

CHEMISCH WEEKBLAD

ORGAAN VAN DE NEDERLANDSCHE CHEMISCHE VEREENIGING EN VAN DE VEREENIGING VAN DE NEDERLANDSCHE CHEMISCHE INDUSTRIE

Hoofdredacteur: Dr. W. P. JORISSEN, Leiden, Hooge Rijnwijk 15, telefoon 24939, postrekening 3569.

Redactie-bureau: 's-Gravenhage, Willem Witsenplein 6, telefoon 774520.

Redactie-Commissie: Dr. A. Bloemen (secretaris), Dr. C. Groeneveld, Dr. Ir. J. A. M. van Liempt
Dr. T. van der Linden en M. D. Rozenbroek.

N.V. D. B. CENTEN's Uitgevers-Maatschappij, Amsterdam-C., O.Z. Voorburgwal 115, telefoon 48695, postrekening 39514.

INHOUD: Mededeelingen van het Secretariaat — Chemisch Jaarboekje der Nederlandsche Chem. Vereeniging. — Aangeboden betrekkingen, werk, subsidies, enz. — Gevraagde betrekkingen. — J. A. Platte en G. H. de Vries, Semi-technische proefnemingen aangaande een werkwijze voor het kristalliseeren van suikerooplossingen in continu-bedrijf. — Hoofdcommissie voor de Normalisatie in Nederland: Ontwerp-normaalbladen, Minerale oliën. — Personalialia, enz. — Ter bespreking ontvangen boeken. — Vraag en aanbod. — Economische berichten.

MEDEDEELINGEN VAN HET SECRETARIAAT DER NEDERLANDSCHE CHEMISCHE VEREENIGING (Willem Witsenplein 6, 's-Gravenhage, telefoon 774520, postrekening 7680).

Veranderingen en aanvullingen aan te brengen in de ledenlijst 1939.

- Blz. 28: Bevervoorde—Deerns (Mevr. Ir. W. M. Engelbert v.), Batavia-C., Java (N. O.-I.), Lembangweg 16.
 „ 30: Bolt (Dr. C. C.), Oss (N.-Br.), Kruisstraat 132.
 „ 35: Colthoff (Ir. P. J. G.), Pladjoe, Sum. (N. O.-I.), c. o. B. P. M.
 „ 36: Dam (B. van), techn. stud., Hoogeveen, Bentinckslaan 82, scheik.-bact. Coöp. zuivelfabr.
 „ 45: 's-Gravesande (dra. J. S. M. L.), Leiden, Plantsoen 9 b.
 „ 48: Heerman (Fr. J. M. A.), Amsterdam-Z., v. Eeghenlaan 10 boven, scheik. b. h. chem. en verftechn. lab. dir.; Dr. J. Rinse en W. Dorst.
 „ 50: Hoefelman (Ir. J. M.), Amsterdam-C., Prinsengracht 704.
 „ 56: Kappelmeier (Dr. C. P. A.), Oegstgeest, Ch. de Bourbonlaan 15.
 „ „: Kelder (Ir. H. P.), Soengei Gerong bij Palembang, Sum. (N. O.-I.), ing. b. d. N. K. P. M.
 „ 60: Kuyper (J. A.), chem. cand., Amsterdam, Harmoniehof 20.
 „ 61: Lee (drs. P. J. van der), Ede, 1-1-22 R. I.
 „ 69: Nie (Dr. W. L. J. de), Huizen, Naarderstraatweg 268, scheik. b. d. B. P. M.
 „ 70: Niermeyer (Ir. J.), Bilthoven, Verhulstlaan 24.
 „ 73: Pels (drs. P. S.), Amersfoort, Joh. v. Oldenbarneveltlaan 42, scheik. b. d. N.V. Polak's Frutal Works.
 „ 75: Proost (drs. W.), Blaricum, Berkenlaan 6, ass. dir. N.V. Centr. Ammoniakfabr. te Weesperkarspel.
 „ 77: Röder (Dr. H. L.), Bennekom, Dikkenbergweg 10.
 „ 83: Smit (Ir. G. B.), Arnhem, Sw. de Landasstraat 53, ing. b. d. Kema.
 „ „: Smit (Ir. J. G.), Poelau Radja (N. O.-I.), ing. b. d. Cultuur-Mij. „Amsterdam”.
 „ 86: Takes (Ir. H. V.), Rijswijk (Z.-H.), Broekslootkade 51.
 „ 87: Tusschenbroek (Dr. M. J.), Haarlem, Louise de Coligny-laan 5.
 „ 94: Weijers (drs. M.), Heerlen, Honingmanstraat 31.
 „ 96: Witte (drs. C. H. D.), Amersfoort, Lombokstraat 15, scheik. b. d. N.V. Polak's Frutal Works.

De Secretaris en de Commissie T. en C. houden in Augustus geen spreekuur. De Secretaris zal echter na voorafgaand overleg gedurende dien tijd te spreken zijn.

Dr. T. VAN DER LINDEN.
den Haag, telefoon 721636 (na 6 u. n.m.).

Chemisch Jaarboekje der Nederlandsche Chemische Vereeniging.

Deel III^B: Boekenlijst.

Achttiende druk, 1939, 522 pp., voor de Ned. Chem. Vereeniging uitgegeven door D. B. Centen's Uitgevers-Mij. N.V., O.Z. Voorburgwal 115, Amsterdam-C.

Deze 18^{de} druk is bewerkt door Ir. A. Slingervoet Ramondt en bevat ongeveer 13500 titels van boeken, verschenen na 1890. Het aantal der vermelde bibliotheken is 65.

Het is een zaak van belang voor de gebruikers, dat opgemerkte *onjustheden* zoo spoedig mogelijk aan Ir. Slingervoet Ramondt, den Helder, worden medegedeeld. Zij zullen in het Chemisch Weekblad worden opgenomen.

Aangeboden betrekkingen, werk, subsidies, enz.**)

Gevraagd voor spoedige indiensttreding een scheikundig ingenieur voor bedrijf en laboratorium, liefst met kennis van asphalt en verwante artikelen. Zie verder de adv. in No. 30.

* * *

Een jong technoloog gevraagd voor direct, voor onderzoek en berekeningen op koeltechnisch gebied hoofdzakelijk ten behoeve van een buitenlandsche fabriek. Talenkennis strekt tot aanbeveling. Sollicitaties uitsluitend schriftelijk onder vermelding van opleiding, leeftijd, referenties, verl. salaris aan N.V. Athano, Duinweg 6 B., den Haag.

Gevraagde betrekkingen¹⁾.

No. 565. Dr. in de scheikunde, binnenkort 35 jaar, org. en phys. chem. geörienteerd (bijvakken: wis- en natuurk.) tevens scheik. ingenieur (diploma Delft, 1938 met lof), 1 jaar practijk in ontwerpen van chemische installaties op petr. gebied, goed docent en scribent, zoekt verandering van positie.

No. 566. Dr. i. d. chemie, 25 jaar, assistent in de physische chemie, onderlegt in org. en electro-chemie, zoekt betrekking in de chemische handel of industrie.

No. 567. Chem. drs., 26 jaar, kolloid- en physicochemicus bekend met Röntgenanalyse van kristallen, zoekt betrekking.

***) Men raadplege ook steeds de advertenties.

¹⁾ Plaatsing gratis voor leden.

Brieven te richten tot de Chem. Arbeidsbeurs, 's-Gravenhage, Willem Witsenplein 6 (met ingesloten porto voor doorzending).

Men wordt verzocht dadelijk bericht te zenden, indien de plaatsing niet meer noodig is.

664.11.001.42 : 532.785

SEMI-TECHNISCHE PROEFNEMINGEN
AANGAANDE EEN WERKWIJZE VOOR
HET KRISTALLISEEREN VAN SUIKER-
OPLOSSINGEN IN CONTINU BEDRIJF

door

J. A. PLATTE en G. H. DE VRIES.

Inleiding.

Bij de bestudeering van de technische kristallisatie van suiker uit hare oververzadigde oplossingen, neemt men voornamelijk twee fundamenteel verschillende verschijnselen waar:

- a. de vorming van nieuwe kristallen: de kiemvorming,
- b. de aangroeiing van reeds bestaande kristallen: den kristalgroei.

Beide verschijnselen treden in het algemeen tegelijkertijd op; evenwel is de kiemvorming bij matige oververzadiging¹⁾ te verwaarlozen klein en heeft praktisch geen invloed op het uiteindelijk kristalliseresultaat.

Claassen constateerde, dat bij een oververzadiging < 1.2 eenmaal aanwezige kristallen nog vrij snel aangroeien, terwijl de vorming van kiemen bij die oververzadiging betrekkelijk gering is.

Zoowel Van Ginneken²⁾ als Waterman³⁾ hebben dit langs experimenteelen weg bevestigd. Bij hunne onderzoekingen noteerden zij den tijd, welke er verliep vanaf het tijdstip, waarop oververzadigde oplossingen van suiker in aanraking werden gebracht met entkristal tot het tijdstip, waarop deze oplossingen „vol” geworden waren door afscheiding van microscopisch kleine kristallen. Ofschoon de beteekenis dezer tijdstippen wel niet ten volle is te doorzien, kon in dit tijdsverloop toch wel een maat worden gevonden voor de intensiteit der kiemvorming. Inderdaad bleken de genoteerde tijden beneden een oververzadiging van 1.2 plotseling sterk toe te nemen en dus de intensiteit van de kiemvorming zeer sterk te verminderen.

Als gunstige voorwaarde voor den kristalgroei, waarbij de vorming van kiemen praktisch vermeden wordt, beveelt Claassen een oververzadiging aan van 1.15.

Voor de eigenlijke kiemvorming is daarentegen een belangrijk hogere oververzadiging noodig; bij absolute afwezigheid van de geringste hoeveelheid entkristal, kan kiemvorming geheel achterwege blijven, zelfs bij extreem hoge oververzadigingen, want merkwaardigerwijs zijn oververzadigde oplossingen van suiker zeer stabiel.

In de practijk zal van absolute afwezigheid van sporen entkristal geen sprake kunnen zijn⁴⁾ en vindt de kiemvorming plaats in een oververzadigingsgebied van 1.2—1.5.

De kiemvorming is een zeer moeilijk te beheer-

schen verschijnsel bij het kristallisatieproces: om een product te kunnen winnen, bestaande uit kristallen van een zoodanige grootte, dat het eindproduct een bepaalde zeefanalyse heeft, zou per volume-eenheid oplossing dus een bepaald aantal kiemen moeten worden gevormd; door de veelzijdige afhankelijkheid is hieraan practisch niet te voldoen, om welke reden de kiemvorming vervangen wordt door een methode, waarbij van „kerngrein” (beginkristal) bij het kristalliseeren van suikeroplossingen wordt uitgegaan.

De regeling van het kristallisatieproces in de practijk komt dus in wezen neer op het instellen en handhaven van een voor de aangroeiing van het kerngrein gunstige oververzadiging; deze regeling kan geschieden:

- 1e. door verdamping van het oplosmiddel,
- 2e. door doelbewust koelen van de vooraf bij hoge verzadigingstemperatuur ingedikte oplossing.

De eerste methode, het zgn. kookproces, wordt algemeen in de practijk toegepast en berust hierop, dat door verdamping van het oplosmiddel suiker in oververzadigten toestand komt, terwijl anderzijds door kristallisatie suiker uit de oplossing verdwijnt en in vasten vorm overgaat. De taak van den koker is, de juiste verhouding tusschen de snelheden dezer beide processen te vinden om de oververzadiging op een waarde te houden, waarbij de kiemvorming zoo gering mogelijk is, doch waarbij het aanwezige kerngrein toch nog voldoende snel aangroeit. Aan deze taak is moeilijk te voldoen, want de oververzadiging is niet continu en op eenvoudige wijze te bepalen, zoodat bij de instelling hiervan goeddeels op visuele waarnemingen moet worden afgegaan. In de eerste phase van het proces leidt dit al dadelijk tot moeilijkheden; het kerngrein is dan nog zeer klein en neemt per tijdseenheid weinig suiker uit de oververzadigde oplossing op; de hoeveelheid water, welke in deze phase verdampt kan worden, zonder dat de oververzadiging ongewenscht oploopt, is hierbij onvoldoende om de noodige circulatie te onderhouden, zoodat de kristalliseerende oplossing (moederloog) moet worden verdund. Deze maatregel wordt in de practijk eerst genomen als er reeds veel nieuwe kiemen zichtbaar zijn en het dus feitelijk al te laat is; door deze vorming van nieuwe kristallen resulteert een onregelmatig eindkristal, dat door uitzeving moet worden gecorrigeerd.

Teneinde het kookproces in de bestaande apparatuur beter te kunnen leiden, heeft men zich hoofdzakelijk beziggehouden met de ontwikkeling van verschillende contrôle-systemen, welke weliswaar de kunst van het koken vergemakkelijken, doch welke niet tegemoet komen aan de bezwaren, welke dit proces aankleven.

Dit heeft ons er dan ook toe gebracht, de tweede methode, de kristallisatie door koeling, te bestudeeren en te ontwikkelen, omdat de verschijnselen, welke het kristalliseresultaat bepalen, hierbij, zonder bepaalde kunstgrepen toe te passen, wél beheerscht kunnen worden.

H o o f d s t u k I.

