

PHENOL UIT CUMEEN.

INHOUD.

Literatuurlijst.

Samen

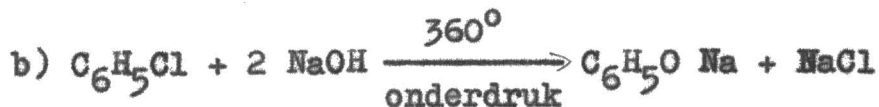
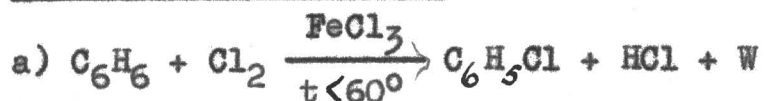
- | | |
|-----|--|
| I | Bespreking van de verschillende phenol-bereidingen. |
| II | Vergelijking van de onder I behandelde methoden. |
| III | Literatuur gegevens over de bereiding van phenol uit cumeen. |
| IV | Beschrijving van de phenol-fabriek. |
| V | Beschrijving Apparaten. |
| VI | Bijlagen. |

LITERATUUR.

1. H.Hoek en H.Lang
Auto-oxydation von Kohlenwasserstoffen über
peroxyden von Benzolderivaten.
Ber. 77 B ; 257 (1944)
2. G.P.Armstrong, R.H.Hall, D.C.Quin
Auto-oxydation of isopropylbenzene.
Nature 164 834 (1949)
3. G.P.Armstrong, R.H.Hall, D.C.Quin
Auto-oxydation of cumene.
J.Chem.Soc. 1950 666
4. Phenol from cumene.
Chem.Eng.News Oct. 1951 215
5. ✓ Hale and Britton
Development of Synthetic Phenol from Benzene-
Halides.
Ind.Chem.Eng. 20 , 114 (1928)
6. Anon
New Synthetic Phenol Plant.
Ind.Eng.Chem.News Ed. 18 , 921 (1940)
7. ✓ Olive
Chem. & Met.Eng. 47 770 (1940)
46 222 (1939)

I Bespreking van de verschillende phenolbereidingen.

1) De chloreringsmethode.



Bij de chlorering (a) is de vorming van hoger gechlorreerde producten niet te vermijden. De temperatuur moet lager dan 60°C blijven, zodat in verband met de reactiewarmte moet worden gekoeld. Uit de chloreringsproducten wordt chloorbenzeen gewonnen door destillatie.

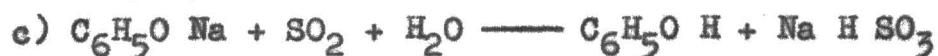
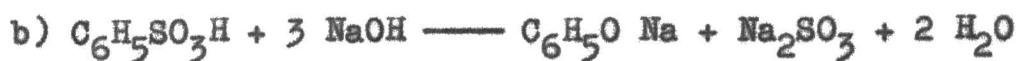
De hydrolyse (b) verloopt bij 360°C met 50%-ige NaOH. De vrijkomende warmte is voldoende om de reactie-temperatuur te handhaven.

Met HCl wordt uit Na phenolaat phenol vrijgemaakt, waarna door destillatie phenol van 't water wordt gescheiden.

Bij deze methode ontstaat HCl als bijproduct.

Bij b) en c) ontstaat NaCl waaruit door electrolyse weer chloor voor a) kan worden verkregen.

2) De sulfoneringsmethode.

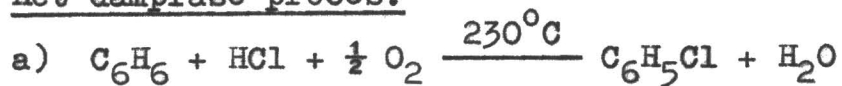


Reactie a) vindt plaats bij 'n H_2SO_4 concentratie groter dan 78%. Het vrijkomende water wordt weggenomen d.m.v. hete benzeendamp.

De hydrolyse (b) van 't sulfonzuur vindt plaats bij 360°C .

Het verloop van deze reactie is analoog aan 1 b).

Tenslotte wordt het phenol vrijgemaakt uit 't Na zout d.m.v. SO_2 .

3) Het dampfase proces.

Dit proces is in Duitsland door Prahl en Mathes ontwikkeld en staat bekend als het Raschig proces.

Beide trappen van de conversie worden katalytisch uitgevoerd. De omzetting is voor elke trap 10%, zodat 90% van de grondstof na afscheiding van het reactieproduct moet worden teruggevoerd.

Bij a) ontstaan polychloorverbindingen als bijproduct naast 'n zeer kleine hoeveelheid aan oxydatieproducten.

Bij b) wordt bovendien hydroxydiphenyl en diphenylae-ther gevormd.

Hier volgt 'n beschrijving van flowsheet (1).

Het proces begint in oververhitter a waar de grondstoffen voor de 1^e trap worden voorgewarmd. In c vindt menging plaats waarna het mengsel bij de reactietemperatuur in de convertor d komt. In e wordt chloorbenzeen (naast kleine hoeveelheden polychloorbenzeen) gecondenseerd, terwijl het niet omgezette benzeen in g achterblijft en in het proces terugkeert.

Het monochloorbenzeen wordt na zuivering in het 2^e gedeelte van 't proces gehydrolyseerd tot phenol en HCl. (in reactor u). In r condenseert HCl (97% van 't bij a) verbruikte HCl wordt bij b) weer teruggewonnen). In k worden sporen phenol met benzeen uitgewassen. Daarna keert het zoutzuur terug naar 't eerste deel van 't proces.

De phenol wordt eerst opgelost in water (q) en daarna in l met benzeen uit de waterfase geëxtraheerd.

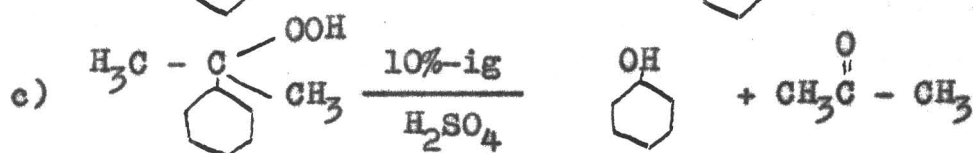
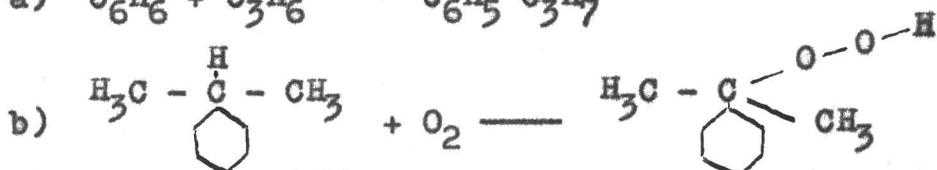
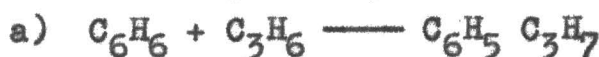
Het water keert na scheiding terug in q.

De gecombineerde benzeen extracten van phenol worden naar de fractionneerkolom m gepompt waar benzeen overgaat. De ruwe phenol wordt door destillatie verder gezuiverd.

4) Phenol uit cumeen.

Aan 't einde van de oorlog bestond er in de U.S.A. 'n groot overschot aan cumeen. Deze verbinding werd om zijn hoge "blending value" toegevoegd aan vliegtuigbenzine. Na de oorlog wilde men de cumeenproductie in stand houden. Een toepassing voor het cumeen werd gevonden in 'n nieuwe bereidingsmethode voor phenol.

Reactie vergelijking:



II Vergelijking van bovenstaande phenolbereidings methoden

Vergelijken we de grondstoffen voor de verschillende methoden dan is behalve benzeen nodig:

1. Cl_2 en NaOH door electrolyse uit NaCl bereid.
2. H_2SO_4 en NaOH
3. HCl en O_2
4. propeen.

Methoden 1. en 2. waren tot voor kort 't meest gebruikt. Bij de chloreringsmethode is een voortdurende electrolyse van NaCl nodig. De hiervoor benodigde elektrische energie is duur. Deze methode is daarom aan te bevelen in landen waar elektrische energie goedkoop kan worden opgewekt. Een bezwaar van de sulfoneringsmethode is het grote verbruik aan H_2SO_4 . Bovendien blijft de chlorering en sulfonering van benzeen niet beperkt tot een monosubstitutie.

De 3^e methode levert een ruw phenol, dat vrijwel zuiver is. Bovendien wordt hier het zoutzuur dat bij de eerste trap nodig is, na de 2^e trap bijna volledig teruggewonnen.

Een nadeel is dat de omzettingsgraad voor beide trappen klein is (10%), zodat 90% van de grondstof moet worden teruggevoerd.

De bereiding van phenol uit cumeen is mogelijk door de bijzondere omstandigheden. In verband met de oorlogsdreiging wordt de cumeenproductie op peil gehouden, zodat cumeen als een goedkope grondstof kan worden beschouwd.

Hiermee is verklaard waarom de phenolbereiding uit cumeen rendabel is. Voor Nederland komt deze methode niet in aanmerking.

Voor een bedrijf dat reeds Cl_2 of H_2SO_4 produceert zou resp. de chlorerings- en sulfoneringsmethode in aanmerking kunnen komen (Zoutindustrie en Staatsmijnen).

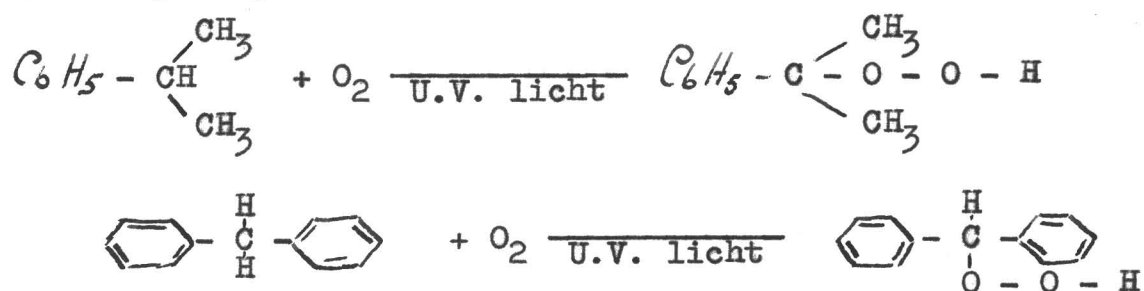
Wanneer deze grondstoffen niet in het eigen bedrijf aanwezig zijn dan is o.i. de 3^e methode het meest geschikt.

III Gegevens over de bereiding van phenol uit cumeen.

In 1944 verscheen een artikel van 2 Duitse onderzoekers (litt. 1), waarin de bereiding beschreven werd van peroxyden der benzeenderivaten, waarbij een aan een tertiair of secundair C-atoom gebonden H-atoom aanwezig is.

Dit C-atoom moet onder invloed staan van de aromatische dubbele bindingen en dus direct aan de benzeenkern verbonden zijn.

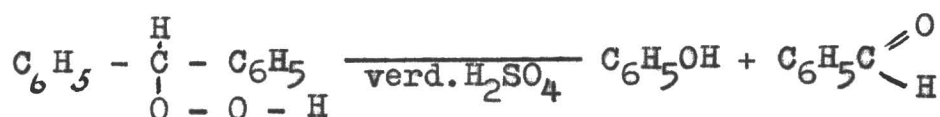
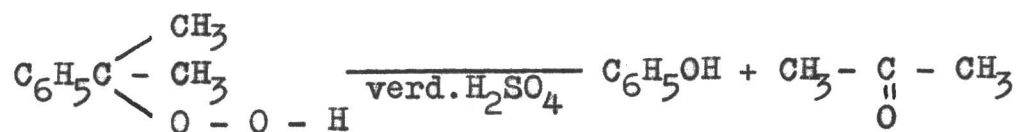
Zo oxyderen zij met behulp van O_2 onder invloed van U.V. licht, b.v. cumeen en diphenylmethaan. Hierbij ontstaan dan de peroxyden:



Het blijkt dat diphenylmethaan veel beter geoxydeerd wordt dan cumeen, hetgeen toegeschreven wordt aan de invloed van de twee aromatische ringen op het secundaire C-atoom.

Opvallende eigenschappen van de peroxyden zijn, dat ze bestendig zijn en makkelijk onder invloed van verdund zwavelzuur splitsen waarbij phenol, een aldehyde of wel een keton gevormd wordt.

*Als tweede
het Raschig
proces.*



In kleine hoeveelheden worden bijproducten gevormd; bovenstaande reacties zijn echter de voornaamste.

Vervolgens worden verschillende proeven beschreven, waarvan voor ons echter de belangrijkste is de oxydatie van cumeen tot cumeenhydroperoxyde en de eigenschappen van de laatste stof.

360 gr/ (3 mol.) cumeen wordt bij 85° C onder belichting van kwiklampen, 24 uur met droge zuurstof geschud, waarbij $\pm 4\frac{1}{2}$ l. (0.2 mol.) opgenomen wordt.

Na extractie van de peroxyde-oplossing met 40 g. 25% NaOH oplossing, scheidt zich een kristallijne stof af (het Na zout van het peroxyde), dat gewassen wordt met benzine en dan langzaam in een 2 N HCl oplossing wordt gedruppeld onder goed roeren en koelen.

Het peroxyde wordt in aether opgenomen, gewassen met een verdunde Na₂CO₃ oplossing en daarna met H₂O. De aetheroplossing wordt dan gedroogd met CaCl₂ en de aether afgedampt.

Het achterblijvende cumeenhydroperoxyde is een kleurloze, naar waterstofperoxyde ruikende olie, die makkelijk oplosbaar is in organische oplosmiddelen, en onoplosbaar in H₂O.

$$K_p = 0.1 = 53^\circ \text{C} \quad d_4^{20} = 1.06189.$$

$$K_p = 0.2 = 60^\circ \text{C} \quad n_D^{20} = 1.52425.$$

Opbrengst 27 g. = 0.18 mol.

De analyseresultaten van het product waren niet erg bevredigend, zelfs na meerdere bereidingen.

Ber. C 71.01
H 7.95

Gev. C 71.39
H 8.22

Waarschijnlijk ligt dit aan kleine hoeveelheden dimethylphenylcarbinol die gevormd worden bij de oxydatie.

Vervolgens geven zij een beschrijving van de door hen uitgevoerde zuursplitsing met 10% H_2SO_4 . Het peroxyde wordt dan ontleed bij 100°C , waarbij phenol en aceton ontstaat.

In 1949 werd de oxydatie van cumeen in Amerika opnieuw onderzocht door G.P.Armstrong, R.H.Hall en D.C.Quin (litt. 2 en 3).

Er werd gevonden dat de oxydatie betrekkelijk snel verliep in een alkalische olie-water emulsie bij 85°C .

De volgende proeven werden gedaan:

Een emulsie van zuiver cumeen en een verdunde loogoplossing (verhouding 1 : 1, begin $\text{pH} = 10.5$) met 0.09% Na-stearaat als emulgator, werd krachtig geroerd bij 85°C en O_2 door de emulsie geleid. Na een inductieperiode van $1\frac{1}{2}$ uur, begon de zuurstofopname. De snelheid nam toe met toenemende hydroperoxyde concentratie, tot een zuurstofverbruik van 6.3 mol/uur per 100 mol cumeen en na een totale reactietijd van 14.5 uur.

De peroxyde concentratie (jodometrisch bepaald in azijnzuur onder CO_2 atmosfeer) was 30% molair; de O_2 conversie bedroeg 85%.

Het hydroperoxyde werd geïsoleerd uit het oxydatieproduct door gefractioneerde destillatie onder verminderde druk met iets Na_2CO_3 als stabilisator. (Zie ook litt. 1).

Deze oxydatiereactie is analoog aan de andere autooxydaties met een radicaalmechanisme. De inductietijd wordt overbodig door toevoeging van cumeenhydroperoxyde of andere organische peroxyden.

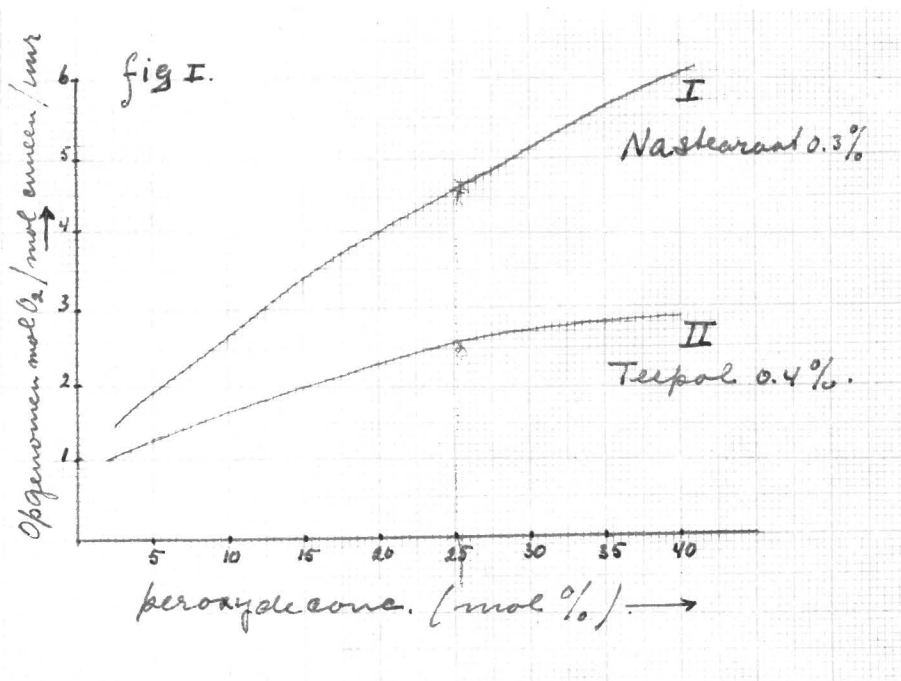
Phenol vertraagt de oxydatie; de reactie is gevoelig voor sommige metalen (Pb en Cu), daar deze de ontledingsnelheid van het cumeen-hydroperoxyde in cumeen en zuurstof versnellen.

Bij $\pm 35\%$ conversie bereikt de oxydatiesnelheid een maximum en wordt daarna minder. De limiet van de peroxyde concentratie is 50% molair.

Bij de oxydatie bleek dat een zeer geringe hoeveelheid zuur ontstond, waardoor de pH van de emulsie daalde en de oxydatie snelheid afnam. Dit werd ondervangen door toevoeging van Na_2CO_3 (1.3% van de waterfase). Styreen en α

methylstyreen vertragen eveneens de oxydatie en versnellen de zuurvorming. Daarom moet het uitgangspproduct altijd zeer zuiver zijn.

