

2164

Laboratorium voor Chemische Technologie

Verslag behorende
bij het processchema
van

A.R. Deenik

J.E. Hille

onderwerp:

Niet geroerde reaktor in

Tolueen oxidatie proces

adres:

Molslaan 145,

Delft.

G. v. Oostenst 44,

Delft.

datum:

mei 1966.

2164

LABORATORIUM VOOR CHEMISCHE TECHNOLOGIE .

Niet-geroerde reaktor in Tolueen oxidatie proces.

J.E. Hille,
Geertruyt van Oostenstr. 44,
Delft.

A.R. Deenik,
Molslaan 145,
Delft.

mei 1966

Lijst van gebruikte symbolen.

A = Opp. van het tweefasengrensvlak in de reactor.

B = Beldiameter.

c_{O_2i} = Zuurstofconcentratie aan het grensvlak.

$c_{O_2}^{21}$ = Zuurstofconcentratie in het turbulente deel v.d. vloeistof.

G^{21} = Superficiële gassnelheid.

h = Hoogteparameter v.d. reactor.

H = Hoogte disperse fase in de reactor.

H_e = Henryconstante.

k = Reactie snelheidsconstante.

k_i = Initiatie " "

k_p = Propagatie " "

k_t = Terminatie " "

k_l = Partiele stofoverdrachtscoëf. aan de vloeistofzijde.

M_i = Gasparameter.

M = Moleculairgewicht.

N = Aantal grol lucht ingevoerd/sec.

O_{bel} = Opp. van één bel.

P_1 = Druk boven in de reactor.

P_b = Druk aan de bodem van de reactor.

P_{tot} = Druk in de reactor.

p_{O_2} = O_2 partiaalspanning.

q = Vloeistofparameter.

S = Opp. van doorsnede van de reaktor.

V_{bel} = Volume van één bel.

V_L = Vloeistofvolume in de reactor.

V_{tot} = Totaal vloeistofvolume over alle reactoren.

V_{Mol} = Molair volume bij de gekozen condities.

v_i = Initiatie-snelheid.

v_{ox} = Oxidatie "

v_t = Terminatie "

x_T = totaal aantal grol O_2 omzet in een reactor.

ρ = Soortelijke massa.

ϵ = Gasvolumefractie.

\emptyset = C_6H_5 -ring

ϕ_i = Massastroom van een component (O_2)

- T = Aantal kmol toluene.
Z = " " benzoëzuur.
Tol = Toluene.
B.A. = Benzaldehyde.
B.Z. = Benzoëzuur.
1) = Litteratuurverwijzing.

Lijst van grafieken en figuren.

- A $\epsilon - G$ grafiek.
B $x - h$ grafiek 1^e reactor.
C $x - h$ grafiek 2^e reactor.
D Detail v.d. top van de reactor met regelingen.
E Massabalans.

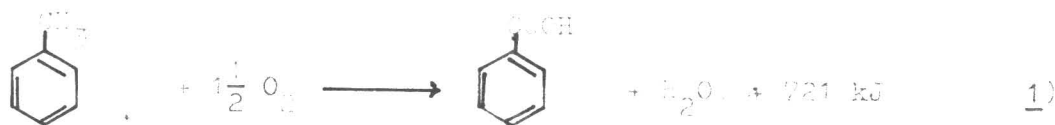
INHOUD.

I Samenvatting.	1
II Inleiding:	2
a. Fysische chemische eigenschappen	2
b. Toepassingen fenol	2
c. Andere technische bereidingsmogelijkheden	3
III Productiehoeveelheid en plaats der fabriekseenheden	4
IV Beschrijving proces	5
V Chemische, technische en fysische aspecten	6
a. Reactie en reaktiemechanisme	6
b. Thermodynamica en kinetica	8
c. Eisen te stellen aan voeding en product	9
d. Explosiegevaar	10
VI Berekening Apparatuur	11
1. Benzoëzuurreaktoren	11
2. Reaktor design	19
3. Hulpparaatuuur	20
4. Regelapparaatuuur	21
VII Conclusie	21
VIII Litteratuurlijst	23
Toelichting massabalans	24
Grafieken en tekeningen	

1. Samenvatting.

6) 7)

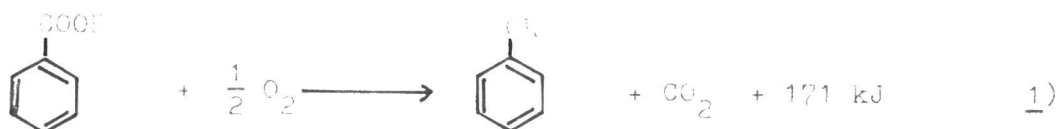
De bereiding van fenol uit toluen geschiedt in twee processen: In het eerste wordt toluen met lucht geoxideerd tot benzoëzuur ($T = 150^{\circ}\text{C}$; $P = 4,7 \text{ bar}$).



De reactie vindt plaats in de vloeistoffase volgens een radicaalmechanisme, gekatalyseerd door Cobaltoctoaat en met benzaldehyde als initiator. De reactoren zijn al dan niet geroerde roerwassers die gekoeld worden doordat de toluen verdampst.

Het gevormde benzoëzuur wordt door destillatie van de toluen en door extractie met warm water van de teerachtige bijproducten gescheiden. De opbrengst aan benzoëzuur is ca. 90 %.

In het tweede proces wordt benzoëzuur met lucht oxidatief redecarboxyleerd tot fenol ($T = 150^{\circ}\text{C}$; $P = 4,7 \text{ bar}$).



De reactie vindt plaats in de vloeistoffase, gekatalyseerd door Cu(II)-benzoesaat, dat complexen vormt. Bovendien wordt als promotor Mg-benzoesaat toegevoegd. Om het gevormde fenol direct uit de reactiezone te verwijderen wordt stoom in de reaktor geblazen. De continu uit de reaktor verdampende fenol, water en benzoëzuur worden in een destillatie kolom gescheiden. In een tweede kolom worden water en fenol gescheiden. Ook in dit geval zijn de reactoren al dan niet geroerde roerwassers. Om te voorkomen dat de teerachtige bijproducten zich in de reaktor ophopen, wordt een vloeistofstroom afgetapt, die na zuivering, door extractie met water, teruggevoerd wordt. De opbrengst aan fenol is ca. 90 %.

Wat de reactoren voor de toluenoxidatie met lucht betreft mag uit de volgende berekeningen worden geconcludeerd dat om enigszins gefundeerde berekeningen op te stellen het noodzakelijk is nog enige fysische grootheden te bepalen. Indien deze grootheden globaal geschat worden blijkt dat de reaktor, binnen zekere grenzen, hoofdzakelijk door chemische limitering bepaald wordt.

II. Inleiding.

a. Fysische en chemische eigenschappen.

	fenol	benzoëzuur	tolueen	
Mol. gew.	94	122	92	
smeltpnt.	41	122	- 95	°C
kookpnt.	182	250	111	"
smeltwarmte	11,6	18,0	6,6	kJ/mol.
verd. warmte	47,3	90	33,5	"
Cp - gas	166	-	166	J/mol °C
- vl.	104	260	221	"
- vast	-	150 (20°C)	135	"
		175 (122°C)		"
dichtheid 20°	949	1322	866	kg/m ³
" 150°	-	1057	746	"

Fenol is boven 65°C met water in alle verhoudingen mengbaar. Het vormt met water een azeotroop bij 99,5°C. Fenol is zeer corrosief en toxisch. Fenol reageert als zwak zuur met loog en kan met zuren esters vormen. Het kan gemakkelijk gehydrogeneerd worden tot cyclohexanol en cyclohexanon (caprolactam bereiding).

b. Toepassingen van fenol.

1. bereiding van synthetische vezels (nylon 6 via caprolactam en nylon 6,6 via adipinezuur en hexamethyleendiamine).
2. bereiding van harsen (epoxy- en fenolformaldehydharzen).
3. bereiding van biociden (pentachloorfenol), groeistoffen en synthetische wasmiddelen.
4. houtconservering
5. desinfectiemiddel (carbolzeep)
6. grondstof voor farmaceutische produkten (salicylzuur), reuk, kleur en smaakstoffen en fotografische chemicaliën.
7. stabilisator en roestwerend middel in smeerolie, vliegtuig- en autobrandstoffen en hulpstof bij de raffinage van aardolie.
8. niet vlekend antioxidant in natuur en synthetische rubber.

e)

c. Andere technische bereidingsmogelijkheden.

e)

1. Als bijproduct van de droge destillatie van steenkool.

a. door alkalische extractie van de koololie (een fractie van de steenkoolteer).

b. uit het water waarmee het cokesovengas gewassen wordt kan fenol door stoomdestillatie of door extractie met benzeen gewonnen worden.

Aanmerken het fenol gehalte gering is zijn de verkregen hoeveelheden gering.

2. Via benzeen-sulfonzuur.

Benzeen wordt met oleum gesulfoneerd, het verkregen sulfonzuur wordt met Na_2SO_3 geneutraliseerd waarna het natriumbenzeensulfonaat in een alkalische smelt wordt omgezet in natriumfenolaat dat na aanzuren fenol geeft. Het nadeel van dit proces is dat de bijproducten Na_2SO_3 en Na_2CO_3 moeilijk verkoopbaar zijn.

3. Het chloor-benzeen proces.

Bij dit door Dow ontwikkelde proces wordt monochloorbenzeen met NaOH of Na_2CO_3 gehydrolyseerd:



De volgreactie:



wordt teruggedrongen door vooraf in voldoende mate difenoloxjde toe te voegen.

Bij het Raschig-proces wordt eerst chloorbenzeen gevormd met een gemodificeerd Deacon proces.

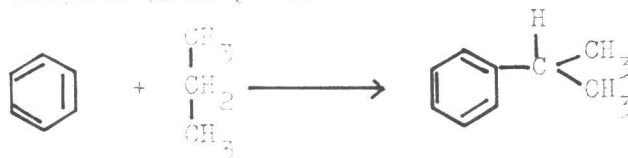


De hydrolyse wordt met water bij 350°C uitgevoerd.

Door de zeer corrosieve omstandigheden zijn de onderhouds- en investeringskosten van dit proces zeer hoog.

4. Het cumeen-proces.

Benzeen wordt met propaan gealkyleerd m.b.v. een zure katalysator.



Het cumeen wordt met soda bij 150°C en met nikkel als katalysator

gehydrolyseerd. Naast vele andere bijproducten ontstaat aceton als tweede produkt. Aangezien aceton vrij goed in de markt ligt is dit proces waarschijnlijk het meest lucratieve.

5. Directe oxidatie van benzeen met lucht (nog niet technisch uitgevoerd).

Bij hoge temperatuur wordt fenol katalytisch, in de gas- of in de vloeistoffase, met lucht reoxideerd. Het bereiken van een hoog rendement is moeilijk omdat fenol gemakkelijker reoxideerd wordt dan benzeen.

III. Produktie-hoeveelheid en plaats der fabriekseenheden.

De fenol uit deze fabriek is in de eerste plaats bedoeld als grondstof voor de bereiding van caprolactam. Thans wordt ca. 25.000 ton caprolactam per jaar reproduceerd. Aangezien de bereiding van caprolactam uit fenol geschied met een rendement van ca. 70 % is een produktie van ca. 30.000 ton fenol per jaar vereist. De fabriek die in Nederland fenol voor de caprolactam bereiding maakt:

N.V. Rijnmond Chemie, een dochteronderneming van de Staatsmijnen, heeft dan ook een produktie van 30.000 ton fenol per jaar.