Bij de door ons voorgestelde werkwijze wordt de te kristalliseeren suikeroplossing snel bij hoge verzadigingstemperatuur ingedikt, per volume-eenheid bedeed met een bepaalde hoeveelheid kerngrein van

¹⁾ Onder oververzadiging wordt verstaan de verhouding van de op 100 g water aanwezige hoeveelheid suiker tot die, welke in den verzadigingstoestand hierin aanwezig is.

²⁾ P. J. H. van Ginneken en M. J. Smit, Chem. Weekblad 16, 1210 (1919).

³⁾ H. I. Waterman en A. J. Gentil, Chem. Weekblad 23, 345 (1926).

⁴⁾ Riet en Biet, No. 8, 65 (1933).

bekende grootte en vervolgens in de kristallisatoren in continu bedrijf zoodanig gekoeld, dat het kerngrein onder constante oververzadiging aangroeit tot kristallen van bepaalde en uniforme grootte.

Een beschouwing van de oplosbaarheidscurve van suiker (fig. 1) leert, dat hierbij hooge kristalrendementen kunnen worden bereikt.

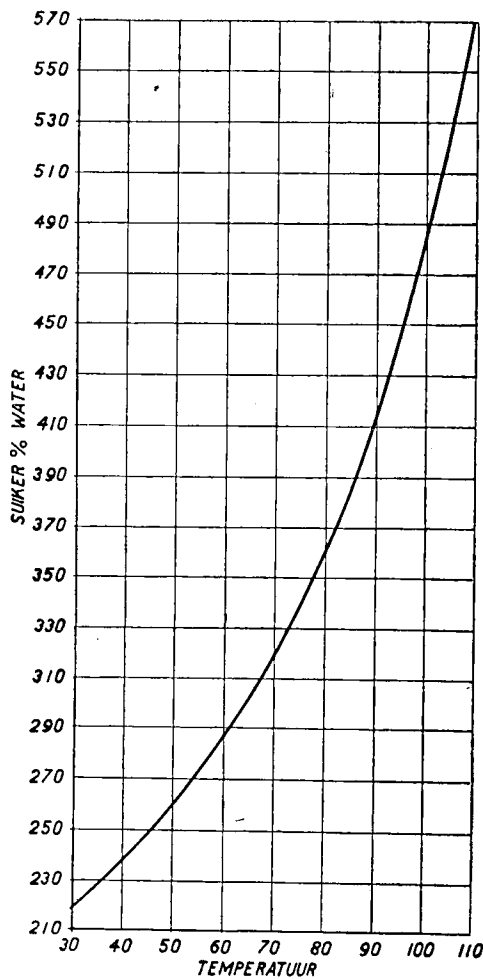


Fig. 1.

In dit hoofdstuk willen wij op het verloop der koeling in de kristallisatoren nader ingaan en vooraf de principes en inzichten bespreken, waarop wij onze beschouwingen hebben gebaseerd.

Bij het aangroeiingsproces denken wij ons de kristallen als kubi en drukken de grootte hiervan uit in de lengte van de ribbe of as.

Zij het gewicht van een kristal p mg en het s.g. van suiker s , dan is de aslengte, uitgedrukt in μ :

$$a = 1000 \cdot \left(\frac{p}{s}\right)^{1/3} \dots \dots \dots (1)$$

In eenzelfde oververzadigde suikeroplossing (moederloog) neemt de aslengte der kristallen in eenzelfde tijdsinterval met hetzelfde bedrag toe. Deze toeneming der tijdseenheid noemen wij de lineaire aangroeiingsnelheid.

Onderzoekingen⁵⁾, welke wij op dit gebied hebben verricht, leerden, dat de lineaire aangroeiingsnelheid rechtevenredig is met het kwadraat van de in oververzadigden toestand aanwezige suiker en omgekeerdevenredig met de viscositeit van de moe-

derloog; voorts bleek zij binnen bepaalde grenzen onafhankelijk te zijn van de grootte der kristallen en niet beïnvloed te worden door hun bewegingssnelheid ten opzichte van de moederloog⁶⁾.

Voor de lineaire aangroeiingssnelheid in μ/min vonden wij het volgende verband:

$$\Delta = \frac{215 \cdot (C-1)^2}{\eta} \dots \dots \dots (2)$$

hierin is C de oververzadiging en η de viscositeit van de oplossing, uitgedrukt in poises.

Er wordt in de kristallisatoren een zoodanige oververzadigingstoestand ingesteld, dat de aanwezige kristallen aangroeien en er practisch geen nieuwe kristallen worden bijgevormd; neemt hierbij de gemiddelde aslengte der kristallen toe van a_0 tot a' , dan wordt de verhouding voor de hoeveelheid beginkristal op 100 eindkristal:

$$k : 100 = a_0^3 : a'^3, \text{ of } k = 100 \cdot \left(\frac{a_0}{a'}\right)^3 \dots \dots (3)$$

De aangroeiingstijd wordt dus voor eenzelfde oververzadigingstoestand van de moederloog bepaald door het verschil $(a' - a_0)$. Het zal duidelijk zijn, dat dit verschil niet te groot mag zijn, omdat het aangroeiingsproces dan te lang zou duren.

In dit geval ligt het voor de hand, het aangroeiingsproces in bv. drie trappen uit te voeren, waarbij de aslengte der kristallen in den eersten, tweeden en derden trap respectievelijk toeneemt tot a_1 , a_2 en a_3 ($a_3 = a'$), derhalve

$$(a' - a_0) = (a_1 - a_0) + (a_2 - a_1) + (a_3 - a_2).$$

Aldus wordt de verhouding tusschen de hoeveelheid begin- en eindkristal voor den eersten, tweeden en derden trap respectievelijk:

$$k_0 = k_1 \left(\frac{a_0}{a_1}\right)^3; k_1 = k_2 \left(\frac{a_1}{a_2}\right)^3; k_2 = k_3 \left(\frac{a_2}{a_3}\right)^3$$

De wijze van uitvoering willen wij in het kort verduidelijken aan de hand van fig. 2. In dit schema stellen A , B en C kristallisatoren voor. In elk

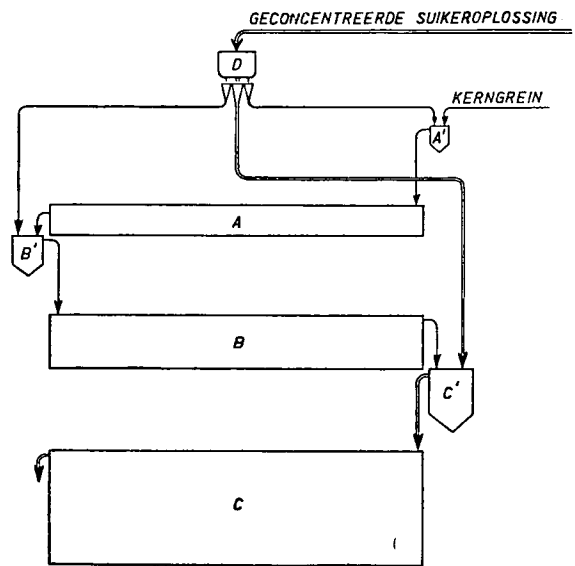


Fig. 2.

⁶⁾ In een systeem van extreem kleine, naast relatief groote kristallen, is de lineaire aangroeiingssnelheid voor de kleine kristallen zeer gering en kan zelfs bij lage oververzadiging nul worden: dit is b.v. het geval bij een oververzadiging van 1.1 en een orde van grootte der kristallen van 25 μ .

⁵⁾ G. H. de Vries, Chem. Weekblad 32, 361 (1935).

kristallisator vloeit per tijdseenheid uit een doseeringsvat D een bepaalde hoeveelheid geconcentreerde suikeroplossing. Deze hoeveelheden oplossing passeeren tevoren de mengvaten A' , B' en C' . Het kerngrein a_0 wordt „droog” en continu in een berekende hoeveelheid aan de in het mengvat A' vloeiende oplossing toegediend: in kristallisator A groeit het kerngrein aan tot a_1 en komt dan terecht in mengvat B' , groeit in kristallisator B aan tot a_2 en vindt voorts zijn weg in mengvat C' , om tenslotte in kristallisator C de gefixeerde eindgrootte te bereiken. De hoeveelheden cuite, welke de kristallisatoren A , B en C per uur passeeren, verhouden zich als $k_1 : k_2 : k_3$, want in de verschillende trappen wordt tot dezelfde eindtemperatuur (kristalgehalte) gekoeld. Is dus de capaciteit voor kristallisator $A : V_1$ 1 cuite per uur, dan wordt deze capaciteit voor kristallisator B :

$$V_2 = \frac{V_1 \cdot k_2}{k_1} \quad 1/h,$$

en voor kristallisator C :

$$V_3 = \frac{V_2 \cdot k_3}{k_1} \quad 1/h.$$

De hoeveelheden oplossing, welke per uur in de mengvaten A' , B' en C' moeten toevloeien, bedragen dus respectievelijk V_1 , $(V_2 - V_1)$ en $(V_3 - V_2)$ 1.

Is $a_0 = 200 \mu$ en $a' = a_3 = 1200 \mu$, dan is dus de hoeveelheid kerngrein, welke op 100 eindkristal benodigd is: $k = 100 \cdot (200/1200)^3 = 0.5 \%$.

Voor de aangroeiing van het kerngrein in een enkelen trap zou een hoeveelheid van $k = 0.5 \%$ veel te klein zijn, omdat de suikerafscheiding uit de moederloog hierbij te lang zou duren en zich nieuwe kristallen zouden vormen, welke afbreuk zouden doen aan de regelmatigheid van het resulterende kristaltype.

Thans willen wij nagaan op welke wijze het koelverloop voor de verschillende trappen kan worden berekend.

Voor een gegeven temperatuur T is de concentratie (suiker % water) van de moederloog te berekenen uit de formule van Orth⁷⁾:

$$S = \frac{28162 \cdot C}{157.97 - T} \quad \dots \quad (4)$$

Bevat de uit het doseeringsvat toevloeiende oplossing per 100 g water S_b g suiker en wordt gekoeld tot een eindtemperatuur T_e , overeenkomende met een eindconcentratie S_e dan bedraagt het aantal grammen kerngrein, dat in den eersten aangroeiingstrap per $(100 + S_b)$ g oplossing moet worden toegediend:

$$G = \frac{k_1 \cdot (S_b - S_e)}{100} \quad \dots \quad (5)$$

Is a_0 de gemiddelde aslengte van het kerngrein in μ en s het s.g. van suiker, dan is het gemiddeld aantal kernen in G g:

$$n = \frac{10^{12} \cdot G}{a_0^3 \cdot s} \quad \dots \quad (6)$$

Bij een gegeven aantal kernen n kan voor de aslengte der kristallen op het oogenblik, dat de concentratie van S_b tot S_1 gedaald is, worden geschreven:

$$a = 10000 \cdot \left(\frac{S_b + G - S_1}{n \cdot s} \right)^{1/3} \quad \dots \quad (7)$$

Voor een kleine aangroeiing van a_0 tot a , gedurende welke η en dus ook Δ als onveranderlijk kan worden beschouwd, is de benodigde tijd:

$$t - t_0 = \frac{a - a_0}{\Delta} = \frac{10000 \cdot \left(\frac{S_b + G - S_1}{n \cdot s} \right)^{1/3} - a_0}{\Delta} \quad (8)$$

Telkens na kleine temperatuursintervallen kan uit de formule van Orth (4) bij constante oververzadiging C , de concentratie S_1 worden bepaald, waaruit dan a te berekenen is; daaruit volgt met behulp van de bijbehorende gemiddelde waarden voor η (en dus ook voor Δ) weer de vereischte aangroeiingstijd voor het betrokken temperatuursinterval en door sommering de totale tijd t .

De gemiddelde waarden voor η en Δ voor temperatuursintervallen, afdalende met 5°C , betrekking hebbende op een oververzadiging van 1.15 volgen hieronder.

Tabel I.

T-traject	η	Δ	T-traject	η	Δ
100-95	1.28	3.78	70-65	1.49	3.25
95-90	1.29	3.75	65-60	1.57	3.08
90-85	1.31	3.69	60-55	1.68	2.88
85-80	1.34	3.61	55-50	1.82	2.66
80-75	1.38	3.51	50-45	2.02	2.39
75-70	1.43	3.38	45-40	2.32	2.09
			40-35	2.72	1.78

Voor elken trap is de aangroeiingstijd t en de aslengte a berekend als afhankelijke van de temperatuur. Deze berekeningen zijn gebaseerd op de volgende gegevens:

S_b (beginconcentratie: suiker % water in de ingedikte oplossing) = 525.

C (oververzadiging in de kristallisatoren) = 1.15.

a_0 (aslengte van het kerngrein) = 200μ .

L (lineaire aangroeiing in elken trap) = 330μ .

T_e (eindtemperatuur van de cuite) = 35° .

De uitkomsten van deze berekeningen zijn samengevat in tabel II.

Tabel II.

T	1e Trap		2e Trap		3e Trap	
	t	a	t	a	t	a
96.3	0	200	—	—	—	—
95	10.8	241	—	—	—	—
90	32.9	324	—	—	—	—
88.5	—	—	0	529	—	—
85	45.6	371	15.7	587	—	—
82.1	—	—	—	—	0	858
80	55.3	406	31.8	645	8.9	890
75	62.4	431	44.6	690	26.8	953
70	68.3	451	55.3	726	41.3	1002
65	73.2	467	63.9	754	53.9	1043
60	77.7	481	72.0	779	64.6	1076
55	81.9	493	78.9	799	74.3	1104
50	86.0	504	84.7	817	82.7	1129
45	89.8	513	90.9	833	91.9	1151
40	93.6	521	96.6	845	101.0	1170
35	98.1	529	103.9	858	111.1	1188

Naar gelang de gemiddelde temperatuur van de aangroeiingstrappen lager wordt, neemt dus de aangroeiingstijd toe.

