

Laboratorium voor Chemische Technologie

Verslag behorende
bij het processchema
van

.....
H.Th.Rijntjen.....

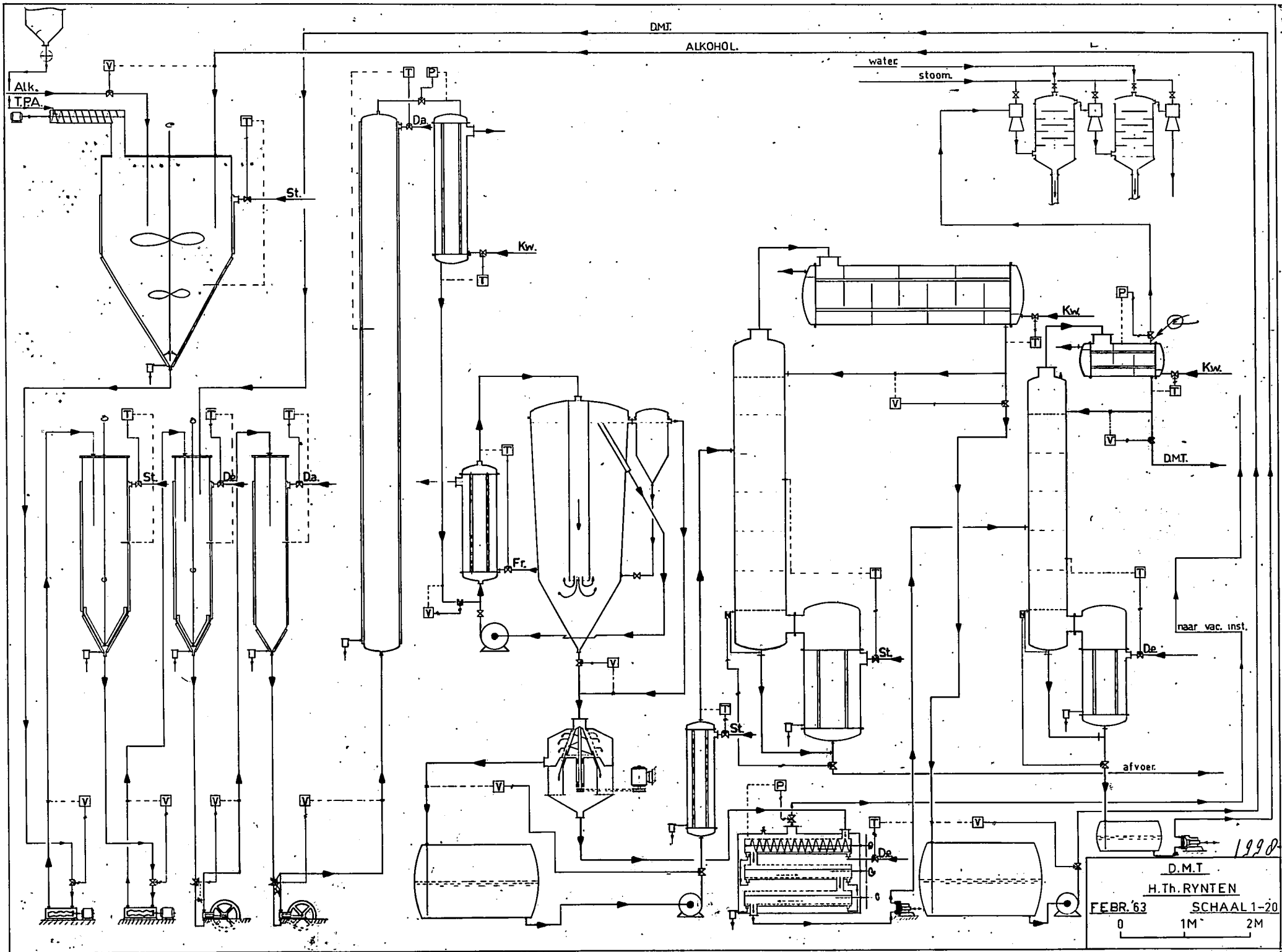
onderwerp:

.....
Dimethylterephthalaat.....
.....

adres: Oudraadtweg 3.Delft.

datum: febr.1963.





M

Laboratorium voor Chemische Technologie

A Aanvulling behorend bij het verslag van het proces-
schema voor de fabricage van Dimethylterephthalaat.

5 maart 1963.

H.Th.Rijnten.

