

Verslag behorende bij het schema van de aetheenzuivering

(voor de polytheen bereiding volgens het proces van Ziegler)

September 1954

W. Lugt

samenvatting:

Veel werk aan ideeën, goed opgezet verslag: het echter
uitgaat van veronderstelling; het lezer het wel weet.

Dus uitvoering verslag slecht.

Oegelse doch onduidelijke indruk.

beoordeling ?

M

W. Ruyt.
aetheenzuivering voor
Ziegler-proces.

Bij de procesbeschrijving:

toevoegen peroxide bij hogedruk proces niet genoemd (p. 5)

p. 7. onjuist.

p. 9. De kennis van het aetheen-zuiveringsproces is niet toegelicht. Het proces zelf trouwens ook niet. Daardoor ontbreken alle argumenten voor dit "lage temp. destill. proces".

" de massa balans is onduidelijk, enige toelichting op p. 11 e.v., doch door ontbreken procesbeschrijving onvolledig.

p. 13. Berekening warmtewisselaar st fout, zie onjuiste opgeet van temperaturen.

p. 14 e.v. Alle eisen aan de kolomna ontbreken.

Gebruikte formules niet toegelicht. De berekeningen zijn oncontroleerbaar, maar zullen wel goed zijn. Neststelling reflex verhouding is raadselachtig; bij methaan kolom ogenschijnlijk te laag.

2^o deel =
R. S. F. B. Driessen

VERSLAG BEHORENDE BIJ DE AETHEEN
ZUIVERING VOOR DE POLYTHEEN BEREI-
DING VOLGENS HET PROCES VAN ZIEGLER.

W. Lugt.

I N H O U D

I	Algemeen overzicht	blz. 3
II	Inleiding	" 4
III	Toelichting op de aetheenzuivering	" 8
IV	Massa balans	" 9
V	De droogtorens	" 11
VI	Voorkoeling van het voedingsgas	" 12
VII	De methaan (fractioneer) kolom	" 14
VIII	De aethaan (") "	" 16
IX	De aetheen (") "	" 19
X	Verdamper en overhitter	" 22
XI	De wastoren	" 23
XII	Beknopte weergave v.d. berekening van de verschillende condensoren en verdamperen	" 25
XIII	Constructie materialen	" 28
XIV	Literatuur	" 29

I/ Algemeen overzicht:

Het verslag is een toelichting op de bereiding van polyaethyleen volgens het proces van Ziegler.

Het proces is te verdelen in drie aparte delen, te weten:

- a/ De zuivering van het benodigde aethyleen.
- b/ De bereiding van het polyaethyleen.
- c/ De zuivering van het verkregen polyaethyleen.

In het verslag wordt na een inleiding, alleen een toelichting gegeven op de zuivering van het benodigde aethyleen. Hiervan werden materiaal en warmte balansen opgemaakt en de gebruikte apparatuur gedimensioneerd.

Het schema is gebaseerd op een productie van 44,16 ton/dag, of een productie van 14350 ton/jaar.

Een en ander is nog eens weergegeven in het blok-schema van figuur 1.

N.B. Oorspronkelijk werd aan de heer R.S.Th.B. Driessen en schrijver dezes de opdracht gegeven een schema te maken van de polyaethyleen fabricage. Gezamenlijk werd het literatuur onderzoek verricht, dat beëindigd werd in Juli 1956 toen eerstgenoemde naar de Verenigde Staten vertrok en verdere samenwerking niet meer mogelijk was. Volgens nieuwe opdracht moest, in overleg met de heer J.J.P. Oosterwegel het schema gesplitst worden in twee delen, waarvan het eerste deel, dan zoals hier is geschiedt, door schrijver dezes moest worden uitgewerkt.



----- eventuele verdere verloop v.h. schema

II/ Inleiding:

Hogedrukproces:

Lange tijd gold, dat aetheen (= aethyleen) in vergelijking met andere vinyl-verbindingen, zeer moeilijk te polymeriseren was. Totdat het de I.C.I. (Imperial Chemical Industries) ongeveer 20 jaar geleden, gelukte aetheen in hoogmoleculair polytheen (= polyaethyleen) met een echt "plastic"- karakter om te zetten.

Deze polymerisatie werd uitgevoerd onder een hoge druk van 1000 - 2000 atmosfeer en bij een temperatuur van ca. 200°C, terwijl de katalysator zuurstof was, die in een zeer geringe hoeveelheid (sporen), maar desondanks met grote nauwkeurigheid moest worden toegevoegd.

Tot voor enkele jaren waren de hiervoor genoemde hoge drukken, hét kenmerk van de polytheen bereiding.

De polymerisatie heeft plaats, tót de zuurstof is opgebruikt en zal, bij één enkele doorgang, de omzetting dus ook nimmer groot kunnen zijn.

Een zuurstofgehalte hoger dan 0,2% is niet toelaatbaar, daar de reactie dan explosief verloopt en koolstofafscheiding optreedt.

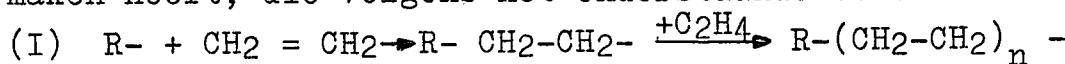
Het niet omgezette aetheen bevat oxydatie producten en moet dus vóór een eventuele recirculatie eerst weer gezuiverd worden.

In het algemeen geldt:

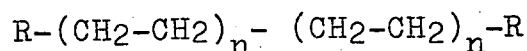
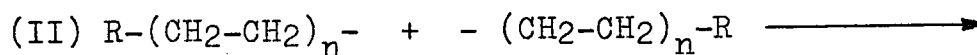
minder zuurstof	→	kleinere omzetting	→	hoger moleculair gew.			
meer	"	→	grotere omzetting	→	lager	"	"

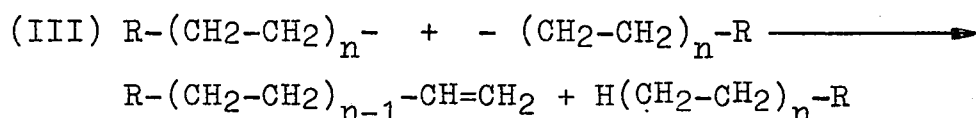
De moleculair gewichten van de verkregen producten liggen tussen ca. 15.000 en 50.000. Hogere moleculair gewichten zijn bij de hoge drukprocessen niet economisch te bereiden.

Men heeft bij het I.C.I.- proces (en andere) zo'n hoge druk nodig, omdat men met een kettingreactie van radicalen te maken heeft, die volgens het onderstaande schema verloopt:



daarna(ast) kunnen nu de beide volgende reacties optreden:





Het gemiddelde moleculair gewicht van het eindproduct, is dus afhankelijk van de verhouding waarin beide laatste reacties verlopen.

Door een hoge aetheen concentratie is echter te bereiken, dat de reacties I en II verlopen, voordat reactie III plaats vindt.

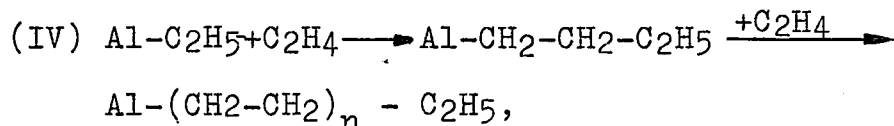
bevoorzien

Bij het starten van de polymerisatie met behulp van zuurstof, moet zich uit aetheen en zuurstof eerst een (onbekend) peroxyde vormen, dat onmiddellijk weer ontleedt en bij welke ontleding dan het "start" radicaal ontstaat.

Deze primaire reactie tussen zuurstof en aetheen vindt echter pas boven 150°C snel genoeg plaats, hetgeen op zichzelf niets bijzonders is. Aangezien deze aanvangsreactie nu echter pas plaats vindt bij een hogere temperatuur, kan de benodigde hoge aetheen concentratie, bij deze hogere temp, slechts bereikt worden door het toepassen van zeer hoge drukken.

Lagedrukproces:

Enkele jaren geleden nu vond(en) Karl Ziegler (en medewerkers), bij vrij groot toeval een proces uit waarbij aetheen onder atmosferische druk tot polytheen kon worden gepolymeriseerd. Als katalysator wordt een aluminium-alkylverbinding gebruikt. Bij dit proces heeft men geen last van een desactiveringsreactie, (III) zoals hiervoor werd beschreven en verloopt de reactie volgens het onderstaande schema:

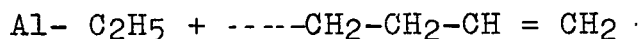
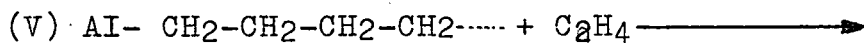


daar reactie van één Aluminium-alkylverbinding met een andere aluminium-alkylverbinding uitgesloten is.

Men zou dus verwachten, dat het actieve molecuuleinde willekeurig lang zou blijven bestaan en er tijd genoeg was om het ene aetheen molecuul na het andere aan de ketting te rijgen. Dit zou dan wel bij lagere druk (dus lagere C₂H₄-concentratie) langer duren, dan bij hogere druk. Het moleculair gewicht van het eindproduct, zou dan uiteindelijk alleen afhankelijk zijn van de

molecuulverhouding van aetheen tot aluminium-alkyl.

Bij dit proces heeft men echter de moeilijkheid, dat een nevenreactie optreedt en wel kan het aluminium-alkyl door reactie met aetheen-zelve, inactief worden:



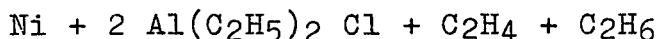
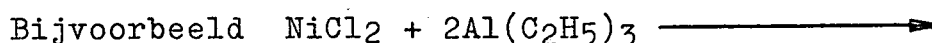
Naast de vorming van een olefineverbinding, wordt dan aluminium-alkyl teruggevormd. Het moleculair gewicht blijft hierdoor bij ongeveer 2500-3000 "steken".

Voegt men nu echter ook nog polymerisatie actieve katalysatoren toe, in het bijzonder titaanverbindingen (liefst TiCl_4) dan krijgt men een vlotte polymerisatie tot hoogmoleculaire polymeren met een moleculair gewicht van ca. 300.000.