In fig. 3 zijn voor de aangroeiingstrappen de koel-

⁷⁾ Arch. Suikerind. 1, 798 (1914).

lijnen geteekend als functie van den tijd en waar de aangroeiing in continu bedrijf plaats vindt, zijn deze lijnen vanzelf ook te beschouwen als functie van den door de cuite doorlopen kristallisorinhoud.

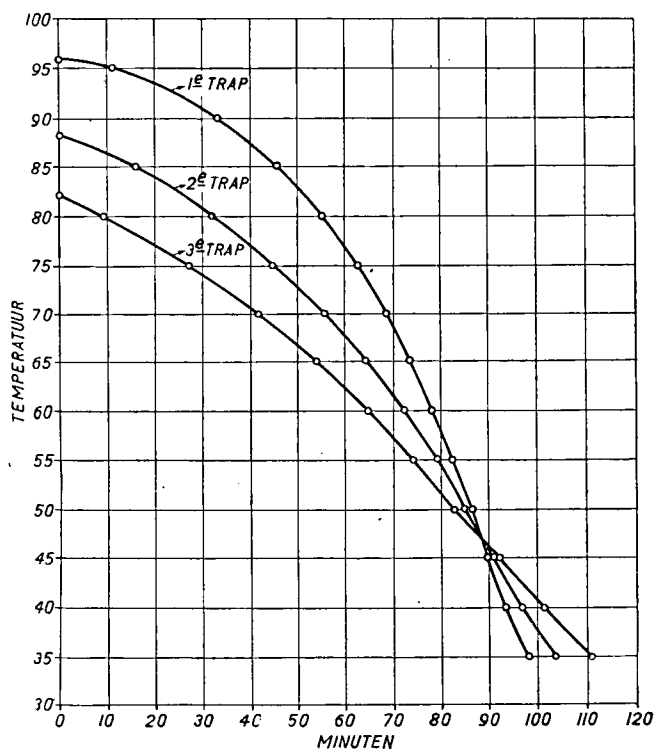


Fig. 3.

In het volgende hoofdstuk zal een nadere beschrijving worden gegeven van de proefapparatuur en de daarmee genomen oriënteerende proeven.

Hoofdstuk II.

De bij de proefnemingen gebezigde apparatuur is schematisch voorgesteld in fig. 4 en bestaat uit de volgende van plaatijzer vervaardigde hoofdonderdelen:

- Indikker met niveau- en vacuümreguleur,
- Inrichting voor het doseeren van kerngrein,
- Kristallisor met constanten koelwatertoevoer.

De werking van deze apparatuur moge blijken uit onder volgende beschrijving.

De oplossing, waarvan wordt uitgegaan, heeft een concentratie van 65° brix en is bereid uit S.H.S. en gefiltreerd over een precoat van Hyflo-cel. Deze oplossing bevindt zich in het voorraadvat A en wordt door middel van een schroefpompje B opgevoerd naar een drukkak C. De oplossing treedt dientengevolge onder druk in de verstelbare vlotterinrichting D, welke het vloeistofniveau in den indikker op constante hoogte houdt. Door middel van een kwikmembranreguleur E vindt het indikkingsproces onder constant vacuüm plaats. De ingedikte oplossing wordt door middel van een schroefpompje F, gemonteerd in een warmoliebad, met constante snelheid uit den indikker gepompt. De kooktemperatuur is onder deze omstandigheid een maatstaf voor de concentratie van de oplossing. Door handhaving van een gefixeerde kooktemperatuur, blijft bij het indikkingsproces dus ook de gewenschte eindconcentratie constant. De regeling van het indikkingsproces komt dus in wezen neer op het constant houden van de

gefixeerde kooktemperatuur en dit kan bereikt worden door in de stoomruimte van den indikker den vereischten druk in te stellen. Het regelen van de temperatuur geschiedt uit de hand; zeer gemakkelijk kunnen op die wijze de afwijkingen van de gefixeerde temperatuur beperkt worden tot 0.05° C. De circulatie van de oplossing in den indikker kan ideaal worden genoemd: van plaatselijke oververhitting, gepaard gaande met kleurstofvorming, is geen sprake. Vloeistofniveau en vacuüm blijven mooi constant, terwijl ook geen fluctuaties optreden in de snelheid, waarmede de geconcentreerde oplossing uit den indikker wordt gepompt. Bovenbeschreven bevindingen wettigen dan ook de meening, dat een uitvoeringsvorm van de apparatuur, waarin het proces vol-automatisch verloopt, op eenvoudige wijze technisch te verwezenlijken moet zijn; voor het grootbedrijf is bij dit systeem als „buffer” tusschen sapzuiverings- en kristallisatieproces een „voorkoker” in te schakelen, waarin de gezuiverde oplossing onder hoog vacuüm en met zgn. sapdamp (gratis) op hooge concentratie is te brengen, waardoor dus de stoompositie uitermate gunstig wordt.

Om te kunnen vaststellen het verband tusschen suikerconcentratie en kooktemperatuur, zijn onder een vacuüm van 160 mm Hg enkele waarnemingen verricht en in tabel III samengevat. Het suikergehalte is hierin tevens herleid in suiker % water.

Tabel III.

% suiker	suiker % water	Kooktemp. bij 160 mm Hg
78.8	372	102.0
80.4	410	102.9
79.8	395	103.0
81.4	438	103.6
81.2	432	104.0
82.5	471	104.7
82.9	485	105.0
83.1	492	105.5
83.2	495	105.6
84.1	529	106.4

In fig. 5 zijn de waarden voor de suikerconcentratie, herleid op 100 water, grafisch uitgezet tegenover de kooktemperaturen. Deze waarden blijken op een rechte lijn te liggen. Deze lijn geldt dus voor een vacuüm van 160 mm Hg. Aannemende, dat de kookpuntsverhoging onafhankelijk is van den druk, zoo kunnen op eenvoudige wijze de lijnen voor de kooktemperatuur worden gevonden voor een vacuüm van 120, 140, 180 en 200 mm Hg; deze lijnen zijn in het grafiekje opgenomen. In werkelijkheid is de kookpuntsverhoging eenigermate afhankelijk van den druk. *W a s h b u r n e n R e a d*⁸⁾ geven hiervoor de volgende formule:

$$K_p = \left\{ 1.00 - (760 - p) \cdot 0.0002 \right\} \cdot K_{760}$$

hierin stellen K_p en K_{760} de kookpuntsverhoging voor respectievelijk bij p mm en 760 mm Hg druk.

In het grafiekje is ook nog geteekend de lijn voor de verzadigingsconcentratie: deze lijn is berekend uit de reeds eerder genoemde formule van *O r t h*.

Uit het grafiekje is nu af te lezen, de kooktemperatuur en het vacuüm, welke zijn in te stellen om het indikkingsproces bij de verzadigingsconcentratie van de oplossing te doen plaats vinden.

⁸⁾ *W a s b u r n a n d R e a d*, J. Am. Chem. Soc. 41, 738 (1919).

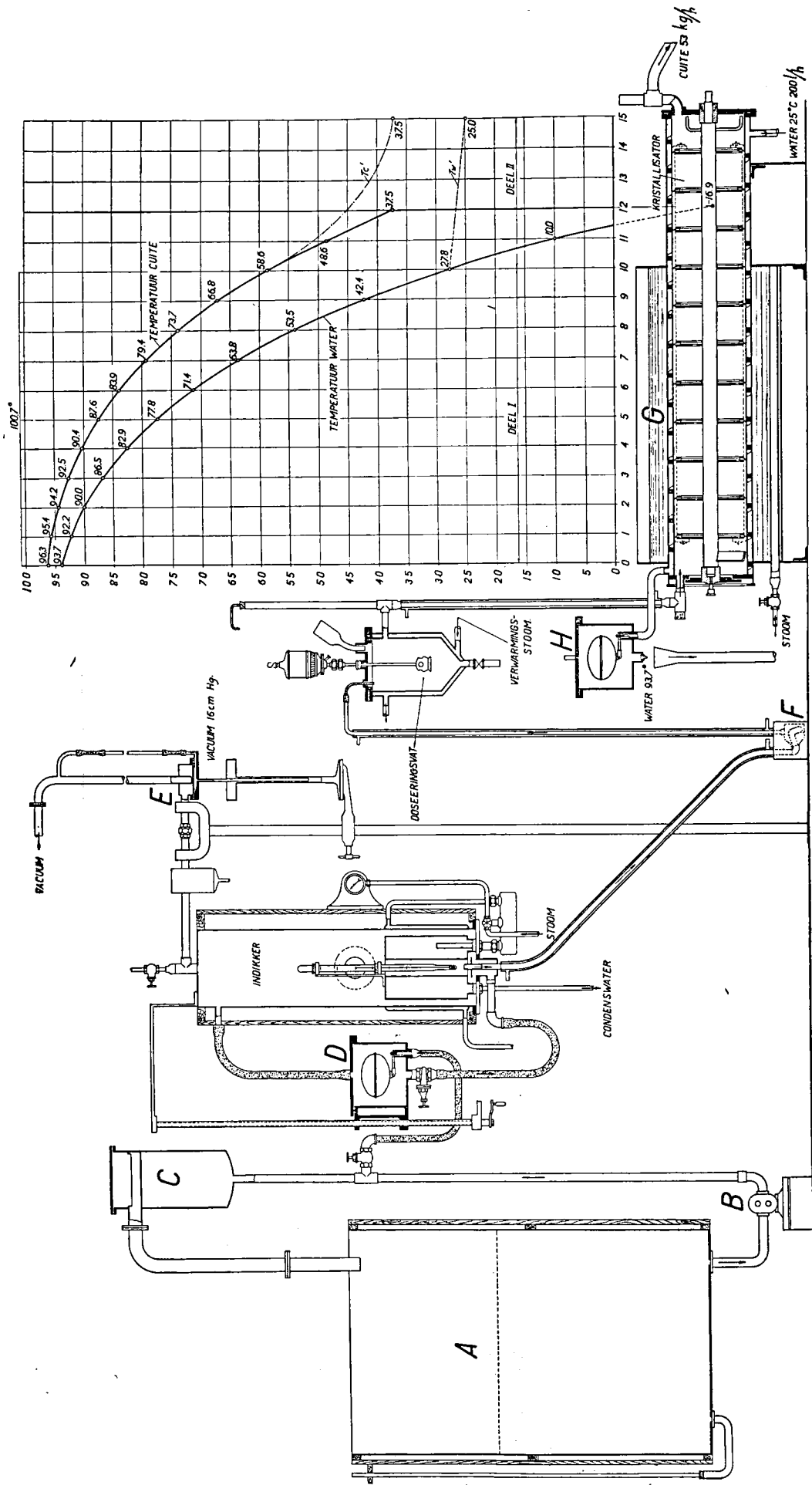


Fig. 4.

Aangezien oplossingen van suiker in oververzadigden toestand zeer stabiel zijn, is het indikkingsproces waarschijnlijk nog belangrijk beneden de ver-

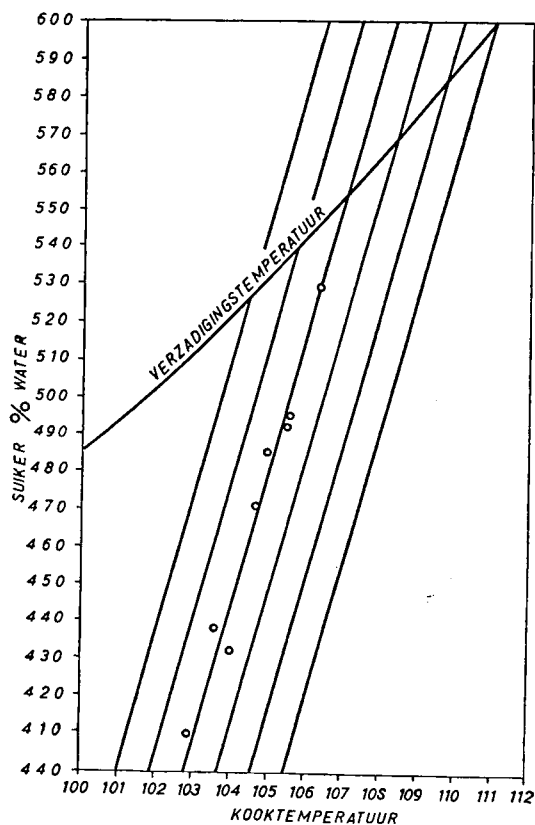


Fig. 5.

zadigingstemperatuur uit te voeren. Hoever evenwel van de verzadigingstemperatuur kan worden afgeweken zonder gevaar te lopen voor kiemvorming, zal proefondervindelijk moeten worden nagegaan.

