

V I T A M I N E - C.
-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-

Fabricksschema.

B.L. TEN HORN.

I N H O U D

	Pag.
Inleiding	1
Vitamine-C via diaceton-sorbose	5
Diaceton-sorbose	6
Diaceton-keto-1-gulonzuur	7
Hydrolyse van diaceton-keto-gulonzuur	8
De omzetting van 2 keto-1-gulonzuur in 1-ascorbinezuur	9
Constructie-materialen	13
Materiaalbalans	15
Literatuurlijst	17
Uitvoering van het fabrieksschema	18
Diaceton-sorbose	18
Diaceton 2-keto-1-gulonzuur	21
2-keto-1-gulonzuur	24
1-ascorbinezuur	25
Berekening van een acetoncondensor	(aanhangsel).

V I T A M I N E - C.
-O-O-O-O-O-O-O-O-O-O-O-O-

Fabrieksschema.

INLEIDING.

Vitamine-C of l-ascorbinezuur werd voor het eerst synthetisch bereid door T. Reichstein in 1933 en 1934 (Helv.Chim.Acta 16 561 (1933) en 17 510 (1934)). Thans zijn een vrij groot aantal methoden bekend voor de vitamine-C synthese. In H. Vogel: Chemie und Technik der Vitamine (1940) en Pigman, Wolfrom etc.: Recent Advances in Carbohydrate Chemistry (1946) zijn goede overzichten van deze synthetische bereidingsmethoden te vinden.

Wij geven hier een kort overzicht van de bestaande methoden.

1). Additie van HCN aan l-xyloson gevolgd door hydrolyse. Via het cyaanhydrine van l-xyloson en het cyclische imide van l-ascorbinezuur ontstaat vitamine-C.

Dit is de oorspronkelijke door Reichstein gevonden synthese.

2). Oxydatie van osonen tot 2-keto-zuren. Het op deze wijze verkregen 2-keto-l-gulonzuur kan in l-ascorbinezuur worden omgezet. Deze omzetting bestaat uit de vorming van een lactonring en enolisatie van de ketongroep.

3). Oxydatie van aldonzuren. De α -standige OH-groep wordt bij voorkeur geoxydeerd waarbij het 2-keto-zuur ontstaat.

4). Oxydatie van osonen. De aldehydgroep wordt tot een COOH-groep geoxydeerd. Het resultaat is weer een 2-keto-zuur.

- 5). Condensatie van glyoxylzuur of mesoxaalzure esters aan aldosuikers. Glyoxylzuur of mesoxaalzuur vormt met l-threose onder invloed van NaCN of Na-alcoholaat direct l-ascorbinezuur.
- 6). Directe oxydatie van ketose-suikers tot 2-keto-zuren. Er vormen zich zeer grote hoeveelheden nevenproducten doordat het gehele suikermolecule voor oxydatie toegankelijk is.
- 7). Oxydatie van ketose-suikers (l-sorbose) tot 2-keto-zuren nadat de suiker tegen ongewenste oxydatie is beschermd. l-sorbose wordt beschermd door condensatie met een aldehyd of keton (aceton, cyclohexanon, methyl-aethylketon enz.).

Vergelijking van de bereidingsmethoden:

Methode 1). is weinig aantrekkelijk door de slechte toegankelijkheid van de grondstof l-xylose. Deze pentose kan uit hout worden gewonnen of wordt synthetisch uit sorbitol bereid.

H. Vogel geeft een opsomming van de over deze synthese bestaande patentliteratuur.

Methoden 2), 3), 4) en 5) hebben geen technische betekenis. Zij zijn, met de bijbehorende literatuur in Pigman c.s. Recent Advance in Carbohydrate Chemistry te vinden.

Methode 5). is gevonden door B. Helfrich (Ber. 70 465 (1937)) en is door D.R.P. 637448 beschermd. Dit patent geeft voorbeelden van de condensatie van aldo-suikers met glyoxylzuur b.v. in methylalcoholisch milieu met Na-methylaat. Om tot l-ascorbinezuur te geraken moeten we uitgaan van l-threose (of een verbinding waaruit in het reactie-

Het is ook wel een goede methode (sorbitol is goed toegankelijk) met l-sorbitol

milieu l-threose ontstaat zoals het cyaanhydrine of de acetylverbinding van l-threose) en glyoxylzure aethylester. Mesoxaalzure esters voeren onder CO_2 -afsplitsing tot hetzelfde resultaat. Dit is door het aanvullingspatent D.R.P. 683954 (I.G. Farben-Helfrich) beschermd. l-threose is een synthetisch product. Het wordt uit l-xylose gemaakt.

Methode 6). is de allereenvoudigste die wij hebben gevonden. Het is door Haworth en Herst c.s. gepatenteerd (Br.pat. 443901). Deze auteurs voeren de oxydatie van l-sorbose uit met HNO_3 . Door een juiste keuze van de zuursterkte en de reactieduur zoeken zij een optimale vorming van het juiste oxydatieproduct te verkrijgen.

Toch worden nog zeer grote hoeveelheden nevenproducten gevormd zodat het rendement zeer laag is. 5 g l-sorbose leveren slechts 0,5 g l-ascorbinezuur! Dit patent was voor ons de bevestiging van de noodzakelijkheid om het sorbose-molecule tegen ongewenste oxydaties te beschermen zoals dat bij de volgende methode geschiedt.

Bij methode 7). wordt evenals bij methode 6). de eindstandige CH_2OH -groep van het sorbose-molecule tot een COOH -groep geoxydeerd waarbij 2-keto-l-gulonzuur ontstaat dat door sluiting van een lactonring en enolisatie van de ketongroep in l-ascorbinezuur om te zetten is. Vooraf is het sorbose-molecule gecondenseerd met twee moleculen van een geschikt aldehyd of keton waardoor alle neven-oxydaties onmogelijk gemaakt zijn.