Het reactie-mechanisme van deze polymerisatie is echter niet duidelijk, vermoedelijk wordt de reactie IV zeer versneld door de cokatalysator.

Al is de metaalverbinding van de cokatalysator niet oplosbaar, dan werkt hij toch nog met een oplossing van aluminium-alkyl, terwijl de beide stoffen op zich niet katalytisch werken.

Reageren de metaalverbinding en het aluminium-alkyl met elkaar, zodat vrij colloidaal opgelost metaal ontstaat, dan vindt geen katalyse plaats.



Bij voorkeur kan men in de techniek zelfs beter beneden 1 atmosfeer druk werken, gezien de grote noodzakelijke warmte afvoer. Men moet in een organisch oplosmiddel werken, daar de aluminium-alkylverbindingen op zich, zeer brandbaar zijn.

Door regeling van de katalysator bereiding en de verhouding van aluminium-alkyl tot cokatalysator, kan het moleculair gewicht van het polymeer geregeld worden, zonder dat de reactie snelheid wordt beïnvloed.

Ten overvloedde zij nog vermeld, dat de reactie beslist geen radicaal- of kationische kettingreactie is.

Andere processen:

Naast de hiervoor genoemde processen kan polytheen ook nog worden bereid door middel van straling van zeer korte golf-

hoe groot?
zelf-ontsteking

7

lengte. Door aetheen te bestralen kan men nl. ook radicalen gevormd krijgen, waarna de polymerisatie op gelijke wijze verloopt, als bij de hoge druk processen.

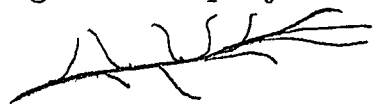
Tot slot zij ook nog het "Phillips procédé" vermeld, van de Phillips Petroleum Company. Dit is een nieuw polymerisatie proces, dat bij drukken van 30-40 atmosfeer verloopt en een temperatuur van 135° - 190°C . De katalysator bestaat voornamelijk uit CrO_3 op een drager van silicagel (90%) en aluminium (10%). Bij dit proces heeft men een hoge opbrengst aan polymeer van een zeer goede kwaliteit, gelijk aan die van het Ziegler-proces. De werking van het chromoxyde is niet duidelijk, daar andere metaaloxiden alleen vloeibare producten geven en nog wel in een zeer slechte opbrengst.

○ Het gevolgde proces.

Als te volgen proces voor de bereiding van polytheen werd het "Ziegler"-proces gekozen. De kwaliteit van het "Ziegler" polytheen is nl. beter dan die van de hoge druk processen en ook is het een "Europees-proces", d.w.z. in Europa uitgevonden en tot nu toe hier op het vasteland, het enige toegepaste proces. Tevens is de lage druk ook een economisch voordeel, dat echter niet zó groot is als men zou verwachten, daar tengevolge van deze lage druk de apparatuur wel weer groter moet zijn. (N.B. De stralingsprocessen vielen buiten beschouwing daar deze zich nog pas in het laboratorium stadium bevinden).

○ De betere kwaliteit van het Ziegler-polytheen is een gevolg van de andere structuur:

"Hoge druk" polytheen



Veervormige structuur,
veel eindstandige methylgroepen.

"Ziegler"- polytheen



Een lange ketting,
geen eindstandige methyl-
groepen.

? Tengevolge van deze "lange ketting" - structuur treden de bijzondere eigenschappen op, zoals hoge drukvastheid, grote treksterkte, enz.

Alleen de elektrische eigenschappen van het Ziegler-polytheen zijn tengevolge van het ingesloten metaal (katalysator resten) niet bijzonder goed. Men kan dit enigszins verbeteren, door het

metaal gedeeltelijk uit het polytheen weg te wassen, doch gelukt dit slechts ten dele, daar men onder milde omstandigheden moet werken om niet het polymeer zélf, te sterk aan te tasten.

- - - - -

III) Toelichting op de aetheen zuivering: (zie fig.2)

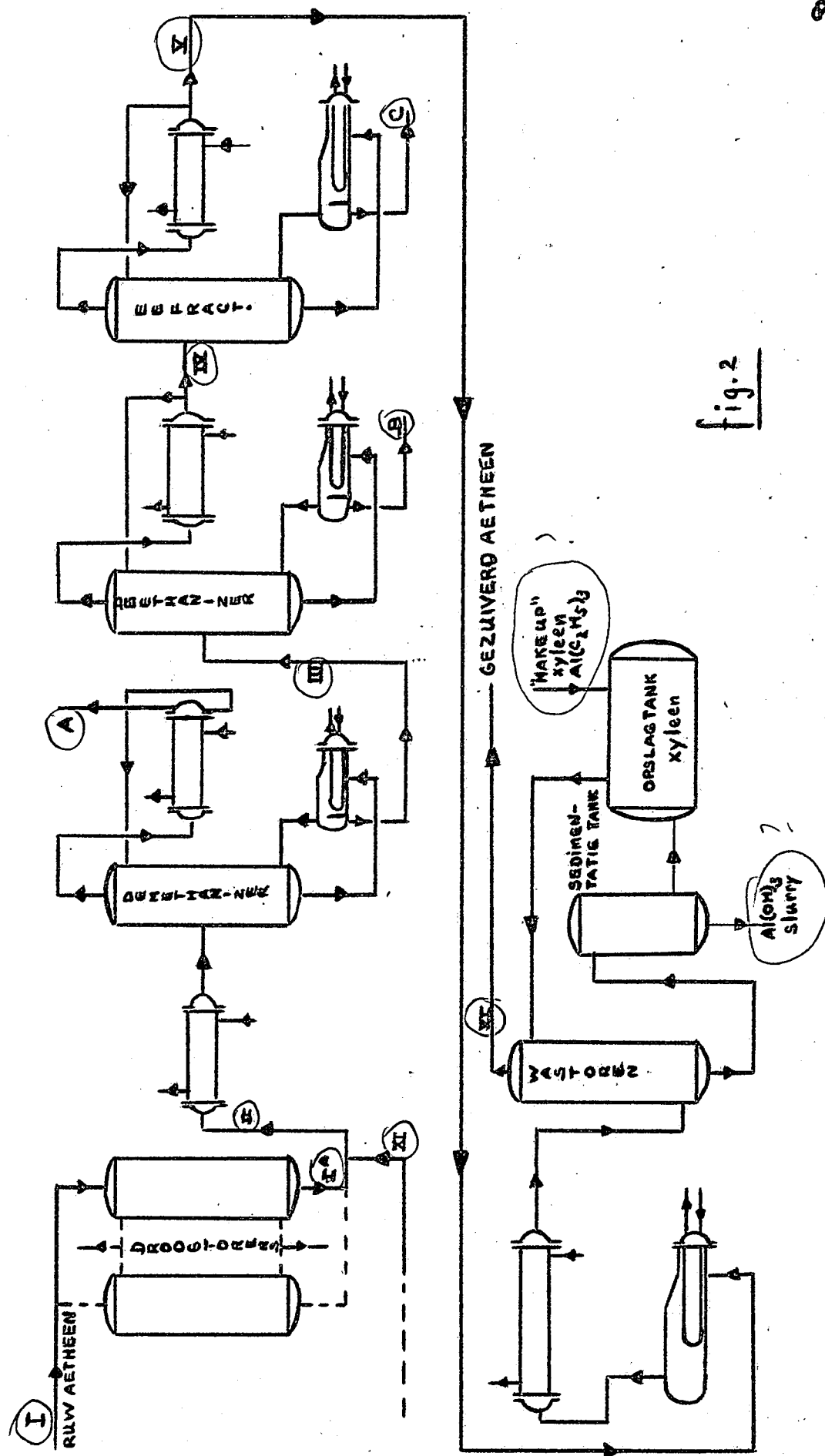
Het "ruwe" gas is afkomstig van de gasverwerkingsinstallatie van een olieraffinaarderij. Het vormt een deel van het gas, ontstaan bij katalytische kraking van gasolie en "reforming" van benzine. Nader aangegeven is het "ruwe" gas het topproduct van een z.g.n. "depropanizer", een fractioneerkolom, waarin de propeen- en propaanfracties van het hiervoor genoemde gasmengsel voor het merendeel als bodemproduct zijn afgevoerd.

Het gas is al vrij van zwavel en eventuele andere storende (an-)organische verbindingen en bevat alleen nog een voor dit proces storende hoeveelheid water, die eerst in een droger voor het merendeel wordt verwijderd.

Water ontleed n.l. de katalysator en om een zo goed mogelijk en constant mogelijk polymeer te krijgen is het noodzakelijk in de reactor zowel hoeveelheid katalysator als temperatuur zo constant mogelijk te houden. Men moet bij deze polymerisatie, dus zeer zuivere aetheen gebruiken, d.w.z. vrij van water, alkynen, alkenen, zuurstof, kooldioxyde, koolmonoxyde etc; ~~alleen~~ stoffen die met het aluminium triaethyl reageren.

Om deze reden wordt het gas tenslotte voor het de reactor ingaat, nog eens gewassen met een oplossing van de katalysator in een organisch oplosmiddel, bij welke wassing het laatste restantje water en nog eventuele sporen van de hiervoor genoemde stoffen worden verwijderd. De "voor-droging" in de droogtoren, geschiedt uit economische overwegingen, daar dit nog altijd goedkoper is, alhoewel de prijs van het Aluminium-triaethyl niet hoog is en ca. 3 Mark per kilo bedraagt. De Aluminium-alkyl verbindingen zijn zeer brandbaar en mogen daarom alleen in oplossing worden gebruikt.

Vóór de hierboven genoemde "wassing" passeert het gas na de droogtoren echter eerst nog een z.g.n. "demethanizer", een



"deethanizer" en een EE-fractionatingcolumn, respectievelijk een fractioneerkolom waarin methaan en waterstof worden afgescheiden, een kolom waarin aetheen en aethaan van propyleen worden gescheiden en tenslotte een fractioneerkolom waarin het aetheen van het aethaan wordt afgescheiden. *hier geen volledige balans*

Voor het fractioneren is het z.g.n. "Low temperature - low pressure" proces gekozen, dat ondermeer in Engeland wordt toegepast voor de aetheenzuivering voor de polytheen fabriek aldaar.