De geconcentreerde oplossing, welke uit den indikker wordt gepompt, passeert, vóór zij in den eigenlijken kristallisator treedt, een doseeringsvat, waarin zij enkele minuten vertoeft. Door verwarming van den wand van het vat, blijft de oplossing verzadigd. In dit vat nu wordt het kerngrein toegediend en wel in een hoeveelheid, welke een bepaald percentage bedraagt van het berekende gewicht van het eindkristal. Voor de doseering wordt gebruik gemaakt van glazen maatjes, waarin de per minuut toe te dienen hoeveelheid kerngrein kan worden afgestemd. Door een klokroeder, welke in het vat roteert, verspreidt het kerngrein zich zeer homogeen door de oplossing.

De aldus met kerngrein beladen oplossing loopt vervolgens door eigen verval in den kristallisator en passeert hierin een twaalfstal kamers. Deze kamers worden gevormd door een binnenwerk, bestaande uit een roterende as, waarop ronde schijven zijn aangebracht: elke schijf heeft een doorstroomopening, waarvan de diameter naar het afvoerende van den kristallisator toeneemt. De kristallisator bevindt zich over $\frac{2}{3}$ van zijn lengte in een warmwaterbak. Het koelwater, dat door een spiraalvormig kanaal tusschen binnen- buitenmantel in tegenstroom met de oplossing wordt toegevoerd, verkrijgt hierdoor een bepaald temperatuursverloop. Bij dit temperatuursverloop is de hoeveelheid warmte, welke het koelwater, stroomende langs den wand der verschillende kamers, aan de kristal-

liserende oplossing onttrekt, juist zoo groot, als noodig is, om het kerngrein onder constante oververzadiging te doen aangroeien. De schijven droegen oorspronkelijk ijzeren schrapers, welke dienden om de oplossing in de directe nabijheid van den wand te ververschen; deze schrapers zijn gedemonteerd, omdat gevreesd werd voor greinverbrijzeling en daarom provisorisch vervangen door een rubberstrook, welke in fig. 4 door een stippellijn is aangeduid: door de zeer ruwe uitvoering van het binnenwerk en de excentrische ligging van de as, werd slechts de onderzijde van den wand door deze strook bestreken. Voor de volgende proefnemingen wordt daarom overwogen, een geheel nieuw binnenwerk te vervaardigen met een schraperconstructie van bv. flexibel koperen plaat, waarbij in de omgeving van den „vasten” wand een goede verversching wordt verkregen en geen plaatselijk te hooge oververzadigingen optreden. Bij de in de laatste jaren geïntroduceerde snelkoelers („Lafeuille”- en „Werkspoor”-trog) is aan dit bezwaar goeddeels tegemoet gekomen, door de koeloppervlakken roteerend uit te voeren. Een dergelijk koelsysteem is echter bij den proefkristallisator niet te verwezenlijken, omdat de benodigde koelwaterhoeveelheid hierbij te klein zou worden om behoorlijk regelbaar te zijn.

De bij de ontwikkeling van den proefkristallisator gevolgde berekeningen en principes, danken wij aan den zeer gewaardeerden bijstand van Prof. Von Pritzelwitz van der Horst; deze zijn in het volgende hoofdstuk in extenso overgenomen.

De kristallisator is niet nauwgezet volgens het ontwerp uitgevoerd; de schijven sluiten niet aan tegen den binnenwand, waardoor lekspalten zijn ontstaan. De proefnemingen zijn door deze omstandigheid zeer bemoeilijkt. Om te voorkomen, dat de warme oplossing zich in den nog ledigen kristallisator te snel naar het afvoerende zou verplaatsen, werd de kristallisator gevuld met een bij kamertemperatuur verzadigde suikeroplossing; deze voorzorg bleek echter niet afdoende om de vorming van microscopisch fijn grein (dof worden van de moederloog) in den aanvang van het proces te stuiten.

Bij de gevolgde methode werd de verzadigde oplossing langzaam verdrongen door de met kerngrein beladen oplossing, welke zich onder geringen druk met constante snelheid een weg baande door de kristallisator. De druk werd onderhouden door de vloeistofkolom, welke optrad in de overloopleiding van het doseeringsvat; deze kolom had slechts een hoogte van ca. 2 dm, waaruit dus blijkt, dat de weerstand in den kristallisator betrekkelijk klein is.

Alvorens de geconcentreerde oplossing toe te voeren, werd eerst het water in den warmwaterbak G op kooktemperatuur gebracht en de benodigde hoeveelheid koelwater door de koelspiraal geleid; deze hoeveelheid werd automatisch constant gehouden door een van een düse voorziene vlotterinrichting H; de uitstroombingcapaciteit van deze düse bedroeg, overeenkomstig de berekeningen (hoofdstuk 3), 200 l/h.

Bij de proefnemingen vond het indikkingsproces plaats bij 106° C en een vacuum van 160 mm Hg, hetgeen blijkens tabel III overeenstemt met een brix van ca. 84°.

De hoeveelheid in den kristallisator toe te voeren oplossing werd berekend op 53 kg/h (hoofdstuk 3),

neerkomende op een volume van rond $\frac{1}{2}$ l/minuut; het pompje F werd op deze capaciteit afgesteld.

De berekende hoeveelheid beginkristal op 100 eindkristal bedroeg 10 % en werd in doses van 35 g/min toegevoegd; het beginkristal had een gemiddelde aslengte van ca. $270 \mu^9$.

Na de apparatuur aldus in bedrijf te hebben gesteld, bestond de bediening hiervan uitsluitend in het constant houden van de gefixeerde kooktemperatuur van de oplossing in den indikker.

Hieronder is een korte beoordeeling gegeven van de uit den kristallisor vloeiende oplossing, c.q. cuite, gerekend vanaf het tijdstip, waarop de indikker is begonnen te functioneeren:

Na 1 uur:

De oplossing is vrij van grein.

Na 2 uren:

De oplossing bevat weinig grein en is dof tengevolge van microscopisch kleine kristallen.

Na 3 uren:

De hoeveelheid grein in de oplossing is aanmerkelijk toegenomen; het grein is zeer regelmatig: de massa is nog niet „gesloten”; de moederloog is dof.

Na 4 uren:

De oplossing bevat zeer veel regelmatig grein en is zoo goed als „gesloten”; conglomeraten en tweelingkristallen komen niet voor; de moederloog is belangrijk minder dof.

Na 5 uren:

De massa is „gesloten”; het grein is zeer fraai en regelmatig; de moederloog is nog zeer weinig dof.

Na 6 uren:

Hetzelfde beeld, als na 5 uren; de moederloog is praktisch helder.

Toen de moederloog praktisch helder was, werd een monster cuite gecentrifugeerd, het eindkristal gedroogd en hiervan een zeefanalyse gemaakt.

Het eindresultaat was als volgt:

3e fractie	0.83—1.17 mm.	2.4 %
4e "	0.59—0.83 "	44.2 %
5e "	0.30—0.59 "	51.7 %
6e "	< 0.30 "	1.7 %
		100 %

Waar het beginkristal een gemiddelde aslengte had van 270μ en ca. 10-voudig is aangegroeid, zou volgens berekening, de aslengte van het eindkristal ca. $270 \cdot \sqrt[10]{10} = 580 \mu$ moeten bedragen, deze afmeting stemt juist overeen met de maaswijdte van de zeef voor de scheiding van de 4e en 5e fractie: er moet dus een spreiding worden verkregen in twee ongeveer gelijke fracties, hetgeen ook nagenoeg het geval is; de groote regelmaat van het grein komt dientengevolge niet zoo goed in de zeefanalyse tot uitdrukking.

Tenslotte is nog een proef genomen met een vrij grof beginkristal; de hoeveelheid hiervan, berekend op eindkristal, werd gefixeerd op 20 % en in doses van 70 g/minuut toegediend. Deze proef is geheel overeenkomstig de vorige genomen.

Gerekend vanaf het tijdstip, waarop de indikker

⁹⁾ Het kerngrein is verkregen door malen in een „Miag”-molen en uitzeven van het maalgoed over een tweetal gazen met berekende maaswijdten van 0.33 — en 0.20 mm; de fractie, die achterbleef op het gaas met een maaswijdte van 0.20 mm, is aangewend als kerngrein en had dus een gemiddelde aslengte van $\frac{1}{2} \cdot (0.33 + 0.20) = 0.27$ mm, of 270μ .

is begonnen te functioneeren, was de massa na 4 uren vrijwel gesloten, doch de moederloog nog niet helder; een monster van de cuite werd gecentrifugeerd, het eindkristal gedroogd en hiervan een uitgebreide zeefanalyse gemaakt; hetzelfde geschiedde ook voor het beginkristal. Beide zeefanalyses zijn hieronder weergegeven en in fig. 6 grafisch voorgesteld.

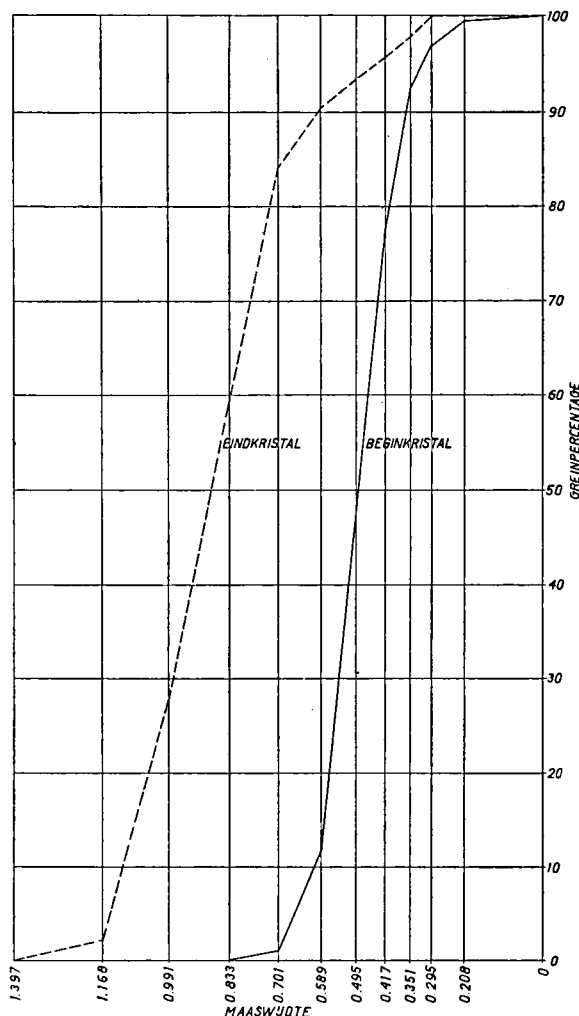


Fig. 6.

Fractie.	Begrenzing	Beginkristal	Eindkristal
II.	1.397—1.168 mm	0 %	2.2 %
III.	1.168—0.991 "	0 %	23.5 %
	0.991—0.833 "	0 %	33.7 %
IV.	0.833—0.701 "	1.1 %	24.7 %
	0.701—0.589 "	10.6 %	6.2 %
V.	0.589—0.495 "	35.5 %	3.1 %
	0.495—0.417 "	30.5 %	2.3 %
	0.417—0.351 "	14.5 %	2.2 %
VI.	0.351—0.295 "	4.7 %	2.1 %
	0.295—0.208 "	2.6 %	0 %
	< 0.208 "	0.5 %	0 %
		100.0 %	100.0 %

In de grafiek loopt de zeeflijn voor het beginkristal steiler dan die voor het eindkristal, hetgeen dus wil zeggen, dat de greinregelmaat tijdens het aangroeingsproces een weinig verminderd is.

Hiervoor zijn twee oorzaken aan te wijzen:

a. de lineaire aangroeingsnelheid voor de kleine kristallen is kleiner geweest dan die voor de groote kristallen, hetgeen haar verklaring zou kunnen vinden in een kleinere bezinksnelheid voor de kleine kristal-

len, tengevolge waarvan het omhullende diffusie-laagje langzamer wordt ververscht, enz.;

b. er zijn nieuwe kristallen bijgevormd, bv. door het optreden van plaatselijk te hooge oververzadigingen (onvoldoende verversching aan het koeloppervlak) ¹⁰⁾.

Het zal duidelijk zijn, dat de onder b genoemde oorzaak geheel samenhangt met de inrichting van den kristallisator; om hiervoor de juiste constructie te vinden, kan partij getrokken worden van de ervaringen, opgedaan met snelkoelers.

Het ligt in de bedoeling, de proefnemingen op bredere basis voort te zetten en de problemen, welke zich hierbij voordoen, nader te bestudeeren. Bij het indikkingsproces is het van veel belang, een juist inzicht te verkrijgen in de mate van kleurstofvorming; theoretisch is dit eenigermate af te leiden uit de onderzoekingen van Spengler ¹¹⁾ en Bruns ¹²⁾ en het is niet te verwachten, dat deze kleurstofvorming grooter zal zijn dan die bij het huidige kookproces ¹³⁾. Van minstens evenveel belang is de kleurstofopname tijdens het aangroeiingsproces: Honig en Alewijn ¹⁴⁾ constateerden, dat het vermogen van het aangroeiende kristal om kleurstoffen en dergelijken te absorbeeren, bij kristallisatie door koeling kleiner is dan bij kristallisatie door verdamping van het oplosmiddel. Waarschijnlijk hangt dit samen met de concentratie van het milieu, want in de huidige practijk der kristallisatie is de graad van oververzadiging tijdens het koelen lager dan die bij het zgn. koken.

Hoofdstuk III.

Bepaling der afmetingen van den kristallisator.

