

Verslag behorende bij het ontwerp van een amylalcoholfabriek.

H.K.K.W. van Oordt.

Januari 1953.

### Inleiding.

De opdracht was amylalcohol te bereiden en hierbij uit te gaan van petroleumfracties. In tegenstelling dus tot de veel toegepaste bereiding uit de foezelolie.

Bij de bereiding uitgaande van petroleumfracties komen twee methoden in aanmerking:

1. Additie van  $H_2SO_4$  aan pentaan en navolgende hydrolyse.
2. Chlorering van pentaan tot amylchloride en omzetting in amylalcohol met  $NaOH$ .

Het eerste proces is bekend uit de bereiding van enige andere alcoholen, o.a. isopropylalcohol. Voor de bereiding van amylalcohol schijnt de methode echter van weinig belang te zijn. Kirk-Othmer maken er in hun standaardwerk zelfs in het geheel geen melding van. Er zijn ook slechts weinig literatuurgegevens over.<sup>2-4</sup>) Volgens dez e gegevens wordt een petroleumproduct, gasolie of zware benzine, in dampphase gekraakt waarbij een belangrijk percentage aan alkenen ontstaat. De geschikte fractie wordt afgezonderd en hieraan zwavelzuur geaddeerd. Hierop volgt hydrolyse door verdunning en verwarming van het reactieproduct. we zullen nu een korte opsomming geven van de meest in het oog springende bezwaren van dit proces:

- a. Bij de dampphasekraking ontstaan hoofdzakelijk olefinen en daar de zwavelzuuradditie volgens de regel van Markownikow plaats vindt, dus met het geaddeerde H atoom eindstandig, krijgen we uiteindelijk nagenoeg geen primaire amylalcoholen.
- b. We krijgen hier niet zoals bij het chloreringsproces amylchloride als tussenproduct en dit is uitgangproduct voor de bereiding van amylphenolen, amylmercaptanen en amylaminen, wat belangrijke nevenproducten zijn en waardoor het bedrijf een veel flexibeler karakter krijgt.<sup>5</sup>)
- c. De zwavelzuuradditie moet om nevenreacties, speciaal polymerisatie te voorkomen bij lage temp., nl bij  $0^\circ C$  of iets daarboven, plaats vinden. Niet alleen is dit duur, maar het is ook technisch moeilijk uitvoerbaar, daar het reactieproduct betrekkelijk visceus is en er veel warmte vrijkomt.
- d. Ondanks het in acht nemen van het bovenstaande bevat het reactieproduct van de zwavelzuuradditie nog een groot aantal andere producten naast het gewenste alkylzwavelzuur. Dit zijn nl. de paraffinen, die zich in het uitgangproduct bevonden, onomgezette olefinen, gepolymeriseerde olefinen, dialkylsulfate en de overmaat vrij zwavelzuur. Dit maakt de verwerking vrij ingewikkeld.

Bovenstaande bezwaren zijn de reden geweest, dat het tweede proces gekozen werd. Bovendien blijkt dit proces waarover vrij veel lit. gegevens beschikbaar zijn, in de praktijk goed te voldoen. <sup>7</sup>)

Welke alk.  
antwoord  
hier of nu

↑

9

2

In het navolgende zal eerst een theoretische beschouwing gegeven worden over de omzetting van pentaan in amylochloride. Daarna zal de uitvoeringsmethode die hiervoor gekozen werd besproken worden aan de hand van het verwerkings-schema. Hierbij behoort tevens een globale materiaalbalans. Ten slotte nog enige beschouwingen over de keuze van de plaats van de fabriek en over enige economische factoren, welke van belang kunnen zijn.

Voor de omzetting van amylochloride in amyloalcohol en de hierbij te pas komende problemen wordt verwezen naar het werk van de Heer E. Harthoorn.

#### Omzetting van pentaan in amylochloride.

De fundamentele reactie is:



Deze reactie en de navolgende omzetting in amyloalcohol wordt uitgevoerd op groottechnische schaal door Sharples Chemicals Inc. in Wyandotte, Michigan, U.S.A. en de meeste gegevens erover komen dan ook in artikelen van medewerkers van deze fabriek voor. Zo deelt E.E. Ayres over deze reactie het volgende mee.<sup>6)</sup>

Bij chloreren beneden 100°C is licht of een kat. nodig en ontstaan weinig primaire chloriden. Boven 200°C in de dampfase hoogste opbrengst aan primaire chloriden.

Verder bevordert een hoge temp. de omzetting van amylochloride in pentaan. Een hoge druk werkt dit juist tegen.

Naast monochloride kunnen we echter ook een ongewenste vorming van dichloride krijgen. Dit kan op twee wijzen ontstaan:

1. Reactie van meer dan een Cl<sub>2</sub> molecuul met pentaan.
2. Additie van Cl<sub>2</sub> aan gevormd pentaan.

Het eerste kunnen we voorkomen door een grote overmaat pentaan te nemen. We moeten verder oppassen bij de menging van Cl<sub>2</sub> en pentaan geen reactie tekrijgen. Hier moeten we de temp. dus laag houden. Het belang van een goede menging is ook duidelijk.

Het tweede wordt beperkt door een korte reactietijd en een hoge druk. Zo kunnen we door geschikte voorzorgen de dichloride vorming beperken tot 1% van de totale hoeveelheid gevormde chloriden. We nemen een pentaan/chloor verhouding van 15:1 en 5 at druk.

Toch treedt in eenmaal gevormd pentaan ook chloorsubstitutie op naast additie.<sup>7)</sup> We krijgen nl. ook enige onverzadigde amylomonochloriden.

Een zeer uitvoerig onderzoek over de chlorering van paraffinen is verricht door E.B. Hass en medewerkers.<sup>8)</sup> Hij komt voor de chlorering van isopentaan in dampfase bij 300°C tot de volgende reactieproducten:

- 30,1% 1 Cl 2 Me butaan, 22,2% 2 Cl 2 Me butaan,
- 32,6% 3 Cl 2 Mebutaan, 15,1% 4 Cl 2 Me butaan.

Dit klopt in het geheel niet met de bij Sharples verkregen hoeveelheden. Hass wijft dit aan een selectieve destructie van secundaire en tertiaire chloriden in de chloreringsreactor en bij de hydrolyse-reactie, daar de analyses gedaan zijn op de alcoholen.

Sharples geeft nl. het volgende op: Bij uitgaan van isopentaan werd verkregen 28% 4 Cl 2 Mebutaan, 57% 1 Cl 2 Mebutaan en 15% tertiair amylochloride. Bij uitgaan van n.pentaan werd verkregen: 50% primair chloride, 33% 3- en 17% 2 Cl pentaan.

Gebruikte methode.

De methode werd gebaseerd op de door R.L. Kenyon en G.C. Inskeep gegeven beschrijving met schema van de werkwijze van Sharples **Chemie, Inc. 7)**

We verbruiken 1020 kg/h Cl<sub>2</sub>. De totale materiaalbalans wordt dan als volgt:

Per mol Cl<sub>2</sub> ontstaat een mol chloride. Dus als alles amylnonochloride was zouden we  $1020/71 \times 106,5 = 1530$  kg/h monochloride-opbrengst krijgen. 1%, dus 15 kg/h is echter dichloride.

Dit komt overeen met 0,11 kmol dichloride. Als we aannemen, dat het dichloride uitsluitend door additie van Cl<sub>2</sub> aan pentaan ontstaat, was hier dus 0,11 kmol Cl<sub>2</sub> voor nodig, d.i. 78 kg/h.

De resterende 1012 kg/h correspondeert dus met  $1012/71 \times 106,5 = 1518$  kg/h amylnonochloride. En tevens  $1012/71 \times 36,5 = 525$  kg/h HCl.

We verbruiken verder 0,11 kmol (voor het dichloride) + 1012/71 kmol (voor het monochloride) pentaan, dit komt overeen met: 1034 kg/h; rekening houdend met de overigens geringe verliezen, die optreden, vermoedelijk hoofdzakelijk bij de HCl terugwinning, nemen we een hoeveelheid van 1040 kg/h pentaan.

*gevoerd  
pentaan?*

We zullen nu het proces bespreken aan de hand van het door ons vervaardigde schema. De voor de apparatuur gebruikte materialen zullen we daarna apart bespreken.

Het pentaan wordt vloeibaar aangevoerd in tankwagens en hieruit met een tandradpomp verpompt naar de dehydratatietank.