IV/ DE MASSABALANS: *is geen balans*

I	Kmol/uur	mol%	kg/uur	II ^a	Kmol/uur	mol%	Kg/uur
H ₂	658,4	34,00	1316,8	H ₂	658,4	34,05	1316,8
CH ₄	690,9	35,68	11054,8	C ₁	690,9	35,73	11054,8
C ₂ H ₄	140,0	7,23	3919,2	C ₂ ⁼	140,0	7,24	3919,2
C ₂ H ₆	409,5	21,14	12284,6	C ₂	409,5	21,18	12284,6
C ₃ H ₆	34,8	1,80	1463,4	C ₃ ⁼	34,8	1,80	1463,4
H ₂ O	2,9	0,15	52,5	H ₂ O	0,0023	0,000119	0,0414

Totaal 1936,6 100,00 30091,0 totaal 1933,6 100,00 30038,8
ton/jaar 234679,7 ton/jaar 234296,5

XI	Kmol/uur	mol%	kg/uur	II	Kmol/uur	mol%	kg/uur
H ₂	-	-	-	H ₂	658,4	34,0	1316,8
C ₁	0,4	13,78	6,4	CH ₄	691,3	35,7	11061,2
C ₂ ⁼	1,4	48,24	39,2	C ₂ H ₄	141,4	7,3	3958,4
C ₂	1,1	37,98	33,1	C ₂ H ₆	410,6	21,2	12317,7
C ₃ ⁼	-	-	-	C ₃ H ₆	34,8	1,8	1463,4
H ₂ O	-	-	-	H ₂ O	0,0023	0,0312	0,0414

Totaal 2,9 100,00 78,7 Totaal 1936,5 100,00 30117,5
ton/jaar 613,8 ton/jaar 234910,3

$$I^a + XI = II \quad \begin{array}{r} 234296,5 \\ 613,8 \\ \hline 234910,3 \end{array}$$

toelichting volgt op pag 11 ev.

"balans" is individueel

redeneren ontbreekt

(A)	Kmol/uur	mol%	kg/uur	III	Kmol/uur	mol%	Kg/uur
H ₂	658,4	46,3	1316,8	H ₂			
CH ₄	690,9	48,6	11054,8	C ₁	0,4	0,1	6,4
C ₂ H ₄	55,6	3,9	1555,9	C ₂ =	85,8	16,7	2402,5
C ₂ H ₆	17,3	1,2	519,6	C ₂	393,3	76,4	11798,1
C ₃ H ₆	-	-	-	C ₃ =	34,8	6,8	1463,4
H ₂ O	-	-	-	H ₂ O	0,0023	0,00045	0,0414
Totaal 1422,2				Totaal 514,3			
ton/jaar				ton/jaar			
112680				122230,3			

(B)	Kmol/uur	mol%	kg/uur	IV	Kmol/uur	mol%	Kg/uur
H ₂	-	-	-	H ₂			
CH ₄	-	-	-	C ₁	0,4	0,1	6,4
C ₂ H ₄	0,1	0,3	2,8	C ₂ =	85,7	17,6	2399,7
C ₂ H ₆	0,8	2,8	24,0	C ₂	392,5	80,8	11774,1
C ₃ H ₆	27,7	96,9	1164,8	C ₃ =	7,1	1,5	298,6
H ₂ O	-	-	-	H ₂ O	0,0023	0,00047	0,0414
Totaal 28,6				Totaal 485,7			
ton/jaar				ton/jaar			
9290				112930,3			

(C)	Kmol/uur	mol%	kg/uur	V	Kmol/uur	mol%	Kg/uur
H ₂	-	-	-	H ₂	-	-	-
C ₁	-	-	-	CH ₄	0,4	0,5	6,4
C ₂ =	17,0	4,1	476,6	C ₂ H ₄	68,7	98,0	1923,1
C ₂	391,4	94,2	11741,1	C ₂ H ₆	1,1	1,5	33,0
C ₃	7,1	1,7	298,6	C ₃ H ₆	-	-	-
H ₂ O	-	-	-	H ₂ O	0,0023	0,0033	0,0414
Totaal 415,5				Totaal 71,2			
ton/jaar				ton/jaar			
97630				15310,3			

$$II - (A+B+C) = V$$

$$\begin{array}{r}
 112680 \\
 + 9290,3 \\
 + 97630 \\
 \hline
 219600 \\
 + 15310,3 \\
 \hline
 234910,3
 \end{array}$$

VI	Kmol/uur	mol%	kg/uur	VII ¹	Kmol/uur	mol%	Kg/uur
H ₂	-	-	-	Xyleen	65,56	99,73	6960
CH ₄	0,4	0,5	6,4	Al(Et) ₃	0,17	0,26	19,4
C ₂ H ₄	68,7	98,0	1923,1	TiCl ₄	0,004	0,01	0,6
C ₂ H ₆	1,1	1,5	33,0	totaal	65,734	100,00	6980
C ₃ H ₆	-	-	-	ton/jaar		54444	
H ₂ O	-	-	-				
Totaal	70,2	100,00	1962,5				
ton/jaar			15310,4				

V De droogtoren(s) :

Literatuur: 1/ Ind.Eng.Chem. 36; no.9; (1946)

2/ Floridin Cy. (reclame uitgave)

Als droogmiddel in de droogtoren wordt geactiveerde (natuurlijke) bauxiet gebruikt, uitgebracht door de Floridin Cy. onder de handelsnaam "Florite desiccant"

Enkele gegevens van dit droogmiddel volgen hieronder:

soortelijk gewicht : 3,40

schijnbare dichtheid : 50 ~~lb~~ ^{lbs}/cu.ft. ? /kg/m³

soortelijke warmte : 0,24

mineral? porositeit : 35%

regeneratie temperat.: 350°F = ... °C

kwaliteiten : 2/4 mesh, 2/8, 4/8, etc. = ... mm

In 2 jaar tijd loopt het absorberend vermogen terug van 7% tot 5% (gewicht aan water, begrepen op het eigen gewicht).

Uit de massabalans volgt, dat de gasstroom 1936,5 Km³/uur bedraagt, dit is Bij (7,3) atmosfeer en (21,1°C) ^{alt} ~

$$\frac{294,1}{273,1} \times \frac{22,4}{7,3} \times \frac{1936,5}{3600} \text{ M}^3/\text{sec.} = 1,777 \text{ m}^3/\text{sec.}$$

We nemen een toren met een diameter van 2 m. en dus een oppervlak (doorsnede) van 3,14 m².

De gassnelheid in de (lege) toren zal dus zijn:

$$\frac{1,77}{3,14} = 0,56 \text{ m/sec} = 1,85 \text{ ft/sec.} = 111 \text{ ft/min.}$$

We gebruiken 2-4 mesh florite, waarbij voor de hiervoor genoemde druk en gassnelheid de drukval in het bed ongeveer 0,5 inch/inch ^{H₂O} of bed bedraagt.

Het bed kan 5,7% (gew.) water, begrepen op het eigen gewicht, absorberen.

Uit de massabalans volgt dat in de 24 uur aan water geabsorbeerd moeten worden: $52,1586 \times 24 = 1252 \text{ kg}$.

We laten het bed niet meer dan 5% absorberen en hebben hiervoor dan nodig: $\frac{100}{5} \times 1252 = 25040 \text{ kg bauxiet/24 uur}$.

De (schijnbare) dichtheid van het Florite is $50 \text{ lb/ft}^3 = 800 \text{ kg/m}^3$.

We hebben dus nodig $\frac{25040}{800} = 31,3 \text{ m}^3 \text{ Florite/24 uur}$.

De hoogte van het bed wordt dus bij een diameter van 2 m, 10 m/(24 uur).

We gebruiken (dus) 2 torens met een bed van 5 m. hoogte, die we om de 12 uur wisselen.

We hebben in deze torens dus een drukval van 0,5 atmosfeer, immers de drukval bedraagt 0,002456 atmosfeer/inch bed en we hebben 5 m bed = 197 inch; $0,002456 \times 197 = 0,5 \text{ atmosfeer}$.

Recapitulatie: toren diameter: 2 m
 " hoogte : 6 m
 bed " : 5 m

Druk ingaand gas 7,3 atmosfeer, druk uitgaand gas 6,8 atmosfeer
 Droogtijd 12 uur, regeneratie tijd 12 uur.

Absorptie tot 5% aan eigen gewicht.

De regeneratie vindt plaats bij $350^\circ\text{F} = 177^\circ\text{C}$ en geschiedt met het topproduct (vrnl. CH_4 en H_2) van de methaan kolom.

De regeneratie-cyclus ziet er als volgt uit:

Druk aflaten	: 1 uur
Spoelen met koud gas	: 1 uur
Reactiveren met heet gas	: 5 uur
Koelen met koud gas	: 2 uur
Op druk brengen	: 1 uur
Gereed staan	: 2 uur
Totaal	: 12 uur

VI Voorkoeling van het voedingsgas:

Literatuur: 1/ Databook on Hydrocarbons J.B. Maxwell
 2/ Int. Crit. Tables V, 88

We willen het voedingsgas, alvorens het de methaantoren ingaat, afkoelen van 70°F tot -90°F ($21,1^\circ\text{C}$ tot $-67,8^\circ\text{C}$).

Hiervoor moeten we weten welke warmte hoeveelheid we moeten onttrekken. We kunnen deze warmte hoeveelheid bepalen door het ver-

schil in enthalpie van het gas te berekenen.

De gegevens voor deze berekening werden verkregen uit de hiervoor genoemde literatuur.