De becijferingen zullen worden gebaseerd op de aangroeiing van het kerngrein in den eersten aangroeiingstrap voor een oververzadiging van 1.15. Later zal blijken, dat de op dezen grondslag ontworpen kristallisator ook geschikt is voor de aangroeiing van het kerngrein (magma) in den tweeden en derden aangroeiingstrap.

Koeldiagram voor den eersten aangroeiingstrap.

Als uitgangspunt wordt gekozen het verband tusschen temperatuur en tijd, zooals dat in hoofdstuk I is berekend en in de figuren 3 en 4 grafisch is voorgesteld.

De aangroeiingstijd is te fixeeren op 96 minuten, gedurende welken tijd de temperatuur der kristalliseerende oplossing daalt van 96.3° tot 37.5° C. De lineaire aangroeiing in dezen trap is op 330 μ gesteld.

Binnen zekere grenzen maakt het weinig uit, hoe groot de afmeting van het beginkristal is; bij de berekeningen is hiervoor een afmeting gekozen van 200 μ ; de aslengte van het eindkristal wordt dus 530 μ .

Bepaling der vergelijking voor de koellijn.

Er was aanleiding, te verwachten, dat de koellijn bij groote benadering een derdegraadsfunctie van den tijd zou zijn; deze lijn is, terwille van het gemak, bij de berekeningen in een wiskundige vergelijking gebracht. Het tijdsverloop van 96 minuten is daartoe in n ($= 12$) gelijke tijdsdeelen van 8 minuten verdeeld.

De waarden voor T volgen aldus uit de vergelijking:

$$T = 96.3 - 0.0226 n^3 - 0.066 n^2 - 0.85 n \quad (1)$$

$n = 0$	1	2	3	4	5	6	7	8
$T = 96.3$	95.4	94.2	92.5	90.4	87.6	83.9	79.4	73.7
	$n = 9$	10	11	12				
	$T = 66.8$	58.6	48.9	37.5				

Cylindrische kristallisator met koeling door watermantel.

De proefinstallatie wordt zeer vereenvoudigd, indien voor de koeling volstaan zou kunnen worden met een watermantel, waardoorheen het koelwater zich beweegt in tegenstroom met de cuite. Voor dit eenvoudigste geval kunnen eerst de vereischte afmetingen en temperatuursverschillen worden nagegaan.

In overeenstemming met het koeldiagram (fig. 4), dat in 12 gelijke tijdsdeelen is verdeeld, zal ook de totale lengte van den kristallisator verdeeld gedacht worden in 12 eenheden van gelijke lengte (voor elk dezer dus $L = 1$).

De koelsnelheid of koelintensiteit wordt van cuite-inlaat naar cuite-uitlaat geleidelijk grooter, zooals tot uitdrukking komt in de toenemende steilheid van de temperatuurlijn. Stel, dat deze koellijn op een bepaald punt zoodanig is, dat bij voortzetting daarvan met onveranderde intensiteit (dus met constant temperatuursverschil Δ tusschen cuite en water) over de lengte-eenheid ($1/12$ van het totaal) de temperatuursdaling T° zou bedragen (dus $dT/dL = T/L = T$).

Zij nu de diameter van den kristallisator D dm en de diameter van de roeras $1/5 D$ dm, zoo wordt dus de vrije doortocht $0.96 \cdot \eta D^2/4 = 0.24 \pi D^2 dm^2$. Is verder de totale oponthoudsduur t uur, dan is die voor de beschouwde eenheidslengte $t/12$ uur en de hier per uur passerende hoeveelheid cuite bedraagt dus:

$$0.24 \pi D^2 \times 12/t \times 1 \text{ dm}^3$$

indien l de lengte in dm voorstelt van de beschouwde lengte-eenheid.

Zooals gezegd, is de temperatuursdaling hierover dT/dL , het s.g. kan $= 1.5$ worden aangenomen en de soortelijke warmte inclusief kristallisatiewarmte op 0.5.

De af te voeren warmte is dus:

$$\begin{aligned} \frac{dT}{dL} \times 0.24 \pi D^2 l \times 12/t \times 1.5 \times 0.5 &= \\ &= 2.16 \cdot \frac{\pi D^2 l}{t} \cdot \frac{dT}{dL} \text{ kcal/h} \end{aligned}$$

De wand heeft een oppervlak van:

$$\eta D l \text{ dm}^2 = 0.01 \eta D l \text{ m}^2$$

en voert bij een transmissiecoëfficiënt k en een temperatuursverschil Δ dus af:

$$0.01 \eta D l \Delta k \text{ kcal/h.}$$

¹⁰⁾ Alewijn merkte bij kooksels van hooge reinheid op, dat onder bepaalde omstandigheden gevormde microscopisch kleine kristallen over het algemeen weer verdwijnen bij lagere oververzadigingen. Hamburger heeft dit verschijnsel nader beschreven: Chem. Weekblad 35, 886 (1938).

¹¹⁾ Zeitschrift des Verein der deutschen Zuckerindustrie, III (1936).

¹²⁾ Centralblatt für die Zuckerindustrie (1934), pg. 30.

¹³⁾ G. H. de Vries, Chem. Weekblad 34, 366 (1937).

¹⁴⁾ P. Honig en W. F. Alewijn, Arch. Suikerind. (1931), pg. 518.

Gelijkstelling deze beide warmtehoeveelheden geeft:

$$2.16 \frac{\pi D^2 l}{t} \cdot \frac{dT}{dL} = 0.01 \pi D l \Delta k$$

$$\Delta = \frac{216 \cdot D}{tk} \cdot \frac{dK}{dL} \quad \dots \quad (2)$$

Deze formule drukt dus uit, hoe groot op een bepaald punt het plaatselijk temperatuurverschil Δ moet zijn in afhankelijkheid van diameter, oponthoudsduur, plaatselijke transmissiecoëfficiënt en plaatselijke koelsnelheid (koelgradient) dT/dL .

Daar de waarde l uit de formule is weggevallen, blijkt, dat de vereischte Δ niet van de kristallisor-lengte afhangt; zooals begrijpelijk is, neemt Δ toe naarmate de oponthoudsduur kleiner wordt en naarmate de diameter toeneemt, omdat daarbij de inhoud grooter wordt in verhouding tot het koeloppervlak.

De oponthoudsduur bedraagt 96 minuten, dus $t = 1.6$ uur. Voor D wordt genomen 2.5 dm (kleiner maat lijkt om praktische redenen ongewenscht), zodat dan:

$$\Delta = \frac{216 \times 2.5}{1.6k} \cdot \frac{dT}{dL} = \frac{337.5}{k} \cdot \frac{dT}{dL} \quad \dots \quad (3)$$

L werd verdeeld in 12 eenheden en komt dus in getalwaarde overeen met de n uit vergelijking (1). Door deze vergelijking in grafiek te brengen (fig. 4), kan de waarde $dT/dn = dT/dL$ bij elk punt worden bepaald als de tangens van den hoek, welke de raaklijn met de horizontaal maakt. Daar de lijn echter in vergelijking is gebracht, kan nog gemakkelijker en nauwkeuriger dT/dn gevonden worden, door de vergelijking (1) naar n te differentieeren:

$$\frac{dT}{dn} = -0.0678 x^2 - 0.132 x - 0.85 \quad \dots \quad (4)$$

Voor de verschillende waarden van n wordt hieruit voor dT/dn gevonden:

$n = 0$	1	2	3	4	5	6	7
$-dT/dn = 0.85$	1.05	1.38	1.86	2.46	3.21	4.08	5.09
$n = 8$	9	10	11	12			
$-dT/dn = 6.25$	7.53	8.95	10.50	12.19			

De waarden voor de viscositeit η volgens tabel I, geïnterpoleerd, zijn hierbij:

$n = 0$	1	2	3	4	5	6	7	8
$\eta = 1.28$	1.28	1.29	1.29	1.30	1.31	1.33	1.36	1.42
$n = 9$	10	11	12					
$\eta = 1.50$	1.66	1.95	2.70					

De hierbij behorende waarden voor de warmte-transmissie k zijn bij benadering te berekenen uit de betrekking $k = 127/\sqrt{\eta^{15}}$.

$n = 0$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
$k = 112$	112	111	111	111	111	110	109	107	104	98	91	77

Met behulp van formule (3) wordt met deze waarden voor k en dT/dn voor Δ gevonden:

$n = 0$	1	2	3	4	5	6	7	8	9
$\Delta = 2.6$	3.2	4.2	5.7	7.5	9.8	12.5	15.8	19.7	24.4
$n = 10$	11	12							
$\Delta = 30.8$	38.9	53.4							

en hiermede kan, zooals in fig. 4 is gedaan, uit de reeds bekende lijn van de cuit-temperatuur, de lijn van de watertemperatuur worden gevonden, die noodig zou zijn om in de aangenomen buis ($D = 250$

mm) het specifieke temperatuursverloop te verkrijgen voor de aangroeiing van 200 μ tot ca. 530 μ , met behulp van koelwater in tegenstroom door een uitwendigen koelmantel.

Voor praktische uitvoering komt dit schema niet in aanmerking, omdat daarvoor koelwater van -16.9° ter beschikking zou moeten zijn.

Is de begintemperatuur van het beschikbare koelwater 25° , dan bedraagt Δ aan het einde slechts 12.5° in plaats van 53.4° .

Hieraan zou tegemoet gekomen kunnen worden door het koeloppervlak in verhouding tot den buisinhoud naar de cuit-uitlaat toe geleidelijk te vergroeten, en wel door de buismiddellijn steeds kleiner te laten worden. De einddiameter zou dan $250 \times 12.5/53.4 = 59$ mm moeten worden, hetgeen ook weer practisch onbruikbaar is.

Er is aan het koelschema van fig. 4 trouwens nog een ander bezwaar verbonden, n.l. de zeer kleine benodigde koelwaterhoeveelheid, welke bij een redelijke stroomsnelheid aanleiding geeft tot zeer nauwe kanalen.

Gesteld, dat de lengte van den kristallisor op 1200 mm = 12 dm wordt bepaald, dan wordt de inhoud bij een dwarsdoorsnede (zie boven) $0.24 \pi D^2$ (met $D = 2.5$):

$$0.24 \eta \times 2.5^2 \times 12 \approx 57 \text{ dm}^3$$

en de cuit-productie per uur:

$$57 \times \frac{1}{1.6} \times 1.5 = 53 \text{ kg}$$

Bij een soortelijke warmte van 0.5 is de „waterwaarde” hiervan slechts 26.5 kg/h.

Volgens fig. 5 is:

$$\frac{\text{Temperatuurstijging water}}{\text{Temperatuurstijging cuit}} = \frac{110.6}{58.8} = 1.88$$

De benodigde hoeveelheid koelwater zou dus slechts $26.5 : 1.88 = 14$ l/h bedragen. Om behoorlijke circulatie en warmte-overdracht te hebben zal de watersnelheid niet kleiner dan b.v. 2 dm/sec mogen zijn. Er passeeren $14000/3600 = 3.9$ cm³/sec en de doortocht wordt dus:

$$3.9 : 20 = 0.195 \text{ cm}^2,$$

hetgeen om vele redenen voor het practisch gebruik een te kleine afmeting is.

Koeling met aanvankelijke overmaat van koelwater en aftapping onderweg.

Hiermede wordt een systeem bedoeld, waarbij de uitwendige koelmantel behouden blijft, doch waarbij het eerste deel van den mantel (van de koelwaterintrede af gerekend) door een ruime hoeveelheid koelwater doorstroomd wordt, welke door aftapping onderweg tot de bovenberekende kleine hoeveelheid wordt verminderd.

De aanvankelijke koelwaterhoeveelheid is gemakkelijk zoo ruim te kiezen, dat dit van de begintemperatuur van 25° tot slechts 27.8° stijgt bij het opnemen van de warmte, welke uit de cuit vrijkomt bij afkoeling van 58.6° tot 37.5° .

De hiervoor benodigde koelwaterhoeveelheid is:

$$26.5 \times \frac{58.6 - 37.5}{27.8 - 25} = 200 \text{ l/h}$$

of 67 cm³/sec. Dit geeft bij 2 dm watersnelheid een doortocht van 3.4 cm² voor de koelwaterkanalen, wat een bruikbare afmeting is.

¹⁵⁾ Ind. Mercur, p. 402 (1936).

Het temperatuursverloop van koelwater en cuite krijgt in dit deel van den kristallisor een karakter, zoals in fig. 4 met streepstippellijn is aangegeven. De temperatuurslijn voor het water wijkt uiteraard weinig af van de rechte verbindingslijn der punten 25 en 27.8.

Van de lijn voor de cuite zijn de punten 58.6 en 37.5 bekend, doch het verloop is moeilijk in formule te brengen wegens de veranderlijkheid van k tusschen de beginwaarde $k = 98$ en de eindwaarde $k = 77$ (zie boven). Zou k onveranderlijk zijn, dan zou het gemiddelde temperatuursverschil in dit deel van den kristallisor te berekenen zijn met de bekende formule:

$$\Delta_m = \frac{\Delta_1 - \Delta_2}{\lg \frac{\Delta_1}{\Delta_2}} \dots (5)$$

welke hier dan met $\Delta_1 = 58.6 - 27.8 = 30.8$ en $\Delta_2 = 37.5 - 25 = 12.5$ zou opleveren:

$$\Delta_m = \frac{30.8 - 12.5}{\lg \frac{30.8}{12.5}} = 20^\circ$$

Door de veranderlijke k zal de lijn T_c' in het begin (bij 58.6°) wat steiler loopen, aan het einde wat vlakker dan bij onveranderlijke k . Daardoor wordt Δ_m wat kleiner en zal hier op 18° geschat worden.

