No. 2243 - 11 DECEMBER 1948 - 44e JAARGANG - No. 50

CHEMISCH WEEKBLAD

ORGAAN VAN DE NEDERLANDSE CHEMISCHE VERENIGING

INHOUD

	Blz.
Verhandelingen, Overzichten, Verslagen	721
J. ten Have, De bepaling van magnesium met o-oxychinoline in zoutzure grondextracten en in plantaardig materiaal.	
Laboratoriummededeling	725
Dr. Th. Brouwer, Een eenvoudige polarisatieloupe.	
Uit Wetenschap en Techniek	727
Ir. J. G. Blitz, De moderne Duitse waterstofperoxyde-industrie.	
Korte economische berichten	730
Personalia	730
Verenigingsnieuws	731
101ste Algemene Vergadering. — Mededelingen van het Secretariaat. — Examens voor Analyst en Materiaallaborant. — Secties. — Chemische Kringen.	
Mededelingen van verwante verenigingen	732
Aangeboden betrekkingen	732
Gevraagde betrekkingen	732
Verbetering	732
Agenda van Vergaderingen	732

546.46 [545] : 547.837 : 542.61 [546.131] : 631.42 : 581.19

De bepaling van magnesium met o-oxychinoline in zoutzure grondextracten en in plantaardig materiaal

door J. ten Have

Een methode wordt beschreven voor de bepaling van magnesium in grondextracten en plantaardig materiaal. Het blijkt, dat de oxychinolinemethode volgens *Berg* betrouwbare resultaten geeft. De invloed van temperatuur, oxychinoline- en ammoniakconcentratie en de aanwezigheid van sulfaat op de resultaten wordt nagegaan.

Bij gebruik van de theoretische factor 0.504 worden te hoge uitkomsten verkregen. De beschreven methode geeft met de berekende factor 0.486 bevredigende resultaten.

Voor de bepaling van het magnesium was de meest gebruikelijke methode die van *Schmitz* [1]), waarbij het magnesium met een overmaat natrium- of ammoniumphosphaat bij kookhitte na toevoeging van een flinke overmaat ammonia als $MgNH_4PO_4 + 6\,H_2O$ wordt neergeslagen en ten slotte na gloeiing van het neerslag als $Mg_2P_2O_7$ wordt gewogen. Deze methode is voor zeer kleine hoeveelheden magnesium minder nauwkeurig.

Ook de methode van *Schaffgott* [2]) vond wel toepassing. Hierbij wordt het magnesium met een alcoholische oplossing van ammoniumcarbonaat als $MgCO_3 . (NH_4)_2CO_3 + 4\,H_2O$ neergeslagen, na filtratie gegloeid en gewogen als MgO. Deze methode is zeer bewerkelijk en voor kleine hoeveelheden eveneens te onnauwkeurig.

Meer geschikt voor seriewerk en voor de bepaling van kleine hoeveelheden Mg, waarmede wij bij grondextracten veelal te maken hebben, is de oxinmethode, welke uitvoerig wordt beschreven door *Berg* [3]). Hierbij wordt het Mg in ammoniakale oplossing in de warmte met een overmaat o-oxychinoline als Mg-oxychinolaat $(C_9H_6ON)_2Mg . 4\,H_2O$ neergeslagen. Dit neerslag wordt afgefiltreerd en uitgewassen en kan gravimetrisch worden bepaald door het te drogen bij 100—105°, waarbij het 2 mol. kristalwater verliest of bij 130—140°, waarbij het zout kristalwatervrij is. Het kan ook titrimetrisch worden bepaald, wat voor kleine hoeveelheden aanbeveling verdient. Hiervoor wordt het neerslag, nadat het is uitgewassen, opgelost in HCl; daarna wordt KBr toegevoegd, een paar druppels methylrood en vervolgens uit een buret een gestelde $KBrO_3$-oplossing, totdat het methylrood door de overmaat Br ontkleurd wordt. Na toevoeging van KJ titreert men het alsdan vrijgekomen J_2 met een gestelde $Na_2S_2O_3$-oplossing, met stijfsel als indicator. De verbruikte hoeveelheid thiosulfaat wordt dan afgetrokken van de toegevoegde hoeveelheid $KBrO_3$. Het aantal verbruikte cm³ 0.1 N $KBrO_3$ vermenigvuldigd met de

factor 0.504, geeft de gezochte hoeveelheid MgO in mg.

Nu wordt de theoretische factor 0.504, welke ook *Berg* opgeeft, in de practijk niet gemakkelijk verkregen. Aangezien de resultaten bij gebruik van deze factor altijd aan de hoge kant zijn, is de methode aan een nader onderzoek onderworpen.

Berg voegt bij de neutrale Mg-oplossing een voldoende hoeveelheid van een ammoniumzout om het neerslaan van het hydroxyde te voorkomen, daarna enige cm³ geconcentreerde ammonia en verhit dan tot 60—70° C. Vervolgens wordt een geringe overmaat van een alcoholische oplossing van o-oxychinoline toegevoegd en onderwijl tot beginnend koken verhit. Geelkleuring van de bovenstaande vloeistof geeft aan dat een overmaat oxychinoline aanwezig is. Het valt in de practijk niet mee, dit met een zo gering mogelijke overmaat waar te nemen. Wanneer we het voorschrift van *Berg* precies volgen, vallen toch de resultaten iets te hoog uit, behalve bij de allerkleinste hoeveelheden — ongeveer beneden 1 mg MgO —, waar ze iets te laag zijn. Volgens de door ons gevolgde methode worden ook bij deze kleine hoeveelheden magnesium juiste resultaten verkregen.

Tabel I.

Bepaling van MgO volgens het voorschrift van *Berg*.

$MgCl_2$ cm³	bevat mg MgO	gevonden mg MgO			gem.
10	5.073	5.24	5.24	5.39	5.29
5	2.537	2.59	2.60	2.61	2.60
2	1.015	0.74	0.79	0.79	0.77

Table I. Determination of magnesium by the 8-hydroxyquinoline method.

Verschillende onderzoekers hebben reeds op de iets te hoge resultaten, verkregen bij de bepaling van het Mg volgens de oxinmethode gewezen. *Kolthoff* [4]) maakt de opmerking, dat men ongeveer 5 % te hoge waarden vindt, wanneer men de oxin-oplossing bij het neerslaan reeds vóór de verwarming toevoegt. Hoewel wij de oxychinoline eerst bij de bijna tot koken verhitte vloeistof brengen, vallen ook dan de resultaten te hoog uit.

Charlot en *Bézier* [5]) merken op, dat het oxin „ongelukkigerwijze" zelf weinig oplosbaar is bij de p_H 9—12, waarbij het Mg wordt neergeslagen, waardoor de resultaten dikwijls een weinig te hoog zijn. Bij bekende hoeveelheden Mg voegen zij dan slechts 10 % overmaat oxin toe. Bij onbekende hoeveelheden vóeren zij twee bepalingen uit; de eerste met een grote overmaat oxin, een oriënterende bepaling dus, waaruit zij dan berekenen hoeveel oxin bij de tweede bepaling ongeveer moet worden genomen om 10 % overmaat te hebben. Voor de practijk is deze manier van werken te tijdrovend.

Ook *v. d. Spek* en *Dekker* [6]) vonden voor de titrimetrische oxinmethode een 5 % te hoge waarde.

Verder wijzen nog *Schulek* en *Clauder* [7]) er op, dat bij de titratie van o-oxychinoline dikwijls te hoge waarden worden gevonden. Zij schrijven dit toe aan verliezen van broom en anderdeels door het zich vormen van moeilijk oplosbare neerslagen door het vrijkomende jodium. Zij voeren de titratie uit in een speciaal daarvoor geconstrueerd apparaat, dat voor seriewerk niet hanteerbaar is en volgens *Berg* ook overbodig.

Daar de resultaten dus altijd iets te hoog uitvallen, was het de bedoeling na te gaan, welke factoren hierop van invloed zijn en of het mogelijk zou zijn bij een bepaalde manier van werken tot juiste resultaten te komen. Daarom werd vooral aandacht geschonken aan de invloed van de temperatuur, de concentratie van het oxin en de concentratie van de ammonia in de oplossing bij het neerslaan.

Ook werd het affiltreren van het neerslag op een papieren filter zoals gebruikelijk was, vergeleken met het afzuigen op een Jenaglasfilterkroesje, zoals tegenwoordig wordt gedaan. Zoals uit tabel II is te zien, maakt dit geen verschil. Het voordeel van een kroesje is dan, dat het uitwassen veel gemakkelijker gaat en het uitwassen van het filter na het oplossen van het neerslag in HCl achterwege kan blijven, daar het kroesje met het neerslag in het bekerglas, waarin werd neergeslagen, teruggebracht wordt en daarin tot het einde der bepaling kan blijven.

Tabel II.

Vergelijking tussen het gebruik van papierfilter en glasfilterkroes.

	mg MgO			gem.
glasfilterkroes	5.32	5.27	5,32	5.30
papieren filter	5.37	5.34	5.32	5.34

Table II. Comparison between filtration of magnesiumquinolate through paper filter and through a sintered glass crucible.

Als Mg-oplossing, waarmede de meeste bepalingen werden verricht, werd een oplossing van magnesiumlint in HCl genomen; ook werd nog gebruik gemaakt van een oplossing van $MgCO_3$ p.a. Merck in HCl. In beide oplossingen werd de oxinmethode vergeleken met de methode volgens *Schmitz* en met die volgens *Schaffgott*.

In de oplossing van het magnesiumlint, welke 5.073 mg MgO per 10 cm³ moet bevatten, werd volgens *Schmitz* 5.03 mg, volgens *Schaffgott* 5.17 en volgens de oxinmethode 5.30 mg gevonden, d.i. relatief 5.4 % hoger dan *Schmitz* en 4.5 % hoger dan de theoretische hoeveelheid. In de oplossing van $MgCO_3$ werd eveneens volgens de oxinmethode 5.5 % meer gevonden dan volgens *Schmitz*. Er is nagegaan dat de hogere uitkomsten geen gevolg zijn van toevallige verontreinigingen van het Mg-lint, welke met oxychinoline een neerslag zouden kunnen geven.

