

De productie van zuiver, watervrij HCl

(Deel III)

In deel II werd de productie van 36% ig soutsuur beschreven, uitgaande van de elektrolyse gassen: waterstof en chloor.

In dit deel zal nu beschreven worden, hoe hieruit het zuivere en droge HCl verkregen wordt.

Mit de voorraadtank voor 36% ig suur wordt per uur 3127,3Kg suur omhooggepompt naar de stripper, nadat in een compressor de druk op 20 p.s.i.g (u 2½ atoe) is gebracht. (1) Om een constante belasting van de stripper te verkrijgen, passeert het suur eerst nog een met stoom verhitte voorwarmer, die er zorg voor draagt, dat het suur met constante temperatuur (30°C) de stripper binnentkomt. Dit wordt bereikt, door een mechanisme achter de voorwarmer, dat automatisch de stoomtoevoer regelt.

De voorwarmer is berekend voor het ongunstige geval, dat de temperatuur van het opgepompte suur 15°C bedraagt.

Ze is 20" lang, heeft een diameter van 3" en bevat 10 buisjes van $\frac{1}{2} - \frac{5}{8}$ ".

Het uitdrijven van het HCl-rije gas uit het 36% ig suur.

Dit geschiedt in de stripper, terwijl een met stoom verhitte reboiler zorg draagt voor de toevoer van de benodigde warmte.

Afmetingen van de stripper: hoogte 3,15 m.
diameter 0,5 m.

Ze is in Karbake uitgevoerd en is over een lengte van 3m opgevuld met $1\frac{1}{2}$ " Raschig-ringen, eveneens van Karbake.

Afmetingen van de reboiler: hoogte 2,8 m.
diameter 0,4 m.

Ze is in staal uitgevoerd en bevat 45 Karbake pijpen van

$1 - \frac{1}{4}$ " en een lengte van 2,65 m.

Verhitting geschiedt m.b.v. 50 p.s.i.g stoom, welke een temperatuur heeft van 298°F ($\approx 148^{\circ}\text{C}$) en waarvan per uur ruim 800 kg nodig is.

Het 36%ige zuur stroomt nu over de Raschig-ringen in de stripper naar beneden, waarbij een HCl-rijk gas wordt uitgedreven en een meer verdunnd zuur ($\approx 20\%$ -ig) onderaan de stripper verlaat.

In de grafiek, die bij het algemene deel is ingesloten, is te zien dat de samenstelling van dit zuur ^{die van} overeenstemt met het aanschopische mengsel, dat bij deze druk behoort.

De diameter van de stripper is zo gekozen dat de mogelijkheden van "flooding" en "loading" niet optreden.

Van de 3127,3 kg 36%ige zuur, die bovenaan de stripper binnenkomen worden 643 kg als gas uitgedreven, bestaande uit 632,3 kg HCl en 10,9 kg H_2O (dus 1,7 gew% H_2O , ofwel 3 vol%) en met een temperatuur van $160-170^{\circ}\text{F}$, terwijl 2484,1 kg zuur bestaande uit 496,8 kg HCl en 1987,3 kg H_2O met een temperatuur van $260-270^{\circ}\text{F}$ afgevoerd worden naar de Cascade koeler.

Droging van het natte HCl-gas

Het gas, dat boven uit de stripper komt moet nog slechts bevrijd worden van zijn laatske onzuiverheid: de 1,7 gew% water. Dit komt overeen met 10,9 kg H_2O per uur.

De droging geschiedt in 2 boven elkaar geplaatste Karbate condensors, beiden van 2,1 m hoogte en een diameter van 0,225 m., waarin zich 38 buizen bevinden van $\frac{3}{4} - 1$ " en een lengte van 2 m. In de bovenste condensor stroomt water door de pijpen, in de onderste pekel. Hiermede wordt een afkoeling bereikt tot $8-10^{\circ}\text{F}$. De waterdamp is dan praktisch volledig gecondenseerd, terwijl het gevormde water HCl heeft opgenomen tot een concentratie van $\approx 50\%$. Een deel hiervan wordt echter nog in de vorm van een fijne nevel door het gas meegesteld. Daarom passeert het gas tot slot nog een nevelafschieder, waarvan de verticale pijpen luchtbig met glasvlak zijn gevuld, welke pijpen uitwendig met pekel worden

gekoeld. Het geramenlijke condensaat vloeit af in een condensatortankje, van waaruit het periodiek wordt overgepompt naar de voorraadtank voor 36% ig zuur. Per uur is dit een hoeveelheid van 21,8 kg bestaande uit 10,9 kg HCl en 10,9 kg H_2O .

Het HCl dat aldus verkregen is, bevat nog slechts enkele tienden % inerte gassen, terwijl het watergehalte < 0,01 gew.% is. Een zuiverheid van 99,7 gew.% wordt zeer gemakkelijk bereikt. De productie hiervan per uur bedraagt 621,4 kg.

Hier wordt de pH bewaard

Vooraan in deel II werd vermeld dat per uur 626,3 kg HCl geproduceerd werden. 4,9 kg worden echter per uur in de vorm van 36% ig zuur (d.wz 13,4 kg 36% ig zuur) uit de voorraadtank verwijderd om te zorgen, dat het niveau hierin gelijk blijft.

Koeling van het 20%ige zuur.

Werkende Koeler?

Dit geschiedt in de Cascade koeler. Dese is van het zg "troubone"-type en is geheel in Karbake uitgevoerd. Hij bestaat uit 18 boven elkaar gelegen buizen van 2,75 m lengte en een diameter van $1\frac{1}{2}$ - 2". Over een lengte van 2,6 m. stroomt hierover per uur 1500 lb water ($\approx 680 \text{ kg}$) van 15°C . Hierin wordt aldus een afkoeling bereikt tot 20°C .

Hierachter zal een nauwkeurige berekening van dese koeler gegeven worden.

Het 20% ig zuur wordt na het verlaten van de koeler afgevoerd naar een met rubber beklede voorraadtank, die een lengte heeft van 3,35 m. en een diameter van 1,35 m. Haar inhoud bedraagt hiernede $\approx 4,8 \text{ m}^3$ waardoor zij een buffer levert van ≈ 2 uur.

Vanuit dese tank wordt het zuur na ontspanning tot 1 atm. opgepompt naar de restgaswater om wederom als absorbens te dienen voor nieuwe hoeveelheden HCl.

4.

Nauwkeurige berekening van de Cascade koeler

Warmtebalans

Invoer	kcal/kg	Afvoer	kcal/kg
2484,1 kg 20% ig suur van 130°C à 103 kcal/kg	256.000	2484,1 kg 20% ig suur van 20°C à 21,65 kcal/kg	54.000
		Af te voeren warmte	202.000
	256.000		256.000

De overall-coefficient voor deze warmte-overdracht ligt tussen 150 - 300 BTU/h sqft °F. (Terry bl.481) (2)

De buizen hebben een inwendige diameter van 1½"

Per uur stroomt hierdoor 2484 kg 20% ig suur (sg bij 18°C is ~1,1)

ofwel $\frac{2484}{1,1}$ liter. Dit is per sec. $\frac{2484 \times 1000}{1,1 \times 3600} = 626 \text{ cc/sec.}$

Opp. doorsnee: $\frac{1}{4} \times \frac{22}{7} \times \frac{9}{4} \times (2,54)^2 = 11,4 \text{ cm}^2 \rightarrow \text{Gem. zuur snelheid: } 55 \text{ cm/sec}$

Bij 20°C wordt dus het Reynoldsgetal Re:

$$Re = \frac{\rho \cdot V \cdot d_i}{\eta} = \frac{1,1 \times 55 \times 3,81}{0,014} \approx 16400$$

Bij 130°C:

$$Re = \frac{1,04 \times 55 \times 3,81}{0,0032} \approx 68100$$

De stroming zal dus zeer sterk turbulent zijn en de warmte-overdracht dus zeer goed.

