

25/1/9.30

Laboratorium voor Chemische Technologie

Verslag behorende  
bij het processchema  
van

A. Meijer

onderwerp:

Bereiding van Cyclohexanon

adres: Oudraadtweg 1  
Delft

datum:  
December 1963

2049

VERSLAG

behorend bij het:

PROCESSCHEMA

van een

CYCLOHEXANONFABRIEK

## BELANG VAN HET PRODUCT

Het geproduceerde cyclohexanon wordt verder verwerkt tot  $\epsilon$ -caprolactam en vervolgens tot perlon.

Dit betekent dat het phenolgehalte hoogstens 0,01% mag zijn en het cyclohexanongehalte minstens 98% moet zijn.

Minder zuiver cyclohexanon wordt verder gebruikt voor de bereiding van adipinezuur en als oplosmiddel voor bijvoorbeeld nitrocellulose, polyvinylchloride en enkele synthetische harsen.

Het processchema is het schema van een volledige fabriek waarin uit phenol door reductie cyclohexanon wordt gemaakt. Als bijproduct ontstaat hierbij een kleine hoeveelheid cyclohexanol.

Cyclohexanon gemengd met lichte koolwaterstoffen wordt voor het ontparaffineren van smeerolie gebruikt.

## TOXICOLOGIE

Slechts bij hoge concentraties heeft cyclohexanon een verdovende werking. Het is echter weinig vluchtig.

## PROCESSEN voor de bereiding van CYCLOHEXANON.

We kunnen onderscheid maken tussen drie processen afhankelijk van de gevolgde weg:

uitgangsstof:	tussenproduct:	eindproduct:
phenol	cyclohexanol	cyclohexanon
cyclohexaan	—	cyclohexanon
phenol	—	cyclohexanon

Bij het eerste proces wordt na de reductie van <sup>het</sup> phenol tot cyclohexanol het cyclohexanol geoxideerd tot cyclohexanon. Deze oxydatie wordt met verschillende soorten katalysator uitgevoerd (onder andere  $Ni^3$ ,  $Ag_2O^2$ , Cu-Zn)

Vooraf de laatste katalysator geeft een zeer selectieve oxydatie van cyclohexanol tot cyclohexanon zonder vorming van phenol. De reactie temperatuur ( $440^\circ C$ ) is echter zeer ongunstig voor een endotherme reactie. Naast cyclohexanon worden cyclohexeen en water gevormd.<sup>4</sup>

Bij het tweede proces wordt naast een hoeveelheid cyclohexanon een aanzienlijke hoeveelheid adipinezuur gevormd. Ook voor dit proces worden verschillende katalysatoren gebruikt.<sup>4</sup>

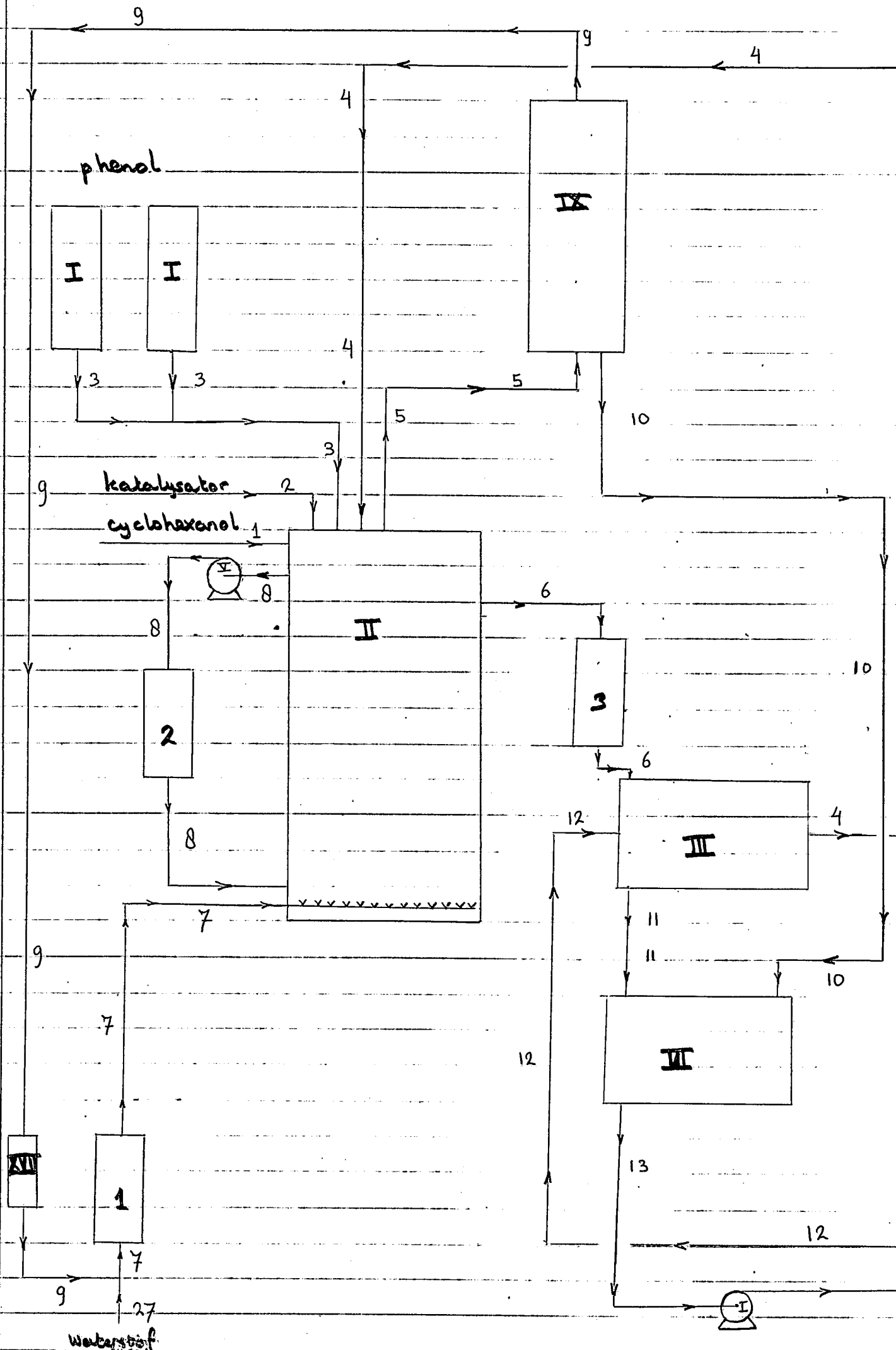
Proces nummer drie heeft als nadeel dat het phenolgehalte in het verkregen cyclohexanon groot is. De reactieomstandigheden zijn echter veel gunstiger dan in het eerste proces terwijl het rendement hoger is dan bij het tweede proces. Het derde proces is dus het meest geschikt voor het beoogde doel.<sup>5</sup>

