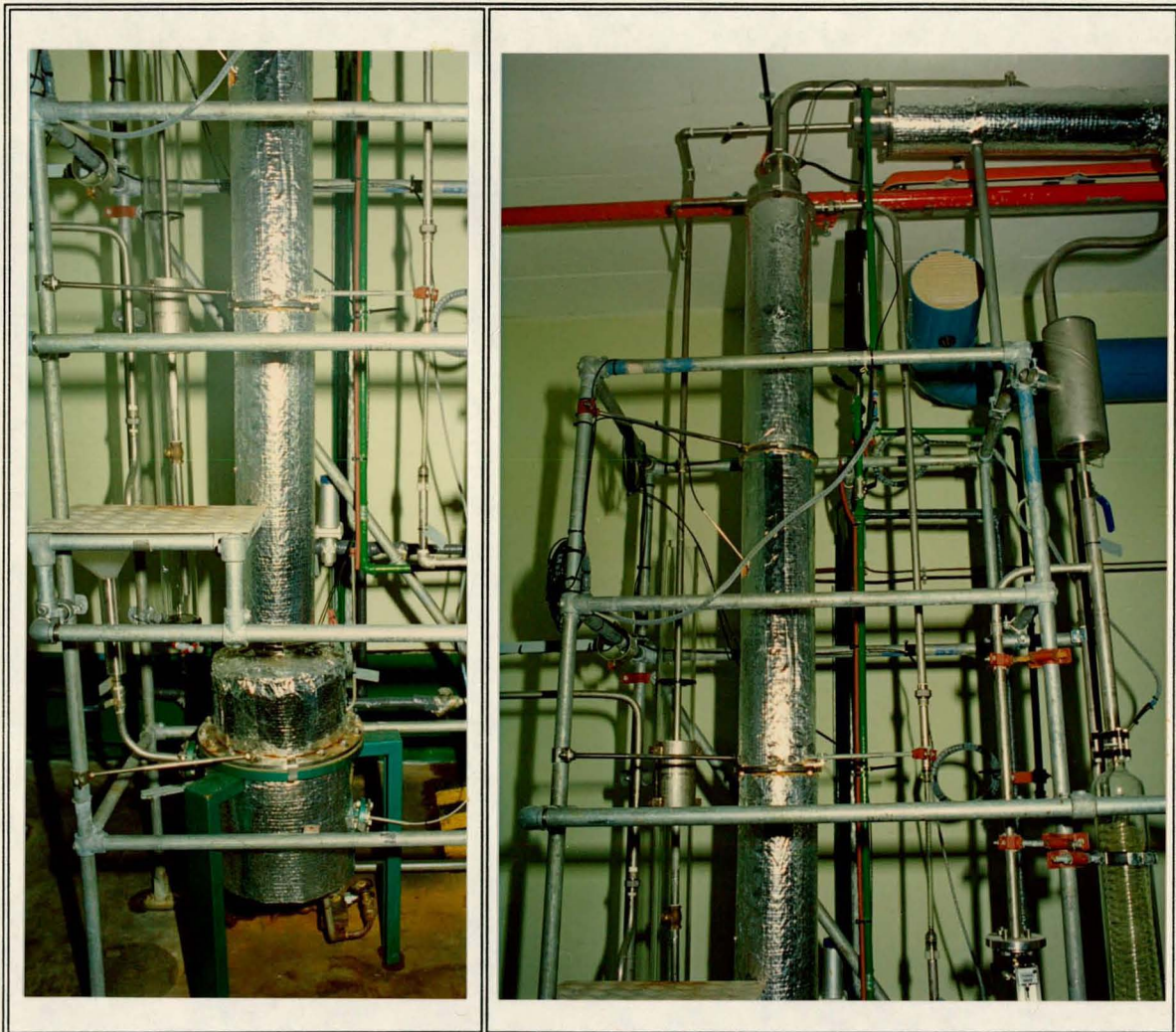
waar Y = die volume getitreerde natriumtiosianaatoplossing tov die blanko (ml)

waar Z = die konsentrasie van die Natriumtiosulfaatoplossing (g/ml)

## BYLAE D

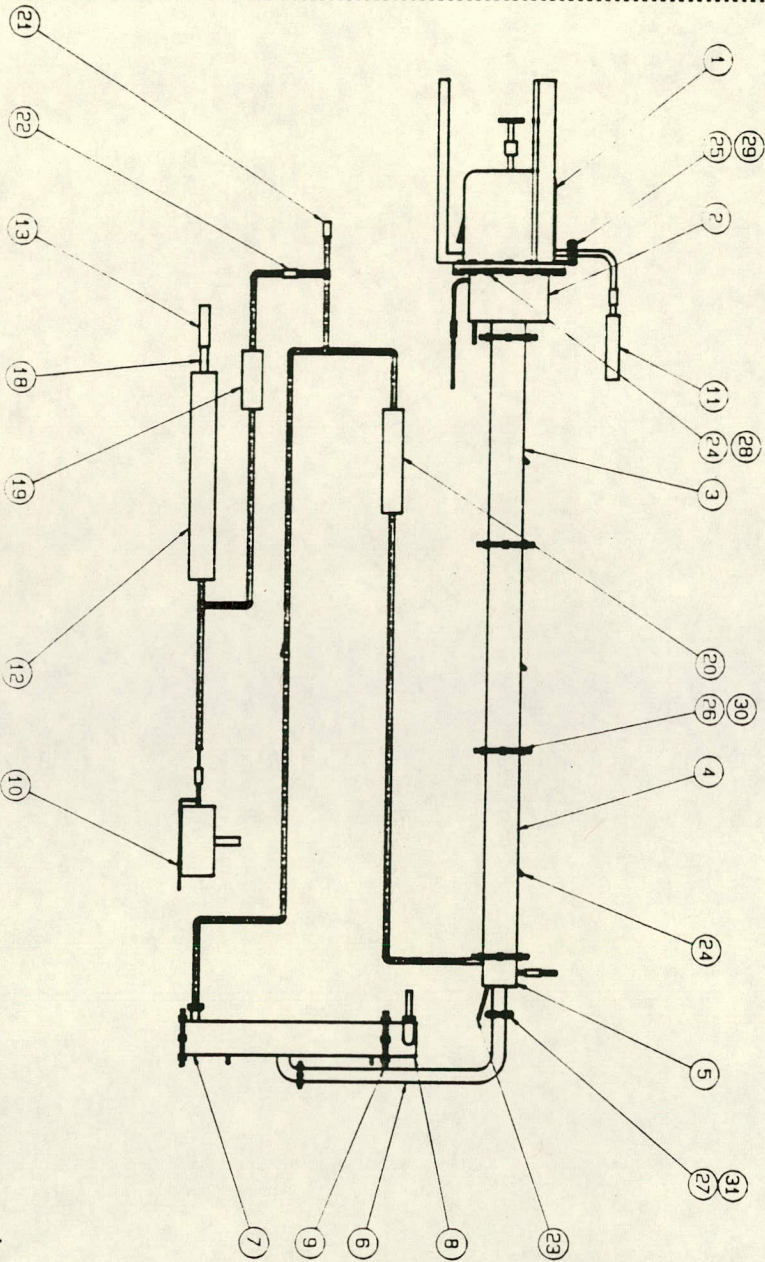
### KOMPONENTE VAN DIE TUSSENSKAALTOERUSTING

Die komponente van die tussenskaaltoerusting word in hierdie bylae dmv tekeninge geïllustreer. Die saamgestelde diagram op die volgende bladsy kan as sleutel gebruik word.

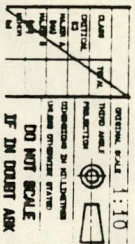


BYLAE D (VERVOLG)

ITEM	DESCRIPTION	QTY	ITEM	DESCRIPTION	QTY
27	BOUT & MOER, M6, HEX., 20mm, - ROESVRYE STAAL	12	1	VERDAMPER (FABRIEK NR 80/052, MERKS NR 80/265 ) -	1
28	MASTER, M12, - ROESVRYE STAAL	32	2	HAGERMANN KG BECKUM 4720 WES-DUITSLAND	1
29	MASTER, M10, - ROESVRYE STAAL	8	2	DAMPRIJME	1
30	MASTER, M8, - ROESVRYE STAAL	72	3	KOL OMSEKIE A	2
31	MASTER, M6, - ROESVRYE STAAL	24	4	KOL OMSEKIE B	1
			5	KOL OMTOP	1
			6	DAMPTOEVOERPP	1
			7	KONDENSATOR	1
			8	VERKOELINGSWATERTOEVOERPUNT	1
			9	U-VERKOELINGSBUISE	1
			10	STABILISEERDERVAAT	1
			11	VOERPUNT	1
			12	DISTILLAATVERKOELER (DURAN BOROSILICATE GLASS GAS-COOLER NAK 6125 ) - SCHOTT GLASMERKE	1
			13	DISTILLAATDREINEERKLEP (DURAN BOROSILICATE GLASS DRAIN-VALVE VS 15/0L ) - SCHOTT GLASMERKE	1
			14	PAKSTUK - POLIPROPYLEEN	1
			15	O-RING - TEFLON	6
			16	PAKSTUK - RUBBER	1
			17	PAKSTUK - TEFLON	2
			18	VERLENGSTUK (DURAN BOROSILICATE GLASS KF PIPE SECTION HQ 15/0100/23 ) - SCHOTT GLASMERKE	1
			19	DISTILLAATVOEIMETER ( FISHER 1100 ROTAMETER ) - FISHER CONTROLS LTD	1
			20	REFLUKSVLOEIMETER ( KDG FLOWMETER, SIZE 7X, TYPE E ) - PROTEK	1
			21	DREINEERKLEP ( 1/4" TOVA VALVE )	1
			22	DISTILLAATKLEP ( C- NI MO STAAL DN15 PN400 NAF828905 ) - SAAB-SCANIA NORDARMAATUUR LINKOPING SWEDEN	1
			23	TERMO-ELEMENT ( DUAL RTD 3 WIRE ) ROESVRYE STAAL	6
			24	BOUT & MOER, M12, HEX., 65mm - ROESVRYE STAAL	16
			25	BOUT & MOER, M10, HEX., 20mm - ROESVRYE STAAL	4
			26	BOUT & MOER, M8, HEX., 25mm - ROESVRYE STAAL	36



NOTA:  
 GEBRUIK ITEMS (24) - (31) EN PAKSTUKKE (14) - (17) MAAR VAN TOEFASSINGS TIENENS OPRIJGING VAN DIE TOERUSTING.

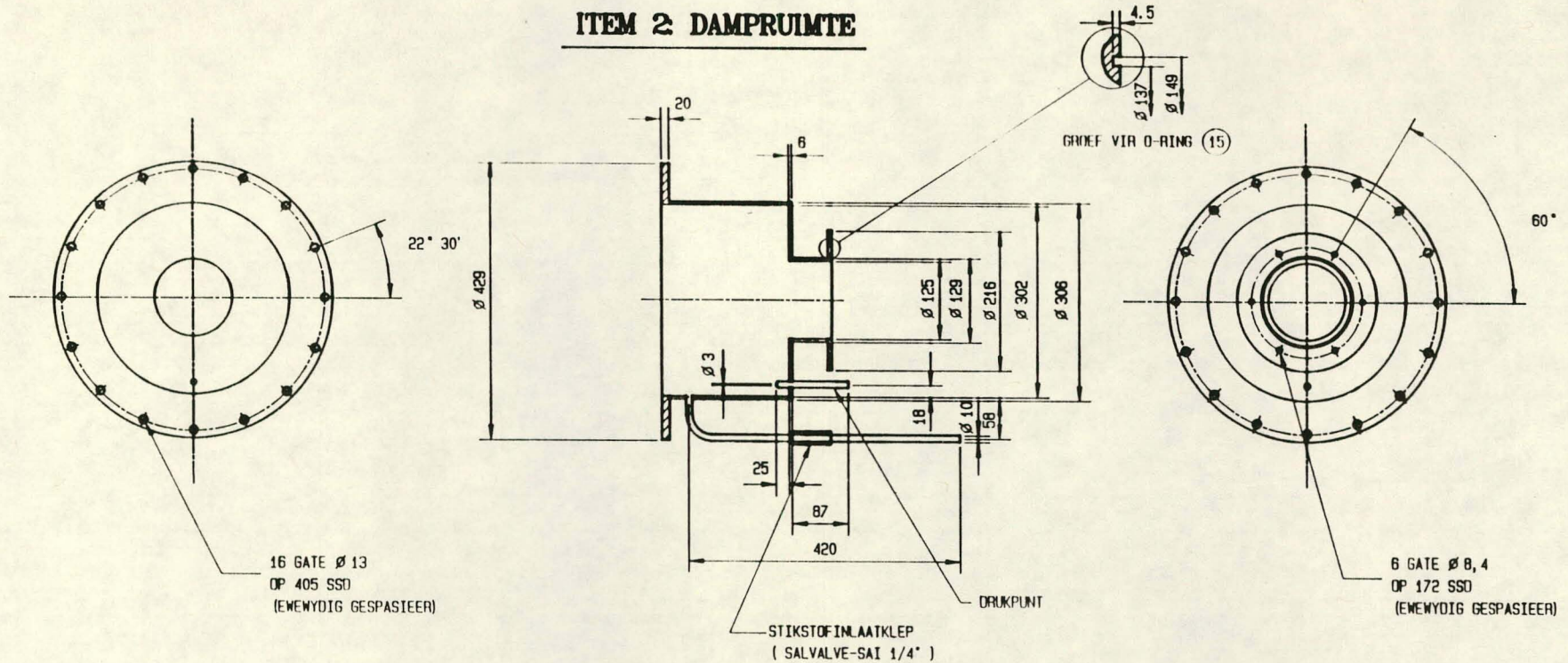


ITEM	DESCRIPTION	QTY	ITEM	DESCRIPTION	QTY
27	BOUT & MOER, M6, HEX., 20mm, - ROESVRYE STAAL	12	1	VERDAMPER (FABRIEK NR 80/052, MERKS NR 80/265 ) -	1
28	MASTER, M12, - ROESVRYE STAAL	32	2	HAGERMANN KG BECKUM 4720 WES-DUITSLAND	1
29	MASTER, M10, - ROESVRYE STAAL	8	2	DAMPRIJME	1
30	MASTER, M8, - ROESVRYE STAAL	72	3	KOL OMSEKIE A	2
31	MASTER, M6, - ROESVRYE STAAL	24	4	KOL OMSEKIE B	1
			5	KOL OMTOP	1
			6	DAMPTOEVOERPP	1
			7	KONDENSATOR	1
			8	VERKOELINGSWATERTOEVOERPUNT	1
			9	U-VERKOELINGSBUISE	1
			10	STABILISEERDERVAAT	1
			11	VOERPUNT	1
			12	DISTILLAATVERKOELER (DURAN BOROSILICATE GLASS GAS-COOLER NAK 6125 ) - SCHOTT GLASMERKE	1
			13	DISTILLAATDREINEERKLEP (DURAN BOROSILICATE GLASS DRAIN-VALVE VS 15/0L ) - SCHOTT GLASMERKE	1
			14	PAKSTUK - POLIPROPYLEEN	1
			15	O-RING - TEFLON	6
			16	PAKSTUK - RUBBER	1
			17	PAKSTUK - TEFLON	2
			18	VERLENGSTUK (DURAN BOROSILICATE GLASS KF PIPE SECTION HQ 15/0100/23 ) - SCHOTT GLASMERKE	1
			19	DISTILLAATVOEIMETER ( FISHER 1100 ROTAMETER ) - FISHER CONTROLS LTD	1
			20	REFLUKSVLOEIMETER ( KDG FLOWMETER, SIZE 7X, TYPE E ) - PROTEK	1
			21	DREINEERKLEP ( 1/4" TOVA VALVE )	1
			22	DISTILLAATKLEP ( C- NI MO STAAL DN15 PN400 NAF828905 ) - SAAB-SCANIA NORDARMAATUUR LINKOPING SWEDEN	1
			23	TERMO-ELEMENT ( DUAL RTD 3 WIRE ) ROESVRYE STAAL	6
			24	BOUT & MOER, M12, HEX., 65mm - ROESVRYE STAAL	16
			25	BOUT & MOER, M10, HEX., 20mm - ROESVRYE STAAL	4
			26	BOUT & MOER, M8, HEX., 25mm - ROESVRYE STAAL	36

