

Laboratorium voor Chemische Technologie

Verslag behorende
bij het processchema
van

B.A.S. van Paaren

onderwerp:

*Productie van O- en p-
dichloorbenzeen.*

adres:

*Singel 16
Delft.*

datum:

juli 1962.



B.A.S. van Baaren

Burgwal 16

Delft.

De productie van o- en p- dichloorbenzeen.

Inhoud:

- I Toepassing van de chloorbenzenen.
- II Overzicht van het bedrijf.
- III Productiemethoden en selectie.
- IV. Uitvoering en beschrijving van het proces
Fysische grootheden.
- V Materiaal- en warmtebalansen.
- VI Literatuur.

I. Toepassing van de chloorbenzenen.

Monochloorbenzeen wordt in grote hoeveelheden gebruikt voor de bereiding van fenol en DDT. Het dient als oplosmiddel voor lakken etc. en als tussenproduct in de kleurstofindustrie (bereiding van p-chloorbenzeensulfonzuur en nitrochloorbenzeen) en in de pharmaceutische industrie. Het wordt ook gebruikt als reinigingsvloeistof voor metaal-oppervlakken.

o-Dichloorbenzeen wordt gebruikt als oplosmiddel en als reinigings- en ontvettingsvloeistof. Onder de naam Dowtherm E wordt speciaal behandeld o-dichloorbenzeen als warmteoverdrachts-medium in het temperatuurgebied 150-250 °C gebruikt. Verdere toepassing als insecticide (tegen termieten) en in de kleurstofchemie.

x p-Dichloorbenzeen wordt in grote hoeveelheden gebruikt als insecticide (o.a. tegen motten) en als deodorant. Ook weer toepassing in de kleurstofchemie.

Om een indruk te geven van de omzet, volgen hier enige productiecijfers voor 1952 in Amerika: (in 1000 tonnen)

monochloorbenzeen	385
o-dichloorbenzeen	25
p-dichloorbenzeen	50.

II. Overzicht van het bedrijf.(1)

Bij de fabricage van monochloorbenzeen, b.v. als tussenproduct voor de fenol-fabricage, wordt altijd een residu verkregen, waarin zich een relatief geringe hoeveelheid hoger gechloroerde benzenen bevindt. Wil het bedrijf nu, na voorafgaand gunstig marktonderzoek, o- en p-dichloorbenzenen gaan produceren, teneinde de diversiteit in zijn productenreeks te vergroten, dan dienen de reactie-omstandigheden bij de chlorering van benzeen anders gekozen te worden. De reactie wordt nu gericht op de productie van dichloorbenzeen. Deze veranderingen moeten leiden tot de bouw van een nieuwe fabriek resp. een aparte afdeling in een bestaand bedrijf voor de productie van dichloorbenzeen.

Daar benzeen als grondstof gebruikt wordt, zal de fabriek bij voorkeur nabij een raffinaderij of steenkolenmijn liggen. Bij weinig arbeidsintensieve bedrijven als deze, zal de beschikbaarheid van de geschoolde arbeidskrachten een minder grote rol spelen bij de keuze van de plaats van de fabriek. In het Botlek-gebied is echter ook het aanbod van geschoolde arbeidskrachten zeer klein, daarom is Zuid-Limburg als plaats van vestiging te prefereren.

x Trichloorbenzeen vindt toepassing als insecticide en als hoogkokend, onbrandbaar oplosmiddel.

*transport
kosten
zijn belangrijk als
tussenproduct*

X

Een productie van ca. 10% van de totale productie in de U.S.A. (1952) zal economisch uitvoerbaar zijn, de fabriek/unit gaat 8000 ton o- en p-dichloorbenzeen (80% para) produceren.

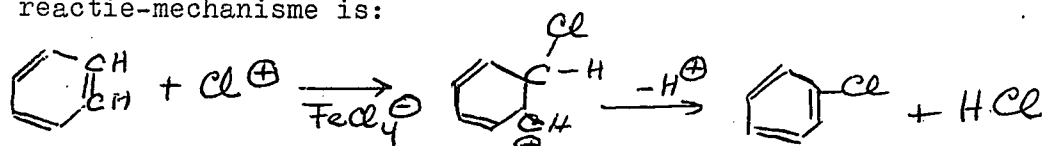
III. Productiemethoden en selectie.

A. Chlorering in de vloeistoffase.

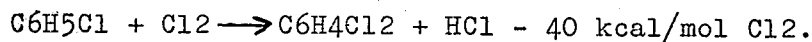
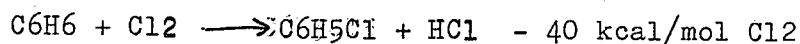
De chlorering van benzeen wordt uitgevoerd met chloorgas in aanwezigheid van een katalysator bij een temperatuur van rondom 50°C. De meest gebruikte katalysatoren zijn watervrij FeCl₃ en Fe, b.v. in de vorm van Raschig-ringen.