De formule ter berekening van de warmte-overdrachtscoëfficiënt a' , die voor dit geval toepast kan worden, luidt:

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

$$\text{ofwel: } \frac{a' d_i}{\lambda} = 0,027 \left(\frac{\rho \cdot V \cdot d_i}{\eta} \right)^{0,8} \cdot \left(\frac{C_p \cdot \eta}{\lambda} \right)^{1/3}$$

waarin: d_i = binnendiameter van de buis.

λ = warmtegeleidingsvermogen van het suur

ρ = dichtheid van het zuur

\bar{v} = gemiddeld snelheid van het zuur

η = kinematische viscositeit van het zuur

C_p = soortelijke warmte van het zuur

Waarden?

De stofconstanten die in deze formule voorkomen moeten allen genomen worden bij de temperatuur van de filmlaag. Deze is het rekenkundig gemiddelde tussen wandtemp en zuurtemperatuur.

De berekening van de warmteoverdrachtscoefficient α'' voor de waterfilm die over de buizen stroomt is niet mogelijk omdat nauwkeurige formules hiervoor ontbreken. Slechts Mc Adams, Drew en Baes(4) geven de volgende benaderingsformules, geldend in geval van laminaire stroming: (zie ook: Perry, bl 474)

$$\alpha'' = 150 \left(\frac{\Gamma}{d_o'} \right)^{1/3} \quad \text{voor } \Gamma \text{ waarden} \\ \text{tussen } 100 \text{ en } 1000 \text{ lb/hr ft}$$

waarin

Γ = hoeveelheid water, die per uur, per ft pijplengte langs één kant van de pijp naar beneden stroomt
dimensie: lb/hr ft

d_o' = buitenste diameter van de pijp in inches

Dat deze formule slechts een ruwe benadering geeft, is duidelijk. De viscositeit bijvoorbeeld is niet in de formule te vinden. Ook het temperatuurtraject waarbinnen de formule geldig is, wordt niet opgegeven. Bij gebrek aan een betere formule, werd deze echter toch bij de berekening gebruikt.

Uit de bovenstaande formule blijkt dat de warmteoverdracht afneemt als de diameter groter wordt.

Om de koeler zo klein mogelijk te houden werd Γ zo hoog mogelijk gekozen. Ditzelfde mag echter weer niet zo hoog gekozen worden, dat "kortslijting" optreedt, d.w.z. dat een deel van het water niet meer de ronding van de pijpen volgt, maar er bij de grootste diameter afvalt. Een deel van het water doet dan niet meer mee aan de warmteuitwisseling en een berekening wordt daarmee onmogelijk. Bij bovenstaande formule staat als uiterste begrenzing van de hoeveelheid koelwater opgegeven: $\Gamma = 1000$, echter Adams, Broughton & Conn(5) vermelden dat bij waarden voor Γ boven 750 een storend spetteren begint op te treden. Daarom werd ook hier voor Γ de waarde 750 genomen. Over de hele pijplengte van 9 ft stroomt dus maar beneden:

6.

$$\frac{9 \times 750 \times 2}{2,205} = 6120 \text{ kg H}_2\text{O. met begin temperatuur van } 15^\circ\text{C}$$

Nemen we voorts aan, dat alle warmte, die door het rum wordt afgestaan door het koelwater wordt opgenomen, m.a.w. sluiten we uit warmteverlies door straling en convec tie, alsmede een eventuele, gedeeltelijke verdamping van het koelwater, dan arriveert het koelwater beneden met een temperatuur t , die te vinden is uit de volgende vergelijking:

$$6120 (t - 15) = 202.000 \rightarrow t = 48^\circ\text{C} (118.4^\circ\text{F})$$

Verdamping van koelwater zal bij deze temperatuur nog slecht in geringe mate optreden, zodat de verwaarlozing hiervan geen grote fout zal veroorzaken.

Dat de stroming van het water over de pijpen laminair is, blijkt uit de volgende berekening:

$$Re = \frac{\rho v d_i}{\eta} \text{ moet kleiner zijn dan 2100.}$$

Dese voorwaarde gaat ook op van het onderhavige geval mits i.p.v. d_i de 20 hydraulische diameter wordt ingevuld. Dese is voor een vallende film gelijk aan $4 \times$ de laagdikte δ . (3) Voorts is $\rho \times v \times \delta$ juist gelijk aan T wanneer tenminste bij elkaar passende eenheden gebruikt worden.

$$\text{Het Re-getal wordt dan dus: } Re = \frac{4T}{\eta}$$

Vullen we hierin van T de waarde 750 in en van η de viscositeit van het koelwater bij de hoogste temperatuur, nl bij 48°C (zie Perry: bl 373) dan krijgen we:

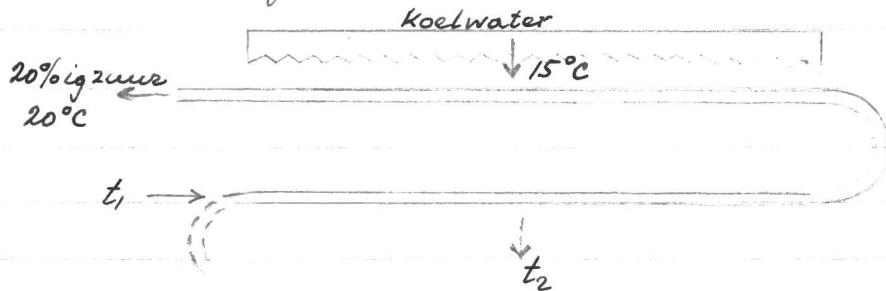
$$Re = \frac{4 \times 750}{2,42 \times 0,62} = 2000$$

De eigenlijke doorrekening van de koeler werd nu a.v. uitgevoerd:

De koeler werd ondersplitst in secties van 2 boven elkaar gelegene pijpen in verband met het feit, dat voor een dergelijke koelersectie een formule voor de warmteoverdracht bekend was van de volgende vorm:

$$Q = U_m \times A \times \gamma \Delta t_{lm}$$

waarin γ een correctiefactor op het logaritmisch temperatuurmiddel voorstelt, af te lezen in een grafiek, die door Bowman, Müller en Nuss (6) opgesteld is, en welke grafiek ook in Perry's Handbook (3de editie - p. 406) is opgenomen.



De berekening werd boven aan de koeler begonnen, omdat begin temperatuur van het koelwater en eindtemperatuur van het 20%ige zuur bekend zijn.

Voor de breedte van de koelwatersstrook was de in de industrie gebruikelijke afmeting van 9 ft genomen, zodat bij de bekende binnendiameter van de pijpen van $1\frac{1}{2}\text{ "}$ het warmte uitwisselend oppervlak vastgelegd was; nl.:

$$A = 2 \times \frac{\pi}{4} \times \frac{1}{8} \times 9 = 7,08 \text{ ft}^2$$

De berekenning van de 1^e sectie werd nu a.v. uitgevoerd:

1) De instroomtemperatuur t_1 van het zuur werd aangenomen waarna de uitstroomtemperatuur t_2 van het koelwater kon worden berekend met behulp van de vergelijking:

$$C_p w_z \times s.w.z \times (t_1 - 20) = C_p w_w \times s.w.w \times (t_2 - 15)$$

waarin de index z wijst op het zuur en w op het water.