7 Als basis wordt een enthalpie = 0 voor de verzadigde vloeistoffen bij -200°F ($= -129^{\circ}\text{C}$) aangenomen.

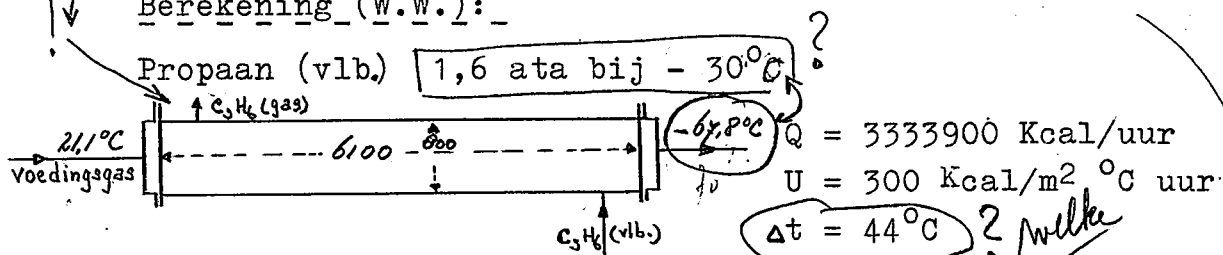
We vinden dan met behulp van de massabalans, dat in de voorkoeler een warmte gelijk aan 3333900 Kcal/uur moet worden afgevoerd. N.B. De enthalpie van waterstof is gegeven in Kcal/kg, die van de andere componenten in B.T.U./Lb en moet dus nog met een factor 0,5555 vermenigvuldigd worden.

H ₂	1316,8	x	296	=	389800	Kcal/uur
CH ₄	11061,2	x	79 x 0,5555	=	485400	"
C ₂ H ₄	3958,4	x	238 x "	=	523300	"
C ₂ H ₆	12317,7	x	254 x "	=	1738000	"
C ₂ H ₆	12317,7	x	254 x "	=	1738000	"
C ₃ H ₆	1463,4	x	243 x "	=	197400	"

Totaal = 3333900 *rookend*

Het voedingsgas wordt nu met behulp van ~~propaan als koel vloeistof~~ gekoeld

Berekening (W.W.):



$$A = \text{benodigd uitwisselings opp.} = \frac{Q}{U \times \Delta t} = \frac{3333900}{13200} =$$

$$252 \text{ m}^2 = 252 \times 10,76 = 2708 \text{ ft}^2$$

We nemen voor de warmtewisselaar buizen met een lengte van 20 ft en 5/4" diameter. Voor deze 5/4" buizen is het inwendig oppervlak $0,2745 \text{ ft}^2/\text{ft}$. Met een buislengte van 20 ft, wordt dit oppervlak dus $20 \times 0,2745 = 5,490 \text{ ft}^2/\text{buis}$.

Het benodigd aantal buizen bedraagt dus:

$$\frac{A}{5,49} = \frac{2708}{5,49} = 495 \text{ buizen.}$$

We nemen dus twee koelers, ieder met 250 buizen van 5/4" en 20ft lengte. De afmetingen van de koelers worden hiermee bepaald op 0,8 m diameter en 6,1 lengte.

het gas twee maal verliesen geeft.

Ontbaker bij alle
hierna volgende kolomboeken
die liss aan bodem is.
top-product te stellen

De verdampingswarmte v.h. propaan bedraagt 97,2 Kcal/kg.

De benodigde hoeveelheid propaan bedraagt dus:

$$\frac{3333900}{97,2} = 34300 \text{ kg/uur.} \rightarrow \text{welke dampmelheid?}$$

VII De methaan kolom

Literatuur: Databook on Hydrocarbons pag.230 e.v.

α = relatieve vluchtigheid

Component	α	Voeding	Destillaat	Bodemproduct	
L H ₂	50	34,0	46,3	-	mol.%
LK CH ₄	5	35,7	48,6	0,1	"
HK C ₂ H ₄	1,00	7,3	3,9	16,7	"
H C ₂ H ₆	0,60	21,2	1,2	76,4	"
H C ₃ H ₈	0,10	1,8	-	6,8	"
		100,0	100,0	100,0	"

temperatuur: - 67,8°C - 129°C - 53,9°C

druk: 6,8 atmosfeer

Berekening v.h. minimale aantal theoretische trappen:

(S_m; bij totale reflux)

$$S_m \log 5 = \log \frac{48,6}{0,1} \times \frac{16,7}{3,9} = 3,3182$$

$$S_m = \frac{3,3182}{0,6990} = 4,75 \text{ theor. trappen.}$$

herkomst?

Berekening v.d. minimale terugvloei verhouding: (O/D)_M

A/ Vloeistof voeding (40% damp)

O = mol.% reflux

D = " " destillaat

$$(O/D)_M + 1 = \frac{5 \times 35,7/7,3 + 1 \left(\frac{0,486}{35,7/7,3} - 0,039 \right) + \frac{50}{49} \times$$

$$\left(0,463 - \frac{0,34}{0,073} \times 0,039 \right) + \frac{0,6}{4,4} \left(\frac{0,486}{35,7/21,2} - 0,012 \right) + \frac{0,1(0,486}{4,9(35,7/1,8 - 0)}$$

$$= 0,3818 + 0,2867 + 0,0377 + 0,0005 = 0,7067$$

$$(O/D)_M = 0,7067 - 1 = - 0,29 \text{ (33)}$$

B/ Dampvoeding (90% damp)

$$(O/D)_M + 1 = \frac{5 \times \frac{35,7/7,3}{5} + 1 \left(\frac{0,486 \times 5}{35,7/7,3} - 0,039 \right) + 0,2867 +$$

$$0,0377 + 0,0005 = 0,9993$$

$$(O/D)_M = 0,9993 - 1 = - 0,0007$$

Voor een voeding van 69,7% damp, wordt de minimale terugvloeiverhouding nu:

$$(O/D)_M = -0,2933 + \frac{(69,7-40)}{(90-40)} \left\{ -0,0067 + 0,2933 \right\} = -0,1195$$

We kiezen nu een terugvloeiverhouding van $\boxed{1 : 13}$.

(Nu volgt uit de grafiek op pagina 244 v.h. hiervoor genoemde boek)

$$F(O/D) = \frac{O/D - (O/D)_M}{O/D + 1} = \frac{1/13 + 0,1195}{1/13 + 1} = 0,182$$

$$\text{en } F(O/D) = 0,182 \rightarrow \phi_S = 0,463$$

$$\text{of } \phi_S = \frac{S - S_M}{S+1} = 0,463 = \frac{S - 4,75}{S+1} \rightarrow S = 9,7$$

We hebben    een (reboiler) verdamper    en een partie  le condensor bij de methaankolom, dus het aantal theoretische schotels wordt $9,7 - 1 - 1 = 7,7 \approx 8$

Met een "overall" schotelrendement van 80%, hebben we dus 10 praktische schotels nodig.

Zoals gebruikelijk is in de petroleum industrie nemen we voor de schotelafstand 0,5 m, de totale hoogte van de kolom wordt dan dus: $9 \times 0,5 + 0,5 + 0,5 = 5,5$ m.

We hebben 1422,2 Kmol/uur destillaat, dit geeft bij 6,8 atm. en -129°C een gasstroom van $0,68 \text{ m}^3/\text{sec}$.

De terugvloeiverhouding bedraagt $\boxed{1/13}$, dus we krijgen boven in de kolom een gasstroom van $\frac{14}{13} \times 0,68 = 0,73 \text{ m}^3/\text{sec}$.

De snelheid van het gas in de lege toren nemen we nu op c.a. $0,5 \text{ m/sec}$. en moet de diameter van de toren dan zijn:

$$\text{opp. doorsnede} \times 0,53 \text{ m/sec.} = 0,73 \text{ m}^3/\text{sec}$$

$$\text{opp. doorsnede } 1,37 \text{ m}^2 \rightarrow d = 1,32 \text{ m.}$$

Recapitulatie:

Aantal schotels : 10
 Reflux verhouding : 1:13
 Hoogte kolom : 5,5 m.
 Diameter " : 1,32m.

Warmte balans van de methaan kolom:

Enthalpie van de voeding: (temp. $-90^\circ\text{F} = -67,8^\circ\text{C}$)

H ₂	: 392400	Kcal/uur	(gas)
CH ₄	: 1566600	"	"
C ₂ H ₄	: 136330	"	(verzadigde vloeistof)
C ₂ H ₆	: 424200	"	"
C ₃ H ₆	: 46320	"	"
Totaal	: 2465850	"	

(gas) CH ₄	6,4	x 267 x 0,5555	=	949,4	Kcal/uur
" C ₂ H ₄	2402,5	x 245 x "	=	327050,0	"
(Vlst) C ₂ H ₆	11798,1	x 77 x "	=	504700,0	"
" C ₃ H ₆	1463,4	x 70 x "	=	56890,0	"
				889589,4	"

Enthalpie verschil, dat in (partieële) condensor moet worden afgevoerd bij een reflux = 0

H ₂	108	x 1316,8	=	142200	Kcal/uur
CH ₄	200	x 11054,8 x 0,5555	=	1228000	"
C ₂ H ₄	220	x 1555,9 x "	=	190150	"
C ₂ H ₆	229	x 519,6 x "	=	66100	"
				1626450	"

Refluxverhouding is 1/13.

Nu wordt in de partieële condensor alleen de reflux tot vloeistof gecondenseerd, het destillaat blijft dus gasvormig. Hiertoe moeten dus in de condensor worden afgevoerd:

$$\frac{1}{13} \times 1626450 = 125000 \text{ Kcal/uur.}$$

De enthalpie van het destillaat bedraagt 1626450 Kcal/uur.

Nu is: ingaande warmte = uitgaande warmte

$$\text{of } 125111 + 1626450 + 889589,4 = 2465850 + Q_{\text{verdamer.}}$$

De warmte die in de verdamer moet worden toegevoerd, bedraagt dus: 175300 Kcal/uur.

VIII Dæaethaankolom:

Literatuur: Data book on Hydrocarbons

Chem. Eng. Handbook pag. 597 e.v.

<u>Component</u>	<u>α</u>	<u>Voeding:</u>	<u>Dest:</u>	<u>Bodemprod:</u>
(L) CH ₄	50	0,1	0,1	-
(LK) C ₂ H ₄	10	16,7	17,6	0,3
(L) C ₂ H ₆	6	76,4	80,8	2,8
(HK) C ₃ H ₆	1	<u>6,8</u>	<u>1,5</u>	<u>96,9</u>
		100,0	100,0	100,0
temperatuur: - 53,9°C		- 67,8°C	- 15,0°C	
druk: 4 atm.				