De relatieve reactiesnelheden bepalen nu de distributie van de reactieproducten monochloorbenzeen, dichloorbenzenen en trichloorbenzeen. Belangrijke omstandigheden zijn de temperatuur, de chloor/benzeen verhouding (chloreringsgetal), de katalysator-concentratie en de verblijftijd. De resultaten variëren bovendien met een continue of ladingsgewijze uitvoering van het proces.

Het reactie-mechanisme is:



De belangrijkste exotherme reacties zijn dus:



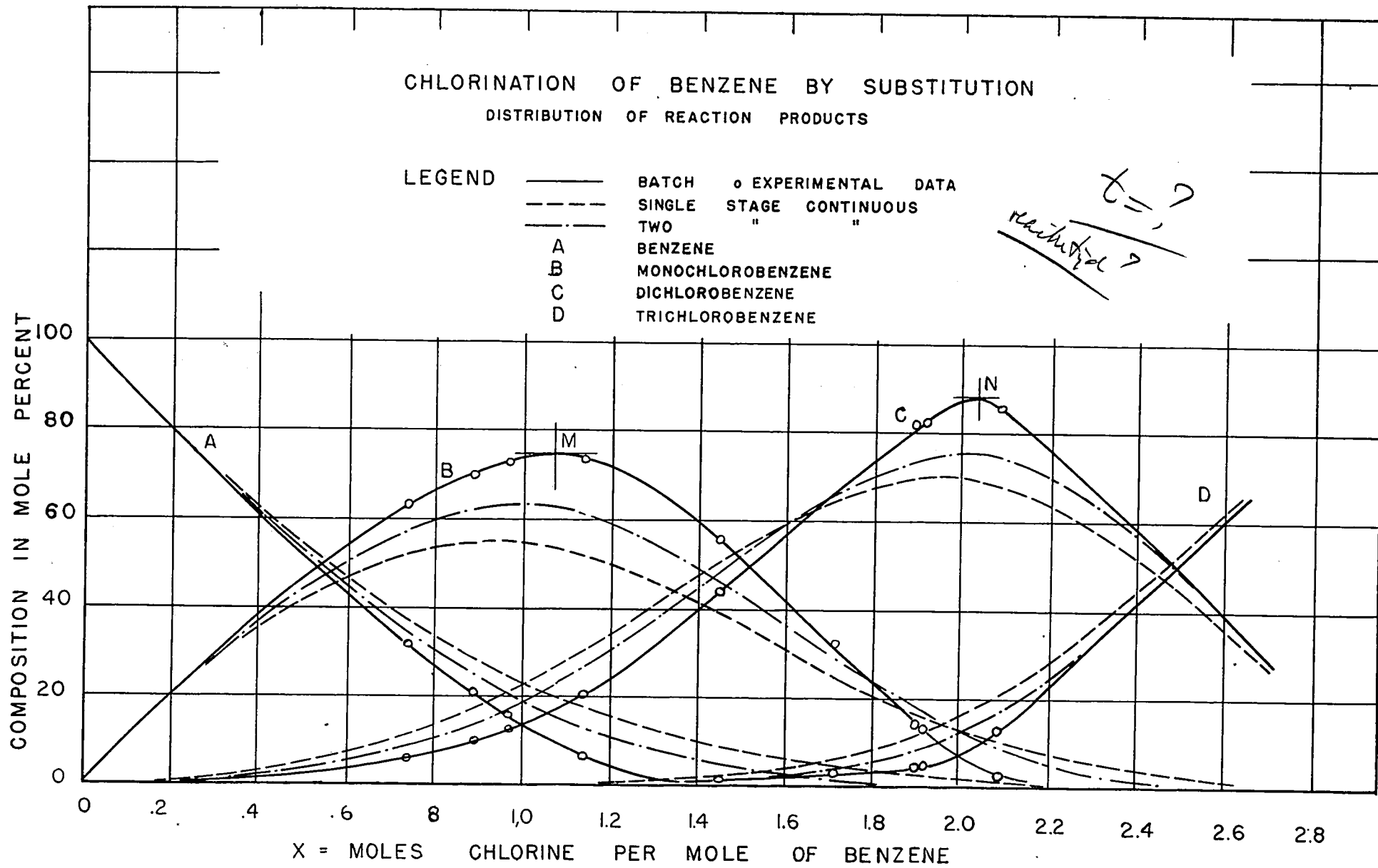
? =
B. Volledigheidshalve wordt hier nog genoemd de chlorering in de gasfase, die bij 400-500 °C wordt uitgevoerd en in tegenstelling tot hierboven aanzienlijke hoeveelheden m-dichloorbenzeen en trichloorbenzeen oplevert.

C. Chlorering met HCl en lucht.

Een op 300°C voorverwarmd mengsel van benzeen, lucht, HCl-gas en waterdamp wordt over CuO/Al₂O₃ geleid. De optredende reacties, o.a.

$\text{C}_6\text{H}_6 + \text{HCl} + \frac{1}{2}\text{O}_2 \longrightarrow \text{C}_6\text{H}_5\text{Cl} + \text{H}_2\text{O}$, leiden tot monochloorbenzeen als hoofdproduct. Het proces wordt dan ook voornamelijk uitgevoerd daar, waar monochloorbenzeen in grote opbrengst gewenst is, b.v. bij de productie van fenol, waarbij dan vrijkomend HCl weer gerecirculeerd kan worden.