Bij een pH 7.4 - 4.7 of in alkalisch milieu zonder emulgator, was de oxydatiesnelheid gering. Bij grotere alkaliteit (5 - 10% NaOH) was de efficiëntie van het O_2 verbruik $\pm 50\%$. Optimale condities bereikt men met Na_2CO_3 bij een pH 8.5-10.5.



Verder onderzochten de schrijvers de invloed van de emulgator op de oxydatiesnelheid. Daartoe werden Teepol met Na-stearaat vergeleken.

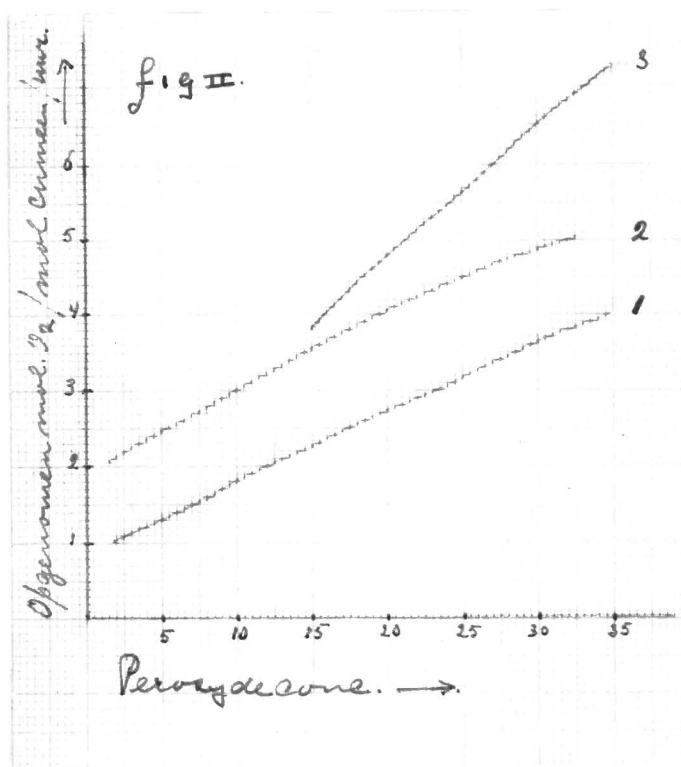
I = Na-stearaat 0.3% II = Teepol 0.4%

Hieruit volgt dat Na-stearaat de beste emulgator is.

De molaire oxydatiesnelheid, uitgedrukt als het aantal mol. O_2 per uur geabsorbeerd, per 100 mol. cumeen, neemt toe met toenemende water/olie verhouding (fig. II), of-
schoon de O_2 absorptiesnelheid kleiner wordt. ^{Z.O.Z.}

Verhouding vloeistof : cumeen.

<u>1</u>	1	:	1
<u>2</u>	1	:	2
<u>3</u>	1	:	5.



Nadat de nodige onderzoeken hadden plaats gehad, werd besloten een phenol-fabriek op te richten in Amerika, waarvan het uitgangsproduct cumeen is. In Chem. Eng. Oct. 1951 blz. 215 verscheen een flowsheet, die hieronder beschreven wordt. Hierbij wordt dus gebruik gemaakt van de resultaten van vroegere onderzoeken. Dit recapitulerend krijgen we dus:

cumeen wordt geoxydeerd tot het hydroperoxyde. Dit gebeurt in een olie-water emulsie, met Na-stearaat als emulgator.

De beste resultaten verkrijgt men, wanneer men ophoudt bij een omzetting van 25-50%.

Vervolgens wordt het peroxyde ontleed door koken onder druk met H_2SO_4 , waarbij hoofdzakelijk ontleding optreedt in phenol en aceton. Het olie-achtige deel van het reactie-product wordt door destillatie in zijn componenten gescheiden. Aceton gaat hierbij over, cumeen wordt gerecycled en phenol afgekoeld en gekristalliseerd.

Sporen phenol worden uit de cumeen-fractie gewassen met een verdunde alkali-oplossing, alvorens het cumeen terug te voeren, omdat phenol de oxydatie tot cumeen-hydroperoxyde vertraagt.

Bij de ontleding van het peroxyde, ontstaan tevens in kleine hoeveelheden methylstyreen en acetophenon. Het methylstyreen is niet te scheiden door destillatie van het cumeen en daar dit eveneens de oxydatie van cumeen vertraagt, moet het of verwijderd worden door uitwassen met H_2SO_4 , of alkalische $KMnO_4$ oplossing, of het kan gehydrogeneerd worden tot cumeen. Dit laatste is toegepast. De acetophenon kan van phenol gescheiden worden door vacuum-destillatie.

Beschrijving van de flowsheet (Bijlage (2)).

68.4 lbs cumeen wordt per uur geleid in een oxydatie-vat A met 5.17 lb O_2 . De reactie-temperatuur is $130^\circ C$ en er wordt goed geroerd. De vloeistof die uit de ketel komt bevat 18.17 lb cumeenhydroperoxyde, naast 52.5 lb cumeen. Deze vloeistof gaat naar een met lood gevoerde ketel B met roerapparaat en wordt gemengd met twee maal het volume verdund zwavelzuur (10%).

De ontleding heeft plaats bij $100^\circ C$. De waterfase wordt van de oliefase gescheiden in een separator en teruggevoerd naar de reactor.

De oliefase wordt onderin een gevulde kolom K geleid en hier in tegenstroom met water gewassen om sporen H_2SO_4 te verwijderen.

Het ruwe reactiemengsel bestaat uit:

10 lb phenol;

6 lb aceton;

0.6 lb acetophenon;

1 lb methylstyreen.

Hieruit wordt bij gewone druk het aceton afgescheiden in kolom D. Het residu gaat naar vacuumkanal E en cumeen + methylstyreen wordt afgedestilleerd.

Phenol en acetophenon tenslotte worden in vacuumkanal F gescheiden. Opbrengst aan phenol 9.8 lb/uur. De cumeen + methylstyreen wordt eerst gewassen (G) met een loogoplossing ter verwijdering van sporen phenol, vervolgens gehydrogeneerd in ketel H.

Als katalysator dient Raneynikkel (0.5%), reactietemperatuur $100^\circ C$ en reactieduur 15-30 minuten. Deze hydrogenering gebeurt discontinu en het methylstyreen-gehalte na de reactie moet minder zijn dan 0.05%.

Vervolgens wordt het Raneynikkel afgescheiden door een separator en filterpers. De cumeen wordt teruggevoerd ter verdere reactie naar A.

IV Beschrijving van de phenolfabriek.

(zie grote schema en bijlage 3 en 4)

1) Oxydatie van cumeen.

Vanuit cumeentank T_1 komt de grondstof via de warmte-uitwisselaar A_2 en voorverwarmer A_3 (waardoor het cumeen voorverwarmd wordt tot resp. 65° en 130° C) in de oxydatieketels A_1 en A_1' . In deze ketels wordt het cumeen geëmulgeerd met water (1 : 2) d.m.v. een krachtige roerder (Na stearaat als emulgator) terwijl onder in de reactoren zuurstof wordt geleid waardoor 23.5% van de cumeen geoxydeerd wordt tot cumeenhydroperoxyde. Door stoomverwarming blijft de temperatuur in de ketels op 130° C. De druk in de ketels is dan $3\frac{1}{2}$ atm.

2) Scheiding van de emulsie.

Het reactiemengsel wordt continu uit de oxydatieketels afgevoerd naar separator S_1 . Hierin vindt bij 60° C scheiding plaats in een water- en een peroxyde/cumeenfase. In verband hiermee moet de emulsie eerst gekoeld worden:

in warmte-uitwisselaar A_4 van 130° C tot 102° C (deze warmte wordt afgestaan aan het water dat uit S_1 weer naar A_1 en A_1' teruggevoerd wordt. Hierdoor wordt dit water op een temperatuur van 93° C gebracht, waarna in voorverwarmer A_5 weer een temperatuur van 130° C bereikt wordt, waarmee het water in A_1 en A_1' terugkomt);

in warmte-uitwisselaar B_2 van 102° C tot 65° C (ook deze warmte wordt in het verdere proces nuttig gebruikt; zie onder 4)).

Aangenomen is dat door warmteverlies in leiding en separator S_1 de temperatuur 5° daalt, zodat de scheiding bij 60° C plaats vindt.

3) Ontleding van cumeenhydroperoxyd.

Bovenuit separator S_1 wordt het cumeenhydroperoxyd naar de ontledingsketels B_1 en B_1' gevoerd. Met 10%ig H_2SO_4 (1 : 2) en bij een temperatuur van 60° C wordt hierin cumeenhydroperoxyd ontleed in phenol en aceton, waarbij tevens kleine hoeveelheden methylstyreen en acetophenon ontstaan.

4) Scheiding van de emulsie.

Het geëmulgeerde reactiemengsel wordt gescheiden in separator S_2 . Dit vindt plaats bij 30°C , zodat ook hier (in B_3) gekoeld moet worden. De soortelijk zwaardere H_2SO_4 -oplossing komt onderuit S_2 en wordt teruggepompt naar de ontledingsketels B_1 en B_1' . Daar de temperatuur in B_1 en B_1' op 60°C moet blijven, gaat het verdunde H_2SO_4 eerst nog door de reeds onder 2) genoemde uitwisselaar B_2 .

*Aceton
in het H_2SO_4*

5) Wastoren C.

De lichtere laag bestaande uit cumeen, aceton, phenol, methylstyreen, acetophenon en sporen H_2SO_4 verlaat de separator S_2 aan de bovenkant en wordt onderin de wastoren C geleid. Door wassen met water in tegenstroom worden hier sporen H_2SO_4 verwijderd en vervolgens komt het reactiemengsel in tank T_2 , welke als buffertank kan dienen.

6) Destillatie van aceton, cumeen en phenol.

Vanuit T_2 komt het reactiemengsel via voorverwarmer D' (temperatuur van 20° op 58°C) in de eerste destillatiekolom D , waar aceton overgaat. Na koeling in D_3 tot 20°C wordt aceton via D_4 als eindproduct afgeleverd. Het bodemproduct verlaat de reboiler van D_1 bij een temperatuur van 88°C en komt met deze temperatuur in vacuumkolom E_1 . Hier wordt het **niet** omgezette cumeen teruggewonnen, terwijl tevens methylstyreen overgaat (druk 8.5 cm en temp. 88°C) (zie verder 8). Het bodemproduct van E_1 gaat met een temperatuur van 115°C naar de vacuumkolom F_1 , waar phenol overgaat en acetophenon met sporen phenol als bodemproduct verkregen wordt.

7) Kristallisatie van phenol.

Na koeling tot 60°C (in F_3) wordt een gedeelte van de phenol in vloeibare toestand naar de O-chloorphenolfabriek geleid. De rest van het phenol wordt in G gekristalliseerd.

8) Terugwinning cumeen.

Het destillaat van E_1 , bestaande uit cumeen en methylstyreen, wordt afwisselend via de tanks T_4 1 en 2 (waarin het vacuum zonder het proces te onderbreken kan worden opgeheven) afgevoerd naar de wastoren H_1 . Hierin wordt het mengsel cumeen, methylstyreen met 0.1 N loog oplossing

gewassen waardoor sporen phenol (die de oxydatie van cumeen vertragen) worden weggenomen.

Vervolgens worden sporen loog weer met water verwijderd in wastoren H_2 , waarna het cumeen en methylstyreen in verzameltank T_7 komt. Hierin wordt de vloeistof in verband met de hierna volgende hydrogenering onlucht d.m.v. N_2 . Vanuit T_7 wordt de vloeistof door voorverwarmer K_3 gepompt (temperatuur van 20° op 100° C) en vervolgens naar de hydrogeneringsketels K_1 en K_2 .

De hydrogenering vindt discontinu plaats bij een temperatuur van 100° C, onder een H_2 druk van 2 atm. en met Raneynikkel als katalysator. Hierdoor wordt het gehalte aan methylstyreen $< 0.05\%$ gehouden, hetgeen noodzakelijk is, daar ook deze verbinding de oxydatie van cumeen vertraagt. De hydrogenering wordt afwisselend uitgevoerd in de ketels K_1 en K_2 .

Vanuit K_1 en K_2 wordt het cumeen met kat. via de warmte-uitwisselaar A_1 (koeling van 100° op 20°) naar de separatoren L_1 en L_2 gevoerd. De kat. bezinkt hierin grotendeels en wordt periodiek afgevoerd naar tank T_8 . Hierin wordt kat. door roeren in suspensie gehouden en teruggepompt naar K_1 en K_2 .

In T_8 , L_1 en L_2 wordt een overspanning van 1 atm. aan N_2 gehandhaafd waardoor het Ra-nikkel niet met lucht-zuurstof in contact kan komen. Daar het Ra-nikkel zeer licht is, bevindt zich nog een kleine hoeveelheid hiervan in de cumeen die uit L_1 en L_2 komt. Hiertoe wordt het nikkel d.m.v. een centrifuge M verwijderd. Het afgescheiden nikkel wordt door een omloopleiding teruggespoeld naar tank T_8 . In de centrifuge wordt eveneens een N_2 atmosfeer gehandhaafd. Vanuit M wordt de cumeen die absoluut kat.vrij moet zijn (explosie gevaar bij latere oxydatie) naar T_1 gevoerd. In deze tank wordt tevens het verbruikte cumeen aangevuld.

V Beschrijving van de toestellen.

Oxydatie reactoren A_1 en A_1' . (volgens Pfaudler).

Inhoud van elke reactor:

$$\frac{14017.9}{2} \text{ kg} = 7009 \text{ kg.} \quad \text{Het soort.gew. is } 0.95$$

Het volume van de vloeistof is dus $\frac{7009}{0.95} = \underline{7400 \text{ ltr.}}$

Afmetingen van A_1 en A_1' : Binnendiameter 78"
 Buitendiameter 84"
 Hoogte 84"

De temperatuur is 130° C . Druk = $3\frac{1}{2} \text{ atm}$.

Door verwarming met stoom van 150° C wordt de reactietemperatuur van 130° C gehandhaafd.

Per uur kan door de mantel worden toegevoerd:

$$Q = A \times \Delta t \times U = 191 \times 36 \times 8 = 55.000 \text{ kcal.}$$

Separator S_1' .

Per uur wordt ingevoerd 14.400 ltr.

We nemen een scheidingstijd van 10 minuten.

De inhoud van de separator moet dus zijn $\frac{14400}{6} = 2400 \text{ ltr.}$

Afmetingen: hoogte 2.50 m.

diameter 1.10 m.

Scheidingstemperatuur: 60° C .

Ontledingsketels B_1 en B_1' .

Totale hoeveelheid vloeistof (per hr.) $14670 \text{ kg} \approx 14670 \text{ ltr}$

Het volume van elke reactor is: 7335 ltr.

Afmetingen (als A_1 en A_1')

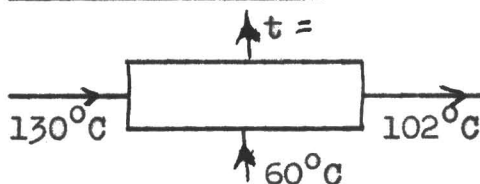
Temperatuur: 60° C . De binnenbekleding is hier van lood.

Separator S_2 .

Afmetingen als bij S_1 . Het volume dat per uur verwerkt moet worden bedraagt hier 14670 ltr. (bij S_1 : 14400 ltr.)

De scheidingstijd bij S_2 is dus: $\frac{14400}{14670} \times 10 = 9.8 \text{ min.}$

Temperatuur : 30° C .

Uitwisselaar A₄.

Hierin wordt 14017 kg emulsie gekoeld van 130° C op 102° C d.m.v. 9641 kg water dat van 60° C verwarmd wordt tot t° C.

$$Q = 14017 \times 0.8 \times (130 - 102) = 9641 \times 1 \times (t - 60)$$

$$t = 93^{\circ} \text{ C.}$$

$$Q = 14017 \times 0.8 \times 28 \times 4 = \text{B.T.U.}$$

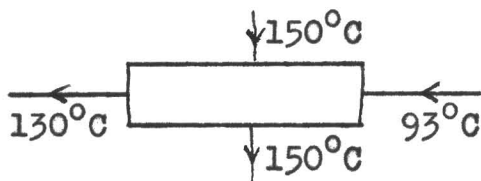
$$U = 100$$

$$\Delta t = \frac{(102 - 60) - (130 - 93)}{2.3 \log \frac{102 - 60}{130 - 93}} \times \frac{9}{5} = 72^{\circ} \text{ F.}$$

$$A = \frac{Q}{U \times \Delta t} = 174 \text{ sq.ft.}$$

Voor een Re getal > 4000 is 1 pass voldoende.

110 buizen van 11.3 ft. $\varnothing$ 11' ($\frac{1}{2}$ " $\frac{5}{8}$ ")

Voorverwarmer A₅.

9641 kg water wordt met stoom van 150° C verwarmd van 93° C tot 130° C.

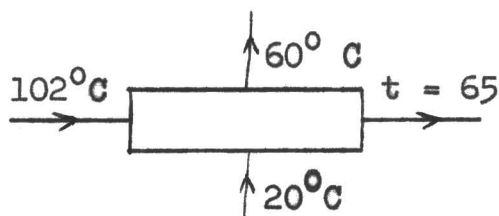
$$Q = 9641 \times 1 \times (130 - 93) \times 4 = 1.426.868 \text{ B.T.U.}$$

$$U = 100$$

$$\Delta t = \frac{(150 - 93) - (150 - 130)}{2.3 \log \frac{57}{20}} \times \frac{9}{5} = 64^{\circ} \text{ F.}$$

$$A = \frac{1.426.868}{100 \times 64} = \underline{\underline{223 \text{ sq.ft.}}}$$

Afmetingen: 138 buizen van 11.5 ft. ($\frac{1}{2}$ " $\frac{5}{8}$ ") $\varnothing$ 12"
 2 pass.

Warmte-uitwisselaar B₂.

14017 kg emulsie van 102° C gekoeld tot t° C met 10379 kg 10%-ig H₂SO₄ dat van 20° C verwarmd wordt tot 60° C.

$$Q = 14017 \times 0.8 \times (102 - t) = 10379 \times 1 \times (60 - 20) \times 4$$

$$U = 100$$

$$t = 65^{\circ} \text{ C}$$

B.T.U.