Ook de transmissiecoëfficiënt k zal aanvankelijk snel, later langzamer afnemen en de gemiddelde waarde is dus niet $\frac{98-77}{2} = 87.5$, maar kleiner, b.v. 80.

De waterwaarde van de passeerende cuite is natuurlijk in dit deel van den kristallisor evenals in het eerste deel 26.5 kg/h en de af te voeren warmte dus:

$$26.5 (58.6 - 37.5) = 560 \text{ kcal/h.}$$

Het vereischte oppervlak in m^2 is dan:

$$0 = \frac{560}{18 \times 80} = 0.39^2 \text{ m}^2 = 39 \text{ dm}^2$$

Daar de middellijn $D = 2.5 \text{ dm}$, moet de lengte van dit deel bedragen: $39/\pi \times 2.5 = 5 \text{ dm}$.

In fig. 4 zijn dienovereenkomstig 5 lengte-eenheden uitgezet, d. i. de helft van het overige kristallisordeel, dat door 10 lengte-eenheden wordt voorgesteld.

De oponthoudsduur wordt nu totaal 120 min, verdeeld over 80 min voor koeling van 96.3° tot 58.6° en 40 min voor koeling van 58.6° tot 37.5° .

Bij gebruik van koelwater van 25° en beperking der koeling tot een uitwendigen mantel, is dit langzame eindverloop onvermijdelijk. Het eenige nadeel daarvan is de iets grootere lengte van den kristallisor voor een gegeven productievermogen. Als voordeel is aan te voeren, dat de oververzadiging zal dalen beneden de waarde 1.15, de kristallen worden dus nog iets grooter en de cuite komt minder oververzadigd uit het toestel, wat bepaald gunstig is.

Op deze wijze zou dus een zeer eenvoudig en bruikbaar proeftoestel zijn verkregen, ware het niet, dat in deel I onverminderd het bezwaar van de geringe koelwaterhoeveelheid (als boven berekend) blijft gelden. Tusschen deel II en deel I zou van de ingevoerde 200 l/h niet minder dan 186 l/h moeten

worden afgetapt, zoodat voor deel I weer 14 l/h zou overblijven.

Voor een bedrijfstoestel met een productie van b.v. 10 t/h cuite, moeten alle hoeveelheden met $10.000 : 53 = \text{ca. } 200$ worden vermenigvuldigd en zou dit voor deel I neerkomen op $200 \times 14 = 2800 \text{ l/h}$. Weliswaar zal daarbij in plaats van met een koelmantel met meer inwendige koeling (b.v. volgens het „Werkspoor“-systeem) gewerkt moeten worden, maar toch kan daarbij het beginsel behouden blijven om het specifieke koelingsverloop niet te verkrijgen door het koeloppervlak per hl-inhoud naar de cuiteintrede toe te doen afnemen, zoals vroeger is beoogd¹⁶⁾, maar door het temperatuursverschil met het zich verwarmende koelwater steeds kleiner te doen worden. Om te doen zien, dat het op deze wijze van nature verkregen temperatuursverloop zeer weinig verschilt van het specifieke koeldiagram, wordt hier nog even een controle-berekening ingelascht.

Contrôle-berekening over het temperatuursverloop bij zuiver tegenstroom van koelwater en cuite.

Bij punt 0 is het temperatuursverschil Δ_0 tusschen cuite en water 2.6 (zie boven) en de transmissiecoëfficiënt $k_0 = 112$. Bij punt 10 zijn deze waarden: $\Delta_{10} = 30.8$ en $k_{10} = 98$. Het is duidelijk, dat op punt 10 de afkoeling even sterk zou zijn, indien daar de k nog gelijk was aan die van punt 0, doch de Δ verkleint tot $\Delta_{10}' = 30.8 \times 98/112 = 27$.

Daar de k ook tusschentijds regelmatig verandert, kan een goede benadering verkregen worden, door ons de koeling voor te stellen als verkregen door een wand met onveranderlijke k , doch met een temperatuursverschil stijgend van 2.6 tot 27.

Voor dit geval van onveranderlijke k is de formule der temperatuurlijnen bekend en kan het verloop gemakkelijk berekend worden.

De temperatuur T_n op een tusschenliggend punt is alleen afhankelijk van de begin- en eindtemperaturen en van de verhouding Δ_{10}/Δ_0 en volgt uit:

$$\frac{T_0 - T_n}{T_0 - T_{10}} = \frac{1 - \left(\frac{\Delta_{10}}{\Delta_0}\right)^n}{1 - \frac{\Delta_{10}}{\Delta_0}} \dots (6)$$

Nu is: $\frac{\Delta_{10}}{\Delta_0} = \frac{27}{2.6} = 10.38$;

en: $\left(\frac{\Delta_{10}}{\Delta_0}\right)^{10} = 1264$, zoodat:

$$\frac{96.3 - T_n}{96.3 - 58.6} = \frac{1 - 1.264^n}{1 - 10.38} = \frac{1.264^n - 1}{9.38}$$

$$T_n = 100.3 - 4 \times 1.264^n \dots (7)$$

Uitwerking geeft:

$n = 0$	1	2	3	4	5	6	7
$1.264^n = 1.00$	1.26	1.60	2.02	2.55	3.23	4.08	5.15
(7) $T_n = 96.3$	95.2	93.9	92.2	90.1	87.4	84.0	79.7
	$n = 8$	9	10				
	$1.264^n = 6.52$	8.23	10.38				
	(7) $T_n = 74.2$	67.4	58.8				

Ter vergelijking is hieronder het specifieke koelingsverloop weergegeven:

(1) $T = 96.3$	95.4	94.2	92.5	90.4	87.6	83.9	79.4	
						73.7	66.8	58.6

¹⁶⁾ Ind. Mercur (1936), pg. 402.

De verschillen zijn geheel onbeteekenend, zoodat hierin een bevestiging is te zien van de mogelijkheid, om door zuiver tegenstroom zonder aftakkingen in het deel I van den kristallisator het gewenschte koelingsverloop te verwezenlijken.

Regeling temperatuursverloop in deel I door warmtetoevoer van buiten.

Om ongewenscht kleine koelwaterhoeveelheden in deel I bij het proeftoestel te vermijden, kan hierin met een veel ruimere waterhoeveelheid worden ge-

werkt (bij voorkeur dezelfde als reeds voor deel II berekend werd, n.l. 200 l/h) en aan dit water door den buitenwand van de koelruimte zooveel warmte toevoeren, dat daarvan de temperatuur toeneemt zoo nauwkeurig mogelijk volgens de temperatuurlijn voor het koelwater in fig. 4.

Het eenvoudigste middel hiervoor is, om koelmantel (en kristallisator) over het deel I in een warmwaterbak te monteeren, waarin door roeren de temperatuur overal gelijk gehouden wordt en waarin de benodigde toevoer van warmte door inblazen van stoom kan plaatsvinden.

Boven werd reeds aangetoond, dat een goede voorstelling gemaakt kan worden van de warmte-afgifte door de cuite aan het koelwater, indien k als onveranderlijke wordt aangenomen, doch daarbij Δ veranderend van 2.6° tot 27° , dus in de verhouding 1 : 10.38.

Om nu hetzelfde verloop van de temperatuurlijn voor het koelwater te behouden, moet gezorgd worden, dat ook het temperatuursverschil tusschen koelwater en „bak” verandert van punt 0 naar punt 10 in de verhouding 1 : 10.38.

Is het water in den bak X_0° warmer dan het koelwater in punt 0, dus $93.7 - X_0$, dan neemt dit temperatuursverschil naar punt 10 toe van X_0 tot $X_{10} = X_0 + (93.7 - 27.8) = X_0 + 66^\circ$. Gewenscht wordt $X_{10} = 10.38 X_0$, dus: $9.38 X_0 = 66$, of $X_0 = 7.0$.

De temperatuur van het water in den bak moet dus zijn $93.7 + 7 = 100.7$: deze temperatuur ligt juist iets boven het kookpunt. Practisch moet er dus zooveel stoom in het water van den warmwaterbak worden geblazen, dat dit blijft koken; hierdoor wordt dan tevens een goede circulatie onderhouden, hetgeen het roeren overbodig maakt.

Ter contrôle is nu het temperatuursverloop te berekenen van water, dat van 27.8° tot 93.7° verwarmd wordt bij het stroomen door een buis, welke in een bak van 100.7° ligt.

In dit eenvoudige geval geldt:

$$X_n = X_0 \times \left(\frac{X_{10}}{X_0}\right)^{\frac{n}{10}}$$

Evenals $\frac{\Delta_{10}}{\Delta_0}$ in het voorgaande, is hier $\frac{X_{10}}{X_0} = 10.38$

en dus $\left(\frac{X_{10}}{X_0}\right)^{\frac{1}{10}} = 1.264$, zoodat:

$$X_n = X_0 \times 1.264^n = 7.0 \times 1.264^n$$

$$T_n = 100.7 - 7 \times 1.264^n.$$

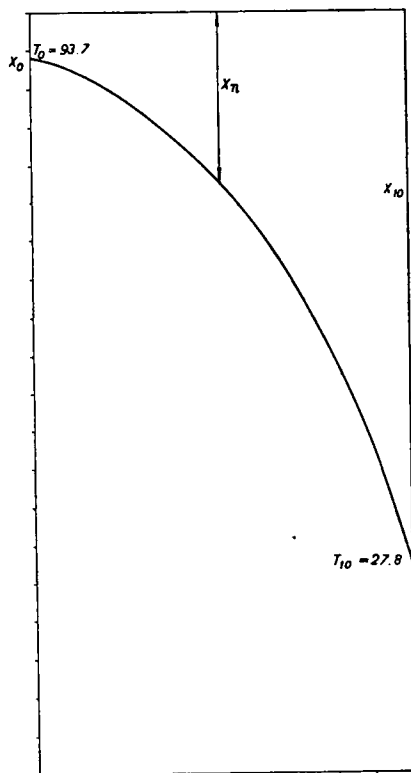
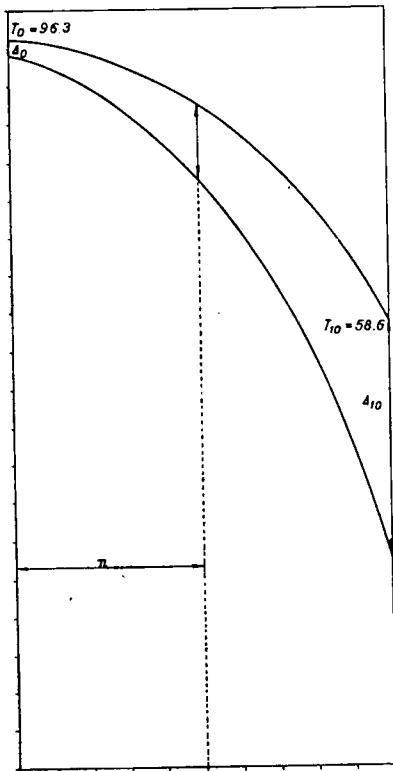
Uitwerking geeft:

$n = 0$	1	2	3	4	5	6	7
$1.264^n =$	1.00	1.264	1.60	2.02	2.55	3.23	4.08
$T_n =$	93.7	91.9	89.5	86.6	82.8	78.1	72.1
				8	9	10	
				$1.264^n =$	6.52	8.23	10.38
				$T_n =$	55.1	43.1	28.0

hetgeen zeer goed blijkt overeen te stemmen met de temperatuurlijn voor het koelwater in fig. 4.

Nu moet nog worden nagegaan, of de warmte-doorgang van den bak naar den koelmantel voldoende is, om de hoeveelheid water, welke deel II doorstroomt (200 l/h), te verwarmen van 27.8° tot 93.7° .

Door de cuite wordt reeds de noodige warmte afgestaan om 14 l/h koelwater te verwarmen, dus de bak moet warmte leveren voor 186 l/h.



Deze nemen op: $186 \cdot (93.7 - 27.8) = 186 \times 66$ kcal/h.

Als diameter van den buitenwand van den koelmantel is te kiezen $D = 280$ mm, en daar de lengte van deel I (zie boven) 1 m bedraagt, is het oppervlak: $0.28 \pi = 0.88$ m².

Het gemiddelde temperatuursverschil wordt gevonden uit:

$$\Delta_m = \frac{\Delta_{10} - \Delta_0}{\lg \frac{\Delta_{10}}{\Delta_0}} = \frac{66}{2.3 \log 10.38} = 28.2^\circ$$

De vereischte warmtetransmissiecoëfficiënt zou dus zijn:

$$k = \frac{186 \times 66}{28.2 \times 0.88} = 500 \text{ kcal/m}^2/\text{h}^\circ$$

Dit is een cijfer, dat voor de warmte-overdracht van water op water door een ijzeren wand gemakkelijk bereikbaar is.

Volgens 26e Hütte I, p. 500, is de overgangscoefficiënt voor water bij turbulente strooming (waarvan hier sprake is) door rechte buizen:

$$\alpha = 1755 \cdot (1 - 0.015 \delta_m) \frac{w^{0.87}}{d^{0.13}} \text{ kcal/m}^2/\text{h}^\circ \quad (8)$$

waarbij:

$\delta_m = 0.9 \times$ watertemperatuur $- 0.1 \times$ wandtemperatuur. In ons geval kan δ_m op ca. 70° worden aangenomen en de vorm tusschen haakjes op 2.