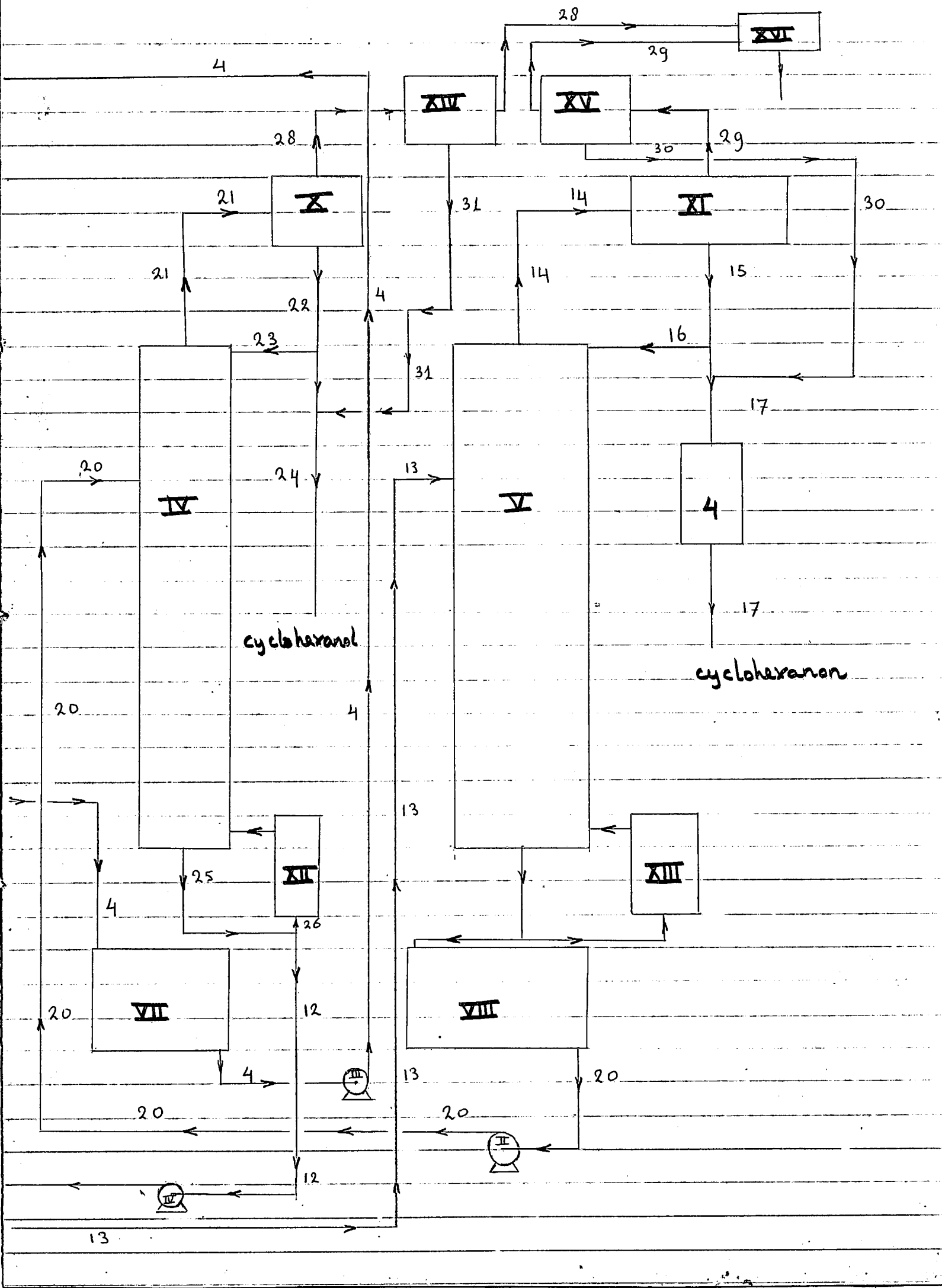
naar

## PLAATS en GROOTTE van de FABRIEK

De fabriek wordt gevestigd in het Botlek gebied waar de Staatsmijnen samen met DOW Chemical Company een phenolfabriek gaan bouwen. Dit betekent geringe vervoers kosten voor de aanvoer van de vaste grondstof terwijl bovendien het vervoer van vloeibare cyclohexanon naar de afzet gebieden makkelijker is.

De fabriek heeft een capaciteit van ongeveer  
31000 ton/jaar





Research Pd / new  
staple?

Research ket?  
pallone in de  
reitor?

At the place?  
Pd - 8/10/19



## BESCHRYVING VAN HET PROCES AAN DE HAND VAN HET BLOKJESSCHEMA

Men vult de reactor (II) met cyclohexanon, phenol, cyclohexanol en fijnverdeeld Pd katalysator. Met behulp van een warmte wisselaar (2) wordt door middel van stoom de reactor inhoud verwarmd tot  $135^{\circ}\text{C}$ . Waterstof wordt dan met een snelheid van 69.000 kubieke voet (onder standaard omstandigheden) per uur in de reactor geleid (7). Na het bereiken van de evenwichtstoestand begint men met het continue toevoeren van phenol. (3) Het phenol wordt gesmolten en tot  $50^{\circ}\text{C}$  verwarmd in de smelters (I).

Tegelijk wordt uit de reactor een constante hoeveelheid (6) afgetapt. Deze suspensie wordt eerst gekoeld (3) tot  $35^{\circ}\text{C}$  en daarna gefiltreerd. Het koelen voorkomt dat bij het filteren te veel waardevolle dampen met de lucht worden megezogen.

De afgefilterde katalysator wordt met de phenol - cyclohexanol recycle (12) in de reactor teruggevoerd (4).

Het filtraat loopt naar <sup>(11)</sup> de opslagtank voor het ruwe product (VI).

Boven uit de reactor ontwijkt het overgebleven  $\text{H}_2$  waterstof (5). Dit voert cyclohexanon, cyclohexanol en phenoldampen met zich mee. In een gaskoeler (IX) wordt het waterstof tot  $45^{\circ}\text{C}$  gekoeld waarbij het cyclohexanon grotendeels, het cyclohexanol en phenol praktisch helemaal condenseren. Het condensaat gaat (10) ook naar de opslagtank voor het ruwe product. Het waterstof wordt gerecirculeerd (9) en na suppletie (27) en verwarming (1) weer in de reactor geleid (7).

Het ruwe product wordt naar een destillatiekolom (V) gepompt (13). Hierin wordt onder vacuum - verlagen door middel van ejectoren (XVI) het cyclohexanon (19) gescheiden van phenol en cyclohexanol. Het phenol - cyclohexanol mengsel wordt vervolgens naar een tweede destillatiekolom II gepompt (20).

Mit dit phenol - cyclohexanol mengsel wordt ook onder vacuum) zuiver cyclohexanol afgescheiden (24) en als bij product opgeslagen. Het overgebleven cyclohexanol - phenol mengsel heeft een zodanig

cyclohexanol-gehalte dat het bij recirculatie ④ het cyclohexanol-gehalte van de reactor op peil houdt.

Wt

X De praktijk heeft uitgewezen dat bij een hoog cyclohexanol-gehalte een phenol-cyclohexanol-mengsel te scheiden is in een zuivere cyclohexanol- en een phenol-cyclohexanolfractie. Dit is de reden waarom het cyclohexanolgehalte in de reactor en tegelijk daarmee in het ruwe product vrij hoog wordt gehouden.

? =  
Sensitiv?

Voor de effectoren zijn in de vacuümleidingen (28) (29) twee extra-gaskoelers (XIV) (XV) geplaatst om te voorkomen dat er gas verloren gaat.

Per uur wordt 2 kg katalysator toegevoegd om verliezen aan te vullen ~~te vullen~~ (2).

Er is een extra aansluiting op de reactor (2) voor cyclohexanol (vullen en eventueel bijvullen).

Het gerecirculeerde waterstof wordt met behulp van een ROOTS BLOWER (XVII) gecomprimeerd en met nieuwe waterstof (27) aangevuld.

Wt  
Sensitiv?

# STOF- en WARMTEBALANZEN.

## Stofbalansen.

A. Over de reactor.

Maaron 1 atm?

69000 kubieke voet/uur onder standaard omstandigheden.

$\rho_{H_2} = 0,0838 \cdot 10^{-3} \text{ g/cm}^3$  onder standaard omstandigheden

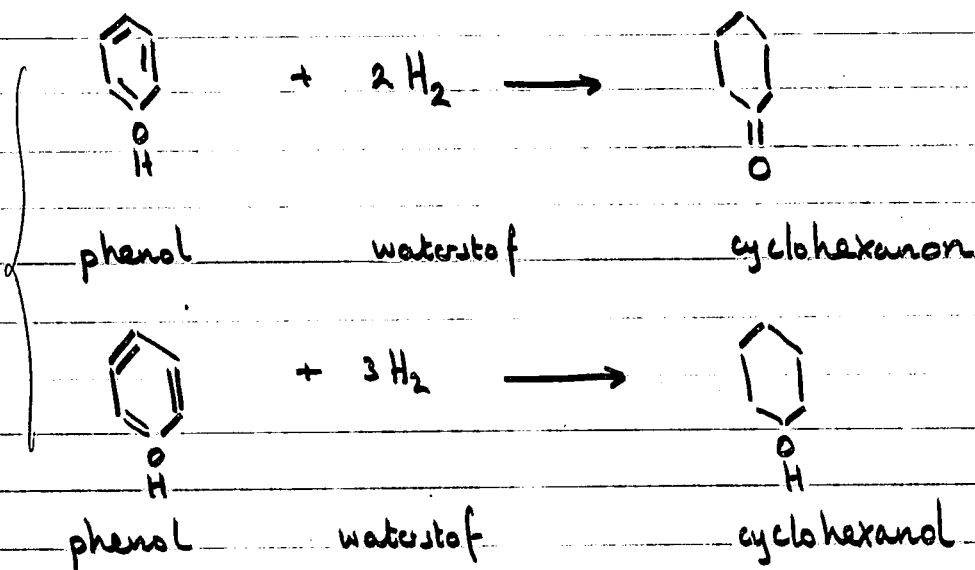
1 kubieke voet = 28,320 cm<sup>3</sup>

Hoeveelheid waterstof per uur:  $69000 \times 28,320 = 195,4 \cdot 10^7 \text{ cm}^3$

of in kg: 163,7 kg/uur

Reacties die in de reactor plaats vinden zijn:

verandering?  
in reactie?