Deze methode is beschermd door Frans pat. 780055 van Hoffmann La Roche (T. Reichstein).

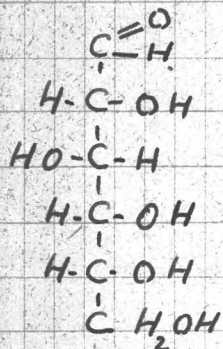
De grondstof, l-sorbose, is zelf een synthetisch product

dat echter op groter schaal via sorbitol uit dextrose gefabriceerd wordt.

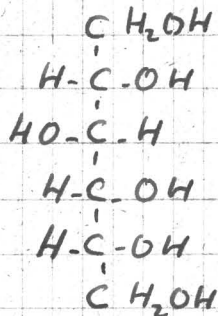
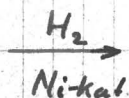
Wij kozen methode 7). uit omdat wij uit de literatuur de indruk kregen dat deze methode technisch de belangrijkste was. De juistheid van deze keuze werd ons bevestigd in een onderhoud met Ir Brackmann van de Chemische Fabriek Naarden (zie later) die ons vertelde dat deze methode de enige economisch verantwoorde vitamine-C bereiding was.

Wij laten hier een meer uitgebreide beschrijving van de chemie van deze methodevolgen. Omdat l-sorbose zelf een synthetisch product is, is de bereiding daarvan erbij opgenomen. Ons fabrieksschema neemt l-sorbose tot grondstof.

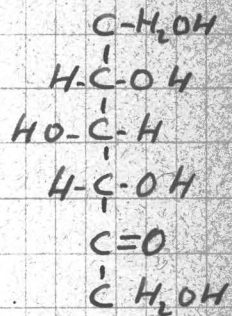
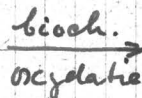
BEREIDING VAN VITAMINE-C VIA DIACETONSORBOSE



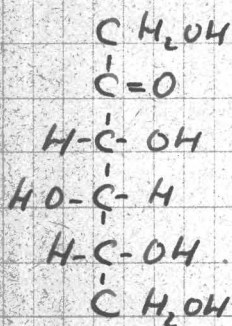
d-glucose



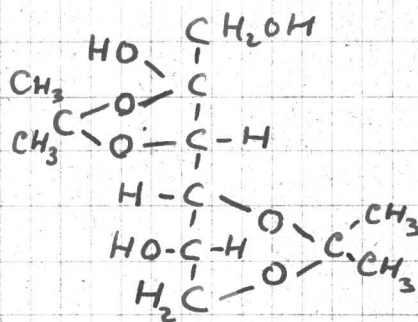
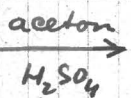
sorbitol



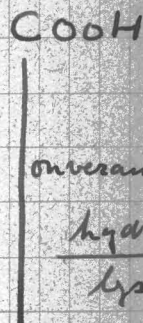
l-sorbose



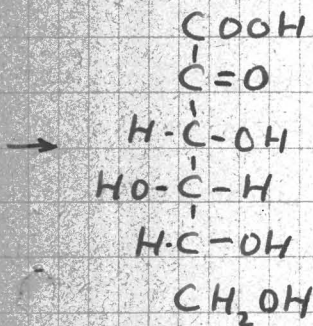
l-sorbose



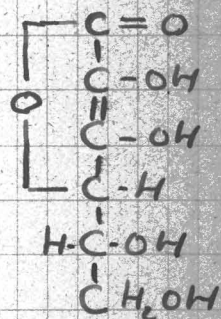
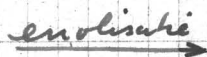
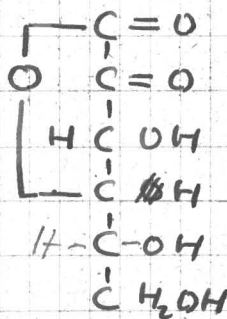
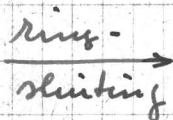
diaceton-l-sorbose



