



Beschouwen wij een portie-gewijze destillatie, waarbij de hoeveelheid vloeistof die achterblijft in de kolom verwaarloosbaar is in vergelijking met de hoeveelheid vloeistof in het stelsel en de mate van verandering van het achterblijven van een component op een schotel verwaarloosbaar is in vergelijking met de hoeveelheid van die component die over die schotel vloeit.

Een totale differentiaal materiaal balans geeft dan:

$$dP = - dL$$

waarin  $P$  = het aantal Mol product en

$L$  = het aantal Mol vloeistof in de ketel.

Als  $x$  = de Mol fractie van de para-verbinding in de vloeistof, geeft een component balans:

$$x_p dP = - d(L dx_1)$$

$$x_p dP = - L dx_1 - x_1 dL$$

$$x_p dP = - L dx_1 + x_1 dP$$

$$\frac{dP}{L} = \frac{dx_1}{x_1 - x_p} \quad (1)$$

Voor het integreren van (1) is het nodig het verband te kennen tussen  $x_1$  en  $x_p$ .

De meest gebruikelijke manieren waarop de portie-gewijze destillatie uitgevoerd wordt zijn:

1. Met constante terugvloeiverhouding. Hierbij worden fracties aangenomen die gemiddeld de verlangde samenstelling hebben.

2. Met een variabele terugvloeiverhouding. Hierbij wordt een product van constante samenstelling verkregen, deze constante samenstelling is de verlangde samenstelling.

In het eerste geval blijft de helling van de werklijn constant. In het gebruikelijke  $x_d, x_v$  diagram worden dan voor verschillende aangenomen waarden voor  $x_p$  werklijnen onder deze hoek getrokken. De bij deze waarden voor  $x_p$  behorende waarden voor  $x_1$  worden dan gevonden door van het punt  $x_p$  op de diagonaal uitgaande een aantal trappen te tekenen gelijk aan het theoretische aantal schotels.

In het tweede geval bestaat de integrering van (1) uit een eenvoudige materiaal balans.

Naast de gegevens verkregen door het integreren van ( 1 ) is het belangrijk de vereiste hoeveelheid damp en de gemiddelde samenstelling van een geproduceerde fractie te kennen.

In het eerste geval kan de berekening van de vereiste hoeveelheid damp als volgt uitgevoerd worden:

$$V = \left( \frac{O}{P} + 1 \right) P \quad ( 2 )$$

waarin  $V$  = de hoeveelheid damp en

$O$  = de hoeveelheid die terugvloeit.

De gemiddelde samenstelling van een fractie wordt gegeven door:

$$x_{\text{gem.}} = \frac{L_1 x_1 - L_2 x_2}{L_1 - L_2} \quad ( 3 )$$

In het tweede geval hebben wij:

$$dV = dO + dP \quad \text{of}$$

$$dP = \left( 1 - \frac{dO}{dV} \right) dV$$

en uit de materiaal balans:

$$L x_1 = L_0 x_0 - ( L_0 - L ) x_p \quad \text{of}$$

$$L = \frac{L_0 ( x_0 - x_p )}{x_1 - x_p}$$

waarin  $L_0$  = het aantal Mol waarvan werd uitgegaan en

$x_0$  = de Mol fractie van de para-verbinding in de oorspronkelijke vloeistof.

Invullen van deze waarden in ( 1 ) geeft dan:

$$dV = \frac{L_0 ( x_0 - x_p )}{( x_1 - x_p )^2} \frac{dx_1}{\left( 1 - \frac{dO}{dV} \right)} \quad ( 4 )$$

Uit het gebruikelijke  $x_d, x_v$  diagram kan, door het trekken van werklijnen door het punt van de samenstelling  $x_p$  op de diagonaal onder verschillende hoeken en het aanbrengen van de trappenlijn, de betrekking tussen  $x_p, x_1$  en de helling van de werklijn  $dO / dV$ , verkregen worden. De vereiste hoeveelheid damp kan dan gevonden worden door het integreren van ( 4 ).

De fabricatie van para-dichloorbenzeen.

- - - -

### Inleiding.

De snel toegenomen productie van monochloorbenzeen gedurende de eerste wereldoorlog in de U.S.A. gaf als bijproduct o.a. het p-dichloorbenzeen waarvoor gebruik moest worden gezocht. Gedurende de periode 1920-1930 maakte de toepassing als anti-mot middel een snelle ontwikkeling door, terwijl gedurende de dertiger jaren het gebruik als desodoriserende stof opkwam (1). Tegenwoordig wordt p-dichloorbenzeen ook als hoofdproduct vervaardigd. Men laat chloor en benzeen met elkaar reageren, meestal in tegenwoordigheid van een katalysator. Uit het reactie product wordt het p-dichloorbenzeen gewonnen hetzij door kristallisatie, hetzij door gefractioneerde destillatie.

*Waar blijft de  
Lett. Studies?*

### Keuze van de apparatuur en het proces.

#### Het drogen van de benzeen.

Het chloor en de benzeen die bij de reactie gebruikt worden dienen beide zeer goed gedroogd te zijn, omdat bij de reactie HCl-gas vrijkomt dat met geringe hoeveelheden water sterk corroderend werkt, tenzij de apparatuur van speciaal zoutzuur bestendig materiaal vervaardigd is. In droge toestand is HCl ten opzichte van gewoon ijzer ongevaarlijk.