Aangezien de caprolactam produktie in de komende jaren opgevoerd zal worden zal ook de fenol produktie tot ca. 45.000 ton per jaar opgevoerd worden.

De basisgrondstof voor dit proces is toluen dat door katalytisch kraken en reformen, z.g. platforming, uit aardolie wordt bereid. Daar het transport van fenol minder voorzorgen vereist t.a.v. de veiligheid verdient het aanbeveling de fenolfabriek bij een olie-raffinaderij te plaatsen en het extra vervoer (ca. 55.000 ton toluen tegen ca. 30.000 ton fenol) en de corrosie eisen t.a.v. het transport op de koop toe te nemen.

Omdat de fabriek niet arbeidsintensief is, zal de factor arbeidskrachten niet van doorslaggevend aard zijn.

Niet moeten bij dit proces extra voorzieningen worden getroffen om lucht en water verontreiniging te voorkomen. Aftassen moeten met adsorbentia toluen en fenol-vrij gemaakt worden en bovendien moeten

de teerachtige bijprodukten verbrand worden.

X Dit overwegende is een vestiging in de Botlek gunstig te noemen. Thans is toluen qua prijs een gunstige grondstof en het is te verwachten dat ook in de toekomst toluen voordeliger zal blijven dan benzeen omdat benzeen tegenwoordig voor ca. 43 % bereid wordt door hydrodealkylatie van toluen, voor 1970 wordt zelfs een percentage van 64 % verwacht.

Een prijsvergelijking voor de V.S.A.:

Tolueen: 15-18 ¢ per gallon (in 1965 17 ¢ per gallon)

Benzeen: 25-28 ¢ per gallon.

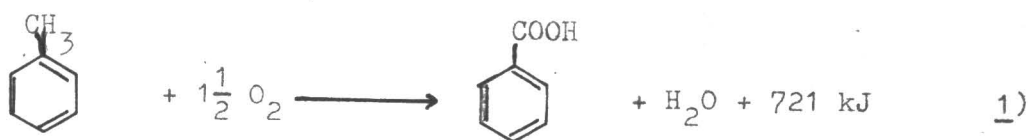
De verwachting is dat de toluen prijs in de toekomst 16-18 ¢ per gallon zal zijn.

2)

IV. Beschrijving Proces.

Tolueen wordt in twee stappen omgezet in fenol door oxidatie met lucht in de vloeistoffase. In het eerste proces wordt toluen omgezet in benzoëzuur met een rendement van 90 %.

In dit proces wordt verse en recycle toluen in een reaktor geleid. Door deze reaktor wordt lucht geblazen.



De reactieomstandigheden zijn:

druk: 4,7 bar

temperatuur: 158°C

katalysator: Cobaltoctoaat (40 p.p.m. Co)

initiator: Benzaldehyde (2 gew. %)

Hierbij ontstaan ca. 12 bijprodukten tgv. nevenreacties waarvan de belangrijkste zijn: benzaldehyde, benzylbenzoaat, bifenyl, fenol en enkele harsen, terwijl bovendien benzylalcohol als tussenprodukt ontstaat. Sommige bijprodukten o.a. fenol en de fenolische harsen zijn bekende inhibitoren van ketenreacties omdat ze radicalen wegvangen. Om de concentratie van deze stoffen niet te groot te laten worden wordt de conversie beperkt tot ca. 30 mol.%. Aangezien de hoeveelheden van de bijprodukten, welke via nevenreacties ontstaan,

sterk afhankelijk is van de verblijftijdsspreiding, is het aan te bevelen meerdere reaktoren in cascade te plaatsen. De reaktiewarmte wordt afgevoerd met verdampend toluen. Dit wordt gecondenseerd in een partiële condensor. De vloeibare toluen wordt via een buffervat naar de reaktoren teruggevoerd. Het restgas van de lucht komt met het gevormde water en het meegevoerde toluen in een tweede partiële condensor. Het toluen en water condenseren, het restgas wordt via een adsorbeer, waar de laatste resten toluen worden geadsorbeerd, afgeblazen. Na scheiding van het water in een separator wordt het toluen via een opslagvat in de reaktor teruggevoerd. Het water wordt gespuid.

V. Chemische, Fysische en Technische aspecten.

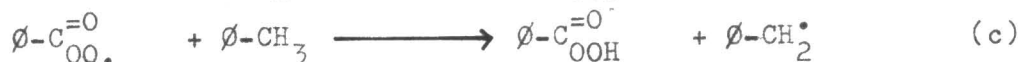
a. Reactie en reaktiemechanisme.

De oxidatie van koolwaterstoffen in de vloeistoffase verloopt volgens een radicaal mechanisme. De primaire produkten hierbij zijn de peroxides.

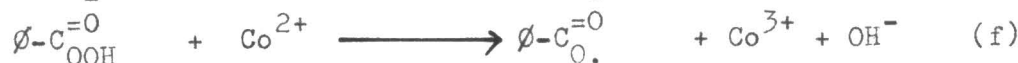
Een radicaal mechanisme kan men uit drie delen opgebouwd denken.

I Initiatie.

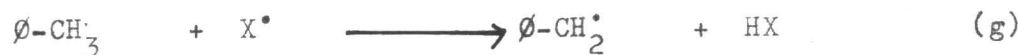
Door het benzaldehyde:



Door de ontleding van hydroperoxiden:



De reactie (e) is sneller dan (d). De radicalen die ontstaan door ontleding van hydroperoxiden reageren weer volgens:



Deze reactie verloopt gemakkelijker met het benzaldehyde dan met het toluen (zie propagatie), maar het toluen is in veel grotere concentratie aanwezig.

sterk afhankelijk is van de verblijftijdsspreiding, is het aan te bevelen meerdere reaktoren in cascade te plaatsen. De reaktiewarmte wordt afgevoerd met verdampend toluen. Dit wordt gecondenseerd in een partiële condensor. De vloeibare toluen wordt via een buffervat naar de reaktoren teruggevoerd. Het restgas van de lucht komt met het gevormde water en het meegevoerde toluen in een tweede partiële condensor. Het toluen en water condenseren, het restgas wordt via een adsorbeer, waar de laatste resten toluen worden geadsorbeerd, afgeblazen. Na scheiding van het water in een separator wordt het toluen via een opslagvat in de reaktor teruggevoerd. Het water wordt gespuid.

V. Chemische, Fysische en Technische aspecten.

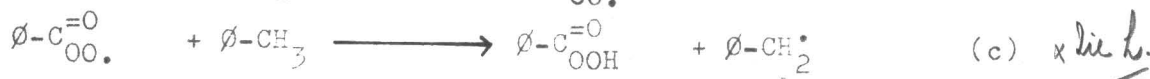
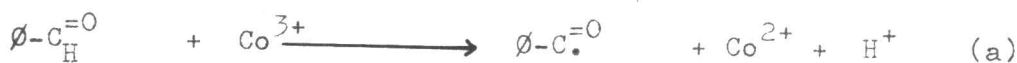
a. Reactie en reactiemechanisme.

De oxidatie van koolwaterstoffen in de vloeistoffase verloopt volgens een radicaal mechanisme. De primaire produkten hierbij zijn de peroxides.

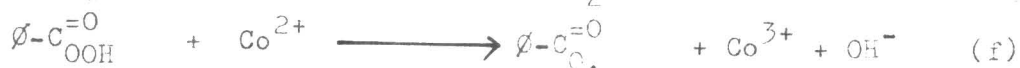
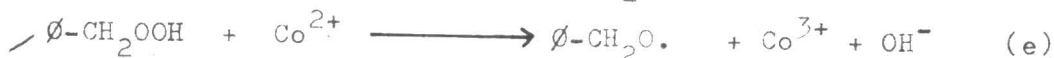
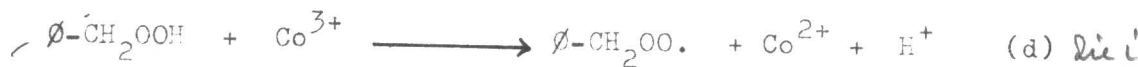
Een radicaal mechanisme kan men uit drie delen opgebouwd denken.

I Initiatie.

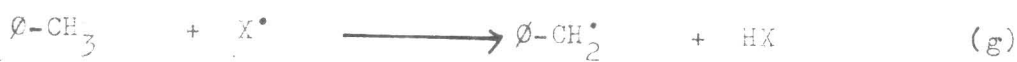
Door het benzaldehyde:



Door de ontleding van hydroperoxiden:



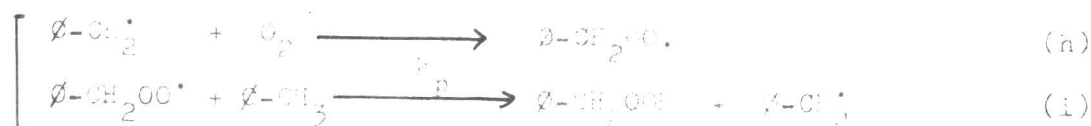
De reactie (e) is sneller dan (d). De radicalen die ontstaan door ontleding van hydroperoxiden reageren weer volgens:



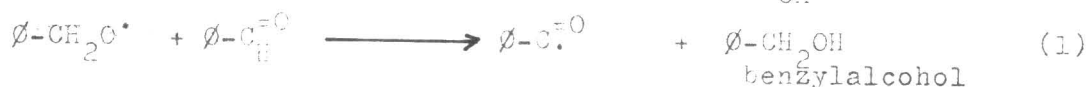
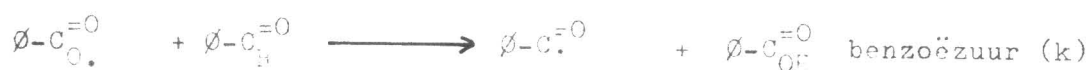
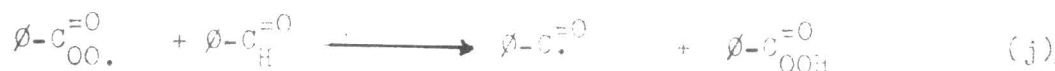
Deze reactie verloopt gemakkelijker met het benzaldehyde dan met het toluen (zie propagatie), maar het toluen is in veel grotere concentratie aanwezig.

Verhaal Van Gorkes

II Preparatie



In dit gecompliceerde systeem zijn natuurlijk vele combinaties tussen de verschillende radicalen en molekulen denkbaar. Alleen de belangrijkste reacties zullen hier worden gegeven:

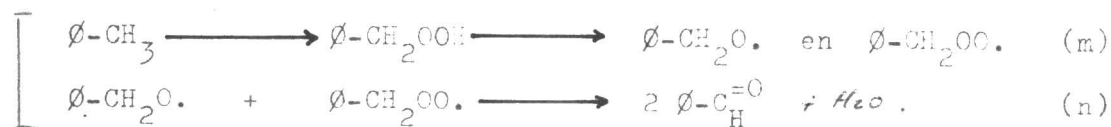


De ontledingssnelheid van de hydroperoxiden is zo groot dat de vorming ervan snelheidsbepalend is voor de reactie. Inhibitoren reageren niet met hydroperoxiden maar verhinderen de vorming ervan door het afvangen van radicalen.