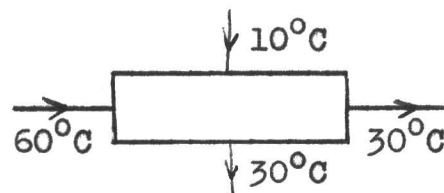
$$\Delta t = \frac{(102 - 20) - (65 - 60)}{2.3 \log \frac{82}{5}} \times \frac{9}{5} = 78^\circ \text{ F.}$$

$$A = \frac{Q}{U \times \Delta t} = \underline{244 \text{ sq.ft.}}$$

Afmetingen: 212 buizen ($\frac{1}{2}$ " / $\frac{5}{8}$ ") lengte 6.6 ft. $\varnothing$ 20"

4 pass. Re getal buiten de buizen > 4000 .

Koeler B₃.



14670 kg cumeen enz. gekoeld van 60° C tot 30° C met water dat van 10° tot 30° C verwarmd wordt.

$$\text{S.W.} = 0.8$$

$$\Delta t = \frac{30 - 20}{2.3 \log 1.5} \times \frac{9}{5} = 45^\circ \text{ F.} \quad U = 100$$

Aan warmte moet worden afgevoerd:

$$14670 \times 0.8 \times 30 \times 4 = 1.408.320 \text{ B.T.U.}$$

$$A = \underline{313 \text{ sq.ft.}}$$

Afmetingen: 2 pass.koeler met 186 buizen van 6.4 ft. lengte ($\frac{1}{2}$ " / $\frac{5}{8}$ ") $\varnothing$ 24"

$$\text{Re}_{(\text{buiten})} = 3500$$

Wastoren C.

Gewenst wordt een vloeistofsnelheid van $1 \frac{\text{cm}}{\text{sec}}$. De hoeveelheid (per hr) = 4388 kg, d.i. 5360 ltr. (per hr).

$$\text{Per sec. moet dus gewassen worden: } \frac{5360}{3600} = \underline{1.45 \text{ ltr.}}$$

Bij een snelheid van 1 cm/sec moet πr^2 van de doorsnede dus zijn: $\frac{1.45}{0.1} = 14.5 \text{ dm}^2$.

Hieruit volgt een diameter van 4.28 dm.

De verblijftijd van de vloeistof in de wastoren zal nu bepaald worden door keuze van de hoogte.

Voor een verblijftijd van 5 min. (= 300 sec) is nodig een hoogte van 300 cm.

De toren is gevuld met Raschigringen waarvan de diameter is $\frac{1}{8} \times 4.28 \text{ dm} = 5 \text{ cm.}$

Destillatiekolommen D_1 , E_1 en F_1 .

De voeding komt via voorverwarmer D' (zie verder) bij kooktemperatuur van aceton de kolom binnen. De samenstelling van de voeding, destillaat en bodemproduct staat vermeld in bijlage.

Berekening van het aantal schotels, hoogte en diameter.

Deze berekening is uitgevoerd volgens Perry (3^e druk pag. 622 e.v.)

De minimum reflux verhouding $(\frac{L}{D})_{\text{Min.}}$ wordt gevonden uit de verg.:

$$(1) \dots\dots (\frac{L}{D})_{\text{Min}} + 1 = \frac{\alpha_a X_{Da}}{(\alpha_a - \theta)} + \frac{\alpha_b X_{Db}}{(\alpha_b - \theta)} \dots\dots + \frac{\alpha_z X_{Dz}}{(\alpha_z - \theta)}$$

waarin:

α_a = relatieve vluchtigheid van component a gedeeld door de vluchtigheid van de „heavy key component” in het destillaat.

θ wordt berekend uit de formule

$$(2) \dots\dots \frac{\alpha_a Z_{Fa}}{\alpha_a - \theta} + \frac{\alpha_b Z_{Fb}}{\alpha_b - \theta} \dots\dots + \frac{\alpha_z Z_{Fz}}{\alpha_z - \theta} = 1 - q$$

Hierin is Z_{Fa} = gemiddelde mol.fractie van component a in de totale voeding.

$q = 0$ wanneer de voeding in dampvorm bij de temp. van het kookpunt van de vloeistof wordt ingevoerd.

$q = 1$ wanneer de voeding als vloeistof (bij kooktemperatuur) in de kolom komt.

De waarde van θ ligt tussen de waarden van α voor de sleutelcomponenten.

Het minimum aantal schotels (S_m) bij totale reflux wordt gevonden uit:

$$(3) \dots\dots \frac{\log \left(\frac{X_{lk}}{X_{hk}} \right)_D \left(\frac{X_{hk}}{X_{lk}} \right)_W}{\log \alpha_{lk}} = S_m$$

waarin:

X_{lk} = mol.fractie van de lichte sleutelcomponent.

X_{hk} = mol.fractie van de zware sleutelcomponent.

*Is deze berekening
geenloos?*

D = destillaat.

W = bodemproduct.

Op pag. 622 van Perry is weergegeven:

$$\frac{S - S_m}{S + 1} \text{ als functie van } \frac{\frac{L}{D} - (\frac{L}{D})_M}{\frac{L}{D} + 1} \quad \text{waarin:}$$

S = het theoretisch aantal schotel (N) + 1 (in S is de reboiler meegerekend).

$\frac{L}{D}$ = werkelijke refluxverhouding.

De waarde van $\frac{\frac{L}{D} - (\frac{L}{D})_M}{\frac{L}{D} + 1}$ is bekend, zodat $\frac{S - S_m}{S + 1}$ uit de

grafiek kan worden afgelezen. Hieruit kan nu S worden berekend zodat $N = S - 1$ eveneens bekend is.

Hoogte van de destillatie kolom.

Deze volgt nu uit het aantal schotels en de plaatafstand.

Diameter van de kolom.

$$\text{De dampsnelheid } \mu = K \sqrt{\frac{\rho_1 - \rho_2}{\rho_2}} \quad \text{waarin:}$$

K = constante afhankelijk van de plaatafstand en vloeistofslot (tabel 7, Perry pag. 598).

De kolomdiameter volgt uit de snelheid μ , en de hoeveelheid damp die door de toren moet (= afvoer $\times$ refluxverhouding).

ρ_1 = dichtheid van de vloeistof.

ρ_2 = dichtheid van de damp.

Berekening kolom D_1 .

Zware sleutelcomponent: phenol.

Lichte sleutelcomponent: aceton.

Temp. van de voeding: 58°C .

Voeding:

Componenten	Hoeveelheid	M.G.	K.Mol	Molfr.= Z_F	$P^{1)}$	α
Aceton	353 kg	58	6.1	0.15	760	190
Cumeen	3234 kg	120	27	0.67	31	8
Me-styreen	60 kg	118	0.5	0.01	18	4.5
Phenol	592 kg	94	6.3	0.15	4	1
Acetophenon	36 kg	120	0.3	0.008	4	1
			<u>40.2</u>	<u>1</u>		

Deze gegevens ingevuld in formule (2):

$$\frac{190 \times 0.15}{190 - \theta} + \frac{8 \times 0.67}{8 - \theta} + \frac{4.5 \times 0.01}{4.5 - \theta} + \frac{1 \times 0.15}{1 - \theta} + \frac{1 \times 0.008}{1 - \theta} =$$

$1 - q = 0$ ($q = 1$ want voeding komt als vloeistof bij
kookpunt binnen)

Hieruit volgt voor $\theta = \underline{\underline{36.9}}$

Destillaat (58° C).

Componenten	Hoeveelheid	K.Mol	Molfr.damp	P	$\alpha^{2)}$
Cumeen	16 kg	0.51	0.07	31	8
Phenol	2 kg	0.02	0.003	4	1
Aceton	353 kg	6.09	0.92	760	190
		<u>6.62</u>	<u>1</u>		

De gegevens uit deze tabel en de boven gevonden waarde voor θ (36.9) worden ingevuld in (1):

$$\left(\frac{L}{D}\right)_{\text{Min.}} + 1 = \frac{8 \times 0.077}{8 - 36.9} + \frac{1 \times 0.003}{1 - 36.9} + \frac{190 \times 0.92}{190 - 36.9}$$

$$\left(\frac{L}{D}\right)_{\text{Min.}} = 0.08$$

De werkelijke reflux verhouding $\frac{L}{D} = 1$ ~~1~~

$$\text{Na invullen in: } \frac{\frac{L}{D} - \left(\frac{L}{D}\right)_{\text{Min.}}}{\frac{L}{D} + 1} = \frac{1 - 0.08}{1 + 1} = 0.46$$

1) P = dampspanning van de zuivere vloeistof bij 58° .

2) Phenol = zware sleutel comp.

Uit de grafiek in Perry, pag. 622 volgt nu:

$$\frac{S - S_M}{S + 1} = 0.29$$

Voor de berekening van S_M is verder nodig de samenstelling van het bodemproduct: (temp. 88°C).

Componenten	Hoeveelheid	K.mol	Molfr.
cumeen	3218	27.0	0.82
phenol	590	6.28	0.18
aceton	0.4	0.005	0.00015
		<u>33.3</u>	

Formule (3):

$$S_M = \frac{\log \frac{0.92}{0.003} \times \frac{0.18}{0.00015}}{\log 190} = 2.44$$

$$\frac{S - S_M}{S + 1} = 0.29 = \frac{S - 2.44}{S + 1}$$

$$S = 4 \quad N = S - 1 = \underline{\underline{3}}$$

Bij een rendement van 50% wordt het werkelijk aantal schotels 6.

Bij een plaatafstand van $12''$ wordt de hoogte van de kolom $(6 + 1) \times 12'' = 84'' = \underline{\underline{2.10 \text{ m.}}}$

Diameter van D_1 .

$$\mu = K \sqrt{\frac{\rho_1 - \rho_2}{\rho_2}}$$

$$\rho_1 = 0.75$$

$$\rho_2 = 0.0026$$

$K = 0.09$ bij een vloeistofslot van $1''$ en een plaatafstand van $12''$.

$$\mu = 0.09 \sqrt{\frac{0.75}{0.0026}} = 1.5 \frac{\text{ft}}{\text{sec}} = 1620 \text{ m/uur.}$$

De hoeveelheid damp die per uur overgaat bij een reflux verhouding 1 : 1 is $2 \times 353 \text{ kg} = 706 \text{ kg}$.

Het volume van deze hoeveelheid aceton als damp van 58° en 1 atm. is:

$$\frac{706 \times 22.4}{58} \times \frac{331}{273} = 327 \text{ m}^3$$

De snelheid μ van de damp is 1620 m/uur.

Voor een capaciteit van $327 \frac{\text{m}^3}{\text{hr}}$ is nodig een doorsnede

$$\text{van } \frac{327}{1620} = 0.2 \text{ m}^2$$

$$\text{Diameter} = \underline{\underline{48 \text{ cm.}}}$$

Berekening kolom E₁.

Zware sleutelcomponent = phenol.

Lichte sleutelcomponent = cumeen.

Temperatuur van de voeding = 88° C.

Voeding.

Componenten	hoev.heid	M.G.	Kmol.	Molfr.	P ₈₈	α ₈₈	part.druk.
cumeen	3218.6 kg	120	26.9	0.79	100	4.1	79 m.m.
phenol	590.0 kg	94	6.3	0.19	23	1	4.4 m.m.
Me-styreen	59.9 kg	118	0.5	0.02	60	2.3	1.2 m.m.
Acetophenon	35.9 kg	120	0.3	0.01	16	0.7	0.16 m.m.
aceton	0.4 kg	58	-	--	-	-	-- --
			34.0	1.			84.8 m.m.

Uit de kolom voor de partiaalspanningen blijkt dat deze vacuumdestillatie plaats vindt bij een druk van 8.5 cm.
Berekening van θ uit (2):

$$\frac{4.4 \times 0.79}{4.4 - \theta} + \frac{1 \times 0.19}{1 - \theta} + \frac{2.3 \times 0.02}{2.3 - \theta} + \frac{0.7 \times 0.01}{0.7 - \theta} = 1 - q = 0$$

$$3.7 \theta^2 - 14 \theta + 10 = 0 \quad \theta_1 = 0.96 \quad \theta_2 = \underline{\underline{2.8}}.$$

θ moet liggen tussen α_{cumeen} en α_{phenol} (resp. 4.1 en 1). θ_1 vervalt dus.

Destillaat. (temp. 88°)

Componenten	hoev.heid	M.G.	Kmol.	Molfr.	P ₈₈₀	α ₈₈₀
cumeen	3217.6 kg	120	26.9	0.98	100	4.4
phenol	4.0 kg	94	0.04	0.001	23	1
Me-styreen	59.9 kg	118	0.5	0.019	60	2.3
			27.4			

Uit formule (2) volgt:

$$\left(\frac{L}{D}\right)_M + 1 = \frac{4.4 \times 0.98}{4.4 - 2.8} + \frac{1 \times 0.001}{1 - 2.8} + \frac{2.3 \times 0.019}{2.3 - 2.8}$$

$$\left(\frac{L}{D}\right)_{\text{Min}} = \underline{\underline{1.7}}$$

Voor de werkelijke refluxverhouding is 5 genomen.

$$\frac{\frac{L}{D} - \left(\frac{L}{D}\right)_{\text{Min.}}}{\frac{L}{D} + 1} = \frac{5 - 1.7}{5 + 1} = 0.55$$

Bodemproduct (temp. 115° C).

Componenten	Hoeveelheid	K.mol.	Molfr.
cumeen	1 kg	0.008	0.0012
phenol	586 kg	6.26	0.95
acetophenon	35.9 kg	0.3	0.05
		<u>6.57</u>	

Uit (3) volgt:

$$S_M = \frac{\log \frac{0.98}{0.01} \times \frac{0.95}{0.0012}}{\log 4.2} = 9.4$$

Uit de grafiek in Perry (pag. 622) volgt:

$$\frac{S - S_M}{S + 1} = 0.24 \quad \text{dus } S = \underline{13}$$

$$N = S - 1 = \underline{12}$$

Bij een „plate efficiency” van 75% wordt het werkelijk aantal schotels $\frac{4}{3} \times 12 = \underline{16}$

Hoogte van de kolom.

Bij een plaatafstand van 30" wordt de hoogte van de kolom $(16 + 1) 30'' = 510'' = \underline{12.75 \text{ m.}}$

Diameter van E_1 .

$$\mu = K \sqrt{\frac{\rho_1 - \rho_2}{\rho_2}}$$

Bij een plaatafstand van 30" en een vloeistofslot van 0.5" wordt voor K in Perry (pag. 598) gegeven 0.195

$$\begin{aligned} \rho_1 &= 0.8 \\ \rho_2 &= 0.0005 \end{aligned} \quad \mu = 0.195 \times \frac{0.8}{0.0005} = 23.8 \frac{\text{ft}}{\text{sec}} = \underline{25488 \frac{\text{m}}{\text{uur}}}$$

De hoeveelheid damp die per uur overgaat is bij de hier aangenomen refluxverhouding van 5: $6 \times 3218 \text{ kg} = 19308 \text{ kg}$. Als damp van 8.5 cm en 88° C heeft deze hoeveelheid een volume van $\frac{19308}{119} \times 22.4 \times \frac{760}{85} \times \frac{361}{273} = 44.004 \text{ m}^3$.

Bij een dampsnelheid van 25.488 m/uur is nodig een doorsnede van

$$\frac{44.004}{25.488} = 1.73 \text{ m}^2 \quad \varnothing = 1.48 \text{ m}$$

(in het schema 90 cm)

Berekening van kolom F_1 .

Zware sleutelcomponent acetophenon.

Lichte sleutelcomponent phenol.

Temp. van de voeding 115° C.

Voeding.

Componenten	hoev.heden	M.G.	K.mol	Molfr.	P ₁₁₅	α	Part.sp.
phenol	586 kg	94	6.26	0.95	80	1.6	76 mm.
acetophenon	35.9 kg	120	0.30	0.05	49	1	2.5 mm.
cumeen	1.0 kg	120	0.008	0.0012			
							78.5 mm.

Deze vacuumcondensatie wordt uitgevoerd bij een temperatuur van 115° C en een druk van 78.5 mm.

Berekening van θ uit (1):

$$\frac{1.6 \times 0.95}{1.6 - \theta} + \frac{1 \times 0.005}{1 - \theta} = 1 - q = 0$$

$$\theta = \underline{\underline{1.02}}$$

Destillaat. (temp. 115° C)

Componenten	hoeveelheden	M.G.	K.Mol.	Molfr.
acetophenon	1 Kg	120	0.008	0.0013
phenol	585 kg	94	6.26	0.998
cumeen	1 kg	120	0.008	0.001
				6.276

Uit formule (2) volgt:

$$\left(\frac{L}{D}\right)_{\text{Min.}} + 1 = \frac{1.6 \times 0.998}{1.6 - 1.02} + \frac{1 \times 0.0012}{1 - 1.02}$$

$$\left(\frac{L}{D}\right)_{\text{Min.}} = 1.65 \quad \text{Voor de werkelijke refluxverhouding is hier } \underline{8} \text{ genomen.}$$

$$\frac{\frac{L}{D} - \left(\frac{L}{D}\right)_{\text{Min.}}}{\frac{L}{D} + 1} = \frac{8 - 1.65}{8 + 1} = 0.72$$

Bodemproduct. (140° C)

Componenten	hoeveelheid	M.G.	K.Mol.	Molfr.	P ₁₁₅	α
acetophenon	34.9 kg	120	0.30	0.95	49	1
phenol	1 kg	94	0.010	0.05	80	1.6
				0.31	1	

S_M volgt uit (3):

$$S_m = \frac{\log \frac{0.998}{0.0013} \times \frac{0.95}{0.05}}{\log 1.6} = 20$$

Uit de meergenoemde grafiek volgt voor $\frac{S - S_m}{S + 1} = 0.14$

$$\frac{S-20}{S+1} = 0.14$$

$$S = 24$$

$$N = S - 1 = \underline{23}$$

Bij een rendement van 75% is nu het werkelijk aantal schotels 31.

Hoogte van kolom E₁.