Van de bovenstaande uitvoeringen komt alleen A) in aanmerking voor de productie van dichloorbenzenen. Daarbij dient de belangrijke keuze tussen een continue of ladingsgewijze chlorering gemaakt te worden, die hieronder zal worden gemotiveerd.



t = ?
Reaction ?

Alvorens deze keuze te maken, zal de distributie van de reactieproducten als functie van het chloreringsgetal, de relatieve reactiesnelheden en de temperatuur worden bekeken. In de literatuur (2,3,4) vinden we reactie-kinetische beschouwingen en een mathematische analyse van de chloreringsreacties.

Als het verloop van de reacties is: $A \xrightarrow{k_1} B \xrightarrow{k_2} C \xrightarrow{k_3} D$, waarin A = mol fractie benzeen, B = mol fractie monochloorbenzeen, C = mol fractie dichloorbenzeen en D = mol fractie trichloorbenzeen, terwijl x = totaal aantal chloor per mol benzeenbestanddeel, dan is $A + B + C + D = 1$ en $B + 2C + 3D = x$.

Verder is $\frac{dA}{dt} = -k_1 A$ (Cl₂-concentratie valt straks weg bij deling) en $\frac{dB}{dt} = k_1 A - k_2 B$ en $\frac{dC}{dt} = k_2 B - k_3 C$ en $\frac{dD}{dt} = k_3 C$. *stellen 1^o orde reacties in A, B etc.*

keuze voor C_{max}!

Nu blijkt dat $k_1/k_2 = r = (8)$ en $k_2/k_3 = s = (30)$. Bij deling volgt:

$\frac{dB}{dA} = \frac{B - rA}{rA}$ en $\frac{dC}{dD} = \frac{sB - C}{C}$. Voor een continue reactie geldt in de stationnaire toestand nog: $\frac{dB}{dA} = \frac{B}{A}$ en $\frac{dC}{dD} = \frac{C}{D}$.

Na integratie zijn de mol fracties als functies van de k's en x te berekenen voor een batch, een ééntraps en een tweetraps continu proces te berekenen, de resultaten zijn afgebeeld in de kromme (uit 4). X)

Zoals ook a priori te voorspellen is, neemt de hoeveelheid hoger ge-chloreerde producten toe met een stijgend chloreringsgetal. De keuze van het gewenste chloreringsgetal wordt bepaald door de gedachte, dat een maximale opbrengst aan dichloorbenzeen gewenst is, naast zo min mogelijk bijproducten. Bij een chloreringsgetal 2 (dus 2 molen Cl₂ per mol benzeen) is weliswaar de hoeveelheid trichloorbenzeen aanzienlijk (13% van het reactiemengsel bij continue uitvoering) daar staat een maximale hoeveelheid dichloorbenzeen tegenover (ca. 75% Monochloorbenzeen en niet omgezet benzeen (samen dus ca. 12%) kunnen opnieuw ingezet worden.

→ veranderde omstandigheden (B₀ ≠ 0)
De opbrengst aan hogere chloreringsproducten neemt ook toe met stijgende temperatuur. Aan de temperatuur moet derhalve een bovengrens van ca. 75 °C gesteld worden, omdat anders de hoeveelheid trichloorbenzeen te groot wordt. Een temperatuur van ca. 60 °C wordt geschikt geacht.

De distributie van de producten wordt niet beïnvloed door de katalysatorconcentratie of door de snelheid, waarmee chloor wordt toegevoerd. De katalysatorconcentratie is wel van invloed op de verhouding ortho/para-dichloorbenzeen. Dit percentage wordt ook nog bepaald door de snellere omzetting van ortho- in trichloorbenzeen. Bij gebruik van ijzeren Raschig-ringen als katalysator is bij 60 °C reactietemperatuur het gehalte aan para- 80% van de totale hoeveelheid dichloorbenzeen. (6)

X) Analoge behandeling van het probleem wordt gegeven door Kramers (5), de resultaten worden hier gegeven in een illustratief samenstellingsdriehoekdiagram.

Uit de chloreringskrommen blijkt, dat bij een chloreringsgetal 2 het batch-proces gunstiger resultaten geeft dan een continu proces. De apparatuur voor het ladingsgewijze proces is eenvoudiger, de investeringskosten dus laag, de arbeidskosten zijn echter hoger dan bij continue uitvoering. De niet-stationnaire toestand brengt groter brand- en explosiegevaar met zich mee. *melke*

De capaciteit van deze fabriek (8000 ton/jaar) staat een continu proces nog wel toe. Het continue proces is makkelijker te regelen, is warmte-technisch beter uitvoerbaar en geeft een meer constante kwaliteit. De arbeidskosten zijn laag, de investering hoog, een factor die zwaar weegt, door het corrosiegevaar door Cl₂ en vrijkomend HCl.