THF-HERWINNINGS-TOERUSTING  
 TL-1063

SOMCHEM

**ITEM 2 DAMPRUIMTE**



16 GATE Ø 13  
OP 405 SSD  
(EWEYDIG GESPASIEER)

6 GATE Ø 8,4  
OP 172 SSD  
(EWEYDIG GESPASIEER)

<p>CLAIR TOTAL</p> <p>CRITICAL (C)</p> <p>MAJOR (A)</p> <p>MINOR (B)</p> <p>DATE</p> <p>NUMBER</p>		<p>ORIGINAL SCALE 1:5</p> <p>THIS DRAWING</p> <p>PROJECTION</p> <p>DIMENSIONS IN MILLIMETRES UNLESS OTHERWISE STATED</p> <p><b>DO NOT SCALE</b></p> <p>IF IN DOUBT ASK</p>	<p>TOOLS AND GAUGES</p> <p>MATERIAL 304 ROESVRYE STAAL</p> <p>SURFACE TEXTURE -</p> <p>TREATMENT -</p> <p>FINISHING PROCESS -</p>	<p>ASSOCIATED DOCUMENTS</p> <p>NEXT ASSEMBLY</p> <p>USED ON</p> <p>UNLIMITED TOLERANCE</p> <p>+ 1   - 1</p>	<table border="1"> <tr> <td>KIND FILMED</td> <td>INTER FACE</td> <td>APPROVED</td> <td>CHECKED</td> <td>GRIMM</td> <td>CHANGE NOTE NO</td> <td>DATE</td> <td>REV</td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </table>	KIND FILMED	INTER FACE	APPROVED	CHECKED	GRIMM	CHANGE NOTE NO	DATE	REV								
KIND FILMED	INTER FACE	APPROVED	CHECKED	GRIMM	CHANGE NOTE NO	DATE	REV														

890711 -

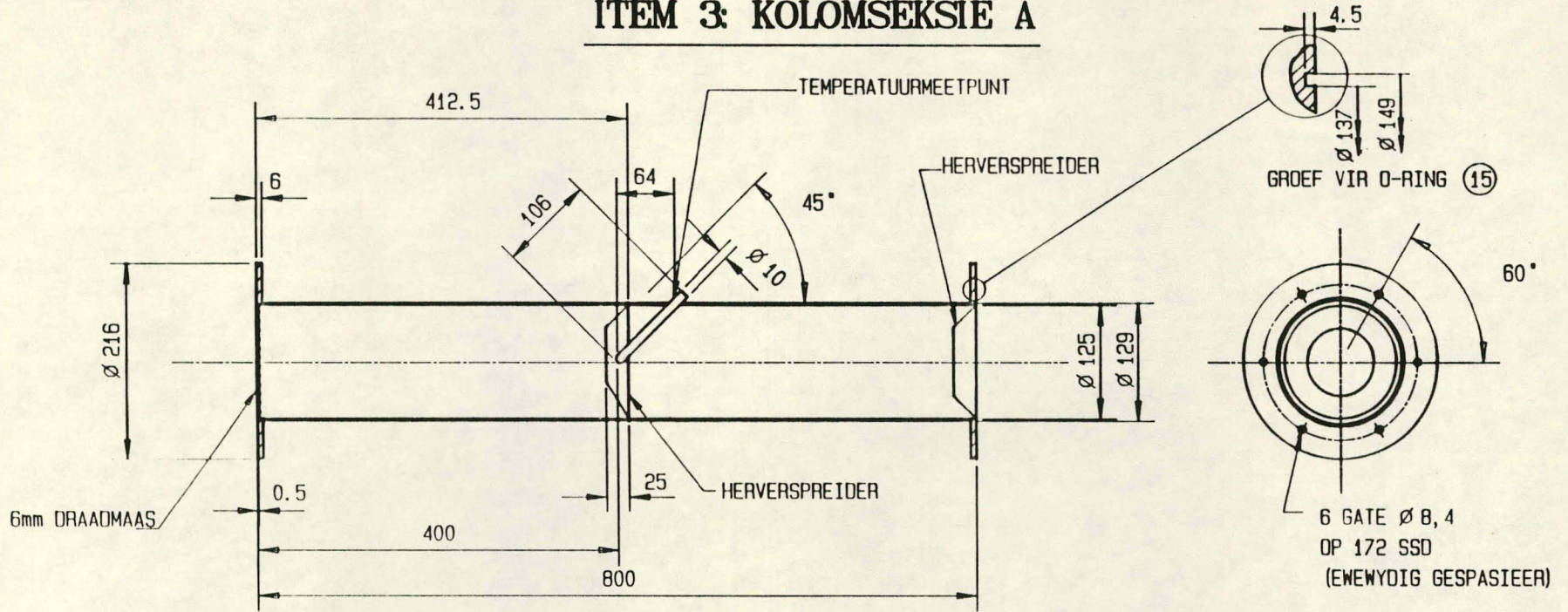
**THF-HERWINNINGS-TOERUSTING**

DRB TL-1063

BLAD 4

SOMCHEM

ITEM 3: KOLOMSEKSIE A



NOTA:  
1: SWEIS ALLE LASTE

CLASS	TOTAL
CRITICAL (C)	
MAJOR A (MA)	
MAJOR B (MB)	
MINOR (m)	

ORIGINAL SCALE 1:5  
THIRD ANGLE PROJECTION  
DIMENSIONS IN MILLIMETRES UNLESS OTHERWISE STATED  
**DO NOT SCALE IF IN DOUBT ASK**

TOOLS AND GAUGES	ASSOCIATED DOCUMENTS	NEXT ASSEMBLY	USED ON
MATERIAL 304 ROESVRYE STAAL			
SURFACE TEXTURE -			
TREATMENT -			
FINISHING PROCESS -			
UNQUOTED TOLERANCE		+ 1	+ 1°

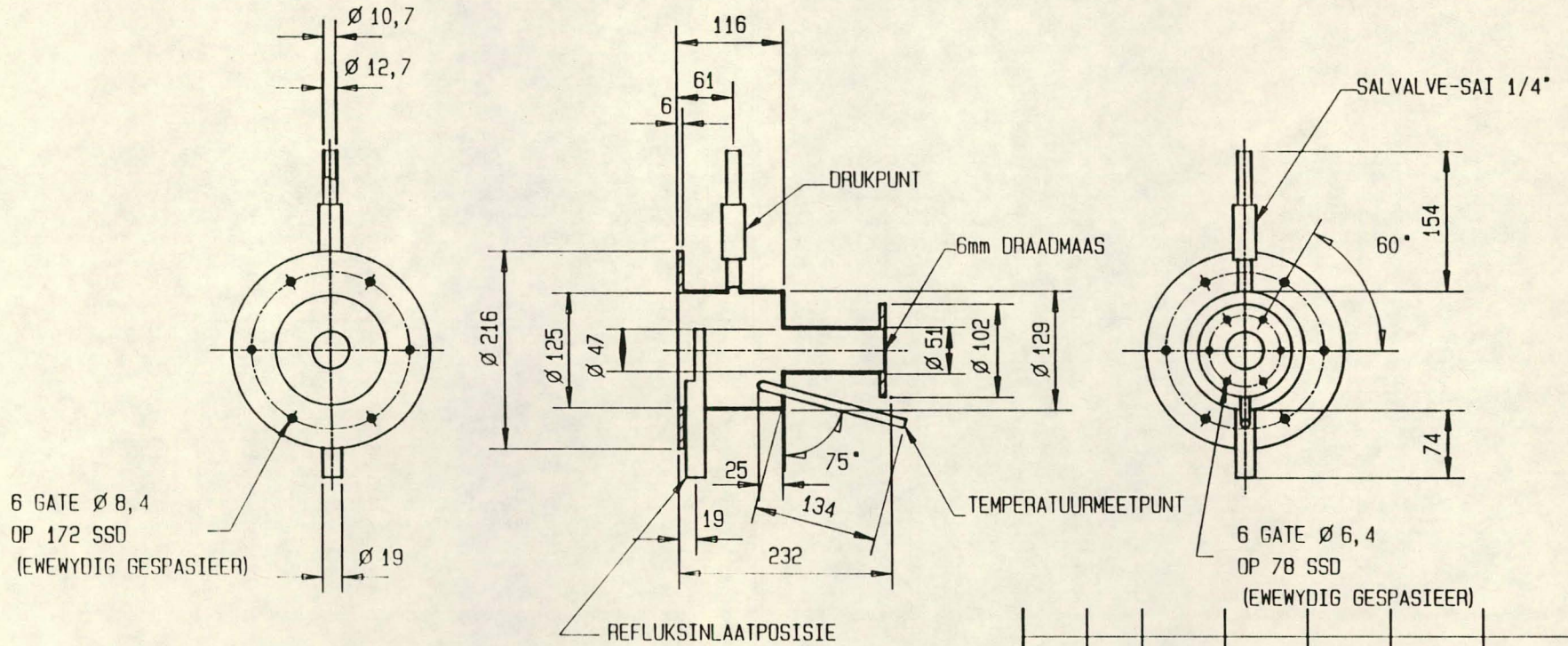
MICRO FILMED	INTER FACE	APPROVED	CHECKED	DRAWN	CHANGE NOTE NO	DATE	REV
				GRIMM		890711	-
<b>THF-HERWINNINGS-TOERUSTING</b>							
DRG No. TL-1063				BLADSY 2			





SOMCHEM

ITEM 5: KOLOMTOP



6 GATE Ø 8,4  
OP 172 SSD  
(EWEYDIG GESPASIEER)

6 GATE Ø 6,4  
OP 78 SSD  
(EWEYDIG GESPASIEER)

CLASS		TOTAL	ORIGINAL SCALE 1:5	MATERIAL 304 ROESVRYE STAAL		MICRO FILMED		INTER FACE		APPROVED	CHECKED	GRIMM	CHANGE NOTE NO	DATE	REV
CRITICAL (C)		THIRD ANGLE PROJECTION	DIMENSIONS IN MILLIMETRES UNLESS OTHERWISE STATED	SURFACE TEXTURE -		UNQUOTED TOLERANCE						890711		-	
MAJOR A (MA)			<p>DO NOT SCALE IF IN DOUBT ASK</p>	TREATMENT -		+ 1   + 1°									
MAJOR B (MB)				FINISHING PROCESS -											
MINOR (m)															

THF-HERWINNINGS-TOERUSTING

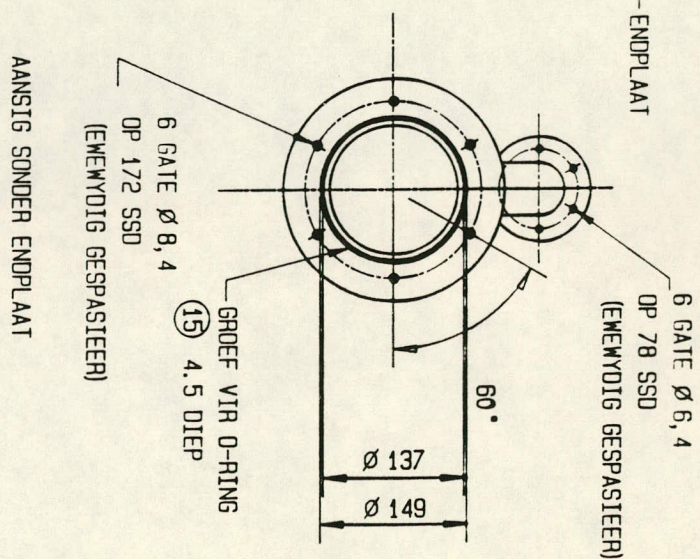
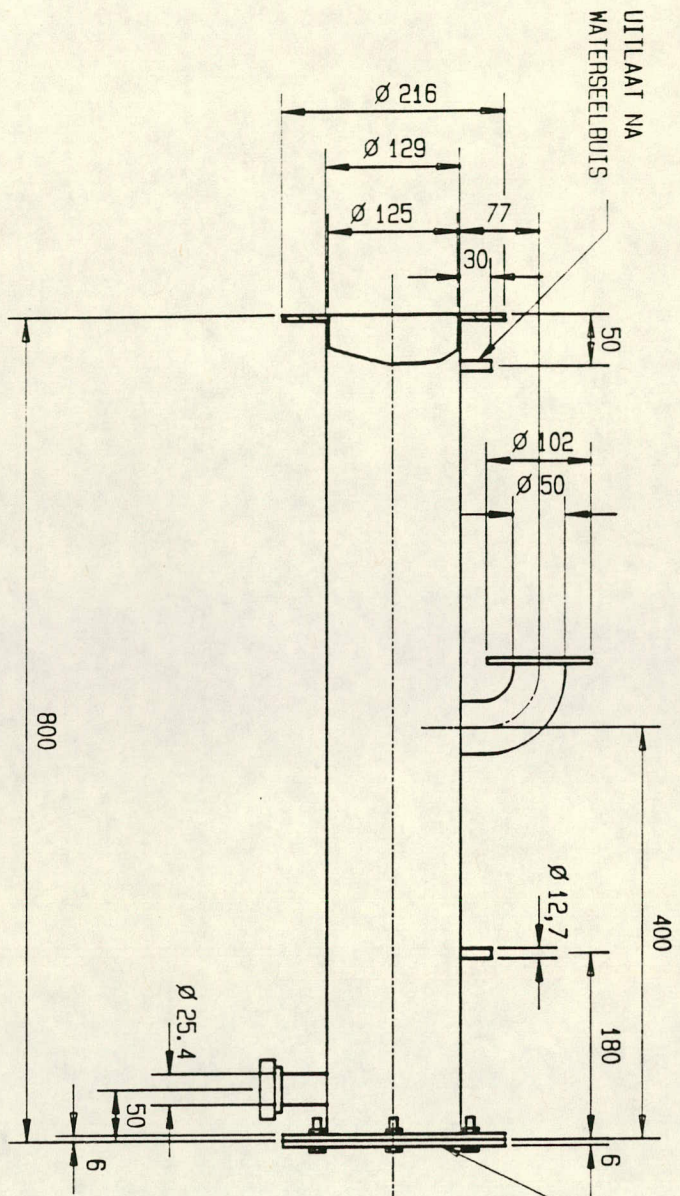
DRG No. TL-1063