diaceton 2 keto-l-gulonzuur

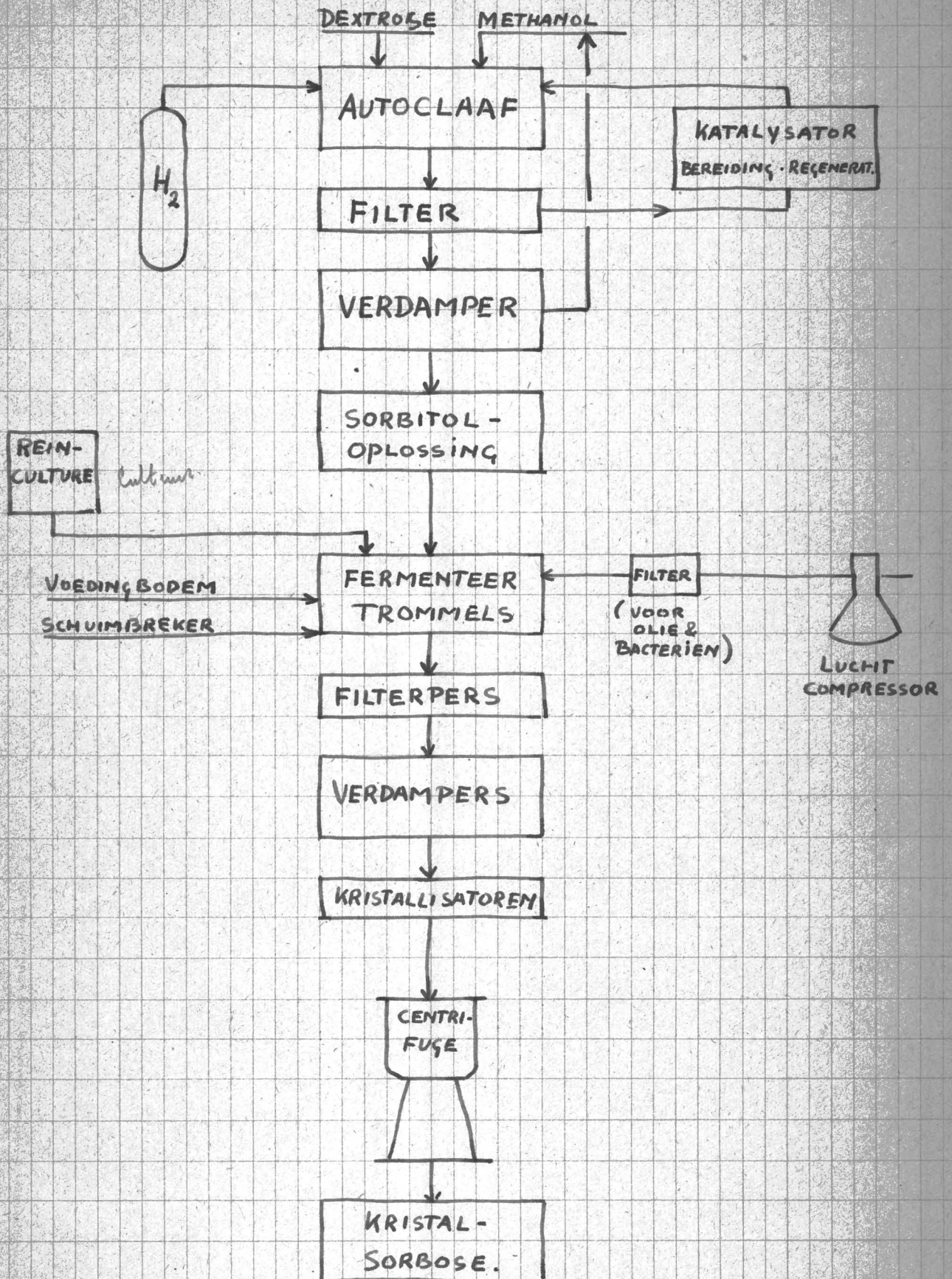


2-keto-l-gulonzuur



l-ascorbinezuur

FLWSHEET SORBOSE BEREIDING



VITAMINE-C VIA DIACETONSORBOSE.

De synthese van l-ascorbinezuur via diaceton-sorbose. Op nevenstaand inlegblad zijn de chemische omzettingen van deze methode in structuurformules weergegeven.

1). De reductie van dextrose (l-glucose) tot sorbitol. Deze omzetting is in feite een hydrogenatie. Aan de aldehydgroep worden twee waterstofatomen geaddeerd. Volgens twee patenten van de I.G. (D.R.P. 544656 en Frans pat. 694424), die sorbitol onder het merk "Sionon" als voedingsmiddel voor diabetici in de handel bracht, geschiedt deze hydrogenatie op de gebruikelijke wijze in een autoclaaf met waterstofgas en een Ni katalysator.

toevoegingen?

De reactiedruk en temperatuur zijn resp. ± 10 at. en $145^{\circ} - 150^{\circ} C$. Er worden geactiveerde en niet geactiveerde Ni-katalysatoren beschreven.

De dextrose wordt in water - methylalcohol 1 : 1 opgelost. De pH wordt op 8,1 gehouden b.v. met CaOH. De opbrengst is praktisch kwantitatief.

In de bezettingstijd heeft de B.P.M. deze hydrogenatie uitgevoerd. Zij gebruikten Raney-nikkel als katalysator.

De oxydatie van sorbitol tot l-sorbose is alleen biochemisch uit te voeren. Het hele sorbitol-molecule is oxydeerbaar en derhalve voert ieder oxydatiemiddel tot een gecompliceerd mengsel van reactieproducten. De oxydatie geschiedt daarom door middel van een bacterie (bacterium xylinium of acetobacter suboxydans).

De technische uitvoering van deze biochemische oxydatie is beschreven in Chemische Zeitung 1940 blz. 224.

De oxydatie wordt in roterende fermenteertrommels die voorzien zijn van stoomspiralen voor de sterilisatie, uitgevoerd. De bacteriën zijn natuurlijk ^oaëroob zodat voor een krachtige beluchting moet worden gezorgd. Als voedingsbodem voor de bacteriën moet een gist- of mais-extract dat de noodzakelijke voedingseiwitten en zouten bevat worden toegevoegd. Een kleine hoeveelheid van een hoogmoleculair alcohol gaat het schuimen tegen. De optimale sorbitol-concentratie ligt tussen 10% en 20% hoewel speciale methoden het werken met hogere concentraties mogelijk maken.

De gefermenteerde vloeistof wordt na filtratie drie maal ingedikt en gekristalliseerd.

Het rendement van de oxydatie ligt boven de 90%. Het overall-rendement is ternauwernood 70%. Het verschil moet liggen in het sorbose-gehalte van de moederloog na de laatste kristallisatie. Misschien kan het inlassen van een sapzuivering dit verlies verminderen.

Diacetonsorbose.