Vervolgens werd de invloed van de temperatuur bij het neerslaan nagegaan. De tot 50 cm³ verdunde oplossing, waaraan toegevoegd 5 cm³ NH_4Cl 10 %, werd na neutralisatie met ammonia tot resp. 70°, 85° en tot koken verhit, daarna van de vlam genomen, waarna 3 cm³ 5 %-ige alcoholische oxin-oplossing en verder onder flink omschudden druppelsgewijs 3 cm³ ammonia 20 % werden toegevoegd.

De temperatuur bleek daarna nog resp. 59, 68 en 75° te bedragen. Vergeleken werd hierbij tevens de toevoeging van 3 cm³ ammonia, terwijl de vloeistof aan de kook werd gehouden. Zoals in tabel IV is te zien, is de invloed van de temperatuur bij het neerslaan niet onbelangrijk. Door ons werd tot nu toe altijd de derde manier van praecipiteren gevolgd, dus verhitten tot koken en daarna oxin en ammonia toevoegen. Uit de cijfers blijkt wel, dat koken bij het neerslaan noodzakelijk is.

Tabel III.

Vergelijking tussen de methode van *Schmitz*, *Schaffgott* en de oxinmethode.

	Mg-lint mg MgO per 10 cm³			gem.	$MgCO_3$ mg MgO per 10 cm³			gem.
Schmitz	5.06	4.99		5.03	4.75	4.75		4.75
Schaffgott	5.13	5.20		5.17	4.83	4.86		4.85
Oxin	5.32	5.27	5.32	5.30	4.96	5.04	5.02	5.01

Table III. Comparison between the methods of Schmitz, Schaffgott and the 8-hydroxyquinoline method.

Tabel IV.

Invloed van de temperatuur bij het praecipiteren van Mg met o-oxychinoline.

temperatuur voor en na toevoeging v. d. reagentia voor	na	gevonden mg MgO (moest gevonden worden 5.073)			gem.
70°	59°	5.69	5.69	5.67	5.68
85°	68°	5.42	5.47	5.49	5.46
100°	75°	5.47	5.39	5.39	5.42
toevoeging tijdens koken		5.32	5.27	5.32	5.30

Table IV. Effect of temperature on precipitation of magnesiumquinolate.

Tabel V.

Invloed van de concentratie van het oxychinoline bij het neerslaan.

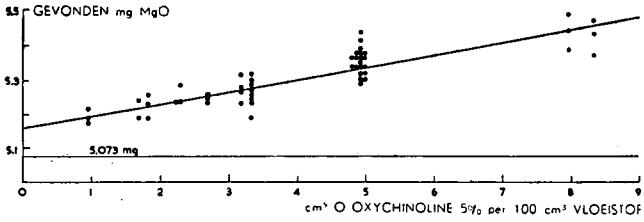
5 %-ige oxin-opl. cm³	cm³ vloeistof bij het neerslaan	cm³ oxin 5 % per 100 cm³ vloeistof (berekend)	gevonden mg MgO				gem.	relatief te hoog %
3	36	8.3	5.37	5.43	5.47		5.43	7.0
5	63	7.9	5.44	5.49	5.39			
3	61	4.9	5.38	5.34	5.37	5.32		
			5.34	5.37	5.35	5.38		
			5.38	5.44	5.42	5.30	5.36	5.7
			5.37	5.30	5.37	5.39		
			5.32	5.29	5.34	5.34		
2	60	3.3	5.27	5.29	5.26	5.25		
			5.30	5.19	5.32	5.24	5.27	3.9
2	63	3.2	5.23	5.32	5.28	5.27		
3	111	2.7	5.26	5.25	5.24		5.25	3.5
1.4	61	2.3	5.24	5.29	5.24			
2	110	1 8	5.23	5.26	5.19		5 22	2.9
1	59	1.7	5.24	5.19				
0.8	60	1.33	5.14	5.14	5.14		5.14	1.3
2	210	0.95	5.19	5.22	5.18		5.20	2.5

Table V. Effect of hydroxyquinoline concentration on precipitation.

Om de invloed van de concentratie van het oxychinoline bij het neerslaan na te gaan, werden 10 cm³ van de Mg-oplossing (5.073 mg MgO) na verdunning met water tot 50 cm³ en toevoeging van 5 cm³ NH_4Cl 10 % in de kookhitte gepraecipiteerd met resp. 0.8, 1.0, 1.4, 2.0, 3.0, en 5.0 cm³ oxinoplossing van 5 % en 3 cm³ ammonia 20 %. Voor het praecipiteren van 5.073 mg MgO zijn theoretisch 0.73 cm³ oxinoplossing van 5 % nodig. *Berg* schrijft een geringe overmaat voor; bij toevoeging van 0.8 cm³ is de overmaat wat gering, tenminste in de practijk moeilijk te bewerkstelligen. Toch vallen de resultaten nog iets te hoog uit.

Ook werden nog 10 cm³ van de Mg-oplossing verdund met verschillende hoeveelheden water en na toevoeging van 5 cm³ NH_4Cl 10 % neergeslagen met 2 of 3 cm³ oxin 5 % en 3 cm³ ammonia 20 %.

Tabel V geeft een duidelijk oplopen van de resultaten te zien bij toenemende oxychinolineconcentratie. Bij 8 cm³ oxinoplossing 5 % per 100 cm³ vloeistof zijn de resultaten relatief 7 % te hoog en bij 1 cm³ nog 2 %.



Gevonden mg MgO als functie van de o-oxychinoline-concentratie.

Effect of 8-hydroxyquinoline-concentration on precipitaton of magnesiumquinolate.

Uit de figuur is op te maken, dat bij gebruik van de factor 0.504 altijd te hoge waarden zullen worden gevonden.

Verder werd nog aandacht geschonken aan de concentratie van de ammonia bij het neerslaan. *Berg* schrijft het gebruik van enige cm³ geconcentreerde

Tabel VI.

Invloed van de ammoniakconcentratie bij het neerslaan van Mg volgens de oxinmethode.

Mg-opl. cm^3	5 %-ige oxin opl. cm^3	ammonia 20 % cm^3	gevonden mg MgO			gem.	berekend per 10 cm^3 Mg opl.	relatief te hoog %
10	3	3	5.30	5.37	5.30	5.34	5.34	5.3
			5.37	5.39	5.34			
5	3	3	2.67	2.65	2.69	2.67	5.34	5.3
2	3	3	1.038	1.093	1.053	1.06	5.30	4.5
10	3	1	5.22	5.27	5.28	5.27	5.27	3.9
			5.27	5.27	5.29			
5	3	1	2.65	2.62	2.63	2.63	5.26	3.7
2	3	1	1.048	1.053	1.048	1.05	5.25	3.5
10	2	3	5.27	5.19	5.22	5.25	5.25	3.5
			5.32	5.24				
5	2	3	2.65	2.66	2.63	2.65	5.30	4.5
2	2	3	1.058	1.073	1.083	1.07	5.35	5.5
10	2	1	5.22	5.22	5.27	5.23	5.23	3.1
			5.22	5.22	5.24			
5	2	1	2.61	2.62	2.66	2.63	5.26	3.7
2	2	1	1.028	1.058	1.033	1.04	5.20	2.5
10	3	6	5.34	5.32	5.39	5.35	5.35	5.5
10	2	6	5.32	5.42	5.44	5.39	5.39	6.2

Table VI. Effect of ammonia concentration on precipitation by the 8-hydroxyquinoline method

ammoniak voor; bij dit onderzoek werd tot nu toe steeds 3 cm^3 20 %-ige ammoniak voor elke bepaling gebruikt.

Om de invloed van de ammoniakconcentratie na te gaan, werden 10, 5 en 2 cm^3 van de Mg-oplossing verdund met water tot 50 cm^3 en na toevoeging van 5 cm^3 NH_4Cl 10 % in de kookhitte neergeslagen met 2 en 3 cm^3 oxin 5 % en met 1, 3 en 6 cm^3 ammonia 20 %.

De invloed van de ammoniak-concentratie is in tabel VI duidelijk te zien; hoe hoger de concentratie is, hoe hoger de resultaten uitvallen. Daar een grotere hoeveelheid ammonia geen invloed blijkt te hebben op de snelheid van het neerslaan en op de vorming van het neerslag, verdient het aanbeveling de hoeveelheid niet te groot te nemen.

Bij alle uitgevoerde bepalingen geeft de oxinmethode te hoge waarden; bij gebruik van 3 cm^3 alcoholische oxychinoline-oplossing 5 % en 1 cm^3 ammonia 20 % bij het neerslaan van het Mg in de tot 50 cm^3 verdunde oplossing, waarbij nog 5 cm^3 NH_4Cl 10 % wordt gevoegd, bedraagt deze verhoging relatief gemiddeld 3.7 %.

In plaats van de theoretische factor van 0.504 (= 1 cm^3 0.1 n $KBrO_3$), welke bij de voorgaande bepalingen steeds werd gebruikt, is het bij deze manier van werken beter een enigszins afwijkende factor te nemen, nl. $\frac{0.504}{103.7} \times 100 = 0.486$ mg MgO voor 1 cm^3 0.1 N $KBrO_3$.

Uit de resultaten, verkregen bij dit onderzoek, is wel gebleken, dat bij het neerslaan van Mg met o-oxychinoline vooral gelet moet worden op de temperatuur, op de concentratie van het oxychinoline en op de concentratie van de ammonia.

Ten slotte moet nog worden gewezen op een moeilijkheid bij de bepaling van het Mg in grondextracten. Daar wij te maken hebben met oplossingen, waarin ook Fe, Al, Mn en Ca voorkomen en deze eerst moeten worden verwijderd, waarbij veel NH_4-zouten worden gebruikt, is het noodzakelijk gebleken de oplossing na de afscheiding van genoemde elementen droog te dampen en de NH_4-zouten weg te gloeien. Bij aanwezigheid van grote hoeveelheden NH_4-zouten vormt het neerslag van Mg met oxychinoline zich zeer langzaam en bij zeer kleine hoeveelheden Mg blijft de vorming van een neerslag soms uit. Bij het weggloeien van de NH_4-zouten doet zich nu de moeilijkheid voor, dat de gloeirest soms gaat verstuiven, hetgeen verliezen kan veroorzaken. Om dit te voorkomen kan men tijdens het indampen wat $(NH_4)_2SO_4$ toevoegen. Wij gebruiken 100 mg per bepaling. Een te grote hoeveelheid sulfaat in de oplossing verhoogd enigszins de resultaten.