De getallen in de balans geven kg/uur aan:

4450 kg phenol + 164 kg waterstof + 250 kg cyclohexanol →

→ 3650 kg cyclohexanon + 710 kg phenol + 500 kg cyclohexanol + 5,6 kg waterstof

B. Over de gaskoeler.

Druk in de reactor is 760 mm Hg

$$P_{\text{tot}} = P_{\text{cyclohexanon}} + P_{\text{cyclohexanol}} + P_{\text{waterstof}} + P_{\text{phenol}} \quad (1)$$

We nemen aan dat Raoult geldt:

$$P_{\text{tot}} = x_{\text{cyclohexanon}} P_{\text{cyclohexanon}} + x_{\text{cyclohexanol}} P_{\text{cyclohexanol}} + P_{\text{waterstof}} + x_{\text{phenol}} P_{\text{phenol}} \quad (2)$$

In vergelijking (1) geeft  $P$  de partiëledruk van elke component afzonderlijk aan; in vergelijking (2) de drukken van de zuivere componenten.

De temperatuur in de reactor is  $135^\circ\text{C}$ .

$$\left. \begin{aligned} P_{\text{cyclohexanon}} &= 440 \text{ mm Hg} \\ P_{\text{cyclohexanol}} &= 340 \text{ mm Hg} \\ P_{\text{phenol}} &= 176 \text{ mm Hg} \end{aligned} \right\} (3)$$

De mol fracties van de verschillende componenten in de evenwichtsconditie:

85800 kg	phenol	cyclohexanon	=	876	kg mol	=	0,75
16600 kg	phenol		=	177	kg mol	=	0,15
10800 kg		cyclohexanol	=	108	kg mol	=	0,10

$$P_{\text{tot}} = 330 + 34 + 27,1 + P_{\text{waterstof}} \rightarrow P_{\text{waterstof}} = 368,9 \text{ mmHg}$$

$$\frac{P_{\text{cyclohexanol}}}{P_{\text{waterstof}}} = \frac{\text{hoeveelheid cyclohexanon in grmol}}{\text{hoeveelheid waterstof in grmol}}$$

$$\frac{330}{369} = \frac{\text{hoeveelheid cyclohexanon in grmol}}{\text{hoeveelheid waterstof in grmol}}$$

Carboxyl verbinding  
mikt voor methyleen  
het heeft links  
Komen?  
toe  
(mofkelt?)

kg mol

$$5,6 \text{ kg H}_2 \approx 2,8 \text{ kg mol H}_2$$

$$\frac{330}{369} = \frac{\text{g mol cyclohexanon / uur}}{2,8} \rightarrow \frac{2,5}{3,9} \text{ kg mol cyclohexanon / uur}$$

Evenzo vinden we voor

$$\text{cyclohexanol: } 0,515 \text{ kg mol / uur}$$

$$\text{phenol: } 0,410 \text{ kg mol / uur}$$

"wijze" "aan reactor"?

Koelen we het gas tot  $45^\circ\text{C}$  dan condenserar cyclohexanon, cyclohexanol en phenol.

$$P_{\text{cyclohexanon}} = 15 \text{ mm Hg}$$

$$P_{\text{cyclohexanol}} = 5 \text{ mm Hg}$$

$$P_{\text{phenol}} \approx 1 \text{ mm Hg}$$

$$P_{\text{waterstof}} = 339 \text{ mm Hg}$$

$$x_{\text{cyclohexanon}} = 0,76$$

$$x_{\text{cyclohexanol}} = 0,16$$

$$x_{\text{phenol}} = 0,08$$

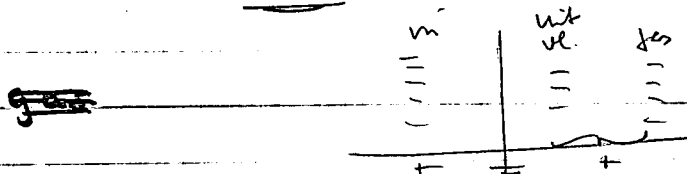
Door het waterstof van  $45^\circ\text{C}$  worden nog meegevoerd:

$$\frac{42}{339} \cdot 0,76 = 0,94 \text{ kg mol cyclohexanon / uur}$$

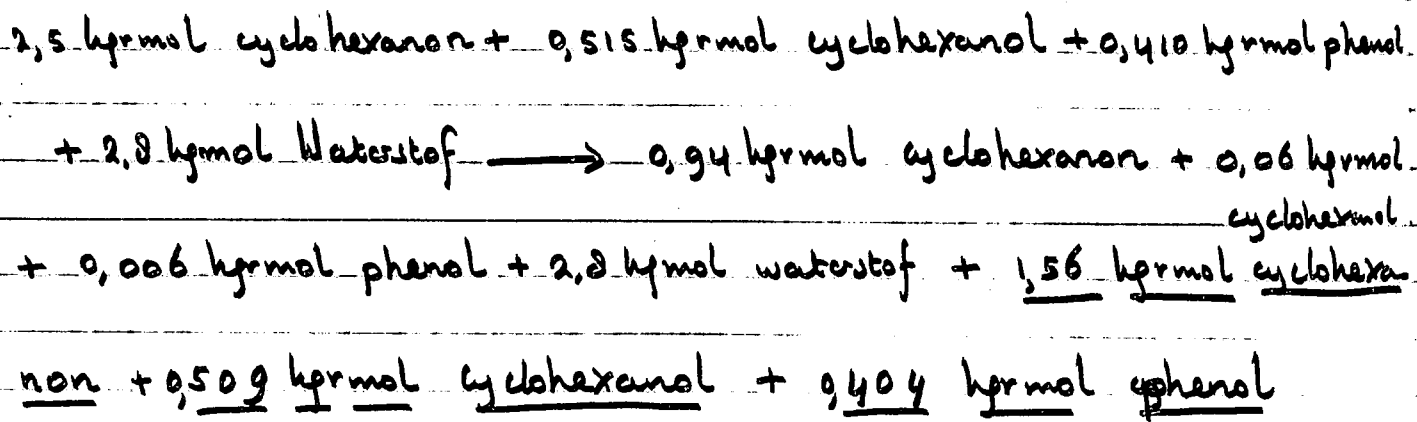
$$\frac{14}{339} \cdot 0,16 = 0,06 \text{ kg mol cyclohexanol / uur}$$

$$\frac{2,8}{339} \cdot 0,08 = 0,006 \text{ kg mol phenol / uur}$$

Totale massabalans in kg mol / uur :

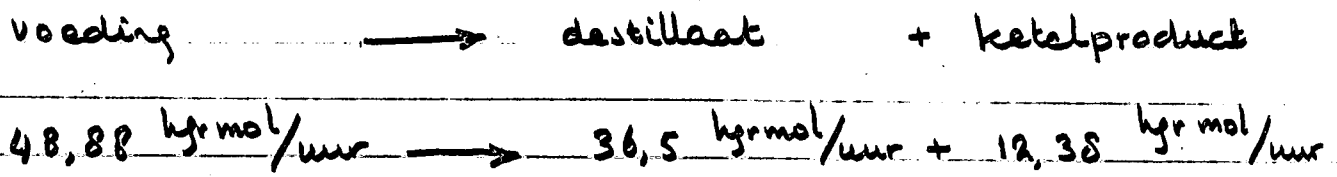


$$2,5 \text{ kg mol cyclohexanon} + 0,515 \text{ kg mol cyclohexanol} + 0,410 \text{ kg mol phenol}$$

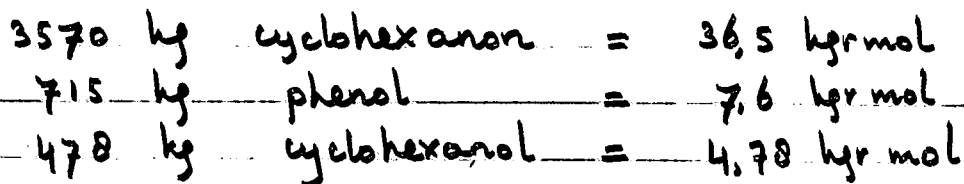


De onderstreepte pro stoffen en hoeveelheden worden als vloeistof afgescheiden.

### C. Over destillatiekolom V



De voedingsamenstelling is:



of in molfracties:

$$x_{\text{cyclohexanon}} = 0,75$$

$$x_{\text{cyclohexanol}} = 0,1$$

$$x_{\text{phenol}} = 0,15$$

Het phenolgehalte mag maximaal 0,01% zijn. Op grond van deze overwegingen kiezen we de volgende destillaat samenstelling:

$$x_{\text{cyclohexanon}} = 0,9989 \quad x_{\text{cyclohexanol}} = 0,0009$$

$$x_{\text{phenol}} = 0,0002$$

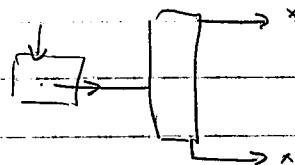
afkoken? in die bodem & top bekens

Via de "probeer" methode komen we tot het volgende ketelproduct  
samenstelling:

$$x_{\text{cyclohexanol}} = 0,377$$

$$x_{\text{phenol}} = 0,620$$

$$x_{\text{cyclohexanon}} = 0,003$$



#### D. Over destillatiekolom IV

Bij deze destillatie maken we onderscheid tussen een lichte fractie L bestaande uit praktisch zuivere cyclohexanol en een zware fractie Z bestaande uit phenol en cyclohexanol.