Het chloor geeft in vochtige toestand ook aanleiding tot corrosie, reden waarom het in droge toestand wordt afgeleverd.

De benzeen dient gedroogd te worden. Dit drogen wordt hier uitgevoerd met NaOH en niet met CaCl<sub>2</sub> uit economische overwegingen. Tijdens het proces is namelijk een NaOH-oplossing nodig, waarvoor de afgewerkte NaOH van de drooginstallaties gebruikt kan worden. Alleen op die plaatsen waarbij de te drogen vloeistof zeer vochtig is wordt zo nodig eerst met NaCl gedroogd, indien anders meer NaOH-oplossing geproduceerd wordt dan nodig is.

### De reactor.

Als werd gekozen een continue werkend apparaat als beschreven in (6). Voor een dergelijke continue reactor is de benodigde vloeroppervlakte klein in vergelijking met de batch-werkwijze, bovendien is hier de verhouding para-ortho zeer hoog (4:1) en is de reactor niet gepatenteerd. Batch-werkwijze wordt ook nog toegepast (3) en voor de bereiding van monochloorbenzeen (4) en (5). Andere continue reactors worden beschreven, voor de bereiding van monochloorbenzeen als hoofdproduct (4), één werkend bij het kookpunt van het reactie mengsel (4) en een experimentele reactor (5).

De gekozen reactor is voor zover kon worden nagegaan de enige continue werkende reactor die speciaal ontworpen is ter vervaardiging van p-dichloorbenzeen. De hiermede verkregen opbrengst is zeer hoog.

Deze reactor bestaat uit een gegoten ijzeren buis, aan de bovenzijde voorzien van een laag raschig ringen en een laag ijzerkrullen. In de laag ijzerkrullen worden de laatste resten chloor uit het uit de reactor opstijgende HCl-gas geabsorbeerd. Deze laag is voorzien van een thermometer, die dient ter indicatie van een mogelijke fout in het proces, zodra namelijk te veel chloor de reactor verlaat stijgt de temperatuur in de laag ijzerkrullen.

Benzeen wordt van onderen ingevoerd, chloorgas wordt door een ijzeren buis onderin geleid. Dit chloor dient goed gedistribueerd te worden om hoge lokaaltemperaturen te voorkomen, waardoor onvolledige chloorabsorptie optreedt en de para-ortho verhouding lager wordt. De ijzeren buis is daarom voorzien van vier glazen zijbuisjes, ieder weer voorzien van vier naar beneden gerichte glazen buisjes van 5 mm diameter. Deze constructie bleek bevredigend voor maximaal 4,2 ton per dag aan chloorverbruik. Deze chloor-distributor is van glas uitgevoerd omdat ijzeren pijpjes onbevredigend bleken te werken daar door corrosie verkorting optrad.

De hoge para-ortho verhouding wordt verkregen door milde reactie-omstandigheden te kiezen, waarbij

tevens de vorming van trichloorbenzeen wordt tegengegaan. Deze milde reactie-omstandigheden bestaan uit lage temperatuur ( $50^{\circ}\text{C}$ ), verdunning van de reagentia en aanwezigheid van een katalysator ( $\text{FeCl}_3$ , 0,2 %). De verdunning van de reagentia zou kunnen verkregen worden met behulp van  $\text{CCl}_4$ , doch hieraan zijn hoge kosten verbonden nodig voor de terugwinning door gefractioneerde destillatie. De chloreringsproducten van de reactie blijken goed te voldoen als verdunningsmiddel. Door deze verdunning wordt de reactie echter vertraagd hetgeen een diepe reactiezône nodig maakt.

De circulatie geschiedt door een afnemer, waarin zich een thermometer bevindt, aan de bovenzijde, vanwaar de vloeistof via een glazen inspectie-doos voorzien van een dichtheidsmeter door een neerwaartse buis geretourneerd wordt naar de benzeen inlaat. De recycling verloopt vanzelf door het  $\text{Cl}_2$  en  $\text{HCl}$ . De reactor en de neerwaartse buis zijn door een mantel omgeven waardoor koelwater stroomt teneinde de bij de reactie vrijkomende warmte af te voeren. Door deze mantel kan stoom geleid worden om de benzeen bij het begin van de reactie op te warmen tot de reactie-temperatuur.

Het afnemen van het product geschiedt via een overloop-inspectie-kamer, aangesloten op het circulatie systeem.

#### HCl absorptie.

De HCl absorptie <sup>vindt plaats</sup> in een Karbate absorptie apparaat. De daarin neergeslagen benzeen wordt herwonnen in een afscheider en het HCl uit de benzeen uitgewassen. Beide apparaten zijn vervaardigd van Karbate of staal beschermd door phenol-formaldehyde lak (Hostalit). Het uitwassen van het HCl dient om het NaOH verbruik laag te houden. Drogen van de benzeen geschiedt eveneens in zuurbestendige apparatuur.

#### Neutraliseren.

Het reactieproduct wordt met water gewassen, afgescheiden en gedroogd in zuurbestendige appara-

tuur. Het drogen eerst over NaCl en daarna over NaOH dient om de laatste resten HCl te verwijderen.

Vervolgens wordt het product gevoerd naar een tank waar een behandeling met een NaOH-oplossing plaats vindt bij verhoogde temperatuur. Deze behandeling dient om sporen alifatische chloriden die gedurende de destillatie zouden ontlede en aanleiding tot corrosie van de toren kunnen zijn te vernietigen, alsmede om labiele Cl-atomen of chloor dat door additie in plaats van substitutie heeft gereageerd te verwijderen, daar anders HCl gevormd zou worden in de destillatie toren.(4). De tank waarin deze behandeling plaats vindt is moeilijk te beschermen tegen HCl-corrosie wegens de verhoogde temperatuur waarbij gewerkt wordt, vandaar dat het HCl vooraf goed verwijderd werd.