Voor de bepalingen in tabel VII werden 5 cm^3 van de oplossing van Mg-lint in HCl genomen, welke 2.54 mg MgO bevat. Nog werd geconstateerd, dat de aanwezigheid van nitraten geen invloed heeft.

Tabel VII.

Invloed van de aanwezigheid van sulfaat bij de bepaling van MgO volgens de oxinmethode.

toegevoegd mg $(NH_4)_2SO_4$	gevonden mg MgO			gem.
0	2.50	2.56	2.53	2.53
100	2.54	2.52	2.52	2.53
500	2.58	2.58	2.63	2.60

Effect of sulphate on the magnesium determination by the 8-hydroxyquinoline method.

Voorschrift Mg-bepaling in grondextracten.

Na droogdampen van het grondextract met ammoniumnitraat en gloeien ter vernietiging van de organische stof, lost men het residu op in zoutzuur. Achtereenvolgens worden ijzer en aluminium verwijderd volgens de acetaatmethode [8]), mangaan met broomwater en calcium met ammoniumoxalaat. Het filtraat van de Ca-bepaling wordt drooggedampt met toevoeging van 100 mg ammoniumsulfaat, de ammo-

niumzouten weggegloeid en het residu bevochtigd met HCl en drooggedampt. Het residu lost men op in warm water, filtreert door een klein filtertje en wast uit tot ongeveer 50 cm³. Na toevoeging van 5 cm³ NH_4Cl 10 % wordt geneutraliseerd met ammonia op methyloranje en verhit tot bijna koken, waarna men 3 cm³ alcoholische o-oxychinoline-oplossing 5 % toevoegt en daarna druppelsgewijze 1 cm³ ammonia van 20 % onderwijl tot koken wordt verhit.

Nu wordt van de vlam genomen, na 10 minuten afgefiltreerd op een Jenaglasfilterkroes 63aG4 en uitgewassen met hete ammonia 1 %, daarna een keer met water. Het kroesje brengt men in het bekerglas terug, voegt 30 cm³ 2 N HCl toe, waarin het neerslag zo nodig onder verwarmen, gemakkelijk oplost en verdunt met 30 cm³ water. Na toevoeging van 5 cm³ 20 %-ige KBr-oplossing en 1 à 2 druppels methylrood laat men langzaam 0.1 N $KBrO_3$-oplossing uit een buret toevloeien tot de rode kleur geheel verdwenen is. De overmaat broom wordt getitreerd na toevoeging van 10—20 dr. 20 %-ige KJ-oplossing met 0.1 N thio met stijfseloplossing als indicator.

1 cm 0.1 N $KBrO_3$ = 0.486 mg MgO.

Voorschrift Mg-bepaling in plantaardig materiaal.

Na afscheiding van het SiO_2 uit de as van 5 g stof door een paar malen droog te dampen met zoutzuur, wordt het residu in heet water met een paar druppels zoutzuur opgelost. Na toevoeging van ferrichloride om het aanwezige fosforzuur mee neer te slaan worden achtereenvolgens ijzer, aluminium en fosfaat volgens de acetaatmethode, mangaan met broomwater en calcium met ammoniumoxalaat verwijderd. Verder wordt gehandeld als bij grondextracten beschreven.

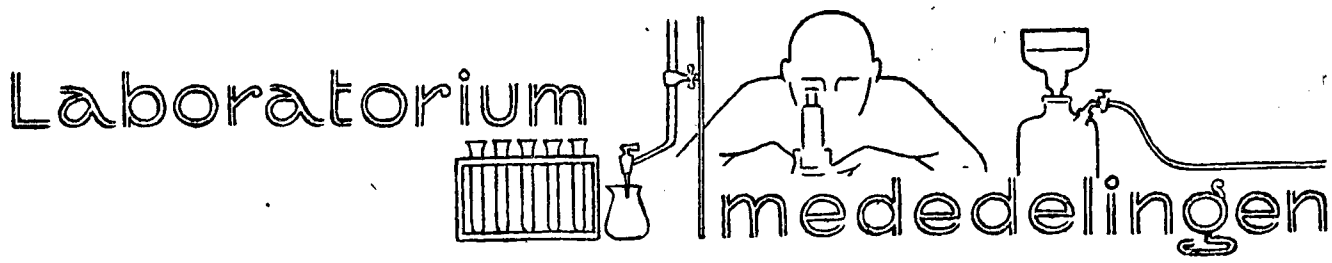
Summary.

The determination of magnesium in soil extracts and plant material by means of the 8-hydroxyquinoline method has been described. The effect of temperature, hydroxyquinoline- and ammonia concentration and of the presence of sulphate on the results is examined.

By using the theoretical factor 0.504, the results are too high. A new factor (0,486) is calculated, in keeping with the method described.

Groningen, Landbouwproefstation en Bodemkundig Instituut T.N.O.

1) *Treadwell, F. P.*, Lehrb. d. anal. Chem., II 58 (1927); Z. anal. Chem. 45, 512 (1906).
2) *Treadwell, F. P.*, Lehrb. d. anal. Chem. II 60 (1927).
3) *Richard Berg*, „Die Analytische Verwendung von O-Oxychinoline und seine Derivate".
4) *Kolthoff, I. M.*, „Die Massanalyse II" 2e Aufl. 525 (1931).
5) *Charlot, G., Bézier, D.*, Methodes modernes d'analyse quantitative minérale, 383 (1945).
6) Versl. v. landbouwk. onderzoekingen no. 44 (13)B, 613, (1938).
7) *Schulek, E. en Clauder, O.*, Z. anal. Chem. **108**, 385 (1937).
8) *Treadwell, F. P.*, Lehrb. d. anal. Chem. II 126 (1927).



Een eenvoudige polarisatieloupe

door Th. Brouwer

535.82

Inleiding.

Indien de afmetingen van een te onderzoeken object niet te klein zijn, zodat met een zwakke vergroting kan worden volstaan, dan kan voor onderzoekingen in evenwijdig gepolariseerd licht dikwijls worden volstaan met een eenvoudige polarisatieloupe, waarbij als polarisator en analysator, polarisatiefilters worden gebruikt, die ook bij polarisatiemicroscopen de calcietprisma's hebben verdrongen.

Hoewel een goed polarisatiemicroscoop, of een door toevoeging van een analysator en polarisator voor dit doel bruikbaar gemaakt microscoop, uiteraard preferent blijft kan toch met een eenvoudige polarisatieloupe reeds veel worden bereikt, waardoor ook bij gebrek aan een polarisatiemicroscoop belangrijke gegevens kunnen worden verkregen.

Het leek ons daarom van belang hier een door ons ontworpen zeer eenvoudige en goedkope polarisatieloupe te vermelden, welke door iemand die met de figuurzaag kan omgaan in een paar uur tijds kan worden vervaardigd.

In het bijzonder is dit apparaat bedoeld als didactisch hulpmiddel; niet alleen de fundamentele begrippen zoals rechte- en scheve uitdoving en teken der dubbele breking kunnen hiermede worden gedemonstreerd, maar ook is het mogelijk om allerlei stoffen op dubbelbrekende bestanddelen te onderzoeken.

In verband hiermede mogen enkele voorbeelden worden genoemd die betrekking hebben op de vorm waarin melksuiker en vet in zuivelproducten voorkomen.

Voorbeelden.

1. In weipasta en blokmelk komen gewoonlijk fraai ontwikkelde grote melksuikerkristallen voor, waarvan de kristaloptische eigenschappen met onze polarisatieloupe kunnen worden nagegaan.

2. Bij de bereiding van gecondenseerde melk met suiker kristalliseert een gedeelte van de melksuiker

uit. De vergroting van de polarisatieloupe zal in het algemeen niet voldoende zijn om de kristalvormen te onderscheiden. In plaats daarvan is bij gekruiste analysator en polarisator een zwerm lichtende punten zichtbaar.

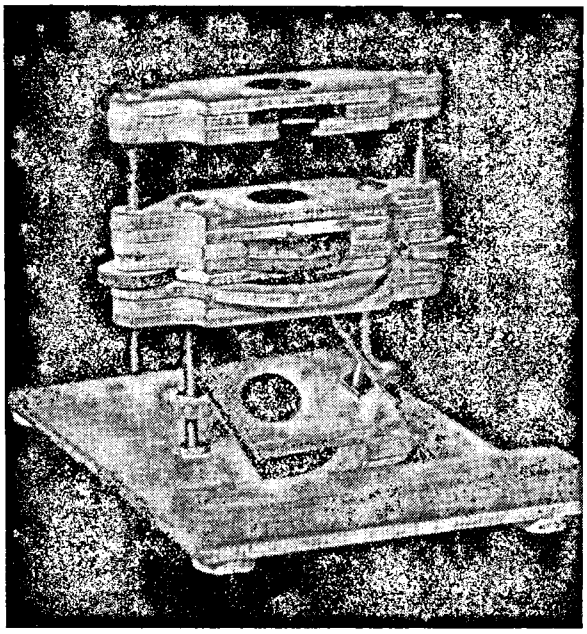


Fig. 1. Polarisatieloupe.

3. Melkpoeder bereid volgens een verstuivingsprocédé bevat geen melksuikerkristallen. Aan de lucht blootgesteld trekt het „lactoseglas" echter vocht aan en na enkele dagen is met behulp van gepolariseerd licht kristalvorming waar te nemen.

Walsenpoeder bevat gewoonlijk reeds direct na de bereiding melksuiker in kristallijne vorm. De betrekkelijk grote melkpoederdeeltjes zijn onder de polarisatieloupe gezien a.h.w. bezaaid met lichtende stippen. Deze verschijnselen worden veel duidelijker wanneer de melkpoederpreparaten met een druppel paraffineolie of glycerine worden gemengd.