De voedingsamenstelling is:

$$950 \text{ kg zware fractie} = 10,65 \text{ kmol}$$

$$243 \text{ kg lichte fractie} = 2,43 \text{ kmol}$$

of in molfracties:

$$x_Z = 0,8$$

$$x_L = 0,2$$

Aan het destillaat stellen we de volgende eis:

$$x_Z = 0,002$$

$$x_L = 0,998$$

De samenstelling van het ketelproduct wordt dan:

$$x_Z = 0,997$$

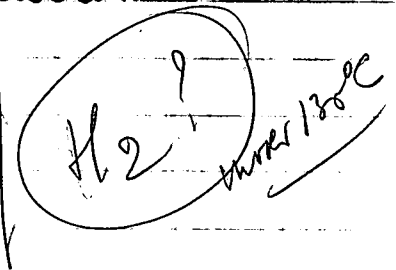
$$x_L = 0,003$$

## Warmtebalansen:

A. Over de reactor.

Aan de reactor worden toegevoerd:

250 kg cyclohexanon van  $120^{\circ}\text{C}$   
700 kg phenol van  $120^{\circ}\text{C}$   
3750 kg phenol van  $50^{\circ}\text{C}$



Deze hoeveelheden moeten tot de reactietemperatuur  $135^{\circ}\text{C}$  verwarmd worden.

Er is warmte nodig voor de verdamping van de hoeveelheid vloeistof die door het waterstof per uur worden meegevoerd.

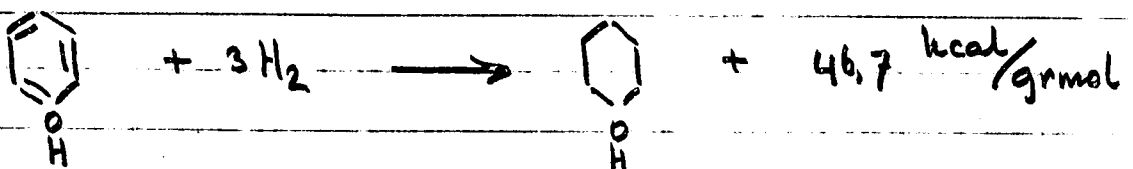
Nemen we voor de soortelijke warmte en verdampingswarmte de volgende waarden:

	soortelijke warmte in $\text{J/gmol}$	verdampingswarmte in $\text{kJ/gmol}$
cyclohexanon	18,2	39,8
cyclohexanol	17,5	42,4
phenol	13,8	48,7

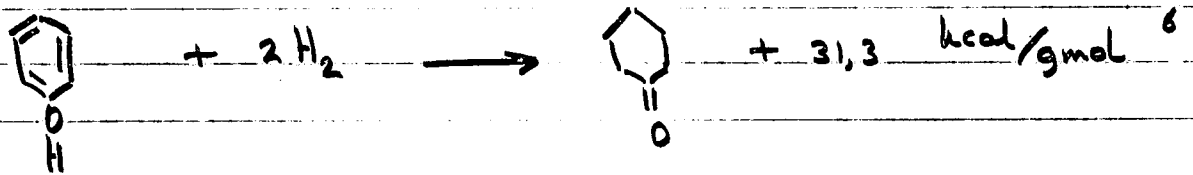
dan is de totale hoeveelheid benodigde warmte  
voor verwarming: 165,8 kW  
voor verdamping: 197,2 kW

totaal 363 kW

Bij de reacties







in de reactor komt echter de volgende hoeveelheid warmte vrij:  $1.358,4 \text{ kW}$ .

$1358,4 \text{ kW}$   
 $363 \text{ kW}$

$995,4 \text{ kW}$  moet dus afgevoerd worden om de reactietemperatuur constant te houden. Dit gebeurt door circulatie van de reactorinhoud door een warmtewisselaar (2).

*Waarom niet temp componenten? bij lage temp?*

B. over de gascooler

In de gascooler worden gecondenseerd:

$1,56 \text{ kmol}$  cyclohexanon  
 $0,509 \text{ kmol}$  cyclohexanol  
 $0,404 \text{ kmol}$  phenol

er wordt het overblijvende gas tot  $45^\circ\text{C}$  gekoeld.

De totale hoeveelheid warmte die hierbij vrijkomt is:  $76 \text{ kW}$ .

C. over warmtewisselaar (3).

De slurry wordt voor de filtratie gekoeld van  $135^\circ\text{C}$  tot  $35^\circ\text{C}$ . De hoeveelheid warmte die hierbij moet worden afgevoerd is:  $171,2 \text{ kW}$

Het filtraat komt met het condensaat uit de gascooler in de opslag tank voor het ruwe product.

De eindtemperatuur volgt uit de uitwerking van de volgende regel:

afgestane warmte = opgenomen warmte.

$$T = 38^{\circ}\text{C}$$

D. Over de waterstof voor verwarmen.

Het waterstof wordt van  $25^{\circ}\text{C}$  tot  $135^{\circ}\text{C}$  verwarmd.

soortelijke warmte waterstof:  $14,3 \text{ J/gr}$

Totale hoeveelheid warmte:  $M \cdot c \cdot \Delta T$

waarin

$M$  = massa in gr

$c$  = soortelijke warmte in  $\text{J/gr}$

$\Delta T$  = temperatuurverschil in  $^{\circ}\text{C}$

$$M = 163,7 \cdot 10^3 \text{ gr}$$

$$c = 14,3 \text{ J/gr}$$

$$\Delta T = 120^{\circ}\text{C}$$

$$\text{geeft } \frac{163,7 \cdot 10^3 \cdot 14,3 \cdot 120}{3600} = \underline{\underline{78 \text{ kW}}}$$

E. Over de phenol smelter.

Het phenol wordt gesmolten en tot  $50^{\circ}\text{C}$  verwarmd.

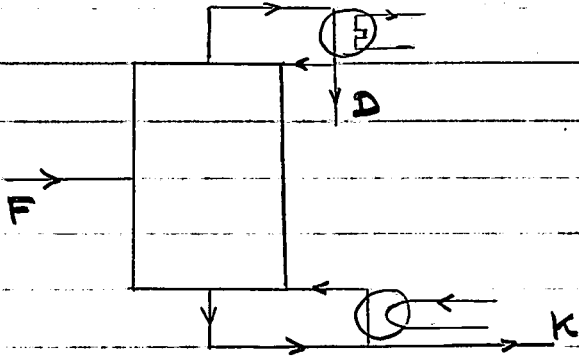
De smeltwarmte is:  $29 \text{ cal/gr}$

De totale hoeveelheid warmte voor  $3740 \text{ kg}$  wordt:

$$M \cdot c \cdot \Delta T + M \cdot r = \underline{\underline{127 \text{ kW}}}$$

$r$  = smeltwarmte in  $\text{cal/gr}$

## E Over destillatie kolom (VI):



Stel de netto toe te voeren  
warmte:  $Q$

+ ketel + condensor

De warmtebalans over de destil-  
latiekolom geeft dan:

$$F \cdot H_f + \Delta Q = D \cdot H_D + K \cdot H_k \quad \text{Condensor?}$$

waarin  $H_f =$  enthalpie voeding in J/gmol  
 $H_D =$  .. .. destillaat  
 $H_k =$  .. .. ketel product

$F =$  aantal grammoleculer voeding,  
 $D =$  .. .. destillaat,  
 $K =$  .. .. ketel product.

$M_r = M \cdot r$

Gebruikmakend van de reeds eerder opgegeven soortelijke  
warmten geeft de uitwerking van bovenstaande vergelijking:

$$\Delta Q = 134 \text{ KW}$$

Deze  $Q$  is het verschil tussen de <sup>(of Condensor of de ketel)</sup> condensatiewarmte en  
de hoeveelheid warmte die we aan de ketel moeten toevoeren.  
De condensatiewarmte/wordt:  $M \cdot r$

$M =$  aantal g/mol / sec  
 $r =$  verdampings warmte in J/gmol

$$\frac{5 \cdot 36.600}{3600} \cdot 39,8 \cdot 10^3 = 1641 \text{ KW}$$

Aan de ketel toe te voeren warmte:  $1641 + 134 = 1775 \text{ KW}$

g. Warmtebalans over destillatiekolom (IV):

Op dezelfde wijze als onder F<sub>1</sub> vinden we hier voor Q:

$$Q = -4 \text{ kW}$$

Bij condensatie van het cyclohexanol komt vrij:

$$M.v = 5.99.5 \cdot 10^6 = \underline{110.4 \text{ kW}}$$

De aan de ketel toe te voeren warmte is:

Reflex = 4

$$\underline{106 \text{ kW}}$$

$\approx 110$

h. over de product koeler (4):

Het cyclohexanon van  $125^{\circ}\text{C}$  wordt gekoeld tot  $25^{\circ}\text{C}$  en daarna in tanken opgeslagen. Hierbij komt

69 kW aan warmte vrij.