#### Scheiding van benzeen en monochloorbenzeen van de dichloorbenzenen.

Descheiding van benzeen en monochloorbenzeen van de dichloorbenzenen vindt plaats doormiddel van batch-destillatie, daar de neutralisatie ook batch-rewijze plaats vindt.

#### Het winnen van het para-dichloorbenzeen.

Kristallisatie is de aangewezen methode om op eenvoudige wijze zuiver para-dichloorbenzeen te verkrijgen uit het mengsel van dichloorbenzenen. Het hier verkregen product heeft een voldoende hoge para-ortho verhouding om 70% van het para-gehalte door één kristallisatie te kunnen <sup>verhijpen bij</sup> afkoelen tot 15°C. Bij langzaam afkoelen tot deze temperatuur vindt geen insluiten van ortho plaats, zodat het niet nodig geacht werd de kristallen na het afdalen van de moederloog te verwarmen tot juist onder het smeltpunt zoals in sommige fabrieken wordt gedaan (4,6). Te meer daar dan nog altijd wat ortho aan de kristallen blijft kleven. Liever worden de kristallen met methylalcohol gewassen (2,6,7,), dat bij de gebruikte installatie rondgepompt kan worden. Onder de koelspiralen is een zeef rode aangebracht om de eventueel van de spiralen afvallende kristallen tegen te houden. Zo is ook op de

afvoer een zeefplaat aangebracht voor het opvangen van de kristallen die beneden de zeefplaat zijn ontstaan. Na het aflaten van de methylalcohol worden de laatste resten daarvan onder vacuüm verwijderd.

De moederloog wordt in de tweede destillatiekolom aan een gefractioneerde destillatie onderworpen bij verminderde druk. Afgescheiden wordt een fractie voor rekristallisatie en een fractie voor herdestillatie, terwijl de rest als onzuiver ortho-dichloorbenzeen verhandeld wordt.

De methylalcohol wordt in de tweede destillatie kolom, hoewel niet voor dit doel ontworpen, bij gewone druk afgedestilleerd en herwonnen.

#### Beschrijving van het proces.

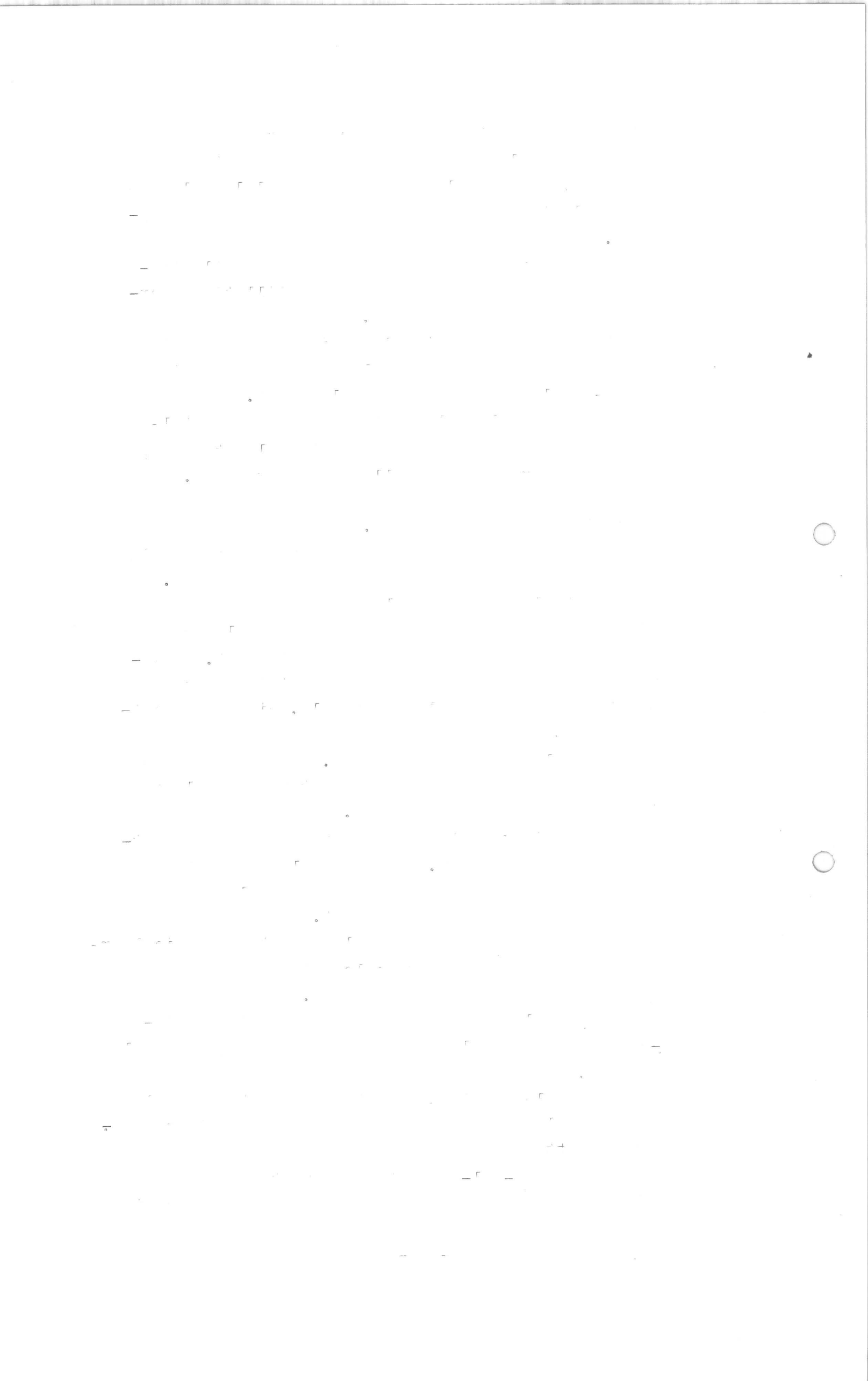
De benzeen wordt gedroogd door gedurende enige uren rond te pompen via een overloop over NaOH. Deze installatie is dubbel uitgevoerd, zodat een nieuwe portie gedroogd kan worden terwijl droge benzeen uit de andere tank verbruikt wordt. De afvoer van de NaOH slurrie naar een kleine wachttank wordt door een controleur geregeld. Uit deze wachttank wordt de NaOH naar een voorraadtank gepompt door middel van een tandradpomp. De droge benzeen gaat via de overloop naar de reactor, de snelheid is met een rota-meter gemeten.