4) Een bijzonder fraai beeld van botervetkristallen verkrijgt men door uitgesmolten botervet langzaam te laten afkoelen en een weinig van de nog niet geheel gestolde substantie onder de polarisatieloupe te brengen. Verse boter bevat in de regel geen dubbelbrekende bestanddelen; terwijl margarine meestal wel gekristalliseerd vet bevat.

Benodigdheden.

1. Triplex, 2. vier boutjes 8 cm lang met bijpassende moertjes, 3. twee stukjes polaroidfilm van 3 × 3 cm of een ander soort polarisatiefilter *), 4. comparator bijv. een gips rood I plaatje, 5. loupe met kleine brandpuntsafstand bijv. 2 à 3 cm, 6. spiegeltje, 7. objectglaasjes.

Constructie (fig. 2 en 3).

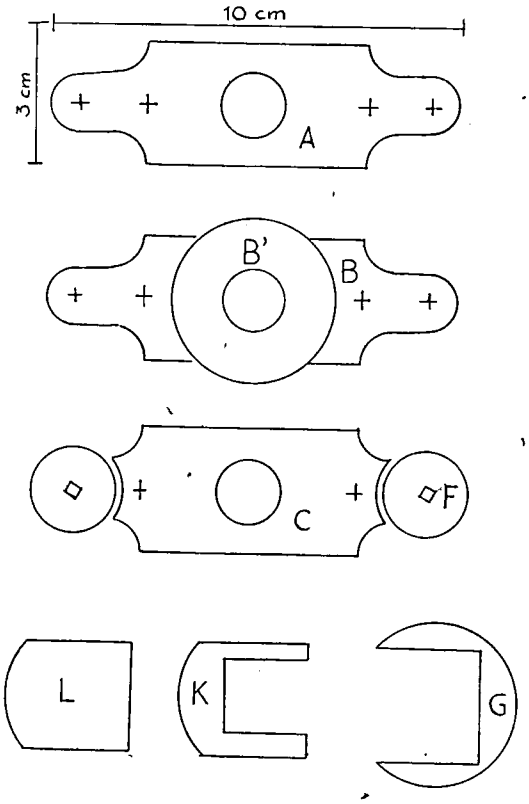


Fig. 2. Onderdelen van de polarisatieloupe.

Van boven naar beneden bestaat het apparaat uit: een loupe tussen twee plaatjes A, bevestigd door twee boutjes e. Dit onderdeel wordt met twee rondjes F

*) De prijs van polaroïdfilm is ca 4 cent per cm².

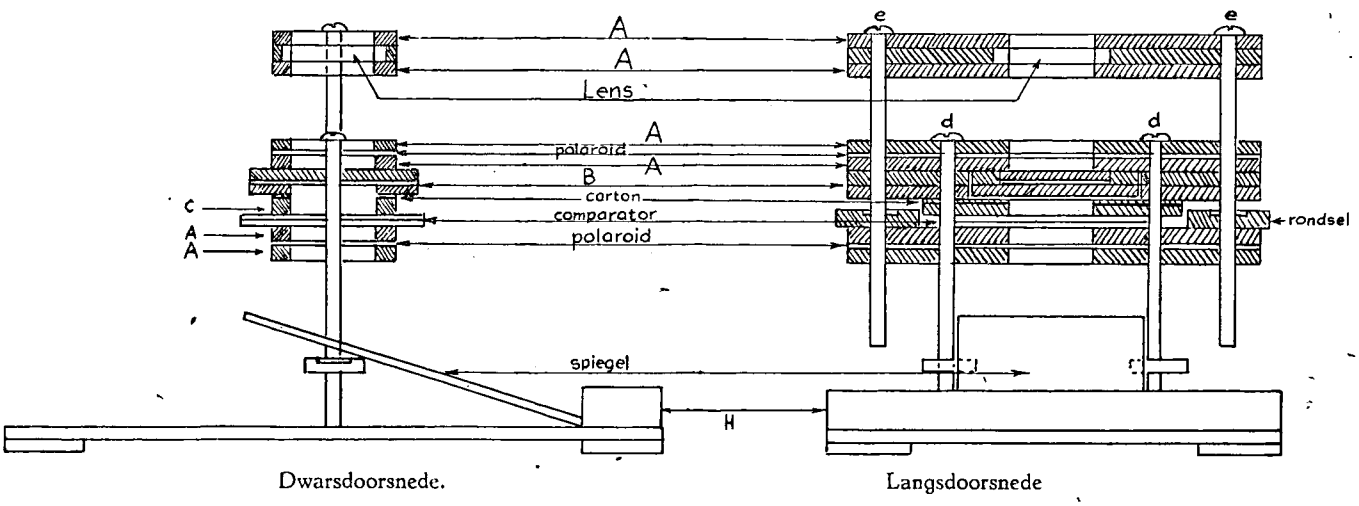


Fig. 3. Doorsnede van de polarisatieloupe.

(waarin een schroefje is vastgemaakt) aan het toestel verbonden: een triplex plaatje A, een stukje polaroid: een plaatje A: aan iedere kant twee plaatjes B met daartussen de draaibare objecttafel B′ waar de objectglasgeleider G opgelijmd wordt: twee stukjes carton van de vorm B waardoor de objecttafel vrij draaibaar wordt: een plaatje C: een plaatje A waarin een zodanige opening is uitgespaard dat er een comparator ingeschoven kan worden: een plaatje A: een stukje polaroid: een plaatje A.

Het geheel wordt dan door 2 boutjes d verbonden en met moertjes vastgeschroefd.

Met behulp van 2 schroefjes, welke op de boutjes d worden geschroefd kan de spiegel in de juiste stand worden gezet.

De andere kant van de spiegel rust tegen een blokje H.

Ten slotte wordt het apparaat op de grondplank vastgeschroefd.

Zoals vanzelf spreekt kan de vorm van de plaatjes triplex aan de afmetingen van de optische hulpmiddelen worden aangepast, terwijl de bouwwijze ruimschoots gelegenheid biedt om variaties op het gegeven schema aan te brengen.

Gebruiksaanwijzing.

De objecttafel wordt tussen duim en vinger zover gedraaid, dat de opening vrij komt. Het objectglaasje L wordt nu met het object naar binnen geschoven. Door vervolgens K over het objectglaasje te schuiven wordt zijdelings invallend licht buitengesloten.

De loupe wordt ingesteld door de rondjes F gelijktijdig in dezelfde richting te draaien.

's-Gravenhage, October 1948.

Laboratorium der Boter- en Kaascontrôlestations Zuid-Holland en van het Contrôlestation voor Melkproducten.

Uit Wetenschap en Techniek

Industrieën

661.95(43)

De moderne Duitse waterstofperoxyde industrie

Reeds lange tijd is H_2O_2 bekend als bleekmiddel, doch pas zijn toepassing als zuurstof- en energiebron gedurende de laatste oorlog is de aanleiding geweest voor het bouwen van enorme installaties.

Voor deze toepassing moet H_2O_2, dat tot dusverre zelden of nooit sterker dan 30 %ig in de handel gebracht werd, in zeer hoge concentraties — tot 85 % toe — en grote zuiverheid beschikbaar zijn.

In het volgende zal kort geschetst worden:

1e De theorie van de belangrijkste processen.

2e De practijk van het meest toegepaste proces.

3e De concentratie van het verkregen product.

De theorie van de belangrijkste processen.

A. De klassieke bereiding, waarbij bariumperoxyde met H_2SO_4 volgens

$$BaO_2 + H_2SO_4 \rightarrow H_2O_2 + BaSO_4$$

wordt omgezet, werd slechts door „Kalichemie" in Berlijn op betrekkelijk kleine schaal uitgevoerd.

B. Practisch verreweg de belangrijkste methode is die waarbij HSO_4' door anodische oxydatie wordt omgezet in S_2O_8'' volgens:

$$2\ RHSO_4 + 2 \oplus \longrightarrow R_2S_2O_8 + H_2$$

Het $R_2S_2O_8$ vormt met water H_2O_2 onder de katalytische invloed van 60 %ig H_2SO_4 bij ongeveer 80 °C volgens:

$$R_2S_2O_8 + H_2O \rightarrow RHSO_4 + RHSO_5$$
$$RHSO_5 + H_2O \rightarrow RHSO_4 + H_2O_2$$

welk H_2O_2 dan door destillatie uit het reactiemengsel wordt afgevoerd.

R kan zijn: a. waterstof
b. ammonium
c. ammonium in de electrolyse, kalium in de destillatie

a. R = waterstof; het z.g. Weissenstein proces.

11N zwavelzuur wordt door electrolytische oxydatie voor de helft omgezet in $H_2S_2O_8$. De electrolysevloeistof wordt aan een loden spiraal toegevoerd, (25 m lang, 7.5 cm Ø), die van buiten met stoom wordt verhit. De vloeistof wordt hierin onder vacuum geconcentreerd, waardoor H_2O_2 in het laatste deel van de spiraal wordt gevormd en uitgedreven. De afgewerkte vloeistof wordt in een kwartsapparatuur door destillatie gereinigd en gaat na verdunning terug naar de electrolyse.

b. R = ammonium; het z.g. Elchemie proces.

In een zwavelzure ammoniumbisulfaat oplossing wordt door electrolytische oxydatie ammoniumpersulfaat gevormd. De electrolyse vloeistof wordt in verticale loden buizen (2½ m lang, 20 mm Ø) onder vacuum gedestilleerd. De afgewerkte vloeistof wordt gezuiverd door toevoeging van $Fe_2(SO_4)_3$ en $Na_4Fe(CN)_6$, waarbij het precipiterende Berlijns blauw de verontreinigingen medeneemt en gaat na verdunning terug naar de electrolyse.

c. R = ammonium in de electrolyse, kalium in de destillatie; het z.g. Pietsch & Adolph proces.