Het wordt hier gedroogd door het bij het chloreringsproces gevormde HCl gas, dat uit een ongeveer 50 cm boven de onderkant van de tank uitmondende buis stroomt en dan een soort wolk in de kolom vormt die langzaam bezinkt. De HCl oplossing wordt onderaan de kolom afgevoerd. Het overige HCl verlaat de tank gasvormig aan de bovenzijde en gaat naar de absorptie inrichting. In de tank wordt door een reguleur een constant niveau gehandhaafd. Het teveel wordt hierbij afgevoerd en komt in de aanvoerleiding van de pentaantandradpomp.

Het gedroogde pentaan wordt naar een mengtank gevoerd, waar het vermengd wordt met de gerecirculeerde overmaat pentaan.

Het pentaan passeert daarna een pompen een verdampers, die we de vereiste hoeveelheid gasvormig pentaan van 5 at druk laten leveren. Deze wordt in een venturimengbuis vermengd met uit de chloorverdampers komende chloordamp van ongeveer dezelfde druk. De chloor wordt vloeibaar in tankwagens aangevoerd en hieruit naar de verdampers gepompt. Het is wel praktisch de chlooraanvoer op de volgende wijze te regelen. De op de tekening aangegeven tank dient dan alleen als vaste tussentank.

Deze rust op een balans. Het chloor wordt dan uit de aanvoertankwagens door gecomprimeerde lucht naar de tussentank geperst. Is de aanvoertank leeg dan begint het gewicht van de tussentank te verminderen en wordt automatisch op een volgende aanvoertank overgeschakeld.

Het pentaan/chloor mengsel stroomt van de venturibuis naar de reactieoven, waar het van 100 op 300 °C gebracht wordt door de langs de reactiepijpen strijkende hete verbrandingsgassen van de als brandstof gebruikte gasolie. Men op de uitgangstemp. van de reactiegassen werkende reguleur regelt de olietoevoer.

4

Uit de reactor treden de volgende hoeveelheden gas:  
1518 kg/h amylochloride, 15 kg/h amyldichloride, 525 kg/h HCl en  
de overmaat pentaan, t.w. 14280 kg/h.

Dit gasmengsel wordt geleid naar een regenkoeler, bestaande uit  
10 eenheden, iedere eenheid bestaat uit 9 stukken verbonden door  
haarspeldbochten. Een reduceerventiel houdt de druk voor de regen-  
koeler op 5 at. Het van de regenkoeler afkomende gedeeltelijk ge-  
condenseerde mengsel van ongeveer 100°C wordt bovenin de eerste  
destillatiekolom geleid. Deze kolom heeft 9 schotels. Verder  
wordt in deze kolom het toproduct van de kolommen 2 en 4 inge-  
voerd en wel onderin. Uit deze kolom treden:

1. Een toproduct, dat al het gevormde HCl en het te recirculeren  
pentaan bevat. Dit product wordt naar een regenkoeler van  
19 eenheden, waarvan iedere eenheid uit 7 stukken verbonden door  
haarspeldbochten bestaat, geleid. Hierin wordt het pentaan gro-  
tendeels gecondenseerd en in een afscheider van het HCl geschei-  
den. Het pentaan komt dan weer terug in het proces en het HCl  
gaat naar de dehydratatie-tank zoals we zagen.

2. Een bodemproduct, dat alle mono- en dichloriden bevat bene-  
vens 4630 kg/h pentaan. Dit wordt bovenin een tweede destilla-  
tiekolom geleid. Schotelafstand eerste kolom is 45 cm.

Deze tweede destillatiekolom is van een reboiler voorzien en  
werkt evenals de eerste onder druk. Een globale berekening,  
waarbij de kleine hoeveelheid dichloriden verwaarloosd werd en  
de verschillende amylochloriden als 1 component werden be-  
schouwd, bracht ons op 3 ideale schotels. We nemen 5 schotels.

Het toproduct bestaat uit 4360 kg/h pentaan en 213 kg/h amylo-  
chloride. Het bodemproduct bestaat uit 15 kg/h dichloride,  
1965 kg/h amylochloride en 170 kg/h pentaan.

De damptemp. in de top van deze kolom regelt de stoomtoevoer  
van de reboiler. Schotelafstand 45 cm.

Het toproduct wordt naar kolom 1 teruggevoerd, het bodempro-  
duct wordt door een reduceerventiel ontspannen en naar de derde  
kolom gepompt, die evenals de vierde onder atmosferische druk  
werkt.

Deze kolom is van een reboiler en van een inrichting voor re-  
flux voorzien. Een voorlopige berekening, waarbij het pentaan  
werd verwaarloosd en het amylochloride weer als een compo-  
nent werd beschouwd, bracht ons op 7 ideale schotels boven de  
voedingschotel en 17 onder, waarvan 1 de reboiler kan zijn.  
Voor de refluxverhouding nemen we 3. (De min. R was 1 2/3)  
we nemen 9 schotels boven en 21 onder de voedingschotel en  
een schotelafstand van 30 cm.

Het bodemproduct is 15 kg/h voor de verkoop bestemde amylo-  
chloride. Het toproduct bestaat uit 1965 kg/h amylochloride  
en 170 kg/h pentaan. Dit komt als voeding bovenin de vier-  
de kolom, een schotelkolom met reboiler. De globale berekening  
geeft 12 ideale schotels, we nemen er 15 met schotelafstand  
30 cm. Het toproduct bestaat uit 170 kg/h pentaan en 447 kg/h  
amylochloride. Dit wordt in een warmtewisselaar met con-  
centrische luizen gecondenseerd, gaat vandaar naar een tussen-  
vat, vanwaar het naar kolom 1 gepompt wordt.

Het bodemproduct is 1518 kg/h amylochloride. Wanneer we  
uitgaan van een pentaanproduct, dat door de Ned. petroleum-  
industrie geleverd kan worden en dat volgens de gegevens van  
Econ. Voorl. Dienst voor 96% uit normaal en voor 4% uit iso-  
pentaan bestaat zal dit amylochloride volgens de bij Sharples  
Chem. Inc. opgedane ervaringen de volgende samenstelling hebben:



48% n. primair chloride, 31,7 % 3 Cl pentaan, 16,3 % 2Cl pentaan, 2,3 % 1 Cl 2 methylbutaan, 1,1 % 4 Cl 2 methylbutaan en 0,6-% tertiair amylchloride.

Tenslotte nog de HCl winning. De uit het dehydratatievat komende HCl damp wordt in een regenkoeler met navolgende afscheider van de laatste resten pentaan ontdaan en over 5 absorptiekolommen verdeeld. In een 1<sup>ste</sup> hoofdstuk zijn deze kolommen nauwkeurig berekend. De hoeveelheid gas regelt de hoeveelheid voedingswater en zo leveren deze kolommen een 34 % HCl opl. De restgassen worden in een zesde kolom tot 29 % HCl verwerkt. Al deze kolommen zijn gekoelde natte wand kolommen. Het restgas van de laatste kolom stroomt in tegenstroom met vers water door een gepakte kolom. De uitredende HCl oplossing dient als voedingsopl. voor de zesde natte wand kolom. Op deze wijze worden te hoge temp. vermeden. Nog nagekomen inert gas kan door een veiligheidsklep boven in de gepakte kolom ontwijken.

Bij de bovenstaande bespreking behoort ook nog een beschouwing betreffende de bij de apparatuur toegepaste constructiematerialen.

Vanvankelijk paste men bij Sharples zuurbestendige materialen toe om aantasting door het HCl te voorkomen. Het bleek echter voordeliger op gewoon staal en gedeeltelijk op gelegeerd staal over te gaan. Wel moet dan een intensieve controle uitgevoerd worden om lekkages op te sporen. Om deze mogelijk te maken moeten b.v. ook die koelers, waarvoorheen HCl stroomt als regenkoelers uitgevoerd worden. Belangrijker is echter nog de corrosie veroorzaakt door waterige HCl. Het conusvormige benedengedeelte van het dehydratatievat wordt dan ook zeer zwaar uitgevoerd en kan afzonderlijk vervangen worden. Verder wordt de pentaantandradpomp, daar deze ook pentaan uit het hydratatievat aangevoerd krijgt, waarin zich wat HCl kan bevinden, van een rubber bekleding voorzien.

Tenslotte wordt voor de HCl absorptieinstallatie Karbete gebruikt.

#### Keuze van de plaats van de fabriek.

De fabriek heeft Cl<sub>2</sub> nodig en voor de amylalcoholfabriek NaOH. In de amylalcoholfabriek ontstaat NaCl, waaruit weer NaOH en Cl<sub>2</sub> teruggewonnen kan worden. Door het bovenstaande zijn we gebonden aan de zoutindustrie en een vestiging in Mengelo lijkt dan ook wel gunstig. Het pentaan kan dan uit Fernis aangevoerd worden. Ook de mogelijkheid het HCl, dat van zeer goede kwaliteit is, gunstig af te zetten is bij de vestiging van belang. Ook wat dit betreft lijkt echter de vestiging in een belangrijk industriegebied als Twente gunstig.