2) Daarna was Δt_{lm} te berekenen m.b.v. de formule:

$$\Delta t_{lm} = \frac{\Delta t_2 - \Delta t_1}{2.3 \log \frac{\Delta t_2}{\Delta t_1}}$$

alsook γ te vinden uit bovenstaande grafiek.

3) Daarna kon U_m berekend worden door α' te berekenen bij de over de sectie gemiddelde zuurfilmtemperatuur en daaropvolgende toepassing van de formule:

$$\frac{1}{U_m} = \frac{1}{\alpha'} + \frac{d}{\lambda} + \frac{1}{\alpha''}$$

waarin: d = dikte van de karbatenwand ($\frac{1}{2}$ ")

en λ = warmtegeleidingscoëfficiënt van karbaten
($85 \text{ BTU/h ft}^2 \text{ F}^{-1}$)

Hierbij werden de beide warmteverstanden d/λ en $\frac{1}{\alpha''}$ betrachten op hetzelfde oppervlak als $\frac{1}{\alpha'}$ dus. op het binnenvlak, omdat de weerstand in de suurfilm het grootst bleek te zijn.

4) Hierna kon dan Q berekend worden m.b.v. de formule:

$$Q = U \times A \times \gamma \Delta t_{\text{lm}}$$

en deze Q moet dan gelijk zijn aan:

$$\text{Gew}_2 \times s.w._2 \times (t_1 - 20)$$

Werd hierbij niet dezelfde t_1 gevonden, als die welke in het begin was aangenomen dan was de aanname verkeerd geweest en moest een nieuwe waarde worden aangenomen.

Bij de berekening van de 2de sectie gouden dan t_1 en t_2 als begin temperatuuren en werd de onbekende suurtemperatuur t_3 gesteld. De uitstroomtemperatuur t_4 van het koelwater kon daarna weer berekend worden, etc.

Hiermede werd zo lang doorgegaan tot dat de temperatuur van het in de koeler binnentredende suur (130°C) bereikt was. Optelling van het aantal secties leverde dan het totaal benodigde koeloppervlak.

Berekeningen

1e Sectie

$$\downarrow 15^\circ\text{C} = 59^\circ\text{F}$$

$$\rightarrow 20^\circ\text{C} = 68^\circ\text{F}$$

$$\leftarrow t_1$$

$$\downarrow t_2$$

$$\text{Stel } t_1 = 22,3^\circ\text{C} = 72,14^\circ\text{F}.$$

$$\rightarrow 2484 \times 2,3 \times 0,715 = 6120 \times 1 \times (t_2 - 15)$$

9.

$$\rightarrow t_2 = 15.66 {}^\circ\text{C} = 60.20 {}^\circ\text{F}.$$

$$\rightarrow \Delta t_{lm} = \frac{11.94 - 9}{2.3 \times \log \frac{11.94}{9}} = \frac{2.94}{0.282} = 10.43$$

De correctiefactor γ blijkt van dit geval = 1 te zijn.

Berekening U_m :

Daarvan α' te berekenen bij $t_f = 19 {}^\circ\text{C}$.

$$d_i = 3,81 \text{ cm}$$

$$\bar{v} = 55 \text{ cm/sec.}$$

$$\lambda = 0,290 \frac{\text{BTU}/\text{hr ft}^2 \text{ F}}{\text{ft}} \quad (\text{extrapolatie van gescreven uit crit tables 5, 279})$$

$$= 0,0012 \frac{\text{cal/sec cm}^2 \text{ C}}{\text{cm}} \quad (\text{crit tables 5, 279})$$

$$\rho = 1.099 \text{ g/cc} \quad (\text{Perry tabel 78, bl 179})$$

$$\eta = 0.0144 \text{ poises} \quad (\text{ " fig 19, bl 373})$$

$$c_p = 0,71 \frac{\text{cal}/\text{C.gr}}{\text{C}} \quad (\text{ " tabel 178, bl 234})$$

Dese waarden ingevuld in de formule op bl 4 geeft:

$$\alpha' = 0,027 \frac{0.0012}{3,81} \left(\frac{3,81 \times 55,0 \times 1.099}{0,0144} \right)^{0,8} \left(\frac{0,71 \times 0,0144}{0,0012} \right)^{1/3}$$

$$\rightarrow \alpha' = \underline{295} \frac{\text{BTU}}{\text{hr ft}^2 \text{ F}}$$

α'' kan berekend worden m.b.v. de formule: $\alpha'' = 150 \left(\frac{17}{d_o} \right)^{1/3}$

Dit geeft: $\alpha'' = 150 \left(\frac{750}{2} \right)^{1/3} = 1080$ Dese waarde is berekent op het binnenoevervlak van de pijp. Ongerekend op het binnenoevervlak krijgen we:

$$\alpha'' = \frac{4}{3} \times 1080 = \underline{\underline{1440}} \frac{\text{BTU}}{\text{hr ft}^2 \text{ F}}$$

Voor de warmteoverdracht door de karbate wand krijgen we:

$$\frac{\lambda}{d} = \frac{0.5}{124} = 2040 \frac{\text{BTU}}{\text{hr ft}^2 \text{ F}}$$

Dese waarde 2040 geldt voor $A_{gem} = \frac{A_0 - A_i}{2.3 \log \frac{A_0}{A_i}} = 1,16 A_i$

waarin A_i = binnenoevervlak πd pijp

A_0 = binnenoevervlak ..

Ongerekend op het binnenoevervlak krijgen we dus

$$\frac{\lambda}{d} = 2040 \times 1.16 = \underline{\underline{2366}}$$

10.

U_m kan nu berekend worden uit: $\frac{1}{U_m} = \frac{1}{d'} + \frac{\lambda}{\Delta t_{lm}} + \frac{1}{d''}$

Dit levert: $\frac{1}{U_m} = \frac{1}{295} + \frac{1}{2366} + \frac{1}{1440} \rightarrow U_m = 222$

Nu is: $Q = U_m \times A \times y \Delta t_{lm}$. Vullen we hierin de bovenstaande waarden in, dan krijgen we:

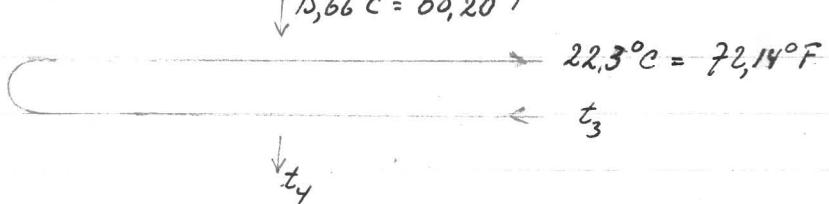
$$Q = 222 \times 7,08 \times 10,43 = 16392 \text{ BTU/h}$$

Dese waarde van Q moet nu gelijk zijn aan: $G_{aw_2} \times s.w_2 \times (t_i - 20)$

$$\rightarrow \frac{16392}{4} = 2484 \times 0,71 \times (t_i - 20) \rightarrow t_i = 22,32^\circ C$$

Voor t_i was aangenomen een waarde van $22,3^\circ C$. Dit komt zeer goed overeen met de berekende temperatuur, maw. de aannname is juist geweest.