Bij een plaatsafstand van 24" wordt de hoogte van E₁ :
 $32 \times 24" = 768 \text{ inch} = 19.20 \text{ m.}$

Diameter van F₁.

$$\mu = K \sqrt{\frac{\rho_1 - \rho_2}{\rho_2}}$$

Bij een plaatsafstand van 24" en
 een vloeistofslot van $\frac{1}{2}"$ is
 $K = 0.185$

$$\rho_1 = 1$$

$$\rho_2 = 0.0004$$

$$\mu = 0.185 \sqrt{\frac{1}{0.0004}} = 10 \frac{\text{ft}}{\text{sec}} = 9567 \frac{\text{m}}{\text{uur}}$$

Bij een refluxverhouding van 8 gaat per hr. over
 $9 \times 585 = 5165 \text{ kg.}$ Als damp van 78.5 mm (bij 115°) heeft
 deze hoeveelheid een volume van:

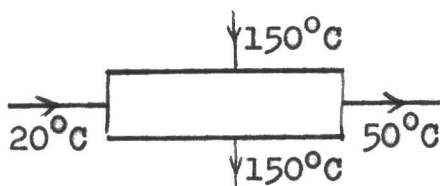
$$\frac{5165}{94} \times \frac{388}{273} \times \frac{76}{7.85} \times 22.4 = 17.600 \text{ m}^3.$$

Bij een snelheid van 9.567 m/uur wordt deze capaciteit bereikt wanneer de doorsnede van de kolom is:

$$\frac{17.600}{9567} = 1.84 \text{ m}^2$$

Dit is het geval bij een diameter van 1.55 (op tekening 70 cm).

Voorverwarmer D'.



Hierin moet 4275.6 kg vloeistof (S.W. 0.4) verwarmd worden van 20° C op 58° C met stoom van 150° C.

Benodigde warmte:

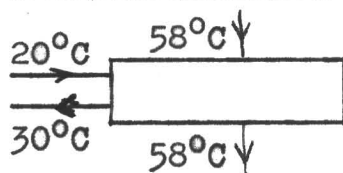
$$Q = 4275.6 \times 0.4 \times 38 \times 4 = 259.957 \text{ B.T.U.}$$

$$A = \frac{Q}{U \times \Delta t} \quad U = 100 \quad \Delta t = \frac{(150-20)-(150-58)}{2.3 \log \frac{130}{92}} \times \frac{9}{5} = 198^\circ \text{F}$$

$$A = 13 \text{ sq.ft.}$$

We nemen ~~voor~~ een 1 pass voorverwarmer met 22 buizen
($\frac{1}{2}$ " / $\frac{5}{8}$ ") van 4.2 ft. lengte en $\varnothing$ 5".

Refluxkoeler D₂.



Per uur wordt gecondenseerd 742 kg
aceton (tot vloeistof van 58° C).
De condensatiewarmte van aceton is
124.5.

$$Q = 742 \times 124.5 \times 4 = 369.516 \text{ B.T.U.}$$

$$U = 100$$

$$\Delta t = \frac{(58 - 10) - (58 - 20)}{2.3 \log \frac{48}{38}} \times \frac{9}{5} = 45^\circ \text{ F.}$$

$$A = \frac{Q}{U \times \Delta t} = 82 \text{ sq.ft.}$$

We nemen een 4 pass condensor van 3.4 ft. = 1.02 m. $\varnothing$ 12".

Koeler D₃.

371 kg aceton wordt hierin verder gekoeld van 58° op
20° C d.m.v. water dat van 10° op 20° C verwarmd wordt.

$$Q = 371 \times 0.54 (58 - 20) \times 4 = 30.451 \text{ B.T.U.}$$

$$U = 100$$

$$\Delta t = 38^\circ \text{ F}$$

$$A = \frac{Q}{U \times \Delta t} = 8 \text{ sq.ft.}$$

We nemen een 4 pass-koeler met 12 buizen van 4.8 ft.

($\frac{1}{2}$ " / $\frac{5}{8}$ "), $\varnothing$ 5".

Reflux koeler E₂.

19.690 kg damp van 88°C wordt gecondenseerd tot vloeistof van 88° C. De condensatiewarmte van cumeen is 80 cal.

$$Q = 80 \times 19.690 \times 4 = 6.300.800 \text{ B.T.U. (koelwater van}$$

$$U = 100$$

$$\Delta t = 126^\circ \text{ F. } A = \frac{Q}{U \times \Delta t} = 500 \text{ sq.ft. (10° op 25° C). (1" / \frac{5}{4}"), \varnothing 28".$$

We nemen 262 buizen van 7.6 ft.

Koeler E₃.

3281 kg cumeen wordt gekoeld van 88° tot 20° C met
water dat verwarmd wordt van 10° op 25° C.

$$Q = 3281 \times 68 \times 0.4 \times 4 = 356.972 \text{ B.T.U.}$$

$$U = 100$$

$$\Delta t = \frac{(88 - 25) - (20 - 10)}{2.3 \log \frac{63}{10}} \times \frac{9}{5} = 51.5^\circ \text{ F.}$$

$$A = 70 \text{ sq.ft.}$$

Afmetingen: 44 buizen van 6.3 ft. ($1\frac{5}{4}$ ") 2 pass.

Reflux koeler F₂.

De refluxverhouding is hier 8. Per uur wordt afgevoerd 586 kg phenol. De condensor moet dus berekend zijn voor $9 \times 586 = 5274 \text{ kg}$ phenoldamp van 115° C . (gecondenseerd tot vloeistof van 115° C met koelwater dat verwarmd wordt van 10° tot 20° C)

$$Q = 9 \times 586 \times 100 \times 4 = 2.069.600 \text{ B.T.U.}$$

$$U = 100$$

$$\Delta t = \frac{(115 - 10) - (115 - 20)}{2.3 \log \frac{105}{95}} \times \frac{9}{5} = 188^\circ \text{ F.}$$

$$A = \frac{Q}{U \times \Delta t} = 109 \text{ sq.ft.}$$

Afmetingen: 76 buizen van 5.7 ft. = 1.71 m. ($1\frac{5}{4}$ ")
 $\varnothing 16" = 40 \text{ cm.}$ 5 pass om de buizen.
 1 pass in de buizen.

Koeler F₃.

586 kg phenol wordt gekoeld van 115° tot 60° C (smeltpunt 40° C). Het koelwater komt van 10° op 25° C .

$$Q = 586 \times 55 \times 0.4 \times 4 = 51.568 \text{ B.T.U.}$$

$$U = 100$$

$$\Delta t = \frac{(115 - 25) - (60 - 1)}{2.3 \log \frac{90}{50}} \times \frac{9}{5} = 124^\circ \text{ F.}$$

$$A = \frac{Q}{U \times \Delta t} = 4.55 \text{ sq.ft.}$$

Afmetingen: 16 buizen van 2 ft. $\varnothing 5" = 12.5 \text{ cm.}$
 $(\frac{1}{2} \frac{5}{8})$ 4 pass.

Reboiler D₁.

Per uur moet de reboiler ¹⁾ leveren:

$$742 \times 124.5 \times 4 = 370.000 \text{ B.T.U.}$$

De verwarming vindt plaats met stoom van 150°C .

De temperatuur in de reboiler is 88°C .

Berekening verwarmend oppervlak:

$$U = 200$$

$$\Delta t = 62^{\circ} \text{C} = 113^{\circ} \text{F.}$$

$$Q = \frac{Q}{U \times \Delta t} = 15.5 \text{ sq.ft.}$$

Afmetingen: 66 buizen van 1.7 ft. = 51 cm.

$$\phi = 8'' = 20 \text{ cm.}$$

De verdampingswarmte van cumeen bedraagt 80 kcal.

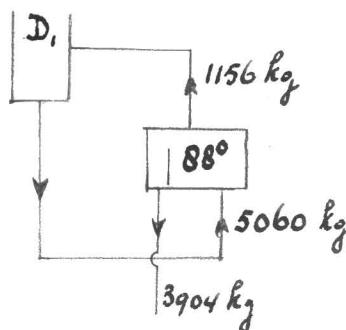
Per uur moet de reboiler leveren 370.000 B.T.U. Deze

warmte komt in de kolom door condensatie van cumeendamp.

Per uur is dit:

$$\frac{370.000}{80} = 1156 \text{ kg.}$$

Uit de materiaalbalans blijkt dat per uur aan bodemproduct wordt afgevoerd: 3904 kg.



Per uur komt dus onder uit de kolom

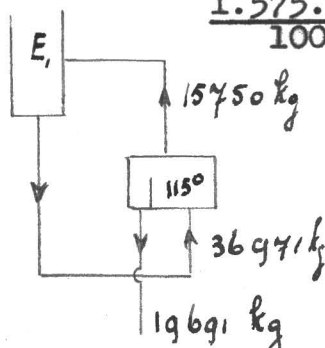
$$3904 + 1156 = 5060 \text{ kg.}$$

Reboiler E₁.

Per uur moet deze reboiler leveren 6.300.000 B.T.U. = 1.575.000 kcal. Verdampingswarmte van cumeen en phenol is resp. 80 en 100 kcal per kg.

Baseren we de berekening op de zwaardere component (phenol) dan moet per uur verdampt worden

$$\frac{1.575.000}{100} = 15.750 \text{ kg.}$$



De verwarming vindt weer plaats met stoom van 150°C . $U = 200$

$$\Delta t = 150 - 115 = 35^{\circ} \text{C} = 63^{\circ} \text{F.}$$

$$A = \frac{Q}{U \times \Delta t} = 500 \text{ sq.ft.}$$

1) Bij deze berekening is de voelbare warmte van het bodemproduct verwaarloosd.

Afmetingen: 608 buizen van 6 ft. lengte ($\frac{1}{2}$ " / $\frac{5}{8}$ "). $\varnothing$ 28".

Per uur gaat als vloeistof van E_1 naar F_1 : 19.691 kg.
(materiaal-balans).

Per uur gaat als damp uit reboiler E_1 terug naar kolom F_1 : 17.280 kg.

Per uur komt uit de kolom $19.691 + 17.280 = 36.971$ kg.

Reboiler F_1 .

Per uur moet deze reboiler leveren : 2.069.000 B.T.U.

De temperatuur in de reboiler is 140° C.

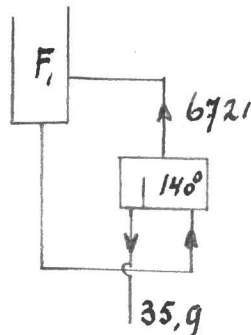
$$\Delta t = 10^\circ \text{ C} = 18^\circ \text{ F.}$$

$$U = 200$$

$$A = \frac{Q}{U \times \Delta t} = 574 \text{ sq.ft.}$$

Afmetingen: 922 buizen van 4.5 ft. lengte. $\varnothing = 28"$ ($\frac{1}{2}"$ / $\frac{5}{8}"$)

De verdampingswarmte van acetophenon is 77 cal.



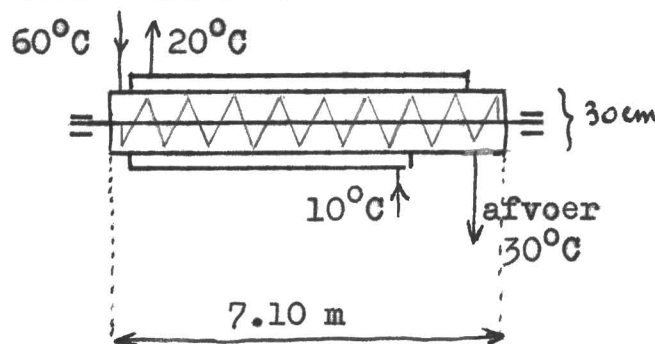
Per uur gaat als damp naar de kolom

$$\text{terug } \frac{517.500}{77} = 6721 \text{ kg.}$$

Per uur wordt afgevoerd als eindproduct: 35.9 kg acetophenon.

Per uur komt dus onder uit kolom F_1 6756.9 kg.

Kristallisator G.



De uurproductie aan phenol bedraagt 586 kg.

Hiervan gaat 111 kg als vloeistof naar de o-chloorphenolfabriek. De kristallisator moet dus berekend zijn op een hoeveelheid van 475 kg.

De vloeibare phenol heeft een temperatuur van 60° C. Het smeltpunt bedraagt 40° C. Condensatiewarmte is 29 cal. S.W. van de vloeibare phenol: 0.5 cal; van phenol in vaste toestand 0.56 cal.

Per uur moet worden afgevoerd:

$$Q = 475 (20 \times 0.5 + 29 + 10 \times 0.56) \times 4 = 83.600 \text{ B.T.U.}$$

Zodra kristallisatie optreedt zal de waarde van U sterk verlaagd worden. Voor de berekening is hier aangenomen een waarde van 25, terwijl de temperatuur van de afgevoerde phenol 30°C bedraagt.

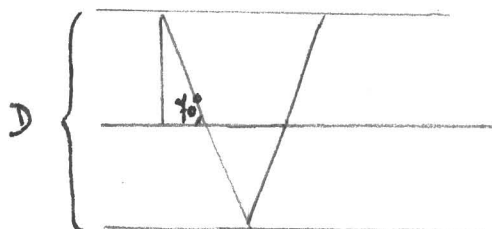
$$\Delta t = \frac{(60 - 20) - (30 - 10)}{2.3 \log \frac{40}{20}} \times \frac{9}{5} = 52^{\circ}\text{F.}$$

$$A = \frac{83600}{25 \times 52} = 65 \text{ sq.ft.}$$

Afmetingen: $\varnothing 12 \text{ inch} = 30 \text{ cm. (= 1 ft.)}$

$$\text{Lengte: } \frac{65}{3.14} = 20.6 \text{ ft.} = 6.20 \text{ m.}$$

De productie per hr. is: 475 kg.¹⁾ (zie boven).



Wanneer de speed van de transportschroef 70° bedraagt kan uit de afmetingen van de transporteur berekend worden hoeveel omwentelingen per minuut nodig zijn voor een productie van 475 kg phenol per uur.

Berekening.

Bij $\frac{L}{2 D / \text{tg } 70} = \frac{620}{60/2.75} = 28$ omwentelingen is de productie gelijk aan het volume van de transporteur = 0.438 m^3 .

Bij een S.G. van 1 is de productie per omwenteling:

$$\frac{438}{28} = 15.4 \text{ kg.}$$

Voor een productie van 475 kg per uur moet n (per minuut) minstens zijn: $\frac{475}{60 \times 15.4} = \frac{1}{2}$

Loogwastoren H_1 .

Uitgewassen moet worden 4.0 kg phenol uit 3282 kg vloeistof (hoofdzakelijk cumeen). Het s.g. hiervan is 0.8, zodat dit onderin de toren geleid wordt, terwijl een verdunde loogoplossing van boven naar beneden stroomt.

De toren is gevuld met Raschig ringen, diameter $\frac{1}{8} D = 4 \text{ cm.}$ Voor de snelheid van beide vloeistofstromen is 1 cm/sec. aangenomen, terwijl de hoeveelheid wasvloeistof 3300 ltr/uur bedraagt, waarin 7 kg NaOH ($\frac{1}{10}$ N oplossing = 4 voudige overmaat t.o.v. de phenol).

¹⁾ De capaciteit (per uur) uitgedrukt in $\left\{ \begin{array}{l} D = \text{diameter} \\ \alpha = \text{spiraal} \\ n = \text{aantal omr/min} \end{array} \right. \frac{30 \times n \times \pi D^3}{\text{tg } \alpha} \times \text{s.g.}$

De doorsnede wordt:

$\frac{3282}{0.8} \times \frac{1}{3600} \times 1 = 3.14 r^2 = 5805 \text{ cm}^2$ en de straal van de doorsnede = 43 cm.

Nemen we een verblijftijd van 3 minuten = 180 seconden, dan wordt de hoogte: 180 cm. = 1.80 meter.

Opmerking: De 0.4 kg aceton wordt bij deze bewerking ook uitgewassen.

Waterwastoren H₂.

Als H₁, doch nu wordt met water de sporen loog uit het cumeen verwijderd.

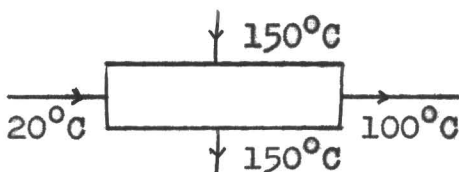
Tank T₇.

Inhoud 3277 kg cumeen + methylstyreen (s.g. 0.8), dat is dus $\frac{3277}{0.8} = \pm 4100$ liter.

Genomen een tank van 8000 liter met afmetingen: lengte: 3450 mm. en doorsnede: 1800 mm.

Door de vloeistof borrelt constant stikstof, om deze te ontluchten: (Reden zie later).

Voorverwarmer K₃.



3278 kg cumeen + methylstyreen wordt van 20° C op 100° C verwarmd met stoom van 150° C. (S.W. 0.5). Benodigd verwarmend oppervlak: $\frac{Q}{U \times \Delta t}$,

waarin:

$$Q = 3278 \times 0.5 \times 80 \times 4 \text{ B.T.U.} = \underline{524.480 \text{ B.T.U.}}$$

$$U = 70$$

$$\Delta t = \frac{(150 - 20) - (150 - 100)}{2.3 \times \log \frac{130}{50}} \times \frac{9}{5} = 151^\circ \text{ F.}$$

Hieruit volgt dat: A = 50 sq.ft. is

Om een Reynolds getal > 4000 te hebben moet genomen worden een 3 pass voorverwarmer met 68 buizen ($\frac{1}{2}'' / \frac{5}{8}''$) van 5 ft. lengte en totale doorsnede van 10".

Reactoren K_1 en K_2 .

De reactoren zijn om beurten in gebruik, daar de hydrogenering $\frac{1}{2}$ uur duurt en voor vullen en ledigen ook $\frac{1}{2}$ uur gerekend wordt. Katalysator bij de hydrogenering is Raneynikkel (0.5% katalysator van de totale hoeveelheid reagerende stoffen), terwijl de reactietemperatuur 100°C is en er waterstof onder 2 atm. druk ingeperst wordt.

De ketel wordt met stoom op temperatuur gehouden. Inhoud ketel = 4000 liter. Doorsnede 1500 mm en totale hoogte 2125 mm.

Het is belangrijk dat er in het cumeen geen lucht meer is, daar dit met het Raneynikkel aanleiding kan geven tot ongewenste effecten. Daarom moet in tank T_7 eerst ontlucht worden.

Warmte-uitwisselaar A_2 .

3279 kg cumeen (S.W. 0.4) wordt gekoeld van 100°C op 20°C . Daar de Raneynikkel zich niet mag afzetten, moet de vloeistof in de leidingen en A_2 een grote snelheid hebben. Dit is de reden dat voor A_2 een enkele buis genomen wordt, terwijl de vloeistofsnelheid 8 ft./sec. moet zijn.