# AFMETINGEN van de APPARATEN

## A. De reactor

In de reactor bevinden zich bij het starten:

80500 kg cyclohexanon,  
22000 kg phenol,  
11500 kg cyclohexanol  
1150 kg fijn verdeeld Palladiumkatalysator  
op een koolstofdrager.

Het gemiddeld soortelijk gewicht is: 0,98

De inhoud van de vloeistof wordt:  $\frac{115150 \cdot 10^3}{0,98} =$

$$= 117 \cdot 10^6 \text{ cm}^3$$

De reactor heeft een diameter van 4 meter en is 12 meter hoog

Het vloeistofniveau reikt tot 9,5 meter.

Bij een gemiddelde verblijftijd van 2,8 uur is  
in mol% het rendement 77,2%. Onder deze conditie werkt  
men. Het waterstof wordt onder in de reactor geleid  
via een ring waarin gaatjes openinger zijn aange-  
bracht. De diameter van de ring is 3,5 m.

Wat is het rendement?  
Wat is de verblijftijd?

## B Het FILTERAPPARAAT

Het filterapparaat is een bakjesfilter. De afmetingen van een bak zijn:

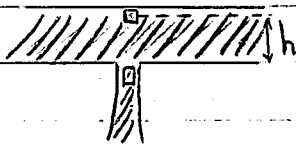
lengte: 200 cm breedte: 100 cm diepte: 10 cm

De hoeveelheid vloeistof per minuut: 78,8 l

De hoeveelheid vaste stof is: 78,5 gram/minuut

Een bakje wordt in 1 minuut gevuld. Het vloeistofniveau is dan 4 cm hoog. De grootte van de verkante mazen van het filter: 75 μm

Bij de berekening van de doorstroomtijd houden we in eerste instantie geen rekening met de katalysator deeltjes. De snelheid vinder we uit de energievergelijking per volume eenheid vloeistof voor en na de opening:



$$\rho u_1 + p_1 + \rho g z_1 + \frac{1}{2} \rho v_1^2 + W + Q = \rho u_2 + p_2 + \rho g z_2 + \frac{1}{2} \rho v_2^2$$

$$u_1 = v_2 \quad W = 0 \quad Q = 0 \quad v_1 = \frac{dh}{dt} \text{ is te verwaarlozen ten opzichte van } v_2$$

$$\frac{1}{2} v_2^2 = \Delta g z$$

$$v_2 = \sqrt{2 \Delta g z} \quad \text{Dit is de uitstroom snelheid.}$$

stroom snelheid.

$\Phi_v = v \cdot F \cdot C$  waarin  $F$  = totaal oppervlak van doorstroming

$C$  = product van de wrijnings- en contractie

factor = 0,62

Het oppervlak van 1 gaatje is:  $75 \cdot 10^{-4} \times 75 \cdot 10^{-4} = 5,62 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2$

De totale volumestroom uit een bak is dus:

$$\Phi_v = 0 \cdot \frac{dh}{dt} = \sqrt{2 \Delta g z} \cdot 108.000 \cdot 5,62 \cdot 10^{-5} \cdot 0,62$$

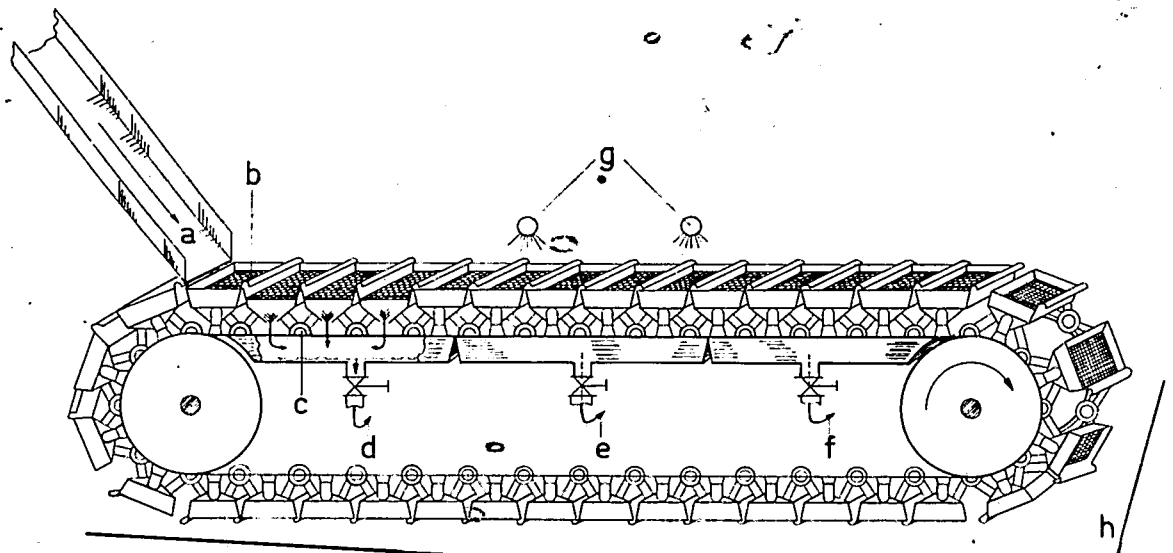
$0$  = oppervlak van het bakje

108.000 = het aantal gaatjes in het filter.

$$2 \cdot 10^4 \cdot \frac{dh}{dt} = 3,78 \cdot 44,3 \sqrt{h}$$

$$\int_0^4 \frac{dh}{\sqrt{h}} = 3,78 \cdot 44,3 \cdot t \rightarrow t = 540 \text{ sec} = 9 \text{ minuten}$$

De gaatjes raken echter onder het filter verstopt. De doorlooptijd wordt hierdoor aanzienlijk vergroot. Een voortdurend wervelen



a) toevoer suspensie

b) rand die voorkomt dat de suspensie tussen de balijs door  
lekt bij het vullen ervan

c, e, f, hier<sup>door</sup> wordt het filtraat afgevoerd

h) opvang bak voor katalysator deeltjes. Deze worden  
door de cyclohexamol phenol recycle terug naar de reactor gevoerd.

en stroomer van de suspensie zal de doorstroomtijd verlagen. Stel de  
doorstroomtijd 1,5 minuten, (we kunnen met filterer ophouden want  
we willen; alleen zijn de hoeveelheden filtraat bij te korte filtratie  
tijden te gering), dan bestaat het filter uit: 38 bakken.

De totale lengte is: 4,0 m

De breedte is: 2 m

Op de grote tekening is het filterapparaat niet op schaal gete-  
kend vanwege z'n grote afmetingen.

Het is mogelijk dat de katalysator aan de balijs blijft  
kleven. Dit is te verhelpen door de balijs met een laagje teflon  
te bedekken. Verder helpt perslucht bij het losmaken van de  
katalysator deeltjes.

De katalysator deeltjes worden niet gewassen zoals op  
het plaatje boven aangegeven wordt (g).