Het proces zal continu bedreven worden, waarbij niet omgezet benzeen en monochloorbenzeen gerecirculeerd worden. Deze recirculatie van monochloorbenzeen is uit reactie-kinetisch oogpunt niet erg voordelig, daar de reactiesnelheid van benzeen → monochloorbenzeen 8x zo groot is als die van monochloorbenzeen naar dichloorbenzeen. Enerzijds geeft recirculatie een besparing aan benzeen. Belangrijker is anderzijds het feit, dat benzeen en monochloorbenzeen gezamenlijk in één kolom van de overige producten kunnen worden gescheiden en dit mengsel zonder meer gerecirculeerd kan worden. Scheiding van dit mengsel zou bij de geringe hoeveelheden, waarvan hier sprake is, niet economisch zijn. Het als bijproduct verkregen trichloorbenzeen kan ook nog afzet vinden. *g*

Welke type reactor als de profiel schenkt wordt

Bij de bepaling van het type reactor is de verblijftijd een belangrijke factor. Wil men continu werken, dan moet de verblijftijd redelijk, dus niet te lang zijn. In een buisreactor wordt het reactieverloop van een ladingsgewijzerreactor nagebootst, een cascade van b.v. 3 tankreactoren benadert het batch-procedé. Op grond nu van berekeningen in Chem.Eng. (3) en naar aanleiding van het vermelde in US Patent 2.395.777 (1946) wordt als reactor gekozen een torenreactor, waarin het reactiemengsel door pijpen gevuld met ijzeren Raschig-ringen van beneden naar boven stroomt. Deze reactor zou beschouwd kunnen worden als een ruwe benadering van de buisreactor (echter meer "back-mixing", we hebben te doen met een gasvloeistof reactie), de pijpenbundel vertegenwoordigt een aantal parallel geschakelde buisreactoren. Berekeningen of gegevens over de verblijftijd worden niet gegeven en zijn lastig, omdat de dichtheid bij het voortschrijden van de reactie niet constant is.

Op grond van het bovenstaande wordt nu een productie-distributie aangenomen, die ligt tussen die van een batch en een continue tankreactor, zoals de krommen aangeven en wel:
benzeen 2%, monochloorbenzeen 10%, dichloorbenzeen 75%, trichloorbenzeen 13%.

IV. Uitvoering en beschrijving van het proces. (2,1,7)

Korte beschrijving:

Na droging in torens wordt benzeen in de reactietoren gepompt, waarin ook vloeibaar Cl₂ geleid wordt. Door buizen met ijzeren Raschig-ringen stroomt het mengsel naar boven. HCl-gas, een weinig Cl₂ en een geringe hoeveelheid organische dampen gaan boven uit de toren naar de koeler-condensator, waaruit HCl-gas en Cl₂ ontwijken en de organische dampen voor het grootste deel worden gecondenseerd. Het vloeibare deel van het reactiemengsel gaat naar de neutralisatietank, waarin het opgeloste HCl wordt verwijderd. Via scheitank en opslagtank komt het mengsel in de eerste destillatiekolom (gepakte kolom). Over de top gaan benzeen en monochloorbenzeen, die worden gerecirculeerd. Het bodemproduct stroomt door overdruk in de tweede destillatiekolom (schotelkolom), waarin onder vacuum dichloorbenzeen van trichloorbenzeen wordt gescheiden. De onderdruk wordt verzorgd door ejecteurs.

Nadere specificatie:

Grondstoffen:

Benzeen mag geen stoffen met rechte ketens bevatten, daar ze eveneens gechloreerd worden en later in de destillatiekolom weer ontleden en corrosie (door vrijkomend HCl) veroorzaken. Kleine hoeveelheden thiofeen storen niet. Het kooktraject mag max. 1 °C zijn. Chloor wordt vloeibaar aan de reactor toegevoerd, en komt dus rechtstreeks uit de drukvaten.

Droogtorens:

Daar "nat" zoutzuur veel corrosiever is dan droog HCl-gas, moeten de grondstoffen tevoren gedroogd worden. Chloor is vloeibaar en wordt niet gedroogd. Benzeen wordt gedroogd in torens met vast CaCl₂ (of NaOH), er zijn tweeparallel geschakelde torens van constructie-staal, waarvan er telkens één in bedrijf is en de andere geregeneerd wordt. De regeneratietijd is b.v. een $\frac{1}{2}$ uur bij een cyclustijd van 8 uur. De regeneratie geschiedt door verhitting met stoom. Omdat CaCl₂ goedkoop is kan dit ook telkens ververst worden.

Droogmiddel?

hoe droog?

verdukt

- Hoogte torens: 4600 mm
- Diameter : 600 mm
- Lengte bed : 3600 mm
- Inhoud : 1200 kg CaCl₂

t = ?