De fabricage van diacetonsorbose, de oxydatie en hydrolyse daarvan zijn beschreven in Frans pat. 780055 van Hoffmann La Roche ten name van T. Reichstein. l-sorbose wordt met een 20-voudige overmaat aceton en H_2SO_4 als wateronttrekkend middel gedurende 20 uur geroerd. De temperatuur wordt daarbij op 10° à 12° C gehouden. Na afloop van de reactie moet de H_2SO_4 geneutraliseerd worden. Dit kan door fijn gepoederde K_2CO_3 in de ketel in te zeven. Deze neutralisatie in suspensie duurt zeer lang. In het groot moeten we er 4 uur voor rekenen.

*Kan doorgevoerd
naar de tijd
niet verkort
worden?*

Om de diacetonsorbose in voldoende zuivere vorm te winnen moeten we de aceton-oplossing filtreren, de aceton verdampen, en het residu aan een vacuümdestillatie onderwerpen. Voor de vacuümdestillatie is het noodzakelijk de resten K_2SO_4 , reactiewater e.d. te verwijderen. Daarom wordt het residu van de aceton-verdamping in een geschikt oplosmiddel als benzeen opgelost en gefiltreerd.

Het verkregen benzeenextract wordt ingedampt en de mono- en diacetonsorbose door vacuümdestillatie van elkaar gescheiden. Diacetonsorbose gaat bij $140^{\circ} C$ en 0,5 mm druk over. Mono-acetonsorbose blijft in de destilleerketel over en wordt, in aceton opgelost, in het proces teruggevoerd. Diacetonsorbose smelt bij $77^{\circ} - 78^{\circ} C$.

Het is in deze stap van de fabricage essentieel de grote aceton-overmaat terug te winnen. Het gaat na rectificatie in het proces terug.

1 kg l-sorbose levert 1 à 1,2 kg diaceton-l-sorbose.

Diaceton keto-l-gulonzuur.

Diacetonsorbose bevat een vrije, eindstandige CH_2OH -groep die tot een $COOH$ -groep geoxydeerd moet worden. Deze oxydatie wordt koud. uitgevoerd met $KMnO_4$ in alkalisch milieu. Om de temperatuur laag te houden (maximaal $30^{\circ} C$) moet een goede koeling aanwezig zijn. Afgezien van de beperking, door de warmteontwikkeling opgelegd, moet de oxydatie zo snel mogelijk uitgevoerd worden. De diacetonsorbose wordt gesuspenseerd in verdunde kaliloog. Hieraan worden geleidelijk permanganaatkristallen toegevoegd. Na afloop van de reactie wordt tot volledige ontkleuring

*waaronder
oplossing.*

*(ook voor
handhaven kun je vast)*

doorgeroerd en tot slot wordt de temperatuur tot 50° C verhoogd.

Om het diaceton-keto-gulonzuur uit het reactiemengsel te winnen wordt eerst de bruinsteen afgefiltreerd. Het alkalische filtraat wordt met koolzuur en eventueel wat zoutzuur op pH 7-8 gebracht. Hierna wordt de oplossing geëxtraheerd met een geschikt oplosmiddel als b.v. benzeen. Hierin lost de onomgezette diacetonsorbose op, die teruggevoerd wordt in het proces. De geëxtraheerde oplossing wordt ingedikt tot een hoge concentratie. Hierna wordt het zuur met HCl bij 0° C vrijgemaakt. Het vrije diaceton-keto-gulonzuur is weinig oplosbaar en kristalliseert ^{wit} ~~niet~~. De moederlogen van deze kristallisatie bevatten nog enig zuur en kunnen nog met aether geëxtraheerd worden.

1 kg diacetonsorbose levert 1 - 1,1 kg diaceton-keto-gulonzuur.

Hydrolyse van diaceton-keto-gulonzuur.

Voor de hydrolyse wordt het diaceton-keto-1-gulonzuur opgelost in 10 x zijn eigen gewicht aan water en hierin gekookt tot de acetonreuk verdwenen is. De hydrolyse duurt 30 tot 40 minuten. De verkregen oplossing wordt in vacuum ingedampt tot een stroop waaruit het 2-keto-1-gulonzuur kristalliseert. Deze kristallisatie kan met een weinig aceton bevorderd worden.

Tot zover is het proces beschreven in genoemd Frans patent 780055. Bovenstaande beschrijving van de werkwijze is bovendien aangevuld met persoonlijke mededelingen die ons

zijn gedaan door Ir Brackmann van de Chemische Fabriek Naarden.

De omzetting van 2-keto-1-gulonzuur in l-ascorbinezuur.

Deze omzetting, die in feite uit twee omzettingen bestaat, is in de literatuur in een zeer grote verscheidenheid van manieren beschreven.

Een veel gebruikte weg is de enolisatie van de methylester van 2-keto-1-gulonzuur met alkalische reagentia als Na-methylaat. Volgens Zwitsers pat. 175347 van Hoffmann La Roche wordt de methylester bereid door de directe inwerking van methanol op het zuur onder invloed van HCl-gas.

Deze methylester kan vervolgens geëmoliseerd worden met de volgende reagentia:

- 1). alkali-alcoholaten in alcoholisch milieu (Zwits.pat. 174208) (F. Michael & K. Kraft, Naturwiss. 72, 205 (1934f)). Hierna moet door behandeling in zuur milieu de lacton-ring gesloten worden. Dit is een omestering tot een inwendig ester!
- 2). Alkalizouten van zwakke zuren als koolzuur en azijnzuur. Dit zou direct tot ^{de alkalizouten van} l-ascorbinezuur leiden (Zwits.pat. 187932 Hoffmann La Roche).

De methylester kan ook in zuur milieu geëmoliseerd worden. Dit leidt direct tot l-ascorbinezuur.