Het benzylalcohol wordt voornamelijk omgezet met benzoëzuur in benzylbenzoaat. Volgens een mechanisme analoog aan het bovenstaande kan het benzylalcohol ook tot benzaldehyde worden geoxideerd, maar deze reactie is minder belangrijk.

X Uit het bovenstaande blijkt dat het benzoëzuur wordt gevormd via het benzaldehyde: reacties (k) en (e).

Het benzaldehyde is dus een tussenprodukt dat als volgt uit toluen ontstaat:



De aanwezigheid van CO en CO₂ in het afgas wordt veroorzaakt door de thermische ontleding van:



In het reaktiemengsel komen ook C₁ en C₂ verbindingen en daarvan afgeleiden componenten voor die ontstaan door degradatie van het toluenskelet.

De vorming van fenol wordt bevorderd door protonen:



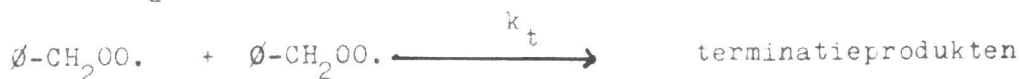
Het fenol wordt met benzaldehyde (en formaldehyde) omgezet in harsvormige produkten.

III Terminatie.

Bij terminatiereacties verdwijnen vrije valenties.

Het is duidelijk dat door de aanwezigheid van vele radicalen in dit systeem een groot aantal terminatiereacties mogelijk ~~zijn~~, zodat geen duidelijk schema opgesteld kan worden.

Bij hogere O₂ partiaalspanningen is de belangrijkste terminatiereactie



Bij hogere temperaturen wordt de thermische ontleding van de hydroperoxiden steeds belangrijker. De hierbij gevormde OH[•] radicalen geven aanleiding tot de vorming van fenolen, terwijl volgens de reacties (o) en (p) ook meer koolwaterstoffen zullen worden gevormd. Bij verhoging van de temperatuur neemt de hoeveelheid ongewenste bijprodukten dus toe.

2 b. Thermodynamica en Kinetica.

Als de initiatie verloopt via het benzaldehyde, is voor de oxidatiesnelheid af te leiden:

$$v_{ox} = \frac{-d(RH)}{dt} = \frac{k_p}{k_t^{\frac{1}{2}}} \cdot (RH) \cdot v_i^{\frac{1}{2}}$$

als de initiatie door de ontleding van het hydroperoxide geschiedt:



is de initiatiesnelheid : $v_i = k_i \cdot (ROOH) \cdot (Co)^n$

In de stationaire toestand is de initiatiesnelheid gelijk aan de terminatiesnelheid: $v_i = k_i \cdot (ROOH) \cdot (Co)^n = v_t = k_t \cdot (ROO\cdot)^2$

Tevens kan gesteld worden dat (ROOH) constant is:

$$k_p \cdot (ROO\cdot) \cdot (RH) = k_i \cdot (ROOH) \cdot (Co)^n \quad \text{zodat}$$

$$(ROO\cdot) = k_i^{\frac{1}{2}} \cdot k_t^{-\frac{1}{2}} \cdot (ROOH)^{\frac{1}{2}} \cdot (Co)^{n/2} \quad \text{en}$$

$$(ROOH) = k_p \cdot k_t^{-\frac{1}{2}} \cdot k_i^{-\frac{1}{2}} \cdot (RH) \cdot (Co)^{n/2}$$

$$\text{De oxidatiesnelheid is: } v_{ox} = \frac{-d(RH)}{dt} = k_p \cdot (ROO\cdot) \cdot (RH)$$

*Minteban
Shatrol
in Gode.*

Hieruit volgt dat voor dit proces de toluen afkomstig van de olie-
raffinaderijen geschikt is maar dat toluen afkomstig van de cokes-
fabrieken eerst ontzwavelt dient te worden.

Water wordt tijdens de reactie gevormd, het verdampst en wordt
afgevoerd. Vrij water onttrekt de katalysator aan de toluenfase maar
dit speelt onder de gekozen condities geen rol daar water bij 158°C
in het reaktiemengsel goed oplosbaar is. Wel een nadeel is dat water
een radicaalvanger is en bovendien het gevormde benzoëzuur hydroly-
seert. De hierbij gevormde protonen bevorderen de ontleding van hydro-
peroxiden in fenolen. Fenolen en de daaruit te vormen fenolische
harsen zijn ook inhibitoren. Het kritisch watergehalte is ca. 0,5
gewichts %.

Fenol en fenolische harsen ontstaan ook tijdens de reactie,
vooral de ontleding van hydroperoxiden o.i.v. protonen. Voorts
geeft fenol aanleiding tot de vorming van donker gekleurde hars-
vormige produkten. De inhibitie door fenol en fenolische harsen
verloopt als volgt:



Dit nieuw gevormde radicaal is niet in staat opnieuw een proton te
abstraheren daar het gestabiliseerd is door resonantie, het start
dus geen nieuwe keten. Bovendien krijgt de oplossing een bruine kleur.

d. Explosiegevaar.

Statische electriciteit: *geen gevaar aan me-
denede explosiegevaar want
er is opstart?*

Het is duidelijk dat zich bij het uitvoeren van dit proces
mengsels van toluendamp en lucht vormen, welke explosief kunnen
zijn. De volgende suggesties voor een ontploffingsvrije werkwijze
voor de oxidatie van toluen worden gegeven:

- 1) De oxidatiereaktor moet vloeibare toluen bevatten; de toegelaten
lucht moet verzadigd zijn met toluendamp; het ontstaan van aanzien-
lijke met niet verzadigde damp gevulde ruimten is ontoelaatbaar.
Om de lucht met toluen te verzadigen moet dus een explosiefase
gepasseerd worden. Men moet dus een keus maken.
- 2) De temperatuur van de vloeistof in de reaktor en van de toege-
voerde lucht moet tenminste 80°C bedragen.
- 3) Het zuurstofgehalte aan de uitgang van de reaktor mag niet hoger
zijn dan 7 % van de niet condenseerbare gassen en dient continu
gecontroleerd te worden.

Roche

*Antistatische doffe
magn. cleant
1000 parts/million
te veel
me heeft andere
de paar parts/million*

VI. Berekening apparatuur.

De fabriek is ontworpen voor een produktie van 30.000 ton/jaar fenol en werkt 8000 uur per jaar.

De begin en eindstromen worden daar:

Uit fenolfabriek: 30.000 ton/jaar = 1,03 kg/sec = 11 gmol fenol/sec.

In fenolfabriek: $\frac{10}{9} \cdot 11 = 12,2$ gmol benzoëzuur/sec.

Uit benzoëzuurfabriek: 12,2 gmol/sec = 1,48 kg benzoëzuur/sec.

In benzoëzuurfabriek: $\frac{10}{9} \cdot 12,2 = 13,6$ gmol/sec = 1,25 kg toluen/sec.

1. Benzoëzuurreaktoren.

3)

In deze reaktoren speelt zich het volgende proces af:

lucht wordt door toluen geleid, geabsorbeerd en reageert met het toluen tot benzoëzuur. zodat het proces uit twee systemen is samengesteld: een chemisch en een fysisch.

Voor het geval de chemische reactie limiterend is geldt: $Z = T_0 \frac{k^* T_0 t}{k^* T_0 t + 1}$

$T_0 = 43,4$ grol. $k^* = 1,65 \cdot 10^{-3} \text{ kmol}^{-1} \text{ sec}^{-1}$.

Als eis wordt gesteld: $Z = 13,6$ grol, dit geeft voor de gemiddelde verblijftijd: 6373 sec.

De toluen doorzet is $43,4 \cdot 10^{-3} \text{ kmol/sec} = 5,35 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{sec}$., zodat het totale vloeistof volume van de reaktor(en) $34,1 \text{ m}^3$ moet bedragen. Beneden dit volume wordt onder de gestelde condities de vereiste conversie niet behaald.

Voor de zuurstofabsorptiesnelheid geldt: $d\phi_M = k_1 \cdot (c_{O_{2i}} - c_{O_{2l}}) \cdot dA$ waarin: ϕ_M = massastroom zuurstof in kmol/sec.

k_1 = stofoverdrachtscoëfficiënt aan de vloeistof zijde (m/sec.)

A = het oppervlak van het tweefasengrensvlak (m^2)

$c_{O_{2i}}$ = zuurstofconcentratie aan het grensvlak (kmol/m^3)

$c_{O_{2l}}$ = zuurstofconcentratie in het turbulente deel van de vloeistof (kmol/m^3).

Daar $c_{O_{2l}}$ ongeveer gelijk aan nul gesteld mag worden is $d\phi_M = k_1 \cdot c_{O_{2i}} \cdot dA$

Volgens de verdelingswet van Nernst is $c_{O_{2i}} = \frac{p_{O_2}}{R \cdot T \cdot H_e}$

dA is sterkafhankelijk van de bel grootte en van de volumefractie gas in de dispersie (ϵ). Naar aanleiding van 4), rekening houdend met het verschil in schuifspanning van toluen en water is in de verdere

hierin: chem omz + fys transport

met benzoëzuur toluen

berekening een gemiddelde bel diameter (\bar{d}) van 5 mm. aangenomen.
Indien nu als parameters de hoeveelheid geabsorbeerde zuurstof dx
en de hoogte van de kolom dh worden ingevoerd is:

$$dA = \frac{\epsilon \cdot d \cdot dh \cdot \pi \cdot d_{bel}}{V_{bel}} = \frac{6 \cdot \epsilon \cdot \pi \cdot d^2}{4 \cdot h} \cdot dh = \frac{3 \cdot \epsilon \cdot \pi}{2} \cdot dh$$

$$\text{dus } dx = k_1 \cdot \frac{6 \cdot \epsilon \cdot d}{E} \cdot \frac{p_{O_2}}{R \cdot T \cdot He} \cdot dh$$

ϵ is een functie van de superficiële gassnelheid G (figuur A).
Deze werd zodanig gekozen ($\epsilon_0 = 0,22$), dat in het lineaire gebied
van de grafiek gewerkt werd, zodat geldt: $d\epsilon = 0,4 \cdot dG$.

G is een functie van x n.l.: $G = (N + M_i \cdot x) \cdot V_{Mol}$ dus $dG = \frac{V_{Mol} \cdot M_i \cdot dx}{S}$

S is oppervlak van doorsnede van de reaktor.

N is het aantal ingevoerde mol lucht per sec.

M_i is het aantal mol waarmee het gas toeneemt als één
mol O_2 wordt geabsorbeerd.

V_{Mol} is het volume van één mol gas = $0,0073 \text{ m}^3$ bij $\bar{P} = 4,8 \text{ bar}$
en $T = 431^\circ \text{K} = 158^\circ \text{C}$.

$$\text{Dus } d\epsilon = 0,4 \cdot \frac{V_{Mol} \cdot M_i}{S} dx \text{ waaruit volgt: } \epsilon = \epsilon_0 + 0,4 \cdot \frac{V_{Mol} \cdot M_i}{S} \cdot x$$

Per mol geabsorbeerd O_2 verdampen M_i' mol toluen en $0,667$ mol H_2O
en er gaat 1 mol O_2 uit de gasfase.

$\therefore M_i = M_i' + 0,667 - 1 = M_i' - 0,333$; M_i' wordt m.b.v. de warmte-
balans berekend.