BLADSY 5



**SOMCHEM**

**ITEM 7: KONDENSATOR**



CLASS	TOPAL
CRITICAL	
(C)	
MAJOR A	
(MA)	
MAJOR B	
(MB)	
MAJOR	
(M)	

ORIGINAL SCALE 1:5  
 THIRD ANGLE PROJECTION  
 DIMENSIONS IN MILLIMETRES UNLESS OTHERWISE STATED  
**DO NOT SCALE**  
**IF IN DOUBT ASK**

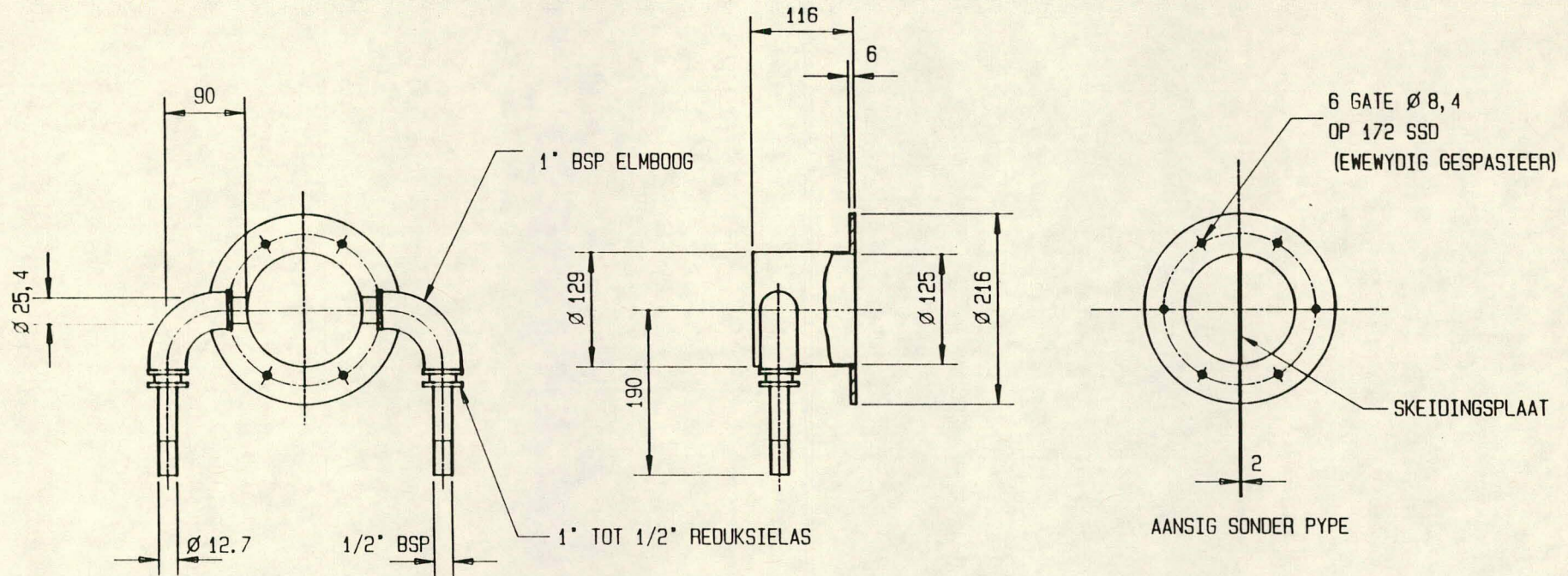
TOOLS AND GAUGES	ASSOCIATED DOCUMENTS	NEXT ASSEMBLY	USED ON
MATERIAL 304 ROESVRYE STAAL			
TREATMENT			UNQUOTE TOLERANCE
FINISHING PROCESS			+ 1 - 1°

DRG No	TL-1063	BLADSY 7
MICRO FILMED		
INTER FACE		
APPROVED		
CHECKED		
DRAWN	GRIMM	
CHANGE NO		
DATE	890711	
REV		

**THE-HERWINNINGS-TOERUSTING**

SOMCHEM

ITEM 8: VERKOELINGSWATERTOEOVOERPUNT



AANSIG SONDER PYPE

CLASS		TOTAL	ORIGINAL SCALE 1:5	TOOLS AND GAUGES	ASSOCIATED DOCUMENTS	NEXT ASSEMBLY	USED ON	MICRO FILMED	INTER FACE	APPROVED	CHECKED	DRAWN GRIMM	CHANGE NOTE NO	DATE 890711	REV -	
CRITICAL (C)			THIRD ANGLE PROJECTION	MATERIAL 304 ROESVRYE STAAL												
MAJOR A (MA)			DIMENSIONS IN MILLIMETRS UNLESS OTHERWISE STATED	SURFACE TEXTURE -				UNQUOTED TOLERANCE								
MAJOR B (MB)			DO NOT SCALE IF IN DOUBT ASK	TREATMENT -				+ 1	+ 1°							
MINOR (m)				FINISHING PROCESS -												

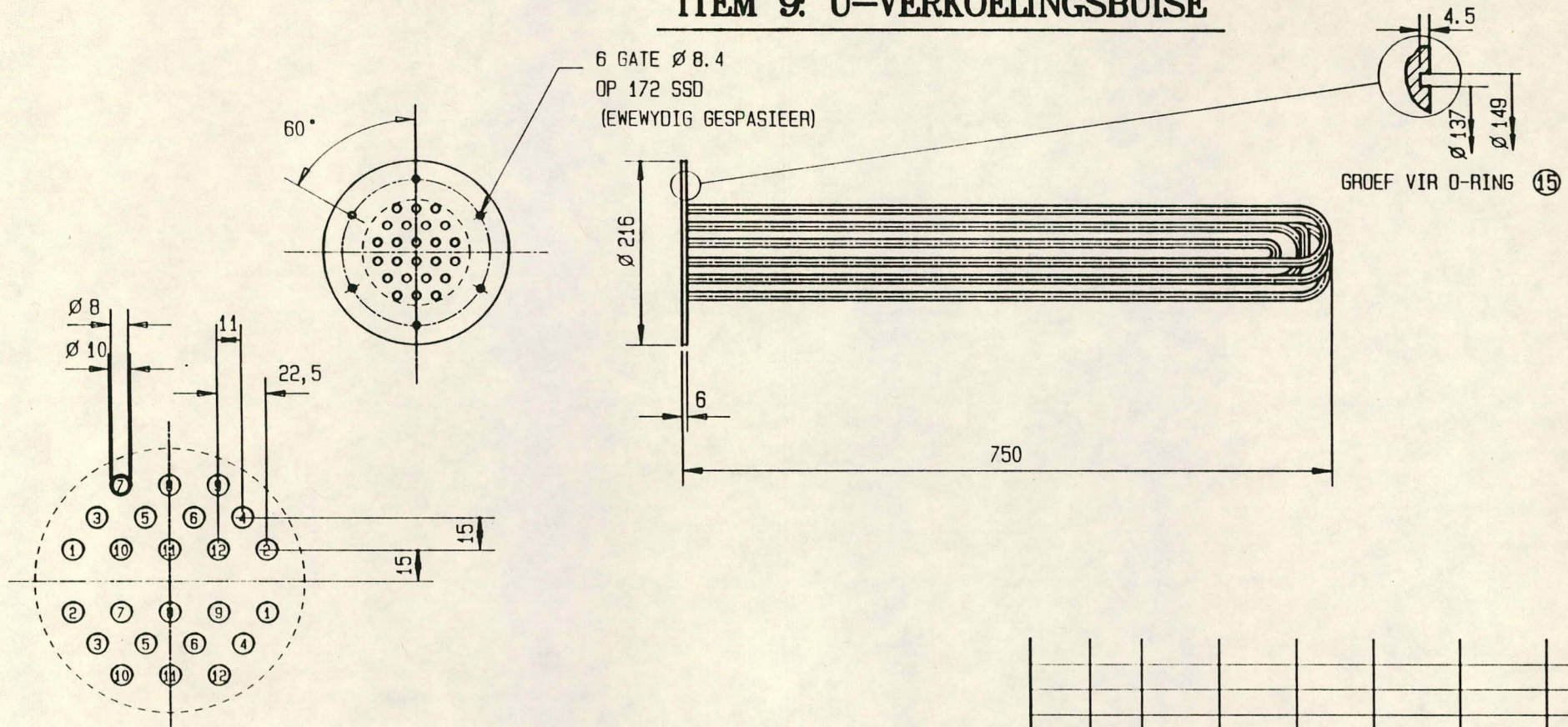
THF-HERWINNINGS-TOERUSTING

DRG No. TL-1063

BLADSY 8

SOMCHEM

ITEM 9: U-VERKOELINGSBUISE



6 GATE Ø 8.4  
OP 172 SSD  
(EWEYDIG GESPASIEER)

GROEF VIR O-RING (15)

CLASS		TOTAL	ORIGINAL SCALE 1:5	TOOLS AND GAUGES	ASSOCIATED DOCUMENTS	NEXT ASSEMBLY	USED ON	MICRO FILMED	INTER FACE	APPROVED	CHECKED	DRAWN	CHANGE NOTE NO	DATE	REV
CRITICAL (C)			THIRD ANGLE PROJECTION	MATERIAL 304 ROESVRYE STAAL									GRIMM	890711	-
MAJOR A (MA)			DIMENSIONS IN MILLIMETRES UNLESS OTHERWISE STATED	SURFACE TEXTURE -				UNQUOTED TOLERANCE							
MAJOR B (MB)			DO NOT SCALE IF IN DOUBT ASK	TREATMENT -				+ 1	- 1°						
MINOR (m)				FINISHING PROCESS -											

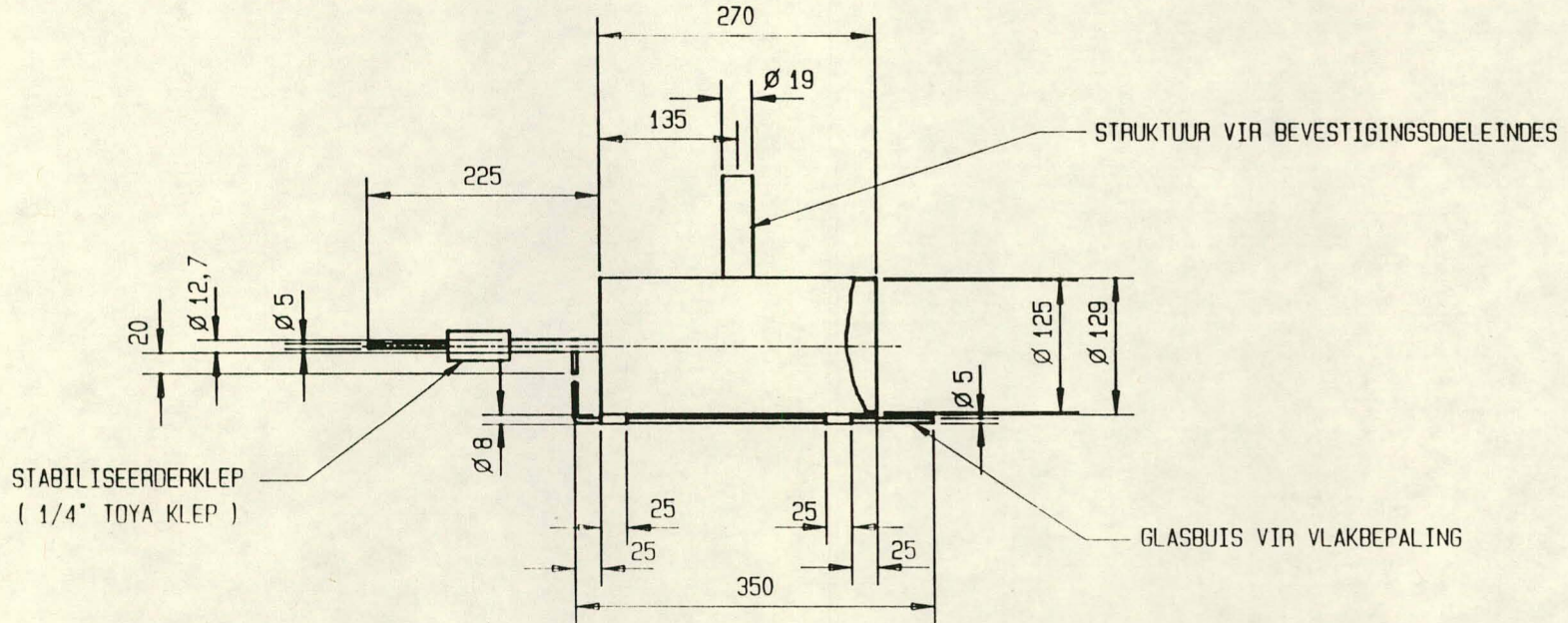
THF-HERWINNINGS-TOERUSTING

DRG No. TL-1063

BLADSY 9

SOMCHEM

ITEM 10: STABILISEERDERVAT



CLASS		TOTAL	ORIGINAL SCALE 1:5	MATERIAL 304 ROESVRYE STAAL		MICRO FILMED		INTER FACE		APPROVED		CHECKED		DRAWN GRIMM		CHANGE NOTE NO		DATE 890711		REV -	
CRITICAL (C)			THIRD ANGLE PROJECTION	SURFACE TEXTURE -		UNQUOTED TOLERANCE															
MAJOR A (MA)			DIMENSIONS IN MILLIMETRES UNLESS OTHERWISE STATED	TREATMENT -		+ 1   - 1															
MAJOR B (MB)			DO NOT SCALE IF IN DOUBT ASK	FINISHING PROCESS -																	
MINOR (M)																					