#### Enige van belang zijnde economische factoren.

De in het navolgende vermelde gegevens werden verstrekt door de Econ. Voorl. Dienst.

Shell Nederland verkoopt voor de B.F.M. een technische kwaliteit pentaan, bestaande uit 96 % normaal- en 4 % isopentaan, voor f 0.50 per liter, d.i. f 0.80 per kg. Deze betrekkelijk hoge prijs zal bij een kostenrekening een belangrijke rol spelen. In een op Sharples betrekking hebbende tabel voor de kostenverdeling bij de bereiding van amylchloride vinden we het volgende 7):

67 % van de kosten komt op rekening van de aanschaf van de grondstoffen minus opbrengst van de nevenproducten. Arbeid, in de U.S.A. een belangrijke post, neemt een belangrijk gedeelte van resterende percentage in. Het is dus zelfs mogelijk dat we voor Nederland een hoger percentage dan 67 zouden krijgen.

Houden we echter 67 aan en nemen we voor grondstoffen totaal fl.20 per kg, dan komen we op een prijs van fl.80 per kg amylchloride.

Wanneer we nu zien, dat van Jan. tot Sept. 1952 4000 kg amylalcohol werd ingevoerd tegen fl7000, d.w.z. f.4.25 per kg., dan zien we, dat hier stellig mogelijkheden moeten liggen.

Over de productie, die economisch verantwoord is, is verder niet veel te zeggen, daar zowel de binnenlandse productiecijfers als de Ned. exportcijfers van amylalcohol geheim zijn. Een marktanalyse zal uit moeten maken in welke mate de lage prod. prijs het binnenlands verbruik en de export zullen ~~ver~~groten.

Lit.:

1) Kirk, Othmer	Encyclopedia of Chem. Techn. I, 844, (1947).
2) R. Fussteig	Petroleum Z. 33, n° 41, 4, (1937).
3) S.A. Nazarov	Materials on Cracking And Chemical Treatment of Products obtained. (Leningr.) 1, 102, (1933).
4) O. Pipik	Az erbaichanskoe Neftjanoe Khozjastvo 6, 56, (1933).
5) Ch. K. Hunt	Ind. Eng. Chem. <u>35</u> , 1048, (1943).
6) E. E. Ayres	Ind. Eng. Chem. <u>21</u> , 899, (1929).
7) R.L. Kenyon, G. Inskeep	Ind. En. Chem. <u>42</u> , 2388, (1950).
8) H.B. Hass, E.T. Mc Bee en P. Weber	Ind. Eng. Chem. <u>27</u> , 1190, (1935) en Ind. Eng. Chem. <u>28</u> , 333, (1936).

*Handwritten note:* Het is niet meer letterlijk

Berekening van de HCl absorptiekolom.

Inleiding Voor de absorptie van HCl wordt een watergekoelde natte wand kolom van Karbate gebruikt.) Het koelwater stroomt door de ringvormige ruimte. 525 kg/h HCl moet verwerkt worden. Het gas stroomt door de buis en moet dus door het langs de wand stromende voedingswater opgenomen worden.

In de eerste plaats is het dus een stofoverdrachtsprobleem. Hier-voor kennen we de volgende formule<sup>2)</sup> :

$$\frac{RTk_1D}{Diff} = 0.023 \left( \frac{ovD}{\eta} \right)^{0.8} \left( \frac{\eta}{eDiff} \right)^{0.44} \quad (1)$$

waarin:

- Diff : diffusiecoëfficiënt in m<sup>2</sup>/sec
- $\eta$  : viscositeit in Nsec/m<sup>2</sup>
- e : dichtheid in kg/m<sup>3</sup>
- k<sub>1</sub> : Stofoverdrachtscoëfficiënt in molen/at secm<sup>2</sup>
- D : diameter van de buis.
- R : gasconstante in at<sup>m</sup>/m<sup>3</sup>°C

In het gasmengsel bevinden zich alleen HCl en H<sub>2</sub>O. Voor dit systeem zijn in de lit. geen gegevens over de diffusiecoëfficiënt te vinden. We kunnen deze dan berekenen met behulp van de volgende formule<sup>3)</sup> :

$$Diff = 0.0166 \left[ \frac{T^{3/2}}{P(V_{H_2O} - V_{HCl})} \right] \sqrt{\frac{1}{M_{H_2O}} + \frac{1}{M_{HCl}}} \quad (2)$$

waarin:

- P : druk in atmosferen.
- V : moleculair volume.
- M : moleculair gewicht.

We krijgen de diffusiecoëfficiënt dan uitgedrukt in ft<sup>2</sup>/h , wat dus omgerekend moet worden in m<sup>2</sup>/sec

Formule (1) geldt alleen voor het turbulente gebied, komen we in het laminaire gebied dan wordt de stofoverdracht veel slechter.

Verder zouden we bij het alleen beschouwen van deze formule geneigd zijn een kleine diameter voor de kolom te kiezen. Ook het getal van Reynolds wordt dan immers groter, zodat de totale hoeveelheid overgedragen stof groter wordt ondanks het feit dat het uitwisselingsoppervlak kleiner wordt.

Er is echter een andere belangrijke factor. Zoals we later nog nader zullen bezien is de warmtegeleiding door de langs de wand stromende film bepalend voor de totale warmteoverdrachtscoëfficiënt van film naar koelwater. Daar een kleine diameter correspondeert met een dikke film met een slechtere warmtegeleidoorbaarheid zijn we dus ook aan deze kant begrensd in de keuze van de diameter. Een hoge filmt temperatuur zou door de bijbehorende hoge HCl dampspanning de HCl overdracht van gas naar film beperken.

Het is dus duidelijk dat we ergens een optimale waarde van de diameter kunnen verwachten.

We voeren derhalve een aantal voorlopige berekeningen uit naar:

- 1 Een zodanige filmdikte, dat de bijbehorende totale warmteoverdrachtscoëfficiënt een bevredigende waarde heeft.
- 2 Een zodanige kolomdiameter, dat het getal van Reynolds zowel boven als onder aan de kolom een redelijke waarde heeft.

3. Een bevredigende waarde van de kolomhoogte.

we vinden dan het navolgende:

Een filmdikte niet groter dan  $\frac{1}{4} \cdot 4 \times 10^{-4}$  m levert een bevredigende totale warmteoverdrachtscoëfficiënt van film naar koelwater.

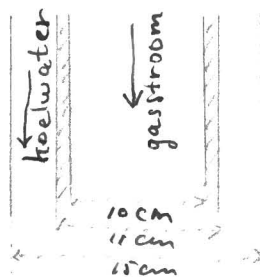
We willen een zuur van 34 % sterkte fabriceren. Daarnaast willen we nog een wat kleinere productie van 29 % zuur.

De amylochloridefabriek levert 525 kg/h HCl gas. Van ongeveer 400 kg van deze productie willen we 34 % zuur produceren. Als we dit in de eerste kolom willen doen, is het probleem geheel vastgelegd.

We kunnen immers de hiervoor benodigde hoeveelheid absorptiewater berekenen, waaruit dan de diameter volgt, deze is n.l. gekoppeld aan de maximaal toelastbare filmdikte. We vinden dan een kolomdiameter van 60 cm. Een voorlopige berekening van de  $k_g^1$  stelt ons in staat de overgedragen hoeveelheid HCl over een bepaalde hoogte te schatten. We vinden dan een noodzakelijke kolomhoogte van meer dan 50 m. Hieruit volgt dus dat we, daar dit te hoog is, aan een enkele kolom niet voldoende hebben. Nog een aantal dergelijke voorlopige berekeningen brengt ons tot de keuze van:

5 kolommen met een inwendige diameter van 10 cm elk.

Verder nemen we een buisdikte van 0.5 cm en een inwendige diameter van de buitenste buis van 15 cm. De ringvormige ruimte waar doorheen het koelwater stroomt loopt dus van 11 tot 15 cm diameter.



Berekening. De berekening moet sectiegevijs worden uitgevoerd. We zullen beginnen met de gegevens en formules, die we nodig hebben systematisch te rangschikken, waarbij we de constanten en ook de variabelen, die over de gehele kolomhoogte verwaarloosbaar weinig veranderen al invullen.