In een ammoniumbisulfaat oplossing wordt weer door electrolyse persulfaat gevormd, waarna in deze vloeistof een conversie wordt uitgevoerd, door er kaliumbisulfaat aan toe te voegen. Daar kaliumpersulfaat slecht oplosbaar is, slaat dit neer volgens:

$$(NH_4)_2\ S_2O_8 + 2\ KHSO_4 \rightarrow 2NH_4HSO_4 + K_2S_2O_8$$

Het $K_2S_2O_8$ wordt afgecentrifugeerd, de vloeistof gaat terug naar de electrolyse en het zout wordt aan de destillatie onderworpen. Daartoe wordt het met een kleine hoeveelheid 60 %ig zwavelzuur in een stenen retort met directe stoom onder vacuum verwarmd, waarbij de H_2O_2 vorming plaats vindt. Dit H_2O_2 wordt met de stoom afgevoerd en in een rectificatie-kolom gecondenseerd. Het overblijvende $KHSO_4$—H_2SO_4 mengsel wordt door centrifugeren gescheiden; het zwavelzuur, na reiniging voor een volgende destillatie gebruikt en het $KHSO_4$ naar de conversie teruggevoerd. Schematisch kunnen deze drie uitvoeringsvormen van de electrolytische bereiding worden voorgesteld door:

$$2 \cdot RHSO_4 \xrightarrow{2\oplus} R_2S_2O_8 + H_2 \longrightarrow$$

a: $R = H^{\cdot}$
$$H_2S_2O_8 + 2\,H_2O \rightarrow 2\,H_2SO_4 + H_2O_2$$

b: $R = NH_4^{\cdot}$
$$(NH_4)_2S_2O_8 + 2\,H_2O \rightarrow 2\,NH_4HSO_4 + H_2O_2$$

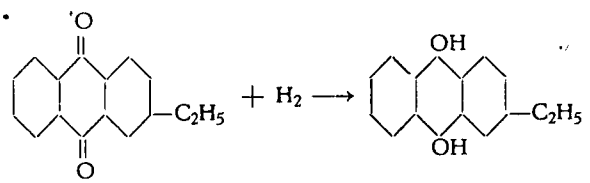
c: $R_1 = NH_4^{\cdot}$
$$(NH_4)_2S_2O_8 + 2\,KHSO_4 \rightarrow 2\,NH_4HSO_4 + K_2S_2O_8$$
$R_2 = K^{\cdot}$
$$K_2S_2O_8 + 2\,H_2O \rightarrow 2\,KHSO_4 + H_2O_2$$

	Reactie-water komt uit	H_2SO_4 conc. tijdens dest.	per kg 100 % H_2O_2		Stroom-rendement electrolyse	Destillatie-rendement
			kg stoom	kWh		
a.	electrolyse vloeistof	neemt langzaam toe	30	21	72 %	85 %
b.	idem	idem	60	17	82 %	85 %
c.	ingeblazen directe stoom	direct op H_2O_2 vormings-waarde	20	17	83 %	90 %

Behalve de uit deze tabel blijkende voordelen van c boven a en b, kan de electrolyse in c bij hogere temperatuur (40 °C) worden uitgevoerd dan in a en b (15 °C), wat de koeling zeer vergemakkelijkt. De reden daarvan is, dat de persulfaat-concentratie in c minder hoog behoeft te worden opgevoerd dan in a en b, door de daarop volgende conversie. Deze conversie betekent ook nog een reiniging door omkristallisatie en komt het rendement en de kwaliteit van het product zeer ten goede. Daarentegen werken a en b uitsluitend met vloeistoffen en hebben een bewerking minder uit te voeren. Het kaliumpersulfaat proces is echter de enige, werkelijk op zeer grote schaal toegepaste werkwijze en zal dan ook uitgebreider worden besproken.

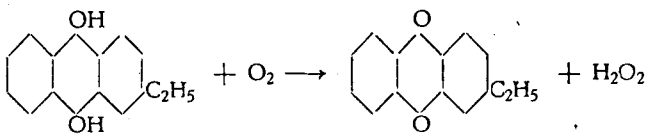
C. Door het grote platina-gebrek tijdens de oorlog heeft men gezocht naar een niet electrolytische bereiding en die gevonden in het gebruik van 2-aethylanthrachinon.

Een 10 %ige oplossing van 2 aethylanthrachinon in een mengsel van 1 op 1 benzeen en cyclohexanol wordt met waterstof met behulp van Raney-nikkel als katalysator gereduceerd volgens:



tot 2-aethylanthrahydrochinon.

Dit wordt vervolgens met zuurstof geoxydeerd tot het anthrachinon waarbij H_2O_2 wordt afgesplitst volgens:



Het reactiemengsel wordt met water geëxtraheerd en geeft een 20 %ig H_2O_2.

Door het explosiegevaar en de betrekkelijk onzuivere kwaliteit van het peroxyde staat deze methode achter bij de electrolytische. Niettegenstaande dat, waren er door I.G. Farben twee installaties ontworpen en voor een derde voltooid te Hydenbruch en Waldenberg, die ieder 2250 ton H_2O_2 op 100 % basis per maand zouden kunnen maken.

D. Tenslotte is er nog een methode ontwikkeld, die echter niet verder dan het laboratoriumstadium is gekomen, waarbij waterstof en zuurstof onder invloed van donkere electrolytische ontladingen zich direct verbinden tot waterstofperoxyde. Een mengsel van 12½ % waterdamp, 5 % O_2 en de rest H_2 wordt bij atmosferische druk en 160 °C door een ionisatiekamer geleid. In deze kamer bevinden zich kwartsplaten, die aan de ene zijde met een dunne laag aluminium zijn bedekt en aan de andere zijde zijn geëtst. De platen zijn 50 × 50 × ½ cm en staan met ½ cm tussenruimte met de geëtste zijden naar elkaar toe, terwijl het Al parallel electrisch is verbonden. Er wordt een wisselspanning aangelegd van 12000 V en 9500 perioden waardoor een ontlading plaats vindt, die een energieverbruik van 0,96 kW per platenpaar veroorzaakt. Tengevolge van deze ontlading, wordt de waterstof in het gasmengsel geïoniseerd, waardoor volgens:

$$2H + O_2 \rightarrow H_2O_2$$

het waterstofperoxyd wordt gevormd.

Er was een installatie ontworpen, doch niet gebouwd, die in de ionisatiekamer 2000 kW zou verbruiken en dus ruim 4000 kwartsplaten moest bevatten. Wanneer daar 100.000 m³ gasmengsel per uur doorheen werd geleid, kon zij 500 kg 10 %ig H_2O_2 per uur produceren; d.i. 30 ton 100 %ig H_2O_2 per maand. Het gevormde product is van een uiterste zuiverheid en er is zeer weinig toezicht en handenarbeid nodig, doch het energie verbruik is hoog nl. 63 kWh per kg 100 %ig H_2O_2.

Een overzicht van de productiecapaciteit van de bovengenoemde processen geeft de tabel op blz. 729.

Er was dus een totale productiecapaciteit ontworpen van 8000 ton per maand, waarvan echter maar 1700 ton werkelijk produceerde. Daarvan nam de fabriek te Bad Lauterberg meer dan 65 % voor zijn rekening. In het volgende zal dan ook een meer uitgebreide beschrijving van de installatie te Bad Lauterberg worden gegeven.

De practijk van het meest toegepaste proces.

De installaties te Bad Lauterberg bestaan uit 5 identieke eenheden, die ieder op zichzelf complete H_2O_2 fabrieken zijn en een 35 %ig product afleveren.

Iedere eenheid bestaat uit de electrolyse-, conversie-, destillatie- en zuiveringsafdeling. Een electrolyse-afdeling is opgebouwd uit drie groepen van 44 cellen elk, die electrisch in serie zijn geschakeld. De voor iedere groep nodige stroom wordt geleverd door een kwikdamp gelijkrichter met een capaciteit van 1380 kW bij 250 V en 5400 Amp gelijkstroom. Iedere groep is onderverdeeld in 4 series van 11 bakken, welke parallel door 2500 liter electrolyse vloeistof per uur wordt doorstroomd. De vloeistof bevat 300 g $(NH_4)_2SO_4$, 135 g H_2SO_4 en bij het intreden van een serie 5,5 g actieve zuurstof per liter, terwijl dit bij het uit-

Proces	Fabriek	ton 100 %-ig H_2O_2 per maand
A. Bariumperoxyd	Kalichemie Berlijn	60
B. Electrochemisch:		
a. Perzwavelzuur	Weisenstein Oostenrijk	60
	Degussa Rheinfelden	165
b. Amm. persulfaat	Elchemie Kuefstein	70
c. Kaliumpersulf.	Electrochem. Werke Höllriegelskreuth	150
	Otto Schickert Bad Lauterberg	1100
	Rhumspringe	1750 *)
	Henkel Düsseldorf	70
C. Aethylanthrachinon	I. G. Farben Hydebruch	2250 *)
	Waldenberg	2250 *)

*) = in aanbouw.

treden der bakken tot 11 g per liter is opgelopen. Elke electrolysebak is uitgerust met 6 electroden blokken. Eén zo'n blok bestaat uit een langwerpige grafietbalk, die dwars over de bak gelegd wordt en wel zodanig, dat de zes balken naast elkaar met twee sluitstukken de bak juist hermetisch afsluiten. In elke balk zijn 2 rijen van 15 gaten geboord, waarin koolstaven zijn geschroefd.