THF-HERWINNINGS-TOERUSTING

DRG No. TL-1063

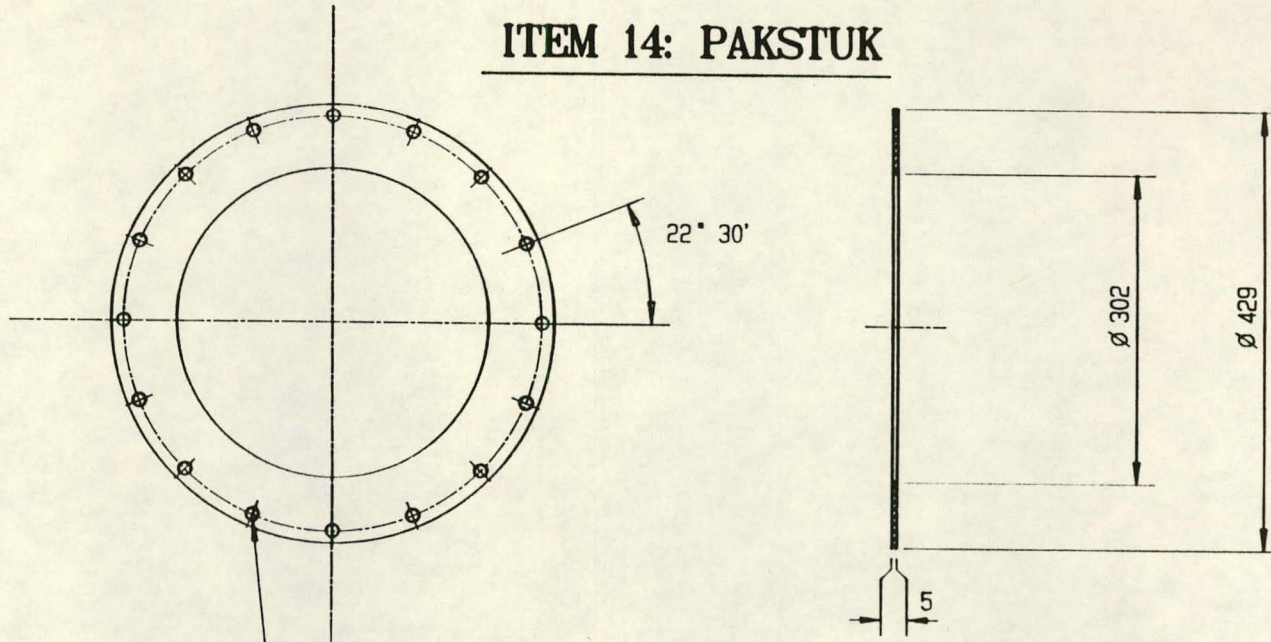
BLADSY 10





# SOMCHEM

## ITEM 14: PAKSTUK



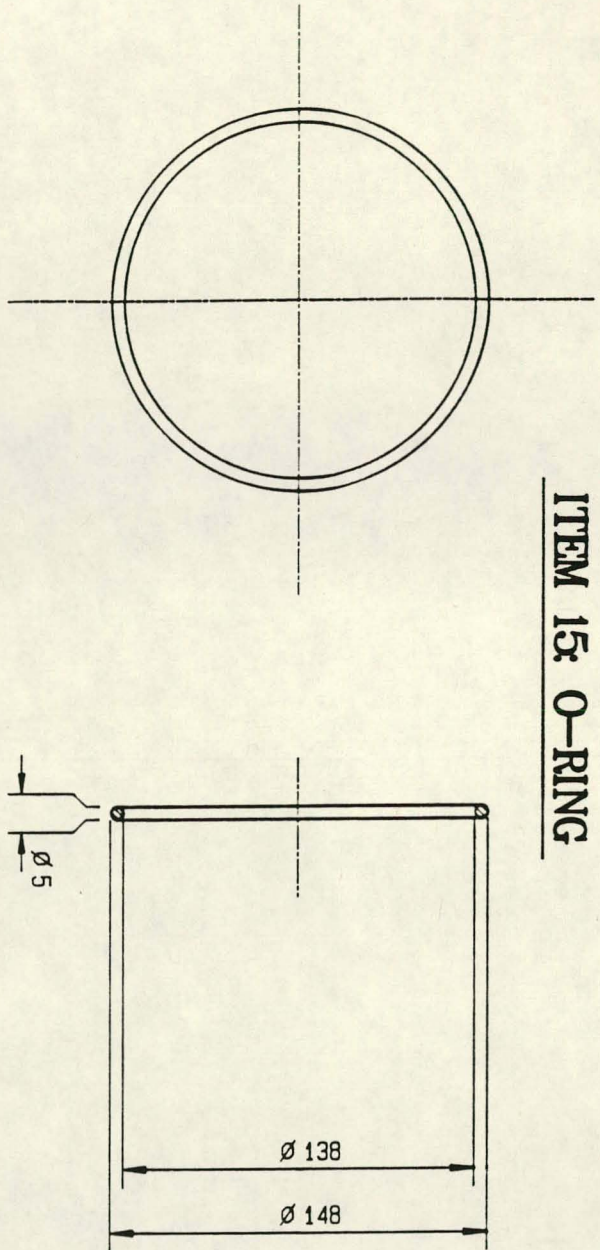
16 GATE Ø 13  
 OP 405 SSD  
 (EWEWDIG GESPASIEER)

CLASS	TOTAL	ORIGINAL SCALE 1:5	THIRD ANGLE PROJECTION	TOOLS AND GAUGES	ASSOCIATED DOCUMENTS	NEXT ASSEMBLY	USED ON	MICRO FILMED	INTER FACE	APPROVED	CHECKED	DRAWN	GRIMM	CHANGE NOTE NO	DATE	REV			
CRITICAL (C)																			
MAJOR A (MA)		DIMENSIONS IN MILLIMETRES UNLESS OTHERWISE STATED		MATERIAL	POLIPROPILEEN						THF-HERWINNINGS-TOERUSTING							890711	-
MAJOR B (MB)		DO NOT SCALE IF IN DOUBT ASK		SURFACE TEXTURE	-		UNQUOTED TOLERANCE												
MINOR (m)				TREATMENT	-		+ 0,5												
				FINISHING PROCESS	-		+ 1°												

DRG No. TL-1063

SOMCHEM

ITEM 15: O-RING



CLASS	TOTAL
CRITICAL	
(C)	
MAJOR A	
(MA)	
MAJOR B	
(MB)	
MINOR	
(M)	

ORIGINAL SCALE 1:2	THIRD ANGLE PROJECTION	TOOLS AND GAUGES	ASSOCIATED DOCUMENTS	NEXT ASSEMBLY	USED ON
DIMENSIONS IN MILLIMETRES UNLESS OTHERWISE STATED	DO NOT SCALE IF IN DOUBT ASK	MATERIAL TEFLON			
		SURFACE TEXTURE			UNQUOTE TOLERANCE
		TREATMENT			+ 0,1   - 1
		FINISHING PROCESS			

MICRO FILMED	INTER FACE	APPROVED	CHECKED	DRAWN	CHANGE NOTE NO	DATE	REV
				GRIMM		890711	-

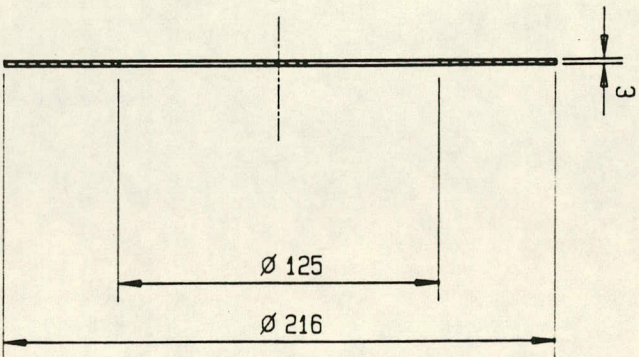
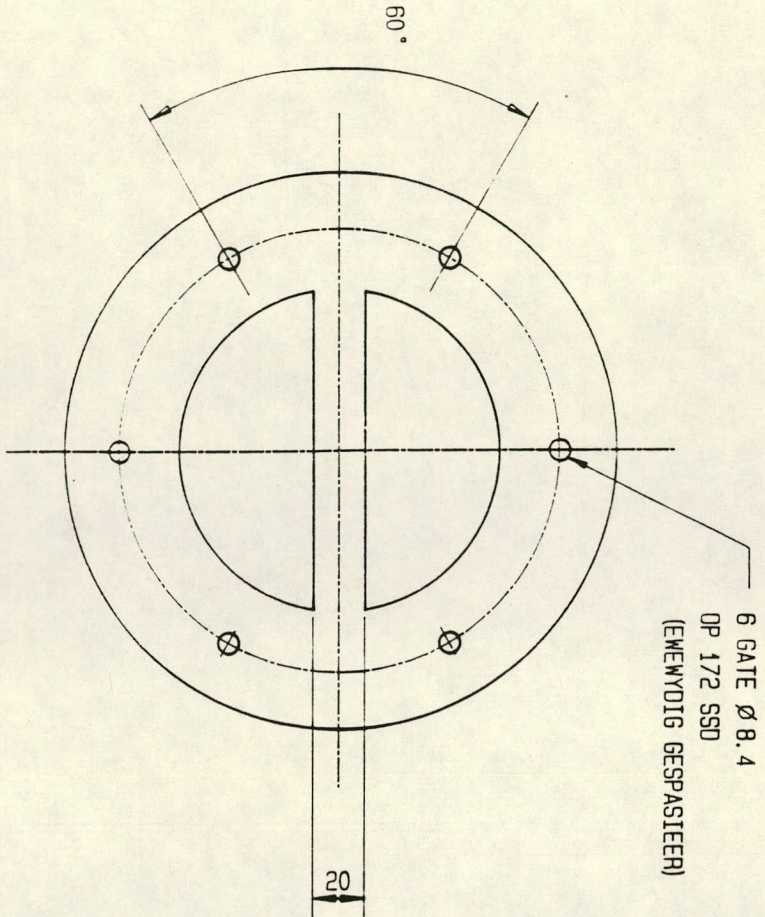
THE-HERWINNINGS-TOERUSTING

DRG NO. TL-1063

BLADSY 13

SOMCHEM

ITEM 16: PAKSTUK



CLASS	TOTAL
CRITICAL (C)	
MAJOR A (MA)	
MAJOR B (MB)	
MINOR (M)	

ORIGINAL SCALE 1:2	THIRD ANGLE PROJECTION	DIMENSIONS IN MILLIMETRES UNLESS OTHERWISE STATED	DO NOT SCALE IF IN DOUBT ASK
TOLS AND GAUGES	ASSOCIATED DOCUMENTS	NEXT ASSEMBLY	USED ON
MATERIAL RUBBER			
SURFACE TEXTURE			UNQUOTE TOLERANCE
TREATMENT			+ 1
FINISHING PROCESS			+ 1°

MICRO FILMED	INTER FACE	APPROVED	CHECKED	DRAWN	CHANGE NOTE NO	DATE	REV
				GRIMM		890719	-

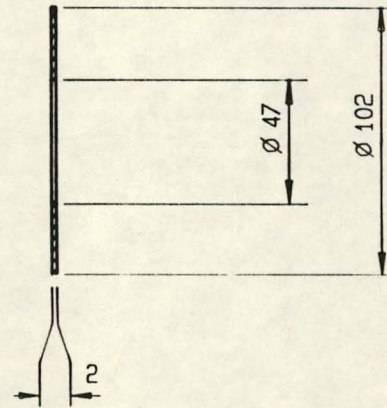
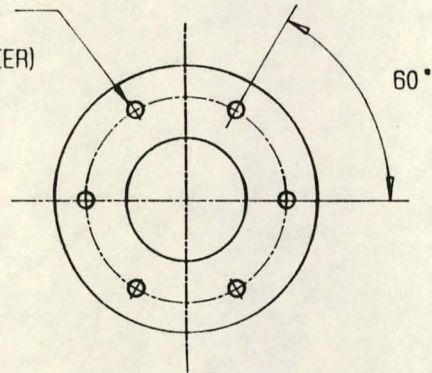
THE-HERWINNINGS-TOERUSTING

DRG No. TL-1063 BLAUSY 14

SOMCHEM

ITEM 17: PAKSTUK

6 GATE Ø 6,4  
OP 78 SSD  
(EWEYDIG GESPASIEER)



<table border="1"> <tr> <td>CLASS</td> <td>TOTAL</td> </tr> <tr> <td>CRITICAL (C)</td> <td></td> </tr> <tr> <td>MAJOR A (MA)</td> <td></td> </tr> <tr> <td>MAJOR B (MB)</td> <td></td> </tr> <tr> <td>MINOR (m)</td> <td></td> </tr> </table>		CLASS	TOTAL	CRITICAL (C)		MAJOR A (MA)		MAJOR B (MB)		MINOR (m)		ORIGINAL SCALE 1:2 THIRD ANGLE PROJECTION DIMENSIONS IN MILLIMETRES UNLESS OTHERWISE STATED DO NOT SCALE IF IN DOUBT ASK	TOOLS AND GAUGES ASSOCIATED DOCUMENTS NEXT ASSEMBLY USED ON MATERIAL TEFLON SURFACE TEXTURE - TREATMENT - FINISHING PROCESS -	UNQUOTED TOLERANCE + 1   + 1° - 1   - 1°	<table border="1"> <tr> <td>MICRO FILMED</td> <td>INTER FACE</td> <td>APPROVED</td> <td>CHECKED</td> <td>DRAWN</td> <td>CHANGE NOTE NO</td> <td>DATE</td> <td>REV</td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>GRIMM</td> <td>890719</td> <td>-</td> </tr> </table>	MICRO FILMED	INTER FACE	APPROVED	CHECKED	DRAWN	CHANGE NOTE NO	DATE	REV						GRIMM	890719	-
CLASS	TOTAL																														
CRITICAL (C)																															
MAJOR A (MA)																															
MAJOR B (MB)																															
MINOR (m)																															
MICRO FILMED	INTER FACE	APPROVED	CHECKED	DRAWN	CHANGE NOTE NO	DATE	REV																								
					GRIMM	890719	-																								

THF-HERWINNINGS-TOERUSTING

DRG No. TL-1063

BLADSY 15

# BYLAE E

## DIE BEREKENING VAN MASSABALANSE

Die volgende program in Dbase III is gebruik vir die berekening van massabalanse:

```

SET DEFAULT TO A:
USE A:MASSA.DBF
REPLACE ALL ALL MASSA_T_F WITH (MASSA_F * MP_THF_F/100)
REPLACE ALL MASSA_M_F WITH (MASSA_F * MP_MEOH_F/100)
REPLACE ALL MASSA_W_F WITH (MASSA_F * MP_WATER_F/100)
REPLACE ALL MASSA_T_1 WITH (MASSA_1 * MP_THF_1/100)
REPLACE ALL MASSA_M_1 WITH (MASSA_1 * MP_MEOH_1/100)
REPLACE ALL MASSA_W_1 WITH (MASSA_1 * MP_WATER_1/100)
REPLACE ALL MASSA_T_2 WITH (MASSA_2 * MP_THF_2/100)
REPLACE ALL MASSA_M_2 WITH (MASSA_2 * MP_MEOH_2/100)
REPLACE ALL MASSA_W_2 WITH (MASSA_2 * MP_WATER_2/100)
REPLACE ALL MASSA_T_3 WITH (MASSA_3 * MP_THF_3/100)
REPLACE ALL MASSA_M_3 WITH (MASSA_3 * MP_MEOH_3/100)
REPLACE ALL MASSA_W_3 WITH (MASSA_3 * MP_WATER_3/100)
REPLACE ALL MASSA_T_4 WITH (MASSA_4 * MP_THF_4/100)
REPLACE ALL MASSA_M_4 WITH (MASSA_4 * MP_MEOH_4/100)
REPLACE ALL MASSA_W_4 WITH (MASSA_4 * MP_WATER_4/100)
REPLACE ALL MASSA_T_5 WITH (MASSA_5 * MP_THF_5/100)
REPLACE ALL MASSA_M_5 WITH (MASSA_5 * MP_MEOH_5/100)
REPLACE ALL MASSA_W_5 WITH (MASSA_5 * MP_WATER_5/100)
REPLACE ALL MASSA_T_6 WITH (MASSA_6 * MP_THF_6/100)
REPLACE ALL MASSA_M_6 WITH (MASSA_6 * MP_MEOH_6/100)
REPLACE ALL MASSA_W_6 WITH (MASSA_6 * MP_WATER_6/100)
REPLACE ALL MASSA_T_7 WITH (MASSA_7 * MP_THF_7/100)
REPLACE ALL MASSA_M_7 WITH (MASSA_7 * MP_MEOH_7/100)
REPLACE ALL MASSA_W_7 WITH (MASSA_7 * MP_WATER_7/100)
REPLACE ALL MASSA_D WITH (MASSA_1 + MASSA_2 + MASSA_3 + MASSA_4 + MASSA_5 + MASSA_6 + MASSA_7)
REPLACE ALL MASSA_T_D WITH (MASSA_T_1 + MASSA_T_2 + MASSA_T_3 + MASSA_T_4 + MASSA_T_5 +
MASSA_T_6 + MASSA_T_7)
REPLACE ALL MASSA_M_D WITH (MASSA_M_1 + MASSA_M_2 + MASSA_M_3 + MASSA_M_4 + MASSA_M_5 +
MASSA_M_6 + MASSA_M_7)
REPLACE ALL MASSA_W_D WITH (MASSA_W_1 + MASSA_W_2 + MASSA_W_3 + MASSA_W_4 + MASSA_W_5 +
MASSA_W_6 + MASSA_W_7)
REPLACE ALL MP_THF_D WITH (MASSA_T_D/MASSA_D*100)
REPLACE ALL MP_MEOH_D WITH (MASSA_M_D/MASSA_D*100)
REPLACE ALL MP_WATER_D WITH (MASSA_W_D/MASSA_D*100)
REPLACE ALL MASSA_B WITH (MASSA_F-MASSA_D)
REPLACE ALL MASSA_T_B WITH (MASSA_T_F-MASSA_T_D)
REPLACE ALL MASSA_M_B WITH (MASSA_M_F-MASSA_M_D)
REPLACE ALL MASSA_W_B WITH (MASSA_W_F-MASSA_W_D)
REPLACE ALL MP_THF_B WITH (MASSA_T_B/MASSA_B*100)
REPLACE ALL MP_MEOH_B WITH (MASSA_M_B/MASSA_B*100)
REPLACE ALL MP_WATER_B WITH (MASSA_W_B/MASSA_B*100)
REPLACE ALL T_HERW WITH (MASSA_T_D/MASSA_T_F*100)
REPLACE ALL M_HERW WITH (MASSA_M_D/MASSA_M_F*100)
SORT ON LOT TO A:MBALANS.DBF
USE A:MBALANS.DBF
DISPLAY ALL LOT, MP_THF_F, MP_MEOH_F, MP_WATER_F, MP_THF_D, MP_MEOH_D, MP_WATER_D, MP_THF_B,
MP_MEOH_B, MP_WATER_B, T_HERW, M_HERW
REPORT FORM MBALANS TO FILE A:MBALANS.PRN