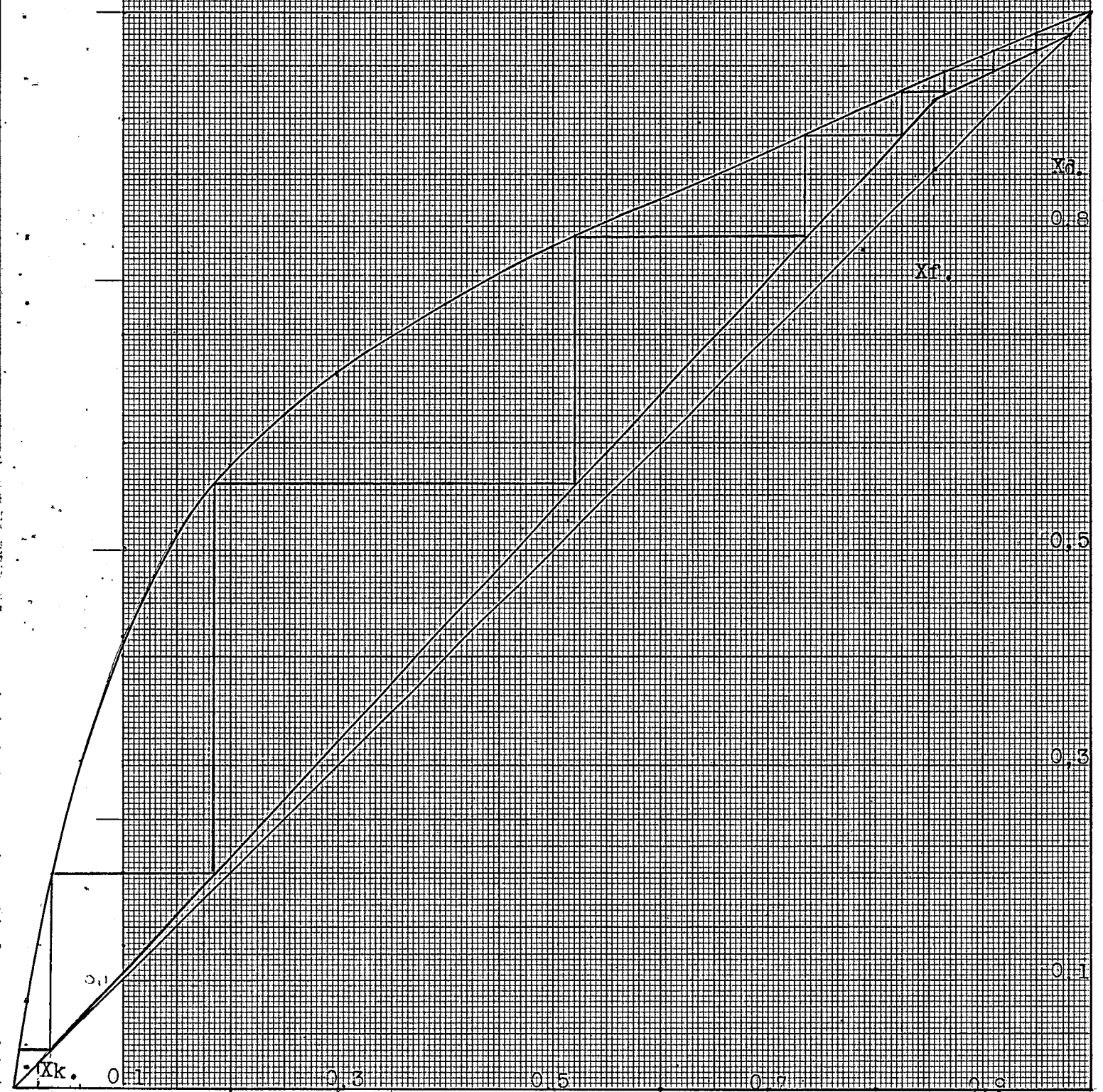
Scheiding van methylalkohol-water.

De berekening van de alcohol-kolom geschiedt met de voorwaarden van Sorel en met behulp van het McCabe-Thiele diagram. De voeding van de alcohol-kolom bestaat uit 85,5 mol.procent methylalkohol, terwijl de resterende 14,5% uit water bestaat. Ten aanzien van het topproduct wordt de eis gesteld te bestaan uit 98% methylalkohol. De ketelproductsamenstelling wordt nu gesteld op 2% methylalkohol en 98% water. De massastromen van topproduct en ketelproduct verkrijgen nu de volgende waarden en samenstelling:

	<u>voeding</u>			<u>destillaat</u>			<u>ketelproduct</u>		
	mol.	mol%.	kg/sec	mol.	mol%.	kg/sec	mol.	mol%.	kg/sec
water	2,35	14,5	0,0423	0,28	2,0	0,0050	2,07	98,0	0,0373
alkohol	13,82	85,5	0,4426	13,78	98,0	0,4413	0,04	2,0	0,0013

De berekening van het aantal theoretische schotels geschiedt met behulp van het McCabe-Thiele diagram. De gegevens voor het bepalen van de kromme werden ontleend aan lit.1. Het aantal theoretische schotels op deze wijze berekend bedroeg 9. De voeding werd hierbij op kooktemperatuur ingevoerd, terwijl de refluxverhouding 1 bedroeg. De voeding werd ingevoerd op de 6e schotel van onderen gerekend. Het werkelijke schotelaantal bedraagt echter ongeveer 15.(2)

McCabe-Thiele diagram voor het
systeem methyalkohol-water.



Berekeningen aan de veresteringsreactie

De berekening van de K-waarde voor de tweede reactie geschiedde aan de hand van de diverse patenten. De waarde van K bij een temperatuur van 200°C werd vermeld in literatuur 3. De berekening van K bij 250°C volgde uit de evenwichtssamenstelling vermeld in lit. 4. Deze evenwichtssamenstelling werd bepaald in twee proeven met verschillende verhouding T.P.A. en methylalkohol. De evenwichtssamenstelling bedroeg in molen:

M.M.T.	0,09	0,13
D.M.T.	0,91	0,87
Alk.	13,09	8,13
Water.	1,64	1,48

De verhouding T.P.A.:Alk. bedroeg in het eerste geval 18:13 en bij de tweede 1:13. De K-waarden hieruit berekend bedroegen resp. 1,267 en 1,219.

Voor de berekening van de K-waarde bij 300°C werd gebruik gemaakt van de evenwichtssamenstelling vermeld op pagina 12 van het verslag. Omgerekend in molen bedraagt deze evenwichtsconstante 1,38.

De katalytische werking van D.M.T. mits toegevoegd in een bepaalde hoeveelheid, moge blijken uit bijgaande grafiek (5).

Omzetting van T.P.A. in D.M.T. bij
toevoeging van D.M.T.

% omzetting

carboxylgroepen.

—o— reactietijd 10min. temp. 300°C.

—x— reactietijd 20min. temp. 300°C.