$w =$ de watersnelheid in m/sec, hier te stellen op

$$0.2, \text{ zoodat } w^{0.87} = \frac{1}{4.05}.$$

Het doorstromingskanaal in den koelmantel moet een doortocht hebben van 3.4 cm², dus kan als overeenkomende waarde voor d worden genomen

$$2.1 \text{ cm} = 0.021 \text{ m, zoodat } \frac{1}{d^{0.13}} = 1.64.$$

Dan wordt dus:

$$\alpha_1 = 1755 \times 2 \times \frac{1.64}{4.05} = 1420 \text{ kcal/h/m}^2/\text{h}^\circ$$

Dit is de overgangscoefficiënt van het water in den koelmantel op den wand. Is nu λ de geleidingscoëfficiënt van ijzer, δ de wanddikte (in mm) en α_2 de overgangscoefficiënt van den wand op het water in den bak, dan is:

$$\frac{1}{k} = \frac{1}{\alpha_1} + \frac{\delta}{\lambda} + \frac{1}{\alpha_2} \quad \text{Zij } \delta = 0.005 \text{ en } \lambda = 50, \text{ dan:}$$

$$\frac{1}{500} = \frac{1}{1420} + \frac{1}{10000} + \frac{1}{\alpha_2} \text{ of } \alpha_2 = 850 \text{ kcal/h/m}^2/\text{h}^\circ.$$

Deze overgangscoefficiënt is dus nog heel wat kleiner, dan die, welke in den koelmantel volgens formule (8) bij een stroomsnelheid van 0.2 m/sec werd gevonden en zal dus gemakkelijk verkregen kunnen worden.

Samenvatting van de resultaten der berekeningen.

De slotsom der berekeningen is dus, dat volstaan kan worden met een cilindrischen kristallinator van 1.5 m lengte en 250 mm inwendige middellijn, omgeven door een koelmantel van 280 mm inwendige

middellijn, waarin bv. een spiraalvormig kanaal van 3.4 cm² doortocht is aangebracht ter verkrijging van de benodigde watersnelheid. Dit kanaal wordt doorstroomd door 200 l/h koelwater, dat daarbij van 25° tot 93.7° verwarmd wordt. Het grootste deel dezer verwarming wordt verkregen, doordat de koelmantel zich over een lengte van 1 m (gerekend van de cuitentrede af), in een warmwaterbak bevindt, waarin het water door stoominblazen op kooktemperatuur gehouden wordt.

De cuit-productie bedraagt 53 kg/h. De oponthoudsduur in den kristallinator is 2 h.

Aan het slot van deze verhandeling is het ons een aangename plicht, oprechten dank te mogen betuigen aan Prof. Von Pritzelwitz van der Horst voor het berekenen en ontwerpen van de proefapparatuur; ook danken wij de Directie der N.V. Algemeene Maatschappij tot Exploitatie der Oei Tiong Ham-suikerfabrieken voor de ons geboden gelegenheid, de proefnemingen uit te kunnen voeren op het Proefstation, en zijn vooral Dr. Honig en zijn staf zeer erkentelijk voor de verleende gastvrijheid en aangename samenwerking; in het bijzonder richten wij onzen dank tot den heer Thomson, die in het welslagen dezer proefnemingen een groot aandeel heeft gehad.

Sf. „Redjo-Agoeng”, Maart 1939.
Madioen

665.54 : 536.4

HOOFD-COMMISSIE VOOR DE NORMALISATIE IN NEDERLAND.

Ontwerp-normaalbladen Minerale oliën.

De Hoofdcmissie deelt mede, dat onderstaande ontwerp-normaalbladen ter critiek zijn afgekondigd. Critiek wordt vóór 1 Februari 1940 gaarne ingewacht bij het Centraal Normalisatie Bureau, Willem Witsenplein 6, den Haag, of vóór 1 Januari 1940 bij het Secretariaat van den Normalisatieraad in Ned.-Indië, Bragaweg 38, Bandoeng.

V 1235. Minerale oliën. Bepaling van het troebelingspunt.

V 1236. Idem. Thermometer voor de bepaling van het troebelingspunt.

De bladen werden ontworpen door Commissie 32, voor de normalisatie van de nomenclatuur en beproevingsmethoden van minerale oliën, onder voorzitterschap van Prof. Dr. Ir. H. I. Waterman.

Toelichting.

De in deze normaalbladen aangegeven methode voor de bepaling van het troebelingspunt komt overeen met de in Amerika (Amer. Soc. for Testing Materials) en Engeland (Institution for Petroleum Technologists) genormaliseerde methode voor deze bepaling. Echter werd in het ontwerp-normaalblad V 1235 onder het hoofdstuk „Voorbereiding van de proef”, als aanvulling van de buitenlandsche voorschriften, nauwkeurig aangegeven op welke wijze de oliën vooraf moeten worden gedroogd, daar geringe hoeveelheden vocht reeds merkbare fouten kunnen

veroorzaken. Om dezelfde reden werd als afsluiting van de proefbuis een goed sluitende rubberstop in plaats van een kurk voorgeschreven.

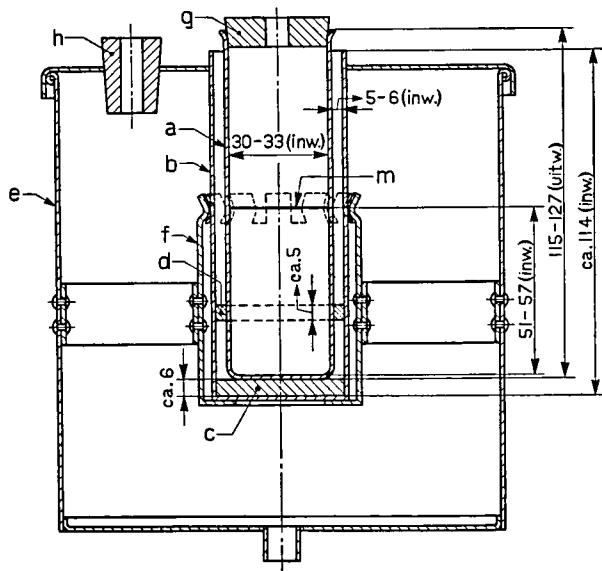
Bij de voorbereiding werd tevens een voorschrift gegeven voor de voorbehandeling van donkere oliën, zoodat ook hiervan zonder bezwaar het troebelingspunt volgens de genormaliseerde methode kan worden bepaald.

Overdrukken van deze publicatie zijn tegen geringe vergoeding verkrijgbaar bij het Centraal Normalisatie-Bureau, Willem Witsenplein 6, den Haag.

Minerale oliën.	V 1235
Bepaling van het troebelingspunt.	I. I. D.: 665.5 : 536.4

Toestel.

Maten in mm.



- a = proefbuis van helder, doorzichtig glas.
 b = waterdicht luchtbad van glas of metaal.
 c = kurken of vilten schijfje, passend in het luchtbad.
 d = ring van kurk, vilt of ander elastisch, doch stevig materiaal; de ring moet moeilijk langs de proefbuis te verschuiven zijn, maar beweeglijk in het luchtbad passen.
 e = koelbad van zoodanigen aard, dat de gewenschte temperatuur daarin kan worden bereikt.
 f = ondersteuning, welke het luchtbad in verticalen stand houdt.
 g = goed sluitende rubberstop, voorzien van een opening voor den thermometer voor de bepaling van het troebelingspunt.
 h = kurk, voorzien van een opening voor den thermometer voor het koelbad.
 m = merkstreep.

Bij dit toestel behooren:

Een thermometer voor de bepaling van het troebelingspunt, volgens V 1236.

Een thermometer voor het koelbad; dit kan een willekeurige thermometer zijn, mits de nauwkeurigheid binnen het gewenschte traject 1°C bedraagt.

Vorbereiding van de proef.

1. Voorbehandeling van heldere oliën.

100 g olie wordt verwarmd tot $110\text{--}115^{\circ}\text{C}$ en daarna gedurende 10—15 min grondig geschud met 20 g van een goede kwaliteit ontkleuringspoeder (b.v. Terrana, Petrisil of Acid Clay), dat van te

voren bij 110°C grondig is gedroogd. De olie wordt daarna bij 80°C (in een droogstoof) direct in de droge proefbuis afgefiltreerd tot de buis tot aan de merkstreep is gevuld. De proefbuis wordt dan onmiddellijk goed afgesloten met de rubberstop, waarin de thermometer (volgens V 1236) is geschoven, zoodanig, dat het kwikreservoir op den bodem van de proefbuis rust.

2. Voorbehandeling van donkere oliën.

100 g olie wordt gedurende 15 min geschud met ten hoogste 6 g 98 %-ig zwavelzuur, waarbij niet meer zwavelzuur wordt gebruikt, dan voor het verkrijgen van een voldoende doorzichtigheid noodig is. Het mengsel moet vervolgens gedurende eenige uren bij 80°C blijven staan, teneinde het zuur te laten bezinken. Daarna wordt de olie afgeschonken, en verder behandeld als onder 1 is aangegeven.

Uitvoering van de proef.

De ring wordt om de proefbuis geschoven en deze vervolgens in het luchtbad, dat schoon en droog moet zijn, op het kurken (vilten) schijfje geplaatst.

De temperatuur van het koelbad wordt tusschen -1°C en $+1^{\circ}\text{C}$ gehouden. De temperatuur van de olie begint nu regelmatig te dalen en wordt afgelezen op den thermometer, die in de proefbuis staat. Telkens wanneer het kwik in den thermometer de deelstreep van een geheel graden passeert, wordt de proefbuis snel en zonder schudden uit het luchtbad genomen, nagegaan of een troebeling is waar te nemen, en de proefbuis weer in het luchtbad geplaatst. Deze opeenvolgende handelingen mogen tezamen niet meer dan 3 sec in beslag nemen.

Wanneer de temperatuur van de olie tot 10°C is gedaald, en nog geen troebeling is waargenomen, wordt het luchtbad met de proefbuis overgebracht in een tweede koelbad, waarvan de temperatuur tusschen -17 en -15° wordt gehouden. Vervolgens worden de bovenbeschreven waarnemingen voortgezet.

Wanneer de temperatuur van de olie tot -7°C is gedaald, en nog geen troebeling is waargenomen, wordt het luchtbad met de proefbuis geplaatst in een koelbad, waarvan de temperatuur tusschen -34 en -32°C wordt gehouden, waarna de waarnemingen worden voortgezet.

De temperatuur in geheele graden, welke werd afgelezen juist voordat een duidelijke troebeling in de olie op den bodem van de proefbuis wordt waargenomen, geldt als het troebelingspunt.

Opmerking.

De vereischte temperaturen van de koelbaden kunnen met behulp van koelspiralen of koelmengsels worden verkregen. De volgende koelmengsels kunnen worden gebruikt:

- mengsels van alcohol en vast koolzuur, of
- voor een koelbad-temperatuur van ca. 0°C : ijs en water,
- voor een koelbad-temperatuur van ca. -16°C : gemalen ijs en keukenzout,
- voor een koelbad-temperatuur van ca. -33°C : gemalen ijs en calciumchloride.

Minerale oliën.	
Thermometer voor de bepaling van het troebelingspunt.	
	V 1236
	I. I. D. : 655.5 : 536.4
Omschrijving	Thermometer
Meetbereik	— 38 tot + 50 °C
Onderverdeling	1 °C
Type	geëtste glazen staaf
Vloeistof	kwik
Ruimte boven de vloeistof .	gevuld met stikstof
Totale lengte	220—224 mm
Uiterlijk en materiaal van de staaf	vlakke voorkant; emaille achterkant; geschikte glassoort
Middellijn van de staaf . . .	7.0—8.0 mm
Materiaal van het vloeistofreservoir	geschikt glassoort
Lengte van het vloeistofreservoir	max. 9.5 mm
Middellijn van het vloeistofreservoir	niet groter dan die van de staaf
Afstand van de onderkant van het vloeistofreservoir tot	—38 °C streep 120—130 mm
Afstand van het bovenuiteinde van den thermometer tot	49 °C streep 19—25 mm
Afwerking van het bovenuiteinde van den thermometer	afgerond
Schaalverdeling	strepen en cijfers duidelijk en scherp
Aangegeven door een langere streep elk veelvoud van .	5 °C
Nummering bij elk veelvoud van	10 °C
Indompeling	108 mm
Nauwkeurigheid	0.5 °C bij ijking als onderstaand
Ijking	bij het ijken moet de thermometer 108 mm ondergedompeld zijn; ijking bij 0 °C en ongeveer bij elk veelvoud van 20 °C
Merken	„troebelingspunt” nummer naam van den fabrikant

PERSONALIA, ENZ.

Aan de 1e H.B.S. met 5-j. c. te Rotterdam is benoemd tot tijdelijk leeraar in de scheikunde voor bepaalde uren drs. W. Romeyn aldaar.

* * *

Van 11 tot 15 September a.s. vergadert de American Chemical Society te Boston. In een der sectievergaderingen wordt een symposium gehouden over de vulcanisatie van caoutchouc, waar tevens de ontdekking van die bewerking door Charles Goodyear wordt herdacht.

* * *

De Rubber-Stichting, Heerengracht 182, Amsterdam-C, heeft een brochure uitgegeven „Rubber in ons huis”, die voor belangstellenden op aanvraag gratis beschikbaar is.