Watergevoelig vervoer? Mechanisch belast afluicht

Opslagtank:

- Stalen tank
- Lengte : 1300 mm
- Diameter : 700 mm

Voedingspomp benzeen:

Een tandradpomp brengt 821 l benzeen per uur onderin de reactietoren. Diameter: 85 mm

Reactor:

Kans op uitblazen

Onderin de reactor komen benzeen en vloeibaar Cl₂ binnen. Cl₂ verdampt dit kost warmte en bespaart koelwater. Door een distributieplaat met nozzles komt het mengsel in buizen gevuld met ijzeren Raschig-ringen. Bij de chloreringsreacties komt warmte vrij, die, teneinde de temperatuur op de gewenste 60 °C te houden, door koelwater wordt afgevoerd. De reactor kan, indien gewenst, in onafhankelijke secties worden verdeeld, waardoor koeling en constructie makkelijker worden. De wand van de reactor is van constructiestaal, de buizen en onderste en bovenste sectie van de reactor worden uitgevoerd in monel i.v.m. de corrosieve eigenschappen van HCl en Cl₂. Bovenin de reactor is de druk atmosferisch.

- Hoogte reactor: 7350 mm
- Diameter : 750 mm
- Lengte buizen : 6000 mm
- Diameter : 100 mm
- Aantal buizen : 22
- Volume buizen : 1040 l.

verblijftijd

150:1 zegt list.

Welke meet Raschig met ΔP.

Koeler-condensor:

Het gasvormig deel van het reactiemengsel, dat uit de reactor ontwijkt, komt in de koeler-condensor met een temperatuur van 60 °C. In de horizontale condensor stroomt koelwater door monel-pijpen. HCl en Cl₂ en een weinig benzeen worden afgevoerd naar de HCl-absorptie-toren. Vloeibaar benzeen, monochloorbenzeen en dichloorbenzeen worden teruggevoerd naar de reactor bij een uitlaat-temperatuur condensor van 30 °C.

- Lengte condensor : 740 mm
- Diameter : 250 mm
- Aantal pijpen : 24
- Diameter : 25 mm

Neutralisatietank:

Het vloeibare deel van het reactiemengsel stroomt ^{o.i.v.} door de zwaartekracht naar de stalen neutralisatietank, waarin een rest opgelost HCl met een 2%-loogoplossing wordt geneutraliseerd onder roeren. De temperatuur wordt gehandhaafd op 60 °C.

- Volume tank: 500 l.
- Lengte : 1300 mm
- Diameter : 700 mm

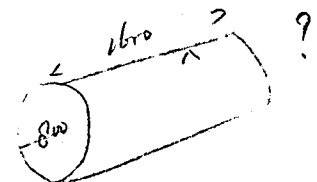
Mixeren met water?

Scheitank:

De lichtere waterlaag wordt van de ^{org. fase} ~~gechlororeerde~~ producten gescheiden in een stalen tank.

- Volume tank : 800 l
- *Lengte : 1600 mm
- *Diameter : 800 mm.

*verblijftijd
ca 3/4 uur*



Opslagtank:

Stalen tank.
 Volume : 500 l.
 Lengte : 1300 mm
 Diameter : 700 mm

Voedingpomp gepakte kolom:

Een centrifugaalpompe brengt een volumestroom van ca. 1000 l/h in de gepakte destillatiekolom. De diameter is 170 mm.

Eerste destillatiekolom:

Neuron?
 De gepakte kolom werkt bij atmosferische druk. Monochloorbenzeen en benzeen verlaten de kolom over de top bij een dauwpuntstemperatuur van 126 °C, het bodemproduct bestaat uit dichloorbenzeen, trichloorbenzeen en een weinig monochloorbenzeen bij een temperatuur van 177 °C. De refluxverhouding is 3. Boven de inlaat van de voeding wordt de kolom gepakt met Raschig-ringen van 12 mm, H.E.T.P. = 250 mm, onder de inlaat is gepakt met Raschig-ringen van 25 mm, H.E.T.P. = 400 mm.

Hoogte kolom : 6620 mm ← ?
 Diameter boven voeding : 400 mm
 Diameter onder voeding : 520 mm
 Vulling boven voeding :
 Vulling onder voeding :

?
 zie p 12

De topdamp komt in de partiële condensor, die op de kolom is geplaatst. Het topproduct verlaat deze condensor met een temperatuur van 118 °C en wordt dan in een 10 m lange gekoelde buis gecondenseerd en gekoeld tot 80 °C en dan, voor recirculatie, naar de droogtorens geleid.

Hoogte verticale condensor: 620 mm
 Diameter : 250 mm
 Aantal pijpen : 20
 Diameter pijp : 25 mm
 Lengte pijp : 500 mm

In de verdampert komt stoom van 200 °C en 15 ata.

Hoogte ketel : 770 mm
 Diameter : 400 mm
 Aantal pijpen : 74
 Diameter pijp : 25 mm
 Lengte pijp : 750 mm

Tweede destillatiekolom:

In deze schotelkolom wordt gedestilleerd onder ^{20 mm.} ~~vacuum~~, omdat koken bij atmosferische druk (bij 180 tot 215 °C bodem) gevaar voor ontleding meebrengt en omdat bij deze druk de relatieve vluchtigheid $O-C_6H_4Cl_2 - C_6H_3Cl_3$ kleiner is dan bij lagere druk (∞ s 2 resp. 3,2). Het topproduct, bestaande uit dichloorbenzeen en een weinig monochloorbenzeen, verlaat de kolom bij een temperatuur van 74 °C en een druk van 20 mm. Het bodemproduct trichloorbenzeen kookt bij 105 °C en een druk van 30 mm. De kolom bevat 9 praktische schotels (5 theoretische schotels, schotelefficiency 60% genomen), de voeding wordt boven de 3e schotel ingevoerd, de voeding arriveert op kooktemperatuur (177 °C) en passeert een smoorklep alvorens in de kolom te komen. De refluxverhouding is 10.