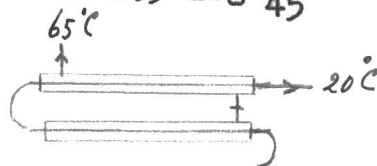
Afgevoerd moet worden:

$$Q = 3279 \times 80 \times 0.4 \times 4 = 420.000 \text{ B.T.U.}$$

Het verwarmend oppervlak: $A = \frac{Q}{U \times \Delta t}$, waarin

$$U = 70$$

$$\Delta t = \frac{(100-20)-(65-20)}{2.3 \log \frac{80}{45}} \times \frac{9}{5} = 110^\circ \text{F.} \quad A = \underline{55 \text{ sq.ft.}}$$



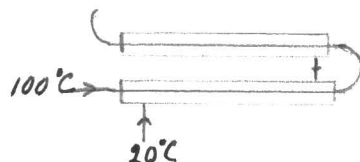
22 buizen, 10 ft. lengte.

De cumeen wordt gekoeld met 4067 kg cumeen, die van T_1 naar A_3 stroomt en daarbij dus bij het doorstromen van A_2 ook 420.000 B.T.U. opneemt, en daarbij verwarmd wordt

$$\text{van } 20^\circ \text{C op } \frac{420000}{4 \times 4067 \times 0.4} = 64.8^\circ \text{C.}$$

Genomen wordt een buis van $\frac{5}{4}$ "/1", welke een verwarmend oppervlak

heeft van 0.25 sq.ft./ft. De lengte wordt dan totaal $\frac{55}{0.25} = 220 \text{ ft}$, verdeeld in 22 buizen van 10 ft. lengte.

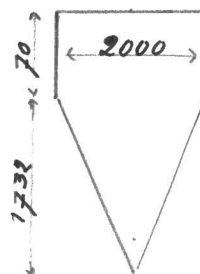


Separatoren b_1 en b_2 .

De separatoren zijn om beurten in gebruik. Als bezink-tijd is $\frac{1}{2}$ uur aangenomen, waarbij 150 kg Raneynikkel bezinkt. Voor vullen en ledigen wordt ook $\frac{1}{2}$ uur gerekend. Inhoud per separator 4100 liter en deze wordt zodanig uitgevoerd, dat er een lange kegelvormige punt aan de onderzijde is. Hierin kan zich het Raneynikkel afzetten, dat na een $\frac{1}{2}$ uur bezinken eerst afgelaten wordt. In de afvoerbuiss is een kijkglas aangebracht, zodat dus gecontroleerd kan worden, wanneer dit gebeurt is en het cumeen dus afgevoerd kan worden naar centrifuge M.

Daar het Raneynikkel niet met lucht in aanraking mag komen, wordt boven de vloeistof een stifstof-atmosfeer gehandhaafd van 1 atm. onderdruk. Een veiligheidsventiel die zodanig is afgesteld, dat deze bij een hogere druk afblaast is hiervoor aangebracht. Dit is nodig voor het vullen van de separator.

Afmetingen: zie schets:



Centrifuge M.

Daar de Raneynikkel volledig uit de cumeen verwijderd moet worden, (dit zou later bij de oxydatie van de cumeen met zuurstof ontploffingen kunnen veroorzaken) is een zeer goedecentrifuge nodig.

Genomen is een centrifuge volgens fabrikaat „BIRD”, welke aan de gestelde eis voldoet.

Ook in de centrifuge wordt een stikstof-overdruk van 1 atm. gehandhaafd. De afgescheiden katalysator wordt met cumeen uit de tank T_8 , naar deze tank gespoeld.

Tank T_8 .

Hierin bevindt zich de katalysator in cumeen. Door middel van een roerder wordt de vaste stof in suspensie gehouden en kan dus resp. naar K_1 , K_2 en M gepompt worden. De hoeveelheid cumeen die met het Raneynikkel in K_1 en K_2 gepompt wordt, is niet opgenomen in de materiaal-balans,

daar(geregeld wordt dat) de hoeveelheid cumeen, die meegaat bij het afvoeren van de katalysator van h_1 resp. h_2 naar T_8 , hieraan gelijk is. Ook in T_8 is een stikstofatmosfeer boven de vloeistof.

Inhoud T_8 = 500 liter.

Afmetingen: lengte = 1310 mm;

Doorsnede = 700 mm.

Tank T_1 .

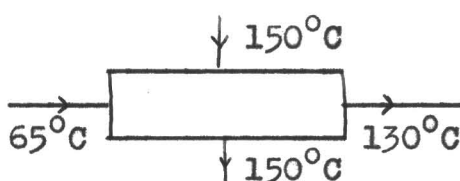
Hierin wordt het cumeen verzameld, dat afgescheiden wordt door M en tevens vers cumeen bijgevuld.

Inhoud: 8000 liter.

Afmetingen: lengte = 3450 mm;

Doorsnede = 1800 mm.

Voorverwarmer A_3 .



4067 kg cumeen (S.W. 0.4) wordt verwarmd van 65°C op 130°C .

Verwarmend oppervlak:

$$A = \frac{Q}{U \times \Delta t}, \text{ waarin:}$$

$$Q = 4067 \times 65 \times 0.4 \times 4 = 417.600 \text{ B.T.U.}$$

$$U = 100$$

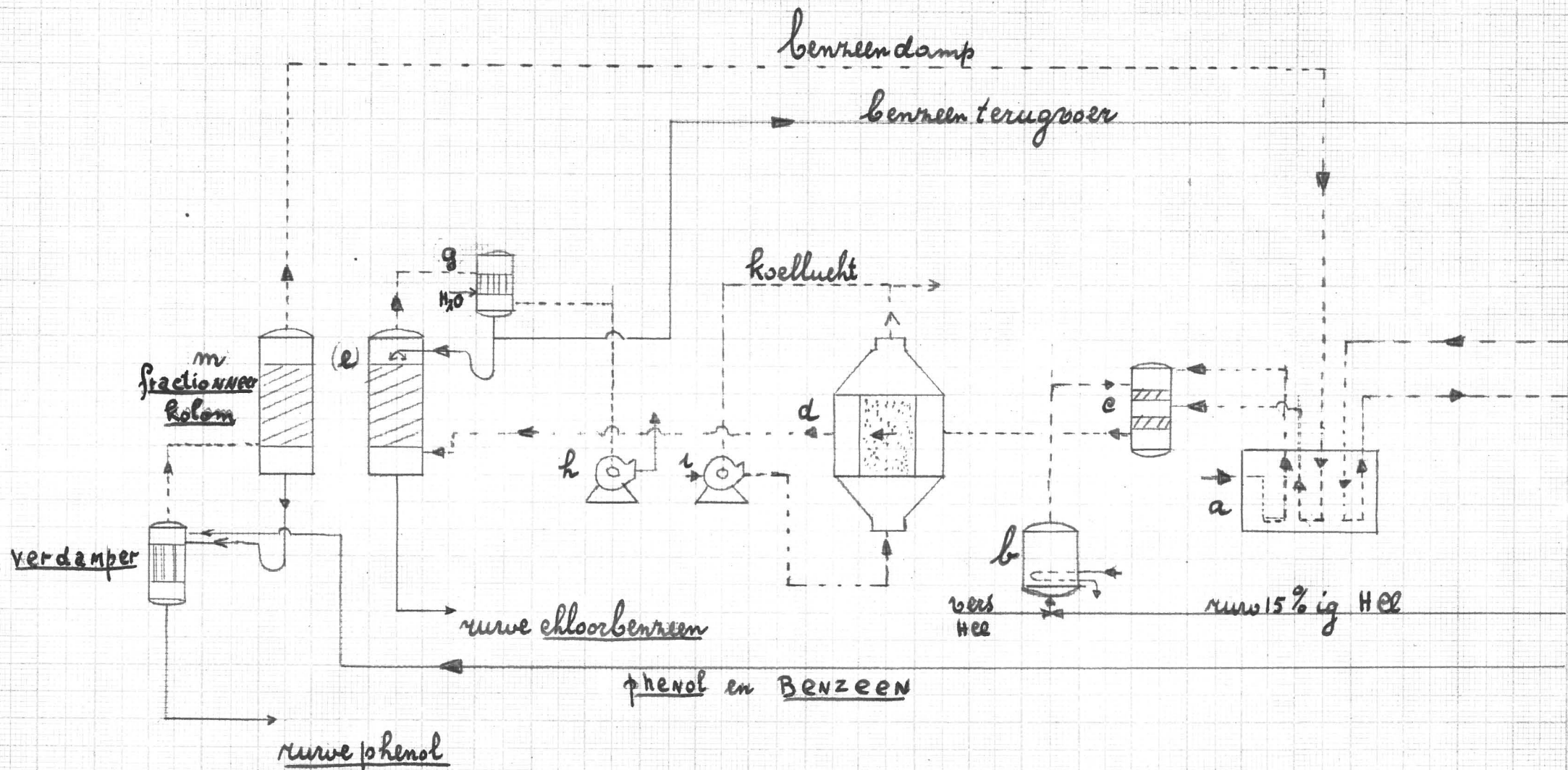
$$\Delta t = \frac{153 - 36}{2.3 \log \frac{153}{36}} \times \frac{9}{5} = 81^{\circ} \text{ F.}$$

$$A = \frac{417.600}{8100} = 52 \text{ sq.ft.}$$

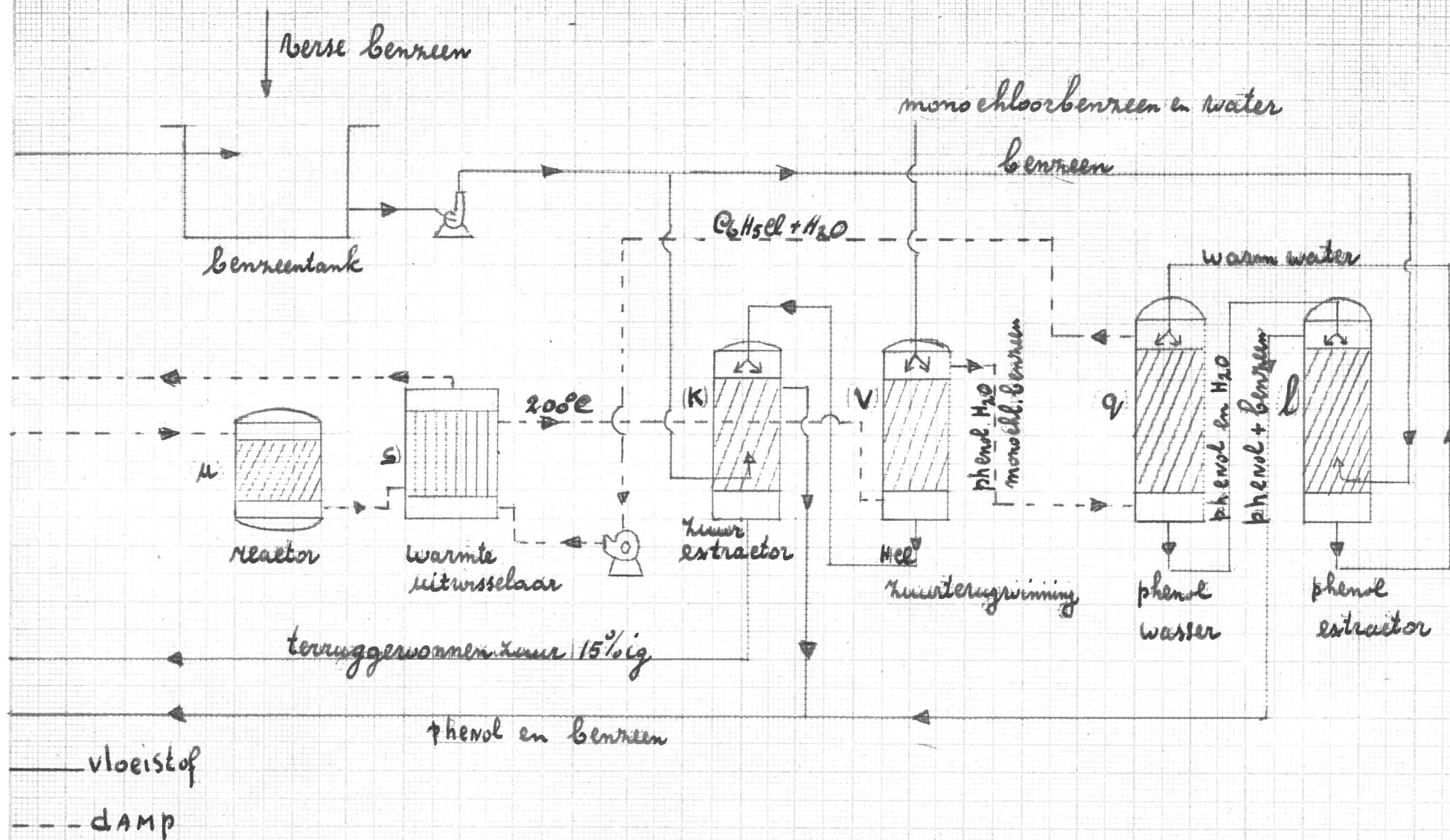
Nodig is een 1 pass voorverwarmer van 13 ft. lengte met 30 buizen $\frac{1}{2}'' / \frac{5}{8}''$. Doorsnede 6".

=====

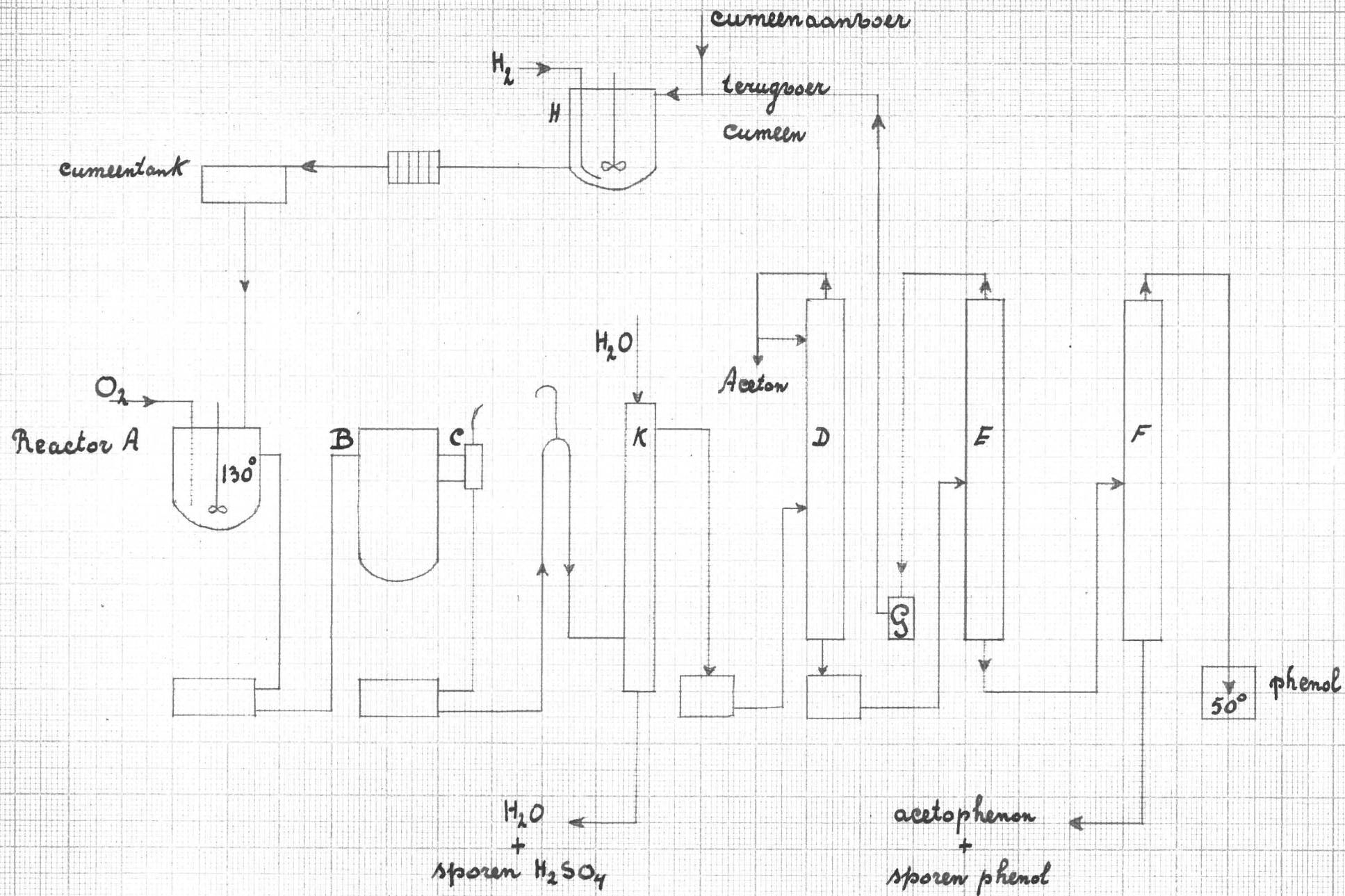
7



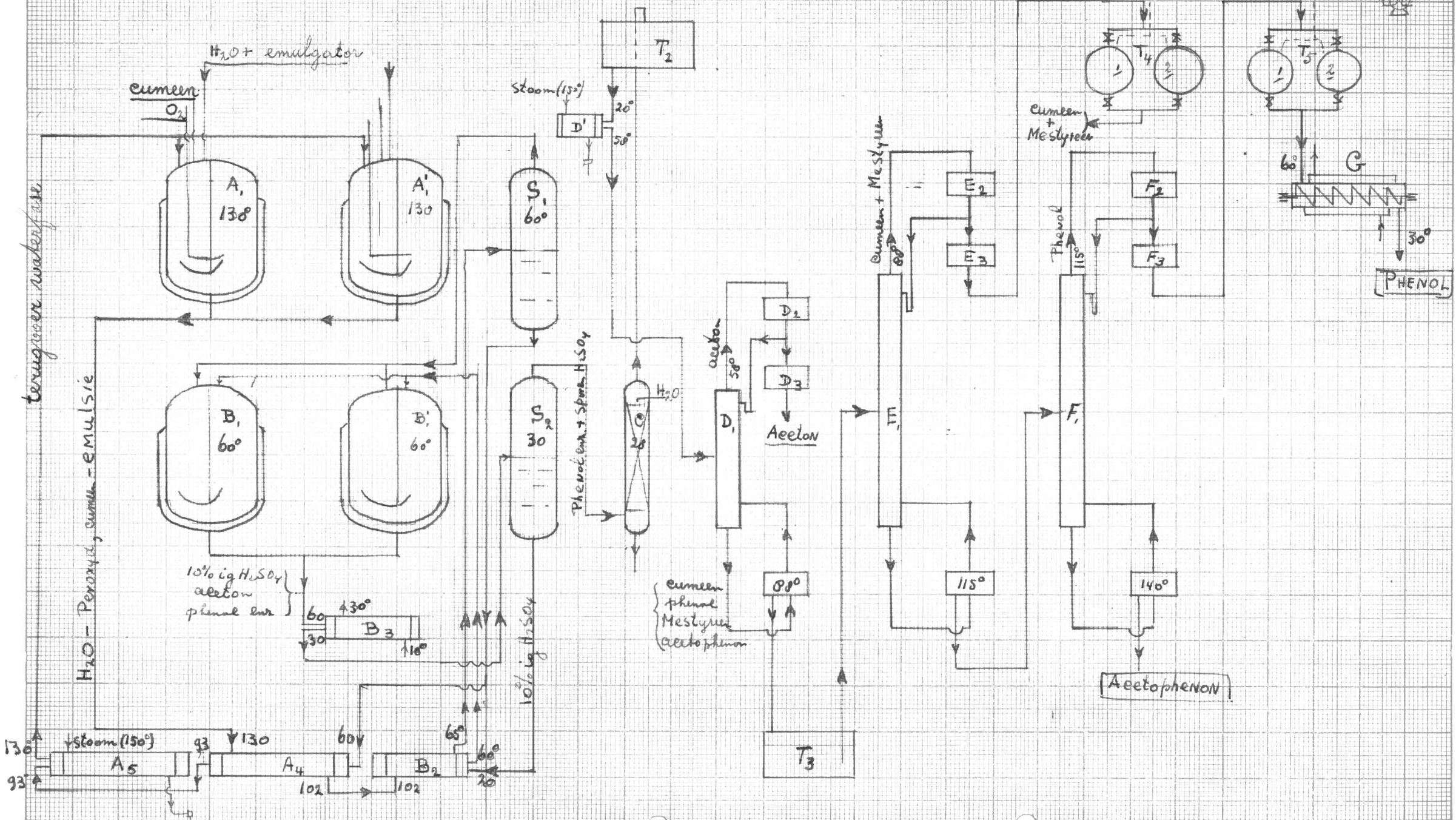
①



Phenol uit Cumeen (2)