Volgens Zwitsers pat. 187933 moet de reactie, om een optimaal rendement te verkrijgen tussentijds afgebroken worden om de aanwezige l-ascorbinezuur te winnen, waarna de reactie met de overgebleven methylester wordt voortgezet. Het l-ascorbinezuur ontleeft n.l. langzaam in het reactie-milieu.

U.S. pat. 2185383 van R. Pasternack & G.O. Cragwall geeft een beschrijving van de omzetting van 2-keto-1-gulonzuur met sterke zuren in een milieu van een stof die vrije OH-groepen door verestering beschermt. Azijnzuur en fosforzuur zijn hiervoor geschikt. Als "sterk zuur" kunnen dienen H_2SO_4 , HCl, HBr en elk ander zuur dat sterker is dan fosforzuur.

Reichstein patenteert (Br.pat.466548) een methode waarbij de omzetting door middel van een sterk zuur plaats vindt in een indifferent oplosmiddel waarin ketogulonzuur wel, l-ascorbinezuur echter niet oplost (chloroform, dioxaan). l-ascorbinezuur scheidt zich als vaste stof af en ontleedt in vaste toestand niet.

De omzetting duurt 60 uur (!).

Volgens Ir Brackmann valt de ascorbinezuurontleding in de praktijk erg mee. Aan de Chemische Fabriek Naarden werd deze laatste trap uitgevoerd door 2-keto-1-gulonzuur in methylalcoholisch milieu met sterk zoutzuur te ~~koken~~^{roeren}.

Inderdaad lijkt ons dit milieu zeer geschikt voor de vorming van l-ascorbinezuur:

Het ketogulonzuur zal met methylalcohol en HCl de methyl-ester vormen (vgl. Zwitsers pat. 175347). De omestering tot het inwendige ester wordt door HCl gekatalyseerd. Het aanwezige vrije HCl zal zoals dat in meerdere van de genoemde patenten beschreven staat, de ketongroep enoliseren. Alleen bevat de methode geen garanties tegen de ontleding van het gevormde l-ascorbinezuur.

Wij kozen in ons fabrieksschema deze laatste methode daar ons hierover enige gegevens wat betreft de apparatuur bekend waren.

De literatuur over vitamine-C valt uiteen in twee groepen
1e). de tijdschriftliteratuur is geheel wetenschappelijk in-
gesteld en levert geen gegevens omtrent apparatuur op tech-
nische schaal;

2e). over vitamine-c bestaat een zeer uitgebreide patentli-
teratuur. H. Vogel: Chemie und Technik der Vitamine geeft
een bibliographie van ca. 70 patenten waarvan ongeveer 30
handelen over de synthetische bereidingsmethoden. Ook deze
patenten leveren echter onvoldoende gegevens omtrent appa-
raatuur op technische schaal.

Wij zullen daarom, alvorens over te gaan tot de bespre-
king van constructie-materialen en de materiaalbalans een
korte vermelding doen van een onderhoud dat wij mochten heb-
ben met Ir Brackmann van de Chemische Fabriek Naarden, van
welk~~o~~ onderhoud wij vele technische gegevens ontleen, en van
de vitamine-C bereiding in Nederland tijdens de laatste be-
zettingjaren.

In deze jaren hebben de B.P.M., de Nederlandse Gist- en
Spiritusfabriek te Delft en de Chemische Fabriek Naarden
in opdracht van de Nederlandse Regering vitamine-C gefa-
briceerd volgens hetzelfde proces als wij voor ons fabrieks-
schema kozen. De B.P.M. hydrogeneerde technisch zuivere
dextrose tot sorbitol met Raney-nikkel in een autoclaaf,
de Ned. Gist- en Spiritusfabriek zette langs biochemische
weg sorbitol in l-sorbose om en maakte hieruit diaceton-
sorbose dat door vacuumdestillatie gezuiverd werd.

De Chemische Fabriek Naarden oxydeerde de diaceton-sor-
bose met KMnO_4 van Ketjen, Amsterdam, en verwerkte het pro-
duct tot vitamine-C.

Het een en ander vond plaats in overtreding van de patenten van Reichstein - Hoffmann La Roche. De regering had zich echter borg gesteld voor eventueel door Hoffmann La Roche te vragen schadevergoeding. Nadat het contact met Zwitserland hersteld was heeft Hoffmann La Roche, met volle erkenning van de noodtoestand, van iedere schadevergoeding afgezien, maar natuurlijk wel stopzetting van de fabricage geëist.

CONSTRUCTIE-MATERIALEN.

Vitamine-C en alle daaraan voorafgaande tussenproducten moeten totaal vrij blijven van metaal-verontreinigingen. Vrijwel alle zware metalen katalyseren de vitamine-C oxydatie en ontleding bij hogere temperatuur. Vooral koper is in dit verband gevaarlijk. Bovendien worden aan een pharmaceutisch product steeds hogere zuiverheids- en kleur-eisen gesteld.

18-8-2

Vrijwel het gehele proces wordt daarom in roestvrij staal (18 - 8 kwaliteit) of geëmailleerd plaatijzer uitgevoerd. Kleinere zuigfilters kunnen uit steengoed gemaakt zijn.

De diacetonsorbose-ketel kan uit geëmailleerd gietijzer gemaakt worden. De temperatuur is laag en gelijkmatig terwijl geen bijzondere warmte-overdrachtseisen worden gesteld. Overigens bestaat tegen het gebruik van roestvrij staal waarschijnlijk geen bezwaar.

Na neutralisatie van de H_2SO_4 mag in ijzer gewerkt worden. IJzer dat eventueel in oplossing gaat blijft bij de vacuumdestillatie van de diacetonsorbose terug. Het filter maken we nog van roestvrij staal, de acetonverdamer en de destilleerketel uit plaatijzer. De diacetonsorbosekoeler en de smeltketel van het destillaat zijn uit roestvrij staal. De diacetonsorbosevormen zijn van geëmailleerde ~~blik~~ ^{plaat} of roestvrij staal.