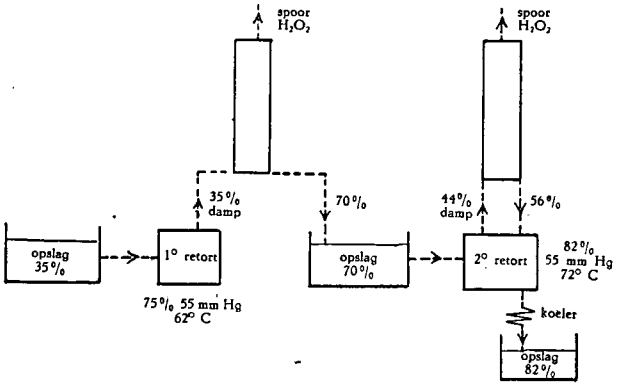
Deze koolstaven, de kathoden, zijn omwikkeld met blauw asbestkoord bijwijze van diafragma. Tussen deze twee rijen kathoden is een rij van 14 gaten geboord. Hier steken de anoden doorheen. Dit zijn met eboniet beklede aluminium staven, waarin aan weerszijden acht 4 cm lange Pt draagdraden zijn gestoken. Hier worden ter weerszijden acht 0,15 mm Pt draden overheen gespannen, die de eigenlijke anoden vormen. De temperatuur in de cel moet 38 °C zijn en wordt daarop gehouden door middel van glazen koelers. Daartoe zijn in alle grafietbalken nog eens 2 rijen van 16 gaten geboord, waar van onder gesloten buizen doorheen steken. De watertoevoer geschiedt door een nauwere, van onderen open glazen buis, die tot dicht bij het ondereind van de buitenbuis reikt. Iedere rij van 16 koelers is aangesloten aan een registerstuk met twee boven elkaar gelegen kanalen. De binnenbuis reikt tot in het bovenste kanaal waardoor watertoevoer plaats vindt, de buitenbuis mondt uit in het onderste kanaal, dat voor de waterafvoer dient. Het geheel wordt door middel van een aluminium wartel op zijn plaats gehouden. Koelers, kathoden en anoden zijn alle ongeveer 70 cm lang. Een cel heeft dus 84 anoden, 180 kathoden en 192 dubbele koelerbuizen. Daar er in iedere eenheid 132 cellen zijn opgesteld en de fabriek uit 5 van dergelijke eenheden bestaat, zijn er in totaal 127000 koelelementen, 119000 kathoden en 55000 anoden geïnstalleerd, de laatste met totaal 600 km Pt-draad waarvan het gewicht 310 kg bedraagt. De ontwikkelde waterstof wordt uit de cel verwijderd door deze te laten doorstromen door lucht met zodanige snelheid, dat het waterstofgehalte in de afgevoerde lucht 5 % niet overschrijdt. Wanneer de vloeistof de cellen-batterij heeft verlaten wordt ze gefiltreerd ter verwijdering van asbestvezels afkomstig van het diafragma en gaat dan naar de conversie. In barometrische vacuumkoelers wordt zij eerst afgekoeld van 38 ° tot 28 °C en komt dan in de batterij conversie tanks. Deze bestaat uit 14 V2A stalen tanks, voorzien van propellor-roering en koelmantel, verdeeld in 4 groepen van 2 en nog eens 3 groepen van 2. De vloeistof doorloopt parallel de eerste 4 groepen, waarin $KHSO_4$ uit hoppers wordt toegevoegd en waarin de temperatuur daalt tot 20 °C; daarna de tweede 3 groepen waarin gekoeld wordt tot 13 °C. Het slecht oplosbare $K_2S_2O_8$ kristalliseert uit en het vloeistof-zoutmengsel wordt in centrifuges gescheiden. Deze centrifuges, waarvan er drie voor dit doel gebruikt worden, zijn vervaardigd van V4A staal, hebben een horizontale as en een trommeldiameter van 2 m met een capaciteit van 1100 kg zout elk. De aflopende vloeistof wordt naar de electrolyse-batterijen teruggevoerd en het zout gaat via een transportband naar de destillatie.

In iedere productie-eenheid zijn 18 stenen potten opgesteld, ieder met een doorsnede van 1,5 m en een inhoud van 2 m. Zij zijn bevestigd in cylindrische ijzeren bakken, die half in de vloer zijn verzonken, terwijl de open ruimte tussen pot en ijzeren bak aangegoten is met cement. De pot wordt gevuld met 1100 kg $K_2S_2O_8$, 250 l 60 %ig H_2SO_4 toegevoegd en daarna geëvacueerd door een centrale vacuumleiding. In iedere eenheid zijn daartoe 7 twee-traps vacuumpompen geïnstalleerd, die bij 40 mm Hg absoluut, 60 m^3 per minuut verplaatsen. Nu wordt stoom van 3 tot 4 at toegelaten met een snelheid van 300 kg per uur. De temperatuur in de retort loopt op tot 80 °C, waarbij de H_2O_2-vorming inzet, welk dan met de ontwijkende stoom wordt afgevoerd. De dampen passeren een spatafscheider en worden vervolgens in een stenen rectificatiekolom (1.2 m ø en 3.5 m hoog, gevuld met Raschigringen) gecondenseerd. Een dergelijke destillatie duurt 4.5 uur, in welke tijd 90 % van de in het $K_2S_2O_8$ aanwezige actieve zuurstof als 35 %ig H_2O_2 wordt gewonnen. De rest gaat verloren door ontleding, wordt met de uit de kolom ontwijkende dampen gecondenseerd, of blijft in het reactiemengsel achter. Na het eindigen van de destillatie wordt lucht toegelaten en na nog eens toevoegen van 250 l H_2SO_4 om de brij voldoende vloeibaar te maken, deze afgelaten door een thermosiliet kraan, die zich onder aan de pot bevindt. Zij wordt gepompt naar koelers, V4A stalen vaten met koelmantel, waarin de temperatuur daalt tot 14 °C; vervolgens gaat het $KHSO_4$—H_2SO_4 mengsel naar twee identieke centrifuges als voor de $K_2S_2O_8$ bereiding worden gebruikt, waarin de vloeistof van het zout wordt gescheiden. Het $KHSO_4$ wordt dan meteen teruggevoerd naar de conversie en daar ook weer direct gebruikt. Het kan nl. niet worden opgeslagen, daar het spoedig gaat samenbakken. Het H_2SO_4 wordt, alvorens opnieuw in de destillatie te worden gebruikt, eerst gezuiverd. Deze zuivering is in feite niets anders dan het verwijderen van de miniemste sporen Pt (nauwelijks spectroscopisch aan te tonen), die van de anoden afkomstig zijn en sterk katalytisch de ontleding van H_2O_2 beïnvloeden, zoals trouwens alle zware metalen. Voor deze zuivering wordt eerst de resterende actieve zuurstof verwijderd door het inleiden van SO_2. Vervolgens wordt met gedestilleerd water de H_2SO_4-concentratie op 10 N gebracht, hetgeen noodzakelijk is voor de nu volgende precipitatie. Aan de vloeistof wordt 0.1 % ferrisulfaat en een aequivalente hoeveelheid kalium-ferrocyanide toegevoegd, hetgeen een dik neerslag van Berlijns blauw veroorzaakt; dit neerslag sleept het Pt mee. Men laat de massa enige uren bezinken en filtreert het Berlijns blauw daarna over kwarts-filterkaarsen af. Uit het verzamelde neerslag wordt het Pt voor $^1/_3$ teruggewonnen. Het gefiltreerde H_2SO_4 is nu geheel vrij van zware metalen maar moet, alvorens opnieuw voor een destillatie gebruikt te kunnen worden, weer op een sterkte van 16 N worden gebracht. Daartoe wordt het bij 80 °C onder 40 mm druk in stenen retorten ingedampt tot het de verlangde sterkte verkregen heeft. De verwarming geschiedt door een 12 m lange 16-karaats gouden spiraal (gelegeerd met zilver), met een verwarmend oppervlak van 1 m^2. Na koeling in silicon-ijzeren vaten is het zuur weer gereed voor een destillatie. Het is gebleken, dat deze zeer bewerkelijke zuurreiniging reeds rendeert wan-

neer het gemiddelde rendement aan actieve zuurstof van een destillatie daardoor 2 % stijgt, hetgeen daarmede ruimschoots bereikt wordt.

De concentratie van het verkregen product.

Het 35 %ige product van de vijf eenheden wordt tezamen opgeslagen in grote aluminium tanks en gestabiliseerd met ammoniumpyrophosphaat en 8-oxychinoline. Te Bad Lauterberg is voor de gehele fabriek één afdeling apart opgesteld, waar het H_2O_2 wordt geconcentreerd tot 80 à 85 %. Juist deze stap van 35 tot 85 % is van het grootste belang voor de toepassing van H_2O_2 als energiebron. Zij is pas mogelijk geworden toen de ver-



Schema Concentratie-afdeling

hitting nodig voor de destillatie, uitgevoerd kon worden met behulp van stoomspiralen, vervaardigd van V14A roestvrij staal (17.5 % chroom, 12.5 % nikkel, 4.7 % molybdeen, minder dan 0.07 % kool), die hoogglanzend gepolijst zijn. Alle andere metalen waren tot nu toe ongeschikt gebleken.

De concentratie wordt uitgevoerd in twee trappen. In de eerste trap wordt het 35 %ige product werkelijk overgedestilleerd, daarbij geconcentreerd en als 70 %ig H_2O_2 opgevangen. Hiervoor zijn 12 destillatie-eenheden aanwezig, elk bestaande uit een stenen destillatieretort met een inhoud van 1000 liter, een afscheider en rectificatiekolom. Practisch alle verontreinigingen blijven in de destillatieretort achter, welke dan ook na een week werken moet worden leeg gemaakt en gereinigd. In die tijd is ongeveer 75 m³ 35 %ige oplossing gedestilleerd, terwijl uit de retort 1 m³ 75 %ig wordt afgelaten, dat apart wordt verwerkt. De verontreinigingen bedragen dan ongeveer 50 gram per liter, wat als een grenswaarde kan worden beschouwd.

Het uit de kolommen vloeiende product met een gehalte van 70 % wordt in een voorraadtank opgeslagen en van daaruit continue aan de tweede trap gevoed. Deze bestaat uit zes eenheden, geheel identiek aan die der eerste trap, met dien verstande dat het product nu niet uit de kolom word afgetapt, doch dat de „run down" van de kolom in de retort wordt teruggevoerd en het 80 à 85 %ige product daaruit wordt afgetapt. 85 % is wel de grens tot waar men veilig gaan kan. Eenmaal is het waargenomen dat, toen tengevolge van het blijven hangen van een voedingsvloeistofmeter de concentratie in de retort tot ver over de 90 % was opgelopen, er flitsen blauw licht door het kijkglas zichtbaar werden; wel een bewijs dat een gevaarlijk hoge concentratie was bereikt. Wordt de destillatie echter goed geleid, dan kan een rendement van 98 % worden bereikt, zodat er van ontledingsverliezen normaal vrijwel geen sprake is.