Het chloor gaat via een verdamper en een meetflens naar de reactor. Voor het chloor zijn twee tanks aangebracht, zodat de een bijgevuld kan worden terwijl de andere gebruikt wordt.

In de reactor wordt gechloreerd tot 75% dichloorbenzeen, daar bij verdere chlorering afzetting van para in de afgas leiding optreedt.

De katalysator wordt in de eerste inspectie-doos toegevoegd als suspensie in benzeen, een maal per uur.

Het HCl-gas uit de reactor passeert een koeler om een deel van de meegevoerde benzeendamp te condenseren, ~~de~~ benzeen wordt teruggevoerd naar de reactor. In het Carbate-HCl-Absorptie apparaat wordt weer meer benzeen neergeslagen, deze benzeen wordt afgescheiden





in een afscheider, uitgewassen en gedroogd over NaCl en NaOH en teruggevoerd naar de reactor, via de benzeenleiding en de rota meter vanuit een wachttank. De NaOH-slurrie wordt via een wachttank gepompt naar de NaOH-tank.

Het product wordt via een meetflens gevoerd naar de mengketel, waar menging met een gelijke hoeveelheid water plaatsvindt, afgescheiden in een afscheider, gedroogd (ter neutralisatie) over NaCl en NaOH en gevoerd naar de tank waarin met NaOH verwarmd wordt. De afscheider is van onderen voorzien van een aftap-inrichting waar eventueel gehydrolyseerd  $\text{FeCl}_3$  verwijderd kan worden.

De ruwe chlorobenzenen worden gedurende 24 uur onder roeren verwarmd op ca  $80^\circ\text{C}$  met een sterke NaOH-oplossing. Vervolgens worden benzeen en monochloorbenzeen afgedestilleerd en teruggepompt via de drooginstallatie naar die benzol tank die niet in gebruik is voor het leveren van benzol voor de reactie.

De dichloorbenzenen worden naar de kristallisator gepompt, waar langzaam wordt afgekoeld tot  $15^\circ\text{C}$  gedurende 48 uur, daarna wordt de moederloog afgelaten in een wachttank en de kristallen goed gewassen met methylalcohol door rondpompen. De methylalcohol-oplossing wordt bij gewone druk in de tweede destillatie-kolom afgedestilleerd en naar de voorraadtank geretourneerd.

De laatste resten methylalcohol worden van de kristallen verwijderd door vacuum, deze methylalcohol wordt zoveel mogelijk door koelen met pekkel teruggewonnen.

Door stoom door de spiralen van de kristallisator te zenden wordt het product gesmolten, vervolgens afgefiltreerd om ijzerroest te verwijderen en via een "flake drum" in vlokken verdeeld.

De moederloog wordt tezamen met de rest van de methanol-oplossing aan een gefractioneerde destillatie onderworpen bij 100 mm Hg-druk en gescheiden in drie fracties:

1e fractie, 80% para, bestemd voor rekristallisatie  
2e fractie, 55% para, bestemd voor herdestillatie  
Rest, ter verhandeling als onzuiver ortho-dichloorbenzeen.

*Handwritten note:*  
Aan  
Geest heeft 200  
gemaakt

Op deze wijze werkend kan het gehalte aan meta-  
-dichloorbenzeen in de kristallisator steeds oplopen,  
zodat het na verloop van tijd wenselijk kan zijn voor  
een maal alle moederloog te verwijderen en niet verder  
te verwerken.

De productie zal 40 ton per maand bedragen.

Het verbruik aan benzeen 44,3 ton per maand, 5%  
verlies inbegrepen.

Het verbruik aan chloor 68,6 ton per maand.

*Wie wordt  
gefractioneerd?*

Berekening van de tweede destillatie-kolom. (8,9)

Verwacht wordt dat het mengsel dat in deze destillatie-kolom aan een gefractioneerde destillatie wordt onderworpen zal bestaan uit ortho- en para-dichloorbenzeen, met een verwaarloosbare hoeveelheid meta-dichloorbenzeen en dat het gehalte aan de para-verbinding 54,5 Mol.% zal bedragen. Bij deze berekening wordt dit mengsel als binair beschouwd.