3



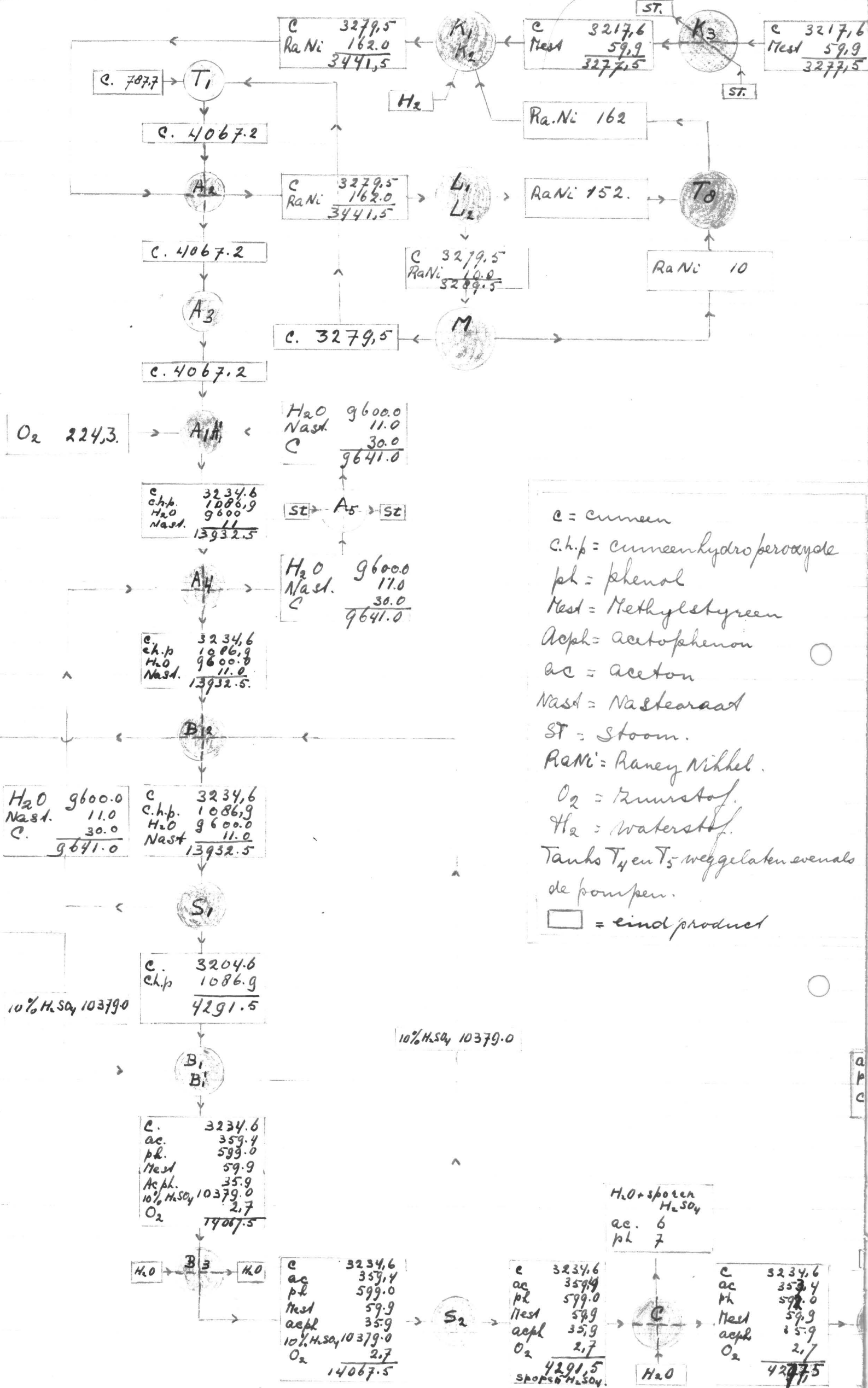
[illegible]

H_1 = loogwastoren.
 H_2 = waterwastoren.
 K_1 en K_2 = Hydrogeneringsreactoren.
 K_3 = voorverwarmer.
 L_1 en L_2 = separatoren.
 M = centrifuge.
 A_2 = warmtewisselaar.
 A_3 = voorverwarmer.
 T_1 ; T_2 ; T_3 = tanks.
 Pompen en afsluiters weggelaten.

C_9H_{12} = cumene
 C_9H_{10} = Methylstyrene
 Ni = Raney nickel.

MATERIAALBALANS

PHENOLFABRIEK



Materiaalbalans van de phenol fabricage uit cumeen.
(Getallen geven de hoeveelheden in kg. aan per uur).

Van:

Naar:

Cumeeentank T₁

M cumeen
versch cumeen

3279,5
787,7
4067,2

A₂ cumeen 4067,2
4067,2

Warmtewisselaar A₂

T₁ cumeen

4067,2

A₃ cumeen 4067,2

Voorverwarmer A₃

A₂ cumeen

4067,2

A₁/A₁' cumeen 4067,2

Reactoren A₁ en A₁'

A₃ cumeen

4067,2

A₄ cumeen 3234,6

zuurstof

224,3

cumeenhydroperoxyde 1086,9

A₅ H₂O

9600,0

H₂O 9600,0

Na.stearaat

11,0

Na.stearaat 11,0

cumeen

30,0

13932,5

13932,5

Warmtewisselaar A₄

A₁/A₁' cumeen

3234,6

B₂ cumeen 3234,6

cumeenhydroperoxyde

1086,9

cumeenhydroperoxyde 1086,9

H₂O

9600,0

H₂O 9600,0

Na.stearaat

11,0

Na.stearaat 11,0

13932,5

13932,5

S₁ H₂O

9600,0

A₅ H₂O

9600,0

Na.stearaat

11,0

Na.stearaat 11,0

cumeen

30,0

cumeen 30,0

9641,0

9641,0

Voorverwarmer A₅

A₄ H₂O

9600,0

A₁/A₁' H₂O

9600,0

Na.stearaat

11,0

Na.stearaat 11,0

cumeen

30,0

cumeen 30,0

9641,0

9641,0

Van:

Naar:

Warmteuitwisselaar B₂

<u>A₄</u>	cumeen	3234,6
	cumeenhydroperoxyde	1086,9
	H ₂ O	9600,0
	Nastearaat	11,0
		<u>13932,5</u>

<u>S₂</u>	10% H ₂ SO ₄	10379,0
----------------------	------------------------------------	---------

Reactoren B₁ en B₁' Separator S₁

<u>B₂</u>	cumeen	3234,6
	cumeenhydroperoxyde	1086,9
	H ₂ O	9600,0
	Nastearaat	11,0
		<u>13932,5</u>

<u>S₁</u>	cumeen	3234,6
	cumeenhydroperoxyde	1086,9
	H ₂ O	9600,0
	Nastearaat	11,0
		<u>13932,5</u>

<u>B₁/B₁'</u>	10% H ₂ SO ₄	10379,0
-------------------------------------	------------------------------------	---------

<u>A₄</u>	H ₂ O	9600,0
	Nastearaat	11,0
	cumeen	30,0
		<u>9641,0</u>

<u>B₁/B₁'</u>	cumeen	3204,6
	cumeenhydrof. ox	1086,9
		<u>4291,5</u>
		13930,5

Reactoren B₁ en B₁'

<u>S₁</u>	cumeen	3204,6
	cumeenhydroperoxyde	1086,9
		<u>4291,5</u>
<u>B₂</u>	10% H ₂ SO ₄	10379,0
		<u>14067,5</u>

<u>B₃</u>	cumeen	3234,6
	aceton	359,4
	phenol	599,0
	Mestheen	59,9
	Acetophenon	35,9
	10% H ₂ SO ₄	10379,0
	O ₂	2,7
		<u>14067,5</u>

Koeler B₃

<u>B₁/B₁'</u>	cumeen	3234,6
	aceton	359,4
	phenol	599,0
	Mestheen	59,9
	Acetophenon	35,9
	10% H ₂ SO ₄	10379,0
	O ₂	2,7
		<u>14067,5</u>

S₂ Als van B₁/B₁' naar B₃.

Separator S₂

B₃ Als van B₃ naar S₂.

<u>B₂</u>	10% H ₂ SO ₄	10379,0
<u>C</u>	cumeen	3234,6
	aceton	359,4

phenol	599,0
Mestylene	59,9
acetophenon	35,9
O ₂	2,7
	4291,5
+ sporen H ₂ SO ₄ .	

Wastoren C.

S₂ Als van S₂ naar C.

<u>Met waswater:</u>	
acetone	6
phenol	7
Sporen H ₂ SO ₄	
	13.

<u>T₂</u> :	cumene	3234,6
	acetone	353,4
	phenol	592,0
	Mestylene	59,9
	acetophenon	35,9
	O ₂	2,7
		4277,5

Enk T₂

C Als van C naar T₂

<u>D'</u>	cumene	3234,6
	acetone	353,4
	phenol	592,0
	Mestylene	59,9
	acetophenon	35,9
		4274,8

<u>Afvoeren.</u>	O ₂	2,7
		4274,5.

Voorverwarmer D'

T₂ Als van T₂ naar D'.

D₁ Als van T₂ naar D'.

Destillatiekolom D₁

<u>D'</u>	cumene	3234,6
	acetone	353,4
	acetophenon	35,9
	phenol	592,0
	Mestylene	59,9
		4274,8

<u>Reboiler D₁</u>	5060 kg dan vloeistof.
<u>D₂</u>	acetone 706
	phenol 4
	cumene 32
	142

Reboiler D₂ 1150 kg damp.

<u>D₂</u>	cumene	353
	phenol	2
	cumene	16
		371

Reboiler D₁

D₁ 5060 vloeistof.

Refluxcooler D₂

D₁ acetone 706
phenol 4
cumene 32
742.

Koeler D₃

D₂ acetone 353
phenol 2
cumene 16
371.

Tank T₃

Reboiler D₁ Als van Reboiler D₁ naar T₃

Destillatiekolom E₁

T₃ cumene 3218,6
phenol 590,0
Mestylene 59,9
Acetophenone 35,9
Acetone 0,4
3904,8.

Reboiler E₁ 17200 kg damp.

E₂ cumene 16000,0
phenol 20,0
Mestylene 299,5
Acetone 2,0
16409,5

D₁ 1150 damp.

T₃ cumene 3218,6
phenol 590,0
Mestylene 59,9
Acetophenone 35,9
Acetone 0,4
3904,8.

D₁ acetone 353
phenol 2
cumene 16
371

D₃ acetone 353
phenol 2
cumene 16
371
742.

Acetonopslag

acetone 353
phenol 2
cumene 16
371.

E₁ Als van Reboiler D₁ naar T₃.

Reboiler E₁ 33030 vloeistof.

E₂ cumene 19305,6
phenol 24,0
Mestylene 359,4
Acetone 2,4
19691,4.

Refluxschakel E₂

<u>E₁</u>	cummeen	19305,6
	phenol	24,0
	Mestyeen	359,4
	aceton	<u>2,4</u>
		19691,4.

<u>E₃</u>	cummeen	3217,6
	phenol	4,0
	Mestyeen	59,9
	Aceton	<u>0,4</u>
		3281,9
<u>E₁</u>	cummeen	16088,0
	phenol	20,0
	Mestyeen	299,5
	Aceton	<u>2,0</u>
		16409,5
		19691,4.

Koeler E₂

<u>E₂</u>	cummeen	3217,6
	phenol	4,0
	Mestyeen	59,9
	Aceton	<u>0,4</u>
		3281,9

<u>T₆</u>	cummeen	3217,6
	phenol	4,0
	Mestyeen	59,9
	Aceton	<u>0,4</u>
		3281,9.

Tanks T₄

Als T₆.

Tank T₆

E₃ Als van E₃ naar T₆

H₁ Als van E₃ naar T₆.

Zie voor vervolg H₁ enz. blad 4/.

Reboiler E₁

<u>E₁</u>	vloerstof
----------------------	-----------

<u>E₁</u>		damp
F ₁	cummen	1
	phenol	586
	acetophenon	35,9
		622,9.

Destillatiekolom F₁

<u>Reboiler E₁</u>	cummeen	1
	phenol	586
	acetoph.	<u>35,9</u>
		622,9

<u>Reboiler F₁</u>	6756, 9 vloerstof
<u>F₂</u>	phenol 5265
	acetophenon 9
	cummeen <u>9</u>
	5283.

Reboiler F₁ 6721 damp.

<u>F₂</u>	phenol	4600
	acetophenon	0
	cummeen	<u>0</u>
		4696.

Reboiler F_1

F_1

6756,9 vloeistof

F_1

6721 damp

Acetophenon opslag

acetoph.	34,9
phenol	1,0
	<u>35,9</u>

Refluxkoeler F_2

F_1

phenol 5265
acetophenon 9
cumeen 9
5283

F_1

phenol 4600
acetophenon 0
cumeen 0
4600

F_3

phenol 5075
acetophenon 1
cumeen 1
5077 5077
5-203

Koeler F_3

F_2 Als van F_2 naar F_3

T_5 Als van F_2 naar F_3

Tank T_5

F_3 Als van F_2 naar F_3

G

phenol	474
acetophenon	1
cumeen	<u>1</u>
	476

Naar orthochloorphenol fabriek
Phenol 111

Berekening jaarproductie, rendement en zuiverheid

Per uur wordt geproduceerd 507 kg. Dagproductie: 14.000 kg
Jaarproductie (bij 350 werkdagen): 4930,0 ton phenol

Het cumeenverbruik per uur is 787,7 kg = 6,56 k.mol

De phenol productie " " 507 " = 6,25 "

Rendement: $\frac{6,25}{6,56} \times 100 = \underline{\underline{95,3\%}}$

De hoeveelheid verontreiniging in 507 kg phenol is 2 kg.

Zuiverheid van het eindproduct is $\frac{505}{507} \times 100 = \underline{\underline{99,4\%}}$

Aceton is byproduct. Dagproductie 24×371 kg = 8904 kg

Jaarproductie: 350×8904 kg = 3116,4 ton aceton

Rendement: 97,4% Zuiverheid: 95,1%

Van:

Naar:

Loogwasser H₁

<u>T₆</u>	
cummeen	3217,6
phenol	4,0
elkthylstyreen	59,9
Aceton	0,4

 3281,9
H₂:

cummeen	3217,6
elkthylstyreen	59,9
3277,5 + (sporen loog)	
Door wassen verwijderd:	
phenol	4,0
aceton	0,4
4,4	
3281,9	

Waterwasser H₂

<u>H₁</u>	
cummeen	3217,6
Methylstyreen	59,9
3277,5 + (sporen loog)	

<u>T₇</u>	
cummeen	3217,6
Methylstyreen	59,9
3277,5	

Tank T₇

<u>H₂</u>	
cummeen	3217,6
Methylstyreen	59,9
3277,5	

<u>H₃</u>	
cummeen	3217,6
Methylstyreen	59,9
3277,5	

Reactor K₁

<u>K₃</u>	
cummeen	3217,6
Methylstyreen	59,9
3277,5	

<u>K₂</u>	
cummeen	3279,5
Raney Nickel	162,0
3441,5	

<u>T₈</u>	
Raney Nickel	162,0
Waterstof	2,0
3441,5	

 3441,5
Reactor K₂ als K₁Voorverwarmer K₃

<u>T₇</u>	
cummeen	3217,6
Methylstyreen	59,9
3277,5	

<u>K₁/K₂</u>	
cummeen	3217,6
Methylstyreen	59,9
3277,5	

Van:

Warmteuitwisselaar A₂.

K_1/K_2
 — curren 3279,5
 Raney Nikkel 162,0
 3441,5

Beairstank h₁.

A₂
 — curren 3279,5
 Raney Nikkel 162,0

3441,5

Beairstank h₂ als h₁.

Centrifuge M.

L_1/L_2
 — curren 3279,5
 Raney Nikkel 10,0
 3289,5

Raney Nikkeltank T₂.

L_1/L_2
 — Raney Nikkel 152,0
 M
 — Geleem 10,0
 162,0

Primeertank T₁.