1. De totale warmteoverdrachtscoëfficiënt van film naar koelwater  $U$ .

We baseren  $U$  op de binnenzijde, dan is:

$$\frac{1}{U \cdot 10} = \frac{\delta_f}{\lambda_{f,10}} + \frac{\delta_2}{\lambda_{k,10.5}} + \frac{1}{\alpha \cdot 11} \quad \text{waarin:}$$

$\delta_f$ : filmdikte in m

$\lambda_{f,10}$ : filmgeleidbaarheidscoëfficiënt in  $J/m^\circ C \text{ sec}$

$\delta_2$ : dikte van de Karbate buis in m

$\lambda_{k,10.5}$ : geleidbaarheidscoëfficiënt van Karbate in  $J/m^\circ C \text{ sec}$

$\alpha$ : filmcoëfficiënt van het koelwater in  $J/m^2 \text{ }^\circ C \text{ sec}$ .

a. De filmdikte en de filmgeleidbaarheidscoëfficiënt veranderen dusdanig, dat dit niet verwaarloosd mag worden over de gehele kolom.

Deze worden dus telkens na een aantal secties opnieuw bepaald. We doen dit door de formule voor een vallende laminaire film toe te passen. Deze luidt:

$$\bar{v} = \frac{\delta^2}{3\eta} \rho g$$

waarin:

$\bar{v}$ : de gemiddelde vloeistofsnellheid in de film in m/sec

$g$ : de versnelling van de zwaartekracht in m/sec<sup>2</sup>

Verder weten we dat:

$$\phi_v = \bar{v} \delta \pi D$$

Waarin:

$\phi_v$ : het vloeistofdebiet in m<sup>3</sup>/sec

$D$ : inwendige diameter van de buis in m

Uit deze twee vgl. is  $\delta$  dus te vinden.

b. De warmtegeleidbaarheidscoëfficiënt van Korbate bedraagt 100 J/m°C sec. De wanddikte is 0.005 m. =  $\delta_2$ . Het quotiënt  $\frac{\lambda}{\lambda_2}$  wordt over de gehele hoogte constant aangenomen.

c. Voor de filmcoëfficiënt van koelwater stromende door ringvormige ruimten wordt de volgende formule toegepast ontleend aan

$$\alpha = \frac{\lambda}{D_R} \times \frac{D_2}{D_1} \times Re^{0.8} \times Pr^{0.4} \times 0.032$$

waarin:

$D_R$ : hydraulische diameter in m.

$\lambda$ : geleidbaarheidscoëfficiënt van water in J/m°C sec

$D_2$ : inwendige diameter van de buitenste buis in m.

$D_1$ : uitwendige diameter van de binnenste buis in m.

$Re$ : getal van Reynolds.

$Pr$ : getal van Prandl.

Daar zoals naderhand zal blijken het koelwater maar ongeveer 1°C in temperatuur stijgt mogen we de filmcoëfficiënt over de gehele kolomhoogte constant nemen.

We kiezen een koelwatersnelheid van 1,2 m/sec en vinden dan voor de filmcoëfficiënt  $\alpha = 8120 \text{ J/m}^2\text{C sec} = 6960 \text{ kcal/m}^2\text{C h}$

De hoeveelheid koelwater die per kolom getransporteerd wordt bedraagt: 0,0098 m<sup>3</sup>/sec correspondeert met 38000 kg/h

Door in de vgl. voor  $U$  de constant genomen waarden in te vullen wordt deze:

$$U = \frac{6160 \lambda_1}{6160 \delta_1 + \lambda_1} \text{ J/m}^2\text{C sec}$$

of daar we bij de berekening in cal uitgedrukte tabellen moeten gebruiken:

$$U = \frac{5.3 \times 10^3 \lambda_1}{6160 \delta_1 + \lambda_1} \text{ kcal/m}^2\text{C h} \quad (3)$$

2. Bepaling van de diffusiecoëfficiënt.

Hiervoor gebruiken we formule (2). Allen  $T$  is hierin variabel.

We vinden:

$$\text{Diff} = 3,98 \times 10^{-9} T^{3/2} \text{ m}^2/\text{sec}$$

3. Bepaling van de stofoverdrachtscoëfficiënt.

Door de bekende waarden in vgl. (1) in te vullen wordt deze:



$$k'_g = 1,095 \times 10^{-8} \times T^{\frac{1}{2}} \left( \frac{3,54 G \cdot 10^{-3}}{\eta} \right)^{0,8} \left( \frac{\eta}{e \cdot 3,98 \times 10^{-9} T^{\frac{1}{2}} \cdot \lambda} \right)^{0,44} \quad (4)$$

waarin G het totale gastransport door de buis is in kg/h. Daar de temperatuur niet sterk blijkt te veranderen over de kolom wordt de verandering in de  $k'_g$  vrijwel uitsluitend teweggevoerd door de verandering in G.

Met behulp van deze reeds uitgewerkte vgl. (3) en (4) zullen we de berekening uitvoeren.

Aan de literatuur werden gegevens betreffende  $\eta^5), e^6)$  en  $\lambda^7)$  ontleend

We kunnen nu met de eigenlijke berekening van de afmeting der absorptiekolom beginnen. Deze wordt uitgevoerd door de kolom sectie-gewijs af te tasten volgens een z.g. probeermethode. We gaan uit van de bovenzijde waar de toestand bekend is. Het koelwater stroomt in gelijkstroom.

525 kg/h HCl moet verwerkt worden, dwz 105 kg/h per kolom. 85 kg/h hiervan willen we oplossen tot 34 % HCl oplossing.

Dus nodig  $66/34 \times 85 = 165$  kg/h absorptiewater per kolom. We nemen de temperatuur van dit water  $15^\circ\text{C}$ . Nu is volgens het onder la behandelde  $\delta$  uit te rekenen en met behulp van vgl. (3), U.

We vinden  $U = 1150$  kcal/m<sup>2</sup>Ch. Deze waarde van U wordt telkens na een aantal secties gecorrigeerd.

Bij de berekeningen wordt nu steeds een gemiddelde gassamenstelling voor de beschouwde sectie aangenomen. Hieruit volgt dan de gemiddelde vloeistoffilmsamenstelling. Verder nemen we een gemiddelde vloeistoffilmtemp. aan. De gemiddelde koelwatertemp. over een sectie is ook gemakkelijk te bepalen daar het koelwater over een sectie nagenoeg niet in temp. stijgt. De wandtemp. aan de vloeistoffilmkant is dan te vinden uit:

$$\frac{U(T_{\text{gen.film}} - T_k)}{\frac{1}{\alpha} + \delta/\lambda_2} + T_k = T_{\text{wand}} \quad (5)$$

De temperatuur aan het opp. van de film,  $T_{f.o}$ , is dan te vinden uit:

$$T_{\text{gen.film}} = \frac{T_w + T_{f.o}}{2} \quad (6)$$

We kunnen nu in de literatuur de bij deze temp. behorende HCl en H<sub>2</sub>O dampspanningen opzoeken.<sup>8)</sup> Het HCl en H<sub>2</sub>O massatransport is dan uit te rekenen. We kennen dan ook het uitgangszuurpercentage van de vloeistoffilm voor deze sectie. Deze vloeistof kan opgebouwd gedacht worden uit de ingangsvloeistof van de betreffende sectie en HCl gas. De enthalpien hiervan kunnen in enthalpiegrafieken opgezocht worden.<sup>9)</sup> We kennen dan dus ook de adiabatistische enthalpie van de uitgangsvloeistof van deze sectie. in formule aldus:

$$\frac{\text{adiab. enth. uitg. vl.st.} - \text{ad.e. ing. vl.}}{\text{adiab. enth. HCl gas} - \text{ad. enth. ing. vl.}} = \frac{\text{zuurperc. uitg. vl.} - \text{zuurperc. ing. vl.}}{100 - \text{zuurperc. ing. vl.}} \quad (7)$$

Uit deze adiabatistische enthalpie krijgen we de werkelijke enthalpie door de warmteafgifte aan het koelwater en het verlies door de verdamping van water in rekening te brengen. Deze werkelijke enthalpie levert uit de enthalpiegrafiek de werkelijke uitgangsvloeistoftemperatuur.

Met de aldus gevonden uitgangsvloeistoftemperatuur correspondeert een gemiddelde vloeistoffilmtemperatuur, die over het algemeen verschilt van de voorlopig aangenomenen. We voeren dan een nieuwe berekening uit en zo voort, net zo lang tot we kloppende waarden vinden. Kortheidshalve zijn in het onderstaande alleen de juiste waarden voor de verschillende secties aangegeven.