- Hoogte kolom : 6570 mm
- Diameter : 2250 mm
- Schotelafstand boven v.s. : 600 mm
- Schotelafstand beneden v.s.: 450 mm.) *Andere?*

De topdamp komt in een verticale condensor en wordt totaal gecondenseerd, de vloeistof verlaat de condensor bij 70 °C. 10/11 deel van deze vloeistofstroom gaat terug naar de kolom, 1/11 deel gaat naar een koeler en verlaat deze bij 25 °C.

- Hoogte verticale condensor : 2390 mm
- Diameter : 750 mm
- Lengte pijp : 2000 mm
- Aantal : 300
- Diameter pijp : 25 mm.

- Hoogte koeler : 730 mm
- Diameter : 250 mm
- Lengte pijp : 500 mm
- Aantal : 50
- Diameter pijp : 25 mm.

In de verdamper komt stoom van 200 °C en 15 ata.

*ΔT ketel = 200 - 105 = 95°C
"gevaar voor ontleding!"*

- Hoogte ketel : 2120 mm
- Diameter : 250 mm
- Lengte pijp : 1000 mm
- Aantal : 120
- Diameter pijp : 25 mm

Opslagtank topproduct:

Uit de koeler komt het topproduct in de opslagtank, die aangesloten is op de 3 vacuumejecteurs, die in de tank een onderdruk van 15 mm bij 25 °C onderhouden. De dampspanning van dichloorbenzeen bedraagt bij deze temperatuur ca. 2 mm, zodat een te verwaarlozen hoeveelheid dichloorbenzeen wordt meegesleurd en iets meer nog aanwezig monochloorbenzeen, dampspanning ca. 11 mm.

- Volume tank: 500 l.
- Lengte : 1300 mm
- Diameter : 700 mm.

Het topproduct dichloorbenzeen (per uur 800 kg para en 200 kg ortho) en een weinig monochloorbenzeen (11 kg) wordt uit de opslagtank gepompt met ien tandradpompje.

Het bodemproduct trichloorbenzeen (218 kg/h) wordt via een vat, dat ook aangesloten is op de ejecteurs, verpompt.

Scheiding van ortho- en para- dichloorbenzeen.

Deze scheiding is in het schema niet opgenomen. In praktijk zal men natuurlijk de producten ook afzonderlijk in handen willen krijgen. Hieronder volgt het principe van de scheiding.

Het mengsel ortho-para (80%) wordt in een kristallisatievat voorzien van koelspiraal tot 15 °C afgekoeld, waarbij p-dichloorbenzeen uitkristalliseert. De overblijvende vloeistof verwijdert men en deze kan gedestilleerd worden teneinde o-dichloorbenzeen te verkrijgen. p-Dichloorbenzeen wordt uitgewassen met koud methanol en vervolgens opgelost in methanol bij 50 °C. Weer koelen tot 15 °C en methanol verwijderen. p-Dichloorbenzeen wordt nu gesmolten door verhitting met stoom (via spiraal) en bij 100 °C onder vacuum van de laatste resten methanol bevrijd.

Fysische grootheden :		C_6H_6	C_6H_5Cl	$o-C_6H_4Cl_2$	$p-C_6H_4Cl_2$	$C_6H_3Cl_3$	
mol.gew.	(8,9)	78,1	112,6	147	147	181,5	
kookpunt	°C	80	132	180	174	213	
smeltpunt	°C	5,5	-45	-17	+53	17	
vlampunt	°C	-11	28	93	68	110	
s.g.	kg/m ³	L 880	1110	1310	1240	1450	
s.w.	kcal/kg °C	L	0,5	0,3	0,3	0,3	0,2
		G	0,3	0,4	0,4	0,4	0,3
verdampingswarmte	kcal/kg	94	75	64	63	58	
viscositeit	$\times 10^{-3}$ Ns/m ² bij 60°C	0,4	0,54	0,87		1,15	

y-x diagram bekend?

V. Materiaal- en warmte-balansen:

Reactor:

materiaalbalans in kg/h

	input	output
benzeen	671	24
monochloorbenzeen	90	112
dichloorbenzeen		1000
trichloorbenzeen		218
chloor	1228	7
zoutzuur		628
	<hr/> 1969	<hr/> 1989

drogers

De basistemperatuur voor de enthalpie is 25°C , de temperatuur van de binnenkomende grondstoffen is 25°C en de temperatuur in de reactor 60°C .