2de Sectie:



$$\text{Stel } t_3 = 25,4^\circ C = 77,72^\circ F.$$

$$2484 \times 3,1 \times 0,71 = 6120 \times 1 \times (t_y - 15,66)$$

$$\rightarrow t_y = 16,55^\circ C = 61,79^\circ F$$

$$\rightarrow \Delta t_{lm} = \frac{15,93 - 11,94}{2,3 \times \log \frac{15,93}{11,94}} = \frac{3,99}{0,288} = 13,86^\circ F$$

De correctiefactor y blijkt weer weg te vallen ($y = 1,0$)

Berekening U_m

Daar hoe d' te berekenen bij $t_p = 21,0^\circ C$
 α'' en $\frac{\lambda}{d}$ blijven van iedere sectie hetzelfde.

$$d_i = 8,81 \text{ cm}$$

$$\rho = 1,095 \text{ g/cc}$$

$$\bar{V} = 55 \text{ cm/sec}$$

$$\eta = 0,014 \text{ poises}$$

$$\lambda = 0,292 \text{ BTU/h ft}^2 \text{ of ft}$$

$$c_p = 0,71 \text{ cal/g.}^\circ C$$

$$= 0,0012 \text{ cal/sec cm}^2 \text{ }^\circ C / \text{cm}$$

Dese waarden weer ingevuld in de formule van bl 4 levert:

$$\alpha' = 0.027 \frac{0.0012}{3.81} \left(\frac{3.81 \times 55,0 \times 1.095}{0.014} \right)^{0,8} \left(\frac{0,71 \times 0.014}{0.0012} \right)^{1/3}$$

$$\rightarrow \alpha' = 300 \text{ BTU/h ft}^2 \text{ of}$$

Maar kan dan weer berekend worden uit:

$$\frac{1}{U_m} = \frac{1}{300} + \frac{1}{2366} + \frac{1}{1440} \rightarrow U_m = 225 \text{ BTU/h ft}^2 \text{ of}$$

De hoeveelheid warmte die in deze sectie wordt uitgewisseld is dus:

$$Q = 225 \times 7,08 \times 13.86 = 22080 \text{ BTU/h}$$

Dese waarde (gedeeld door 4 om het aantal kcal te krijgen) moet weer overeenkomen met: $\text{Gew}_2 \times s.w_2 \times (t_3 - 22,3)$

$$\text{ofwel } \frac{22080}{4} = 2484 \times 0,71 \times (t_3 - 22,3)$$

$$\rightarrow t_3 = 25,43^\circ\text{C}$$

Aangenomen was: $t_3 = 25,4^\circ\text{C}$ dit klopt dus weer goed.

De overige secties worden op precies dergelijke wijze behandeld en daarom wordt hier volstaan met een tabel die de voornaamste resultaten bevat:

	U_m BTU/h ft ² of	Q BTU/h	t_2 °C	t_w °C
3 ^e sectie	230	30210	29,4	17,8
4 ^e sectie	236	44680	36,0	19,6
5 ^e sectie	244	64200	45,0	22,2
6 ^e sectie	256	94560	58,0	26,1
7 ^e sectie	274	136120	76,0	31,7
8 ^e sectie	300	207720	102,0	40,2

Waarin t_2 = temperatuur van het in de sectie stredende vuur

t_w = temperatuur van het koelwater bij verlaten van de sectie.

De 9^e sectie is niet meer berekend omdat uit de verkregen resultaten reeds duidelijk blijkt, dat deze 9^e sectie ruimschoots voldoende is, om de nog resterende hoeveelheid warmte af te voeren.

In totaal moet afgevoerd worden: 808.000 BTU/hr

In de 8 bovenste secties wordt afgevoerd: 615.960. "

Blijft dus nog over een hoeveelheid van 192.040 BTU die per uur nog moet worden afgevoerd. Uit de tabel is echter duidelijk af te lezen dat de hoeveelheid warmte, die per sectie uitgewisseld wordt naar beneden toe groter wordt (vanwege het groeiende temperatuurverschil). De 8^e sectie verwerkt echter reeds ruim 207.000 BTU/hr.

De berekening wijst dus uit dat 18 buizen boven elkaar van boven genoemde afmetingen nodig en voldoende zijn om het 20%-ige deel van 130°C tot 20°C af te koelen bij gebruik van de aangegeven hoeveelheid koelwater van 15°C.

Geraadpleegde literatuur

1. C. C. Brumbaugh, A.B. Tilman, R.C. Luther } Ind Eng. Chem. 41, 2165-67 (1949)
2. J. H. Perry Chemical Engineers' Handbook, 3rd ed. (1950)
3. H. Kramers Collegedictaat Fysische Werkwijzen I.
4. W. H. Mc Adams, F. B. Drew, G. S. Bayes } Trans. Am. Soc. Mech. Engrs. 62, 627, (1940)
5. F. W. Adams, G. Broughton, A. H. Coms } Ind Eng. Chem. 28, 537-541, (1936)
6. R.A. Bowman, A.C. Mueller, W. M. Nagle } Trans. Am. Soc. Mech. Engrs. 62, 283, (1940)

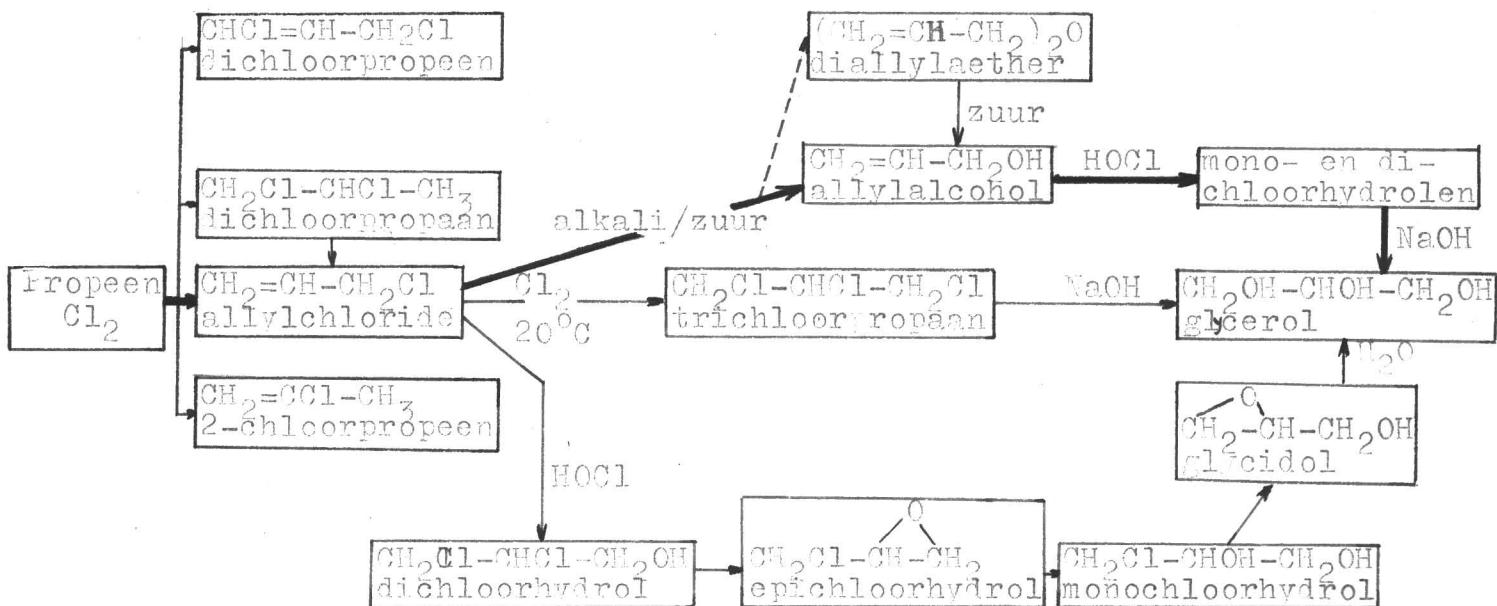
Nadere bespreking van de gevulde methode: Zoals we al aangaven onder het hoofd bereidingswijzen is de eerste stap bij de

synthese van glycerol de bereiding van allylchloride uit propeen en chloor bij $\pm 500^{\circ}\text{C}$. Hierbij ontstaat, naast bijproducten, als hoofdproduct allylchloride.