De warmteovergang van vloeistof naar gasfilm wordt bij deze berekening verwaarloosd en we zullen nu laten zien dat dit veroorloofd is. Voor deze overgang geldt de volgende vgl. (7) :

$$\frac{\alpha D}{\lambda} = 0,023(\text{Re})^{0,8}(\text{Pr})^{0,4} \quad (8)$$

Hierin kunnen we het getal van Reynolds modificeren als in vgl. (4)

G heeft een maximale waarde van 105 kg/h. Verder is  $\eta = 1,43 \times 10^{-5}$  Nsec/m<sup>2</sup>.  $c_p$  is 0,19 cal/g = 800 J/kg " ). Over  $\lambda$  werden geen lit. gegevens gevonden maar deze heeft voor de meeste gassen een waarde kleiner dan 0,03 J/m<sup>2</sup>Csec, zodat wanneer we 0,03 als waarde nemen we in ieder geval geen te lage waarde van  $\delta$  zullen vinden.

We vinden:

$$\text{Re} = 3400$$

$$\text{Pr} = 0,73, \text{ waaruit volgt:}$$

$$\alpha = 17,2 \text{ J/m}^2\text{Csec} = 14,7 \text{ kcal/m}^2\text{Ch}.$$

De totale warmteoverdracht per sectie volgt uit:

$$Q = \alpha (T_{\text{gas}} - T_{f_0}) A$$

waarin A het warmteuitwisselende oppervlak van de betreffende sectie is. Als we dit aldus gevonden bedrag delen door het aantal kg. vloeistof, dat per uur uit de sectie stroomt dan vinden we het bedrag in kcal/kg, waarmee de werkelijke uitgangsenthalpie van de vloeistof, gevonden op de op de vorige blz. aangegeven wijze, gecorrigeerd zou moeten worden. Dit bedrag blijkt voor de verschillende secties in de buurt van 0,1 kcal/kg te liggen, we zullen het dan ook verwaarlozen.

#### Sectie 1

Deze sectie, die we 5 cm nemen bevat de vloeistofoverloop en ligt boven het gekoelde gedeelte. We beschouwen hem als adiabatisch.

In: 105 kg/h HCl gas, temp. 20°C, enthalpie 462,6 kcal/kg.  
165 kg/h H<sub>2</sub>O vloeistof, temp. 15°C, enthalpie 15 kcal/kg.

Hoogte sectie 0,05 m, opp. sectie  $1,57 \times 10^{-2} \text{ m}^2$ .

Na enige calculaties werd verkregen:

Gem. vloeistoftemp. 16,4°C. De gemiddelde wandtemp. voor deze sectie is onbekend. we nemen 15,5°C aan. Met formule (6) vinden we dan de gemiddelde filmpoppervlaktetemp. voor deze sectie.

Deze temp. is in deze sectie nog laag en de bijbehorende H<sub>2</sub>O dampspanning dus ook, waardoor het H<sub>2</sub>O transport over deze sectie onbelangrijk wordt en de wandtemperatuuraanname dus niet nauwkeurig hoeft te zijn.

Gem. filmpopp. temp.,  $T_{f_0} = 17,3^\circ\text{C}$ .

De bijbehorende HCl en H<sub>2</sub>O dampspanningen zoeken we op.<sup>8)</sup>

Dampsp. H<sub>2</sub>O 16 mm = 0,02 at

Dampsp. HCl te verwaarlozen.

Gem. gassamenstelling over deze sectie:

Part. spanning H<sub>2</sub>O te verwaarlozen, dus:

Part. spanning HCl 1 at

Gem. gastransport over deze sectie 104,5 kg/h

Gem. gastemp. over deze sectie 20°C (de gastemp. blijkt bij deze en volgende secties slechts weinig te veranderen)

Dan  $(Re)^{0,8} = 3400$  ;  $k_g' = 4,45 \times 10^{-4}$  molen/at sec m<sup>2</sup>

mol. gew. HCl 36,5; H<sub>2</sub>O 18. Transport in kg/h dus x 3600.

Transp. HCl:  $4,45 \times 10^{-4} \times 1 \times 3600 \times 36,5 \times 1,57 \times 10^{-2} = 0,92$  kg/h

Transport H<sub>2</sub>O:  $4,45 \times 10^{-4} \times 0,02 \times 3600 \times 18,0 \times 1,57 \times 10^{-2} = 0,01$  kg/h

Eindzuurpercentage van de vloeistof:  $\frac{165,91}{165,91} = 0,554\%$

en volgens formule (7):

$\frac{\text{adiab. enth. uitg. vl.st.} - 15}{462,6 - 15} = \frac{0,554}{100}$

adiabat. enthalpie = 17,48 kcal/kg.

Hier gaat af door waterverdamming een bedrag, dat we Q<sub>v</sub> zullen noemen.

Verd. warmte van water bij deze vloeistoftemp. 568,8 kcal/kg.

Dus  $Q_v = 0,01 \times 568,8 = 5,688$  kcal/h wordt afgegeven.

$Q_v = 5,688$

$Q_v = \frac{5,688}{165,91} = 0,04$  kcal/kg

De werkelijke uitg. enth. is dus 17,48 - 0,04 = 17,44 kcal/kg.

Uit de tabel blijkt, dat dit correspondeert met 17,8°C

Warmtebalans over deze sectie:

In: voor vl. st.	165 x 15	2475 kcal
voor gas	105 x 462,6	48573 kcal

totaal 51048 kcal

Uit: voor vl. st. 165,91 x 17,44 2893 kcal

het uitgaande gas heeft dus: 48155 kcal

Uitg. hoeveelh. gas is 104,09 kg/h dit delen op 48155 geeft ons de uitgangsenth. van het gas: 462,6 kcal/kg

Sectie 2

Koelwater in gelijkstroom ing. temp. 15°C

Hoogte van de sectie 0,1 m, opp.  $3,14 \times 10^{-2}$  m<sup>2</sup>

In: 165,91 kg/h vl.st. 0,554% HCl, bevat 0,92 kg HCl, temp. 17,8°C.  
104,09 kg/h gas van 20°C, bevattend 0,01 kg H<sub>2</sub>O

Gemiddelde vl.st. temp. voor deze sectie 19,7°C  
 Om de gemiddelde wandtemp. te vinden hebben we de vgl. (3) en (5) nodig. Vgl. (3) levert  $U = 1150 \text{ kcal/m}^2\text{Ch}$  (na substit. van de juiste waarde van  $\delta$  berekend op de onder inleiding la behandelde wijze, deze is  $3,5 \times 10^{-4} \text{ m}$ )

Verder is de term  $\frac{1}{\lambda_2 + \delta_2/\lambda_2}$  uit vgl (5) 4930 en deze mogen we als constant beschouwen over de gehele kolom.

De koelwatertemp. nemen we 15,0°C over deze sectie en vgl. (5) levert dan de gem. wandtemp.:

$$T = 16,1^\circ\text{C} \quad \text{Vgl (6) geeft de gem. filmopp.temp.}$$

$$T = 23,3^\circ\text{C}$$

Het gemiddelde zuurpercentage van de vloeistoffilm over deze sectie is 1,1%, we zoeken voor dit perc. en temp. op:

Dampsp. H<sub>2</sub>O 22mm komt overeen met 0,03 at  
 Dampsp. HCl is te verwaarlozen.

Gem. gastransport over deze sectie 103,2 kg/h, hiervan is 0,025 kg/h H<sub>2</sub>O. Derhalve is:

Part. sp. H<sub>2</sub>O is te verwaarlozen.  
 Part. sp. HCl is 1 at.

$$(Re)^{0,8} = 3380. \quad k_g' = 4,42 \times 10^{-4} \text{ molen/at sec m}^2$$

$$\text{Transp. HCl: } 4,42 \times 10^{-4} \times 1 \times 3600 \times 36,5 \times 3,14 \times 10^{-2} = 1,83 \text{ kg/h}$$

$$\text{Transp. H}_2\text{O: } 4,42 \times 10^{-4} \times 0,03 \times 3600 \times 18 \times 3,14 \times 10^{-2} = 0,03 \text{ kg/h}$$

$$1,83 - 0,92$$

$$\text{Uitgangszuurperc. v.d. vl.st.film: } \frac{1,83 - 0,92}{167,71} = 1,64\%$$

En met vgl. (7):

$$\text{adiab. enth. uitg. vl.st.} - 17,44 = \frac{1,64 - 0,554}{462,6 - 17,44} = \frac{100 - 0,554}{167,71}$$

Dan vinden we adiab. enth. is 22,30 kcal/kg.

$$Q_v = \frac{0,03 \times 584,8}{167,71} = 0,11 \text{ kcal/kg}$$

Dan moeten we van de adiab. enth. ook nog de aan het koelwater afgegeven warmte per kg/h uitgaande vloeistof aftrekken, we zullen deze waarde  $Q_w$  noemen.