100

80

60

40

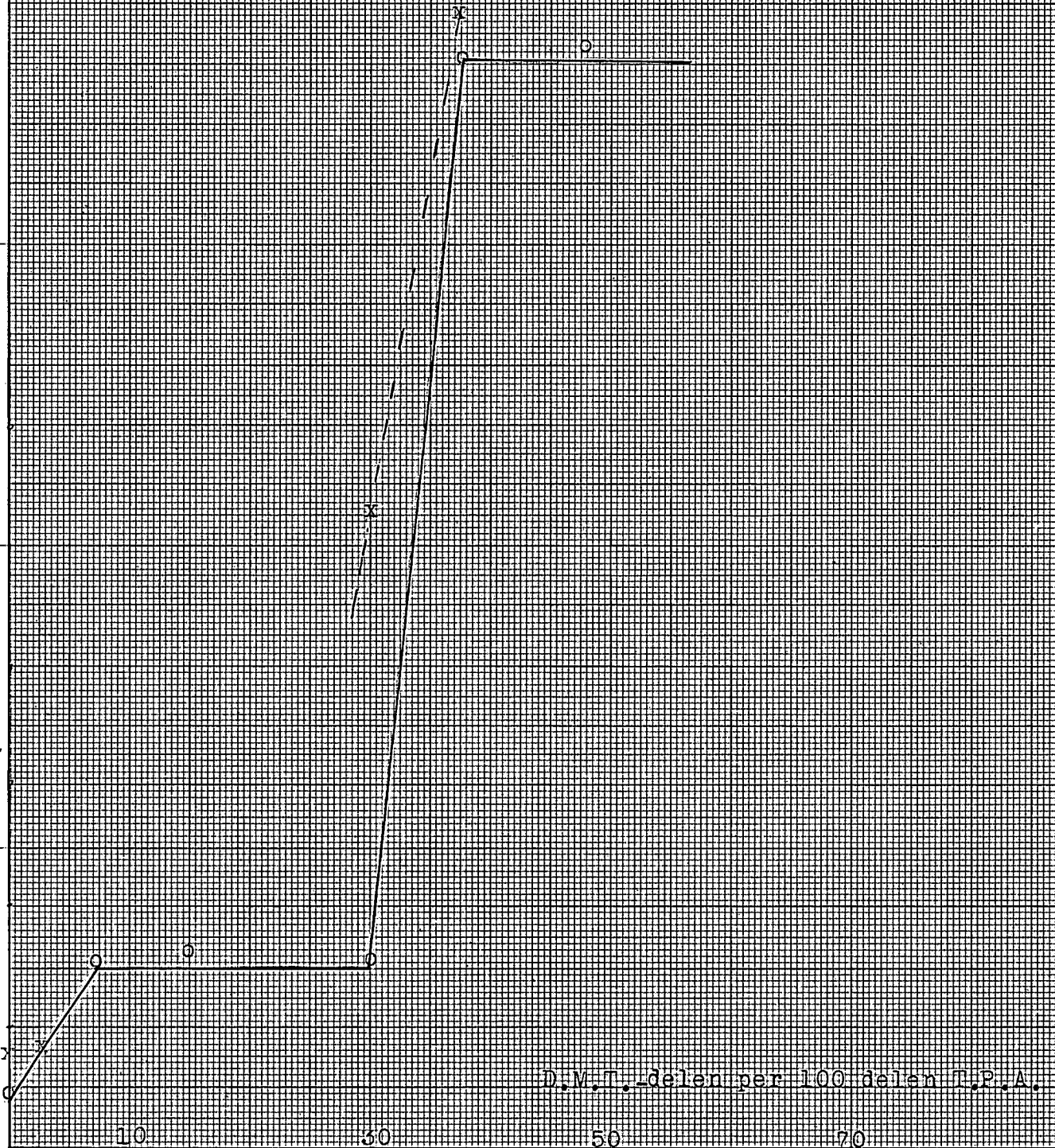
20

D.M.T.-delen per 100 delen T.P.A.

10 30 50 70

Din A4 210x297mm

Sc



Literatuur betreffende aanvulling op het verslag

1. Chu Ju Chin, R.J. Getty,
L.F.Brennecke, R.Paul. Distillation Equilibrium Data
N.Y.(1950)
2. J.M.Coulson, J.F.Richardson. Chemical Engineering Vol.II.635.
London(1956)
3. B.P.M. Ned.Pat.91746.
4. Shell Int.Res. Ned.Pat.97771.
5. Stand.Oil Comp.Illinois. Pat.aanvraag 227924.

Laboratorium voor Chemische Technologie

Verslag van het processchema voor de fabricage van

Dimethylterephthalaat.

Februari 1963.

H.Th.Rijnten.

Inhoud

Inleiding	3.
Processen ter bereiding van D.M.T.	6.
Keuze van het proces	8.
Keuze van de grootte en de plaats van de fabriek	10.
Reactiemechanisme	11.
Fysische gegevens	13.
Lijst van fysische gegevens	14.
Stofbalans	15.
Massastromen in tabelvorm	16.
Warmtebalans	17.
Overzicht van de warmtewisselaars	18.
Apparatuur	19.
Pompen	21.
Literatuur	22.
B	
Bijlage 1. Grafiek log p. tegen 1000/T.	
Bijlage 2. Blokschema.	
Bijlage 3. Processchema.	

Gebruikte afkortingen

Verslag:

D.M.T.	dimethylterephtalaat
M.M.T.	monomethylterephtalaat
T.P.A.	terephtaalzuur
Alk.	methylaalkohol

Schema:

D.M.T.	dimethylterephtalaat
T.P.A.	terephtaalzuur
Alk.	methylaalkohol
St.	stoom
K.w.	koelwater
D.a.	dowtherm a
D.e.	dowtherm e
Fr.	freon

Inleiding

Dimethylterephthalaat is tegenwoordig in de textielindustrie een zeer belangrijk tussenproduct. Het wordt vrijwel uitsluitend geproduceerd voor de fabricage van polyethyleenterephthalaat door omestering met ethyleenglycol. Dit polymeer wordt versponnen tot garens en vezels, terwijl andere bewerkingen leiden tot veelbelovende producten zoals polyester film en onderlaag voor de gevoelige plaat in fotografische films. Wat betreft de garens en vezels vallen allerlei gunstige eigenschappen op zoals sterkte en chemische bestendigheid. Dientengevolge en ondanks de hoge kosten van het product, die duidelijk hoger liggen dan die van andere synthetische garens en vezels, vertoont de vraag erna een continue stijging in de gehele wereld.