Berekening van S_M :

$$S_M \log 10 = \log \frac{17,6}{0,3} \cdot \frac{96,9}{1,5} = 3,5786$$

$$S_M = 3,58$$

Berekening van $(O/D)_M$:

A/ Vloeibare voeding (40% damp)

$$(O/D)_M + 1 = \frac{10 \times 16,7/6,8 + 1}{9} \left(\frac{0,176}{16,7/6,8} - 0,015 \right) + \frac{6}{5} \times$$

$$(0,808 - \frac{0,764}{0,068} \cdot 0,015) + \frac{50}{49} (0,001 - \frac{0,001}{0,068} \cdot 0,015) = 0,1609 + 0,7674 + 0,0001 = 0,9284$$

$$(O/D)_M = -0,072$$

B/ Damp voeding (90% damp)
16,7/6,8

$$(O/D)_M + 1 = \frac{10 \times 10}{9} + 1 \left(\frac{1,76}{16,7/6,8} - 0,015 \right) + 6/5$$

$$(0,808 - \frac{0,764/0,068}{6} \cdot 0,015) + 0,0001 = 0,2694 + 0,9359 + 0,0001 = 1,2054$$

$$(O/D)_M = 1,2054 - 1 = 0,2054$$

Voeding is 16,8% damp, hiervoor wordt $(O/D)_M$:

$$(O/D)_M = -0,072 + \left(\frac{16,8-40}{90-40} \right) (0,2054 + 0,0716) = 0,071 - 0,1285 = -0,1995$$

We kiezen als terugvloei-verhouding 1 : 2

$$\text{Hieruit volgt: } F(O/D) = \frac{0,5 + 0,1995}{1,5} = 0,466 \longrightarrow \theta_3 = 0,27$$

$$\frac{S - 3,58}{S + 1} = 0,27 \longrightarrow S = 5,3$$

Met verdamper worden dit dus 4,3 (=5) theoretische schotels.

De viscositeit van de vloeistof op de schotels, is gemiddeld 0,252 Cstokes, de dichtheid is gemiddeld 0,52 gr/cm³, de gemiddelde viscositeit is dus 0,13 c.poise.

Voor de fluïditeit volgt hieruit: $1/0,13 = 7,7 \text{ c.p.}^{-1}$

(Uit de grafiek op pag 245 volgt nu, dat het) "overall" schotelrendement = 90%

We hebben dus nodig $\frac{100}{90} \times 5 = 5,5 = 6$ praktische schotels.

De hoogte van de kolom wordt dus: $5 \times 0,5 + 0,5 + 0,5 = 3,5 \text{ m.}$
met 0,5 m als schotel afstand.

Berekening v.d. gassnelheid "U" in de kolom:

$$U = K_v \sqrt{\frac{\rho_L - \rho_g}{\rho_g}}$$

waarin: K_v = constante

ρ_L = dichtheid v.d. vloeistof
in lb/ft³

ρ_g = dichtheid v.h. gas in
lb/ft³

$$U = K_v \sqrt{\frac{32,5 - 0,5}{0,5}} = K \sqrt{64} = 8 \times 0,19 = 1,52 \text{ ft/sec} = 0,5 \text{ m/sec.}$$

De hoeveelheid destillaat bedraagt 485,7 Kmol/uur, dit is bij 4 atmosfeer en - 90°F ca. 0,4 m³/sec.

De reflux verhouding bedraagt 1/2, dus de gasstroom boven in de kolom is ca. 0,6 m³/sec.

Het doorsnede oppervlak van de kolom bedraagt dus 1,2 m².

De diameter van de kolom wordt dus: 1,24 m.

Recapitulatie:

Aantal schotels	: 6
Reflux verhouding	: 1 : 2
Hoogte kolom	: 5,5 m
Diameter "	: 1,24 m

Warmte balans van de aethaan kolom:

Enthalpie van de voeding: 889589,4 Kcal/uur

Enthalpie van het bodemproduct: (4 atm; 5°F)

C₂H₄ 2,8 x 275 x 0,5555 = 427,8 Kcal/uur

C₂H₆ 24 x 285 x " = 3799,0 "

C₃H₆ 1164,8 x 110 x " = 71170,0 "
75396,8 "

Enthalpie van het destillaat: (4 atm; - 90°F)

CH₄ 6,4 x 255 x 0,5555 = 906,6 Kcal/uur (verz.damp)

C₂H₄ 2399,7 x 61 x " = 81310, " (verz.vlsth)

C₂H₆ 11774,1 x 163 x " = 412000, " "

C₃H₆ 298,6 x 57 x " = 9456, " "
503672,6 "

Enthalpie verschil, dat in de condensor moet worden afgevoerd
bij een reflux = 0 :

CH₄ 6,4 x 0 x 0,5555 = Kcal/uur

C₂H₄ 2399,7 x 180 x " = 239950, "

C₂H₆ 11774,1 x 108 x " = 706300, "

C₃H₆ 298,6 x 198 x " = 32850, "

Totaal = 979100, "

De reflux verhouding bedraagt 1/2, in de condenser moeten dus worden afgevoerd: $3/2 \times 979100 = 1468650$ Kcal/uur

Nu is: toegevoerde warmte = afgevoerde warmte

$Q_{\text{verdamer}} + 889589,4 = 503672,6 + 75396,8 + 1468650$

De warmte die aan de verdamer moet worden toegevoegd, bedraagt dus: 1158130 Kcal/uur.

IX De aethen kolom:

Literatuur: Databook en Hydrocarbons pag 45 e.v.

Chem. Eng. Handbook

Component	∞	Voeding	Dest.	Bodemprod.
(L) CH ₄	9,00	0,1	0,5	-
(LK) C ₂ H ₄	2,195	17,6	98,0	4,1
(HK) C ₂ H ₆	1,00	80,8	1,5	94,2
(H) C ₃ H ₆	0,14	1,5	-	1,7
temperatuur:		- 67,8°C	- 95,6°C	- 84,4°C

druk: 1,5 atmosfeer

Dauwpuntstemperatuur - 140°F = - 95,6°C 1,5 atm. = 22 psig.

Component	y	π/F	$x (= \pi/F \cdot y)$
CH ₄	0,005	1,5/21	0,070
C ₂ H ₄	0,980	1,5/1,63	0,900
C ₂ H ₆	<u>0,015</u>	1,5/0,75	<u>0,030</u>
	1,000		1,000

waarin: Π is de totaal druk = 1,5 atmosfeer

F is de fugaciteit

Y is mol.fractie v.d. component in de dampfase

X is " " " " " " vloeistof

Kookpuntstemperatuur - 120°F = - 84,4°C

Component	x	F/Π	$y (= F/\Pi \cdot x)$
C ₂ H ₄	0,041	3,0/1,5	0,082
C ₂ H ₆	0,942	1,45/1,5	0,916
C ₃ H ₆	<u>0,017</u>	0,15/1,5	<u>0,002</u>
	1,000		1,000

Berekening van S_M :

$$S_M \log 2,195 = \log \frac{98}{4,1} \cdot \frac{94,2}{1,5} = 3,1764$$

$$S_M = \frac{3,1764}{0,3414} = 9,3$$

Berekening van (O/D)_M :

A/ Vloeibare voeding (40% damp)

$$(O/D)_M + 1 = \frac{2,195 \times 17,6/80,8 + 1}{1,195} \left(\frac{0,98}{17,6/80,8} - 0,015 \right) + \\ 9/8 \left(0,005 - \frac{0,001/0,808}{2,195} \times 0,015 \right) + \frac{0,14}{2,181} \left(\frac{0,98}{17,6/1,5} - 0 \right) = \\ 5,548 + 0,0056 + 0,0054 = 5,559$$

$$(O/D)_M = 5,559 - 1 = 4,559$$

B/ Dampvoeding (90% damp)

$$(O/D)_M + 1 = \frac{2,195 \times \frac{17,6/80,8}{2,195} + 1}{1,195} \left(\frac{0,98 \times 2,195}{17,6/80,8} - 0,015 \right) + 0,0054 + 0,0056 = 10,059$$

$$(O/D)_M = 10,059 - 1 = 9,059$$

De voeding bestaat uit 99,9% vloeistof, hiervoor wordt dus:

$$(O/D)_M = 4,559 + \left(\frac{90,9 - 40}{90 - 40} \right) (9,059 - 4,559) = 0,959$$

We kiezen als terugvloeiverhouding 6 : 1

$$\text{Hieruit volgt: } F(O/D) = \frac{6 - 0,959}{7} = 0,72$$

$$F(O/D) = 0,72 \longrightarrow \phi_s = 0,132$$

$$0,132 = \frac{S - 9,3}{S + 1} \longrightarrow S = 10,86$$

Met een verdamper worden dit 9,86 (=10) theoretische schotels.
De viscositeit van de vloeistof op de schotels, is gemiddeld 0,32 CS of 0,18 cp.

De fluiditeit is dus: $\frac{1}{0,18} = 5,55 \text{ cp}^{-1}$, hieruit volgt dus een "overall"- schotel rendement van 80%.

We hebben dus nodig (125 =) 13 praktische schotels.

De hoogte van de kolom wordt dus bij een schotelafstand van 0,5 m : $12 \times 0,5 + 0,5 + 0,5 = 7 \text{ meter}$.

Berekening v.d. gassnelheid in de kolom:

$$U = K_v \sqrt{\frac{p_L - p_a}{\rho_g}} \quad U = 0,16 \sqrt{\frac{34,96 - 0,18}{0,18}} = 2,22 \text{ ft/sec} = 0,67 \text{ m/sec.}$$

De hoeveelheid destillaat bedraagt 70,2 Kmol/uur, dit is bij 1,5 atm. en - 140°F: $0,19 \text{ m}^3/\text{sec}$.

De terugvloeiverhouding bedraagt: 6 : 1, dus de gasstroom boven- in de kolom is $7 \times 0,19 = 1,33 \text{ m}^2/\text{sec}$.

Het (doorsnede) oppervlak van de kolom moet dus zijn:

$$\frac{1,33}{0,67} = 2 \text{ m}^2.$$

Hieruit volgt voor de diameter van de kolom: $d = 2,55 \text{ m}$.