Noemen wij  $P_x$  de kookdruk van de para-verbinding (de meest vluchtige) bij een bepaalde temperatuur  $t$  en  $P_y$  de dampdruk van de ortho-verbinding bij dezelfde temperatuur, dan geldt voor de afhankelijkheid van de partiële drukkén van het gehalte  $x_v$  Mol.% aan de para-verbinding in de vloeistof, voor constante kooktemperatuur de volgende betrekkingen:

$$p_x = \frac{x_v}{100} P_x \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (1)$$

$$\text{en } p_y = \frac{100 - x_v}{100} P_y \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (2)$$

De totaaldruk  $p$  wordt dus:

$$p = p_x + p_y = \frac{x_v}{100} P_x + \frac{100 - x_v}{100} P_y \quad . \quad . \quad . \quad (3)$$

Het rectificeer-proces wordt uitgevoerd bij constante kookdruk, noemen wij nu  $P_{x_1}$  de bij een bepaalde kooktemperatuur  $t_1$  behorende kookdruk van de para-verbinding en  $P_{y_1}$  de bij dezelfde temperatuur behorende kookdruk van de ortho-verbinding, dan volgt uit (3) voor de vloeistofconcentratie  $x_v$  Mol.% bij temperatuur  $t_1$ :

$$x_v = \frac{p - P_{y_1}}{P_{x_1} - P_{y_1}} \cdot 100 \quad . \quad . \quad . \quad (4)$$

Voor de concentratie van de damp  $x_{d_1}$  Mol.%, die bij koken bij de temperatuur  $t_1$  uit de vloeistof met de samenstelling  $x_v$  ontstaat:

$$x_{d_1} = \frac{P_{x_1}}{p} \cdot x_v \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (5)$$

Als wij de waarden van  $P_x$  en  $P_y$  voor verschillende temperaturen kennen, kunnen wij  $x_v$  en  $x_d$  voor die temperaturen berekenen.

Te dien einde zijn enkele bekende waarden van  $P_x$  en  $P_y$  in Fig.1 grafisch uitgezet. Aangezien wij het destillatie-proces gaan uitvoeren bij 100 mm Hg-druk zijn voor ons doel alleen bruikbaar die gedeelten van de krommen gelegen tussen de lijnen AB en CD. Met behulp van (4) en (5) krijgen wij het in Fig.2 getekende verband tussen de samenstelling van de vloeistof en de bij deze vloeistof behorende damp-samenstelling bij koken bij 100 mm Hg-druk.

Bij de berekening van het aantal benodigde ~~platen~~ stellen wij de verdampingswarmte van het mengsel onafhankelijk van de samenstelling daarvan. Daeruit volgt dat de hoeveelheid in Mol. uitgedrukt die op een bepaalde plaat condenseert gelijk is aan de hoeveelheid die daar verdampt.

Stellen wij de hoeveelheid damp die tussen twee platen in een bepaalde doorsnede opstijgt D Mol./uur, de hoeveelheid vloeistof die terugvloeit V Mol./uur en de hoeveelheid product P Mol./uur, dan geldt:

$$D = V + P \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (6)$$

en als  $x_d$ ,  $x_v$  en  $x_p$  het para-gehalte in Mol.%, respectievelijk in de damp, de vloeistof en het product voorstelt:

$$Dx_d = Vx_v + Px_p \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (7)$$

Uit (6) en (7) volgt:

$$x_d = \frac{V}{P + V} \cdot x_v + \frac{P}{P + V} \cdot x_p \quad . \quad . \quad . \quad (8)$$

Noemen wij  $\frac{V}{P} = v$  (de refluxverhouding) dan gaat (8) over in:

$$x_d = \frac{v}{v + 1} \cdot x_v + \frac{1}{v + 1} \cdot x_p \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (9)$$

Deze vergelijking stelt een rechte voor, daar alleen  $x_d$  en  $x_v$  veranderlijken zijn, de versterkingsrechte. Met behulp van deze versterkingsrechte kan de samenstelling van de, van een plaat opstijgende damp bepaald worden, als de samenstelling van de vloeistof gegeven is die naar de plaat toestroomt. Is nu nog de

*Schets*  
*bered.*

*Sum*  
*Het midden!*

betrekking tussen de concentraties in de van een plaat opstijgende damp en de van dezelfde plaat aflopende vloeistof bekend, dan is het mogelijk om de samenstelling van de damp en de vloeistof in de gehele kolom te vervolgen. Deze betrekking wordt ons gegeven door de evenwichtskromme, indien wij aannemen de vloeistof op een plaat homogeen is en dat volkomen warmte- en stofuitwisseling plaats vindt.

*Aantal theoretische platen*

Tekenen wij nu deze evenwichtskromme en de versterkingsrechte in één figuur (zie Fig.4) dan kunnen wij hieruit het theoretisch benodigde aantal platen bepalen. We nemen hierbij aan dat de terugloopcondensator alle damp neerslaat, zodat hier geen verrijking van de damp plaatsvindt. De samenstelling van het product stellen wij  $x_p$  (snijpunt van de versterkingsrechte met de diagonaal) punt A, (met vloeistofsamenstelling  $x_p$ ), deze samenstelling geldt dus ook voor de van de bovenste plaat opstijgende damp  $x_{d_0}$ , aangegeven door de ordinaat-waarde van punt A. Het punt la geeft het verband tussen de concentratie van de van de bovenste plaat opstijgende damp en de van deze plaat aflopende vloeistof  $x_{v_1}$ . De ordinaat-waarde van het punt lu op de versterkingsrechte geeft het gehalte  $x_{d_1}$  van de damp die van de tweede plaat opstijgt. Deze damp staat in evenwicht met de van de tweede plaat afstromende vloeistof van de samenstelling  $x_{v_2}$ , gegeven door punt 2a. Op deze wijze worden de punten 2u, 3a, enz. getekend. De abscis van punt 5a geeft de samenstelling van de in de ketel aanwezige vloeistof.