De door het koelwater opgenomen hoeveelheid warmten is:

$$U(\text{gem. filmtemp.} - \text{koelwatertemp.}) \text{ opp.sectie}$$

$$= 1150 \times 3,14 \times 10^{-2} \times 4,7 \text{ kcal.} = 170 \text{ kcal.}$$

$$Q_w = \frac{170}{167,71} = 1,02 \text{ kcal/kg}$$

Dus werk. eindenth. is 22,30 - 0,11 - 1,02 = 21,17 kcal/kg.

Correspondeert met 21,6°C. Balans over deze sectie:

In (zie vor. sectie)		51048 kcal
Uit:	Koelwater	170,0
	Vl.st. 167,71 x 21,17 =	3550,8
	totaal uit	3720,8
		<u>3720,8 kcal</u>

Resteert voor gas 47327,2 kcal

Gas hoeveelheid 102,29 kg/h. Dus enth. 462,7 kcal/kg 20,5°C

Sectie 3.

In: 167,71 kg/h 1,64 % HCl opl. heeft 2,78 kg HCl. temp. 21,6°C.  
102,29 kg/h gas, waarvan 0,04 kg H<sub>2</sub>O.

Hoogte sectie 0,20 m. Opp. 6,28x10<sup>-2</sup> m.<sup>2</sup>

Gem. vloeistoftemp. 24,6°C  
Gem. koelwatertemp. 15,0°C (Het koelw. transp. is 35000 kg/h en dit heeft over de vorige sectie per 170 kcal/h opgenomen)  
Gem. wandtemp. 17,2°C. (uit vgl. 5).  
Gem. filmopp. temp. 32,0°C. (uit vgl. 6)  
Gem. zuurperc. van de vl.st. film: 2,7%

Deze laatste 2 geg. leveren ons:

Dampsp. H<sub>2</sub>O 36,3 mm is 0,047 at. Dampsp. HCl verwaarloosbaar.

Gem. gastransport 100,5 kg met 0,08 kg H<sub>2</sub>O per uur. Dit levert:  
Part. sp. H<sub>2</sub>O: 0,001 at en part. sp. HCl 0,999 at.

$k_g = 4,33 \times 10^{-4}$  molen/at sec m.<sup>2</sup>  
Transp. HCl:  $4,33 \times 10^{-4} \times 0,999 \times 3600 \times 36,3 \times 6,28 \times 10^{-2} = 3,6$  kg/h  
Transp. H<sub>2</sub>O:  $4,33 \times 10^{-4} \times (0,047 - 0,001) \times 3600 \times 18 \times 6,28 \times 10^{-2} = 0,08$  kg/h

Eindz. perc. 3,68 %. Adiab. eindenth. uit vgl. 7: 30,33 kcal/kg  
 $0,08 \times 582,5$   $171,23 \times 6,28 \times 10^{-2} \times 9,6 \times 1150$

$Q_v = \frac{0,08 \times 582,5}{171,23} = 0,27$  kcal/kg.  $Q_w = \frac{171,23 \times 6,28 \times 10^{-2} \times 9,6 \times 1150}{171,23} = 4,06$  kcal/kg

Werkelijke uitg. enth. v.d. vl.st. dus: 26,0 kcal/kg; 27,6°C

Balans (alles in kcal)

In: gas	47327,2	Uit: koelwater	695
vl. st.	3550,4	vl.st. 171,23x26,0	4452
	<hr/>		<hr/>
totaal	50877,6	totaal	5147

Er resteert dus voor 98,77 kg gas 45730,6 kcal, dus 463,0 kcal/kg

Sectie 4

In: 171,23 kg/h 3,68% HCl opl. bevat 6,35 kg HCl. Temp. 27,6°C  
98,77 kg/h damp met 0,12 kg H<sub>2</sub>O.

Hoogte sectie 0,3m. Opp. 9,42x10<sup>-2</sup> m.<sup>2</sup>

Gem. vl. st. temp. 29,8°C. Gem. koelw. temp. 15°C.  
Gem. wandtemp. uit vgl. 5: 18,4°C. Gem. filmopp. temp. 41,2°C (vgl. 6).  
Gem. zuurperc. vl.st. film: 5,1%. We zoeken op:  
Dampsp. H<sub>2</sub>O: 57 mm is 0,075 at. Dampsp. HCl te verwaarlozen.

Gem. gastransport 96,3 kg met 0,21 kg/h H<sub>2</sub>O. Hieruit volgt:  
Part. sp. H<sub>2</sub>O 0,004 at, part. sp. HCl 0,996 at.  $k_g = 4,2 \times 10^{-4}$  mol/at.m.<sup>2</sup>  
Transp. HCl: 5,2 kg/h. Transp. H<sub>2</sub>O: 0,19 kg/h.

Eindz. perc. 6,55%. Adiab. enth. uitg. vl.st. : 39,03 kcal/kg.

$Q_v = 0,63$  kcal/kg.  $Q_w = 9,08$  kcal/kg. Dus uitg. enth. vl.: 29,32 kcal/kg  
Dit correspondeert met 32,1°C. warmtebalans over deze sectie:

In: gas	45730,6 kcal	Uit: koelw. 1150x9,42x10 <sup>-2</sup> x14,8	= 1600 kcal
vl.st.	4452 kcal	vl.st. 176,24x29,32	= 5167,3 kcal
	<hr/>		<hr/>

totaal 50182,6 kcal totaal 6767,3 kcal

De gashoeveelh. , die uittreedt is 93,76 kg. Heeft dus 463,0 kcal/kg.



Sectie 5.

Hoogte 0,3m. Opp.  $9,42 \times 10^{-2} m^2$

In: 176,24 kg/h 6,55 % HCl opl. bevat 11,55 kg HCl. Temp. 32,1°C.  
93,76 kg/h damp, waarvan 0,31 kg H<sub>2</sub>O.

Het koelwater heeft tot nu toe 2500 kcal/h opgenomen. Temp. over deze sectie 15,1°C. Verder zullen we nu  $\delta$  hierzien volgens de nieuwe omstandigheden. We vinden  $3,6 \times 10^{-4} m$ . Dan U uit vgl. (3). Is  $1075 \text{ kcal/m}^2 \text{ } ^\circ\text{C sec}$ .  
Gem. vl. st. temp. 33,1°C. Hieruit volgen dan op de bekende wijze:  
Gem. wandtemp. 19,0°C en gem. filmopp. temp. 47,2°C.  
Gem. zuurperc. vl. st. film: 7,8 %. we vinden dan:  
Dampspanning H<sub>2</sub>O 0,095 at., dampsp. HCl te verwaarlozen.

Gem. gastransp. 91,4 kg/h, waarvan 0,42 kg H<sub>2</sub>O. Hieruit volgt:  
Part. sp. H<sub>2</sub>O 0,009 at, part. sp. HCl 0,991 at.  $k_g' = 4,06 \times 10^{-4} \text{ mol/at m}^2 \text{ sec}$ .  
Transport HCl: 4,98 kg/h. Transp. H<sub>2</sub>O: 0,22 kg/h.  
Eindz. perc. 9,13 %. Adiab. enth. uitg. vl. st. 41,33 kcal/kg.  
 $Q_v = 0,71 \text{ kcal/kg}$ .  $Q_w = 10,0 \text{ kcal/kg}$ . De werkelijke uitg. enth. van de vl. st. is dus 30,62 kcal/kg, correspondeert met 34,1°C. warmtebalans:  
In: gas 43415,3 kcal    Uit: koelw.  $1075 \times 9,42 \times 10^{-2} \times 18,0 = 1810 \text{ kcal}$   
    vl. st. 5167,3 kcal      vl. st.  $181 \times 30,62 = 5542,2 \text{ kcal}$

totaal 48582,6 kcal      totaal 7352,2 kcal  
De uittredende gashoeveelh. van 89,00 kg/h heeft dus 463,1 kcal/kg enth.

Sectie 6.

Hoogte 0,5 m. Opp.  $0,157 m^2$

In: 181,0 kg/h 9,13 % HCl opl. bevat 16,53 kg HCl. Temp. 34,1°C.  
89 kg/h damp, waarvan 0,53 kg H<sub>2</sub>O.