```

**BYLAE E (VERVOLG)**

In die algemeen is die volgende kodering gebruik:

Massa\_F verwys na die massa van die voer (**F**)

Massa\_D verwys na die massa van die distillaat (**D**)

Massa\_B verwys na die massa van die bodemproduk (**B**)

Massa\_1 verwys na die massa van distillaatfraksie nr 1 (**1**), ensovoorts.

Massa\_T\_F verwys na die massa THF (**T**) in die voer (**F**)

Massa\_M\_D verwys na die massa MeOH (**M**) in die distillaat (**D**)

Massa\_W\_B verwys na die massa water (**W**) in die bodemproduk (**B**)

Massa\_W\_1 verwys na die massa water (**W**) in distillaatfraksie nr 1 (**1**), ensovoorts.

MP\_THF\_F verwys na die massapersentasie (**MP**) THF in die voer (**F**)

MP\_MeOH\_D verwys na die massapersentasie (**MP**) MeOH in die distillaat (**D**)

MP\_water\_B verwys na die massapersentasie (**MP**) water in die bodemproduk (**B**).

T\_herw verwys na die massa % THF-herwinning

M\_herw verwys na die massa % MeOH-herwinning.

# BYLAE F

## DIE BEREKENING VAN ENERGIEBALANSE

Energiebalanse is bereken volgens die metode wat in paragraaf 5.3.2 beskryf is. Vir dié doel is 'n klein rekenaarprogrammetjie in Dbase III geskryf nadat 'n databasis uit eksperimentele resultate opgestel is. Die volgende voorbeeld illustreer die berekening:

### Voorbeeld vir die berekening van energiebalanse

Fraksie 37D1 is oor 'n periode van 29 minute versamel. Die uiteindelik massa daarvan was 1,561 kg terwyl die samestelling daarvan as volg was:

Komponent	Inhoud (% massa/massa)
THF	66,8
MeOH	33,2
Water	0,0

Die atmosferiese druk is as 101,9 kPa gemeet. Stoom is teen 2,5 kPa die verdamper binnegestuur. Die vloeitempo van die stoomkondensaat is eksperimenteel bepaal: 1,830 kg kondensaat is in 8 minute versamel. Die temperatuur van die stoomkondensaat het tussen 53 °C en 56 °C gevarieer.

Die verkillingswater het deurgans teen 5,85 l/min deur die kondensator gevloei. Die in-temperatuur daarvan was 7,5 °C en die uit-temperatuur 27 °C. Die temperatuur van die distillaat wat die kondensator verlaat het, was 44,5 °C.

Die volgende soortlike warmtes is uit die literatuur bekend:

Water : 4,19 kJ/kg.°C

THF : 1,962 kJ/kg.°C

MeOH : 2,547 kJ/kg.°C

BYLAE F (VERVOLG)Warmte afgegee deur stoom

Uit bostaande gegewens is die volgende bekend:

$$m_s = 1,803/8 \times 29 = 6,634 \text{ kg}$$

$$P_s = 101,9 + 2,5 = 104,4 \text{ kPa absoluut}$$

$$h_s = 2677,3 \text{ kJ/kg}$$

$$t_w = (53 + 56)/2 = 54,5 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$h_w = 227 \text{ kJ/kg}$$

$$\begin{aligned} \Delta h_s &= h_s - h_w \\ &= 2677,3 - 227 \\ &= 2450 \text{ kJ/kg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{en} \quad Q_s &= \Delta h_s \cdot m_s \\ &= 2450 \times 6,634 \\ &= 16\,253 \text{ kJ} \end{aligned}$$

Warmte verwyder in die kondensator

Uit bostaande gegewens is die volgende bekend:

$$\dot{m}_w = 5,85 \text{ l/min}$$

$$\Delta\Theta = 29 \text{ minute}$$

$$c_p (\text{water}) = 4,19 \text{ kJ/kg}\cdot^\circ\text{C}$$

$$\Delta t_w = (27 - 7,5) = 19,5 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$\begin{aligned} Q_w &= \dot{m}_w \cdot \Delta\Theta \cdot c_p \cdot \Delta t_w \\ &= 13\,861 \text{ kJ} \end{aligned}$$

Warmte verwyder deur die aftrek van die distillaatfraksie

Uit bostaande gegewens is die volgende bekend:

$$m_D = 1,561 \text{ kg}$$

$$c_p (\text{mengsel}) = (0,67 \times 1,962 + 0,33 \times 2,547) = 2,14 \text{ kJ/kg}\cdot^\circ\text{C}$$

$$\Delta t_D = (44,5 - 0) = 44,5 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$\begin{aligned} Q_D &= m_D \cdot c_p \cdot \Delta t_D \\ &= 149 \text{ kJ} \end{aligned}$$



**BYLAE F (VERVOLG)****Warmteverliese na die omgewing ( $Q_v$ )**

$$\begin{aligned}
 Q_v &= Q_s - Q_w - Q_D \\
 &= 16\,253 - 13\,861 - 149 \\
 &= 2\,243 \text{ kJ}
 \end{aligned}$$

Warmteverliese as 'n persentasie van die warmte wat deur die stoom toegevoer word:

$$\frac{Q_v}{Q_s} \times 100 = \frac{2243}{16253} \times 100 = 13,8 \%$$

<b>Databasis vir die berekening van energiebalanse</b>
--

Lot	Massa_s	Ms_min	tyd	ms	hs	hw	qs	mw	tw	qw	md	thf	meoh	water	cp	td	qd	wv	wvp
33D3	1.600	8.0	30	6.000	2677	295	14292	4.10	23.0	11854	1.805	0.70	0.30	0.0	2.14	45.0	174	2264	15.8
33D4	1.868	10.0	14	2.615	2677	310	6190	4.10	20.5	4930	0.711	0.61	0.38	0.0	2.16	43.0	66	1194	19.3
34D1	2.005	9.5	29	6.121	2677	238	14929	4.10	25.0	12455	1.491	0.65	0.31	0.0	2.06	47.0	144	2330	15.6
34D2	2.081	10.0	30	6.243	2677	260	15089	4.10	23.5	12111	1.704	0.71	0.28	0.0	2.11	46.5	167	2811	18.6
34D3	2.156	10.0	30	6.468	2677	288	15452	4.10	22.5	11596	1.816	0.70	0.30	0.0	2.14	46.0	179	3677	23.8
34D4	1.952	9.0	20	4.338	2677	314	10251	4.10	21.5	7387	1.046	0.61	0.38	0.0	2.16	44.0	99	2765	27.0
35D1	1.937	3.5	30	16.600	2677	306	39359	4.10	26.5	13657	1.683	0.66	0.34	0.0	2.16	46.5	169	25533	64.9
35D2	2.088	4.5	29	13.460	2677	335	31523	4.10	28.5	14198	2.013	0.71	0.29	0.0	2.13	48.0	206	7119	54.3
36D1	1.981	9.0	29	6.383	2675	227	15626	4.10	26.5	13202	1.561	0.71	0.29	0.0	2.13	47.5	158	2266	14.5
36D2	2.000	9.5	30	6.316	2675	248	15329	4.10	24.5	12627	1.721	0.71	0.29	0.0	2.13	47.0	172	2530	16.5
36D3	2.015	9.0	30	6.717	2675	275	16121	4.10	24.0	12369	2.060	0.59	0.09	0.3	2.64	45.5	247	3505	21.7
37D1	1.830	8.0	29	6.634	2677	227	16253	5.85	19.5	13861	1.561	0.67	0.33	0.0	2.16	44.5	150	2242	13.8
37D2	1.962	8.5	30	6.925	2677	248	16821	5.85	18.5	13604	1.371	0.68	0.07	0.2	2.35	43.5	140	3077	18.3
37D3	2.018	9.0	30	6.727	2677	275	16158	5.85	17.5	12869	1.533	0.70	0.30	0.0	2.14	43.0	141	3148	19.5
37D4	1.970	9.0	29	6.348	2677	295	15121	5.85	16.0	11373	1.632	0.64	0.36	0.0	2.17	42.0	149	3599	23.8

**BYLAE F (VERVOLG)****Program vir die berekening van energiebalanse**

USE A:ENERGIE.DBF	* Gebruik databasis a:energie.dbf
REPLACE ALL MS WITH MASSA_S/MS_MIN*TYD	* Bereken $m_s$
REPLACE ALL QS WITH (HS-HW)*MS	* Bereken $Q_s$
REPLACE ALL QW WITH MW * TYD * 4.19 * TW	* Bereken $Q_w$
REPLACE ALL WATER WITH 1-(THF+MEOH)	* Bereken water-massafraksie
REPLACE ALL CP WITH (THF*1.962)+(MEOH*2.547)+(WATER*4.19)	* Bereken $c_p$ vir die distillaatfraksie
REPLACE ALL QD WITH MD*CP*TD	* Bereken $Q_D$
REPLACE ALL WV WITH QS - (QW + QD)	* Bereken warmteverliese in kJ
REPLACE ALL WVP WITH WV/QS*100	* Bereken warmteverliespersentasie
SORT ON LOT TO A:EBALANS.DBF	* Sorteër die resultate volgens lotnommer
USE A:EBALANS.DBF	* Gebruik die gesorteerde lêer
DISPLAY ALL LOT,QS,QW,QD,WVP	* Stel die resultate ten toon op skerm

**Simboollys**

LOT	= Lot/fraksienommer bv 37D1
MS	= massa stoomkondensaat oor totale distillasieperiode (kg) (= $m_s$ )
MASSA_S	= massa van stoomkondensaatmonster (kg)
MS_MIN	= periode waartydens 'n stoomkondensaatmonster versamel is (min)
TYD	= duur van distillasieperiode (min)
QS	= warmte afgegee deur stoom (kJ) (= $Q_s$ )
HS	= stoom-entalpie (kJ/kg) (= $h_s$ )
HW	= stoomkondensaat-entalpie (kJ/kg) (= $h_w$ )
QW	= warmte deur kondensator verwyder (kJ) (= $Q_w$ )
MW	= massavloeiempo van verkillingswater (kg/min) (= $\dot{m}_w$ )
TW	= temperatuurverandering van verkillingswater ( $^{\circ}\text{C}$ ) (= $t_w$ )
MD	= massa van distillaatfraksie (kg) (= $m_D$ )
CP	= spesifieke warmtekapasiteit van THF/MeOH/Water-distillaat (kJ/kg. $^{\circ}\text{C}$ ) (geweege gemiddeld)
THF	= massafraksie THF in distillaat
MEOH	= massafraksie MeOH in distillaat
WATER	= massafraksie water in distillaat
TD	= temperatuur van distillaat wat kondensator verlaat ( $^{\circ}\text{C}$ ) (= $t_D$ )
QD	= warmte verwyder by die aftrek van distillaatfraksie (kJ) (= $Q_D$ )
WV	= Warmteverlies (kJ)
WVP	= Warmteverlies as 'n persentasie van die stoamentalpie

# BYLAE G

## DIE BEREKENING VAN DIE HETP

### Die opstel van die metanol/etanol-ewewigskurwe

Die HETP van die tussenskaalkolom is volgens die McCabe/Thiele-metode bereken deur gebruik te maak van 'n metanol/etanol-ewewigskurwe (Figuur 32). Hierdie kurwe is opgestel deur van die volgende ewewigsdata uit die literatuur<sup>(6)</sup> gebruik te maak:

Molfraksie MeOH in vloeistoffase ( $x_i$ )	Molfraksie MeOH in dampfase ( $y_i$ )
0.0704	0.0949
0.138	0.185
0.264	0.351
0.381	0.499
0.489	0.619
0.590	0.709
0.683	0.781
0.770	0.842
0.852	0.899
0.928	0.950
0.965	0.973
1.000	1.000

### Metanol/etanol-distillasies mbv die tussenskaaltoerusting

'n Metanol/etanol-distillasie is uitgevoer om data in te samel vir die HETP-bepaling. Die analitiese resultate van hierdie lopie word in die onderstaande tabel gegee:

Lot	Samestelling (volume %)		Samestelling (massa %)		Samestelling (mol %)	
	Metanol	Etanol	Metanol	Etanol	Metanol	Etanol
1F0	40.80	60.72	40.28	59.72	49.23	50.77
1F1	34.05	65.57	34.27	65.73	42.84	57.16
1F2	30.61	68.44	30.98	69.02	39.23	60.77
1F3	34.81	66.62	34.40	65.60	42.99	57.01
1D1	95.58	2.41	97.55	2.45	98.28	1.72
1D2	92.89	3.83	96.05	3.95	97.22	2.78
1D3	97.17	1.05	98.93	1.07	99.26	0.74

In alle gevalle verwys "F" na bodemproduksmonsters en "D" na distillaatmonsters. F1 en D1, byvoorbeeld, is monsters wat op dieselfde tydstip geneem is. Monster F0 is geneem uit die aanvangsmengsel.