Het theoretische aantal platen  $n_t$  wordt nu gegeven door het aantal op de versterkingsrechte liggende hoekpunten lu, 2u, enz., die men verkrijgt als men een trappenlijn tussen de evenwichtskromme en de versterkingsrechte tekent van punt A uitgaande tot de concentratie  $x_k$  van de vloeistof in de ketel.

*Neers  
die op de  
kromme bij*

De verhouding tussen ~~de theoretische verrijking~~ *de werkelijke verrijking en de* (bij volkomen menging en volkomen uitwisseling) noemen wij de versterkingsverhouding  $s$ . Deze  $s$  is afhankelijk van de concentratie. De gemiddelde versterkingsverhouding  $s_m$  ligt meestal tussen 0,6 en 0,8. Het werkelijk benodigde aantal platen  $n$  wordt nu

*Stelend*

gegeven door:

$$n = \frac{n_t}{s_m} \dots \dots \dots (10)$$

De kleinste refluxverhouding wordt genoemd die refluxverhouding waarbij het aantal platen oneindig groot is en waarbij dit aantal een eindige waarde aanneemt bij een minimale vergroting van deze refluxverhouding.

*Wat is de  
vrij?*

De bij deze kleinste refluxverhouding behorende versterkingsrechte wordt gegeven door de lijn AC in Fig.2, waarbij het punt C gegeven is door de evenwichtskromme en de samenstelling van de vloeistof bij het begin der destillatie (54,5 Mol.% para). Deze refluxverhouding  $v_m$  is dus: (uit (8).)

$$v_m = \frac{x_p}{OB} - 1 \dots \dots \dots (11)$$

We hebben aangenomen voor  $x_p = 90$  Mol.%.

We vinden dan voor  $OB = 9,4$ , dus  $v_m = 9,6$ .

De werkelijke refluxverhouding vinden uit het afwegen van de kosten van het bedrijfsmiddelenverbruik en de aanschaffingskosten. De gunstigste refluxverhouding is in het algemeen 1,3 - 5 maal de kleinste refluxverhouding. Stellen we deze factor 1,5, dan vinden wij voor de werkelijke

refluxverhouding  $v = 14,4$ .

De afstand OB wordt dan (11) :  $OB' = 5,8$ .

Door A en B' is dan de versterkingsrechte bepaald. Het gebied tussen A en C is in Fig.3 op grotere schaal getekend, daarin is ook de trappenlijn aangebracht. Wij vinden 20 hoekpunten op de versterkingsrechte, zodat het theoretische aantal platen  $n_t = 20$ . Als wij  $s_m$  uit (10) gelijk gesteld wordt aan 0,7 dan wordt het werkelijke aantal platen  $n = 29$ .

Voor de berekening van de diameter en de hoogte van de fractionneerkolom wordt toegepast de volgende formule voor de dampnelheid:

$$U = Kv \sqrt{\frac{f_1 - f_2}{f_1}}, \text{ waarin}$$

$U$  = de dampnelheid in ft/sec.

$f_1$  = de dichtheid van de vloeistof bij de tempe-

peratuur van de kolom.

$\rho_2$  = de dichtheid van de damp bij de temperatuur van de kolom.

Kv = een constante, afhankelijk van de plaatafstand en de hoogte van het vloeistofslot op de platen.

Als waarde van  $\rho_1$  is aangenomen 1,38.

De waarde van  $\rho_2$  is berekend uit :

$$\rho_2 = M \cdot \frac{P}{760} \cdot \frac{273}{T} \cdot \frac{1}{32400}, \text{ waarin:}$$

M = het moleculair gewicht = 147

P = de druk waarbij gefractionneerd wordt = 100 mm Hg.

T = de temperatuur waarbij gefractionneerd wordt = 383°K.

Hieruit volgt voor  $\rho_2 = 0,00062$ .

Als plaatafstand werd gekozen 12'' en als hoogte van het vloeistofslot 1'', de waarde voor Kv bedraagt dan 0,07-0,09, bij de berekening gesteld op 0,08.

Voor de dampnelheid volgt dan:

U = 3,77 ft/sec., dit is 1,15 m/sec.