We krijgen nu voor deze sectie:  
Gem. vl. st. temp. 34,6°C, Gem. koelw. temp. 15,2°C. Hieruit volgt:  
Gem. wandtemp. 19,4°C. Gem. filmopp. temp. 49,8°C. Gem. zuurperc. van de vloeistoffilm: 11,05 % Uit deze geg. volgen voor de damp sp. aan het filmopp.: damp sp. H<sub>2</sub>O: 0,10 at. Voor HCl damp sp. verwaarloosbaar.

Gem. gastransp. 85,2 kg/h waarvan 0,7 kg/h H<sub>2</sub>O. Hieruit volgt:  
Part. sp. H<sub>2</sub>O 0,016 at. Part. sp. HCl 0,984 at.  $k_g' = 3,93 \times 10^{-4} \text{ mol/atm}^2 \text{ sec}$ .  
Transp. HCl: 7,95 kg/h. Transp. H<sub>2</sub>O: 0,34 kg/h. Eindz. perc. 12,98%.  
Adiab. enth. uitg. vl. st. is 49,06 kcal/kg.  
 $Q_v = 1,04 \text{ kcal/kg}$ .  $Q_w = 17,39 \text{ kcal/kg}$ . Dus werk. uitg. enth. van de vloeistof bedraagt: 30,63 kcal/kg correspondeert met 35°C.  
Balans. in: gas 41230,4 kcal. Uit: koelw.  $1075 \times 0,157 \times 19,4 = 3280 \text{ kcal}$   
    vloeistof 5542,2 kcal.      vl. st.  $188,61 \times 30,63 = 5777,1 \text{ kcal}$

totaal 46772,6 kcal.      totaal 9057,1 kcal.  
Voor gas: 37715,5 kcal/kg voor 81,39 kg. Dus gasuitg. enth.: 463,3 kcal/kg.

Sectie 7

Hoogte 0,5m. Opp.  $0,157 m^2$

In: 188,61 kg/h 12,98 % HCl opl. bevattend 24,48 kg HCl. Temp. 35,0°C.  
81,39 kg/h damp, waarvan 0,87 kg H<sub>2</sub>O

Gem. vl. st. temp. 34,3°C. Gem. koelw. temp. 15,2°C. Hieruit volgt:  
Gem. wandtemp. 19,4°C. Gem. filmopp. temp. 49,2°C.  
Gem. zuurperc. vl. st. film: 14,6 %. Uit dit gegeven en de filmopp. T vinden we: dampsp. H<sub>2</sub>O 0,089 at. Dampsp. HCl : 0,601 at.

Gemiddeld gastransp. over deze sectie: 77,9 kg/h, waarvan 0,99 kg H<sub>2</sub>O.  
 Derhalve gem. part. sp. : voor HCl 0,974 at, voor H<sub>2</sub>O 0,026 at.  
 $k_g' = 3,64 \times 10^{-4}$  mol/atm<sup>2</sup>sec. Transp. HCl 7,27 kg/h. Transp. H<sub>2</sub>O 0,23 kg/h.  
 Lindzuurperc. 16,2 %. Adiab. enth. uitg. vl.st. 46,84 kcal/kg.  
 $Q_v = 0,68$  kcal/kg.  $Q_w = 16,56$  kcal/kg. Werk. uitg. enth. vloeistof  
 is dus: 29,6 kcal/kg. Correspondeert met 33,5°C. Warmtebalans:  
 In: gas 37715,5 kcal    Uit: koelwater: 1075x0,157x19,1 = 3240 kcal  
 vl.st. 5777,1 kcal    vl.st. 195,65x29,6 = 5790,2 kcal

totaal 43492,6 kcal    totaal 9030,2 kcal  
 Er blijft voor het gas dus 34462,4 kcal. Er is 74,35 kg/h  
 Dus de uitgangsenth. van het gas bedraagt 463,5 kcal/kg.

Sectie 8

Voor deze sectie weer een correctie van U. Herst een nieuwe waarde voor  
 de filmikte  $\delta$  berekenen. We vinden  $3,7 \times 10^{-4}$  m. Hieruit volgt:  
 $U = 980$  kcal/m<sup>2</sup>Csec. Koelwater heeft tot nu toe ong. 11000 kcal.  
 opgenomen. Koelwatertransp. 35000 kg/h. Voor deze sectie kunnen we  
 dus een gem. koelwatertemp. van 15,4°C nemen.

In: 195,65 kg/h 16,2 % HCl opl. bevattend 31,75 kg HCl. Temp. 33,5°C.  
 74,35 kg/h damp, waarvan 1,10 kg H<sub>2</sub>O.

Hoogte van deze sectie 1 m. Opp. 0,314 m<sup>2</sup>

Gem. vl.st. temp. 32,3°C. Hieruit volgt gem. wandtemp. 45,8°C.  
 Gem. filmopp. temp. 45,8°C. Gem. zuurperc. v.d. vl.st.film: 18,75 %.  
 Dan kunnen we weer vinden: Gem. dampsp. H<sub>2</sub>O: 0,062 at. Ln HCl 0,002 at.

Gem. gastransp. 68,2 kg/h, waarvan 1,2 kg H<sub>2</sub>O. Hieruit volgt:  
 Part. sp. H<sub>2</sub>O: 0,035 at. Ln van HCl dus 0,965 at.  $k_g' = 3,16 \times 10^{-4}$  m/atm<sup>2</sup>s.  
 Transp. HCl 12,56 kg/h Transp. H<sub>2</sub>O 0,17 kg/h. Lindz. perc. 21,3 %.  
 Adiab. enthalpie uitg. vl.st. 55,86 kcal/kg.  
 $Q_v = 0,47$  kcal/kg.  $Q_w = 25,00$  kcal/kg. De werkelijke uitg. enth.  
 van de vloeistof bedraagt derhalve 30,39 kcal/kg. Dit correspondeert  
 met 31,1°C. De warmtebalans over deze sectie wordt nu:

In: gas 34462,4 kcal. Uit: koelw. 980x0,314x16,9 = 5200 kcal  
 vl.st. 5790,2 kcal. vl.st. 208,04 x 30,39 = 6322,3kcal.

totaal: 40252,6 kcal. totaal 11522,3kcal.  
 Er blijft voor het gas dus 28730,3 kcal. Uitg. gashoeveelheid be-  
 draagt 61,96 kg/h. Ln deze heeft dus een enth. van 463,7 kcal/kg.

Sectie 9.

Hoogte 1 m. Opp. 0,314 m<sup>2</sup>

In: 208,04 kg/h HCl opl., 21,30 %, bevattend 44,31 kg HCl. Temp. 31,1°C.  
 61,96 kg/h damp, waarvan 1,27 kg H<sub>2</sub>O .

Gem. vl.st. temp. 30,1°C. Koelwater heeft 16000 kcal/h opgenomen tot  
 deze sectie en we nemen de gem. koelw. temp. over deze sectie 15,5°C.  
 Berekend wordt: gem. wandtemp. 18,4°C. Gem. filmopp.temp. 41,8°C.  
 We kunnen dan de vloeistofdampsp. opzoeken en deze zijn:  
 dampsp. H<sub>2</sub>O: 0,041 at. Dampsp. HCl: 0,006 at.

Gem. gastransp. 56,6 kg/h. Hiervan is 1,26 kg H<sub>2</sub>O. Hieruit volgt:  
 Part. sp. H<sub>2</sub>O: 0,044 at. Part. sp. HCl 0,956 at.  $k_g' = 2,72 \times 10^{-4}$  mol/atm<sup>2</sup>s.  
 De H<sub>2</sub>O spanning is nu het hoogst in het gas en H<sub>2</sub>O wordt nu dan ook  
 naar de vloeistof overgedragen. Overgedragen wordt:

10,76 kg/h HCl en 0,02 kg/h H<sub>2</sub>O. Lindzuurperc. 25,17 %.

Adiabat. enth. uitg. vl.st. is 51,77 kcal/kg.

$Q_v = 0,05$ . Dit moet er nu bijgeteld worden.

$Q_w = 20,53$  kcal/kg. Werkel. uitg. enth. v.d. vl.st. is dus 31,29 kcal/kg

Dit correspondeert met 29,0°C. warmtebalans over deze sectie:

In: gas 28730,3kcal      Uit: koelw.  $980 \times 0,314 \times 14,6 = 4493$  kcal.  
 vl.st. 6322,3kcal      vl.st.  $218,82 \times 31,29 = 6846,9$  kcal.

totaal 35052,6kcal      totaal 11339,9 kcal.

Voor de uitgangshoeveelheid gas van 51,18 kg/h resteert dus:

23712,7 kcal. Het uitg. gas heeft dus een enth.: 463,3 kcal/kg.

Sectie 10.

Hoogte 1 m. Opp. 0,314 m<sup>2</sup>.