Warmtebalans per seconde en per geabsorbeerd mol O_2 :

1^e Reactor:

Vrijkomende warmte:

$$\text{Reaktiewarmte: } \frac{2}{3} \cdot 721 \text{ kJ/sec. mol } O_2$$

Afgevoerde warmte:

$$\text{Verdampingswarmte van het gevormde water: } \frac{2}{3} \cdot 40,6 \text{ kJ/sec. mol } O_2$$

$$\text{Opwarming verse toluen: } \dot{V}_{Mol} \cdot \frac{c \cdot \Delta T}{x_T} =$$

en de opwarming van de toegezonden lucht?

$$\frac{13,6 \cdot 221 \cdot 140}{x_T} = \frac{420,8}{x_T}$$

" " " "

$$\text{Opwarming recycle toluen: } \frac{29,8 \cdot 221 \cdot 78}{x_T} = \frac{513,7}{x_T}$$

" " " "

De hoeveelheid die afgevoerd moet worden door verdampend toluen is:

*Wij moeten de balans
hoeveelheid verdampend
tolueen?
zie C) Conclusie's.*

$$\frac{2}{3} \cdot (721 - 40,6) - \frac{420,6 + 513,9}{x_T} = 454,4 - \frac{934,5}{x_T} \text{ kJ/sec. mol } O_2$$

$$\text{dus } M'_1 = \frac{454,4 x_T - 934,5}{33,5 x_T} = 13,541 - \frac{27,89}{x_T}$$

2^e resp. 3^e reaktor:

Vrijkomende warmte:

$$\text{reactie warmte: } \frac{2}{3} \cdot 721 \text{ kJ/sec. mol } O_2$$

Afgevoerde warmte:

$$\text{verdampingswarmte van het gevormde water: } \frac{2}{3} \cdot 40,6 \text{ kJ/sec. mol } O_2$$

Door het verdampende toluen moet nu $\frac{2}{3} \cdot (721 - 40,6) \text{ kJ/sec. mol } O_2$

$$\text{afgevoerd worden dus: } M'_1 = \frac{453,6}{33,5} = 13,541$$

$$\begin{aligned} M_i \text{ voor de eerste reaktor} &= M'_1 - 0,333 = 13,541 - \frac{27,89}{x_T} - 0,333 = \\ &= 13,208 - \frac{27,89}{x_T} \end{aligned}$$

$$x_T \text{ voor 1 reaktor} = 20,4 \text{ dus } M_i = 11,841$$

$$x_T \text{ voor 2 reaktoren} = 10,2 \text{ dus } M_i = 10,473$$

$$x_T \text{ voor 3 reaktoren} = 6,8 \text{ dus } M_i = 9,106$$

$$M_i \text{ voor 2^e en volgende reaktoren} = M'_1 - 0,333 = 13,541 - 0,333 = 13,208$$

Hiermee ligt ϵ dus eenduidig vast als functie van x :

$$\epsilon = \epsilon_0 + 0,00292 \frac{M_i}{S} \cdot x$$

Vervolgens moet p_{O_2} bepaald worden als functie van x en h

$$p_{O_2} = \frac{\text{aantal mol } O_2}{\text{totaal aantal mol gas}} \cdot P_{\text{tot}}$$

P_{tot} is de totale druk ter plaatse

P_b is de druk op de bodem van de reaktor

$$P_{\text{tot}} = P_b - (1 - \bar{\epsilon}) \cdot \bar{\rho}_L \cdot gh - \bar{\epsilon} \cdot \bar{\rho}_g \cdot gh$$

De laatste term van deze vergelijking is te verwaarlozen daar $\rho_g \ll \rho_L$
en $\bar{\epsilon} < 1 - \bar{\epsilon}$ Dus:

$$\bar{\epsilon} = \frac{\epsilon_x + \epsilon_0}{2} = \frac{2 \epsilon_0}{2} + \frac{0,4 \cdot V_{\text{mol}} \cdot M_i}{2S} \cdot x = \epsilon_0 + 0,00146 \frac{M_i}{S} \cdot x$$

Als q het aantal mol O_2 dat geabsorbeerd wordt in de aan de beschouwde reaktor voorafgaande reaktoren is dan is het aantal mol toluen:

$$43,4 - \frac{2}{3} (q + x) \text{ en het aantal mol benzoëzuur } \frac{2}{3} (q + x).$$

Aan de ingang van de reaktor is $x = 0$ en:

$$\bar{p}_L = \frac{\bar{p}_L \text{ ingang reaktor} + \bar{p}_L \text{ in de reaktor}}{2}$$

$$\bar{p}_L = \frac{1}{2} \cdot \frac{(43,4 - \frac{2}{3}q) \cdot \frac{M_{\text{Tol}}}{\text{Tol}} + \frac{2}{3}q \cdot \frac{M_{\text{BZ}}}{\text{BZ}}}{(43,4 - \frac{2}{3}q) \frac{M_{\text{Tol}}}{\text{Tol}} + \frac{2}{3}q \frac{M_{\text{BZ}}}{\text{BZ}}} + \frac{1}{2} \cdot \frac{43,4 - \frac{2}{3}(q+x) \frac{M_{\text{Tol}}}{\text{Tol}} + \frac{2}{3}(q+x) \frac{M_{\text{BZ}}}{\text{BZ}}}{43,4 - \frac{2}{3}(q+x) \frac{M_{\text{Tol}}}{\text{Tol}} + \frac{2}{3}(q+x) \frac{M_{\text{BZ}}}{\text{BZ}}} =$$

$$= \frac{3992,8 + 20 \cdot q}{10,704 - 0,0106 \cdot q} + \frac{3992,8 + 20 \cdot (q+x)}{10,704 - 0,0106 \cdot (q+x)}$$

$$\therefore P_{\text{tot}} = P_b - (1 - \epsilon_0 + 0,00146 \frac{M_i}{S} \cdot x) \left\{ \frac{3992,8 + 20 \cdot q}{10,704 - 0,0106 \cdot q} + \frac{3992,8 + 20(q+x)}{10,704 - 0,0106(q+x)} \right\} \text{ gh}$$

$$P_{O_2} = \frac{0,21 N - x}{N + M_i \cdot x} \cdot P_{\text{tot}}$$

Voor $dx = k_1 \cdot \frac{6 \cdot \epsilon_0 \cdot S}{E} \cdot \frac{P_{O_2}}{R \cdot T \cdot \text{He}} \cdot dh$ kan nu geschreven worden:

$$dx = k_1 \cdot \frac{6(\epsilon_0 + 0,00292 \frac{M_i}{S} \cdot x) \cdot S}{L \cdot T \cdot P \cdot \text{He}} \cdot \frac{0,21 N - x}{N + M_i \cdot x} \cdot \left[P_b - (1 - \epsilon_0 + 0,00146 \frac{M_i}{S} \cdot x) \cdot \left\{ \frac{3992,8 + 20 \cdot q}{10,704 - 0,0106 \cdot q} + \frac{3992,8 + 20(q+x)}{10,704 - 0,0106(q+x)} \right\} \right] \cdot gh$$

$$\text{He} = 3,13 \quad T = 431^\circ\text{K} \quad \text{en} \quad R = 8,31 \text{ kJ/kmol} \cdot ^\circ\text{K}$$

S werd steeds zodanig berekend dat $G_0 = 0,0567 \text{ m/sec}$ ($\epsilon_0 = 0,22$) en voor P_b werd $4,8 \cdot 10^5 \text{ N/m}^2 = 4,8 \text{ bar}$ genomen.

Vervolgens werd de bovenstaande vergelijking opgelost met behulp van de T.R.4. Deze berekende tevens de druk P_1 door x_T in de vergelijking voor P_{tot} in te vullen. Blijf deze P_{tot} beneden de 4,7 bar dan verhoogde de machine P_b totdat $P_1 \gg 4,7 \text{ bar}$ was (P_1 is de druk boven in de reaktor).

H is de hoogte van de dispersie in de reaktor.

V_L is het vloeistof volume in de reaktor.

V_{tot} is het totale vloeistof volume over de reaktoren.

In eerste instantie werd N zodanig aangenomen, dat de ingevoerde hoeveelheid O_2 resp. 150 %, 110 % en 100 % bedroeg van de benodigde hoeveelheid O_2 . Voor deze waarden werd de hoogte van 1, 2 en 3 reaktoren berekend. De resultaten zijn in tabel 1 vermeld.

Table 1

	1 reactor			2 reactors			3 reactors			
%	150	110	100	150	110	100	150	110	100	
<i>invoer</i> N	145,71	106,85	97,14	72,86	53,43	48,60	48,60	31,62	32,40	grol
<i>door</i> S	17,5	12,8	11,6	8,7	6,4	5,8	5,8	4,3	3,9	m ²
<i>o2</i> x _T	20,4	20,4	20,4	10,2	10,2	10,2	6,8	6,8	6,8	grol
<i>Abolpement</i> q	0	0	0	0	0	0	0	0	0	grol
<i>hoogte</i> H	0,83	2,17	11,20	0,79	2,06	10,56	0,75	1,93	28,58	m
<i>druck</i> P _b	4,8	4,9	5,4	4,8	4,9	5,4	4,8	4,9	6,4	bar
<i>druck</i> P _l	4,75	4,77	4,75	4,75	4,76	4,80	4,76	4,79	4,79	bar
<i>Volume</i> V _L	10,98	20,98	97,31	5,25	9,95	46,06	3,35	6,28	84,26	m ³
q				10,2	10,2	10,2	6,8	6,8	6,8	grol
H				0,87	2,28	11,46	0,86	2,27	32,69	m
P _b				4,8	4,9	5,5	4,8	4,9	6,7	bar
P _l				4,75	4,76	4,80	4,75	4,77	4,80	bar
V _L				5,70	10,91	50,29	3,80	7,31	95,11	m ³
q							13,6	13,6	13,6	grol
H							0,87	2,27	32,76	m
P _b							4,8	4,9	6,7	bar
P _l							4,75	4,76	4,73	bar
V _L							3,80	7,31	95,23	m ³
V _{L_{tot}}	10,98	20,90	97,31	10,95	20,86	96,35	10,95	20,90	274,60	m ³

Uit deze gegevens blijkt dat het totale reaktor volume vrijwel uitsluitend bepaald wordt, door de toegepaste lucht overmaat en onafhankelijk is van het aantal reaktoren. Een uitzondering hierop vormt het voorbeeld waarbij 100 % lucht wordt toegevoerd aan 3 reaktoren, die zlf aanzienlijk groter dan bij 1 en 2 reaktoren. Dit is echter eenvoudig te verklaren, een verandering in de lucht hoeveelheid van 0,1 % geeft hier al een grote verandering, zodat het een gelukkige samenloop van omstandigheden is dat 1 en 2 reaktoren hier zo sterk overeenstemmen (zie ook laatste alinea).

Op grond van deze resultaten, alsmede ook het feit in aanmerking genomen hebbend, dat een grote verdichtings spreiding ongunstig werkt, werd besloten de berekeningen voort te zetten voor 3 reaktoren. De berekening werd er nu op toegespitst de chemische en fysische limitering zodanig uit te balansen dat de reaktor, net niet meer chemisch gelimiteerd werd.

Hiertoe werden berekeningen gemaakt voor 109; 108; 107; 106; 105; 104,5; 104; 103,5; 103; 102,5; 102; 101,5; 101 en 100,5 % lucht. De resultaten zijn in tabel 2 en 3 vermeld.