warmtebalans in kW

input + reactiewarmte = output		
input	input =	0
reactiewarmte ($1228/71 \times 40 \times 1,163$)		802
(nl. exotherme reacties, vrijgekomen warmte 40 kcal/mol Cl_2)		
totaal		<hr/> 802
output:		
stofstromen ($24 \times 0,5 + 112 \times 0,3 + 1000 \times 0,3 + 218 \times 0,2$) x		?
x <u>35</u> x $1,163 + 628 \times 0,2 \times 5 \times 1,163$		17
koeler-condensor ($628 \times 0,2 \times 30 + 11 \times 75 + 8 \times 94 + 29 \times 63,5$)		9
? <u>verwarming input</u> ($\frac{671}{649} \times 0,5 + \frac{90}{112} \times 0,3 + 1228 \times 0,1$) x $1,163$		20
verdamping vloeibaar Cl_2 $1228 \times 62 \times 1,163$		89
(verdampingswarmte van vloeibaar Cl_2 : 62 kcal/kg)		
		<hr/> 134
Af te voeren door koelwater		668
		<hr/> 802
		802

Hoeveelheid koelwater $(668/1,163) \times 10^3 / 10 \times 1 = 57400 \text{ kg/h}$.
(inlaat-temperatuur 20°C , uitlaattemperatuur 30°C).

*Mak balans
a.d.m.v.s.f.*

Koeler-condensor:

NaOH?

materiaalbalans

	input (gas)	output (gas)	output (vloeist)
zoutzuur	624	624	
benzeen	16	8	8
monochloor- benzeen	22	11	11
dichloor- benzeen	29		29
chloor	7	7	
	<hr/> 698	<hr/> 650 (spui)	<hr/> 48 (naar reactor)

warmtebalans

door koelwater af te voeren 9 kW (zie reactor)
hoeveelheid koelwater 1600 kg/h
(temp.inlaat 20 °C, temp.uitlaat 25 °C).

Neutralisatietank:

input
materiaalbalans

organische output reactor 1335
HCl (4)
NaOH (10)
water 490

output NaOH?

1839

Scheitank: output

organische output reactor 1335
water (5)

naar opslagtank 1340

water (489)
NaCl 4
NaOH (6)

afval 499

1839.

in kg! $\left(\frac{KCl_4}{NaOH \cdot 10} \right) = \frac{6}{6}$

Eerste destillatiekolom:

materiaalbalans	input	output	
		top	bodem
benzeen	16	16	
monochloorbenzeen	101	90	(11)
dichloorbenzeen	1000	0	1000
trichloorbenzeen	218		218
water	5	5	
	<hr/>	<hr/>	<hr/>
	1340	111	+ 1229

*hoe kolomhoogte
geronden?*

X 0 (1)

*~ 1%
afgeven?*

warmtebalans

input:

voeding (stofstroom uit reactor - warmteinhoud HCl) 16

output:

topproduct ($16 \times 0,5 + 90 \times 0,3 + 5 \times 1$) $\times (80-25) \times 1,163$ 3

bodemproduct ($11 \times 0,3 + 1000 \times 0,3 + 218 \times 0,2$) $\times 152 \times 1,163$ 62

partiele condensor ($16 \times 94 + 90 \times 75$) $\times 3 \times 1,163$ 29

totale condensor ($16 \times 94 + 90 \times 75 + 16 \times 0,5 \times 46 + 90 \times 0,3 \times 46$) $\times 1,163$ 12

(nl. temperatuurverschil top - uitlaat condensor = $46 \text{ } ^\circ\text{C}$)

input kookketel

90

106 106

Hoeveelheid koelwater partiele condensor $29 \times 10^3 / 1,163 \times 30 = 810 \text{ kg/h}$

Hoeveelheid koelwater totale condensor $12 \times 10^3 / 1,163 \times 30 = 330 \text{ kg/h}$

Warmte-inhoud stoom van $200 \text{ } ^\circ\text{C}$, 15 ata 2790 kJ/kg

Warmteinhoud condenswater van $200 \text{ } ^\circ\text{C}$ 838 kJ/kg

Door stoom afgegeven warmte 1952 kJ/kg

Hoeveelheid stoom $90 / 1952 = 0,046 \text{ kg/s} = 166 \text{ kg/h}$

Tweede destillatiekolom:

materiaalbalans	input	output	
		top	bodem
monochloorbenzeen	11	11	
dichloorbenzeen	1000	1000	0
trichloorbenzeen	218	0	218
	<hr/>	<hr/>	<hr/>
	1229	1011	+ 218

warmtebalans

output:

topproduct $(11 \times 0,3 + 1000 \times 0,3) \times (70-25) \times 1,163$	16
bodemproduct $(218 \times 0,2) \times (105-25) \times 1,163$	4
totale condensor $(11 \times 75 + 1000 \times 63,5) \times 1,163$	823
	<hr/>

input:

voeding (bodemproduct eerste destillatiekolom)	843	62
kookketel		781
	<hr/>	<hr/>
	843	843

Hoeveelheid koelwater totale condensor $823 \times 10^3 / 1,163 \times 30 = 23600 \text{ kg/h}$.