De $KMnO_4$ oxydatieketel is uit 18 - 8 roestvrij staal gemaakt. Dit materiaal is volkomen bestand tegen de alkalische oxyderende omgeving. Bovendien moet deze ketel goed gekoeld worden.

Ditzelfde materiaal wordt toegepast voor alle leidingen en apparaten (neutralisatieketel, Podbielniak-extractor, verdamper) die nu volgen tot aan de ketel waar het diacetonketogulonzuur met HCl wordt vrijgemaakt. Deze ketel is geëmailleerd gietijzer. De afloop uit deze ketel is van rubber, afsluiters en centrifuge zijn geëboniteerd.

De hydrolyseerketel is geëmailleerd evenals de reactie-destillatieketel voor l-ascorbinezuur.

MATERIAALBALANS.

Wij gaan voor ons fabrieksschema uit van een dagproductie van 100 kg l-ascorbinezuur. Dit is een betrekkelijk willekeurige keuze. Deze productie is voldoende om aan ca 20% van de Nederlandse bevolking een dagelijkse dosis van 50 mg vitamine-C te verschaffen. De Chemische Fabriek Naarden produceerde 50 kg per dag.

Met deze kleine productie en de hoge kwaliteit van het product wordt de vitamine-C synthese een typisch charge bedrijf. Er zijn geen pogingen aangewend om continue methoden in te voeren.

Account

Om 100 kg l-ascorbinezuur te maken zijn ca 130 kg 2-keto-1-gulonzuur nodig. Voor de omzetting gebruiken we 4 kg 30% HCl en 400 kg methanol dat grotendeels teruggewonnen wordt.

130 kg 2-keto-1-gulonzuur wordt verkregen uit 210 kg diaceton-ketogulonzuur. Er gaat hierbij 84 kg aceton verloren.

Is dit niet te verliezen?

210 kg diaceton-ketogulonzuur ontstaan uit 250 kg van het K-zout. Hiervoor wordt 130 kg 30% HCl gebruikt. Het rendement is \pm 90%. Dit komt door verlies van diaceton-keto gulonzuur in de moederlogen van de kristallisatie. Het verdient dus aanbeveling deze moederlogen te extraheren.

260 kg diaceton-kaliumketogulonaat wordt verkregen uit 260 kg diacetonsorbose. Dit komt op een omzetting van 84%. Er blijft echter \pm 40 kg onomgezette diacetonsorbose over. Het werkelijke diacetonsorbosegebruik is dus $260 - 40 = 220$ kg. Op dit cijfer berekend is het oxydatierendement 100%.

Voor de oxydatie van 260 kg diacetonsorbose zijn 224 kg $KMnO_4$ en 137 kg zuivere vaste KOH nodig.

Voor de productie van 220 kg diacetonsorbose zijn 200 kg sorbose nodig. Voor de reactie is 4000 kg aceton nodig.

Bij 100% rendement zou hiervan 130 kg door de sorbose opgenomen worden. Een deel van de sorbose wordt echter slechts tot monoaceton-sorbose omgezet. De aceton, hieraan gebonden keert in het proces terug. De uiteindelijk geproduceerde 220 kg diacetonsorbose bevat 92 kg aceton. Dit is het reële acetonverbruik per etmaal.

200 kg sorbose worden verkregen uit ca 290 kg sorbitol. Hiervoor is 290 kg 1-glucose nodig.

LITERATUURLIJST.

Vit.C-synthese.

T. Reichstein c.s. Helv.Chim.Acta 16 561 1933
Helv.Chim.Acta 17 510 1934

Haworth, Hirst J.Chem.Soc.

B. Helferich Ber. 70 465 (1937).

F.Micheel & K.Kraft Naturwiss. 22 205 (1934).

B. Helferich D.R.P. 637448.

I.G.Farben Helferich D.R.P. 683954.

Haworth & Hirst c.s. Br.Pat. 443901.

T.Reichstein Hoffmann
La Roche Frans Pat. 780055.

Hoffmann La Roche-Reichstein Zwits.pat. 175347.
Zwits.pat. 174208.
Zwits.pat. 180810.
Zwits.pat. 187932.
Zwits.pat. 187933.
Zwits.pat. 187934.

T. Reichstein Br.Pat. 466548.
D.R.P. 641639.

R.Pasternack & O.Gragwall U.S.pat. 2185383.

Reductie van l-glucose.

I.G. Farben D.R.P. 544666.
Fr.pat.694424.

Biochemische sorbose-bereiding:

Schlubuch & Vorwerk Ber. 66 1251 (1933).

Chemiker Zeitung 1940 p.224 (anon.).

Algemene werken:

H. Vogel: Chemie und Technik der Vitamine (1940).

Pigman, Wolfrom c.s.g Recent Advances in Carbohydrate Chemistry
(1946).

*Gen. Revis. rapport
gemaakt*

UITVOERING VAN HET FABRIEKSCHEMA.

Diacetonsorbose.

De condensatie van l-sorbose wordt uitgevoerd in een plaat-ijzeren of gietijzeren geëmailleerde roerketel (1). Het roerwerk moet eveneens geëmailleerd zijn ofwel uit austenietisch roestvrij staal zijn uitgevoerd. De ketel is van een watermantel voorzien en wordt met bronwater(+ 10° C) of pekkel gekoeld.

De totale reactieduur is 20 uur. Voor de neutralisatie zijn 4 uren nodig. We stellen de chargeduur dus op 26 uur.