* * *

Ter gelegenheid van het 50-jarig bestaan van het Versuchsstation Schweiz. Brauereien wordt te Zürich van 28 Aug. tot 2 Sept. een internationaal Brouwers-Congres gehouden (adres: Bahnhofplatz 9, Zürich). Drs. B. D. Hartong zal er een lezing houden over: „Zur Methodiek der Betriebskontrolle”.

* * *

Instituut voor Grafische techniek. Op initiatief van de Grafische patroons-organisaties is het door medewerking van de Nijverheidsorganisatie voor toegepast natuurwetenschappelijk onderzoek mogelijk gebleken, te komen tot oprichting van een proefstation voor de grafische bedrijven. Het Instituut ziet zich als taak gesteld de ontwikkeling van de grafische industrieën te bevorderen in het bijzonder door het doen van onderzoekingen, waarbij eventueel gebruik zal worden gemaakt van bestaande laboratoria, diensten en instellingen.

Het ligt niet in de bedoeling het terrein van reeds bestaande laboratoria, zoals b.v. den Rijksvezeldienst, het papierlaboratorium van Bührmann en den Rijksrubberdienst, te gaan betreden, doch aan te vullen en daarnaast contact te leggen tusschen de behoeften, die zich in de praktijk voordoen en de mogelijkheden van bestaande laboratoria om hulp te bieden.

Bij het uitwerken van verschillende onderwerpen zal het druktechnische deel van de onderzoekingen in eigen beheer worden verricht. Dit is mogelijk geworden doordat het Instituut zal worden gevestigd in het gebouw van de Amsterdamsche grafische school, Dintelstraat 15, Amsterdam-Z, waar grafische machines van zeer uiteenlopende soort ter beschikking zijn. Ook is medewerking toegezegd door de school voor de grafische vakken te Utrecht.

Naast het uitwerken van problemen, de grafische industrie betreffende, zal ook documentatie-materiaal worden verzameld.

Het Bestuur, dat 5 Juli j.l. door den Voorzitter van de Nijverheidsorganisatie T.N.O. werd geïnstalleerd, bestaat uit de heeren S. S. Korthuis, voorzitter, Ir. L. N. M. de Weerd, ondervoorzitter, A. Q. de Flines, O. van Leer, U. Proost en C. J. P. Zaalberg.

Per 1 Aug. is de leiding van het Instituut opgedragen aan den heer J. Leemhuis, die als technisch deskundige was verbonden aan de Federatie der werkgeversorganisatiën in het boekdrukkersbedrijf.

TER BESPREKING ONTVANGEN BOEKEN.

(aanvragen te richten tot de redactie).

- A. J. Notham and S. G. Byam, Color in Rubber. E. I. du Pont de Nemours & Co., Inc. Rubber Chemicals Division. Wilmington, Delaware, 1938, 16 × 24 cm, 23 pp.
- Zeitschrift für angewandte Photographie in Wissenschaft und Technik. Jahrgang 1, Heft 1 und 2, Februar und April 1939. S. Hirzel, Leipzig, 1939, 21 × 30 cm, 22 und 32 pp., RM. 10 per jaar.
- C. C. Concannon and J. N. Taylor, Synthetic organic chemicals, World development and foreign markets. U. S. Department of Commerce: Trade Promotion Series No. 189. U.S. Government Printing Office, Washington, 1938, 15 × 23 cm, 164 pp., \$ 0.20.
- Th. C. Gregory, Uses and applications of chemicals and related materials. A guide to the current industrial uses; potential applications and sales possibilities of 5167 products. Reinhold Publishing Co., New York, 1939, 16 × 24 cm, VI + 665 pp., \$ 10.—.
- P. M. Glover, Lac cultivation in India. The Indian Lac Research Institute, Namkum, Ranchi, Bihar, India, 1937, 19 × 25 cm, 147 pp., Rs. 2.—.

VRAAG EN AANBOD

Plaatsing geschiedt alleen voor leden der Nederl. Chem. Vereeniging.

Correspondentie wordt over deze rubriek niet gevoerd: de Redactie zendt alleen brieven door, waarvoor men porto insluit.

Ter overneming gevraagd:

- R. Hauy, Traité de minéralogie; Traité de cristallographie. Romé de l'Isle, Traité de cristallographie. Laboratorium-inventaris. Laboratorium-werktafel. Sacchariemeter, ev. m. bijbehorende balans, normaalschaaltjes, normaal- en tarra-gewichten. Microscoop met olie-emersie. Chem. balans, evt. beschadigd.

Ter overneming aangeboden:

- Ica camera, dubb. balg, 10 × 15 cm, Zeiss Tessar 1 : 4.5, f 16.5, compursluiser, matglas.
 Kruyt, Colloids, 1927.
 C. Oppenheimer, Die Praxis d. org. Chemikers, 1914.
 Gatterman, Die Praxis d. org. Chemikers, 1914.
 Böeseken, Overzicht der koolwaterstoffen, I, 1915.
 Meyer und Jacobson, Lehrb. d. org. Chemie, 5 bnd., 1913/1922.
 Müller—Pouillet's Lehrb. d. Physik, 5 bnd., 1906/1914.
 Brennstoffchemie 1920—'23, 1934—heden.
 A. H. Church, The chemistry of paints and paintings, 1915, 388 pp.
 J. Newton Friend, An introduction to the chemistry of paints, 1910, 204 pp.
 Wilh. Ostwald, Malerbriefe (Theorie u. Praxis der Malerei), 1904, 165 pp.
 A. H. Hiorns, Mixed metals, 1912, 469 pp.
 C. H. Desch, Intermetallic compounds, 1914, 116 pp.
 U. R. Evans, Metals and metallic compounds, 4 vols. (468, 396, 270 en 350 pp.), 1923.
 F. Haber, Thermodynamics of techn. gas-reactions, 1908, 356 pp.
 R. Kremann, Die Eigenschaften der binären Flüssigkeitgemische, 1916, 266 pp.
 J. P. Kuenen, Die Zustandsgleichung, 1907, 241 pp.
 R. Kremann, Mechanische Eigenschaften flüssiger Stoffe, 1928, 598 pp.
 R. Lorenz, Raumerfüllung und Ionenbeweglichkeit, 1922.
 F. Muhlert u. K. Drews, Technische Gase (Herstellung, Verwendung), 1928, 416 pp.

Economische Berichten.

Nadere inlichtingen verstrekt het Bureau der Vereeniging van de Nederlandsche Chemische Industrie, Laan Copes van Cattenburch 16, Den Haag ¹⁾.

België *).

Omzetbelasting. De toeslag van resp. 2,75 % en 5½% op de omzetbelasting op dextrine, leiogom en dergelijke zetmeelpreparaten is opgeheven.

Protectoraat Bohemen en Moravië. De Nationale Bank van het protectoraat Bohemen en Moravië heeft bepaald, dat ingezetenen van het protectoraat, die schulden uit hoofde van ingevoerde, afgewerkte goederen hebben te voldoen naar landen, waarmede het protectoraat niet in clearingrelatie staat (zoals Nederland) en welke schulden voor 1 Mei 1939 zijn ontstaan, vóór 21 Augustus een deviezenvergunning moeten aanvragen. Later ingediende aanvragen om een deviezenvergunning zullen niet meer in behandeling worden genomen.

Bolivia *).

Invoerrechten. Bij decreet van 30 Juni j.l. zijn wijzigingen gebracht in de toeslagen (van 40 tot 950 %), welke op de invoerrechten worden toegepast.

Cuba *).

Pharmaceutische preparaten. Met ingang van 1 Juli j.l. moet op de verpakking van pharmaceutische, ophotherapeutische en biologische preparaten en van preparaten voor veterinaire doeleinden door middel van een stempel of op andere wijze duidelijk aangegeven zijn, dat het preparaat geregistreerd is of ter registratie aangegeven bij het Cubaansche Handelssecretariaat. Vermeld moet tevens worden: 1e bij inheemsche of buitenlandsche merken het nummer van inschrijving en 2e bij internationale merken de datum en het internationale registratienummer van Bern en tenslotte de verklaring, dat het merk gesteld werd onder de wettelijke bescherming van de Cubaansche republiek.

Dominicaansche Republiek *).

Geneesmiddelen. Met ingang van 24 Mei j.l., is bepaald, dat pharmaceutische preparaten, benevens biologische producten, welke ten verkoop aangeboden worden of gratis verspreid worden, moeten zijn goedgekeurd door het Secretariaat van den Gezondheidsdienst en geregistreerd moeten zijn. Het registratie-recht bedraagt 15 Pesos.

Egypte *).

Pharmaceutische merkartikelen. Op 9 Juli j.l. is een bepaling van kracht geworden, volgens welke pharmaceutische merk-

artikelen in de toekomst slechts dan verkocht mogen worden, indien op de buitenste verpakking de verkoopprijs voor den kleinhandel is aangegeven.

Estland *).

Houtspiritus (methanol). In het Estische Staatsblad van 21 Juli j.l. No. 61, wordt een verordening afgekondigd, waardoor het aan industriebedrijven, met ingang van dien datum, is geoorloofd, met toestemming van het ministerie van Economische Zaken, houtspiritus (methanol), voor de bereiding van formaline, zonder invoerrecht in te voeren.

Vetten, traan, ricinus- en olijfolie. Voorts is een verordening afgekondigd, waardoor het aan industriebedrijven, met ingang van dien datum, is geoorloofd, met toestemming van het ministerie van Economische Zaken, vloeibare vetten van zeedieren, zoomede vetten van beenderen en hoeven, verder ricinus en olijfolie vrij van invoerrecht in te voeren, wanneer zij dienen tot bereiding van oliën voor de bewerking van leder.

Frankrijk *).

Gehydrogeneerde derivaten van de producten der steenkooldestillatie. Bij decreet van 29 Juli 1939, gepubliceerd in het J. O. van 3 dezer, zijn de invoerrechten op de genoemde producten (post 0180 H v. h. Fransche tarief) verhoogd. De rechten bedragen thans volgens het algemeene tarief 1.600 frs., volgens het minimumtarief 400 frs. per hl (oude rechten resp.: 400 en 100 frs.).

Teer-kleurstoffen. Bij decreet van 18 Juli j.l., afgekondigd in het „Journal Officiel” van 23 Juli, is de op 17 September 1938 ingestelde contingentteering voor de onderdeelen 1 t/m 69 van de tariefposten 294 A, B, C (steenkoolteer-erven) ook uitgebreid tot onderdeel 70 van deze posten, benevens tot de kleurstoffen begrepen in de tariefposten ex 0290 bis, 0310 bis, 0310, ex 0311, ex 0312 bis, 0313, ex 0313 bis, ex 0313 ter, 0314, ex 0314 bis, ex 0315, ex 0315 ter, ex 0316 bis, ex 0316 ter, ex 0317 bis, ex 0321, 0316 en 0327 ter.

Groot-Britannië *).

Butyl-alcohol. Bij den Board of Trade is ingediend een voorstel om secundaire butyl-alcohol vrij te stellen van invoerrecht volgens de Safeguarding of Industries Act, op grond van het feit, dat dit product niet in voldoende hoeveelheid in het Verenigd Koninkrijk wordt vervaardigd.

Groot-Britannië en Noord-Ierland *).

Margarine. De verordening, waarbij de oorsprongs aanduiding op margarine voorgeschreven wordt, zal, zoals reeds werd verondersteld, op 1 November a.s. in werking treden.

Irak *).

Tariefwijzigingen. Met ingang van 25 Juli j.l. zijn een aantal invoerrechten gewijzigd. Deze wijzigingen betreffen o.a.:

castor olie	gebracht van 6 of 48 fils p. l op 15% v. d. waarde.
gedenatureerde ethyl-alcohol	gebracht van 15% v. d. waarde + 29 fils p. 2 l
en methyl-alcohol	op 20 fils per l.

(isopropyl alcohol ongewijzigd).
 andere alcoholen (geen ethyl)

	van 700 fils p. l op 33% v. d. waarde.
vuchtige oliën en essences	van 20% op 33% van de waarde.
zachte zeep en harszeep	op 40 fils per 10 kg.
gewone zeep en in stukken of staven	75 " " " "
scheerzeep	van 20% " 350 " " " "
toiletzeep	" 20% " 175 " " " "
andere soorten	" 150 " " " "

Italië *).

Cocainepasta. Bij Ministerieel decreet van 19 dezer is de ambtelijke waarde, waarover de invoerrechten berekend worden voor cocainepasta (pasta di coca), vastgesteld op 1200 lire per kg. Het recht bedraagt derhalve 15% van deze waarde.

Unie van Zuid-Afrika *).

Palm- en Palmpitolie. Met ingang van 14 Juli j.l. zal het invoerrecht op palm- en palmpitolie 20% + 1 d. per lb of 2 d. per lb bedragen.

Zweden *).

Caseïne. Bij Kon. Bekendmaking van 30 Juni j.l. is bepaald, dat bij den invoer van caseïne een invoerheffing verschuldigd is; deze invoerheffing, welke opbrengst zal dienen om de binnenlandsche caseïneproductie te steunen, bedraagt kr. 0.10 per kg netto. Deze bekendmaking trad 10 Juli j.l. in werking.

¹⁾ De met * gemerkte berichten zijn ontleend aan gegevens, verstrekt door den Economischen Voorlichtingsdienst van het Departement van Economische Zaken.