Het blijkt dat bij 102 % lucht de reaktor juist niet meer chemisch gelimiteerd is. Bij grotere lucht hoeveelheden moeten de reaktoren toch deze afmetingen hebben in verband met de chemische limitering, zodat dit het gunstigste werkpunt is. Tevens wordt nu ruim buiten het explosie gebied gewerkt. Het percentage O_2 in de niet condenseerbare gassen bedraagt ca. 0,6 %.

Om een indruk te verkrijgen hoe de O_2 absorptie verloopt in de reaktor werd de rekenautomaat nog een keer zodanig geprogrammeerd dat alle stappen van de berekening werden afgedrukt. Van de resultaten van deze berekening werden de grafieken B en C vervaardigd. Hieruit blijkt duidelijk dat vooral de absorptie van de laatste hoeveelheid O_2 de belangrijkste invloed op de hoogte heeft. Als wat meer exacte gegevens bekend zijn zou het aanbeveling verdienen deze berekeningen nogmaals uit te voeren maar dan met een kleine stapgrootte omdat deze op het laatste stuk van de kromme nog een duidelijk merkbare invloed heeft.

*Aanmerking:
p.p.p. limiet
de reaktor*

Tabel 2

3 reactoren									
%	109	108	107	106	105	104,5	104		
N	35,29	34,97	34,65	34,32	34,00	33,84	33,67	grol	
S	4,3	4,2	4,2	4,2	4,1	4,1	4,1	m ²	
x _T	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	grol	
q	0	0	0	0	0	0	0	grol	1 ^e reactor
H	2,01	2,14	2,25	2,43	2,59	2,59	2,80	m	
P _b	4,9	4,9	4,9	4,9	4,9	4,9	4,9	bar	
P _l	4,79	4,76	4,77	4,76	4,75	4,75	4,74	bar	
V _L	6,55	6,81	7,16	7,54	8,04	8,35	8,69	m ³	
q	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	grol	2 ^e reactor
H	2,36	2,52	2,65	2,86	3,06	3,18	3,32	m	
P _b	4,9	4,9	4,9	4,9	4,9	4,9	4,9	bar	
P _l	4,76	4,75	4,74	4,73	4,72	4,72	4,71	bar	
V _L	7,60	7,92	8,33	8,76	9,37	9,74	10,71	m ³	
q	13,6	13,6	13,6	13,6	13,6	13,6	13,6	grol	3 ^e reactor
H	2,36	2,53	2,66	2,87	3,06	3,18	3,32	m	
P _b	4,9	4,9	4,9	4,9	4,9	4,9	4,9	bar	
P _l	4,76	4,75	4,74	4,73	4,72	4,71	4,70	bar	
V _L	7,60	7,95	8,36	8,79	9,37	9,74	10,17	m ³	
V _{L_{tct}}	21,75	22,68	23,85	25,09	26,78	27,83	29,03	m ³	

Ta 1 5

3 reactoren									
%	103,5	103	102,8	102	101,5	101	100,5		
\rightarrow N	33,81	33,85	33,19	33,07	31,87	32,70	32,94	grol	
S	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	3,9	3,9	m ²	
x _T	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	rol	
q	0	0	0	0	0	0	0	grol	
H	3,00	3,16	3,37	3,58	4,09	4,87	6,86	m	1 ^e reactor
P _b	4,9	4,9	4,9	5,0	5,0	5,0	5,1	bar	
P ₁	4,73	4,72	4,71	4,80	4,77	4,73	4,72	bar	
V _L	9,08	9,57	10,20	10,84	12,06	14,36	20,23	m ³	
q	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	rol	
H	3,48	3,67	3,92	4,26	4,87	5,69	8,03	m	2 ^e reactor
P _b	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,1	5,2	bar	
P ₁	4,80	4,79	4,77	4,75	4,72	4,77	4,73	bar	
V _L	10,38	10,95	11,70	12,71	14,17	16,55	23,36	m ³	
q	13,6	13,6	13,6	13,6	13,6	13,6	13,6	grol	
H	3,48	3,67	3,92	4,26	4,87	5,69	8,05	m	3 ^e reactor
P _b	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,1	5,2	bar	
P ₁	4,73	4,78	4,76	4,74	4,71	4,76	4,72	bar	
V _L	10,38	10,98	11,70	12,71	14,17	16,55	23,36	m ³	
V _{L_{tot}}	29,84	31,50	33,60	36,26	40,40	47,46	67,01	m ³	

2 Reaktor isolatie (zie tekening)

Alle leidingen worden via de top van de reaktor ingevoerd met het oog op de altijd aanwezige explosie kant van de reaktor. Ze worden uitgevoerd als concentrische roestvrijstalen buizen (RVS. 316), in het hart van de reaktor. De reaktor zelf, die een vrij grote wanddikte (ca. 15 mm) heeft wordt uitgevoerd in staal geplaat met roestvrijstaal. Dit geeft problemen ten aanzien van het lucht verdeel systeem dat op de bodem rust (het uitzettingsverschil t.p.v. de temperatuur). Dit is als volgt opgelost: de luchttoevoer leiding heeft aan de onderzijde een verdikking met een groef voor een O-ring. Dit geheel past in de kraag van de centrale bak van het luchtverdeel-systeem waardoor enige beweging in de lengte richting van de reaktor mogelijk is.

Aan de onderzijde van de bak wordt een analoge constructie toerenast voor de produktafvoer leiding die het produkt van de bodem van de reaktor aanzuigt. De buizen werden verankerd met roestvrijstalen buizen, die met dunne strips aan de reaktorwand en de buizen werden bevestigd. Deze verankering is hierdoor enigszins flexibel gemaakt met het oog op de thermische uitzetting.

Bij de berekening van de buizen werden zoveel mogelijk de volgende regels in acht genomen:

1^e de gassnelheid is ca. 10 m/sec

2^e de vloeistofsnelheid is ca. 2 m/sec.

*in leiding hante reactie
hier 100 km/sec (dat elect)*

De diameter van de reaktor, 2,30 m., wordt bepaald door het aangenomen oppervlak van doorsnede van 4 m^2 plus het oppervlak van doorsnede van de centrale pijp.

Omdat het voor de toegankelijkheid van de reaktor noodzakelijk is dat aan de onderzijde van de reaktor een mangat zit, moet het verdeel-systeem ca. 75 cm. boven de bodem aangebracht worden. Daarboven bevindt zich het reaktie volume dat ca. 4,25 m. hoog is, met ca. 3 m. schuim hoogte erboven. Zodat de totale hoogte van de reaktor inclusief de vloeistofverdeler en reaktorafroning ca. 9 m. bedraagt.

*9 - 7,25 = 1,75
schuim*

Het luchtverdeel systeem.

Dit wordt uitgevoerd als een zeskantige bak met zes "armen". In deze buizen worden aan de onderzijde gaten van 12 mm. geboord zodanig dat ze evenredig over het bodem oppervlak verdeeld zijn.

De "armen" worden met een dunne brede roestvrijstalen band aan de wand van de reaktor bevestigd.

De gaten werden zo groot genomen, omdat ze wel geen invloed op de belasting hebben ⁴⁾ terwijl op deze wijze niet gemakkelijk vervuiling op kan treden.

De wanddikte van de reaktor.

Deze werd berekend uit de formule: $t = \frac{p \cdot D}{2 \sigma_t}$ 5)

p is de druk in de reaktor x 1,5 (Stoomwezen)

D is de reaktordiameter

σ_t is de toelaatbare spanning in het materiaal *6 t inhoud.*

t is de wanddikte.

Hieruit vinden we rekening houdend met toeslagen voor hoogte, winddruk etc. 13 mm. staal, dit wordt geplaatst met 2 mm. roestvrijstaal. De totale wanddikte is dus 15 mm. Voor de reaktor beveiliging zijn twee breekplaten op de reaktor aangebracht.

3 Hulp apparatuur.

De luchttoevoer geschiedt met behulp van een turbocompressor die zo weinig mogelijk gekoeld wordt, zodat de lucht warm in de reaktor komt.

De eerste partiële condensor die feitelijk dienst doet als reflux condensor wordt niet op de reaktor geplaatst, omdat dit aanleiding zou geven tot een bijzonder zware constructie en bovendien uitvallen van één condensor het hele proces zou lam leggen. Door de condensoren nu op de begane grond te plaatsen kunnen er in plaats van drie, vier opgesteld worden waardoor er steeds één in reserve staat. Wel moeten nu een buffervat en een pomp extra gebruikt worden. Dit weegt echter niet op tegen de vereenvoudiging van de constructie en de verbetering van de bedrijfszekerheid. De pomp wordt tevens gebruikt om twee ejecteurs aan te drijven die vloeistof uit de voorgaande naar de volgende reaktor pompen.

Het gas uit de eerste condensor wordt geëxpandeerd naar atmosferische druk en vervolgens in een tweede partiële condensor verder gecondenseerd. De vloeistof, water en tolueen, wordt in een vloeistofscheider gescheiden. Het water wordt gespuid en de tolueen teruggevoerd naar een opslagvat. Het gas wordt in een adsorbent ontdaan van de laatste tolueen resten en via de schoorsteen

*Adsorber
water?*

afgeblazen. De adsorbeer is dubbel uitgevoerd: terwijl de ene dienst doet, wordt de ander met stoom gestript. De stoom en de toluen worden gecondenseerd en via een vloeistof scheider wordt de toluen teruggevoerd naar de opslag.

Een tweede pomp verzorgt de aanvoer van de toluen naar de eerste reaktor.

4 Regelapparatuur (zie flow-schema en figuur D):

De reaktor:

*Alle
controllen?*

De druk bovenin de reaktor wordt geregeld met behulp van de lucht toevoer. Hierop is een dubbele regeling aangebracht nl. een snelle die de afsluiter bedient als functie van de gasdruk achter de regelaar en een tragere die regelt op de druk bovenin de reaktor. De invoer van de toluen wordt geregeld op de stroomsnelheid; de produkt uitvoer wordt eveneens op de stroomsnelheid geregeld.

Als beveiliging is op elke reaktor een zuurstofanalysator geplaatst. Als het zuurstof percentage in het niet condenseerbare gas hoger wordt dan 3 % sluit een regelafsluiter in de luchttoevoer leiding waardoor de installatie stil valt.

Op het buffervat is een niveauregelaar aangebracht die een afsluiter in een leiding vanaf de primaire toluenpomp bedient. Hierdoor wordt, als het niveau te laag wordt, verse toluen toegelaten.

VII Conclusie.

kritische beschrijving aannamen

Aan de hand van de verrichte berekeningen, kan geconcludeerd worden, dat het proces hoofdzakelijk door chemische limitering wordt bepaald. Er zijn echter bepaalde aannamen gedaan, die een nader onderzoek behoeven:

- a. is de c_{O_2} wel ongeveer gelijk aan nul? Dit is van grote invloed op de berekening, maar ook op de He. In dit geval zal de fysische limitering meer geaccentueerd worden.
- b. is de aangenomen belgrootte wel reëel. dit kan alleen bepaald worden in een kolom van tenminste 1 meter diameter. Mocht de belgrootte duidelijk kleiner zijn, dan zal van fysische limitering bijna geen sprake zijn.
- c. wordt alle warmte wel door verdampend toluen afgevoerd? Als dit niet het geval is zal de chemische limitering nog meer benadrukt worden.