Enkele van de voornaamste handelsmerken waaronder het polymeer op de markt wordt gebracht in de diverse landen zijn: (1)

Dacron	Amerika
Terylene	Engeland
Terital	Italië
Terlenka	Benelux.
Tergel	Fr.

De productiegegevens van het polymeer in de diverse landen zijn weinig bekend. Sprekend over polyestervezels in het algemeen komt men voor het jaar 1958 tot de volgende waarden: (2)

W-Europa	18.000 ton
Amerika	31.000 ton

Japan	3.000 ton
overige landen	2.000 ton

In de Benelux valt de productie van Terlenka te berekenen uit gegevens van het A.K.U.concern. Dit concern heeft de verkoop van Terlenka voor de Benelux in handen. Het sloot een licentie overeenkomst met de I.C.I. en nam de know how over. De productie startte in 1958 en uit de productiegegevens van synthetische garens en vezels in het algemeen vindt men extrapolierend de volgende waarden: (3)

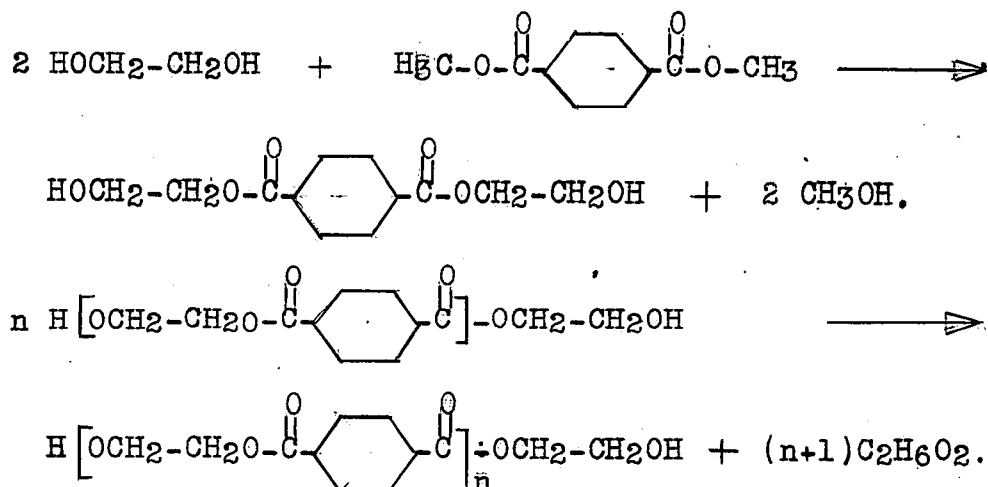
1958	2,400 ton
1960	10.000 ton
1962	30.000 ton (geschat)

In Italië zijn de productiegegevens beter bekend. In dit land bedroeg de productie van Terital: (4)

1957	500 ton
1961	4.600 ton
1963	11.000 ton (verwacht)

De geschiedenis van het polymeer is nog jong maar veelbelovend. Over het algemeen ziet men een stijgende lijn in de productie ervan. De productie van D.M.T. vertoont een analoge stijging aangezien alle polymeer uit D.M.T. gemaakt wordt. De kostenfactor wordt voornamenlijk veroorzaakt door de hoge kosten van D.M.T. Om het hoofd te kunnen blijven bieden aan de steeds groter wordende concurrentiestrijd om dit artikel streeft men dan ook naar een goedkope productiemethode van het D.M.T.

Alvorens over te gaan op de bereidingsmethoden van D.M.T., de redenen voor de aanwezigheid van D.M.T. in het productieproces van polyethyleenterephtalaat. Alle polyethyleenterephtalaat wordt gemaakt uit D.M.T. en glycol. Allereerst treedt nu een omestering op, waarbij de methylgroepen vervangen worden door ethyleenglycolgroepen. De verkregen ester polymeriseert nu verder volgens onderstaand reactieschema: (5)



Een directe verestering van T.P.A. met glycol lijkt op het eerste gezicht waarschijnlijker. De omweg wordt genomen om de volgende redenen: (6,7)

- 1 D.M.T. bezit een lager smeltpunt dan T.P.A. en een grotere oplosbaarheid in de diverse oplosmiddelen.
- 2 D.M.T. is reactiever dan T.P.A.
- 3 T.P.A. bereid op technische schaal is niet zuiver genoeg om direct te worden gecondenseerd met glycol.

Processen ter bereiding van D.M.T.

1. Verestering van T.P.A.
2. Gelijktijdige oxidatie en verestering van p-xyleen.

Verestering van T.P.A.

D.M.T. is de dimethylester van terephtaalzuur. Uitgaande van T.P.A. en methylalkohol kan men de verestering uitvoeren in tegenwoordigheid van diverse katalysatoren zoals:

H_2SO_4	(8)
ZnO	(9)
HCl	(10)
$BP O_4 + H_3P O_4$	(11)
D.M.T.	(12)

Ter verkrijging van de noodzakelijke zuiverheid aan D.M.T. is het gebruik van katalysatoren niet aan te raden. De laatste katalysator echter veroorzaakt geen onnodige vervuiling van de reactieproducten. Hierop zal bij de bespreking van het reactiemechanisme worden teruggekomen.