De charge van de destillatie kolom bedraagt ca 4,5 ton, als we aannemen dat daarvan 3 ton afgedestilleerd moet worden in 24 uur tijd, bij een refluxverhouding van 14,5, dan dient per sec. aan damp door een doorsnede te gaan:

$$\frac{15,5 \cdot 3}{0,00062 \cdot 24 \cdot 3600} = 0,858 \text{ m}^3/\text{sec.}$$

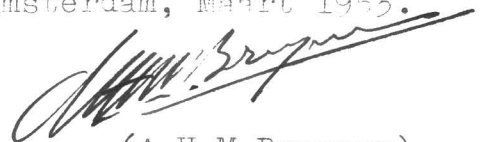
We vinden dan voor de oppervlakte van de doorsnede:  $0,858/1,15 = 0,757 \text{ m}^2$ , waaruit volgt voor de diameter:

$$d = 0,981 \text{ m.}$$

De hoogte van de kolom wordt bij 29 platen op een afstand van 12'' ca  $30 \cdot 12'' = 360''$ , dit is:

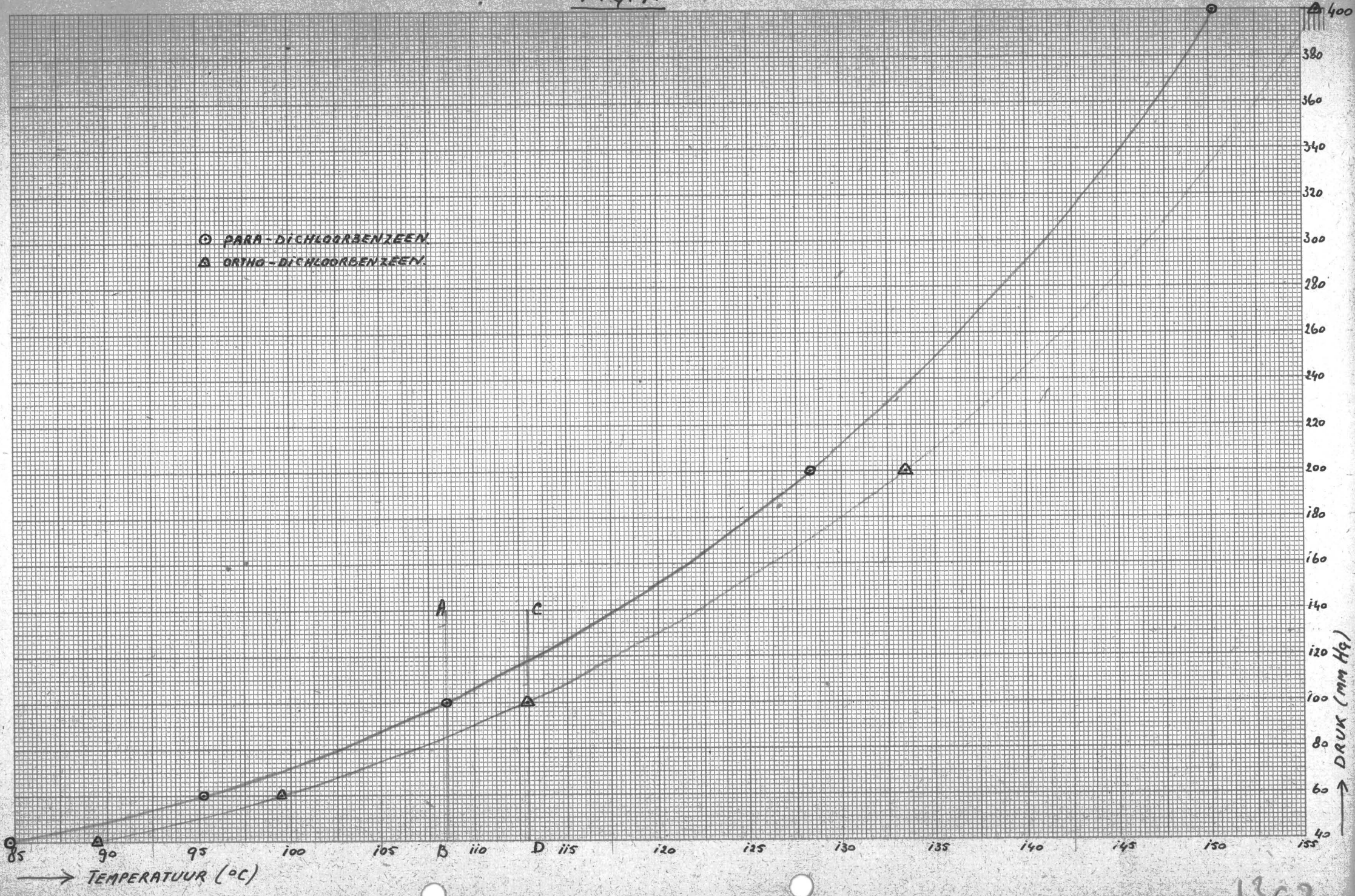
$$h = 9,15 \text{ m.}$$

Amsterdam, Maart 1953.



(A.H.M. Brugman).

Fig. 1.



1392.



Fig. 2.