- d. In de hold-up - gassnelheids grafiek zit een knik. Wij hebben in het gebied van de hogere gassnelheden bewerkt en toch gerekend alsof de vloeistofstroom een propstroom was. Deze aanname lijkt enigzins gewaagd, misschien wordt de knik wel veroorzaakt, omdat daar een overgang in de vloeistofstroom van propstroom naar ideale menging optreedt? Indien dit het geval is, zal men op identieke wijze moeten rekenen alleen met een kleinere gassnelheid, waardoor dus ook de ϵ kleiner wordt en de fysische limitering een grotere rol gaat spelen. Ook zal het gebruik van deze grafiek, die voor water is bepaald, een vrij grote benadering zijn en daarom zal het nuttig zijn, deze grafiek ook voor toluene te bepalen. Deze bepaling zal eveneens in een kolom met grote diameter moeten geschieden, daar er anders teveel wandeffecten optreden.

VIII literatuur.

- 1) G.F. Rijkert J.Verloop Verslag Processchema: Fenol uit toluen via benzoëzuur.
- 2) R. Stobaugh Petr. Ref.: 45-2 (1966), 137
- 3) B.D.Towell C.P.Strand G.H.Ackerman: A.I.Ch.E.-I.Chem.E.Joint Meeting London 10(1965)90.
- 4) J.v.Goolen Afstudeerverslag Delft 1965.
- 5) P.S.A.A.v.Berkel: collegediktaat Chem. Werktuigen T 1964.
- 6) W.W.Keading e.a. Petr. Ref.: 40-2 (1961)280.
- 7) W.W.Keading e.a. Ind.Eng.Chem.Proc. des. & dev. 4(1) 1965, 97
- 8) J.C.Vlugter: Collegediktaat Chem. Werkwijzen.

Toelichting massabalans (Fig. E)

1 ^e reaktor	In: Tolueen (13,6+29,8)0,092 = 3,993 kg/sec.		
	Lucht	<u>0,960</u>	" "
	Totaal	4,953	" "
	Uit: Tolueen	3,576	" "
	Benzoëzuur	0,553	" "
	Water	0,082	" "
	Restgas	<u>0,742</u>	" "
	Totaal	4,953	" "

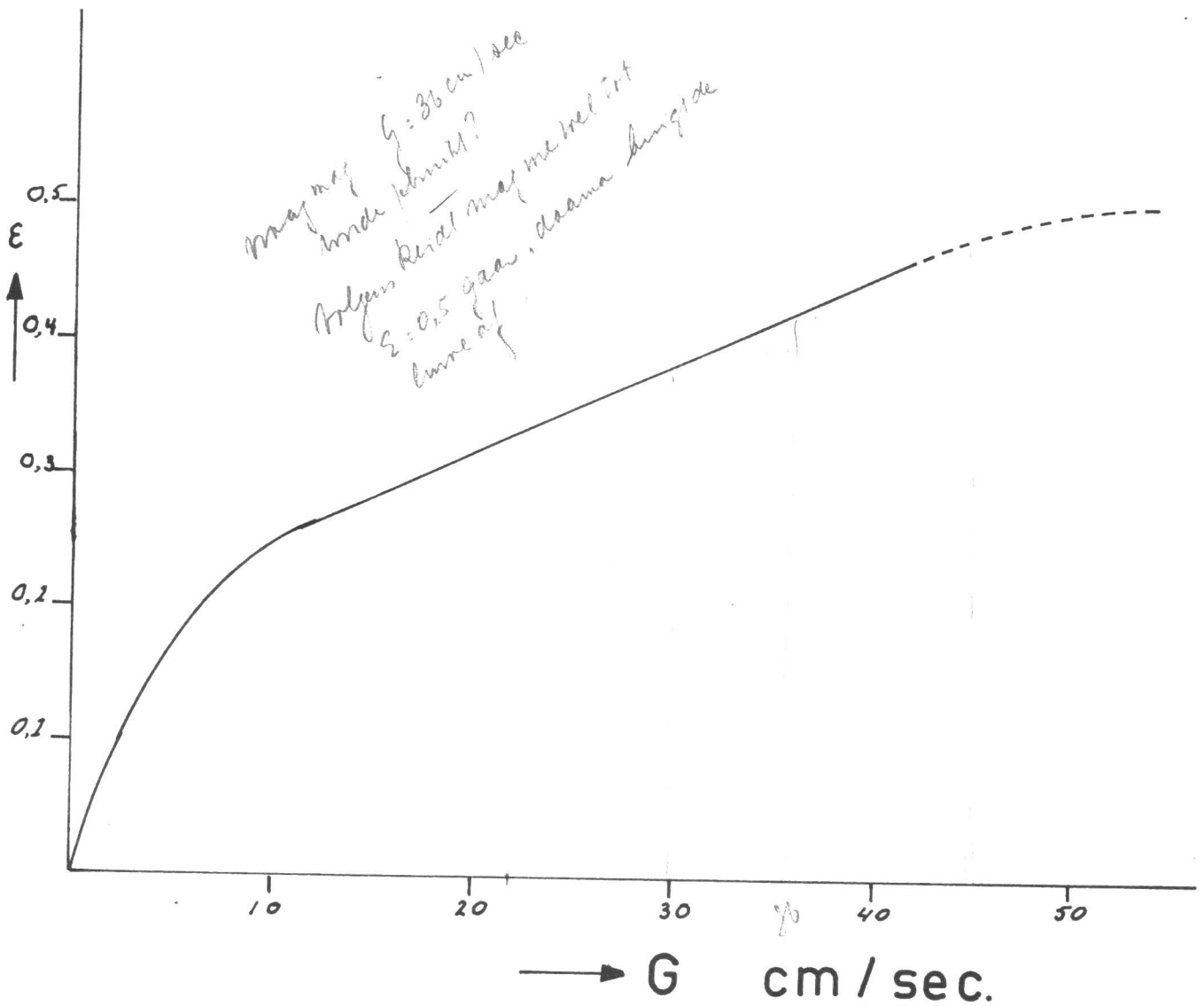
Het Benzoëzuur bevat 10% teer = 0,055 kg/sec.

2 ^e reaktor	In: Tolueen	3,576	" "
	Benzoëzuur	0,553	" "
	Lucht	<u>0,960</u>	" "
	Totaal	5,089	" "
	Uit:		
	Tolueen	3,159	" "
	Benzoëzuur	1,106	" "
	Water	0,082	" "
	Restgas	<u>0,742</u>	" "
	Totaal	5,089	" "

10% teer = 0,11 kg/sec.

3 ^e reaktor	In: Tolueen	3,159	" "
	Benzoëzuur	1,106	" "
	Lucht	<u>0,960</u>	" "
	Totaal	5,225	" "
	Uit: Tolueen	2,742	" "
	Benzoëzuur	1,659	" "
	Water	0,082	" "
	Restgas	<u>0,742</u>	" "
	Totaal	5,225	" "
	Het Benzoëzuur bevat 10 % teer =	0,166	" "

Fig. A



Systeem: Water-Lucht

Kolom diameter: 1,05 m

1^e Reactor

2% O₂ overmaat

h is hoogte in de reactor in m.

x is aantal mol verbruikt O₂

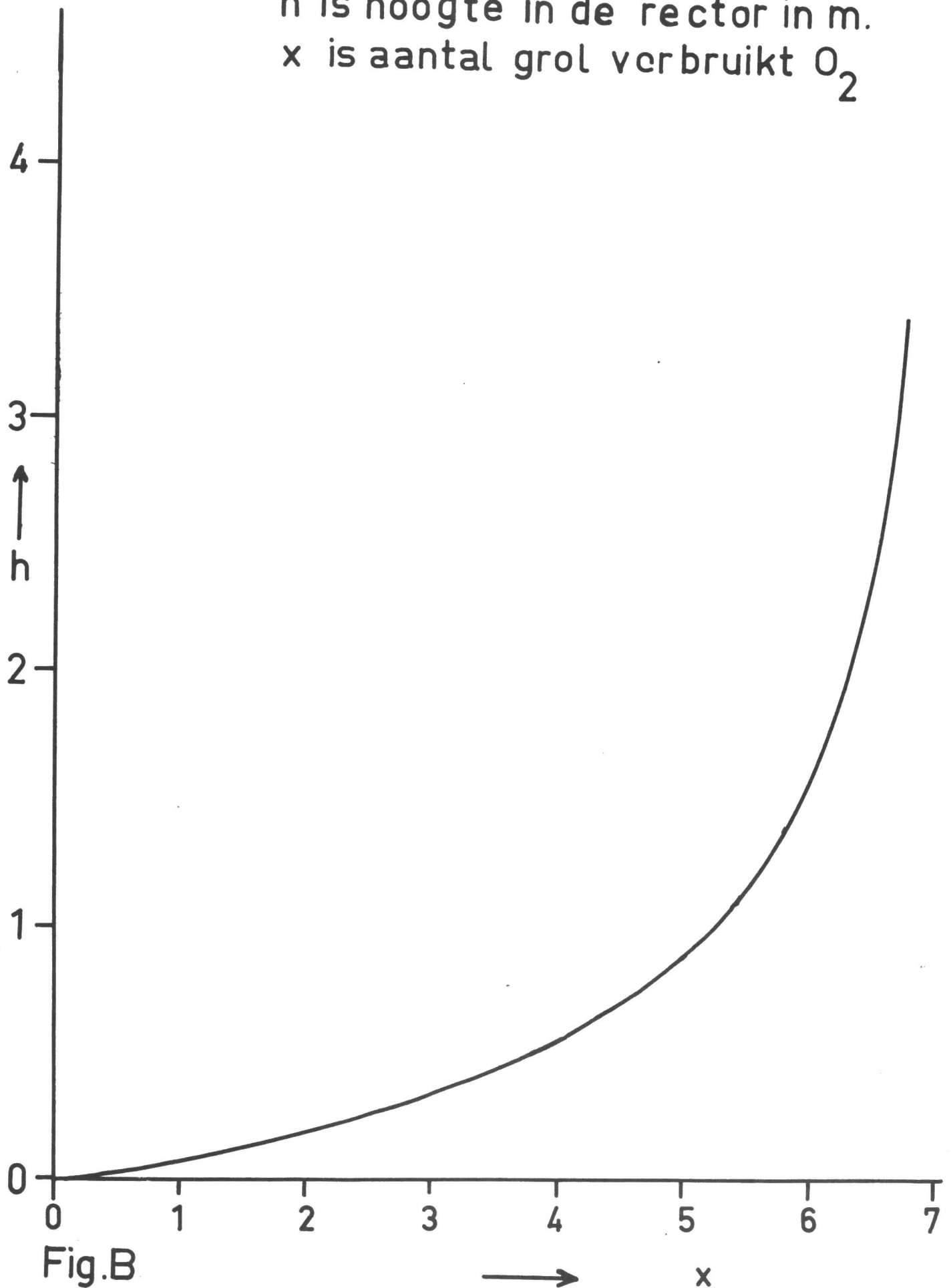


Fig.B

2^e Reactor

Zie fig. B.