**BYLAE G (VERVOLG)**

Die distillaatsamestelling is geneem as die rekenkundige gemiddeld oor fraksies 1D1 tot 1D3 (nl 98,3 mol % metanol). Die bodemproduksamestelling is geneem as die rekenkundige gemiddeld oor fraksies 1F1 tot 1F3 (nl 41,7 mol % metanol). Hierdie twee waardes is gebruik vir die aftasting van teoretiese plate soos in Figuur 33 voorgestel.

# BYLAE H

## DIE BEREKENING VAN PLAAT-TOT-PLAAT-SAMESTELLINGS

Die berekening van plaat-tot-plaat-samestellings word in paragraaf 5.3.4 bespreek. Dit is genoem dat hierdie berekeninge uitgevoer word deur beurtelings van fase-ewewigte (volgens vergelyking 13) en massabalans (volgens vergelyking 14) gebruik te maak:

$$K_{ni} = \frac{y_{ni}}{x_{ni}} \quad (13)$$

$$x_{(n+1)i} = \left(\frac{R+1}{R}\right) \cdot y_{ni} - \frac{1}{R} \cdot x_{Di} \quad (14)$$

### Die berekening van fase-ewewigte

In vergelyking 13 word daar verwys na K-waardes, die sogenaamde termodinamiese ewewigskonstantes. Verskeie semi-empiriese metodes bestaan vir die berekening van hierdie K-waardes, onder andere die sogenaamde Uniquac-metode van Abrahms en Prausnitz, wat gebruik is in die berekening van K-waardes vir die THF/MeOH/water-sisteem. K-waardes is bereken mbv 'n rekenaarprogram<sup>(7)</sup>. Die berekende waardes is geplot en hieruit is die volgende benaderde empiriese vergelykings vir die K-waardes van die komponente MeOH en water opgestel:

$$\log K_{\text{MeOH}} = -0.135347 \log S_t + 0.176091 \quad (21)$$

en

$$\log K_{\text{Water}} = -0.2041 \log S_t + 0,02915 \quad (22)$$

waar  $K_{\text{MeOH}}$  = die termodinamiese ewewigskonstante vir MeOH  
 $K_{\text{water}}$  = die termodinamiese ewewigskonstante vir water  
 $S_t$  = die nommer van die betrokke teoretiese stadium

Die K-waarde vir water benodig egter 'n empiriese korreksiefaktor vir die eerste drie teoretiese stadia en wel as volg:

**BYLAE H (VERVOLG)**

Stadium Nr.	$\Delta K_{\text{water}}$ (Korreksiefaktor)
1	- 0.76
2	- 0.30
3	- 0.09

Let Wel:  $K_{\text{water}} = K_{\text{water}}$  (volgens vergelyking 22) +  $\Delta K_{\text{water}}$

Weens die nie-idealiteit van die THF/MeOH/water-sisteem, was die variasie in die  $K$ -waardes van THF só onvoorspelbaar dat 'n vergelyking vir  $K_{\text{THF}}$  nie afgelei is nie. Hierdie stap het egter nie die berekening van plaat-tot-plaat-samestellings in die wiewe gery nie, aangesien enige 3-komponent-samestelling volledig gedefinieer is wanneer twee komponente reeds gekwantifiseer is.

BYLAE H (VERVOLG)

## Die berekening van massabalanse

Vergelyking 14, wat gebruik word vir die berekening van massabalanse in die bepaling van plaat-tot-plaat-samestellings word afgelei deur van die volgende gebruik te maak:

- 'n Massabalans oor die kondensator
- 'n Massabalans oor die verdamper
- 'n Massabalans oor die totale opstelling
- 'n definisie vir die terugvloei-verhouding ( $nI R = (\text{aantal mol terugvloei} / \text{aantal mol distillaat})$ )

## Program vir die berekening van plaat-tot-plaat-samestellings

Die volgende program in Basic is gebruik vir die berekening van plaat-tot-plaat-samestellings mbv bostaande vergelykings:

```

5 OPEN "o",#1,"L32D1.DOC"
10 PRINT "FILE NAME: THF-M-W.DMS"
20 PRINT #1, "FILE NAME: THF-M-W.DMS"
30 PRINT :PRINT #1,
40 INPUT "RUN No.=";RUNNUM
50 PRINT
60 INPUT "DIST. FRACTION No.=";FRACNO
70 PRINT
80 PRINT "RUN No.=";RUNNUM
90 PRINT #1, "RUN No.=";RUNNUM
100 PRINT :PRINT #1,
110 PRINT "DIST. FRACTION No.=";FRACNO
120 PRINT #1, "DIST. FRACTION No.=";FRACNO
130 PRINT :PRINT #1,
140 INPUT "MASS OF INITIAL FEED (to the nearest gramme), in kg";SIGMF0
150 PRINT
160 PRINT "ANALYSIS OF INITIAL FEED MUST NOW BE ENTERED"
170 PRINT
180 INPUT "SPECIFY THE CONCENTRATION UNITS TO BE USED: VOL for volume % or MASS for mass % or MOL for mole
%;CONC$
190 PRINT
200 GOSUB 5000
210 XIF01=XI1:XIF02=XI2:XIF03=XI3
220 XF01=X1:XF02=X2:XF03=X3
230 MF01=SIGMF0*XIF01
240 MF02=SIGMF0*XIF02
250 MF03=SIGMF0*XIF03
260 NF01=MF01/M1
270 NF02=MF02/M2
280 NF03=MF03/M3
290 SIGXIF0=XIF01+XIF02+XIF03
300 SIGXF0=XF01+XF02+XF03

```

BYLAE H (VERVOLG)

```

310 SIGNF0=NF01+NF02+NF03   320   TS="THF:   ":MS="MEOH:   ":WS="WATER:   ":SIG$="TOTALS:
"
330 FORMATS$="##.####   #.####   #.####   #.####"
340 TITLE$="ITEM   m [kg]   MASS FR   n [kmol]   MOLE FR"
350 PRINT #1, "INITIAL FEED:"
360 PRINT #1,
370 PRINT #1, TITLE$
380 PRINT #1,
390 PRINT #1, TS;
400 PRINT #1, USING FORMATS$;MF01;XIF01;NF01;XF01
410 PRINT #1,
420 PRINT #1, M$;
430 PRINT #1, USING FORMATS$;MF02;XIF02;NF02;XF02
440 PRINT #1,
450 PRINT #1, W$;
460 PRINT #1, USING FORMATS$;MF03;XIF03;NF03;XF03
470 PRINT #1,
480 PRINT #1, SIG$;
490 PRINT #1, USING FORMATS$;SIGMF0;SIGXIF0;SIGNF0;SIGXF0
500 PRINT #1, :PRINT #1, :PRINT #1,
510 PRINT
520 PRINT "ANALYSIS OF THE DISTILLATION FRACTION MUST NOW BE ENTERED
530 PRINT
540 PRINT "NOTE: LINE HOLDUP IS ALSO A DISTILLATION FRACTION"
550 PRINT
560 PRINT "DISTILLATION FRACTION NO=";FRACNO
570 PRINT
580 INPUT "SPECIFY THE CONCENTRATION UNITS TO BE USED: VOL for volume % or MASS for mass % or MOL for mole
";CONC$
590 PRINT
600 GOSUB 5000
610 XID1=XI1
620 XID2=XI2
630 XID3=XI3
640 XD1=X1
650 XD2=X2
660 XD3=X3
670 INPUT "MASS OF DISTILLATION FRACTION (to the nearest gramme),in kg";SIGMD
680 PRINT :PRINT
690 MD1=XID1*SIGMD
700 MD2=XID2*SIGMD
710 MD3=XID3*SIGMD
720 ND1=MD1/M1
730 ND2=MD2/M2
740 ND3=MD3/M3
750 SIGND=ND1+ND2+ND3
760 SIGXID=XID1+XID2+XID3
770 SIGXD=XD1+XD2+XD3
780 PRINT #1, "DISTILLATION FRACTION NO. ";FRACNO
790 PRINT #1,
800 PRINT #1, TITLE$

```



BYLAE H (VERVOLG)

```
810 PRINT #1,
820 PRINT #1,T$;
830 PRINT #1, USING FORMAT$;MD1;XID1;ND1;XD1
840 PRINT #1,
850 PRINT #1,M$;
860 PRINT #1, USING FORMAT$;MD2;XID2;ND2;XD2
870 PRINT #1,
880 PRINT #1, W$;
890 PRINT #1, USING FORMAT$;MD3;XID3;ND3;XD3
900 PRINT #1,
910 PRINT #1, SIG$;
920 PRINT #1,USING FORMAT$;SIGMD;SIGXID;SIGND;SIGXD
930 PRINT #1, :PRINT #1, :PRINT #1,
940 PRINT
950 REM MASS BALANCE CALC.
960 PRINT "CALC. OF THE MASS BALANCE"
970 PRINT
980 MF1=MF01-MD1
990 MF2=MF02-MD2
1000 MF3=MF03-MD3
1010 SIGMF=MF1+MF2+MF3
1020 XIF1=MF1/SIGMF
1030 XIF2=MF2/SIGMF
1040 XIF3=MF3/SIGMF
1050 SIGXIF=XIF1+XIF2+XIF3
1060 NF1=MF1/M1
1070 NF2=MF2/M2
1080 NF3=MF3/M3
1090 SIGNF=NF1+NF2+NF3
1100 XF1=NF1/SIGNF
1110 XF2=NF2/SIGNF
1120 XF3=NF3/SIGNF
1130 SIGXF=XF1+XF2+XF3
1140 PRINT #1, "CALCULATED FEED RESIDUE:"
1150 PRINT #1,
1160 PRINT #1, TTITLE$
1170 PRINT #1,
1180 PRINT #1, T$;
1190 PRINT #1, USING FORMAT$;MF1;XIF1;NF1;XF1
1200 PRINT #1,
1210 PRINT #1, M$;
1220 PRINT #1, USING FORMAT$;MF2;XIF2;NF2;XF2
1230 PRINT #1,
1240 PRINT #1,W$;
1250 PRINT #1, USING FORMAT$;MF3;XIF3;NF3;XF3
1260 PRINT #1,
1270 PRINT #1, SIG$;
1280 PRINT #1, USING FORMAT$;SIGMF;SIGXIF;SIGNF;SIGXF
1290 PRINT #1, :PRINT #1, :PRINT #1,
```

BYLAE H (VERVOLG)

```
1300 REM BEGINNING OF STAGewise CALCULATIONS
1310 XF1=(XF01+XF1)/2
1320 XF2=(XF02+XF2)/2
1330 XF3=(XF03+XF3)/2
1340 PRINT
1350 INPUT "NO. OF THEOR. STAGES AVAILABLE=";NS
1360 PRINT
1370 INPUT "REFLUX RATIO=";R
1380 PRINT
1390 PRINT #1, USING "REFLUX RATIO, R=####.##";R
1400 PRINT #1,
1410 PRINT #1, USING "AVERAGE BOTTOM PRODUCT: X(THF)=##### X(MEOH)=##### X(WATER)=#####";XF1;
    XF2;XF3
1420 PRINT #1,
1430 PRINT #1,USING"DISTILLATE PRODUCT: X(THF)=##### X(MEOH)=##### X(WATER)=#####";XD1;XD2;XD3
1440 PRINT #1,
1450 DIM X1(50)
1460 DIM X2(50)
1470 DIM X3(50)
1480 DIM Y1(50)
1490 DIM Y2(50)
1500 DIM Y3(50)
1510 PRINT
1520 Z=1
1530 X1(Z)=XF1
1540 X2(Z)=XF2
1550 X3(Z)=XF3
1560 FOR I=1 TO NS
1570 EQK2=10^(-.135347*(LOG(I))/2.303+.176091)
1580 EQK3=10^(-.2041*(LOG(I))/2.303+.02915)
1590 IF I=1 THEN 1600 ELSE 1620
1600 EQK3=EQK3-.76
1610 GOTO 1670
1620 IF I=2 THEN 1630 ELSE 1650
1630 EQK3=EQK3-.3
1640 GOTO 1670
1650 IF I=3 THEN 1660 ELSE 1670
1660 EQK3=EQK3-9.000001E-02
1670 Y2(I)=EQK2*X2(Z)
1680 Y3(I)=EQK3*X3(Z)
1690 Y1(I)=1-Y2(I)-Y3(I)
1700 PRINT #1, "THEOR. STAGE No.=";I
1710 PRINT #1,
1720 PRINT #1, USING "X(THF)=##### X(MEOH)=##### X(WATER)=#####";X1(Z);X2(Z);X3(Z)
1730 PRINT #1,
1740 PRINT #1, USING "Y(THF)=##### Y(MEOH)=##### Y(WATER)=#####";Y1(I);Y2(I);Y3(I)
1750 PRINT #1, :PRINT #1,
1760 Z=I+1
1770 X1(Z)=(R+1)/R*Y1(I)-(1/R)*XD1
1780 X2(Z)=(R+1)/R*Y2(I)-(1/R)*XD2
1790 X3(Z)=(R+1)/R*Y3(I)-(1/R)*XD3
1800 NEXT I
1821 CLOSE 1
1830 END
```

BYLAE H (VERVOLG)

```
5000 PRINT "FILE NAME: SUBCONC.BAS"
5010 RHO1=.8892;RHO2=.7914;RHO3=1
5020 M1=72.108;M2=32.042;M3=18.015
5030 IF CONC$="VOL" THEN 5040 ELSE 5220
5040 INPUT "VOL % THF=";PHI1
5050 INPUT "VOL % MEOH=";PHI2
5060 INPUT "VOL % WATER=";PHI3
5070 MASS1=PHI1*RHO1
5080 MASS2=PHI2*RHO2
5090 MASS3=PHI3*RHO3
5100 SIGM=MASS1+MASS2+MASS3
5110 XI1=MASS1/SIGM
5120 XI2=MASS2/SIGM
5130 XI3=MASS3/SIGM
5140 N1=MASS1/M1
5150 N2=MASS2/M2
5160 N3=MASS3/M3
5170 SIGMOL=N1+N2+N3
5180 X1=N1/SIGMOL
5190 X2=N2/SIGMOL
5200 X3=N3/SIGMOL
5210 GOTO 5510
5220 IF CONC$="MASS" THEN 5230 ELSE 5370
5230 INPUT "MASS % THF=";MASS1
5240 INPUT "MASS % MEOH=";MASS2
5250 INPUT "MASS % WATER=";MASS3
5260 XI1=MASS1/100
5270 XI2=MASS2/100
5280 XI3=1-XI1-XI2
5290 N1=MASS1/M1
5300 N2=MASS2/M2
5310 N3=MASS3/M3
5320 SIGMOL=N1+N2+N3
5330 X1=N1/SIGMOL
5340 X2=N2/SIGMOL
5350 X3=N3/SIGMOL
5360 GOTO 5510
5370 IF CONC$="MOL" THEN 5380
5380 INPUT "MOLE % THF=";MOLP1
5390 INPUT "MOLE % MEOH=";MOLP2
5400 INPUT "MOLE % WATER=";MOLP3
5410 X1=MOLP1/100
5420 X2=MOLP2/100
5430 X3=1-X1-X2
5440 MASS1=MOLP1*M1
5450 MASS2=MOLP2*M2
5460 MASS3=MOLP3*M3
5470 SIGM=MASS1+MASS2+MASS3
5480 XI1=MASS1/SIGM
5490 XI2=MASS2/SIGM
5500 XI3=MASS3/SIGM
5510 RETURN
```

# BYLAE I

## DIE BEREKENING VAN DAMPSNELHEID

Die dampnelheid in die kolom is bereken volgens die metode wat in paragraaf 5.3.5 beskryf is. 'n Rekenaarprogram is in DBase III geskryf om die nodige rekenkundige berekeninge uit te voer nadat 'n databasis uit eksperimentele data saamgestel is.