Het allylchloride kan nu langs verschillende wegen omgezet worden in glycerol. We noemen:

- a) behandeling met chloor bij 20°C . Het gevormde trichloorpropaan kan door verzepen met NaOH omgezet worden in glycerol.
- b) omzetten met loog of met $\text{HCl} + \text{Cu}_2\text{Cl}_2$ (als katalysator) in allylalcohol. Hierbij ontstaat als voornaamste bijproduct diallylaether, dat met zuur omgezet kan worden in allylalcohol. Het allylalcohol kan met HOCl omgezet worden in een mengsel van $\text{CH}_2\text{OH}-\text{CHCl}-\text{CH}_2\text{OH}$ en $\text{CH}_2\text{Cl}-\text{CHOH}-\text{CH}_2\text{OH}$, welk mengsel met NaOH glycerol geeft.
- c) Behandelen met HOCl waarbij $\text{CH}_2\text{Cl}-\text{CHCl}-\text{CH}_2\text{OH}$ gevormd wordt, dat met NaOH of met $\text{Ca}(\text{OH})_2$ omgezet kan worden in epichloorhydrol. Behandeling hiervan met water geeft $\text{CH}_2\text{Cl}-\text{CHOH}-\text{CH}_2\text{OH}$, dat na reactie met NaOH en H_2O glycerol geeft. Het is ook mogelijk het glyceroldichloorhydrol, het epichloorhydrol en het glycerolmonochoorhydrol met NaOH om te zetten in glycerol.

Een overzicht van deze methoden volgt hieronder:



Wat a) aangaat het volgende:

de verdere chlorering van allylchloride tot trichloorpropaan verloopt vlot, in tegenstelling met de verzeping van dit product tot glycerol. Volgens Goldstein(1) is de oorzaak hiervan dat bij de verzeping primair het 2-chloorallylalcohol ontstaat dat bestendig is tegen een verdere hydrolyse.



Het rendement van de verzeping is dan ook slecht en deze methode om glycerol te maken uit allylchloride is dan ook niet aanbevelenswaardig.

Wat de methode c) aangaat:

De chloorhydrering van allylchloride gaat moeilijk, omdat allylchloride slecht in water oplost. En men voert de reactie uit in waterig milieu om de vorming van ongewenste bijproducten tot een minimum te beperken. Bovendien moet contact tussen gasvormig chloor en niet gereageerd hebbend allylchloride vermeden worden, daar het chloor bij voorkeur niet in de waterfase oplost, wat dus weer aanleiding geeft tot ongewenste producten.

Naar Williams(2) mededeelt is het evenwel wel gelukt om deze stap met goed rendement te realiseren.

De literatuur hierover is echter uitermate beperkt.

Het glyceroldichloorhydrol kan met gebruikmaking van NaOH of het goedkopere calciumhydroxyde omgezet worden in epichloorhydrol, dat langs verschillende wegen en met goede rendementen omgezet kan worden tot het beoogde eindproduct.

De methode is dus wel controverseel, maar er zijn 2 nadelen: de chloorhydrering verloopt moeilijk en de literatuur over deze methode is schaars.

Er is dus reden om onze aandacht te schenken aan de methode b) en hierover het volgende:

deze methode wordt vrij nauwkeurig in de literatuur beschreven en de gegevens die men hieruit kan putten vormen een alleszins rede-lijke basis voor het ontwerpen van een fabrieksschema.

Als voordelen van deze methode kunnen nog genoemd worden:

de vlotte vorming van allylalcohol en de, in tegenstelling met allylchloride, vlotte chloorrhivering hiervan.

Weliswaar zijn we nu wel steeds gebonden aan het gebruik van het relatief dure NaOH (een nadecel) maar daar staat tegenover dat het geheel minder gevoelig wordt voor marktinvloeden.

Het allylalcohol zelf kan een belangrijk product zijn en we noemen in dit verband het gebruik van deze stof in methylchloride als indicator tegen lekken in het koelsysteem, als salicylaat en malonaat in parfums, als caproaat in essences (ananas), als oplosmiddel en als tussenstof voor de bereiding van andere stoffen dan glycerol.

Besloten werd dan ook om de weg via allylalcohol te volgen, welke weg in het overzicht op pag V met dikke lijnen is aangegeven.

Flowsheets hiervan vindt men oa in Williams(2) en Hightower(3)

Deze laatste geeft ook foto's van de fabriek te Houston (USA). Verdere gegevens kan men vinden in de literatuur gegeven bij de methode 15 op pag. III.

Aan de hand van deze flowsheets en gegevens hebben we een schema gemaakt en hierbij (in overleg met de heer Oosterweeghel en in onder-leg) de volgende taakverdeling aangehouden:

propeen → allylchloride

H. Vierdag

allylalcohol → glycerol

P. L. Slevén

allylchloride → allylalcohol

ontwerp flowsheet en benaderde

berekeningen: gezamenlijk.

tekenwerk en berekening distil-
latiekolom: P. L. Slevén.

- Literatuur :
- 1) Goldstein: The Petroleum Chem. Industries, London 1950
 - 2) Williams: Chem. and Met. Eng. 47, 834 (1940)
 - 3) Hightower: Chem. Eng. September 1948, 96
ibid October 1948, 97 en 134

Fabricage van glycerol uit allylchloride

Bij de besprekings hiervan zullen we ons houden aan de indeling genoemd op pag. VI, dwz we zullen dit onderdeel verdelen in de bereiding van allylalcohol uit allylchloride en de bereiding van glycerol uit allylalcohol.

Elk onderdeel zullen we weer als volgt behandelen:

- besprekking der verschillende reacties en de daarmee samenhangende uitvoeringsvormen.
- overzicht van het fabricageschema en een beschrijving hiervan.
- besprekking van de materieelbalans der verschillende toestellen.
- berekening van een onderdeel der fabriek.

A) Allylchloride-allylalcohol

a) De omzetting van allylchloride in allylalcohol komt neer op de vervanging van een Cl atoom door een OH groep. Een vervanging die men kan bewerkstelligen zowel in zuur als alkalisch milieu. In het ene geval gebruikt men HCl met als katalysator cuprochloride, in het andere geval gebruikt men of NaOH of Na_2CO_3 .

De hydrolyse in zuur milieu verloopt bij lagere temperatuur, maar daar staat tegenover dat de rendementen ongunstig afsteken bij die verkregen in alkalisch milieu.

Zo geeft Williams(1) de volgende cijfers:

Zuur milieu allylchloride	85%	alkalisch milieu	94.7%
all-laether	9%		1.6%
verliezen	6%		3.7%
temperatuur	80°C		150°C

H.B. Rendementen berekend op allylchloride.

De hydrolyse met zuur vindt plaats met $2.86 \text{ HCl} + 0.26 \text{ Cu}_2\text{Cl}_2$ de hydrolyse met alkali met 12% Na_2CO_3 .

We hebben, afgaande op deze cijfers, hydrolyse in alkalisch milieu de voorkeur gegeven.

De hydrolyse met soda heeft de beste resultaten, een verschil dat voortkomt uit het verschil in p_{H} tussen soda en NaOH.