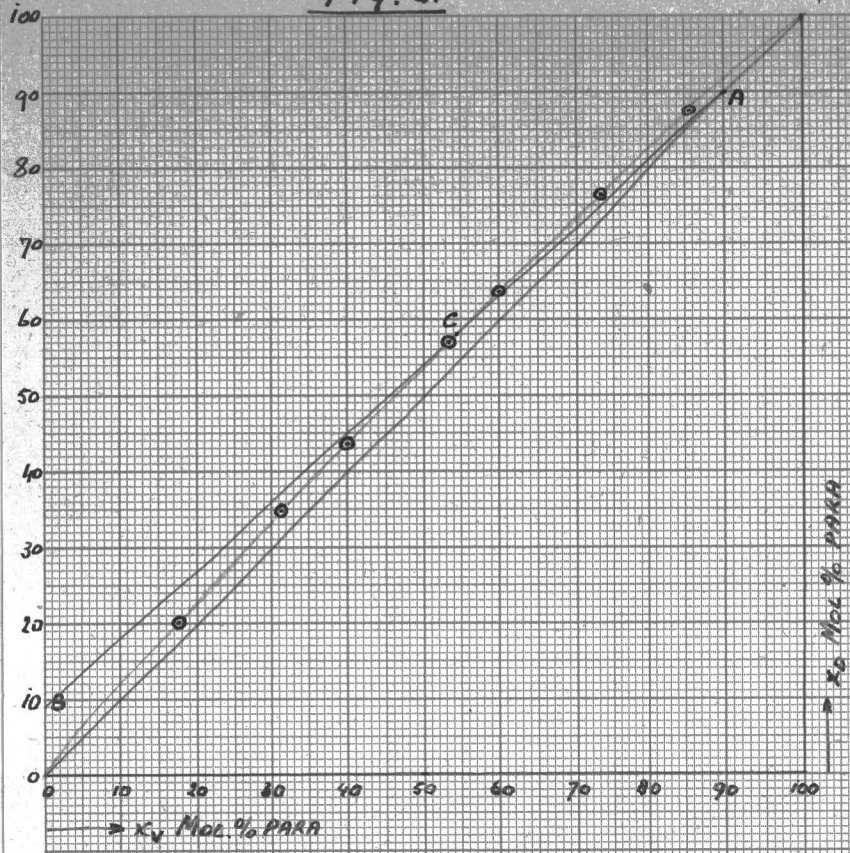


Fig. 3.

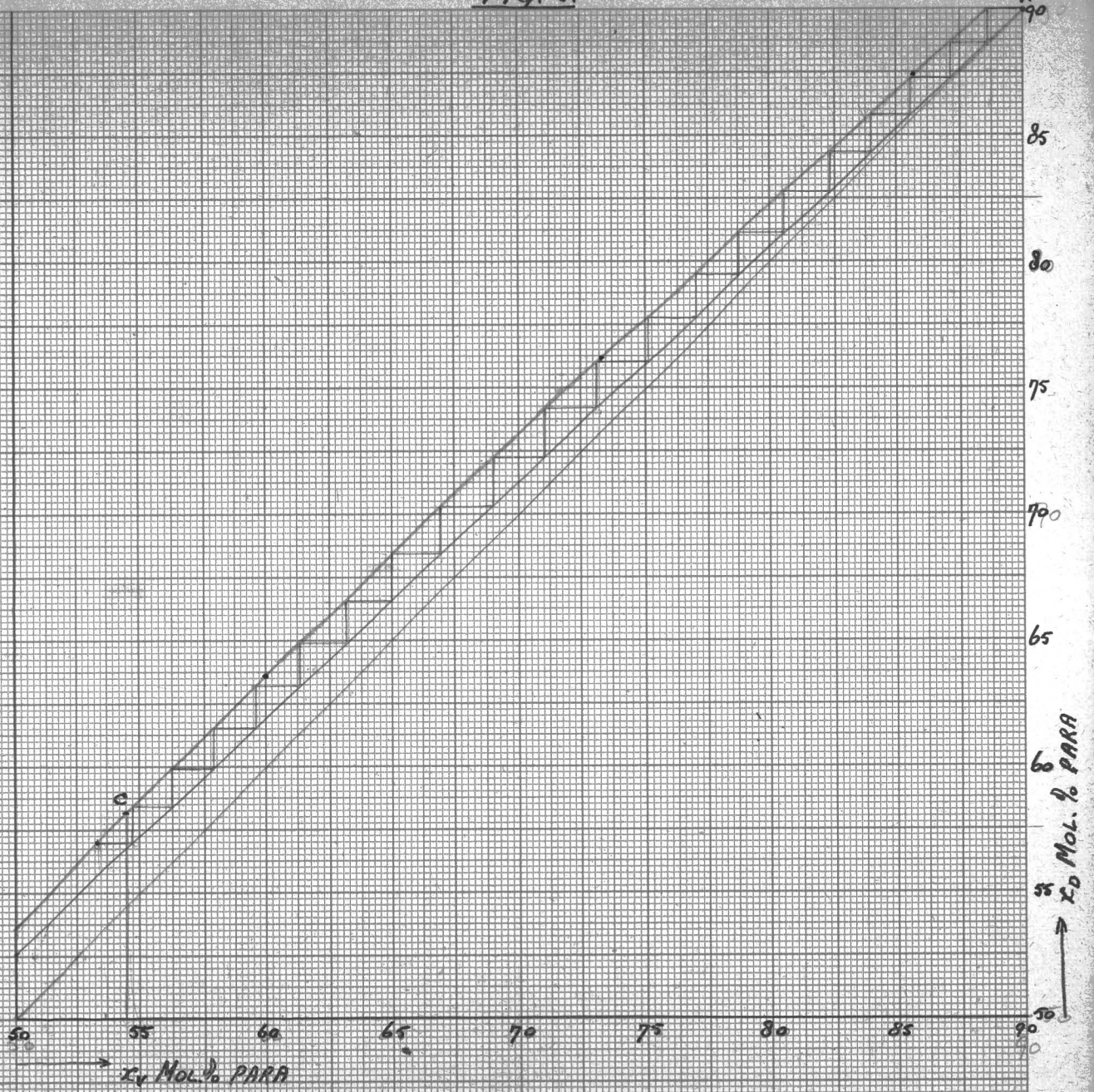


Fig. 4.