In: 218,82 kg/h 25,17 % HCl opl. bevattend 55,07 kg HCl. Temp. 29,0°C.

51,18 kg damp, waarvan 1,25 kg H<sub>2</sub>O.

Voor deze sectie U opnieuw berekend. We vinden 972 kcal/m<sup>2</sup>Csec.

Gem. vl.st. temp. 27,6°C. Koelwater heeft tot deze sectie 20500 kcal

opgenomen. We nemen de gem. koelw. temp. voor deze sectie 15,6°C.

Berekend wordt gem. wandtemp. 17,9°C. Gem. filmopp. temp. 37,1°C.

Voor de vl.st. dampsp. vinden we: bij een gem. zuurperc. van 26,6 %:

voor H<sub>2</sub>O 0,0259 at en voor HCl 0,0133 at.

Gem. gastransport 46,6 kg/h. waarvan 1,19 kg H<sub>2</sub>O. Hieruit volgt:

Part. sp. H<sub>2</sub>O: 0,052 at en voor HCl 0,948 at.  $k_a' = 2,35 \times 10^{-4}$  mol/atm<sup>2</sup>.

Overgedragen wordt: 9,06 kg/h HCl en 0,12 kg/h H<sub>2</sub>O. Beide van gas

naar vl.st. phase. Lindzuurperc. v.d. vl.st. is 28,13 %.

Adiabat. enth. uitg. vl.st. is 48,88 kcal/kg. Hierbij komt:  $Q_w = 0,31$  kcal/kg

Ln  $Q_w = 16,07$  kcal/kg gaat eraf. Dan krijgen we de werkel. uitg. enth.

van de vl.st. nl.: 32,62 kcal/kg. Dit correspondeert met 26,2°C. Balans:

In: gas 23712,7 kcal.      Uit: koelw.  $980 \times 0,314 \times 12,0 = 3663$  kcal.

vl.st. 6846,9 kcal.      vl.st.  $228 \times 32,62 = 7437,7$  kcal.

totaal: 30559,6 kcal.      totaal: 11100,7 kcal.

Voor de uitg. gashoeveelh. van 42,0 kg/h resteert dus 19458,9 kcal,

dwz. 463,3 kcal/kg.

Sectie 11.

Hoogte 1,50 m. Opp. 0,471 m<sup>2</sup>.

In: 228,0 kg/h 28,13 % HCl opl. bevattend 64,13 kg HCl. Temp. 26,2°C.

42,0 kg/h damp, waarvan 1,13 kg H<sub>2</sub>O.

Gem. vl.st. temp. 24,8°C. Gem. koelw. temp. 15,7°C. Berekend wordt:

Gem. wandtemp. 17,5°C. Gem. filmopp. temp. 31,9°C. Gem. zuurperc.

over deze sectie is: 29,8 %. We vinden dan voor de dampsp.:

Voor H<sub>2</sub>O: 0,0154 at en voor HCl 0,0297 at.  $k_a' = 1,97 \times 10^{-4}$  mol/atm<sup>2</sup> sec.

Gem. gastransport: 36,3 kg/h. Hiervan is 1,0 kg H<sub>2</sub>O. hieruit volgt:

Part. sp. H<sub>2</sub>O: 0,053 at, part. sp. HCl: 0,947 at.  $k_a' = 1,97 \times 10^{-4}$  mol/atm<sup>2</sup>.

Overgedragen wordt van gas naar vloeistofphase: 11,18 kg/h HCl en 0,23

kg/h H<sub>2</sub>O. Lindzuurperc. van de vloeist. is 31,46 %.

Adiab. enth. uitg. vl.st. 52,58 kcal/kg. Hierbij moet opgeteld wor-

den  $Q_v = 0,56$  kcal/kg en er moet  $Q_w = 17,40$  kcal/kg van afgetrokken

worden. We krijgen dan de werkelijke uitg. enth. v.d. vl.st.:

35,74 kcal/kg, dit correspondeert met 23,3°C. warmtebalans:

In: gas 19458,9 kcal.      Uit: koelw.: 972x0,471x9,1 =      4166 kcal.  
 vl.st. 7437,7 kcal.      vl.st.: 239,41x35,74 =      8556,5 kcal.

---

totaal: 26896,6 kcal.      totaal:      12722,5 kcal.  
 Voor de uitg. gashoeveelh. van 30,59 kg/h resteert 14174,1 kcal.  
 Enthalpie uitg. gas is dus 463,3 kcal/kg.

Sectie 12

Hoogte 1,70 m. Opp. 0,5338 m<sup>2</sup>.  
 In: 239,41 kg/h 31,46 % HCl opl., bevattend 75,31 kg HCl. Temp. 23,3 °C.  
 30,59 kg/h damp, waarvan 0,90 kg H<sub>2</sub>O.

Nieuwe berek. van U. Eerst filmdikte  $\delta$  opnieuw berekend is:  $3,95 \times 10^{-4}$  m.  
 Hieruit volgt  $U = 850$  kcal/m<sup>2</sup>Csec.  
 Gem. vlocist. temp. 22,2 °C. Gem. koelw. temp. 15,8 °C. Gem. zuurperc. over deze sectie is 32,7 %. We bereken dan: gem. wandtemp.: 16,9 °C en gem. filmopp. temp. 27,7 °C. Hierna kunnen we de dampsp. opzoeken: Voor HCl: 0,0708 at en voor H<sub>2</sub>O 0,01 at.

Gem. gastransport: 26,1 kg/h, waarvan 0,78 kg H<sub>2</sub>O. hieruit volgt:  
 Part. sp. H<sub>2</sub>O: 0,059 at en part. sp. HCl 0,941 at.  $k_f' = 1,44 \times 10^{-4}$  mol/atm<sup>2</sup> sec.  
 Overgedragen wordt naar de vl.st. phase:  
 8,79 kg/h HCl en 0,24 kg/h H<sub>2</sub>O. Lindz. perc. vl.st. is 33,85 %  
 Adiab. enth. uitg. vl.st. is 50,65 kcal/kg. Hier moet  $Q_v = 0,56$  kcal/kg bij opgeteld worden en  $Q_w = 11,69$  kcal/kg van afgetrokken worden.  
 We krijgen dan de werk. uitg. enth. v.d. vl.st. van 39,52 kcal/kg.  
 Dit correspondeert met 21,0 °C. Warmtebalans over deze sectie:  
 In: gas 14174,1 kcal.      Uit: koelw.: 850x53,38x6,4 = 2903,7 kcal.  
 vl.st. 8556,5 kcal.      vl.st.: 248,44x39,52 = 9818,3 kcal.

totaal: 22730,6 kcal.      totaal:      12722,0 kcal.  
 Voor de uitgaande gashoeveelh. van 21,56 kg/h resteert dus 10008,6 kcal.  
 Enthalpie uitgangsgas is dus 464,2 kcal/kg.

Daar we het gewenste zuurperc. bereikt hebben is dit de laatste sectie. Het uitgangsgas gaat naar de absorptiekolom voor de prod. van verdund zuur. De som der sectiehoogten levert de totale hoogte van de kolom: 8 m.

Samenvatting: Zuurproductie 248,44 kg/h 33,85 % HCl per kolom.  
 1242,2 kg/h in het geheel. Temp. 21 °C.  
 Afmetingen kolom. Inwendige diam. abs. buis 0,1 m.  
 wanddikte abs. buis 0,05 m. Hoogte 8 m.  
 Inw. diam. conc. koelw. buis 0,15 m.  
 Materiaal kolom: Marbete.  
 Koelwaterverbruik: 35000 kg/h. per kolom.

Lit.: 1) J. Coull, C.A. Bishop, W. Gaylord Chem. Eng. Progr. 45, 525, (1949).  
 2) G.G. Brown Unit Oper. pg. 516, New York, (1950).  
 3) idem pg. 515.  
 4) W.H. Mc. Adams Heat Transmission 2ed., pg. 202, (1942).  
 5) Ch. D. Hodgman Handb. of Chem. and Phys. 30 ed. pg. 1738.  
 6) idem pg. 1683.  
 7) J. D'Ans en E. Lax Taschenb. f. Chemiker u. Phys. 2<sup>de</sup> dr. pg. 1134.  
 8) J.H. Perry Chem. Eng. Handbook, 3ed., pg. 166, (1950).  
 9) C.C. v. Nuyss Trans. Am. Inst. Chem. Eng., 39, 663, (1943).  
 10) G.G. Brown Unit Oper. pg. 442, New York (1950).  
 11) J.H. Perry Chem. Eng. Handbook, 3ed., pg. 229, (1950).

*Gys Vb*