Aan het gebruik van soda is eventueel een groot nadeel verbonden: waarneer het ontwikkelde CO_2 niet wordt afgeblazen kunnen

zeer hoge drukken optreden, met alle gevolgen vandien. Wordt het koolzuur wel afgeblazen van tijd tot tijd dan neemt het vluchttig materiaal moe (allylchloride en allylalcohol in de eerste plaats) het geen verlies betekent. Bovendien stijgt de p_{H} wanneer CO_2 ontwijkt. Het gebruik van soda is daarom niet aan te bevelen, waarbij nog komt dat bij gebruik van NaOH eveneens uitstekende rendementen verkregen kunnen worden.

Het rendement aan allylalcohol hangt zowel af van de concentratie, als van de temperatuur, als van de p_{H} der oplossing.

Betrekkelijk heeft Williams aan dat een temperatuur van 150°C

Willekeurig

gekozen is, welke temperatuur eenvoudig bereikt kan worden en die geen aanleiding geeft tot te hoge drukken.

Wat de concentratie aangaat is de situatie gecompliceerder: volgens Williams(1) geeft een hogere concentratie aan NaOH meer diallaether als bijproduct, bovendien treedt een groter deel van het allylchloride niet in reactie. Zo bezien is een verdunne oplossing te prefereren, ware het niet dat dan de winning der allylalcohol moeilijker en tijdrovender is.

Hoe verdunder de NaOH oplossing, hoe groter de reactiesnelheid maar des te kleiner de productie per volumeenheid.

Men moet dus een middenweg bewandelen en Williams(1) geeft aan dat een 5% NaOH bij de genoemde temperatuur en een reactietijd van 20 minuten de beste resultaten geeft. Bij deze concentratie wordt bovendien weinig diallaether gevormd, waarvan de hoeveelheid eveneens van de alkaliteit afhangt.

Wat de winning van de allylalkohol betreft:

na de hydrolyse hebben we verkregen een oplossing van allylalcohol in water, samen met NaCl, NaOH, diallaether en allylchloride.

Dit mengsel wordt afgekoeld. Het systeem ontmenigt zich en hierbij ontstaan 2 lagen: een bovenlaag (met praktisch alle aether) en een onderlaag (met praktisch alle allylalcohol).

De onderlaag wordt nu aan batch distillatie onderworpen waarbij eerst een ternaire azeotroop over de top komt (allylalcohol-diallylaether-water) en vervolgens de binaire azeotroop allylalcohol-water (zie ook bij de materieelbalans en bij de berekening). Op deze eenvoudige manier hebben we dus bereikt dat bij de distillatie een waterige allylalcohol oplossing opgevangen kan worden waarbij de aanwezige diallylaether (dank zij de scheiding van het mengsel verkregen bij de hydrolyse) niet stoort.

Weliswaar is dus de allylalcohol niet 100%ig, maar dit is voor de verdere synthese ook niet nodig.

Zou men toch een watervrije allylalcohol wensen (in verband met hetgeen we schreven over het gebruik van allylalcohol) dan kan men dit bereiden door een azeotropische distillatie, waarbij het gebruik van diallylaether als toe te voegen component voor de hand ligt. Deze diallylaether wordt bij het proces zelf verkregen en is vorhanden in de bovenlaag.

Men kan ook gebruik maken van benzene (Williams(2)) of van trichlooraethyleen (Hands en Norman(3)).

- b) Allylchloride van de allylchloridefabricage gaat via een stalen tank, voorzien van een niveaumeter, naar een van de 2 reactoren. 5% NaOH uit een van de 2 roestvrije stalen tanks wordt door een hoge druk pomp via een voorwarmer (uitgangstemperatuur 150°C) gepompt naar een van de 2 reactoren. Uiteraard kan men ook de reagentia koud in de reactor brengen en dan opwarmen. Dit brengt evenwel een zware constructie van deze reactoren mee.

De gang van zaken is nu zo:

de benodigde hh allylchloride (zie bij de materieelbalans) wordt in een van de twee reactoren gebracht, waarna de benodigde hh NaOH wordt bijgepompt. Bevat de reactor de juiste hoeveelheid dan slaat de hoge druk pomp af daar de pompaandrijving gekoppeld is aan de niveauregelaars op de reactoren. Deze reactoren zijn verder voorzien van een roerwerk, druk en temperatuurmeters, stoomverwarming en koelspiraal. Het materiaal is Cr-Ni staal met iets C, Mn en Si. In de reactor blijft het mengsel, als voren beschreven, gedurende 20 minuten bij een temperatuur van 150°C en een druk van 15 atm. In deze 20 minuten wordt de andere reactor gevuld. Na 20 minuten wordt de eerste reactor afgelaten en de inhoud komt via een koeler van hetzelfde materiaal als de reactor in de scheider, waar een bovenlaag en een onderlaag wordt verkregen. In de bovenlaag zit praktisch alle diallylaether, in de onderlaag de allylalcohol. Deze onderlaag gaat via een roestvrij stalen tank (voorzien van een niveau wijzer) naar de ketel van de distillatiekolom.

In deze tank worden portie's van 2 uur verzameld (dus 6 reactor-vullingen). Na 2 uur wordt de tank leeggepompt en begint een nieuwe cyclus van 2 hr.

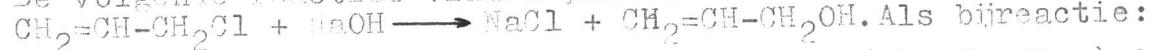
De stoomverwarming in de destillatieketel is zodanig dat deze 2 uurs portie in 45 min. op kooktemperatuur gebracht kan worden, terwijl de distillatiekolom erop berekend is de distillatie in 1 uur te kunnen beëindigen. De resterende 15 min. zijn ruimschoots voldoende om het residu af te laten. De ketel (van hetzelfde materiaal als de reactoren) is voorzien van een P,T en niveaumeter.

De over de top komende dampen worden condenseerd (stalen condensor-water als koelmiddel) waarna een deel van het condensaat als reflux in de kolom teruggaat (deze hh is niet constant, zie bij de berekeningen). Het overige van het condensaat wordt gekoeld in een stalen koeler (koelmiddel water). Het eerste distillaat loopt in de linkse ontvankertank (di. de tank voor het opvangen van de ternaire azeotroop - zie bij de berekening), waarna overgeschakeld wordt op de rechtse tank, de tank voor het opvangen van de binair azeotroop. Met behulp van de peilglazen op deze tanks kan men het moment bepalen waarop men van de linkse op de rechtse tank moet overschakelen. In de linkse tank treedt ontmenging op. De bovenlaag zou men eventueel kunnen voegen bij de bovenlaag uit de scheider. Deze mogelijkheid is evenwel niet in tekening gebracht.

d) Materiasalbalansen.

Totaal hebben we per uur 3 reactoryullingen. In de hieronder volgende hh in kg/uur voor de reactor zijn dus 3 vulling begrepen.

De volgende reacties vinden plaats:



Hillige(l) en de afhankelijkheid van dit op alle reactieparametres, concentratie en reactietijd:

allylalcohol 88.3%

diallylaether 8.8% alles berekend op allylchloride.

niet gereageerd 1.1%

hoger kokend 1.8%

Bij een totale invoer van 379 kg/hr allylchloride is theoretisch voor de reactie nodig (379:76.53)40.01 kg NaOH=198.1 kg.

Aan 5% oplossing dus 3962 kg, waarvan 3763.9 kg water.

Van deze 198.1 kg wordt gebruikt (8.8+88.3)1.981 kg=192.4 kg.

Over aan NaOH 5.7 kg.