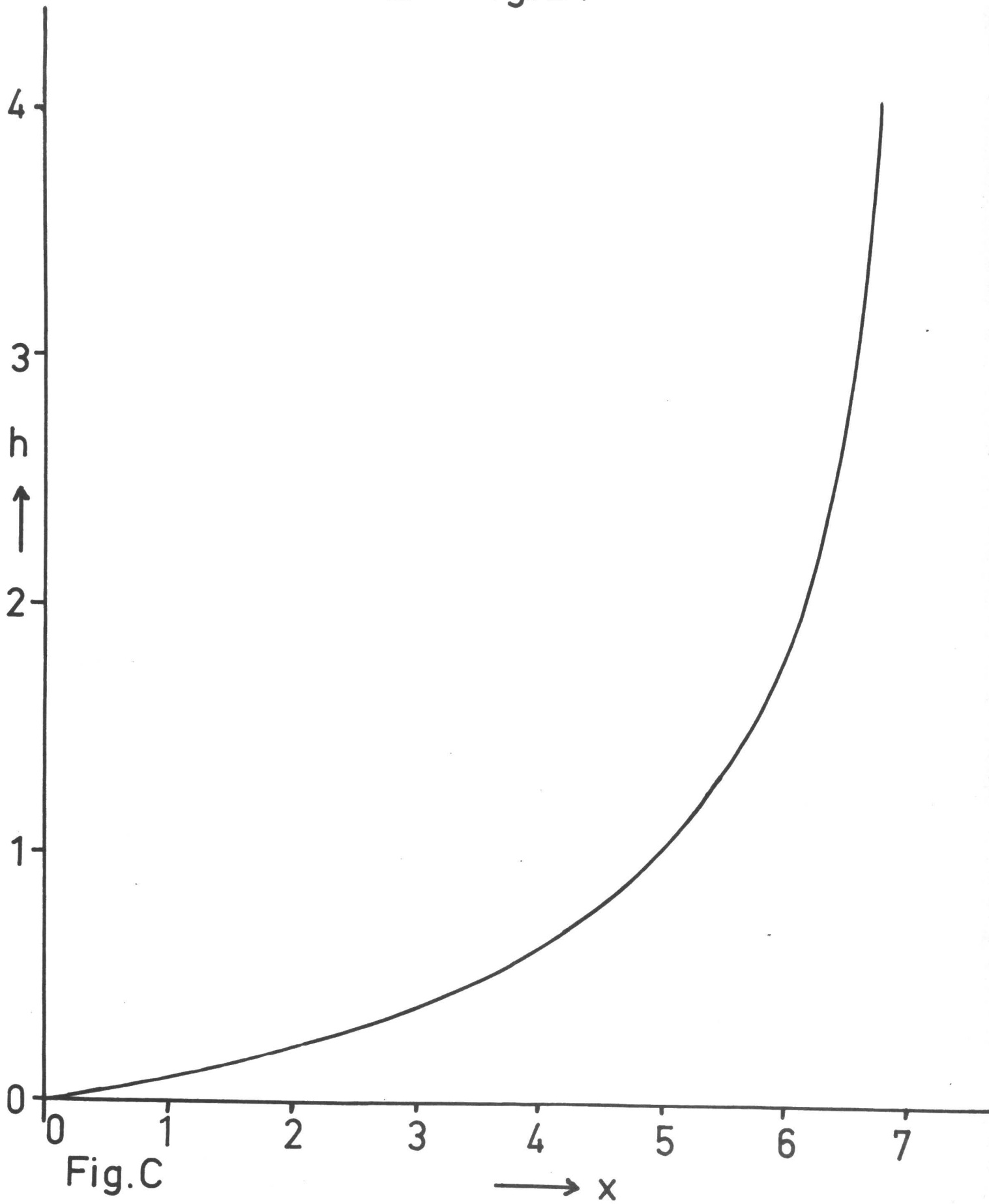


Fig. C

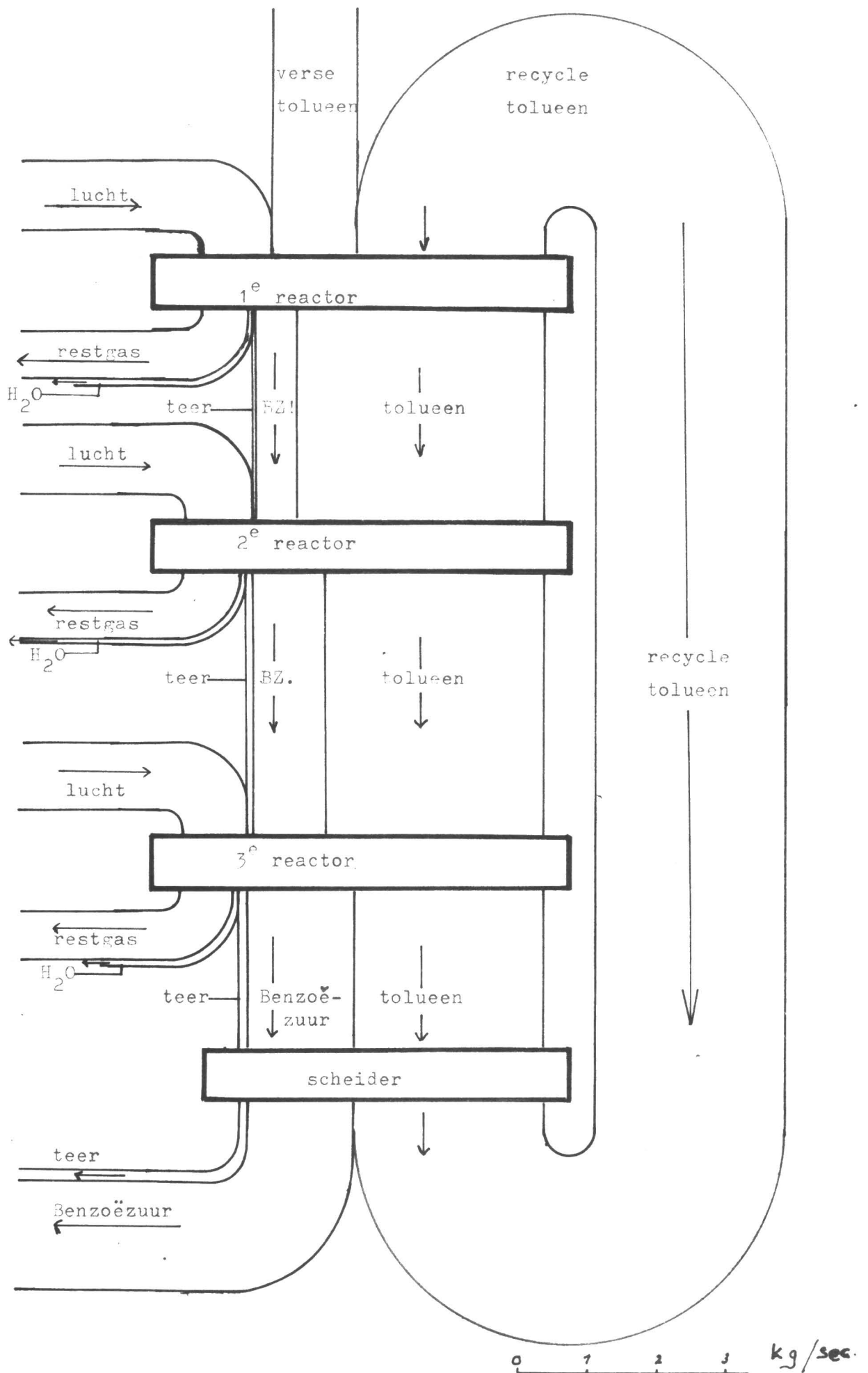


Fig. E.

massabolaans

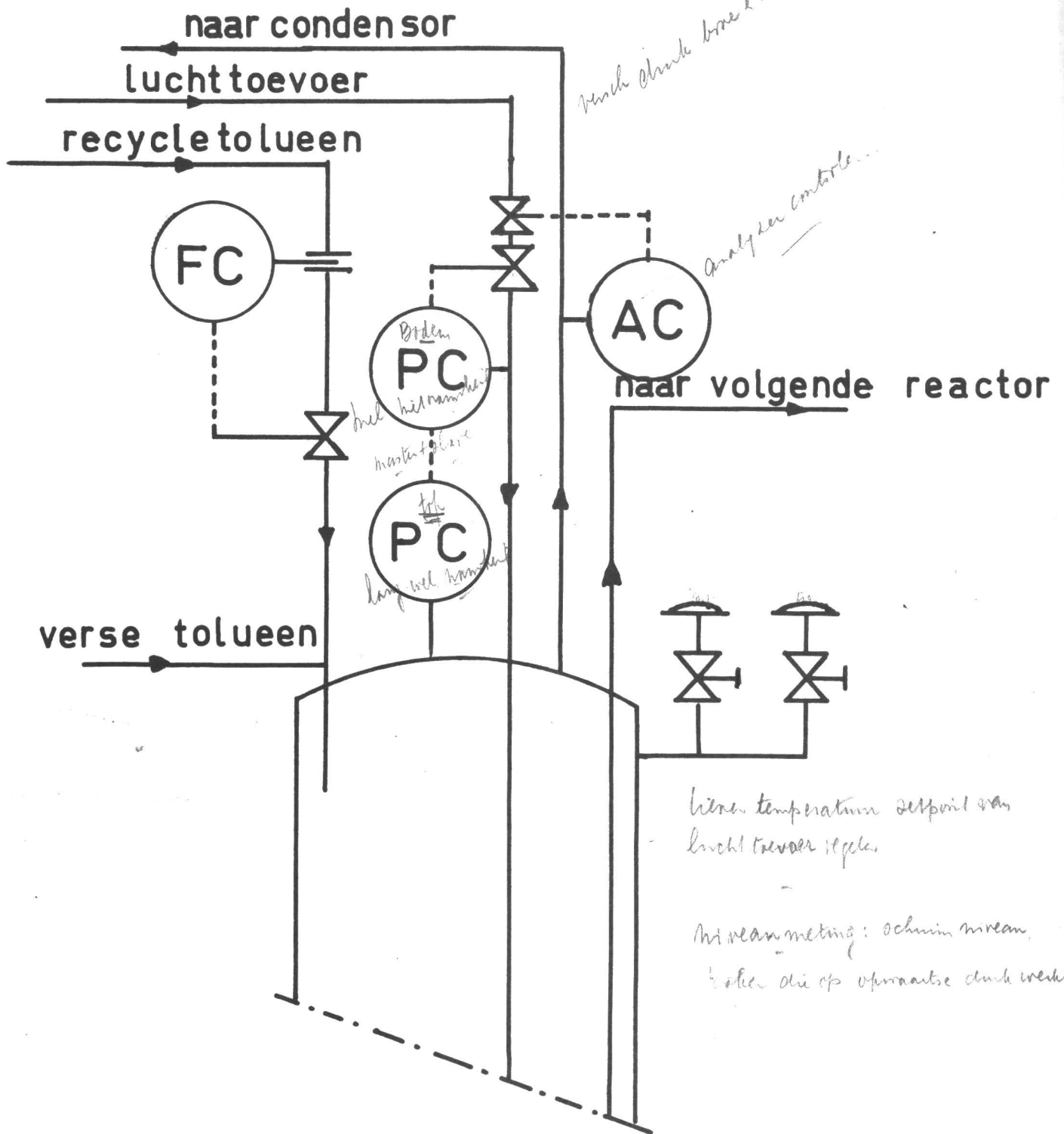
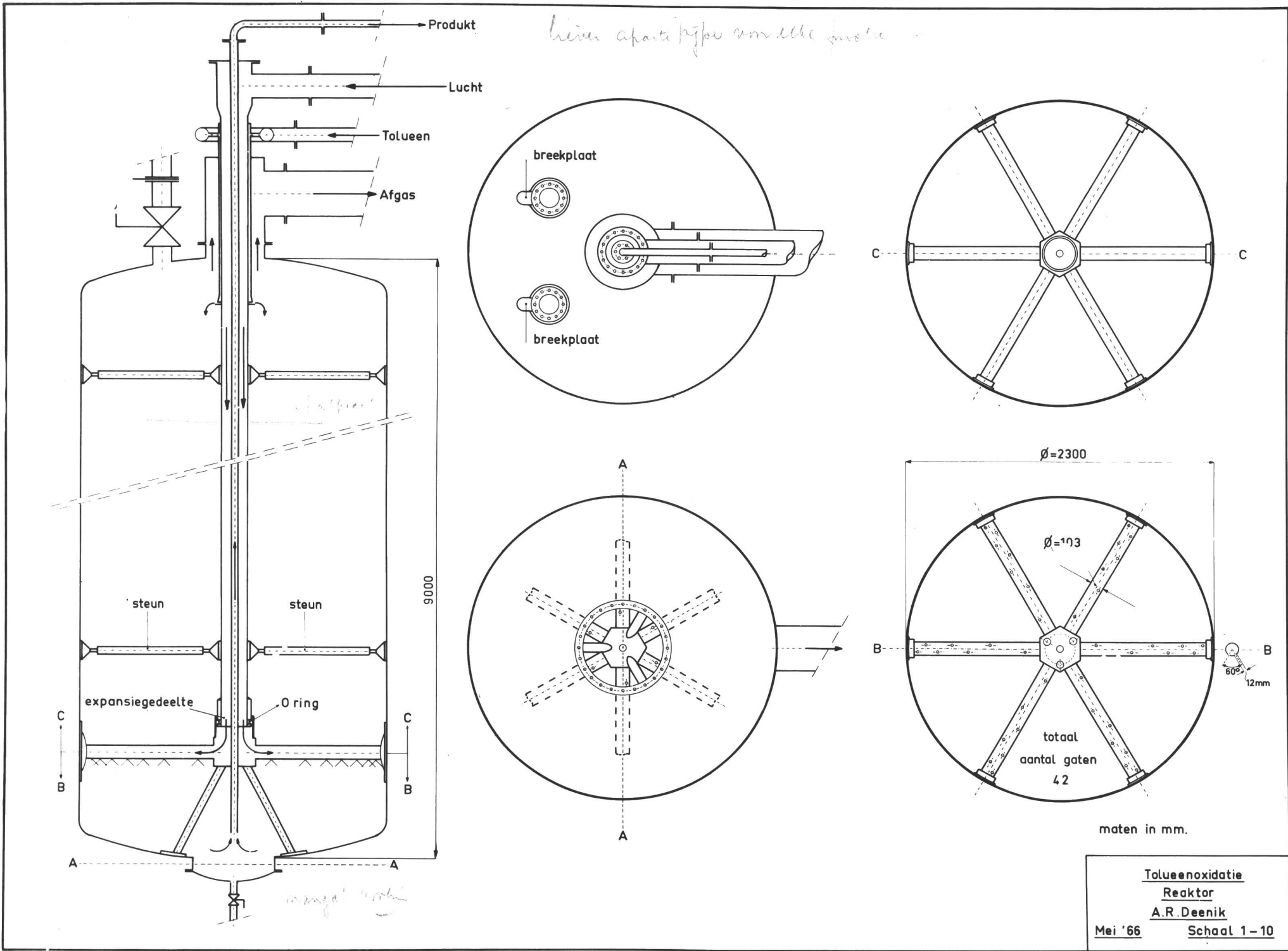