<b>Program vir die berekening van dampnelheid</b>
---

Use a:dampselh.dbf Replace all n1 with nt*(R+1) Replace all n2 with nm*(R+1) Replace all n3 with nw*(R+1) Replace all ntot with (n1 + n2 + n3) Replace all n with ntot/tyd/60 Replace all T with (temp + 273.15) Replace all u with $(4 * n * 8314 * T) / (\pi * 0.125 * 0.125 * P)$ Sort to a:damps.dbf on lot Use a:damps.dbf Display all lot, u	* Gebruik databasis a:dampselh.dbf * Bereken die molvloei THF in die kolom * Bereken die molvloei MeOH in die kolom * Bereken die molvloei water in die kolom * Bereken die totale molvloei in die kolom * Bereken die aantal mol materiaal in die kolom * Skakel bodemtemperatuur om na kelvin * Bereken dampnelheid * Sorteer die data volgens lotnummer * Gebruik die gesorteerde lêer * Vertoon die resultate op die skerm
--	--

<b>Simboollys</b>
-------------------

<b>Lot</b>	= Lot/fraksienommer bv 22D1
<b>Nt</b>	= aantal kmol THF in distillaatfraksie [= $n_{D(THF)}$ ]
<b>Nm</b>	= aantal kmol MeOH in distillaatfraksie [= $n_{D(MeOH)}$ ]
<b>Nw</b>	= aantal kmol water in distillaatfraksie [= $n_{D(Water)}$ ]
<b>N1</b>	= aantal kmol THF in kolom [= $n_{THF}$ ]
<b>N2</b>	= aantal kmol MeOH in kolom [= $n_{MeOH}$ ]
<b>N3</b>	= aantal kmol water in kolom [= $n_{water}$ ]
<b>R</b>	= terugvloeiverhouding
<b>Ntot</b>	= totale aantal kmol in kolom [n]
<b>Tyd</b>	= periode waarvoor distillaatfraksie versamel is (min)
<b>N</b>	= molvloei materiaal in kolom (kmol/s) [ $\dot{n}$ ]
<b>Temp</b>	= temperatuur in verdamper vir die betrokke distillaatfraksie (°C)
<b>T</b>	= temperatuur in verdamper vir die betrokke distillaatfraksie (K)
<b>P</b>	= druk in die kolom (kPa)
<b>u</b>	= dampnelheid in die kolom vir die betrokke distillaatfraksie (m/s)

**BYLAE I (VERVOLG)****Databasis vir die berekening van dampnelheid**

lot	nt	nm	nw	n1	n2	n3	r	ntot	tyd	n	temp	t	p	u
21D1	0.00606	0.00527	0.00069	0.07696	0.06693	0.00876	11.7	0.15265	12	.000212	66.5	339.6	103400	0.47
21D2	0.00732	0.00626	0.00269	0.08711	0.07449	0.03201	10.9	0.19361	14	.000230	69.5	342.6	103400	0.52
21D3	0.00730	0.00609	0.00263	0.08541	0.07125	0.03077	10.7	0.18743	14	.000223	74.0	347.1	103400	0.51
21D4	0.00741	0.00624	0.00245	0.08225	0.06926	0.02719	10.1	0.17870	14	.000213	78.5	351.6	103400	0.49
21D5	0.00718	0.00628	0.00326	0.07683	0.06720	0.03488	9.7	0.17891	14	.000213	85.5	358.6	103400	0.50
22D1	0.00561	0.00485	0.00000	0.06956	0.06014	0.00000	11.4	0.12970	12	.000180	68.0	341.1	102600	0.41
22D2	0.00808	0.00676	0.00000	0.09130	0.07639	0.00000	10.3	0.16769	14	.000200	71.5	344.6	102600	0.45
22D3	0.00806	0.00651	0.00000	0.08382	0.06770	0.00000	9.4	0.15152	14	.000180	75.5	348.6	102600	0.42
22D4	0.00817	0.00663	0.00000	0.07925	0.06431	0.00000	8.7	0.14356	14	.000171	79.5	352.6	102600	0.40
22D5	0.00813	0.00679	0.00000	0.07398	0.06179	0.00000	8.1	0.13577	14	.000162	87.5	360.6	102600	0.38
22D6	0.00827	0.00660	0.00045	0.07443	0.05940	0.00405	8.0	0.13788	14	.000164	93.0	366.1	102600	0.40
23D1	0.00566	0.00506	0.00527	0.07018	0.06274	0.06535	11.4	0.19827	12	.000275	66.5	339.6	101400	0.62
23D2	0.00734	0.00633	0.00316	0.08294	0.07153	0.03571	10.3	0.19018	14	.000226	69.5	342.6	101400	0.52
23D3	0.00817	0.00671	0.00000	0.08497	0.06978	0.00000	9.4	0.15475	14	.000184	74.5	347.6	101400	0.43
23D4	0.00810	0.00654	0.00000	0.07857	0.06344	0.00000	8.7	0.14201	14	.000169	78.5	351.6	101400	0.40
23D5	0.00847	0.00723	0.00005	0.07708	0.06579	0.00046	8.1	0.14333	15	.000159	82.0	355.1	101400	0.38
23D6	0.00595	0.00575	0.00905	0.05355	0.05175	0.08145	8.0	0.18675	14	.000222	87.0	360.1	101400	0.53
24D1	0.01021	0.00840	0.00000	0.09699	0.07980	0.00000	8.5	0.17679	15	.000196	71.5	344.6	101400	0.45
24D2	0.00820	0.00664	0.00000	0.06888	0.05578	0.00000	7.4	0.12466	12	.000173	75.0	348.1	101400	0.40
24D3	0.01373	0.01092	0.00000	0.09748	0.07753	0.00000	6.1	0.17501	20	.000146	78.5	351.6	101400	0.34
24D4	0.00686	0.00548	0.00000	0.04047	0.03233	0.00000	4.9	0.07280	10	.000121	83.0	356.1	101400	0.29
24D5	0.00901	0.00790	0.00000	0.03514	0.03081	0.00000	2.9	0.06595	14	.000078	89.5	362.6	101400	0.19
24D6	0.00828	0.01145	0.00000	0.03146	0.04351	0.00000	2.8	0.07497	13	.000096	94.0	367.1	101400	0.24
25D1	0.00705	0.00610	0.00000	0.08742	0.07564	0.00000	11.4	0.16306	12	.000227	70.0	343.1	101600	0.52
25D2	0.00781	0.00679	0.00000	0.08982	0.07809	0.00000	10.5	0.16791	14	.000200	72.5	345.6	101600	0.46
25D3	0.00734	0.00648	0.00000	0.07854	0.06934	0.00000	9.7	0.14788	15	.000164	74.0	347.1	101600	0.38
25D4	0.00733	0.00660	0.00017	0.06377	0.05742	0.00148	7.7	0.12267	14	.000146	77.0	350.1	101600	0.34
25D5	0.00797	0.00742	0.00018	0.05340	0.04971	0.00121	5.7	0.10432	15	.000116	82.0	355.1	101600	0.27
25D6	0.00863	0.00817	0.00000	0.04229	0.04003	0.00000	3.9	0.08232	15	.000092	86.5	359.6	101600	0.22
25D7	0.00671	0.00662	0.00000	0.02550	0.02516	0.00000	2.8	0.05066	14	.000060	90.5	363.6	101600	0.15
26D1	0.00701	0.00666	0.00177	0.08692	0.08258	0.02195	11.4	0.19145	13	.000245	68.5	341.6	101400	0.56
26D2	0.00762	0.00706	0.00151	0.09220	0.08543	0.01827	11.1	0.19590	15	.000218	70.5	343.6	101400	0.50
26D3	0.00701	0.00626	0.00051	0.08973	0.08013	0.00653	11.8	0.17639	16	.000184	73.5	346.6	101400	0.43
26D4	0.00687	0.00611	0.00000	0.07145	0.06354	0.00000	9.4	0.13499	14	.000161	76.5	349.6	101400	0.38
26D5	0.00800	0.00801	0.00000	0.06480	0.06488	0.00000	7.1	0.12968	16	.000135	81.0	354.1	101400	0.32
26D6	0.00696	0.00774	0.00039	0.04942	0.05495	0.00277	6.1	0.10714	14	.000128	87.0	360.1	101400	0.31
26D7	0.00651	0.00774	0.00070	0.04231	0.05031	0.00455	5.5	0.09717	15	.000108	92.0	365.1	101400	0.26
27D1	0.00609	0.00573	0.00288	0.09927	0.09340	0.04694	15.3	0.23961	15	.000266	71.5	344.6	101800	0.61
27D2	0.00811	0.00738	0.00237	0.08191	0.07454	0.02394	9.1	0.18039	14	.000215	74.0	347.1	101800	0.50
27D3	0.00841	0.00743	0.00132	0.07569	0.06687	0.01188	8.0	0.15444	15	.000172	77.5	350.6	101800	0.40
27D4	0.00849	0.00757	0.00080	0.06113	0.05450	0.00576	6.2	0.12139	15	.000135	79.0	352.1	101800	0.32
27D5	0.00820	0.00732	0.00023	0.04592	0.04099	0.00129	4.6	0.08820	15	.000098	83.5	356.6	101800	0.23
27D6	0.00767	0.00693	0.00022	0.02991	0.02703	0.00086	2.9	0.05780	15	.000064	90.0	363.1	101800	0.16
27D7	0.00806	0.00889	0.00000	0.01531	0.01689	0.00000	0.9	0.03220	15	.000036	92.5	365.6	101800	0.09

**BYLAE I (VERVOLG)****Databasis vir die berekening van dampnelheid (vervolg)**

lot	nt	nm	nw	n1	n2	n3	r	ntot	tyd n	temp	t	p	u	
28D1	0.00500	0.00473	0.00351	0.06900	0.06527	0.04844	12.8	0.18271	10	.000304	70.0	343.1	102200	0.69
28D2	0.00782	0.00710	0.00420	0.09619	0.08733	0.05166	11.3	0.23518	15	.000261	70.5	343.6	102200	0.59
28D3	0.01067	0.00935	0.00239	0.12057	0.10566	0.02701	10.3	0.25324	15	.000281	74.5	347.6	102200	0.65
28D4	0.00807	0.00708	0.00119	0.07586	0.06655	0.01119	8.4	0.15360	15	.000171	80.0	353.1	102200	0.40
28D5	0.00767	0.00695	0.00050	0.06213	0.05629	0.00405	7.1	0.12247	15	.000136	86.0	359.1	102200	0.32
28D6	0.00673	0.00653	0.00026	0.04778	0.04636	0.00185	6.1	0.09599	15	.000107	88.0	361.1	102200	0.26
29D1	0.00522	0.00514	0.00039	0.06264	0.06168	0.00468	11.0	0.12900	10	.000215	74.5	347.6	101900	0.50
29D2	0.00819	0.00773	0.00030	0.08354	0.07885	0.00306	9.2	0.16545	15	.000184	77.0	350.1	101900	0.43
29D3	0.00835	0.00758	0.00021	0.07097	0.06443	0.00179	7.5	0.13719	15	.000152	79.5	352.6	101900	0.36
29D4	0.00870	0.00793	0.00116	0.05568	0.05075	0.00742	5.4	0.11385	15	.000127	84.0	357.1	101900	0.30
30D1	0.00714	0.00675	0.00217	0.08425	0.07965	0.02561	10.8	0.18951	14	.000226	69.0	342.1	102200	0.51
30D2	0.00790	0.00717	0.00194	0.08295	0.07529	0.02037	9.5	0.17861	15	.000199	72.0	345.1	102200	0.45
30D3	0.00810	0.00701	0.00075	0.07371	0.06379	0.00682	8.1	0.14432	15	.000160	74.5	347.6	102200	0.37
30D4	0.00884	0.00772	0.00007	0.06365	0.05558	0.00050	6.2	0.11973	15	.000133	70.5	343.6	102200	0.30
30D5	0.00811	0.00760	0.00138	0.04947	0.04636	0.00842	5.1	0.10425	15	.000116	87.5	360.6	102200	0.28
30D6	0.00724	0.00724	0.00121	0.03620	0.03620	0.00605	4.0	0.07845	15	.000087	93.5	366.6	102200	0.21
30D7	0.00653	0.00925	0.00127	0.02286	0.03238	0.00445	2.5	0.05969	15	.000066	95.5	368.6	102200	0.16
31D1	0.00720	0.00678	0.00086	0.15336	0.14441	0.01832	20.3	0.31609	14	.000376	70.0	343.1	101500	0.86
31D2	0.00728	0.00664	0.00079	0.06770	0.06175	0.00735	8.3	0.13680	15	.000152	72.5	345.6	101500	0.35
31D3	0.00735	0.00650	0.00076	0.05072	0.04485	0.00524	5.9	0.10081	16	.000105	76.0	349.1	101500	0.24
31D4	0.00721	0.00648	0.00135	0.03245	0.02916	0.00608	3.5	0.06769	14	.000081	79.5	352.6	101500	0.19
31D5	0.00731	0.00686	0.00029	0.01462	0.01372	0.00058	1.0	0.02892	17	.000028	85.0	358.1	101500	0.07
31D6	0.00766	0.00742	0.00087	0.00843	0.00816	0.00096	0.1	0.01755	13	.000023	90.5	363.6	101500	0.05
31D7	0.00704	0.00883	0.00087	0.00774	0.00971	0.00096	0.1	0.01841	16	.000019	92.5	365.6	101500	0.05
32D1	0.01235	0.01247	0.00532	0.12597	0.12719	0.05426	9.2	0.30742	25	.000205	75.0	348.1	101800	0.47
32D2	0.01535	0.01359	0.00155	0.10592	0.09377	0.01069	5.9	0.21038	30	.000117	80.5	353.6	101800	0.27
32D3	0.01504	0.01336	0.00442	0.03910	0.03474	0.01149	1.6	0.08533	30	.000047	87.0	360.1	101800	0.11
33D1	0.01520	0.01367	0.00000	0.18544	0.16677	0.00000	11.2	0.35221	29	.000202	72.5	345.6	102500	0.46
33D2	0.01665	0.01502	0.00000	0.16650	0.15020	0.00000	9.0	0.31670	30	.000176	78.5	351.6	102500	0.41
33D3	0.01751	0.01692	0.00000	0.13833	0.13367	0.00000	6.9	0.27200	30	.000151	89.0	362.1	102500	0.36
33D4	0.00599	0.00852	0.00035	0.04672	0.06646	0.00273	6.8	0.11591	14	.000138	96.5	369.6	102500	0.34
34D1	0.01350	0.01462	0.00274	0.15795	0.17105	0.03206	10.7	0.36106	29	.000208	70.0	343.1	102200	0.47
34D2	0.01684	0.01490	0.00069	0.15998	0.14155	0.00656	8.5	0.30809	30	.000171	76.5	349.6	102200	0.40
34D3	0.01769	0.01687	0.00000	0.13621	0.12990	0.00000	6.7	0.26611	30	.000148	86.5	359.6	102200	0.35
34D4	0.00885	0.01247	0.00044	0.06726	0.09477	0.00334	6.6	0.16537	20	.000138	95.0	368.1	102200	0.34
35D1	0.01540	0.01788	0.00000	0.16016	0.18595	0.00000	9.4	0.34611	30	.000192	71.0	344.1	101500	0.44
35D2	0.01995	0.01793	0.00000	0.19351	0.17392	0.00000	8.7	0.36743	29	.000211	81.0	354.1	101500	0.50
36D1	0.01543	0.01400	0.00000	0.18207	0.16520	0.00000	10.8	0.34727	29	.000200	73.0	346.1	101600	0.46
36D2	0.01683	0.01583	0.00000	0.16325	0.15355	0.00000	8.7	0.31680	30	.000176	82.0	355.1	101600	0.42
36D3	0.01683	0.00563	0.00000	0.12623	0.04222	0.00000	6.5	0.16845	30	.000094	83.5	356.6	101600	0.22
37D1	0.01446	0.01617	0.00000	0.18509	0.20698	0.00000	11.8	0.39207	29	.000225	68.0	341.1	101900	0.51
37D2	0.01283	0.00294	0.01951	0.17962	0.04116	0.27314	13.0	0.49392	30	.000274	75.5	348.6	101900	0.64
37D3	0.01494	0.01423	0.00000	0.15986	0.15226	0.00000	9.7	0.31212	30	.000173	84.5	357.6	101900	0.41
37D4	0.01450	0.01830	0.00000	0.12470	0.15738	0.00000	7.6	0.28208	29	.000162	92.0	365.1	101900	0.39

# **BYLAE J**

## **BEDRYFSPROSEDURE** **VIR DIE HERWINNING VAN THF** **OP TUSSENSKAAL**

### **1. INLEIDING**

- 1.1 Hoewel die produkklassifikasie wat aan hierdie werkprogram gekoppel word dieselfde is as dié van die brisantstof HNS, moet daarop gelet word dat die afvalstroom in werklikheid bloot 'n oplosmiddelmengsel is wat met HNS besoedel is. Daar is analities vasgestel dat die brisantstofinhoud van die afvalstroom minder as 2 % (m/m) is.
- 1.2 'n Diagram wat die prosesvloei illustreer, verskyn in Bylae 1.