## C. Destillatiekolom (IV).

Samenstelling voeding:  $x_z = 0,8$   
 $x_L = 0,2$

z = zware fractie (phenol + cyclohexanol)  
L = lichte fractie (cyclohexanol)

Samenstelling destillaat:  $x_z = 0,002$   
 $x_L = 0,998$

Samenstelling ketelvoerstof:  $x_z = 0,997$   
 $x_L = 0,003$

We nemen als gemiddelde temperatuur  $T = 90^\circ\text{C}$

P cyclohexanol: 50 mm Hg

P phenol: 28 mm Hg

$$\alpha = \frac{P_{\text{cyclohexanol}}}{P_{\text{cyclohexanol-phenolmengsel}}}$$

In het cyclohexanol-phenol mengsel is de molverhouding phenol : cyclohexanol 3 : 1

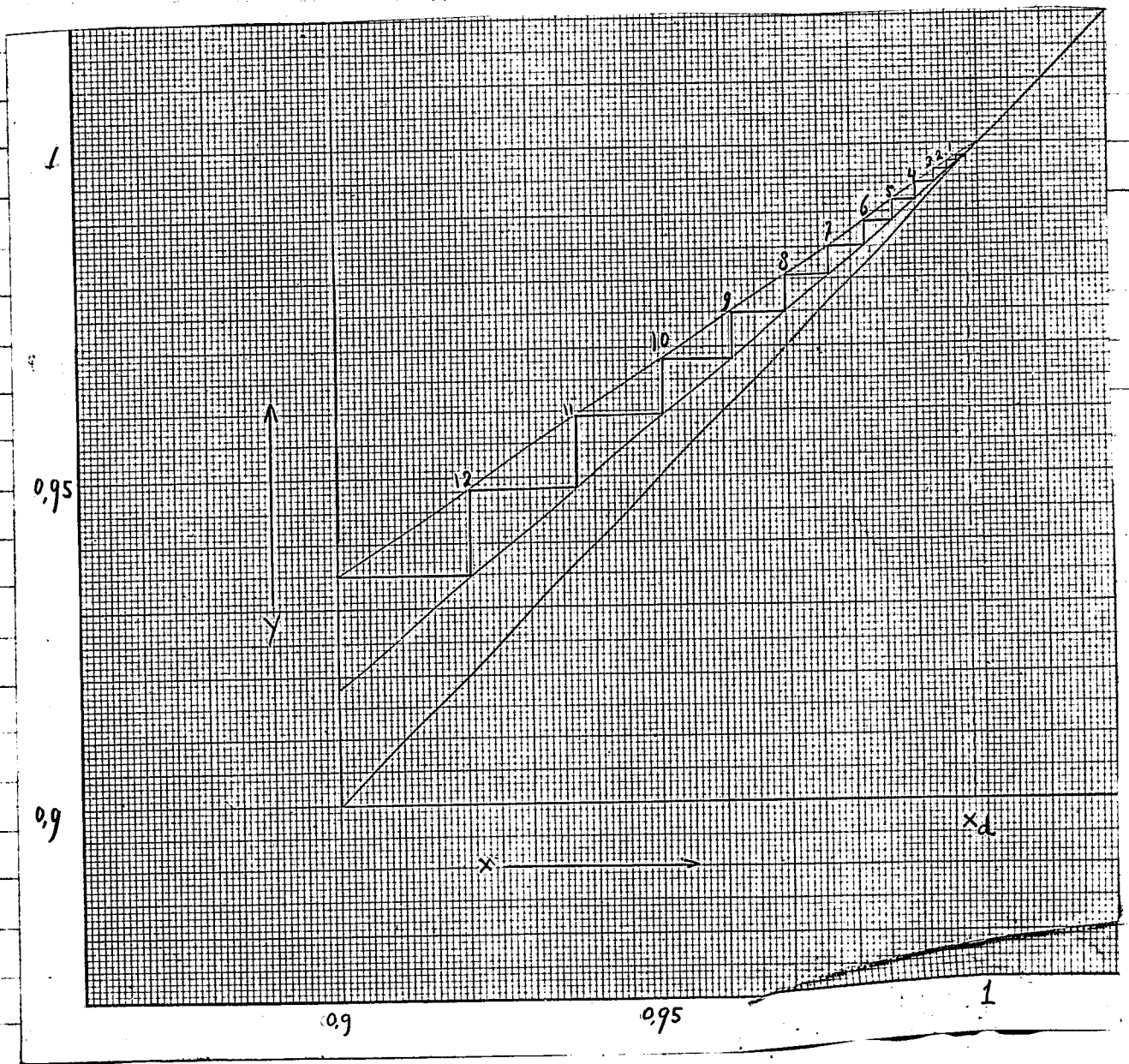
$$\alpha = \frac{56}{0,25 \times 56 + 0,75 \times 28} = \frac{56}{35} = 1,6$$

Veranderstel  $\alpha$  constant over de gehele kolom.  
Voor de dampvoerstof evenwichter geldt dan:

$$y = \frac{\alpha x}{1 + (\alpha - 1)x} \quad \alpha = 1,6$$







We nemen een schotel afstand van 0,45 m.

In de vergelijking  $v = c \sqrt{\frac{\rho_L}{\rho_v}}$  is  $c = 0,05$

$$\rho_L = x_{\text{phenol}} \cdot \rho_{\text{phenol}} + x_{\text{cyclohexanol}} \cdot \rho_{\text{cyclohexanol}}$$

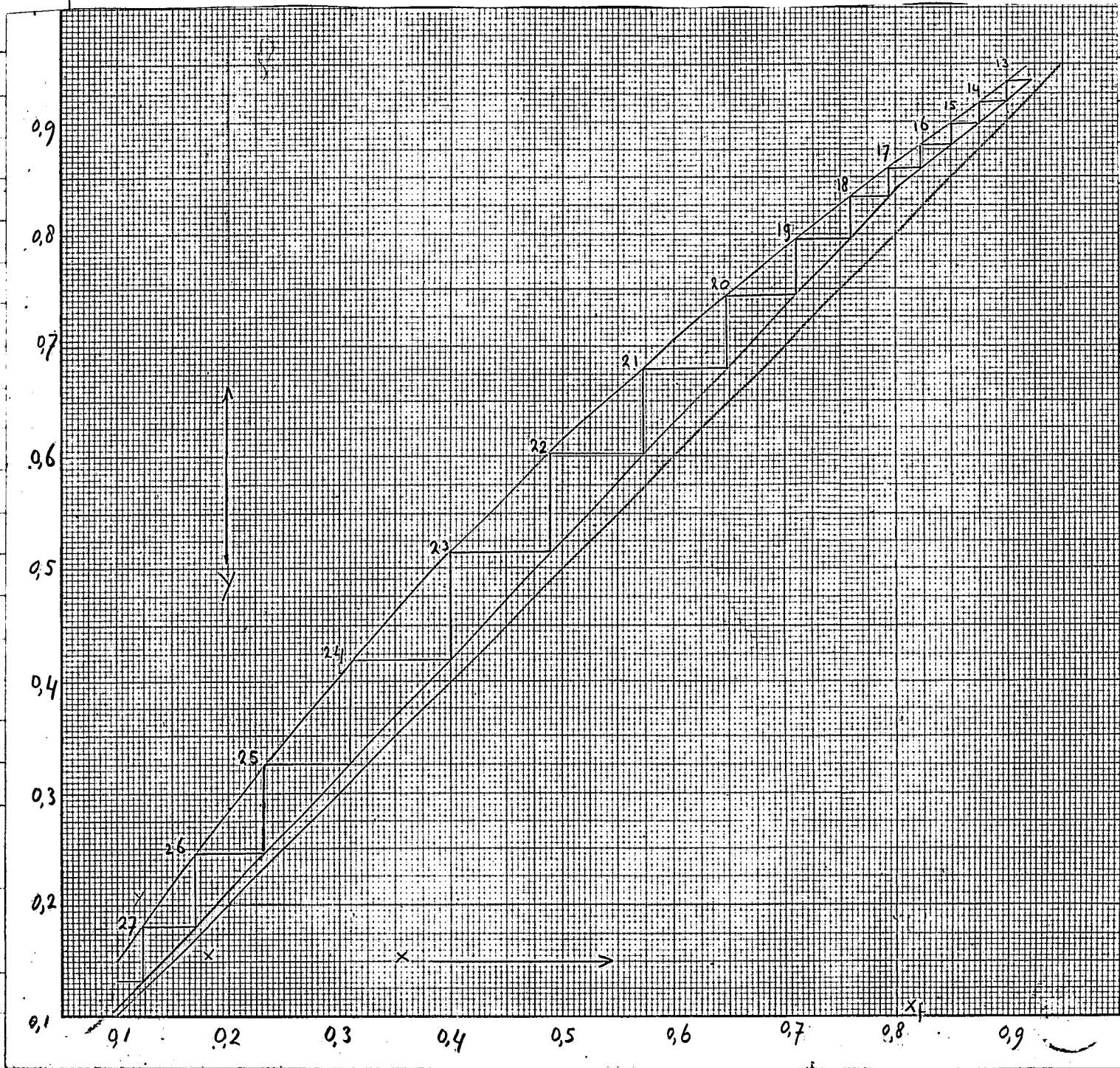
$$= 0,8 \cdot 1,059 + 0,2 \cdot 0,962 = 1,040$$

$$= 1040 \text{ kg/m}^3$$

Bij een ideaal gas zou onder de holomomstandigheden 1 gr mol een volume van 22,6 liter hebben.