Aan NaCl ontstaat bij de reactie (192.4 × 40.01)58.45 kg= 281.0 kg.

Aan allylalcohol ontstaat (379:76.53)×88.3×0.5808 kg=254 kg.

Aan aether ontstaat (379:76.53)×8.8×0.14 kg= 21.6 kg.

Niet gereageerd heeft 1.1×0.79 kg allylchloride=4.2 kg.

Aan water ontstaat tenslotte(21.4×0.14)×18 kg= 3.9 kg.

De volgende materiasalbalans voor de reactor kan nu opgesteld worden:

In:	allylchloride	379 kg	Uit:	allylalcohol	254.0 kg
NaOH	}		diallylaether	21.6 kg	
water		3962 kg	water	3767.8 kg	
			allylchloride	4.2 kg	
			NaOH	5.7 kg	
			NaCl	281.0 kg	
			hoger kokend	6.7 kg	
					+ 4341.0 kg

Het reactiemengsel komt via de koeler(koeling op 22°C) in de scheider waar ontmenging opreedt; van het ternaire stelsel allylalcohol-water-diallylaether worden driehoeksdiagrammen gegeven door Fairbairn, Chaney en Cherniavsky(4) en door de Shell Co(5). Met behulp hiervan kan men de hoeveelheden en samenstelling der beide lagen berekenen.

In de scheider komt (wanneer we de invloed van NaCl, NaOH, allylchloride en hoger kokend verwaarlozen):

3767.8 kg water = 93.18%

254.0 kg alcohol = 6.26%

21.6 kg aether = 0.54%

Met behulp van een geschatte conjugatielijn vindt men voor de bovenlaag(0.514=20.6 kg) aether 97.15% = 20.01 kg

alcohol 1.68% = 0.35 kg

water 1.17% = 0.24 kg en voor de

onderlaag(93.49% = 4022.8 kg) aether 0.044% = 1.59 kg

alcohol 6.31% = 253.65 kg

water 93.65% = 3767.56 kg

Uit de scheider komt dus als onderlaag(aangenomen dat allylchloride en hoger kokend in de aetherlaag oplossen):

aether 1.59 kg

alcohol 253.65 kg

water 3767.56 kg

NaCl 281.00 kg

NaOH 5.70 kg.

Hoe dit mengsel(waarvan dus de dubbele hoeveelheid gedistilleerd moet worden in 1 hr) zich bij distillatie gedraagt zullen we laten zien bij de berekening.

d) Berekening distillatiekolom.

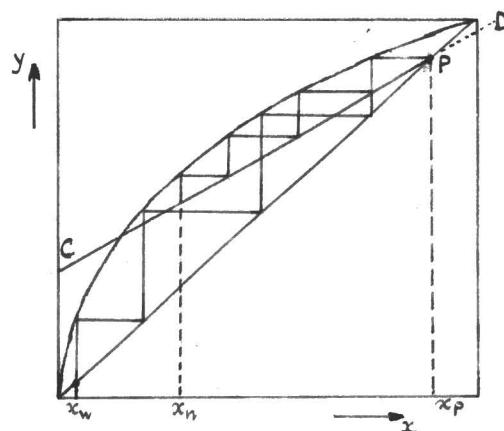
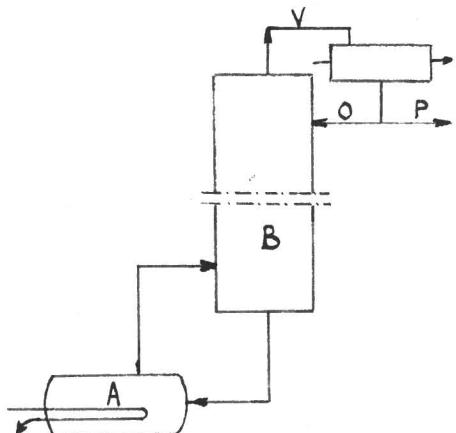
De bedoeling is bij de distillatie een top product te krijgen van constante samenstelling. Dit houdt dus in, daar de uitvoering in batch geschiedt, dat de refluxverhouding niet constant is. Een grafische rekenmethode hiervoor wordt aangegeven door Bogart (12).

Deze methode zullen we in het kort bespreken.

De methode is een modificatie van de McCabe-Thiele methode.

Deze modificatie is nodig omdat de samenstelling van de vloeistof in de ketel steeds verandert naarmate de distillatie voortschrijdt daar de vluchtigste component sneller uitgedreven wordt dan de hoger kokende component (de methode geldt voor een binair stelsel). Dit resulteert weer in een voortdurende verandering in samenstelling van de damp die de kolom verlaat en dit maakt dus een voortdurende verandering nodig in de refluxverhouding, wil men het beoogde doel (constante samenstelling van het top product) bereiken. De snelheid van aftrekken is dan ook niet constant, maar maximaal bij het begin en minimaal tegen het eind der distillatie.

We zullen nu de volgende distillatie beschouwen, weergegeven op de tekening.



Hierin is A de ketel met het binair mengsel, B de fractioneerkolom., V het aantal molen damp/hr dat de kolom verlaat, - het aantal molen product dat men per hr aftapt en O de reflux, eveneens in molen/hr.

Het eerste werk is nu het vaststellen van het aantal theoretische schotels net behulp van de lijn die het vloeistof-damp evenwicht aangeeft. In het algemeen zal het aantal theoretische schotels ongeveer gelijk zijn aan het minimum aantal schotels dat bepaald wordt door de eindgrenzen der distillatie x_p en x_w , de 45° lijn en de I-G lijn.

x_p en x_w zijn resp. de mol fracties van de vluchtigste component in distillaat en residu.

In het door ons getekende geval is dit aantal 4. Vanneer dit aantal eenmaal is vastgesteld wordt een willekeurige werklijn getekend bij CD.

Tussen deze lijn en de I-G lijn worden nu volgens McCabe-Thiele 4 schotels getekend. De constructie eindigt bij het punt x_n , dat dus de ketelsamenstelling aangeeft die nodig is om het verlangde distillaat met samenstelling x_p te geven bij de aangenomen refluxverhouding en het aantal th. platen, dat we aannamen. In het geschatste geval 4.

Dit herhaalt men nu voor verschillende refluxverhoudingen, dwz voor verschillende hellingen der werklijn.

Komt men bij een bepaalde werklijn met x_n voorbij de x van de oorspronkelijke batch dan hoeft men geen werklijnen meer te proberen met nog kleinere hellings, daar een x groter dan de x van de oorspronkelijke batch geen betekenis heeft.

Vanneer bij het begin der distillatie in de ketel aanwezig zijn M_f molen en de samenstelling x_f is zijn dus in de ketel oorspronkelijk aanwezig M_{fx_f} molen van de vluchtigste component.

Na een tijd t zal x_f gedald zijn tot x , terwijl in dezelfde tijd totaal overgedistilleerd zijn D molen met samenstelling x_p , dus Dx_p molen van de vluchtigste component.