Plaatsbepaling van de voedingsschotel:

(zie pag.240 van het Databook on Hydrocarbons)

$$\propto_{C_2H_4/C_2H_6} = \left\{ \frac{2,26}{1} \times \frac{2,13}{1} \right\}^{\frac{1}{2}} = 2,194 \quad \begin{array}{l} \propto_{140^\circ F} = 2,13 \\ \propto_{120^\circ F} = 2,26 \end{array}$$

$$\left(\frac{980}{17,6} \right) \left(\frac{80,8}{1,5} \right) = 2,194^n$$

$$n \log 2,194 = \log \left(\frac{98,0}{17,6} \cdot \frac{80,8}{1,5} \right) = 2,4770$$

$$N = \frac{2,4770}{0,3412} = 7,25$$

Voor $O/D = \infty$ is $S = 9,3$

$$\frac{7,25}{9,3} (13 + 1) = 11$$

Dus de voedingsschotel is de tweede schotel, van onderaan af in de kolom en bevinden zich daarboven de elf andere schotels.

Re-capitulatie:

Aantal schotels	: 13
Plaats voedingsschotel:	2e schotel van onderaf
Refluxverhouding	: 6 : 1
Hoogte kolom	: 7 m
Diameter "	: 2.55 m

Warmte balans van de aetheen kolom:

Enthalpie van de voeding: 503672,6 Kcal/uur

Enthalpie van het bodemproduct:

C_2H_4	476,6	x	237	x	0,5555	=	62750	Kcal/uur
C_2H_6	11741,1	x	45	x	"	=	293500	"
C_3H_6	298,6	x	42	x	"	=	6967	"

Totaal = 363217 "

Enthalpie van het destillaat: (1,5 atm; $-140^\circ F$)

CH_4	6,4	x	65	x	0,5555	=	231,1	Kcal/uur
C_2H_4	1923,1	x	32	x	"	=	34180,0	"
C_2H_6	33,0	x	33	x	"	=	604,9	"

35016,0 "

Enthalpie verschil, dat in de condensor moet worden afgevoerd bij een reflux = 0 :

$$\begin{array}{rcll} \text{CH}_4 & 6,4 & \times 125 & = 444,4 \text{ Kcal/uur} \\ \text{C}_2\text{H}_4 & 1923,1 & \times 203 & = 216850,0 \text{ "} \\ \text{C}_2\text{H}_6 & 33,0 & \times 212 & = 3886,0 \text{ "} \end{array}$$

$$\text{Totaal} = 221180,4 \text{ "}$$

De refluxverhouding bedraagt 6, in de condensor moeten dus worden afgevoerd:

$$7 \times 221180,4 = 1548262,8 \text{ Kcal/uur}$$

Nu is weer: toegevoerde warmte = afgevoerde warmte

$$Q_{\text{verdamp}} + 503672,6 = 1548262,8 + 35016 + 363217$$

De warmte die aan de verdamper moet worden toegevoegd bedraagt dus: 1442823,2 Kcal/uur.

X Verdamp en "Oververhitter": (tussen de aetheen- en de wastoren)

Alvorens het (vloeibare) destillaat van de aetheen fractioneerkolom in de wastoren wordt gevoerd, om het laatste restantje water er uit te verwijderen, wordt het eerst in een verdamper van de vloeibare phase in de gasphase overgevoerd en daarna het gas in een "oververhitter" van -140°F ($-95,6^\circ\text{C}$) tot 77°F (25°C) verwarmd.

De enthalpie verandering bij overgang van de vloeibare- in de gasphase bedraagt, zoals reeds werd berekend 221180 Kcal/u.

De warmte nodig voor de temperatuursverhoging bedraagt:

$$\text{CH}_4 \quad 6,4 \times 102 \times 0,5555 = 362,7 \text{ Kcal/uur}$$

$$\text{C}_2\text{H}_4 \quad 1923,1 \times 67 \times \text{"} = 71580,7 \text{ "}$$

$$\text{C}_2\text{H}_6 \quad 33,0 \times 67 \times \text{"} = 1411,6 \text{ "}$$

$$\text{C}_2\text{H}_6 \quad 33,0 \times 77 \times \text{"} = 1411,6 \text{ "}$$

$$73355,0 \text{ "}$$

Zowel de verwarming van de vloeistof in de verdamper, als de verwarming van het gas in de "oververhitter", geschiedt met behulp van olie met een zeer laag smeltpunt (bijv. cyclopentaan)

Berekening verdamp: $Q = 221180 \text{ Kcal/uur} = 884720 \text{ BTU/uur}$

$$U = 1000 \text{ BTU/ft}^2 \text{ } ^\circ\text{F hr}$$

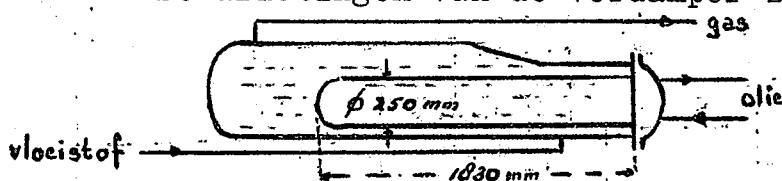
$$\Delta t = 10^\circ\text{F}$$

$$A = \frac{Q}{U \times \Delta t} = \frac{884720}{10000} = 88,5 \text{ ft}^2$$

We nemen $1/2$ " buizen, (met een inwendig oppervlak van $0,163 \text{ ft}^2/\text{ft}$), van 6 ft lengte en hebben dan dus nodig:

$$\frac{88,50}{6 \times 0,163} = 90 \text{ buizen.}$$

De afmetingen van de verdamper zijn hiermee bepaald:



Berekening oververhitter:

$$Q = 73355 \text{ Kcal/uur}$$

$$A = \frac{Q}{U \times \Delta t} = \frac{73355}{1800} = 40,6 \text{ m}^2$$

$$U = 40 \text{ Kcal/m}^2\text{°C uur}$$

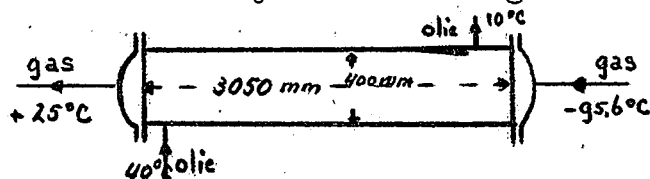
$$\Delta t = 45 \text{ °C}$$

$$A = 40,6 \times 10,76 = 438 \text{ ft}^2$$

We nemen weer 1/2" buizen, nu van 10 ft lengte en hebben dan nodig:

$$\frac{438}{1,63} = 269 \text{ buizen.}$$

Hiermee zijn de afmetingen van de warmte wisselaar bepaald:



XI De wastoren:

Literatuur: (Perry.) Chem. Eng. Handbook pag. 689 e.v.

Het aethen wordt in de wastoren, zoals reeds in de toelichting vermeld werd, met een oplossing van de aluminium-triaethyl katalysator gewassen, om het resterende water eruit te verwijderen.

Om deze "wassing" zo effectief mogelijk te doen geschieden, willen we graag tegen het "flooding-point" aanzitten.

De hoeveelheid gas, die gewassen moet worden is bekend en kunnen we nu met de gestelde eis betreffende het flooding-point, de benodigde hoeveelheid oplossing berekenen.

Bij deze berekening is gebruik gemaakt van grafiek 13 op pagina 684 van het bij de literatuur vermelde boekwerk. Als oplosmiddel gebruiken we xyleen. De toren is gevuld met Raschigringen.

Berekening:

$$\rho_L = 0,87 \text{ gr/cm}^3 = 54,3 \text{ lb/cu.ft.} \quad \eta = 0,77 \text{ c.s.}$$

$$\rho_{\text{gas}} = 0,00116 \text{ " } = 0,072 \text{ "}$$

We hebben een gas hoeveelheid van 70,2 Kmol/uur, dit is bij 25°C en 1,5 atmosfeer een hoeveelheid van 0,476 m³/sec.

We geven de wastoren een diameter van 1 meter, het (doorsnede)

oppervlak is dan $0,786 \text{ m}^2$.

De gassnelheid in de lege toren is dan $\frac{0,476}{0,786} = 0,6 \text{ m/sec}$.

De diameter van de Raschigringen, waarmee we de toren vullen, kiezen we 1 in.

De gasstroom G in de kolom bedraagt $1962,5 \text{ kg/uur}$, dit is dus $\frac{1962,5}{0,786} \text{ kg/m}^2 \text{ uur}$ of $\frac{1962,5 \times 0,2048}{0,786} = 511,3 \text{ lb/hr (sq.ft.)}$

Verder moet deze gasstroom nog gecorrigeerd worden voor het verschil in viscositeit tussen xyleen en water, of

$$G (\text{grafiek}) = G (\text{reëel}) (0,77^{0,15})$$

$$\phi = \sqrt{\frac{0,0718}{0,075}} = 0,9784 \quad \text{en} \quad \sqrt{\frac{62,3}{\rho_L}} = \sqrt{\frac{62,3}{54,31}} = 1,071$$

$$G/\phi \times \sqrt{\frac{62,3}{\rho_L}} \text{ wordt dus: } \frac{511,3}{0,9784} \times 1,071 = 559,8 = 560$$

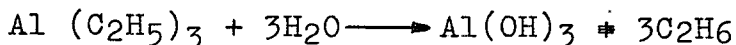
grijze

Uit de grafiek volgt nu $\frac{L\phi}{G} = 20$ (tegen het floodingpoint aan.)

Dus: $\frac{L \cdot 0,9784}{560} \times 1,071 = 20$ of $L = 10700 \text{ lb/hr (sq.ft.)}$ dit is $52216 \text{ Kg/m}^2 \text{ uur}$.

De vloeistofstroom bedraagt dus in de toren $0,786 \times 52216 = 41042 \text{ Kg/uur}$ of $41042 / 0,87 = 47000 \text{ l/uur}$.

Bij de reactie van het Aluminium-triaethyl met het water, wordt aluminium hydroxyde gevormd volgens de reactie:



Dit $\text{Al} (\text{OH})_3$ komt dus in de xyleen-oplossing terecht en moet hier weer uit verwijderd worden. Dit doen we door het xyleen na de wastoren eerst een sedimentatie tank te laten passeren, alvorens het opnieuw wordt gebruikt.