$$\rho_v = \frac{100}{22,6 \cdot 10^{-3}} =$$

$$= 1,38 \cdot 10^{-4} \text{ gr/cm}^3 = 0,138 \text{ (kg/m}^3)$$



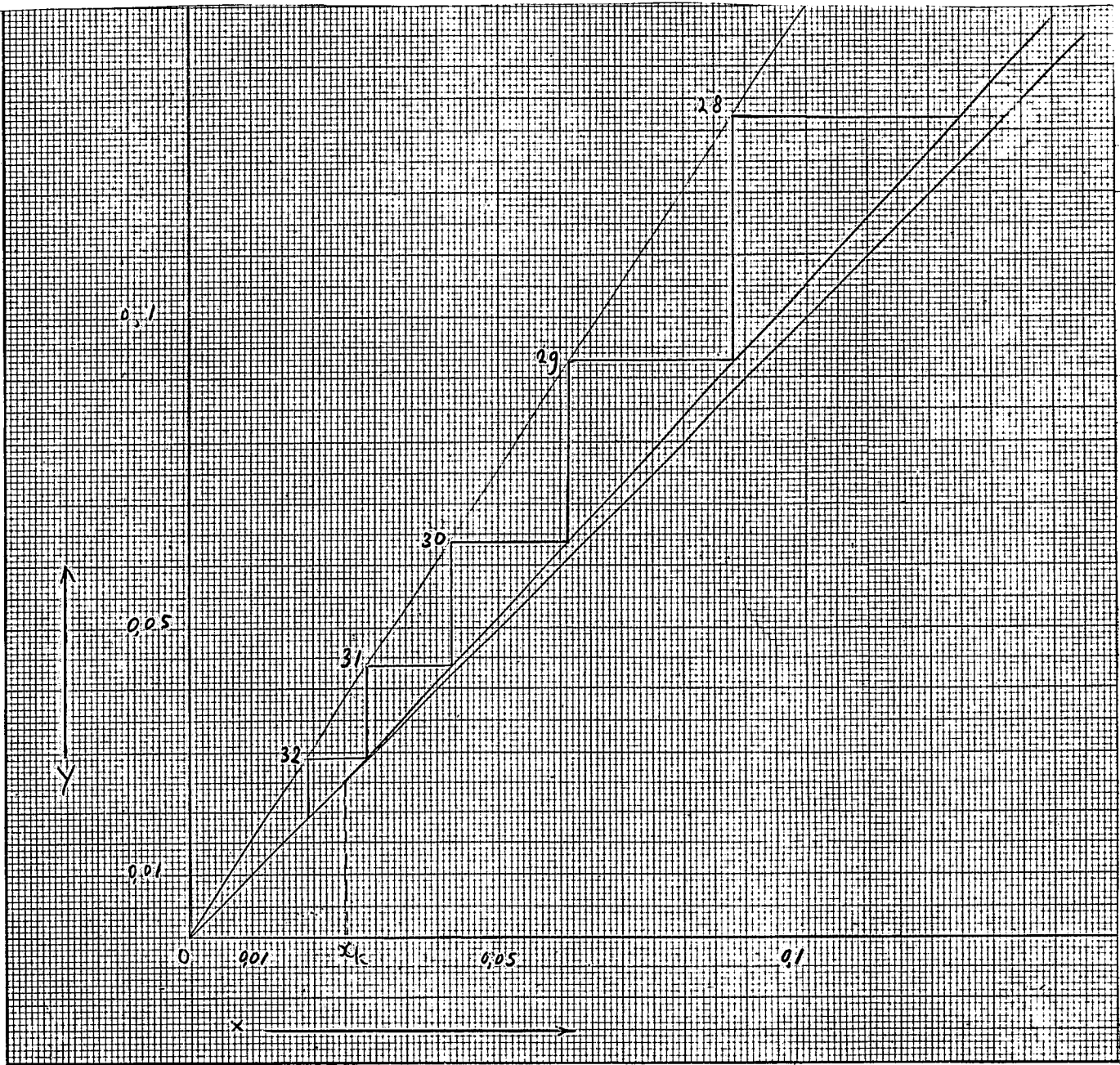
$$v = 0.05 \cdot \sqrt{\frac{1040}{0.138}} = 4.3 \text{ m/sec.}$$

$$\phi_v = M \cdot v = \frac{12500}{3600} \times 726 \cdot 10^{-3} = 2.55 \text{ m}^3$$

$M$  = aantal gram moleculen/sec

$D = 0.9 \text{ m.}$

$v$  = volume van 1 gram molecul onder de gemiddelde  
kolomomstandigheden.



De destillatie toren is dus 0,9 m breed en  
ongeveer 30 meter hoog.  $\phi$

## D. Destillatiekolom (V)

Dere destillatiekolom is niet theoretisch behandeld. De afwijkingen van de praktische waarden en die afwijking die in de massabalansen ontstaan zijn te groot om van een redelijke benadering te kunnen spreken. Geprobeerd werd met constante relatieve vluchtigheden te werken en met de wet van Raoult.

?  $\approx$  We zullen volstaan met de gegevens zoals ze in de lit. literatuur vermeld staan:

Aantal schotels: 60

temperatuur top:  $75^{\circ}\text{C}$       druk top: 50 mm

temperatuur bodem:  $125^{\circ}\text{C}$       druk bodem: 177 mm

$R_{\text{opt}} = 4$       We nemen een schotelafstand van 0,45 m

$$v = c \sqrt{\frac{\rho_L}{\rho_g}} \quad c = 0,05$$

$$v = 0,05 \sqrt{\frac{\rho_L}{\rho_g}}$$

$$\rho_L = x_{\text{cyclohexanon}} \cdot \rho_{\text{cyclohexanon}} + x_{\text{cyclohexanol}} \cdot \rho_{\text{cyclohexanol}} + x_{\text{phenol}} \cdot \rho_{\text{phenol}}$$
$$= 0,752 \cdot 0,947 + 0,196 \cdot 0,962 + 0,052 \cdot 1,05$$

$$\rho_L = 954 \text{ kg/m}^3$$

1 grammolecul heeft onder de gemiddelde kolomomstandigheden een volume van: 428 l.

$$K = 98 \rightarrow \rho_v = 0,238 \text{ kg/m}^3$$

$$v = 0,05 \sqrt{\frac{954}{0,238}} = 3,1 \text{ m/sec} \quad \phi_v = 22,1 \text{ m}^3/\text{sec}$$

$$D = 3 \text{ m}$$

## E. Warmte wisselaars.

De grootte van de warmte wisselaar wordt berekend met behulp van de formule:

$$\phi_w = U \cdot A \cdot \Delta T$$

$\phi_w$  = warmtestroom in Joule/sec of Watt

$U$  = warmteoverdrachtscoëfficiënt in  $W/m^2 \cdot ^\circ C$

$\Delta T$  = logaritmisch gemiddelde van de temperatuur

$A$  = uitwisselings oppervlak in  $m^2$

De warmteoverdrachtscoëfficiënt  $U$  is een functie van de stoffeigenschappen ( $Pr$ ) en de stromings toestand ( $Re$ ).

In ons geval zorgen we er steeds voor dat we in het gebied van turbulente stroming zitten dus  $Re > 10.000$ .

$U$  is dan voor het beschouwde systeem (gas-vloeistof, vloeistof-vloeistof, gas-gas) zo groot mogelijk!

Rekenvoorbeeld:

Warmte wisselaar (3) voor het filterapparaat (III):

$$\phi_w = 171 \cdot 10^3 \text{ W}$$

$$U = 600 \text{ W/m}^2 \cdot ^\circ C$$

$$\Delta T = 47$$

$$A = \frac{171000}{600 \cdot 47} = 6,1 \text{ M}^2$$

We nemen buizen van 25 - 32 mm

$$\text{totale lengte: } \frac{6,1}{0,0785} = 77,2 \text{ M}$$

inwendig oppervlak per lengte eenheid:  $0,0785 \text{ m}^2$

De lengte van de buizen in de warmte wisselaar is: 1,5 m

Het aantal pijpen wordt:  $\frac{77,2}{1,5} = 52$

Voor  $Re \geq 10.000$  moet  $\phi_v = 800 \text{ l/uur}$

Snelheid van het koelwater:  $\frac{171200}{4190 \times 10} = 3,5 \text{ l/sec}$

of per uur:  $3,5 \times 3600 = 12600 \text{ l/uur}$

Het aantal buizen wordt om de snelheid van  $800 \text{ l/uur}$  aan te houden  $\frac{12600}{800} = 15,7$  Het aantal passes wordt dus:  $\frac{52}{15} = 4$  passes

De afmetingen worden dan: 1,5 m lang en 0,5 m breed

De breedte wordt bepaald door de rangschikking van de buizen, de dikte en het aantal passes. Er zijn hiervoor tabellen in de literatuur te vinden.

no warmte wisselaar	$\dot{Q}_w$ in in W	verwarmend medium	koelend medium	$U$ in in $W/m^2 \cdot ^\circ C$	$\Delta T$	$A$ in $m^2$	dia. pijp inw. in mm
1	78150	stoom		40	65	30,5	25
2	995000		water	600	105	16	38
3	171.000		water	600	47	6,1	25
4	69500		water	600	27,5	4,2	25
<u>IX</u>	76.000		water	30	46	55	25
<u>X</u>	110.000		water	600	53	3,3	25
<u>XI</u>	1641.000		water	600	38	72	25
<u>XII</u>	106.000	stoom		600	40	4,6	25
<u>XIII</u>	1775.000	stoom		600	35	84,5	25
<u>I</u>	127000	stoom		120	73	15,5	

In het laatste geval (I) wordt een stoommantel om de phenol-smelker aangebracht.