M:
 — curren 3279,5
 Vers curren 787,5
 4067,2

Warmte uitwisselaar A₂.

T₁
 — curren 4067,2

Voerwarmer A₃.

A₂
 — curren 4067,2

Naar:

L_1/L_2
 — curren 3279,5
 Raney Nikkel 162,0
 3441,5

M

— curren 3279,5
 Raney Nikkel 10,0
 3289,5

T₂

— Raney Nikkel 152,0
 3441,5

T₁:

— curren 3279,5
 T₂:
 — Raney Nikkel 10,0
 3289,5

K_1/K_2

— Raney Nikkel 162,0
 162,0.

A₂:

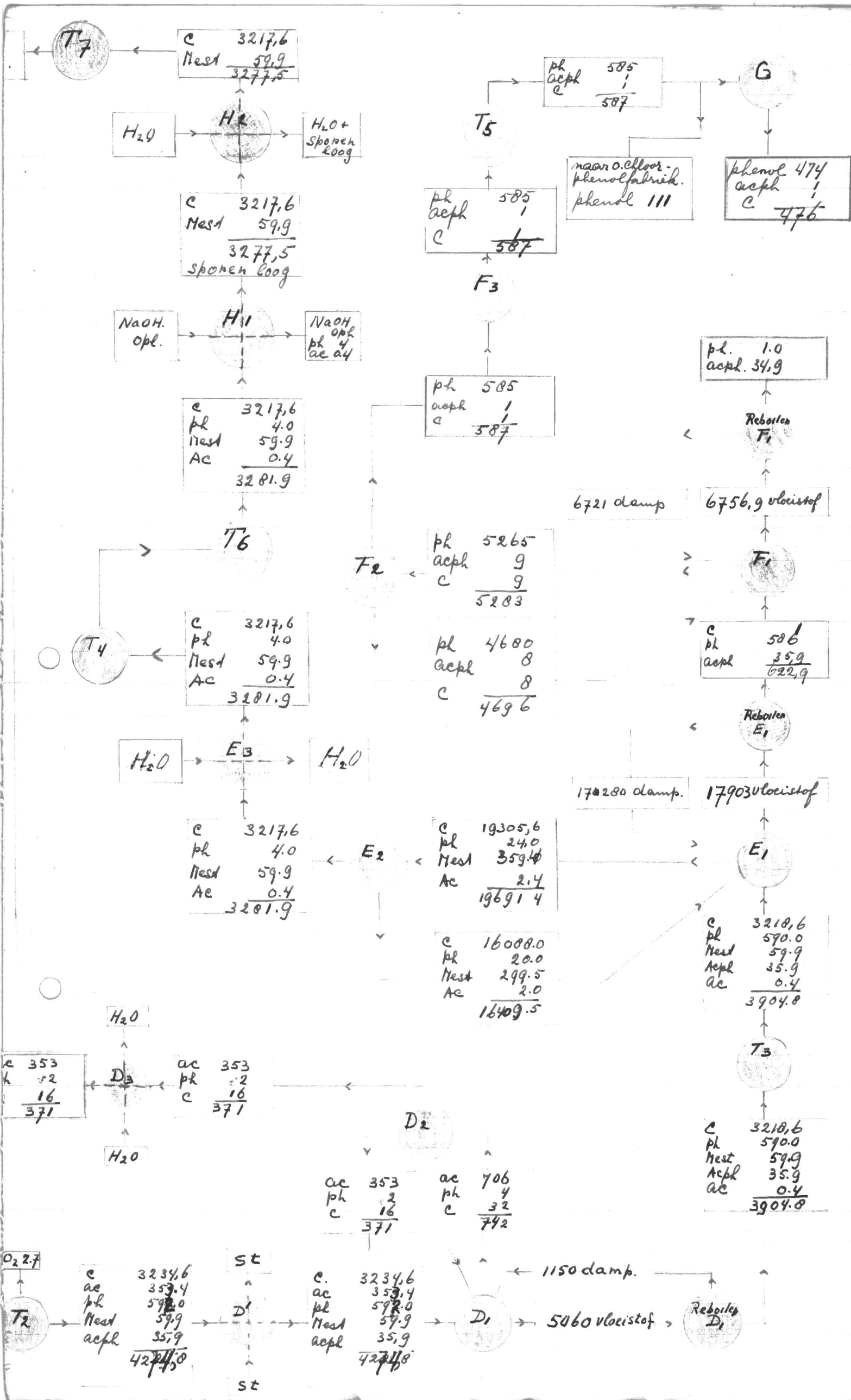
— curren 4067,2
 4067,2

A₃:

— curren 4067,2

A₁/A₁'

— curren 4067,2.



ORTHO-CHLOORPHENOL UIT PHENOL.

INHOUD.

- I) Literatuur.
- II) Inleiding.
- III) Vergelijking van de in II) genoemde methoden.
- IV) Beschrijving van de o-chloorphenolfabriek.
- V) Beschrijving van de apparatuur.

I Literatuur.

- Vondelers*
1. Ullman, Tech.Enz.der Chem.Tech. 8, 340
 2. D.R.P. 76597 (Merck).
 3. D.R.P. 155631 (Lossen).
 4. D.R.P. 141751 (Hazard-Flammand).
Friedländer 6 (1925).
 5. Chemisches Zentrallblatt 1926 (I), 182
(Takagi en Lutani).

II Inleiding.

1. Directe chlorering van phenol leidt tot de vorming van ortho- en parachloorphenol in eerste instantie. Daarnaast kunnen hoger gechloroerde producten ontstaan. Volgens Holleman en Rinkes ontstaat bij de chlorering van phenol het o- en p-isomeer in een verhouding 1 : 1, welke onafhankelijk is van de temperatuur.

Isomeren in NaOH nodig?
phenolbinding

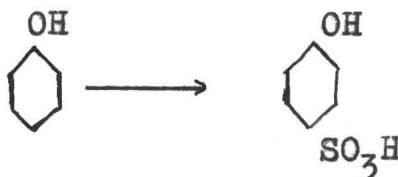
Uit het reactiemengsel wordt na toevoeging van NaOH, door stoomdestillatie o- en p-chloorphenol verkregen. De kookpunten van deze isomeren zijn resp. 176° C en 217° C, zodat scheiding door destillatie mogelijk is.

Het rendement is dus maximaal 50%.

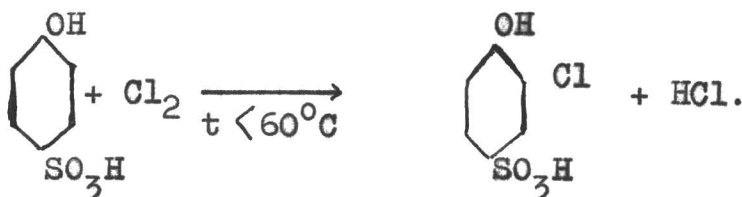
2. Bereiding via para phenol sulfonzuur. (litt.4.)

Bij de vorige methode wordt chloor gesubstitueerd zowel op de ortho als para plaats. Door bescherming van de para plaats met een groep die achteraf gemakkelijk te verwijderen is, kan het rendement van de chlorering aanzienlijk verhoogd worden. Als zodanig is de SO₃H groep bruikbaar.

Door sulfonering van phenol bij 100-110° C ontstaat phenolsulfonzuur



Door chlorering hiervan ontstaat 1 hydroxy 2 chloorbenzeen 4 sulfonzuur:

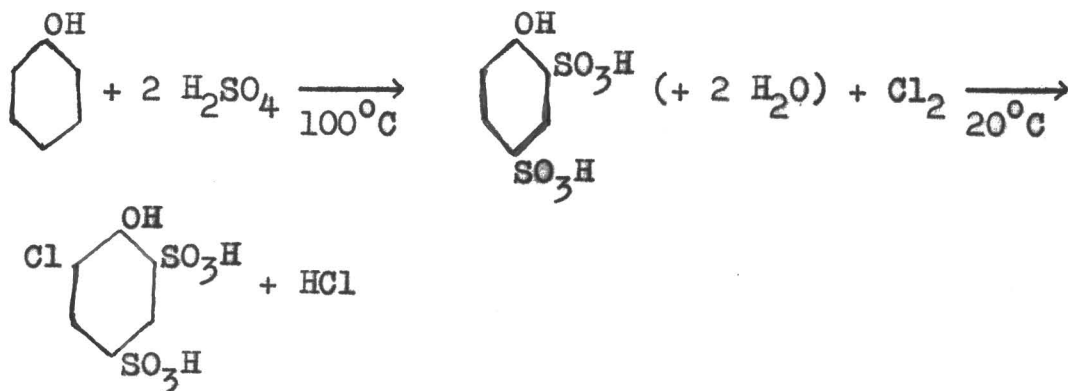


Bij de ^{sulfonering} ~~chlorering~~ ontstaat ook wat orthophenolsulfonzuur, zodat bij chlorering zich toch nog parachloorphenol kan vormen, zij het ook in mindere mate dan bij de directe chlorering.

Door verhitting tot 120° C, wordt de sulfonzuurgroep afgesplitst. Het ortho- en parachloorphenol wordt dan op dezelfde wijze gewonnen en gescheiden als bij de eerste methode.

3. Bereiding via het 2.4 phenoldisulfonzure benzeen. (litt.5.)

Het phenoldisulfonzuur ontstaat door phenol met 98% H₂SO₄ in een verhouding 2 : 7 (gewichtshoeveelheden) gedurende 3 uur op 100° C te verwarmen. Na verdunnen met H₂O en koelen op 20° C, wordt de oplossing verzadigd met chloor, waarbij 6 chloor 2.4 disulfonzuur ontstaat.



Daarna worden de sulfonzuur-groepen afgesplitst zoals bij (2) en het orthochloorphenol gewonnen door stoomdestillatie. Rendement aan orthochloorphenol 81%

III. Vergelijking van bovenstaande methoden.

Bij de chlorering van phenol ontstaat een mengsel van ortho- en parachloorphenol in een verhouding 1 : 1. In het gunstigste geval, wanneer we aannemen dat geen hoger gechloreerde verbindingen ontstaan, hetgeen altijd het geval is, is het rendement dus 50%.

Door bescherming van de para-plaats wordt de vorming van het para-isomeer tegengegaan.

Bij de monosulfonzuur-methode ontstaat een mengsel van o- en p-sulfonzuur en ook disulfonzuur. Door chlorering

van het orthosulfonzuur ontstaat echter ook uiteindelijk het parachloorphenol, zodat het rendement zal liggen tussen 50 en 100%.

Bij de derde methode is de mogelijkheid tot vorming van hoger gechloreerde verbindingen nagenoeg uitgesloten, zodat deze methode theoretisch een rendement van 100% kan geven.

Volgens Takagi en Lutani is het totaal rendement 81%. Uit het bovenstaande blijkt ons, dat de 3^e methode een beter rendement zal geven dan de 2^e.

Vergelijken we de directe chlorering met de bereiding via het disulfonzuur, dan komen we tot de conclusie dat bij de 1^e methode 50% orthochloorphenol ontstaat, bij de 3^e methode daarentegen 81%, maar dit gaat gepaard met het verbruik van een ruim drievoudige gewichtshoeveelheid zwavelzuur.

Nu hangt het dus van de behoefte aan orthochloorphenol en de prijs van zwavelzuur af, welke methode economisch het meest verantwoord is, aannemend dat de investering in fabrieksgebouwen, apparatuur en arbeidskosten voor alle 3 methoden ongeveer gelijk zijn.

Ook speelt het parachloorphenol, dat bij de eerste en tweede methode ontstaat, een rol, daar dit misschien als bijproduct verkocht kan worden.

Ook de mogelijkheid van vlote leverantie van het benodigde zwavelzuur is een punt van overweging. Weliswaar wordt een gedeelte van het zwavelzuur teruggewonnen, maar toch is het verbruik aan deze grondstof groot.

Afgaand op de rendementen hebben wij besloten de 3^e methode toe te passen. Het zoutzuur kan als zodanig verkocht worden.

IV. Beschrijving van de orthochloorphenol-fabriek.

(Zie bijlage (1) en materiaalbalans)

Vanuit de phenolvoorraadtank T₉, waarin de phenol op een temperatuur van 60° C gehouden kan worden, (wordt hierin gevoerd bij deze temperatuur vanuit de phenolfabriek) door middel van stoomverwarming, wordt de phenol in voorverwarmer N₄ op 100° C verwarmd met stoom van 150° C en

In of de derde methode gaat.

daarna in één van de reactoren N_1 , N_2 of N_3 gepompt. Tevens wordt 98% H_2SO_4 dat in voorverwarmer N_5 verwarmd wordt met stoom van $150^\circ C$ tot $100^\circ C$, erbij gevoegd.

- 1) Reactie I. De sulfonering vindt dan plaats, de tijdsduur van deze reactie is 3 uur. Er ontstaat het 2.4 disulfonzuur-hydroxybenzeen met een rendement van 100%.
Sulfonering.
- 2) Reactie II. Na afloop van deze reactie wordt het reactiemengsel verdund met water en tevens gekoeld tot $20^\circ C$. De duur van deze bewerking duurt 1 uur,
Verdunnen en koelen
- 3) Reactie III. waarna de chlorering van het phenoldisulfonzuur plaats heeft tot het 6 chloor 2.4 disulfonzuur-hydroxybenzeen. Het rendement van deze reactie is 90% en de duur 1 uur.
Chlorering.
- 4) Reactie IV. Vervolgens wordt het chloorphenoldisulfonzuur gehydrolyseerd tot orthochloorphenol met een rendement van 90%. Dit gebeurt bij een temperatuur van $120^\circ C$ en duurt $1\frac{1}{2}$ uur.
Hydrolyse.
- 5) Reactie V. Het orthochloorphenol wordt door stoomdestillatie van het totale reactiemengsel gescheiden en via koeler P van $120^\circ C$ (temp.stoomdestillatie) tot $20^\circ C$ gekoeld.
Stoomdestillatie.
- 6) Scheiding. In de separator R wordt vervolgens het orthochloorphenol gescheiden van het water en naar de opslagtank gevoerd. Dit product is nog wat vochtig, maar voor technische doeleinden is dit geen bezwaar, indien dit vochtgehalte bij aflevering opgegeven wordt. Het is natuurlijk mogelijk het orthochloorphenol door destillatie van het water te scheiden, maar dit heeft weinig zin, daar zuiver orthochloorphenol na enige tijd bruin wordt. Waarschijnlijk heeft wat teervorming plaats door condensatie of polymerisatie, misschien onder invloed van de luchtzuurstof.
De duur van de stoomdestillatie is 3 uur.
- 7) HCl bereiding. Bij de chlorering wordt HCl gas gevormd, dat tezamen met nog onomgezet chloor in de HCl absorbeur U tot 36% HCl opgelost wordt. Er zit in deze HCl oplossing nog wat Cl_2 , de rest ontwijkt en wordt afgevoerd.

Werkschema reactoren.

0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 · → uren.

a · b · c · d · e · f · g · h

Reactor I

a · b · c · d · e · f · g · h

Reactor II

a · b · c · d · e · f · g · h

Reactor III

- a = schoonmaken en vullen.
- b = sulfoneren.
- c = koelen en verdunnen.
- d = Chloreren.
- e = verhitten.
- f = hydrolyse.
- g = stoomdestillatie.
- h = vullen en schoonmaken.

De temperatuur waarmee de HCl oplossing U, verlaat is 53.5°C en deze wordt op 20°C gebracht in koeler U_2 . Na afloop van het proces bevindt zich in de reactieketels N_1 , N_2 en N_3 zwavelzuur en wat onomgezet phenoldisulfonzuur en chloorphenoldisulfonzuur.

Men kan nu met dit H_2SO_4 het volgende doen:

- a) zelf opsterken met oleum tot 98%.
- b) de leverancier van het H_2SO_4 dit laten doen (contractueel).

Is er teveel organische stof in de geregenereerde H_2SO_4 opgehoopt, dan moet dit eerst afgefiltreerd worden, alvorens het H_2SO_4 opnieuw te gebruiken.

Het proces is dus discontinu en duurt per vulling per autoclaaf $13\frac{1}{2}$ uur, waarin 1 uur is gerekend voor het schoonmaken en vullen der autoclaven.

De fabricage wordt nu zo ingedeeld, dat de reactoren steeds 3 uur na elkaar gevuld worden met phenol en H_2SO_4 . Hierdoor bereikt men dat een gedeelte der aan- en afvoerleidingen, pompen, voorverwarmers, koelers en separators veel kleiner kunnen worden gemaakt, dan in het geval waarbij de 3 reactoren tegelijk zouden worden gevuld. Bovendien maakt men een efficiënter gebruik van de benodigde arbeidskrachten, wat blijkt uit onderstaand werkschema. Bij tegelijk vullen der 3 reactoren is er tussen de verschillende reacties niets te doen, bij na elkaar vullen is er doorlopend werk, wat bovendien de aandacht meer op het werk geconcentreerd houdt. Natuurlijk wordt het hele proces zoveel mogelijk ge-automatiseerd, maar menselijke contrôle hierop moet aanwezig zijn, voor het geval onvoorziene omstandigheden optreden, b.v. het uitvallen van de elektrische energie, defect raken van pompen enz. enz.

Gewerkt wordt continu, 350 dagen per jaar. Voor revisie, contrôle apparaten enz. wordt de gehele fabriek 14 dagen stilgelegd.

Opbrengst per werkjaar is dus:

$$3 \times 553 \times \frac{350 \times 24}{13\frac{1}{2}} = \underline{1032 \text{ ton}} \text{ orthochloorphenol.}$$

Verbruikt is per werkjaar:

$$3 \times 500 \times \frac{350 \times 24}{13\frac{1}{2}} = \underline{929 \text{ ton phenol.}}$$

Overallrendement 81%.

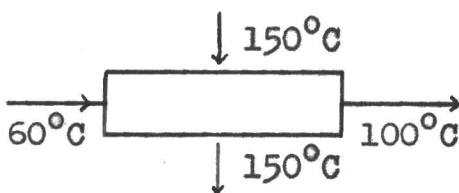
Voor werkschema reactoren zie bijlage (2).

V. Beschrijving van de apparaten van de orthochloorphenol-fabriek.

Phenoltank T₉.

Inhoud 8000 liter. Afmetingen: lengte 3450 mm; doorsnede: 1800 mm. In de tank is een stoomverwarmer aangebracht om de phenol, welke met 60° C aangevoerd wordt, op temperatuur te kunnen houden.

Voorverwarmer N₄.