Het voornaamste kenmerk van de verestering is de grote overmaat methylalkohol. Dit heeft ten doel, enerzijds een verschuiving van het evenwicht ter verkrijging van hogere omzettingen, anderzijds het verwerkbaar maken van de afgekoelde kristalbrij. Het grootste probleem van het veresteringsproces is de scheiding van

de reactieproducten. Meestal laat men de reactieproducten afkoelen, waarbij D.M.T. uitkristalliseert. Na afscheiding van de D.M.T. wordt de moederloog gedestilleerd. De topproducten worden teruggevoerd in het proces, de ketelproducten afgevoerd. Deze bevatten naast het gevormde water de meeste verontreinigingen, welke in het gebruikte T.P.A. voorkomen. De zuivering van het ruwe D.M.T. kan geschieden door vacuumdestillatie.

Een andere mogelijkheid is de directe destillatie van de reactieproducten. (13)

Gelijktijdige oxidatie en verestering van p-xyleen.

Dit proces is nog vrij nieuw en wordt nog niet in de praktijk toegepast. De reactanten in dit geval zijn p-xyleen, methylalcohol en zuurstof. Het is een eentrapsproces om uitgaande van p-xyleen D.M.T. te fabriceren (T.P.A. wordt bereid door oxidatie van p-xyleen). Dit proces vereist het gebruik van een katalysator zoals: bijvoorbeeld organische Co-zouten, al of niet geactiveerd met Na. (14,15,16) De temperaturen bij dit proces variëren van 250-750°C en de drukken van 10-1000 atm. Opbrengsten tot 90% zijn met dit soort processen verkregen. (17)

Bij dit soort processen wordt de gehele productstroom afgekoeld, water afgescheiden en de onomgezette alcohol en aromaten teruggevoerd in het proces. De lange contacttijden en de veelheid van reactieproducten maken het minder aantrekkelijk.

Keuze van het proces

Voor het vaststellen van het proces moet allereerst een keuze gemaakt worden uit de twee mogelijke processen. Een afwegen van de voor- en nadelen van de twee processen is haast niet mogelijk, aangezien over het tweede proces nog zeer weinig gegevens bekend zijn. De grote onbekendheid met het tweede proces doen dan ook tot het eerste besluiten.

De uitgangsstoffen zijn T.P.A. en methylalkohol. T.P.A. is een vaste stof, welke moeilijk oplost in methylalkohol bij kamertemperatuur. Bij hogere temperaturen wordt de oplosbaarheid groter. Bij de gekozen mol. verhouding T.P.A.:Alk = 1:16 wordt een volledig oplossen aangenomen bij 250°C. Het mengen van de reactanten en het opwarmen tot de reactietemperatuur (300°C) geschiedt dan ook in een aantal trappen. De reactiecondities zullen verder besproken worden bij het reactiemechanisme. De reactieproducten kunnen nu op twee manieren gescheiden worden:

1. Directe destillatie. (18)
2. Afkoelen en uitkristalliseren.

Directe destillatie van de reactieproducten.

Deze destillatie kan geschieden in een kolom, waarbij het water en de Alk. onder evenwichtsdruck aanwezig zijn. D.M.T. moet bovendien in gesmolten toestand voorkomen. Deze eisen leiden tot een druk in de kolom van 4 at. terwijl de ketel een temperatuur moet bezitten van 155°C. Aan de bodem wordt de vloeibare ester afgetapt, aan

*ketel
D.M.T.
200°C bij 1 atm*

9 de top, temperatuur: 106°C, methanol en op enige afstand van de ketel water. De verschillende productstromen zullen echter nogmaals moeten
9 (worden gedestilleerd alvorens ze kunnen worden gebruikt in het proces of als product worden afgevoerd. Dit maakt deze scheidingsmethode duur.

Afkoelen van de reactieproducten en kristallisatie van D.M.T.

De reactieproducten worden na de reactor voorgekoeld en vervolgens laat men de D.M.T. bijna volledig uitkristalliseren bij 5°C (19). De verkregen suspensie wordt in een continu centrifuge gescheiden. Het vochtgehalte van de vaste stof kan dan op 1% gesteld worden. De moederloog wordt gedestilleerd en de topproducten teruggevoerd in het proces. De ketelproducten, welke tevens de meeste verontreinigingen bevatten van het gebruikte T.P.A. worden afgevoerd.
9 = Het ruwe D.M.T. wordt gesmolten, waarbij tevens de rest van de moederloog wordt afgezogen. Het gesmolten D.M.T. wordt vervolgens gedestilleerd onder vacuum (50 mm. Hg.) De topproducten kunnen in deze vloeibare toestand verder verwerkt worden voor de bereiding van polyethyleenterephtalaat. De ketelproducten worden teruggevoerd in het
9 proces, deze dienen als katalysator van de veresteringsreactie.

Deze scheidingsmethode biedt meer voordelen boven eerste genoemde en is waarschijnlijk economischer. Deze methode wordt dan ook in het schema aangehouden.

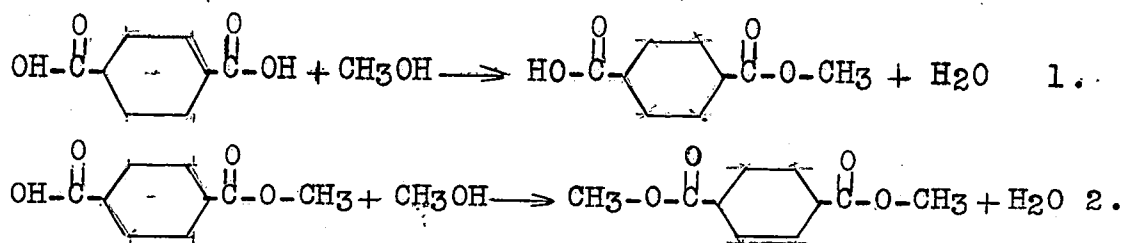
Keuze van de grootte en de plaats van de fabriek.