In de ketel zijn dan nog aanwezig $(M_f - 0)x$ molen van de vluchtigste component (aangenomen dat de hold up en de hoeveelheden vloeistof en damp in de kolom verwaarloosbaar zijn tov de ketelinhoud) De volgende betrekking geldt dus:

$$M_f x_f = D x_p + (M_f - 0)x \text{ of } D = M_f(x_f - x) : (x_p - x)$$

De snelheid van aftappen van het product P is gelijk aan de verandering van de totale hh distillaat met de tijd.

$$\dot{P} = -\frac{d}{dt}(D)$$

Wanneer men dit uitwerkt vindt men:

$$\dot{P} = -\frac{x_p - x_f}{(x_p - x)^2} \times \frac{dx}{dt} M_f$$

Voor de condensor geldt $V=0 + P$ of $P=V(1-0/V)$

Hieruit volgt:

$$V(1-0/V)dt = -\frac{(x_p - x_f)dx}{(x_p - x)^2} M_f$$

De totale tijd nodig wordt gegeven door de betrekking:

$$t_t = \int_{0}^{t_t} dt = \int_{x_f}^{x_p} -\frac{(x_p - x_f)dx}{V(1-0/V)(x_p - x)^2} = \frac{M_f(x_p - x_f)}{V} \int_{x_w}^{x_f} \frac{dx}{(1-0/V)(x_p - x)^2}$$

Wanneer, zoals in ons geval, t_t bekend is alsmede M_f , x_p en x_f kan men dus V vinden wanneer men door de hiervoor genoemde constructie voor enige waarden van $0/V$ x (de ketelsamenstelling) heeft bepaald en de grafische integratie heeft uitgevoerd.

De samenstelling van het mengsel dat aan distillatie wordt onderworpen gaven we op pag 3 III.

Wanneer dit mengsel aan distillatie wordt onderworpen komt eerst een ternaire azeotroop over met kookpunt $77.8^\circ C$ en als samenstelling 12.4 gew.% water-8.7% allylalcohol en 78.9% aether.

De invloed van NaCl en NaOH hebben we verwaarloosd.

Wanneer de ternaire azeotroop overgekomen is komt de binaire azeotroop allylalcohol-water over met kookpunt $88.89^\circ C$ en samenstelling 72.3 gew.% alcohol en 27.7% water.

Deze gegevens vonden we in (5) en (13).

We hebben dus te maken met een ternair stelsel en hiervoor gaat de gegeven rekenmethode niet op. Daar de hh aether zeer klein is tov de hh alcohol en water hebben we gemeend deze hh te kunnen verwaarlozen, zodat onze berekening dus ingaat op het moment dat de ternaire azeotroop verdwenen is in de linkse tank en dus alleen nog in de ketel waterige allylalkohol over is.

Met de aether (2×1.59 kg) zijn in de ternaire azeotroop over de top gegaan 2×0.18 kg alcohol en 2×0.25 kg water.

In de ketel is dan nog over $2(253.65 - 0.18)$ kg alcohol en $2(3767.56 - 0.25)$ kg water = 2×3757.31 kg water.

Dit mengsel bevat 2.05% allylalcohol (mol %) $x_f = 0.0205$.

Daar het onmogelijk is om alle allylalcohol over de top te krijgen in de azeotropische samenstelling hebben we aangenomen dat in de ketel $2(253.65 - 0.18 - 248.4)$ kg alcohol en dat over de top komt 2×248.4 kg allylalcohol als 71.3% oplossing, dus met 2×100 kg water. De samenstelling van het topproduct wordt gegeven door $x_p = 0.4354$, de samenstelling van het residu in de ketel door $x_w = 0.0002$ (in de ketel zit na afloop der distillatie nog 2×4.07 kg alcohol en 2×3667.31 kg water).

In grafiek I is de vloeistof-damp lijn getekend die we geconstrueerd hebben uit gegevens in (5).

Van deze L-G lijn hebben we alleen dat deel getekend dat voor ons belang is. Dat is dus het deel tot de azeotropische samenstelling. In deze figuur vindt men ook het punt x_p aangegeven.

Door het tekenen van schotels tussen de 45° lijn en de L-G lijn met als grenzen x_p en x_w vinden we minimaal 5 schotels (incl. de ketel) * achterblijft

§ VI)

Getekend zijn verder in deze grafiek de werklijnen voor 4 refluxverhoudingen: $0/V = 0.950 - 0.850 - 0.750 - 0.650$. Daar de laatste schootels niet meer nauwkeurig te takenen zijn is in grafiek TI een deel van I vergroot overgetekend. In deze grafiek zijn de bij de verschillende $0/V$ waarden horende waarden van x bepaald.

Gevonden werd zo:

$0/V$	$1-0/V$	x	$\bar{x}_p - x$	$(\bar{x}_p - x)^2(1-0/V)$	$1:(\bar{x}_p - x)^2(1-0/V)$
0.950	0.050	0.0033	0.4321	0.00933	107.1
0.850	0.150	0.0070	0.4284	0.02753	36.33
0.750	0.250	0.0127	0.4227	0.04457	22.39
0.650	0.350	0.0193	0.4161	0.06660	16.50

In grafiek III zijn uitgezet de waarden van x tegen de waarden in de laatste kolom en is het oppervlak bepaald van het gebied tussen de x -as, de verticale lijnen $x=0.0002(x_w)$ en $x=0.0205(=x_f)$ en de kromme door de 4 berekende punten.

Gevonden 52.14 cm^2 .

Daar de schaal van de x -as $500x$ te groot is, die van de y -as 10 te klein, is de werkelijke waarde van de integraal $52.14 \cdot 50 = 1.0428$.

$$M_f = 2x253.47:58 + 2x3767.31:18 = 426.354.$$

De volgende betrekking geldt nu dus : $426.354(0.4354 - 0.0205)1.0428 = V$

De tijd bedraagt immers in ons geval 1 hr.

Hieruit volgt $V = 184.46 \text{ molen/hr}$.

Bij een toptemperatuur van 88.89°C is dit een volume van $184.46 \cdot 3600 \cdot x ((273+88.89):273) \cdot x^2 22.4 \text{ m}^3/\text{sec} = 1.521 \text{ m}^3/\text{sec}$.

Bij een aangenomen plaatafstand van $1\frac{1}{2} \text{ ft}$, een vloeistofslot op de platen van 1 inch wordt $K = 0.14$ (zie 14)

$$d_1 = 0.9964 \cdot x 62.4 \text{ lbs}/\text{ft}^3 \text{ (de waarde van } d_1 \text{ uit (5)}$$

Wanneer we een gemiddeld HG nemen van $0.4354 \times 58 + 0.5646 \times 18 = 35.42$ wordt $d_2 = 0.09778 \text{ (} \frac{\text{lbs}}{\text{ft}^3} \text{)}$ (d_1 en d_2 zijn resp. de dichtheid van vloeistof en damp)

De dampsgesnelheid in ft/sec wordt nu gevonden uit de betrekking:

$$v = K_v \sqrt{\frac{d_1 - d_2}{d_2}}. \text{ Uitgerekend wordt dat } 3.528 \text{ ft/sec} = 1.07604 \text{ m/sec.}$$

De diameter van de kolom volgt dan op haar beurt uit:

$$1.07604 \cdot \pi \cdot D^2 = 1.6710^4. \text{ Hieruit volgt voor } D = 1.74 \text{ m.}$$

Wanneer we tenslotte een plaat efficiency aannemen van 60% wordt het aantal werkelijke schootels $10/6 \cdot 5 = 9$. Hierbij is de ketel inbegrepen, zodat dus in de kolom zelf 8 schootels komen.

Dit betekent een afstand van de onderste tot de bovenste schootel van $7 \cdot 1\frac{1}{2} \cdot 0.3048 \text{ m} = 3.2 \text{ m}$. Daarbij komt nog enige ruimte boven de bovenste schootel en tussen de ketel en de eerste schootel zodat de werkelijke hoogte wordt $3.2 + 1.7 = 4.9 \text{ m}$. Zodoende kan het resultaat van de berekening samengevat worden in $D = 1.34 \text{ m}$

$$h = 4.9 \text{ m}$$