We nemen als verblijftijd in de sedimentatie tank ca. 3 min. De tank moet dan een inhoud hebben van $\frac{47000}{20} = 2350 \text{ liter}$ of $2,35 \text{ m}^3$. We geven de tank een diameter van 1 meter, waaruit volgt dat de hogte dan 3 meter moet zijn.

Het $\text{Al}(\text{OH})_3$ wordt regelmatig (met wat xyleen) als "slurry" uit de tank afgetapt. Na filtratie en droging kan het xyleen eventueel opnieuw of voor andere doeleinden worden gebruikt.

De hoeveelheid slurry is zeer gering en bedraagt circa $0,09 \text{ kg/uur}$ of $0,0585 \text{ kg Al}(\text{OH})_3/\text{uur} + 0,36 \text{ l xyleen/uur}$.

$$(\phi_{\text{xyleen}} = 0,87; \phi_{\text{Al}(\text{OH})_3} = 2,4)$$

Na de sedimentatietank wordt het xyleen naar een opslagtank geleid, vanwaar uit het opnieuw naar de wastoren wordt gevoerd.

De opslagtank heeft een diameter van 2,5 m. een hoogte van 1,2 m. en dus een inhoud van 2,5 m³.

Zoals uit de voorgaande reactie vergelijking blijkt, reageren 3 moleculen water met 1 molecuul katalysator.

De hoeveelheid water die verwijderd moet worden, bedraagt 0,0023 Km³/uur. Voor de water verwijdering zijn dus 0,00077 Km³ katalysator/uur nodig. Tevens wordt nog ca. 0,00003 Km³/uur aluminium triaethyl verbruikt door sporen van de reeds eerder genoemde stoffen, zoals alkenen, zuurstof, etc.

We moeten dus per uur 0,00080 Km³ aanvullen, dit is ca. 0,09 kg/uur. We kunnen dus tevens volstaan met een xyleen oplossing die 0,11 kg Al(C₂H₅)₃ per uur bevat.

Aangezien de oplosbaarheid van aetheen in xyleen, onder de torenomstandigheden (25°C en 1,5atmosfeer)? zeer groot is, ca. 2,72 l C₂H₄ per l. xyleen, dragen we zorg dat het xyleen van tevoren verzadigd is met aetheen. (Int. Crit. Tables III, 261)

Recapitulatie:

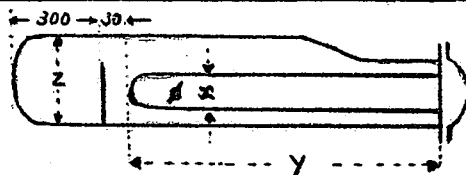
<u>Wastoren</u>	<u>Sedimentatietank</u>	<u>Opslagtank</u>
diameter 1 m.	1 m.	2,5 m.
hoogte 7 m. (6 m Raschig-ringen)	3 m.	1,2 m.

Hoeveelheid xyleen: 4,7 m³/uur ; "make-up": 8,64 l/24 uur.

" Al(C₂H₅)₃: 0,11 kg/uur; "make-up": 0,09 kg/uur.

" Slurry: 0,09 kg/uur.

XII Beknopte weergave v.d. berekening van de verschillende condensors en verdamers:



(Alle maten zijn gegeven in mm.)

Verdamper methaan kolom:

$$Q = 175300 \text{ Kcal/hr} = 701200 \text{ B.T.U./hr}$$

$$U \times \Delta t = 10.000 \text{ B.T.U./hr ft}^2$$

$$A = 70,12 \text{ ft}^2$$

1/2" buizen; lengte 4 ft; oppervlak $4 \times 0,163 = 0,652 \text{ ft}^2/\text{buis}$

$$\text{Benodigd aantal buizen dus: } \frac{70,12}{0,652} = 110$$

Afmetingen dus: X = 250, Y = 1220, Z = 500

Verdamper aethaan kolom:

$$Q = 1158130 \text{ Kcal/uur} = 4632520 \text{ B.T.U./hr}$$

$$U \times \Delta t = 10.000 \text{ B.T.U./hr ft}^2$$

$$A = 463,25 \text{ ft}^2$$

5/4" buizen; lengte 8 ft; oppervlak $8 \times 0,2745 = 2,196 \text{ ft}^2/\text{buis}$.

$$\text{Benodigd aantal buizen dus: } \frac{463,25}{2,196} = 210$$

$$\text{Afmetingen dus: } X = 700$$

$$Y = 2500$$

$$Z = 950$$

Verdamper aetheen kolom:

$$Q = 1442823 \text{ Kcal/uur} = 5771292 \text{ B.T.U./hr}$$

$$U \times \Delta t = 10.000 \text{ B.T.U./hr ft}^2$$

$$A = 578 \text{ ft}^2$$

5/4" buizen; lengte 14 ft; oppervlak $14 \times 0,2745 = 3,85 \text{ ft}^2/\text{buis}$

$$\text{Benodigd aantal buizen dus: } \frac{578}{3,85} = 150$$

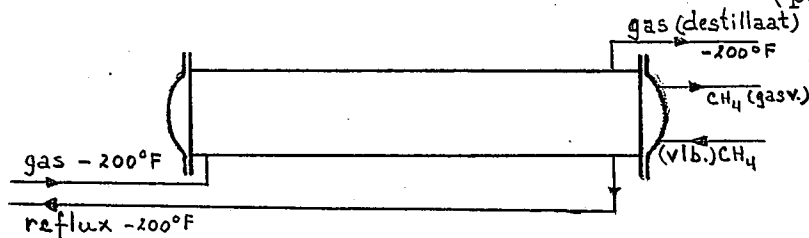
$$\text{Afmetingen dus: } x = 600$$

$$Y = 4270$$

$$Z = 880$$

Condensor methaan kolom:

(partiële condensor)



Koelmiddel: Vloeibaar CH_4 ; 6ata, -210°F

$$Q = 1626450 \text{ Kcal/uur} \times \frac{1}{13} = 125000 \text{ Kcal/uur} \text{ (Refluxverhouding} = 1/13)$$

$$\text{Verdampingswarmte } \text{CH}_4 = 111 \text{ Kcal/kg}$$

$$\text{Benodigd } \text{CH}_4 = \frac{125000}{111} = 1080 \text{ kg/uur} = 128 \text{ m}^3/\text{uur} = 35,3 \text{ dm}^3/\text{sec.}$$

Snelheid CH_4 -gas in de buizen: 15,3 m/sec.

Dwarsoppervlak van de buizen moet dus zijn:

$$\frac{35,3}{15,3} = 0,231 \text{ dm}^2 = 0,0248 \text{ ft}^2$$

$$1/2" \text{ buizen; aantal buizen dus } \frac{0,0248}{0,00211} = 12$$

Inwendig oppervlak per ft bundel dus $12 \times 0,163 = 1,938 \text{ ft}^2/\text{ft bundel}$.

$$U = 350 \text{ Kcal/m}^2 \text{ } ^\circ\text{C uur}$$

$$\Delta t = 5^\circ\text{C}$$

$$A = \frac{125000}{350 \times 5} = 71,4 \text{ m}^2 = 768 \text{ ft}^2$$

Lengte van de buizen zou dus moeten zijn: $\frac{768}{1,938} = 397 \text{ ft.}$

20 "passes" $\longrightarrow$ buislengte: 20 ft

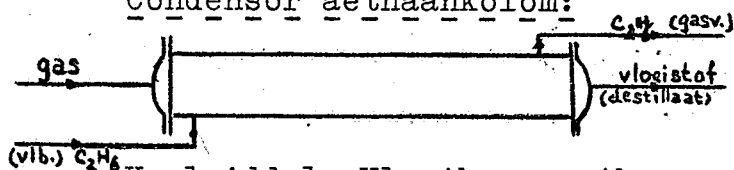
We gebruiken 2 condensors, ieder met buizen van 10 ft lengte.

Het aantal buizen in iedere condensor wordt:

$$20 \times 12 = 240$$

Afmetingen van de condensor worden daardoor: $\emptyset = 0,45 \text{ meter}$
lengte = 3,05 "

Condensor aethaankolom:



Koelmiddel: Vloeibaar aethaan; 1,9 ata, -105°F

$$Q = 3/2 \times 979100 \text{ Kcal/uur} = 1468650 \text{ Kcal/uur (Refluxverhouding 1/2)}$$

$$U = 350 \text{ Kcal/m}^2 \text{ } ^\circ\text{C uur}$$

$$\Delta t = 7^\circ\text{C}$$

$$A = \frac{1468650}{2450} = 600 \text{ m}^2 = 600 \times 10,76 \text{ ft}^2 = 6456 \text{ ft}^2$$

5/4" buizen; aantal buizen 595; lengte van de buizen moet dan zijn: $\frac{6456}{595 \times 0,2745} = 40 \text{ ft}$

We nemen dus 2 condensors, ieder met 595 buizen van 5/4" en een lengte van 20 ft.

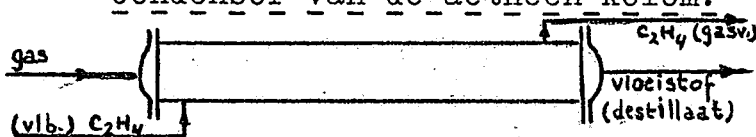
Afmetingen van de condensor(s) worden:

$$\emptyset = 1,2 \text{ m}$$

$$\text{lengte} = 6,1 \text{ m}$$

Verdampingswarmte aethaan: 108,3 Kcal/kg. Benodigde hoeveelheid $\text{C}_2\text{H}_6 = 13561 \text{ kg/uur.}$

Condensor van de aetheen kolom:



Koelmiddel is vloeibaar aetheen; 1 ata, -153°F

$$Q = 7 \times 221180,4 = 1548263 \text{ Kcal/uur (Refluxverhouding 6 : 1)}$$

$$U = 300 \text{ Kcal/m}^2 \text{ } ^\circ\text{C uur}$$

$$\Delta t = 7^\circ\text{C}$$

$$A = \frac{154826}{2100} = 74 \text{ m}^2 = 10,76 \times 74 = 796 \text{ ft}^2$$

5/4" buizen; lengte 14 ft; inwendig oppervlak 3,843 ft²/buis

Benodigd aantal buizen dus: $\frac{796}{3,843} = 207$

Afmetingen worden dus: $\emptyset = 0,7 \text{ m}$

lengte = 4,25 m

Verdampingswarmte aetheen: 108,9 Kcal/kg. Benodigde hoeveelheid aetheen: 14220 kg/uur

XIII Constructie materialen:

Deze worden geheel bepaald door de lage temperaturen. Tot een temperatuur van -150°F , kan $3\frac{1}{2}\%$ nikkelstaal gebruikt worden, van -150°F tot ca. -200°F moeten we 18-8 staal gebruiken. Koper, dat ook zeer goed bestendig is tegen de lage temperaturen, kan niet gebruikt worden met het oog op een eventueel aanwezig zijn van acetyleen.