In een koeler wordt het topproduct gekoeld tot 25°C

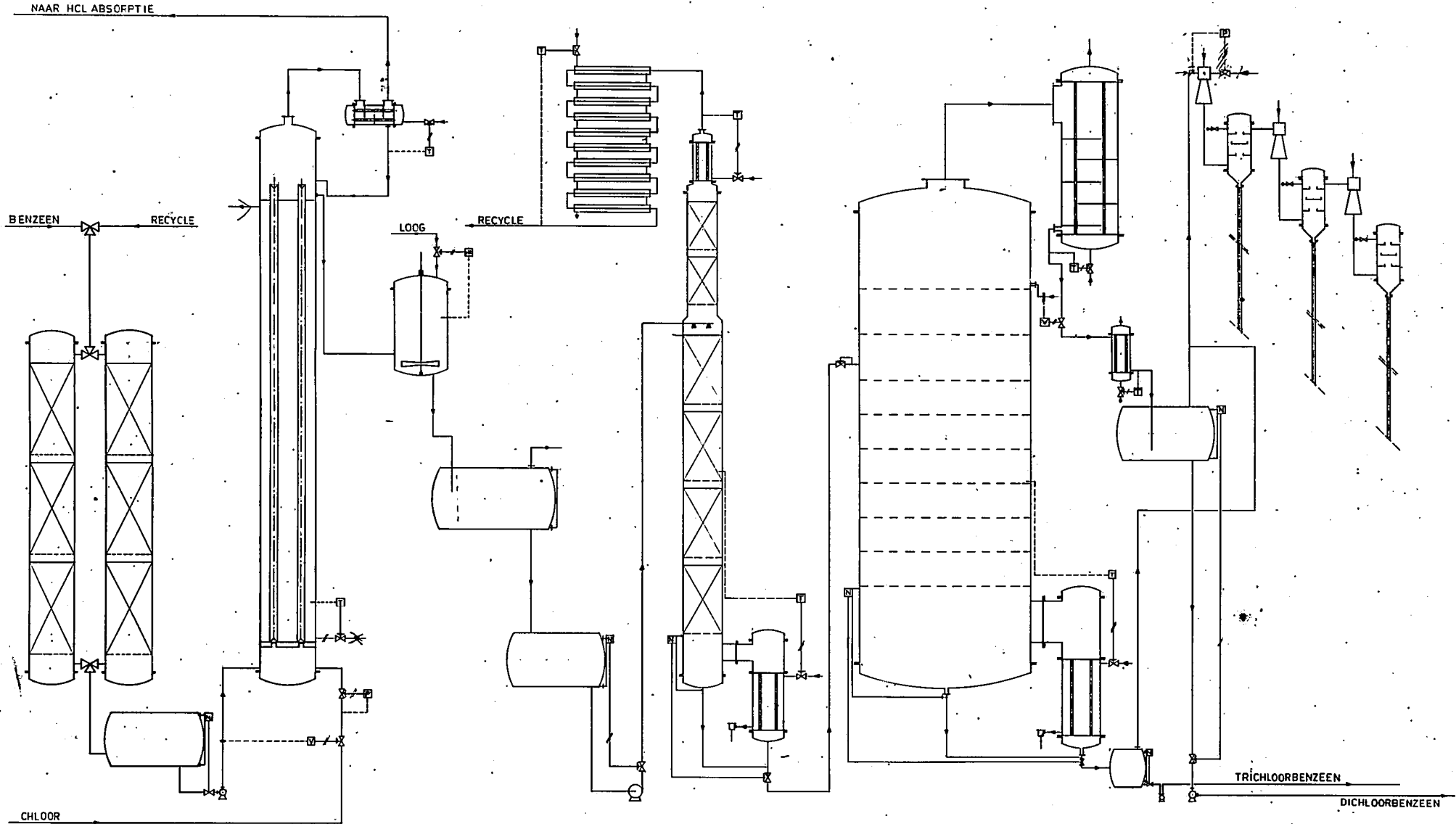
afgestane warmte $(11 \times 0,3 + 1000 \times 0,3) \times (70-25) = 13500 \text{ kcal/h}$

hoeveelheid koelwater $13500 / 10 = 1350 \text{ kg/h}$.

Hoeveelheid stoom $781 / 1952 = 0,4 \text{ kg/s} = 1440 \text{ kg/h}$.
kookketel

Literatuur.

- 1) F.C.Vilbrandt, Chem.Eng.Plant Design, 1949, 222-271 en van 1960 (studie)
- 2) P.H.Groggins, Unit Processes in Organic Synthesis, 5e druk, 1958
blz. 235-238, 284-288
- 3) T.E.Corrigan, Chem.Eng. januari 207 (1956)
+ E.P. Yonné. maart 201 (1956)
- 4) R.B.MacMullin, Chem.Eng.Progress 44, 183 (1948)
- 5) H.Kramers, Fysische aspecten van chemische reactoren, 1959, 37.e.v.
- 6) Wiegandt, Ind.Eng.Chem. 43, 2167 (1951)
- 7) BIOS Final report 1869
- 8) C.Marsden, Solvents, 1954, 95
- 9) Physical Properties of Chemical Compounds I, 1955, 134 e.v.



1980

p- en o-DICHOORBENZEEN
 B.A.S.van BAAREN
 JULI 1962 SCHAAL 1:20
 0 1 2M