Het 82 %ige product wordt na aftappen door gepolijste V14A stalen koelers geleid en daarna in aluminium tanks opgeslagen. De figuur geeft zeer schematisch de gang van zaken in de concentratie-afdeling weer.

Uit de opslagtanks wordt het product, tenslotte gepompt naar aluminium tankwagens, die het verder naar zijn bestemming vervoeren.

J. G. Blitz.

De Nederlandse in- en uitvoer in October 1948.

Het Centraal Bureau voor de Statistiek geeft de volgende cijfers over de in- en uitvoer:

	Exclusief diamant			
	Invoer		Uitvoer	
Maandgemidd.	10^3 ton	10^6 gld	10^3 ton	10^6 gld
1946	975	178.7	329	65.4
1947	1379	354 3	487	154.9
1948 (Iste halfjaar)	1475	392.5	539	196.3
1948 Juli	1541	411.9	570	209 3
1948 Augustus	1639	407.3	562	210.6
1948 September	1873	443.2	679	231.9
1948 October	1906	479.2	849	307.9

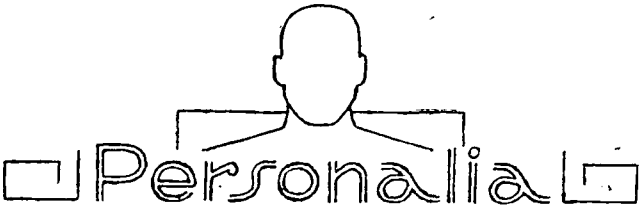
De volgende gegevens zijn daaruit berekend:

	Inv.–Uitv. in 10^6 gld. maand-gem.	Dekkings-percentage	Gld. per ton inv. (a)	Gld. per ton uitv. (b)	(b)/(a) %
1946	113.3	36.6	183.2	198.8	108.5
1947	199.4	43.7	256.9	318.1	123.8
1948 (Iste halfjaar)	196.1	50.1	266.1	364.4	137.0
1948 Juli	202.6	50.8	267.3	367.1	137.4
1948 Augustus	196 7	51.7	248.5	374.7	150.8
1948 September	211.3	52.3	236.6	341.5	144.3
1948 October	171.3	64.3	251.4	362.7	144.3

Zesjarenplan voor Zweeds houtonderzoek.

Teneinde de veredeling van hout zo ver mogelijk op te voeren heeft men in Stockholm drie jaar geleden een groot proefstation en wetenschappelijk laboratorium voor houtonderzoek, onder leiding van professor Erik Hägglund, opgericht. Dit instituut omvat drie afdelingen, nl. een chemische, houttechnische en een papiertechnische afdeling. De chemische afdeling is op haar beurt gesplitst in een zuiver wetenschappelijk research-laboratorium voor het onderzoek van de bestanddelen van het hout — voornamelijk lignine — en in een chemisch-technisch proefstation voor het onderzoek van fabricagemethodes.

Prof. Hägglund heeft nu bij de regering een subsidie van niet minder dan 3.75 mill. Kr. aangevraagd voor de uitbreiding van dit instituut, daar de tot nu toe bereikte resultaten een dergelijke uitbreiding alleszins wettigen. O.a. heeft men een methode uitgewerkt om met chloordioxyde de bruine sulfaatmassa — grondstof van het bekende bruine Zweedse „krachtpapier" — geheel te bleken, waarbij een product wordt verkregen, dat vanwege zijn bijzondere eigenschappen in de Verenigde Staten zeer in trek is. Verder neemt men ook uitgebreide proeven met houtpulp als grondstof voor de kunstzijdeindustrie en met bijzondere houtsoorten, zoals berk en esp.



Prof. Dr. W. Boonstra, oud-hoogleraar aan de Technische Hogeschool te Bandoeng is benoemd tot adviseur in studieaangelegenheden van de Senaat te Delft. Hij zal door het geven van advies bij het begin van de studie een belangrijke bijdrage leveren tot verhoging van het rendement daarvan.

* * *

Dr. D. R. Koolhaas, oud-voorzitter van de Ned. Chemische Vereniging in Indonesië, hoofd van de afdeling Nijverheid van

het Departement van Economische Zaken te Batavia, bevindt zich, in opdracht van de Indonesische regering, in Nederland, teneinde de nodige contacten te leggen en de samenwerking voor te bereiden tussen de Nederlandse Organisatie T.N.O. en de kort geleden opgerichte Indonesische Organisatie Natuurwetenschappelijk Onderzoek, welke een soortgelijk doel nastreeft. Het tijdelijke adres van Dr. Koolhaas is: Willem Barentszstraat 45, Utrecht.

* * *

Dr. J. M. Stevels (Eindhoven) werd benoemd tot membre correspondant du comité de rédaction à l'étranger van het Franse tijdschrift „Verres et Réfractaires".

* * *

Dr. P. J. H. Willems te Zaandijk is thans leraar aan het Carmellyceum te Oldenzaal.

* * *

Aan de Universiteit van Amsterdam is bevorderd tot doctor in de wis- en natuurkunde op proefschrift getiteld „De bereiding en structuur van cyclohexadiëen-1,4 en van enige derivaten", de heer F. A. Haak, geboren te Amsterdam.

Voor het doctoraal examen wis- en natuurkunde, hoofdvak chemie, slaagden de heren K. Erik (cum laude) en J. A. Goedkoop.

* * *

Aan de Universiteit van Amsterdam zijn bevorderd tot apotheker, mejuffrouw Th. M. Stienstra en de heer P. A. Th. M. Jaspers.

* * *

Aan de Vrije Universiteit te Amsterdam is geslaagd voor het doctoraal examen scheikunde de heer B. Bokhout.

* * *

Aan de Universiteit te Groningen is geslaagd voor het candidaatsexamen wis- en natuurkunde, letter f, de heer Th. P. Dekker.

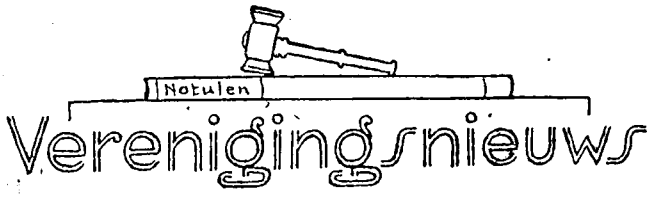
* * *

Aan de Rijksuniversiteit te Leiden slaagde voor het candidaatsexamen wis- en natuurkunde, letter l, mejuffrouw A. G. C. Belle.

* * *

Aan de Rijksuniversiteit te Utrecht is bevorderd tot doctor in de wis- en natuurkunde op proefschrift „Onderzoekingen over de bepaling en stofwisseling van het aneurine" de heer L. N. Went, geboren te Utrecht.

Voor het doctoraal examen, wis- en natuurkunde, hoofdvak pharmacie slaagden de heren R. Schilt (cum laude), N. A. M. van Spanje; C. P. Benoïst en J. H. Stehouwer; voor het candidaatsexamen wis- en natuurkunde, letter f de heer A. W. Noltes; voor het candidaatsexamen wis- en natuurkunde, letter g, de heren J. Bloem, J. W. Keuskamp, P. H. van Leeuwen, B. I. C. F. van Pul en F. Rijkens; voor het candidaats-examen wis- en natuurkunde, letter l, de dames A. H. Geels en M. H. W. Wauben en de heer S. L. Wit.



101ste ALGEMENE VERGADERING

der

NEDERLANDSE CHEMISCHE VERENIGING

op Vrijdag 17 en Zaterdag 18 December 1948

te AMSTERDAM.

Het volledige programma met toelichting van deze tweedaagse wintervergadering is opgenomen in het Chemisch Weekblad van 27 November j.l. blz. 696 e.v.

De aandacht wordt er op gevestigd, dat het heden de laatste dag is, om zich voor de lunch in Artis en/of de gezamenlijke maaltijd in het Parkhotel op te geven.

Aanvulling van het programma der Algemene Huishoudelijke Vergadering.

Vacatures	Voordrachten.
Bibliotheekcommissie:	
Dr. J. van Alphen	1. Dr. C. Groeneveld, Haarlem. 2. Dr. W. Scholten, Voorburg.
Dr. J. G. van Ginkel	1. Dr. A. Gorter, Utrecht. 2. Dr. W. J. Nijveld, Amsterdam.
Ir. B. Pennekamp	1. Drs. T. Dijs, 's-Gravenhage. 2. Drs. J. van Steenis, Delft.
Ir. J. J. Ghijsen	1. Dr. L. J. van der Wolk, Berg-Urmond 2. Dr. C. Koningsberger, Leiden.

Mededelingen van het Secretariaat

('s-Gravenhage, Lange Voorhout 5, tel. 110744, postrekening 7680)

Candidaat-leden.

83: Greup (D. H.), cand. scheik. ing., Delft, Soendastraat 13, ass. phys. chemie; voorgesteld door Prof. Dr. W. G. Burgers te Delft en Ir. B. Kamerbeek te Vlaardingen.

83: Hekman (Ir. E. E.), Delft, Oostsingel 103, ing. bij de Staatsmijnen; voorgesteld door Drs. H. Geldof en Drs. J. van Steenis, beiden te Delft.

84: Seegers (Drs. G.), Haarlem, Duvenvoordestraat 86, ass. lab. v. artsenijbereidkunde Univ. v. Amsterdam; voorgesteld door Prof. Dr. C. G. van Arkel te Haarlem en Prof. Dr. J. Kok te Amsterdam.

85: Wolfs (A. G. J.), cand. scheik. ing., Delft, van Leeuwenhoeksingel 38; voorgesteld door Prof. Dr. P. Karsten en Prof. Dr. Ir. C. J. van Nieuwenburg, beiden te Delft.

Adreswijzigingen.