De hoogte van de smelker is 3 m. De inwendige diameter is 1,50 m.

De hoogte van de stoommantel is 2,75 m. Om het konisch ondereind bevindt zich ook nog een stoommantel.

Het gezamenlijke oppervlak van de stoommantels is 15,5 m<sup>2</sup>.



meter pijp uitw in mm	inwendig oppervlak per m in m <sup>2</sup>	aantal pijper	aantal passes	lengte warmteuiser selaar in m	breedte warmte uiselaar in m
32	0,0785	384	1	1	1
45	0,1193	188	1	2	0,95
32	0,0785	52	4	1,5	0,50
32	0,0785	54	7	1	0,52
32	0,0785	234	1	3	0,85
32	0,0785	25	2	1	0,5
32	0,0785	460	8	2,0	<del>0,85</del> 1,2
32	0,0785	60	—	1	0,5
32	0,0785	475	—	3	1,15

Afmetingen tanken:

	diameter	lengte	Inhoud
tank VI	1,6 M	3,2 M	7 M <sup>3</sup>
tank VII	0,85 M	1,7 M	0,9 M <sup>3</sup>
tank VIII	0,95 M	1,9 M	1,2 M <sup>3</sup>

# DIAMETERS van de PÛPEN.

no. pijp	diameter in cm
1	2
2	15
3	2
4	1
5	19
6	0,6
7	58
8	25
9	10
10	1,3
11	1,4
12	1
13	1,4
14	150 ( $v = 10 \text{ m/sec}$ )
15	29,8
16	4,4
17	2,2
18	2,4
19	2,1
20	1,2
21	55 ( $v = 10 \text{ m/sec}$ )
22	1,2
23	1,1
24	0,5
25	1,7
26	1,4
27	55
28	21
29	21
30	0,5
31	0,5

Bij deze diameter is de gas-snelheid  $10 \text{ m/sec}$  en de vloeistof-snelheid  $3 \text{ m/sec}$  tenzij anders vermeld.

37,5 cm bij  $v = 40 \text{ m/sec}$

32 170 ( $v = 10 \text{ m/sec}$ ) 42 cm

33 60 ( $v = 10 \text{ m/sec}$ ) bij  $v = 40 \text{ m/sec}$  25 cm bij  $v = 20 \text{ m/sec}$

32 en 33 zijn ketel aansluitingen op de destillatiekolommer.

# POMPEN en EJECTOREN ?

## A. Pomp I

Begemann centrifugaalpompe

type: L<sub>1</sub>

max hoeveelheid/min: 100 L      opvoerhoogte: 10 m

zuigbuiswijdte: 30 mm      toerental: 2850

aantal PK: 0,54

## B. Pomp II

Begemann centrifugaalpompe

type: L.O.

max hoeveelheid/min: 50 L      opvoerhoogte: 10 m

zuigbuiswijdte: 25 mm      toerental: 3200

aantal PK: 0,34

## C. Pomp III en IV

Membraampompe.

De capaciteit voor beide bedraagt 1000 L/uur.

$$= \underline{\underline{16,7 \text{ L/minub}}}$$

## d. pomp V

Begemann L10

hoeveelheid/min = 5,83 M<sup>3</sup>/min      opvoerhoogte: 15 m

zuigbuiswijdte: 250 mm

toerental: 690

aantal PK: 38,4

## CONSTRUCTIE MATERIALEN

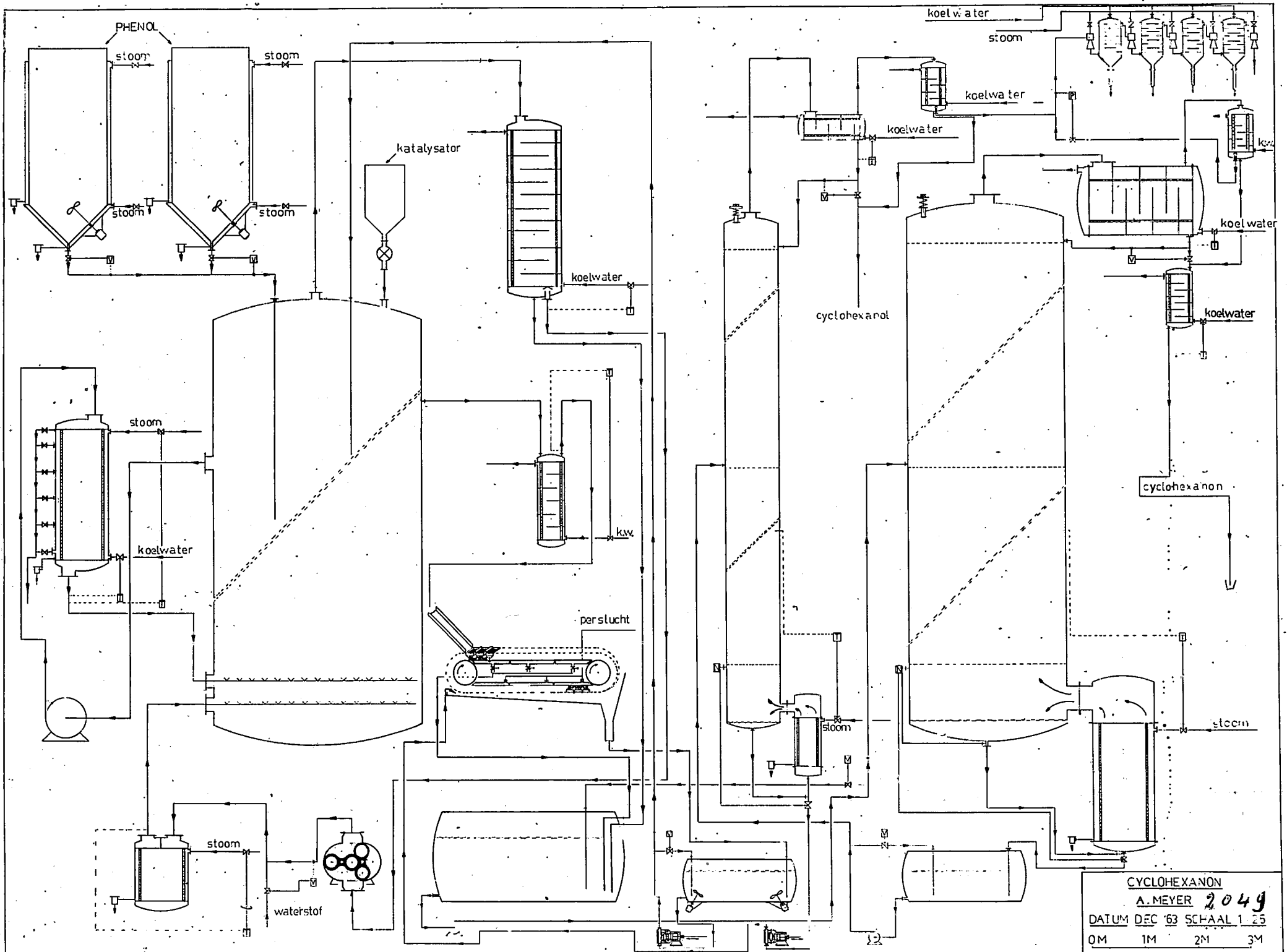
De phenol smelters, reactor, warmtewisselaars en destillatieters, pompen en pijpen worden gemaakt van staal 18-8.

De ejectoren <sup>zijn</sup> van gietijzer gemaakt.

Andere mogelijke materialen zijn: <sup>constructie</sup> staal en roestvrij staal (18-8-Ni).  
<sup>Aluminium</sup> Al wordt door het phenol aangetast, terwijl koper, messing en brons als zuurstof overdragers bij de oxydatie van cyclohexanon fungeren en dien tergevolge worden aangetast.

## LITTERATUUR

1	Friedrich Laucht	American Patent	2 338 445	1940
2		American Patent	2 386 372	1944
3		American Patent	2 303 550	1940
4		American Patent	2 931 834	1960
5	Nilsson Montville			
	Vitrona Paterson	American Patent	2 873 296	1959
6	A.H. Cubberley			
	H.B. Mueller	Journal American Society	69 1535	1947
7		Chemie en Techniek	4 178	1963



CYCLOHEXANON  
 A. MEYER 2049  
 DATUM DEC '63 SCHAAL 1 25  
 0M 1M 2M 3M