Per etmaal moet 200 kg sorbose verwerkt worden, d.w.z. 4600 l reactie vloeistof. Om enige reserve te hebben installeren wij drie reactieketels van 2000 l netto-inhoud.

Per charge worden 100 kg sorbose, 2000 kg aceton en 80 l (144 kg) H_2SO_4 s.g. 1,8 verwerkt. Met 2 charges per etmaal is de productie bij te houden.

De aceton loopt vanuit een maatketel in de reactieketel. De sorbose wordt afgewogen en met een houten schep in de aceton gesuspenseerd. Hierna stroomt de H_2SO_4 vanuit een weegketeltje langzaam toe. Het verdient aanbeveling de H_2SO_4 niet uit de hand toe te voegen.

De K_2CO_3 wordt afgewogen en door een fijne zeef langzaam in de ketel ingezeefd, terwijl het roerwerk loopt. Zo wordt een regelmatige suspensie verkregen.

Het reactieproduct wordt door een klein type Niagarafilter (2) gefiltreerd. Dit filter bestaat uit een gesloten ketel met uit lagen gaas opgebouwde bladen. Bij het filter staat een klein keteltje waarin een filter-aid-suspensie gemaakt kan worden die met een plungerpompje geleidelijk aan de te

filtreren vloeistof wordt toegevoegd.

Om een nadere beschouwing van deze filtratie te geven zou de aard van het bij de neutralisatie ontstane K_2SO_4 -neerslag bekend moeten zijn.

Het reactie-product, in aceton opgelost, wordt gepompt naar een voorraadketel (3), groot 4500 l, die dus een dagproductie kan bevatten. Het filter en de voorraadketel zijn uit plaatijzer, eventueel roestvrij staal, vervaardigd.

Van de voorraadketel loopt de oplossing die mono- en diacetonensorbose met een geringe hoeveelheid K_2SO_4 bevat naar de acetonverdamer (4).

Deze verdamer moet dus \pm 4000 l aceton per etmaal verdampen. De grootte ($1,5 \text{ m}^2$ verwarmd oppervlak) is zo gekozen dat de dagproductie in ~~ca. 6~~^{5 à 6} uur verwerkt kan worden. De verdamer werkt dus alleen in de dagploeg. Bij de keuze van de verdamer is rekening gehouden dat het verdampingsresidu bij $70 \text{ à } 80^\circ \text{ C}$ smelt. De gesmolten diacetonensorbose verzamelt zich in de punt van de ketel, die van een stoommantel is voorzien om het product gesmolten te kunnen houden.

Het gesmolten product loopt af in een roerketel (5) waar het in zo weinig mogelijk benzeen opgelost wordt. De verdamer is van een mangat voorzien om de resten diacetonensorbose met benzeen weg te kunnen spoelen. Het type verdamer, een variant op de Werkspoor-verdamer, is gekozen om het verdampingsresidu dat een betrekkelijk klein volume heeft (~~3200 l~~) warm te kunnen houden. De eenvoud van de verwarmingslichamen maakt de lediging en reiniging van de verdamer goed mogelijk.

De verdamer is uit gewoon plaatijzer vervaardigd. De condensor van deze verdamer zal nader bekeken worden.

De verdamper wordt met heet water of stoom verwarmd. Hij werkt onder atmosferische druk.

De teruggewonnen aceton moet gerectificeerd worden voor het opnieuw gebruikt kan worden.

F en het water!
Het oplossen van de diacetonsorbose in benzeen dient om de $K_2SO_4^F$ die, in aceton opgelost, is meegekomen en andere verontreinigingen te verwijderen. Deze ^{Route} lossen niet op en worden door een tweede Niagara-filter (6) verwijderd.

Op deze plaats voegt zich het benzeen-extract van de Podbielniak-extractor, dat ongeoxydeerde diacetonsorbose bevat (zie later) bij het reactieproduct.

Behalve voor het verwijderen van producten die de diacetonsorbose-destilleerketel (8) zouden doen vervuilen dient het oplossen van de diacetonsorbose tot het hanteerbaar maken van het product. De oplossing kan door koude leidingen gepompt en in een ketel (7) opgeslagen worden.

Vanuit de voorraadketel (7) loopt de benzenische oplossing geleidelijk in een verdamper-destilleerketel (8) van bijzondere constructie. De verdamperketel is weer als puntketel met Werkspoor verwarmingselementen uitgevoerd. De ketel moet n.l. geschikt zijn voor het verdampen van benzeen bij atmosferische druk maar ook voor het destilleren van de diacetonsorbose.

Bij de verdampingsfase loopt de benzeenoplossing uit de voorraadketel in de verdamper, die zo ver gevuld blijft dat het gehele verwarmde oppervlak bedekt is.

De benzeendampen strijken door koeler (a) en ketel (b) naar condensor (c). (a) en (b) worden door heet water op $\pm 90^\circ C$ gehouden zodat hier geen benzeen condenseert. Condensor (c) is met koud water gekoeld. Hier condenseert de benzeen die in een vat wordt opgevangen.

Als alle benzeen is verdampt wordt de ontluchting afgesloten en geleidelijk vacuum aangebracht. In dit stadium ontwijken de laatste resten benzeen.

De temperatuur van de verdamer wordt opgevoerd tot 140° C het vacuum tot 0,5 mm. Bij deze temperatuur en druk gaat de diacetonsorbose over en condenseert in de koeler (a) die nog steeds op 90° C wordt gehouden. Het condensaat blijft vloeibaar (smeltp. $77 - 78^{\circ}$ C) en loopt in de eveneens verwarmde ketel (b). Deze ketel is groot genoeg om een hele charge te bevatten. Hij wordt na de destillatie afgetapt in geëmailleerde vormen waarin de diacetonsorbose tot koeken stolt. Van deze koeken wordt een buffervoorraad aangelegd.