Blz. 30: Battum (Drs. C. M. van), 's-Gravenhage, Kraaienlaan 21.
„ 40: Bijkerk (Dr. L.), Heerenveen, Pastorielaan 27.
„ 49: Faasse (Drs. G.), Coevorden, Burg. v. d. Lelysingel 5.
„ 51: Gelder (W. van), tech. stud., Delft, Thorbeckestr. 7.
„ 53: Greve (P. A.), chem. stud., Leiden, Plantsoen 81.
„ 77: Lodder (Ir. J.), Velsen, Driehuizerkerkweg 31.
„ 86: Opstall (Dr. H. J. van), 's-Gravenhage, Benoordenhoutscheweg 277.
„ 94: Ruyssen (Prof. Dr. G.), Gent (België), Vaderlandstraat 47.
„ 99: Speekman (Dr. B. W.). Venlo, Stalbergweg 271.
„ 102: Stuy (J. H.), chem. cand., Utrecht, Adelaarstraat 86bis.
„ 107: Verhoeven (Ir. B.), Ens, N.O.P., Blok IV, no. 11.
„ 115: Willems (Drs. P. J. H.), Oldenzaal, Zuivelstraat 41.
„ 117: Wijmenga (Drs. H. G.), Oss, Hertogin Johannasingel 13.

Wie kent het adres van:

Mej. Ir. A. J. Hijman, vroeger Hogeschool, Batavia en Ir. J. R. A. Baas, vroeger Arnhem, thans vertrokken naar Indië? Met mededeling zal men de secretaris zeer verplichten.

Examens voor Analyst en Materiaallaborant(-analyst)

Zie opgave in Chem. Weekblad van 4 December j.l.

Secties

Sectie voor Physische Chemie en Kolloïdchemie.

Het bestuur der sectie stelt candidaat voor de functies van voorzitter:

Prof. Dr. J. Th. G. Overbeek (Utrecht).
Prof. Dr. E. H. Wiebenga (Groningen).

De Secretaris R. Loosjes.

Chemische Kringen

Chemische Kring Breda. De afdeling Breda van de Nederlandse Maatschappij tot bevordering der Geneeskunde nodigt de leden van de Chemische Kring Breda uit tot het bijwonen van een voordracht op Vrijdag 17 December 1948 in het Oranje Hotel, Stationsplein 7, Breda. Aanvang der lezing 20.00 uur. Dr. *A. Tasman* (Utrecht) zal spreken over: *„De werkzaamheden van het Rijks-Instituut voor de Volksgezondheid".*

* * *

Gooise Chemische Kring. Bijeenkomst op Maandag 20 December 1948, des avonds om 8 uur in het R.K. Lyceum, Emmastraat 56 te Hilversum. Spreker: Prof. Dr. *J. M. Bijvoet* over het onderwerp: *„Röntgenanalyse van grote moleculen".*

* * *

Limburgse Chemische Kring. Bijeenkomst op Vrijdag 17 December 1948, des avonds om 8 uur in restaurant „De Gouwe Poort" te Maastricht. Spreker: Dr. *H. Salmang* over het onderwerp: *„De keramiek van hoogvuurvaste oxyden".*

* * *

Rotterdamse Chemische Kring. Vergadering op Maandag 13 December 1948, 20 uur in het gebouw van de H.B.S. aan de 's-Gravendijkwal 58. Prof. Dr. *A. G. M. van Melsen* (Nijmegen) zal spreken over: *„De betekenis der wijsbegeerte voor de beoefenaar der natuurwetenschap".*

De penningmeester verzoekt de leden, die hun contributie ad *f* 4.— over 1948—1948 nog niet betaalden, dit omgaand te doen door overschrijving op giro 128280 van de Rotterdamse Chemische Kring.

Mededelingen van verwante verenigingen

Bond voor Materialenkennis

Kring vezels en cellulose

in samenwerking met vezelinstituut T.N.O., Delft; instituut voor grafische techniek T.N.O., Amsterdam.

Papiertechnische dagen

op Woensdag 15 December 1948 te Delft en op Donderdag 16 December 1948 te Amsterdam.

Programma:

15 December te Delft in de Collegezaal van het Laboratorium voor Technische Botanie van de Technische Hogeschool, Julianalaan 67.

10.00 u. Ontvangst en Opening (waarbij koffie wordt geserveerd).

10.30 u. L. F. C. Friele, phys. drs. van het Vezelinstituut T.N.O. te Delft, Witheidsmetingen aan papier.

11.00 u. Gelegenheid tot discussie.

11.20 u. Ir. E. L. Ritman van de Noordelijke Industrie voor Vezelverwerking te Hoogezand, en

11.40 u. Dr. P. H. Teunissen van de A.K.U. te Arnhem, Is bij het ontsluiten van graanstro een systeem met loogregeneratie te verkiezen boven systemen zonder loogregeneratie?

12.00 u. Gelegenheid tot discussie.

13.00 u. Gemeenschappelijke koffietafel. (Kosten ca. *f* 3.—, ter plaatse te voldoen).

14.00 u. Bezichtiging van het Prinsenhof.

15.30 u. Bezoek aan het Papier-technisch Laboratorium van het Vezelinstituut T.N.O., Julianalaan 134, met demonstraties en gelegenheid tot onderlinge gedachtenwisseling.

16 December te Amsterdam in Restaurant Kransnapolsky, Warmoesstraat 75.

10.15 u. Ontvangst en Opening (waarbij koffie wordt geserveerd).

10.45 u. M. G. Hartley van de Papiergroothandel P. Proost & Zoon te Amsterdam, Het plakken en tegenplakken van Bord.

11.05 u. Gelegenheid tot discussie.

11.30 u. J. H. van der Meer van het I.G.T. te Amsterdam, Enkele resultaten van de werkzaamheden van het I.G.T.
- a. klimaatmetingen in grafische bedrijven;
- b. versneld conditionneren van papier;
- c. gepatroneerd tekenpapier;
- d. niet krullend gegomd papier.

11.50 u. Gelegenheid tot discussie.

12.15 u. Gemeenschappelijke lunch. (Kosten *f* 4.—, exclusief dranken en bediening; ter plaatse te voldoen).

14.00 u. Excursie naar de N.V. Bührmann, Keizersgracht 28—46, Amsterdam.
- a. film over moderne papierfabricage;
- b. bezichtiging van het laboratorium;
- c. bezichtiging van het bedrijf.

Ir. L. Corbeau, Secr. Kring Vezels en Cellulose, p/a. Vezelinstituut T.N.O., Mijnbouwstr. 16a, Delft.

Aangeboden betrekkingen

Zie de advertenties in no. 49.

Fabriek in het Oosten des lands vraagt jong chemicus (Drs. of Ir.).

De Algemene Kunstzijde Unie N.V. te Arnhem vraagt scheik. ingenieurs en/of doctoren of doctorandi in de chemie voor bedrijfs- en researchfuncties.

Chemische fabriek in het Westen des lands zoekt technicus.

Gevraagd een ervaren all round chemicus (Dr. of Ir.) met commerciële aanleg.

Gevraagde betrekkingen

89: Scheikundig ingenieur, diploma Delft 1932, zoekt passende functie; ervaring op het gebied van gasfabricage, stremselfabricage en celluloselakken. Ook genegen op ander terrein werkzaam te zijn.

813: Dr. in de chemie, 6 jaar researcharbeid (organisch), 4 jaar commerciële afdeling, met handelservaring, moderne talen beheersend, zeer bereisd, wenst, wegens geringe vooruitzichten, van betrekking te veranderen.

816: Allround chemicus (Ir.) met commerciële aanleg, oud 41 jaar, zoekt hem passende werkkring.

817: Chem. Drs. met industriële ervaring heeft enkele dagen per week beschikbaar voor chemische werkzaamheden, litteratuur- en octrooirecherche, enz. Goede talenkennis.

818: Dr. in de chemie, 8 jaar ervaring in voedingsmiddelenanalyse en litteratuurstudie, zoekt bijverdienste voor de avonduren.

Verbetering

Het op blz. 703 vermelde telefoonnummer van het Secretariaat van Delftse Ingenieurs dient te luiden: 's-Gravenhage, 110431.

Agenda van Vergaderingen

11 December: Nederl. Vereniging voor Fotografie en Fotochemie (Utrecht): Symposium over: Keuze en gebruik van fotografisch materiaal voor verschillende toepassingen. Zie het programma in Chem. Weekblad, pg. 646, 662, en 702.

13 December: Bond voor Materialenkennis (Kring voor Verf, enz.) (Delft): Latex-dag. Zie het volledige programma in Chem. Weekblad, pg. 704.

13 December: Rotterdamse Chemische Kring (Rotterdam): Prof. Dr. A. G. M. van Melsen, De betekenis der wijsbegeerte voor de beoefenaar der natuurwetenschap. Zie Chem. Weekblad, pg. 732.

14 December: Haagse Chemische Kring ('s-Gravenhage): Dr. W. Froentjes, Gerechtelijk natuurwetenschappelijk onderzoek. Zie Chem. Weekblad, pg. 703.

15 en 16 Dec. Bond voor Materialenkennis (Kring vezels enz.): Papiertechnische dagen. Zie Chem. Weekblad, pg. 703 en 732.

16 December: Arnhemse Chemische Kring. Dr. W. B. Deys, Ademhaling en fermentatie van theeblad. Zie Chem. Weekblad pg. 703.

16 December: Utrechtse Chemische Kring (Utrecht): Prof. Dr. J. Th. G. Overbeek, Eigenschappen van oplossingen van zepen en verwante stoffen. Zie Chem. Weekblad, pg. 719.

17 December: 101ste Algemene Vergadering (Wintervergadering) der Ned. Chem. Ver. Zie Chem. Weekblad pg. 630, 695, 718 en 731.

17 December: Limburgse Chemische Kring: Dr. H. Salmang, De keramiek van hoogvuurvaste oxyden. Zie Chem. Weekblad, pg. 732.

17 December: Chemische Kring Breda (Breda): Dr. A. Tasman, De werkzaamheden van het Rijksinstituut voor de Volksgezondheid. Zie Chem. Weekblad, pg. 731.

18 December: Nederl. Natuurk. Vereniging (Amsterdam): Wetenschappelijke vergadering. Zie voor het programma Chem. Weekblad pg. 664.

18 December: Sectievergaderingen. Vergaderingen der secties van de Nederlandse Chemische Vereniging. Zie Chem. Weekblad, pg. 718.

20 December: Gooise Chemische Kring: Prof. Dr. J. M. Bijvoet, Röntgenanalyse van grote moleculen. Zie Chem. Weekblad, pg. 732.