Over het algemeen zijn weinig gegevens te vinden in de literatuur over de bestaande D.M.T.fabrieken. Zoals in de inleiding beschreven is bestaat er een direct verband tussen de hoeveelheid geproduceerd polyethyleenterephtalaat en de geproduceerde hoeveelheid D.M.T. Op deze gegevens afgaande komen we voor de Benelux tot een totale productie aan D.M.T. van 30.000 ton voor het jaar 1962. Mede in verband met de nieuwe D.M.T.fabriek van de A.K.U. in Delfzijl welke in september in bedrijf zal komen, lijkt een kleine fabriek, welke 5.000 ton per jaar produceerd, redelijk te exploiteren.

Maken De plaats van de fabriek is afhankelijk van veërlei factoren. De grondstoffen T.P.A. en methylalkohol zijn beiden voorradig in de mijnstreek en in het Botlekgebied. Wil men naast de fabriek een spinnerij van Terlenka in bedrijf nemen, dan spelen arbeidsreserves een grote rol. De arbeidsmarkt in de beide eerstgenoemde gebieden is krap. Een andere mogelijkheid moet dan wel beschikken over goede aanvoerwegen. In dit geval is de streek rond Delfzijl een goede plaats. In andere gevallen is de mijnstreek of het Botlekgebied te verkiezen. De centrale ligging van de mijnstreek in de Benelux doet deze verkiezen boven de andere.

Reactiemechanisme.

De verestering van T.P.A. verloopt in twee trappen via het M.M.T. tot D.M.T. volgens onderstaand reactieschema:



Het mechanisme van een Fischer-verestering. Ten aanzien van reacties kan men stellen dat zelfs boven de kritische temperatuur van de alcohol de reactiesnelheid van het zuur met de alcohol laag is. Zelfs bij hoge temperaturen van de orde van 325°C is de tijd om ongeveer de evenwichtsinstelling van de reactie te verkrijgen onpraktisch lang voor continu werken. Uit de organische chemie is bekend, dat sommige esters een verhoging van de veresteringssnelheid teweegbrengen. Bij voorkeur wordt de ester gebruikt van het type, dat door de reactie geleverd wordt. In dit geval blijkt een toevoeging van D.M.T. aan de reactanten een plotselinge sterke stijging van de reactiesnelheid tot gevolg te hebben. Bij gebruik van T.P.A. en methylalkohol verdient het de voorkeur 35-40 dln. D.M.T. per 100 dln. T.P.A. te gebruiken. De temperatuur en de tijd om evenwicht te bereiken zijn 300°C en ongeveer 20 min. (19)

Met behulp van de diverse evenwichtssamenstellingen,

hoe
welke in sommige octrooien beschreven werden, kon bij drie temperaturen de evenwichtsconstante van de tweede reactie berekend worden. Bovendien bleek de evenwichtsconstante voor de eerste reactie een hoge waarde te bezitten. De tweede reactie is dus bepalend voor de gehele verestering. Het T.P.A. kan dan ook als volledig omgezet worden beschouwd. (20) Dit extrapolierend naar hogere temperaturen werden de volgende K-waarden berekend voor de tweede reactie:

200°C	K=1,10	(20)
250°C	K=1,24	(21)
300°C	K=1,38	(22)

Uitgaande van een voeding van de volgende samenstelling vindt men bij een temperatuur van 300°C een druk van 140 atm. en een reactietijd van 20 min. de volgende samenstelling van de reactieproducten:

Voeding.	Reactieproducten.
0,80 g. CH ₃ OH	0,703 g. CH ₃ OH
0,267 g. T.P.A.	
0,100 g. D.M.T.	0,375 g. D.M.T.
	0,035 g. M.M.T.
	0,054 g. H ₂ O.

In dit proces worden deze reactiecondities aangehouden.

terug naar
mech -
in proces

Fysische gegevens

De fysische gegevens, die bij het doorrekenen van dit processchema noodzakelijk zijn, staan vermeld op de volgende pagina. Voor het water en de methylalkohol werd gebruik gemaakt van (23). Voor de fysische constanten van D.M.T. M.M.T. en T.P.A. werden andere dan de normale handboeken gebruikt. Uit de dampspanningscurve van T.P.A. werd de sublimatiewarmte van T.P.A. berekend (24). De andere fysische gegevens werden verkregen uit (25). Voor M.M.T. en D.M.T. werden eveneens uit de dampspanningscurven de sublimatiewarmte resp. verdampingswarmte berekend (26). De verdere gegevens van D.M.T. werden verkregen uit (27). De ontbrekende gegevens van M.M.T. werden geïnterpoleerd tussen die van T.P.A. en D.M.T. in.

De soortelijke warmte is aangegeven in $\text{kJ/kg}^{\circ}\text{C}$. en de verdampingswarmte, sublimatiewarmte en smeltwarmte in kJ/kg .

De grafieken van $\log p$ tegen $1000/T$ staan vermeld in de bijlagen.