### **2. VOORSORGMATREËLS**

- 2.1 THF het 'n irriterende uitwerking op die oë en vel. Die dra van handskoene (plastiek- of rubbertipe) tydens die hantering van THF is verpligtend. As THF in die oë beland, moet daar onmiddellik van die beskikbare oogspoeltoerusting gebruik gemaak word.
- 2.2 Enige brand wat weens die aanwesigheid van THF ontstaan moet sonder versuim met droë chemikaleë of koolstofdiksied geblus word. Andersins moet die waterbrandblussisteam onmiddellik geaktiveer word.
- 2.3 Die handhawing van 'n stikstofatmosfeer in die toerusting tussen distillasies is verpligtend, aangesien die vorming van plofbare peroksiede hierdeur geïnhibeer sal word. Stabiliseerderoplossing moet om dieselfde rede tot die distillaat bygevoeg word.
- 2.4 Enige storting van chemikaleë wat tydens werksaamhede in die gebou mag plaasvind, moet onverwyld opgeruim word.
- 2.5 Instrumentasie moet met omsigtigheid gebruik word. Maksimum meetbereike mag nie oorskry word nie, aangesien toerusting hierdeur permanent beskadig kan word.

BYLAE J (VERVOLG)**3. VOORBEREIDING TOT DIE DISTILLASIE****3.1 Voorbereiding van stabiliseerderoplossing**

3.1.1 Die bereiding van stabiliseerderoplossing word in Bylae 2 beskryf.

3.1.2 Vul die stabiliseerdervat (VE 31) met maksimum 3 liter stabiliseerderoplossing.

3.1.3 Verseker dat klep 344 toe is en verplaas dan 250 ml stabiliseerderoplossing vanaf VE 31 na die distillaatvat (VE 32) deur klep 345 oop te maak.

3.1.4 Die stabiliseerderoplossing kan in VE 31 aan die einde van eksperimente behoue bly, mits die vat dig afgesluit word, sodat verdamping daaruit nie die konsentrasie van die oplossing sal beïnvloed nie.

**3.2 Voorbereiding van die voer**

3.2.1 Maak voerklep 343 oop en plaas 'n tregeter, wat met filtermateriaal uitgevoer is op die voervat (VE 30).

3.2.2 Vul laasgenoemde met maksimum 25 liter voer vanuit die plastiek voerhouer. Sluit voerklep 343.

**3.3 Aanskakeling van stikstof**

3.3.1 Vul die waterseëlbuis met water tot by die 1,5 meter-merk.

3.3.2 Bewerkstellig stikstofvloei deur die toerusting deur kleppe 335, PRV 01 en 334 oop te maak.

3.3.3 Die druk in die sisteem word op die kolomdrukmeter (PI 65) weergegee. Indien die lesing hier ongewens hoog is, moet die stikstoftoevoer aangepas word. Die maksimum toegelate kolomdruk is 25 kPa.

3.3.4 Spoel die toerusting op dié wyse met stikstof vir 'n periode van ongeveer 30 minute om sodoende alle suurstof te verplaas.

3.3.5 Na afloop van die 30 minuut-periode moet 'n hoeveelheid water uit die waterseëlbuis (mbv klep 346) gedreineer word sodat die vlak nou slegs tot by die 1 meter-merk strek.

3.3.6 Staak die stikstoftoevoer deur kleppe 334, PRV 01 en 335 toe te maak.

**3.4 Aanskakeling van verkoelingswater**

3.4.1 Verseker dat kleppe 340, 339 en 338 op die waterlyn oop is.

3.4.2 Bewerkstellig die vloei van verkoelingswater teen ongeveer 5,85 l/min deur die kondensator (HX 05), sowel as die distillaatvat (VE 32), deur klep 337 oop te maak.



**BYLAE J (VERVOLG)**

- 3.4.3 Die mate waartoe materiaal verkoel word, kan beheer word deur kleppe 338 en 339 te verstel. Die temperatuur (TIR 49) van die materiaal wat na die kolom teruggerefluks word moet net onder die kookpunt van die betrokke komponent wees, terwyl die materiaal wat na die distillaathouer verplaas word so na as moontlik aan kamertemperatuur moet wees.
- 3.4.2 Monitor die temperatuur (TI 44) van die water in die uitlaatlyn van HX 05 voortdurend. Indien die temperatuur styg, moet die toevoer (FI 01) van verkoelingswater verhoog word (mbv klep 338) om voorsiening te maak vir beter afkoeling van dampe.
- 3.5 **Verwarming van die voer**
- 3.5.1 Begin die stroomvloei deur stoomkleppe 362 en 341 oop te maak.
- 3.5.2 Dreineer die stroomlyn mbv kondensaatdreineerklep 342 totdat stoom by die kondensaatdreineerpunt waargeneem word. Sluit dan klep 342.
- 3.5.3 Laat stoom deur die mantel van voervat VE 30 vloei om die voer daarin te verwarm. Verwarm die voer onder volle refluxs (distillaatklep 344 gesluit).
- 3.5.4 Reguleer die stoomdruk mbv PRV 02 sodat 'n totale refluxstempo van maksimum 0,735 l/min gehandhaaf word.

**4. DISTILLASIE VAN DIE AFVALSTROOM**

- 4.1 Sodra ewewigskondisies in die kolom (DC 01) bereik is, moet distillaatklep 344 oopgemaak word, sodat distillaat teen ongeveer 4l/h afgetrek kan word. Die distillasietempo kan mbv die distillaatvloeiometer (FI 04) gemonitor word. Die refluxstempo kan mbv die refluxvloeiometer (FI 03) gemonitor word.
- 4.2 Die distillasie moet voortgesit word totdat die vlak van materiaal in die distillaatvat (VE 32) die 3 liter-merk gehaal het, waarna dreineringsklep 346 oopgemaak moet word om die distillaat na die plastiek distillaathouer te laat vloei.
- 4.3 Verplaas hierna weereens 250 ml stabiliseerderoplossing vanaf die stabiliseerdervat (VE 31) na die distillaatvat (VE 32) deur klep 345 oop te maak.
- 4.4 Versamel 'n verdere 2,750 liter distillaat voordat die resulterende mengsel weer na die distillaatdrom gedreineer word.
- 4.5 Herhaal aksies 4.3 en 4.4 totdat sowat 8 liter distillaat versamel is. Sluit distillaatklep 346.

**BYLAE J (VERVOLG)****5. AFSLUITINGSPROSEDURE**

- 5.1 Vul die water in die waterseëlbus aan tot op die 2 meter-merk.
- 5.2 Staak die stoomtoevoer deur stoomkleppe 341 en 362 toe te maak.
- 5.3 Bewerkstellig stikstofvloeï deur die toerusting deur kleppe 335, PRV 01 en 334 oop te maak.
- 5.4 Dreineer die distillaatvat (VE 32) volledig in die distilaathouer deur dreineringsklep 346 oop te maak.
- 5.5 Dreineer die distillaatlyn deur dreineringsklep 347 oop te maak.
- 5.6 Dreineer die voervat (VE 30) versigtig deur dreineringsklep 348 oop te maak.
- 5.7 Staak die stikstoftoevoer na sowat 30 minute deur kleppe 334, PRV 01 en 335 te sluit.
- 5.8 Staak die vloeï van verkoelingswater deur die kondensator (HX 05) en die distillaatvat deur klep 337 toe te maak.

**6. DIE NEEM EN ANALISE VAN MONSTERS**

Alle monsters wat tydens eksperimente geneem word, moet in digsluitende houers, wat duidelik geëtiketteer is, na die laboratorium versend word vir gaschromatografiese analises.

**7. AFVALSTROOMHANTERING**

Alle reste, oplosmiddels en afvalstroom wat nie as distillaat herwin kan word nie, moet by die brandgronde verbrand word.

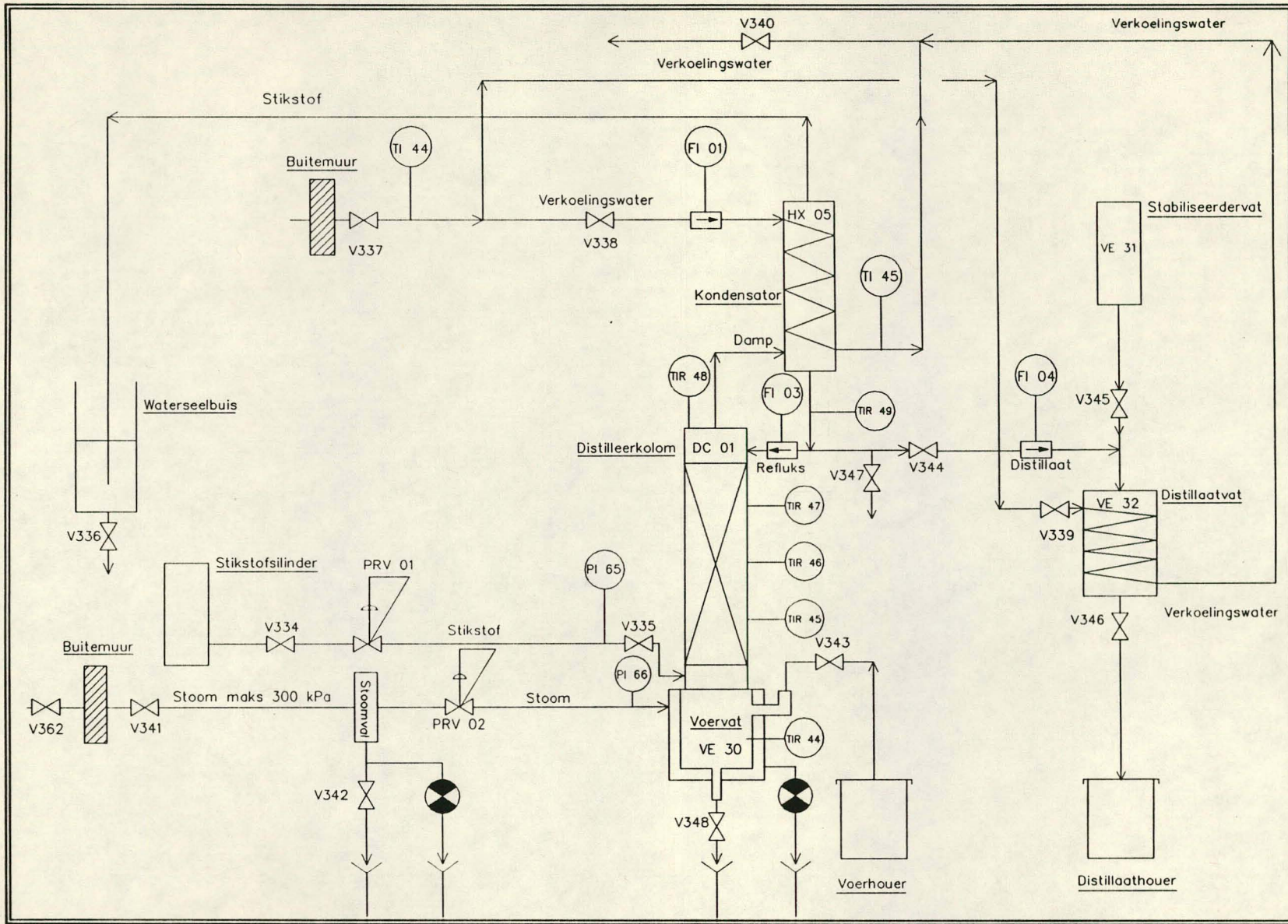
**8. DISTILLAATBERGING**

Alle distillate moet in digsluitende houers wat duidelik gemerk is, geberg word en in die aangrensende oplosmiddelstore vir moontlike hergebruik gestoor word.

**9. BYLAES**

1 Tussenskaal THF-herwinning: Prosesvloei-diagram

2 Die stabiliseerderoplossing



**Bylae 1: Tussenskaal THF-herwinning: Prosesvloeiagram**

**BYLAE 1 (VERVOLG)**

**BYLAE J (VERVOLG)****Bylae 2: Die stabiliseerderoplossing**

Die stabiliseerder wat algemeen gebruik word om peroksiedvorming in THF te inhibeer, is as butielhidroksitolueen of 2,6-di-terts-butiel-4-metielfenol (BHT) bekend. Dit is volledig oplosbaar in THF.

Vir stabilisering van THF-distillaat, word voorgestel dat 'n volume van 250 ml BHT-oplossing by 2,750 liter THF-distillaat gevoeg word. Aangesien BHT tydens die voorbereiding van die stabiliseerderoplossing in THF opgelos word, sal die totale volume THF uiteindelik 3 liter wees.

Die aangewese BHT-konsentrasie in THF is 0,025 % (m/m). Die volgende berekening is dus van toepassing:

BHT	:	THF
0,025 g	:	100 g
0,025 g	:	112,61 ml (Digtheid van THF = 0,888 g/ml)
$2,22 \times 10^{-4}$ g	:	1 ml
0,666 g	:	3 liter

Dus moet 'n massa van 0,666 g BHT-kristalle tydens die voorbereiding van die stabiliseerderoplossing in 250 ml THF opgelos word.