500 kg phenol (S.W. 0.4) wordt met stoom van 150° C verwarmd van 60° C op 100° C. Dit moet in 5 minuten gebeuren, in verband met de gecalculeerde vul-

en schoonmaaktijd van 1 uur van de reactoren.

Per uur zou dus door de voorverwarmer 6000 ltr. phenol opgewarmd moeten worden.

Hiervoor zijn nodig:

$$6000 \times 0.4 \times 40 \times 4 = 384.000 \text{ B.T.U.}$$

Verwarmend oppervlak: $A = \frac{Q}{U \times \Delta t}$, waarin:

$$Q = 384.000 \text{ B.T.U.} \quad U = 100 \quad \text{en}$$

$$\Delta t = \frac{(150 - 60) - (150 - 100)}{2.3 \log \frac{90}{50}} \times \frac{9}{5} = 126^\circ \text{ F.}$$

$$\text{Hieruit volgt: } A = \frac{384.000}{100 \times 126} = \underline{36 \text{ sq.ft.}}$$

Er mogen, als er buizen van $\frac{1}{2}'' / \frac{5}{8}''$ gebruikt worden, slechts maximaal 41 in de voorverwarmer zitten, wil het $Re > 4000$ zijn.

Genomen wordt een 1 pass voorverwarmer met 37 buizen van 7 ft. lengte. Doorsnede 6''.

Reactor N₁ (N₂ en N₃ als N₁).

In de reactor gebeuren al de reacties, die in dit proces een rol spelen. De maximale hoeveelheid stof die de reactor moet kunnen bevatten is 2719 kg.

De inhoud per reactor wordt genomen 3500 liter met afmetingen: lengte 2050 mm en doorsnede 1500 mm.

De reactor kan door middel van een mantel verwarmd worden met stoom en afgekoeld met water. Tijdens de 1^e reactie moet de temperatuur op 100° C gehouden worden, na de reactie moet gekoeld worden van 100° C tot 20° C.

Afgevoerd moet dus worden: $2719 \times 0.8 \times 80 \times 4$ B.T.U.

Het verwarmend oppervlak van 1 reactor is 96 sq.ft.

U = 100, dus de benodigde tijd om af te koelen is:

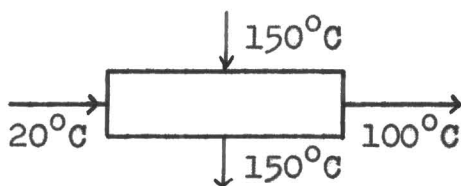
$$\frac{2719 \times 0.8 \times 80 \times 4}{96 \times 100 \times 80 \times 4} \text{ uur} = \underline{54 \text{ minuten.}} \quad \begin{array}{l} \text{Gerekend wordt} \\ \text{met } \underline{1 \text{ uur.}} \end{array}$$

Na de 3^e reactie moet 2882 kg (S.W. 0.8) worden tot 120° C. Tijdsduur hiervoor is $\frac{2882}{2719} \times \frac{5}{4} \times 1 \text{ uur} = \underline{1\frac{1}{2} \text{ uur.}}$

Het materiaal moet bestendig zijn tegen H₂SO₄, Cl₂ en HCl-gas, waarvoor porcelein genomen kan worden.

In de afvoerbuiss voor het stoomdestillaat wordt een spatvanger geplaatst, vlak boven de reactor met afmetingen: lengte 500 mm en doorsnede 250 mm, gevuld met Raschig ringen.

Voorverwarmer N₅.



1750 kg 98% H₂SO₄ (S.W. 0.9) moet hierin verwarmd worden van 20° C tot 100° C in 10 minuten. Per uur dus 10.500 kg. H₂SO₄.

Benodigd verwarmend oppervlak: $A = \frac{Q}{U \times \Delta t}$, waarin:

$$Q = 10.500 \times 0.9 \times 80 \times 4 \text{ B.T.U.}$$

$$U = 100$$

$$\Delta t = \frac{(150 - 20) - (150 - 100) \frac{9}{5}}{2.3 \log \frac{130}{50}} = 153^\circ \text{ F.}$$

$$A = \underline{198 \text{ sq.ft.}}$$

Genomen worden in de voorverwarmer $\frac{1}{2}$ " / $\frac{5}{8}$ " buizen. Voor

een $Re > 4000$ krijgen we dan een 4 pass voorverwarmer met 212 buizen van 6.3 ft. lengte. Doorsnede: 14".

Berekening stoomdestillatie.

Stoomtemperatuur 120°C . De temperatuur van de afgevoerde stoom + orthochloorphenol moet eveneens 120°C zijn, daar anders door **condensatie** het vloeistofvolume in de reactor toeneemt.

Bij 120°C is de partiaaldruk van orthochloorphenol 170 mm. De totale druk is 2 atm. = 1520 mm.

De verhouding van de gewichtshoeveelheden orthochloorphenol-water = $\frac{W_1}{W_2} = \frac{P_1}{M - P_1} \cdot \frac{M_1}{M_2}$, waarin:

$$P_1 = 170 \text{ mm.}$$

$$M = 1520 \text{ mm.}$$

$$M_1 = \text{mol.gew. o-chl-ph.} = 128.$$

$$M_2 = \text{mol.gew. H}_2\text{O} = 18.$$

$$\text{Dus } \frac{W_1}{W_2} = 0.89.$$

Stel afvoersnelheid van de stoom is 7 m/sec. Pijpdiameter 10 cm., dus

$$\text{oppervlak } M r^2 = 3.14 \times 25 = 78.5 \text{ cm}^2 = 0.785 \text{ dm}^2.$$

Per seconde wordt afgevoerd: $70 \times 0.785 = 55$ liter damp.

Per seconde wordt afgevoerd aan orthochloorphenol:

$$\frac{170}{760} \times \frac{55}{224} \times \frac{393}{273} = 0.39 \text{ grmol} = \underline{50 \text{ gram.}}$$

$$\text{Idem aan H}_2\text{O: } \frac{1350}{760} \times \frac{55}{224} \times \frac{393}{273} = 3.1 \text{ grmol} = \underline{55.8 \text{ gram.}}$$

Per uur wordt dus afgevoerd:

$$3600 \times 50 = 180 \text{ kg orthochloorphenol} \quad \text{en}$$

$$3600 \times 55.8 = 201 \text{ kg water.}$$

Totaal moet per vulling worden afgevoerd 553 kg orthochloorphenol, dus duur stoomdestillatie: $\frac{553}{180} = \underline{3 \text{ uur.}}$ De afgevoerde hoeveelheid water is dan 603 kg.

Koeler P.

Per 3 uur wordt afgevoerd 553 kg orthochloorphenol en 603 kg water in dampvorm van 120°C . Dit moet in P gekoeld worden tot 30°C .

$$\text{S.W. orthochloorphenol} = 0.4.$$

$$\text{Condensatiewarmte idem} = 75 \text{ Cal/kg.}$$

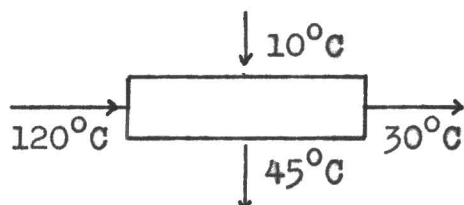
Enthalpie van stoom van 120°C = 1164 B.T.U./kg.

Enthalpie van H_2O van 120°C = 216 B.T.U./kg.

$$948 \text{ B.T.U./kg} = 527 \text{ cal/kg}$$

Er moeten dus afgevoerd worden:

$$\frac{553}{3} \times (75 + 0.4 \times 90) + \frac{603}{3} (527 + 90) = 577.676 \text{ B.T.U./hr.}$$



$$A = \frac{Q}{U \times \Delta t} = \frac{577.676}{150 \times 75} = 18 \text{ sq.ft.}$$

$$U = 150$$

$$\Delta t = \frac{(120 - 45) - (30 - 10) \frac{9}{5}}{2.3 \log \frac{75}{20}} = 75^{\circ} \text{ F.}$$

Nodig is een 4 pass condensor met 16 buizen ($\frac{1}{2}"/\frac{5}{8}"$) van 10.2 ft. lengte en $\varnothing 5"$. Re is dan > 4000 .

Re koelwater > 4000 .

Separator R.

Afmetingen: lengte 1500 mm; doorsnede 520 mm.

De inhoud is dan 1.2 m^3 , wat overeenkomt met de hoeveelheid overgedestilleerde vloeistof van 1 reactor. De invoer van het vloeistoffenmengsel is ter hoogte van de scheidingslijn orthochloorphenol-water.

Zoutzuurgas-absorbeer U_1 .

Zoutzuurproductie is 194 kg HCl/uur per reactor. U_1 werkt slechts 3 uur per $13\frac{1}{2}$ uur. Tevens wordt wat Cl_2 opgenomen, n.l. $310 \times 0.35 \times 10 = 1.1 \text{ kg Cl}_2$.

(In 100 g. H_2O lost 0.35 g. Cl_2 op).

Geproduceerd wordt 36% HCl, dus hiervoor is nodig 310 kg H_2O .

Genomen wordt een absorbeer fabricage „KNI~~CH~~HT", waarbij het Cl_2 gas door een ruimte geleid wordt in tegenstroom met H_2O . In die ruimte bevinden zich koelbuizen, die de ontstane warmte afvoeren.

Nodig zijn 6 rekken van koelbuizen met elk rek 10 buizen. Dit is uit een grafiek te bepalen, welke staat in een beschrijving van deze toestellen.

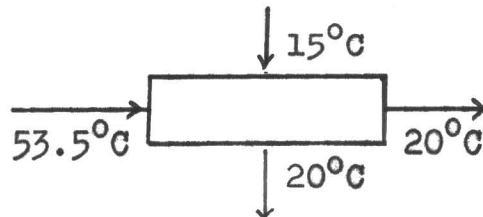
Totale hoogte van het toestel:

$$50'' + 6 \times 3'' = 68'' = \underline{174 \text{ cm.}}$$

Doorsnede: 68 × 68 cm.

De zoutzuuroplossing verlaat U_1 bij een temperatuur van 53.5°C welke ook grafisch te bepalen is.

Zoutzuurkoeler U_2 .



539 kg HCl 36% wordt afgekoeld van 53.5°C op 20°C .

$$A = \frac{Q}{U \times \Delta t}, \text{ waarin :}$$

$$Q = 539 \times 1 \times 35.5 \times 4 = 76.538 \text{ B.T.U.}$$

$$U = 70$$

$$\Delta t = \frac{(53.5 - 20) - (20 - 15)}{2.3 \log \frac{35.5}{5}} \times \frac{9}{5} = 28^\circ \text{ F.}$$

$$A = \underline{39 \text{ sq.ft.}}$$

Nodig is een 4 pass koeler met 16 buizen $\frac{1}{2}''/\frac{5}{8}''$ en lengte 18 ft. Doorsnede koeler 5''.

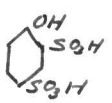
Bij een 2 pass koeler voor het koelwater is $Re = 4200$.

Materiaalbalans van de Oethoelloorphenolfabriek. (per 13 1/2 uur)
(Getallen geven de gewichtshoeveelheden in kg. aan)

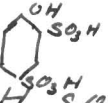
Reactor N₁ / N₂ en N₃ als N₁.

Van: Ontstaat: Naar: Type reactie Temp: Tijdsduur:

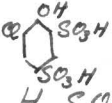
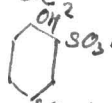
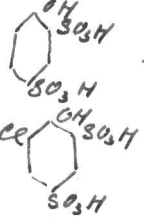
Reactie I.

<u>N₄</u> Phenol	500		1350	Sulfonering	100°C	3 uur
<u>N₅</u> 90% H ₂ SO ₄	1750	H ₂ SO ₄	712			
		H ₂ O	188			
	2250.		2250			

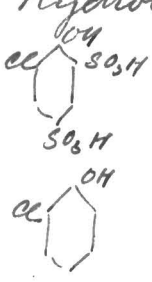
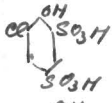
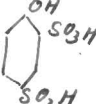
Reactie II.

H ₂ O	469		1350	Verdunnen en afkoelen tot 20°C	1 uur.
		H ₂ SO ₄	712		
		H ₂ O	657		
	2719		2719		

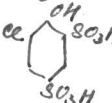
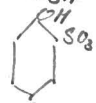
Reactie III.

Cl ₂	375		1377,9	Chlorering van 20°C tot	1 uur
		H ₂ SO ₄	712,0		
		H ₂ O	657,0		
		HCl	174,6		
		Cl ₂	37,5	HCl absorbeur	
			135,0	HCl	174,6
				Cl ₂	37,5
	3094,0		3094,0		Rendement 90%

Reactie IV.

	553,0	Hydrolyse van 120°C 1,5 uur (druk 2 atm.) tot	
H ₂ SO ₄	1552,2		
H ₂ O	504,2		
	137,5		
	135,0	Rendement 90%	
	2802,9		

Reactie V.

<u>Ketelhuis:</u>	<u>Residu:</u>	<u>Koeler P.</u>	
Stoom	603		553,0
		H ₂ O	603,0
			137,5
			135,0
		H ₂ SO ₄	1552,0
			2320,7

HCl absorber, U

Van N_1, N_2, N_3 .

HCl 174,6

Cl_2 37,5

Leiding.

H_2O 310,5

522,6

Naar HCl tank.

36% HCl 485,1

Cl_2 1,1

Afvoer:

1 Cl_2 36,4

522,6

Tg Phenol voorraad tank

Van Phenol fabriek:

Phenol 500

Naar N_4 :

Phenol 500.

N_4 Voorverwarmer.

Van Tg:

Phenol 500

Naar N_1, N_2, N_3 .

Phenol 500

N_5 Voorverwarmer.

Van H_2SO_4 voorraad tank.

98% H_2SO_4 1750

Naar N_1, N_2, N_3 .

98% H_2SO_4 1750

P. Koeler

Van N_1, N_2, N_3 :

Orthochloorphenol 553,0

H_2O 603,0

1156,0

Naar R.

orthochloorphenol 553,0

H_2O 603,0

1156,0.

R Separator.

Van P.

Orthochloorphenol 553,0

H_2O 603,0

1156,0

Naar orthochloorphenol tank 553,0

Afvoer H_2O 603,0

1156,0.

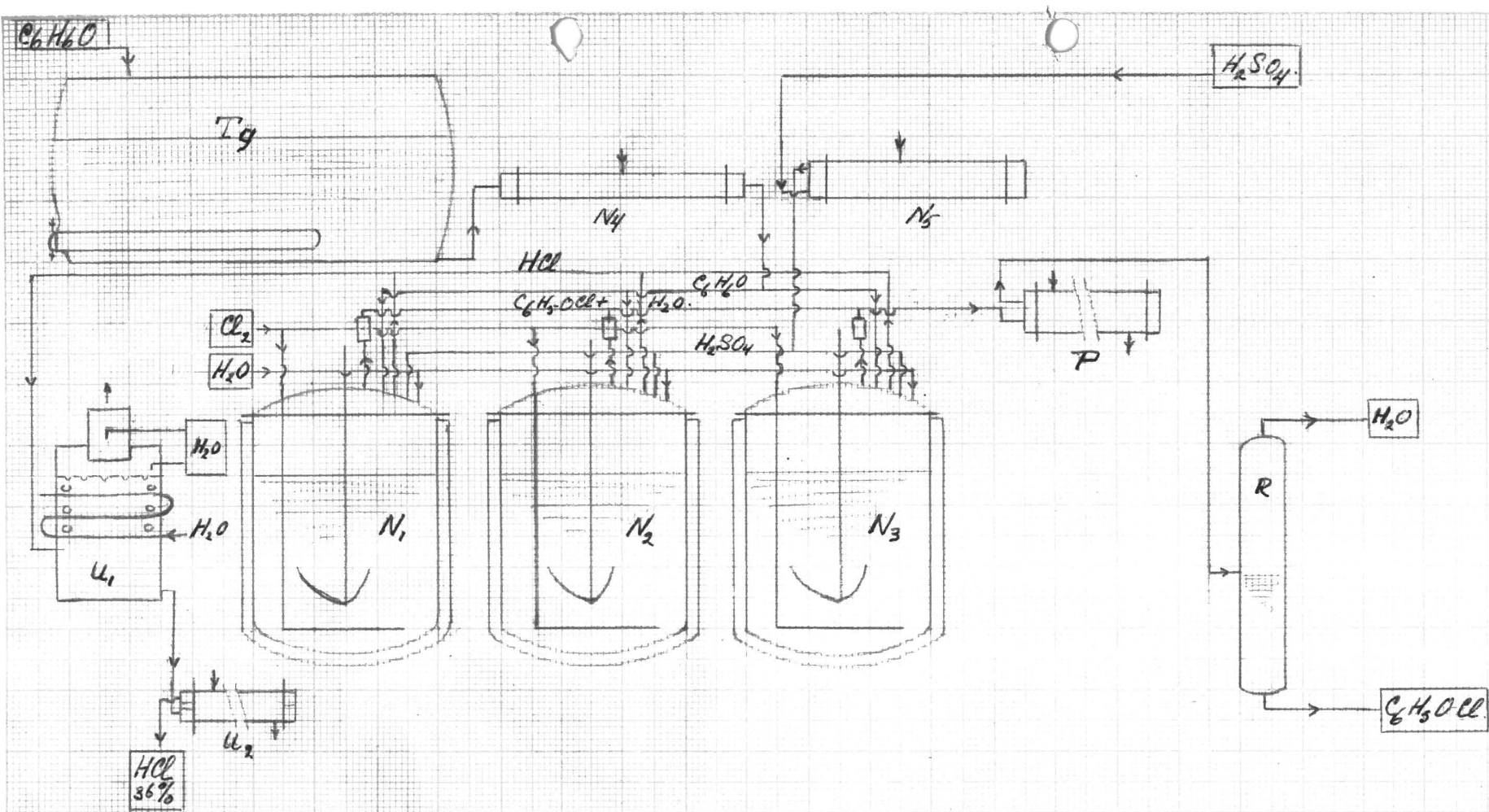
U_2 HCl koeler

Van U_1 .

36% HCl 485,1

Naar HCl tank

36% HCl 485,1.



$N_1; N_2; N_3$ = reactoren.
 $N_4; N_5$ = voorverwarmers
 $P; U_1$ = hoelers
 R = separator
 U_1 = HCl absorber
 T_g = Phenol voorraad tank.
 Pompen en afsluiters weggelaten

C_6H_6O = phenol
 C_6H_5OCl = ortho chloor phenol.