	T.P.A.	M.M.T.	D.M.T.	H ₂ O	CH ₃ OH
M.W.	166	180	194	18	32
B.P.			288°C	100°C	64,7°C
M.P.			140,6°C	0°C	-97°C
S.P.	310°C	324°C			
Cp L.			1,95	4,19	2,54
S.	1,50	1,43	1,37		
Q _b			291	2242	1114
Q _s	508.	356			
Q _m			159		
Helling in $\log p / \frac{1000}{T}$	4,39	3,34	2,94	2,104	1,85

*Reaktivwerte?
Zu verdünnen
oder (Kil)reaktor?*

Stofbalans

Ten aanzien van de stofbalans, welke op de volgende pagina's vermeld staat, de volgende opmerkingen:

1. De nummers in het blokschema corresponderen met de nummers in de stofbalans.
2. De temperatuur in de diverse apparaten zijn vermeld in °C en voor zover niet voluit weergegeven door bijv. 113°.
3. De drukken in de diverse apparaten zijn vermeld op de volgende wijze 5 (at.)
4. De benodigde warmte bij de wisselaars zijn aangegeven in kW. en staan vermeld bijv. bij E2 85.
- x 5. T.P.A. en Alk. worden zuiver verondersteld.
6. De samenstelling van de reactieproducten komt overeen met de samenstelling besproken bij het reactiemechanisme.
7. De vloeistof aanwezig in de vaste stof na het verlaten van de centrifuge, 1%, wordt verwijderd bij het smelten van het D.M.T.-M.M.T. mengsel.
8. De productstroom na het verlaten van de destillatiekolom wordt niet tot stollen gebracht, deze kan namelijk in deze toestand verder worden verwerkt bij de polymerisatie.
9. De ketelproducten van de alcohol-kolom worden hier afgevoerd, ze kunnen worden verzameld en opnieuw gedest.

sto
atw

kan niet
zijn p. 3.

Arceon met
handelsnaam
met ... 2/3 H₂O?

dit men doet?

Massastromen in kg./sec.

	D.M.T.	M.M.T.	T.P.A.	Alk.	Water.
1.				0,0804	
2.			0,1718		
3.				0,4317	0,0048.
4.			0,1718	0,5121	0,0048.
5.			0,1718	0,5121	0,0048.
6.	0,0642	0,0235			
7.	0,0642	0,0235	0,1718	0,5121	0,0048.
8.	0,0642	0,0235	0,1718	0,5121	0,0048.
9.	0,2642	0,0242		0,4454	0,0426.
10.	0,2642	0,0242		0,4454	0,0426.
11.				6,2356	0,5964.
12.	0,2642	0,0242		6,6810	0,6390.
13.	0,2642	0,0242		0,4454	0,0426.
14.	<i>geht angetrieben? aus wasser?</i>			0,4426	0,0423.
15.	0,2642	0,0242		0,0028	0,0003.
15b.	0,2642	0,0242			
16.				0,0110	0,0375.
17.	0,2000	0,0007			
18.	0,0642	0,0235			

*10 = 6
geht angetrieben?*

Warmtebalans

De warmtebalans is steeds voor een deel van het schema zoals de reactor of een warmtewisselaar opgesteld. De berekening van de warmtewisselaars geschiedt op de bekende wijze. Correctie in het logaritmisch gemiddelde temperatuursverschil behoeven niet te worden aangebracht, aangezien alle wisselaars bestaan uit ten minste een condenserende damp. Voor de berekening van de eerste voorverwarmer is rekening gehouden met het in bedrijf stellen van de fabriek. In de rest van het schema behoeft er dan verder geen rekening mee worden gehouden. Steeds worden de warmtehoeveelheden uitgedrukt in kW.

Ten aanzien van de reactiewarmte is weinig bekend. Deze wordt dan ook op 0 gesteld. Wel kan worden gesteld, dat de reactiewarmte endotherm is (verhoging van de temperatuur geeft een hogere K-waarde). De faseovergang van het vaste T.P.A. naar het vloeibare D.M.T. speelt hierbij ook een zekere rol. Een regeling van de toevoer van het verwarmingsmiddel (Dowtherm A) is dan ook in dit geval gewenst.

Een overzicht van alle warmtewisselaars aan de hand van het blokschema wordt gegeven op de volgende pagina.

1,2
8
10

8.
0,16.
0,04.
0,13.
8.
1,04

Overzicht van de warmtewisselaars

Handwritten: 1,2 KW

	Warmteeff. (-afvoer toevoer)	Temp. medium	Temp. product	U. W/m ² ·C.	A. m ²	medium
E1.	21,4	110	20-65	150	8,2	stoom
E2.	85,2	140	65-113	150	12,1	stoom
E3.	1360	235	113-190	200	8,8	Dowtherm E.
E4.	106,6	288	190-250	250	6,8	Dowtherm A.
E5.	(90) <i>huc vel. (2e P)</i>	343	250-300	100	13,6	Dowtherm A.
E6.	-266	110	300-150	600	4,6	water
E7.	-294	-5	(150-5) <i>advent</i>	500	4,2	Freon
E8.	77	110	5- 68	600	1,9	stoom
E9.	-983	20-45	65	600	51,7	water
E10.	989	140	95	600	36,6	stoom
E11.	125	235	5-185	75	14,5	Dowtherm E.
E12.	-171	20-60	183	500	2,4	water
E13.	173	235	190	500	7,7	Dowtherm E.

Apparatuur

Ten aanzien van de apparatuur in het algemeen kan men voor het constructiemateriaal toe met constructiestaal. De afwezigheid van niet corrosieve vloeistoffen maakt deze keus mogelijk. De afmetingen van de apparaten werden meestal bepaald uit een noodzakelijk oppervlak en een noodzakelijke verblijfstijd. De diverse apparaten zijn in volgorde van het proces:

1. Mengvat en verwarmmer. Het oppervlak van het apparaat volgt uit de werking als verwarmmer en is berekend op een verwarmen van de gehele massastroom bij het inbedrijf stellen van de fabriek. Door het apparaat tegelijkertijd te laten fungeren als wachttank volgt de inhoud, waarmede het apparaat bepaald is.
2. Mengvat en verwarmmer. Door de aanwezigheid van een slurry als massastroom blijft de aanwezigheid van een roerwerk noodzakelijk. De afmetingen volgen wederom uit bovengenoemde overwegingen.
3. Mengvat en roerder. In dit apparaat wordt de recycle van de D.M.T. kolom bijgemengd. Een roerwerk blijft noodzakelijk, bij het verlaten van het apparaat is de slurry verdwenen.
niet
4. Laatste verwarmmer voor de reactor. Bij het verlaten van dit apparaat is de slurry opgelost.
5. Reactor. De verblijfstijd in de reactie is gesteld op 20 min. Een verwarmend oppervlak werd reeds eerder berekend. Voor het opwarmen wordt een extra verblijfstijd genomen van 10 min.

reactie loopt af?