Fig. D

Detail top reactor

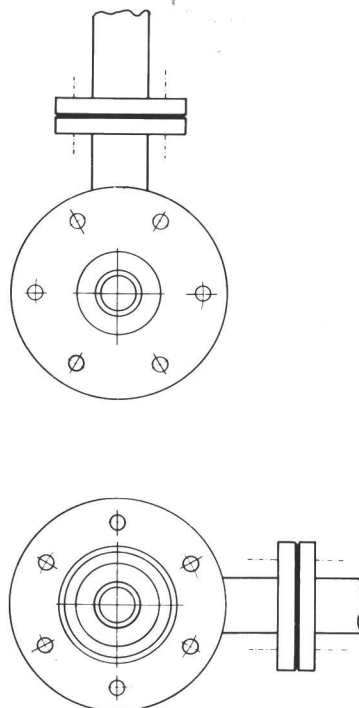
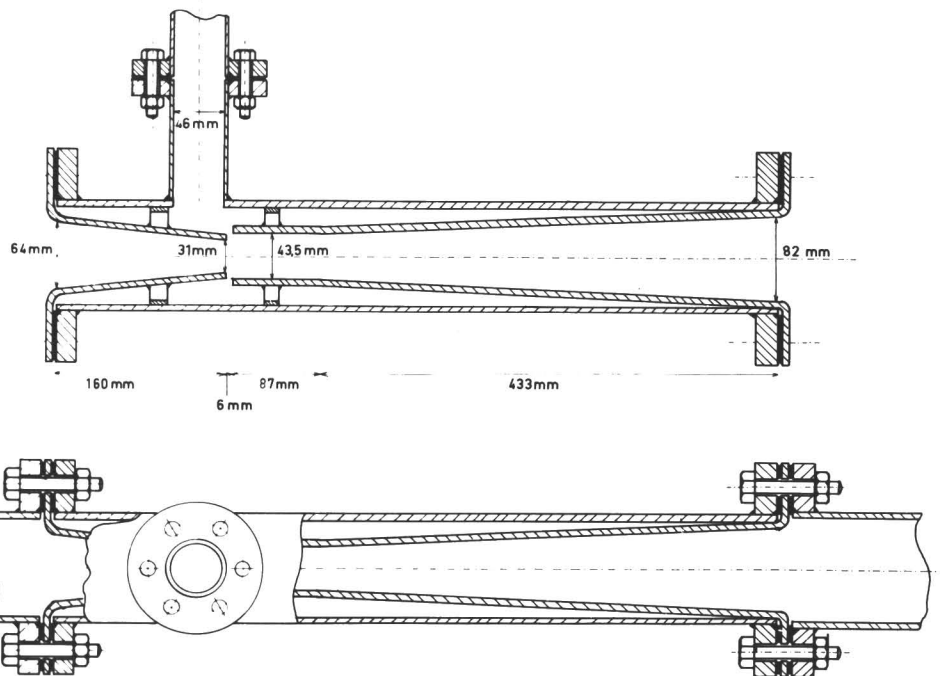
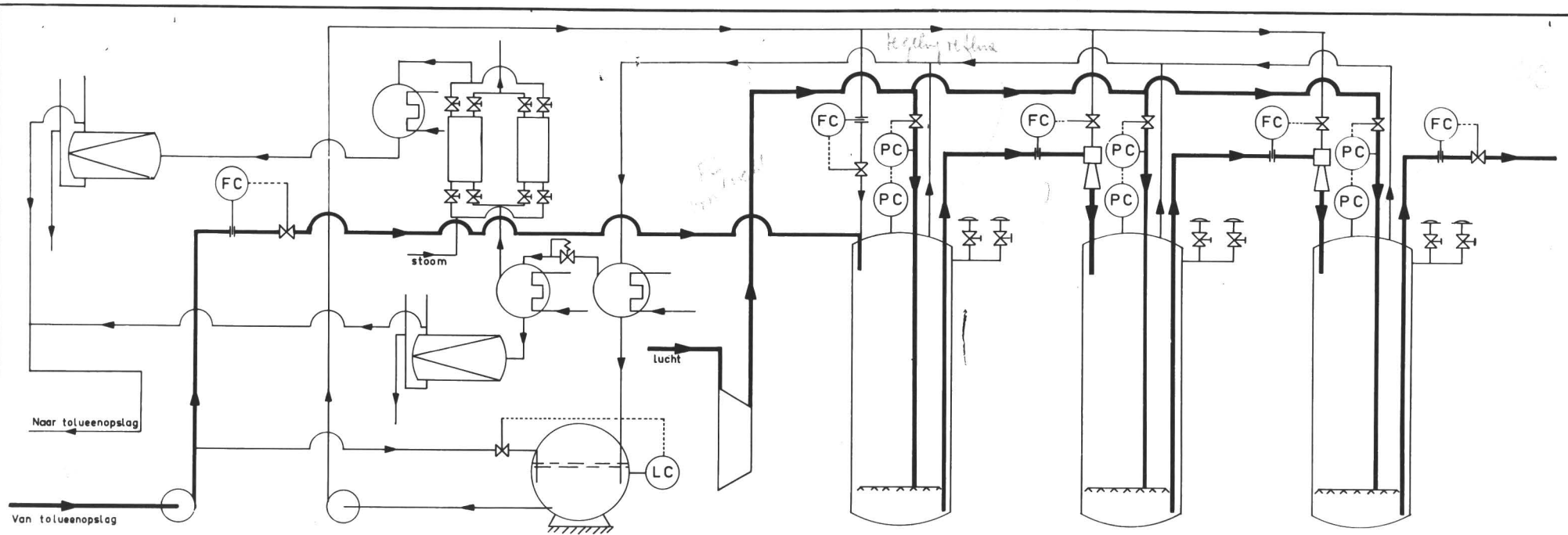


leven aparte pijp voor elke functie

staf

omgeving

Tolueenoxidatie
Reaktor
A.R. Deenik
Mei '66 **Schaal 1-10**



Litt. Chem Plant Design-1 F. Molyneux
London Butterworths 1963 blz.19 e. v.

H=drukval in inlaattubus
x=druk voor inlaattubus
P_z=druk voor zijinlaat = 3,9bar
r = Opp. keel/ Opp. inlaat = Q₁/Q₁
P₂ =druk uitlaat = 4,8bar
P₂ - x = 1/6 H (Litt.) x=5,0bar
H = x - P_z H=1,1bar

h=drukval H in meter water
r = $\frac{c^2}{V_1^2} 2gh + 1$ c=constante=0,96
r = 4,18 V₁ = inlaatsnelheid
gh = 1,1 x 10⁻²

lengte inlaattubus = 2 1/2 D₁ = 2,5 x 0,064 = 0,16m.

r x Q₁ = Q₁ D₁ = 0,064m. D₁ = 0,0313m.

Impulsverg. M₁V₁ + M₂V₂ = (M₁+M₂)V₃ V₃ = 10,73 m/sec.

8,45 x 14,65 + 4,26 x 3 = 12,71 V₃

V₃Q₃ = Q₁ = 0,016m³/sec. Q₁ = 0,0149m. D₁ = 0,0435m

Afstand inlaattubus - uitlaattubus = 1/2 (D₁ - D₂) =

= 1/2 (0,0435 - 0,0313) = 0,006m. Lengte keel = 2D₁ = 0,087m

Hoek diffusor = 2° 33'

Lengte diffusor = 1/2 (82 - 435) 10⁻² cotg 2° 33' = 0,433m.

Stroomschema
van
Tolueen oxidatie met lucht
Vloeistof - vloeistof pomp
J.E.Hille
Mei 1966