Bij normale temperaturen kan het gewone staal gebruikt worden, daar een eventuele corrosie door de te verwerken koolwaterstoffen van geen betekenis is.

Het lassen van het hierboven genoemde Nikkelstaal en roestvrijstaal moet geschieden met een 25% chroom, 20% nikkelstaal electrode om de gewenste sterkte te verkrijgen.

XIV

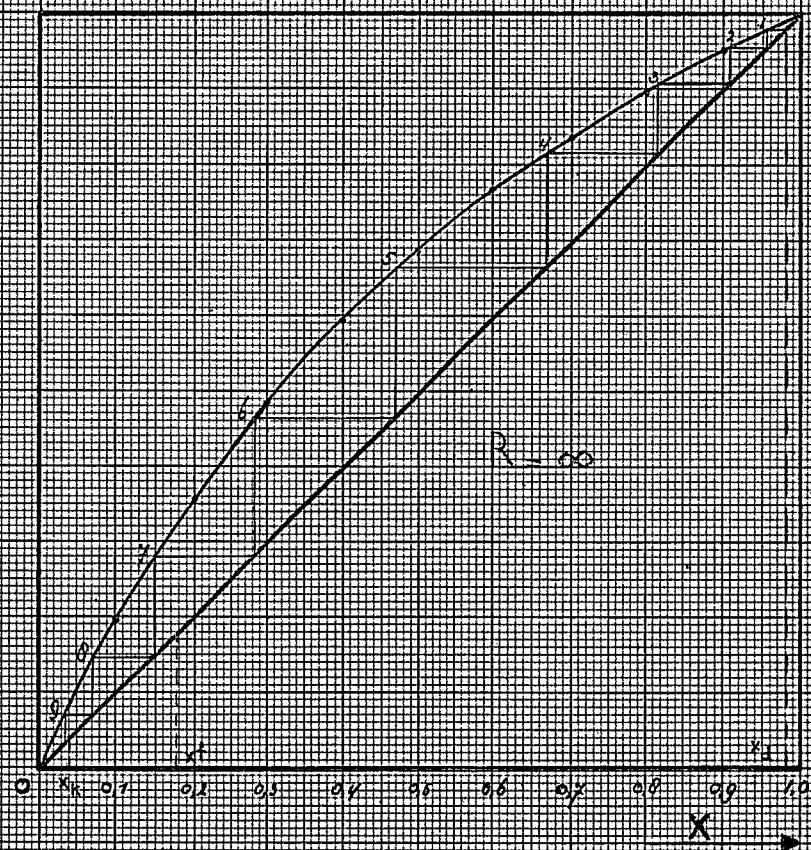
LITERATUUR:

Databook on Hydrocarbons	J.B. Maxwell
Chem, Eng. Handbook	J.H. Perry
Process Heat Transfer	Kern
Elements of Fractional Distillation	Robinson & Gilliland
Am. Inst. Chem. Eng. Transaetrons	<u>42</u> , 149, (1946)
Chem. Eng. Progress	<u>43</u> , 103, 335, (1947)
	<u>50</u> , 249, (1954)
Angew. Chemie	<u>67</u> , 426, 541, (1955)
	<u>64</u> , 323, (1952)
	<u>49</u> , 499, (1936)
	<u>68</u> , 306,398,438, (1956)
Petr. Ref.	Aug. 1955, 111
	Dec. " , 179
	Jan. 1956
	Apr. " , 238
Ind. & Eng. Chem.	Jan. 1956, 22 A
	May " , 934
	July "
Chem. & Ind.	Apr. 1955, 396
Chem. Eng. News	<u>33</u> , 16, (1955)
Kunststoffe	<u>40</u> , 13, (1950)
	<u>43</u> , 503, (1953)
	<u>45</u> , 410,506,589, (1955)
Modern Plastics	June, July,1955, <u>60</u> ,
	66, 212,862
Chemie, Ingenieur und Technik	<u>27</u> , 1955
Gummi und Asbest	<u>8</u> ,139, (1955)
India Rubber World	<u>121</u> ,681, (1950)
	<u>127</u> , 80, (1952)
Plastic Inst. (London) Trans.	<u>19</u> , 15, (1951)
	<u>23</u> , 78, (1955)
Brennstoff Chem.	<u>30</u> , 181, (1949)
INT. CRIT. TABLES	<u>III</u> , 261, c.v. ; <u>V</u> , 88
<u>Patenten:</u>	
U.S.	2,405, 977 2,691, 647 2,692, 257 2,692, 261
	2,699, 457 = Brit. 713,081
Canadees	464,489
Belgisch	530,617

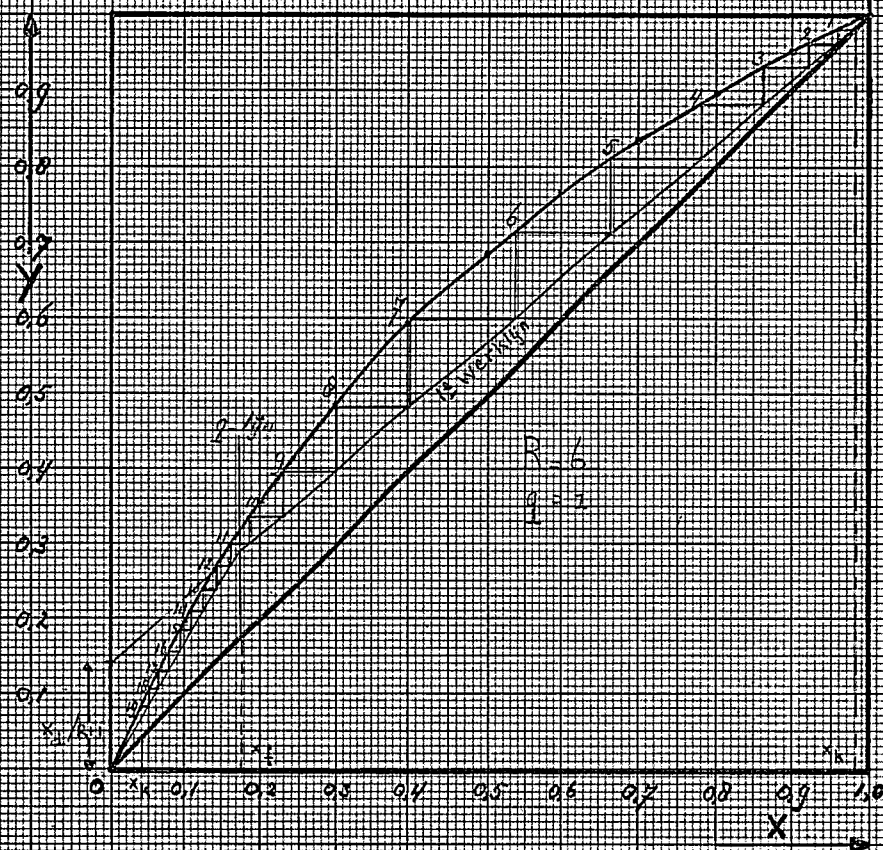
Ter vergelyking is voor de aetheentoren nog eens een en ander bepaald volgens de grafische methode van McCabe en Thiele

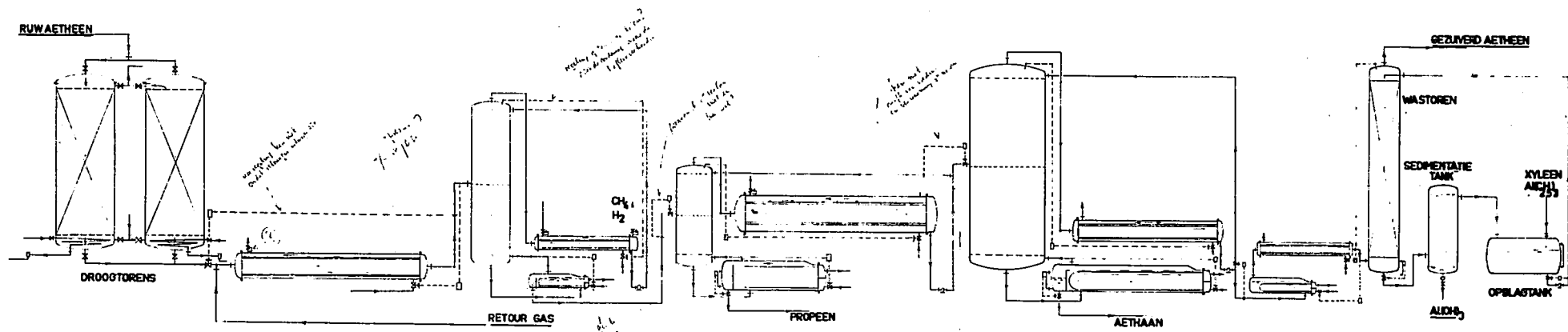
$$Y = \frac{\alpha X}{1 + X + \alpha X} \quad (\alpha = 2.2) \rightarrow \text{evenw. lijn}$$

Het minimum aantal theoretische schotels, bij $R = \infty$, blijkt volgens deze methode 9 te zijn. Dit stemt dus goed overeen.



Terwijl voor $R = 6$ het aantal benodigde schotels 19 blijkt te zijn. Het aantal schotels boven de voedingplaat = 10, het aantal daaronder dus 9. Het rektificerende deel stemt dus goed overeen, het strippende deel niet.





AETHEENZUIVERING VOOR POLYTHEEN
BEREIDING VOLGENS ZIEGLER
W. LUGT SEPT. 1957
SCHAAL 1:50