6. Kristallisator. Voor het afscheiden van de vastesstof in de centrifuge is een enigszins regelmatige vorm van de kristallen noodzakelijk. Dit wordt bewerkt in de kristallisator. De toevoerstroom wordt gemengd met een 14-voudige overmaat vloeistof. De smeltwarmte wordt afgevoerd in de Freon-koeler. De gehele massastroom wordt in de centrifuge geleid. In de kristallisator wordt bovendien een extra zuivering van D.M.T. bewerkstelligd.

*volgt
niet uit
hiervan*

7. Centrifuge. Deze verticale schroefcentrifuge scheidt de vaste stof van de vloeistof. Het vochtgehalte van de vaste stof wordt gesteld op 1%.

8. Smeltapparaat. De vaste stof afkomstig uit de centrifuge moet wederom gesmolten worden voor de verdere scheiding van D.M.T. Voor het doorvoeren van een continu proces werd dat smeltapparaat continu uitgevoerd. De aanwezige vloeistof wordt verwijderd door afzuigen. *als damp — CH_3OH en H_2O ?*

9. D.M.T.-kolom. In deze destillatiekolom wordt een verdere zuivering van D.M.T. bereikt. Ter vermijding van te hoge temperaturen wordt onder 50 mm. Hg. gedestilleerd. Uit de noodzakelijke zuiverheid van D.M.T. (99,6%) volgt uit het McCabe-Thiele diagram bij een terugvloeiervhouding van 2 een aantal ^{*theor.*} schotels van 7. De voeding wordt op kooktemperatuur ingevoerd op de 4 schotel van onderen. De ketelproducten worden teruggevoerd in het proces, zij werken katalytisch op de veresteringsreactie. Het hoge percentage D.M.T. in de ketelproducten heeft een extra zuiverheid van de

*niet
aanwezig*

waarschijnlijk

topproducten bij gebruik van een bepaald aantal schotels tot gevölg. De druk in deze destillatiekolom wordt in stand gehouden door een vacuuminstallatie.

10. Alkohl-kolom. In deze kolom wordt de vloeistof afkomstig uit de centrifuge gezuiverd ten einde de alkolol terug te kunnen voeren in het proces. Water, dat ontstaan is bij de reactie moet afgevoerd worden in de ketelproducten. Deze scheiding is vrij oneconomisch, de topproducten bestaan voornamelijk uit alkolol terwijl de voeding voor het grootste gedeelte ook uit alkolol bestaat. Een volledige scheiding kan dan ook niet nagestreefd worden. De topproducten moeten echter over een bepaalde zuiverheid beschikken. In de ketelproducten zal dan een vrij groot percentage alkolol blijven. De voeding wordt wederom op kooktemperatuur ingevoerd. Bij een terugvloei-verhouding van 1 volgt uit het McCabe-Thiele diagram een aantal schotels van 8, de voeding wordt ingevoerd op de 6'schotel van onderen.

lisch?
het laag
2105

Pompen

P1. Slurrypomp ook wel monopomp.

P2. Monopomp.

P3. Plunjerpomp.

P4. Plunjerpomp.

P5. Centrifugaalpomp.

P6. Centrifugaalpomp.

P7. Membraampomp.

P8. Centrifugaalpomp.

Literatuur.

1. U.Maffezzoni, E.Alneri. Chim.Ind. 44 631.(1962).
2. K.Wnnacker, L.Kuchler. Chemische Technologie, bd.4.München(1960)
3. 50 jaar A.K.U./ENKA. 8.(1961).
4. U.Maffezzoni, E.Alneri. Chim.Ind. 44 631.(1962).
5. R.Langendijk. Rayon Rev. 12 101.(1958).
6. D.M.T.Bull. E.I. Du Pont de Nemours.(1951)
7. C.C.Winding, G.D.Hiatt. Polymeric Materials.N.Y.1961.
8. J.Tomaszewski, M.Waynryb, Zessyty Nank, Polit.Lódz.Chem. 2
A.Zawadzki. 81-88.(1955)
9. Ver.Glanzst. Ned.Pat.98778.
10. Chem.Werke Hüls, Ned.Pat.97892.
11. Ver.Glanzst. Ned.Pat.90732.
12. Stand.Oil Comp. ✓ Pat.aanvraag 227924.
13. Shell Int.Res. Ned.Pat.97771.
14. Gen.Elektr. U.S.Pat.2,553,325.
15. ^{Röhm} Rhom & Haas.R Reporter 16 No 1,2.(1958).
16. U.Maffezzoni, E.Alneri. Chim.Ind. 44 632.(1962).
17. U.Maffezzoni, E.Alneri. Chim.Ind. 44 635.(1962).
18. Shell Int.Res. Ned.Pat.97771.
19. Stand.Oil Comp. ✓ Pat.aanvraag 227924.
20. B.P.M. Ned.Pat.91746.
21. Shell Int.Res. Ned.Pat.97771.

23. J. Timmermans. Physico-Chemical constants. N.Y. (1950)
22. Stand. Oil Comp. ✓ Pat. aanvraag 227924.
24. J. Jordan. Vapor Press. of Org. Comp. N.Y. (1954)
25. E.I. du Pont de Nemours. T.P.A. Technical Grade Bullt. (1951).
26. Bataafse Int. Chemie Mij. Reference CMF/273.
27. E.I. du Pont de Nemours. D.M.T. Product Information.