De mono-acetonsorbose (residu!) wordt uit de ketel gesmolten en gaat terug naar de aceton-reactieketel.

Diaceton 2-keto-1-gulonzuur.

De oxydatieketel (9), waarin de diacetonsorbose geoxydeerd wordt, ^{is} ~~is~~ een roestvrij stalen roerketel van 4000 l inhoud. De ketel is voorzien van een mantel die aangesloten is op de bronwater-leiding en op de heet water-leiding. De ketel bevat een roestvrij stalen koelspiraal en een roestvrij stalen roerwerk.

Boven de ketel is een doseerapparaat dat 250 kg KMnO_4 kan bevatten aangebracht.

De ketel wordt gevuld met 2600 kg water. Hierin worden 137 kg vaste KOH geschept en opgelost. Vervolgens wordt met een houten schep 260 kg diacetonsorbose in de kaliloog gesuspenderd. Na afkoeling van dit mengsel wordt het KMnO_4 doseerapparaat in werking gezet en worden de 250 kg KMnO_4 zo snel

mogelijk in de ketel gedraaid. De rest van de bewerking is reeds beschreven.

Van de reactieketel loopt het reactieproduct af naar een roestvrij stalen zuigfilter (10) van 2 x 1500 l inhoud en van hieruit naar een voorraadketel van 4500 l (11). Deze ketel is voorzien van koelsslangen om de nog warme oplossing tot kamertemperatuur af te kunnen koelen en is geheel in roestvrij staal uitgevoerd.

(12) is een Podbielniak-extractor waarin de onomgezette diacetonsorbose uit het reactiemengsel met benzeen wordt ge-extraheerd. De extractor bestaat uit een snel roterende trommel waarin een spiraal is aangebracht. Daar deze spiraal steeds een kleine hoek maakt met de middelpuntvliedende kracht beweegt de zware vloeistof zich langs de spiraal naar buiten en de lichte vloeistof naar binnen. Hierdoor bestaat in de trommel een intensief contact tussen de twee vloeistoffen.

Om nadere gegevens omtrent de extractor te kunnen geven zouden we de oplosbaarheidsverhoudingen van diacetonsorbose in benzeen en in de te extraheren vloeistof moeten kennen, de verdelingscoëfficiënt van Henry dus. Deze zou experimenteel bepaald moeten worden. Langs deze weg zouden de benodigde hoeveelheid extractievloeistof en ^{de grootte?} het aantal theoretische platen van de extractor bepaald kunnen worden, waarmede de constructie van de extractor bepaald is. Wij kozen het type eenvoudig, zodat de dagproductie van de fabriek in 4 uur verwerkt kan worden.

De extractor moet hier in roestvrij staal uitgevoerd worden.

De benzeen komt uit voorraadketel (13) en gaat via ketel (14) naar benzeen-extractieketel (5). De te extraheren vloeistof

stof komt uit ketel (11) en gaat naar de neutralisatieketel (15).

De neutralisatieketel (15) is een geëmailleerde ketel met een geëboniteerde of roestvrij stalen roerwerk zonder mantel. De inhoud is 5000 l.

neel
Onder het roerwerk is een, aan koolzuurcilinders aangesloten inleidpijp aangebracht. Boven de ketel is een geëboniteerd zoutzuurketeltje opgesteld met een rubberslang met slangknijper. Het dient om de P_H in te stellen. Bij de ketel is een P_H -meter aanwezig.

De neutralisatieketel is tevens voorraadketel voor de continu-verdamper (16) waar de geneutraliseerde oplossing ⁱⁿ uitgedampt wordt.

3200-
Voor de verdamping heeft de oplossing een volume van + 3000 l; na de verdamping is 750 kg oplossing over. De oplossing bevat 250 kg van het kaliumzout van diaceton-keto-l-gulonzuur.

naam F 220
De verdamper moet in 6 uur 2500 kg water kunnen verdampen.

De verdamper is voorzien van een open condensor met een Sihi-natte luchtpomp om koelwater, condensaat en oncondenseerbare gassen af te voeren. De Sihi-pomp is een combinatie van een centrifugaalpomp en een vacuumpomp met vloeistofring.

De geconcentreerde oplossing gaat naar ketel (17) die voorzien is van een stevig roerwerk. Deze ketel is gemaakt uit geëmailleerd gietijzer. Het roerwerk is eveneens geëmailleerd.

Kan deze hoeveelheid niet later te zijn?
In deze ketel worden aan de 750 kg oplossing 130 kg ijs, 130 kg water en 130 kg 35% HCl toegevoegd. Dit is een overmaat zodat de oplossing vrij HCl zal bevatten (zuur op congo-papier).

Het weinig oplosbare vrije diaceton-keto-gulonzuur slaat

neer. Terwijl de ketel met pekelkoeling op $+ 0^{\circ}$ C gehouden wordt, krijgt het zuur enige tijd om volledig uit de kristalliseren.

Om de keto-gulonzuurkristallen af te scheiden kozen wij een groot type, de Laval separator.

Deze separator zal tijdens het ledigen van de ketel nog meerdere malen geleegd moeten worden. Wij kozen dit type omdat het ons zeer geschikt leek voor het zuiver houden van het product, terwijl geen filterdoeken gebruikt behoeven te worden. De separator moet geëboniteerd of geglazuurd zijn. Roestvrij staal is hier niet te gebruiken.

Een alternatief is hier het gebruik van zuigfilters uitsteengoed met een zuurbestendig filterdoek.

De separator moet voor het gebruik tot 0° C afgekoeld worden door er een op 0° C afgekoelde vloeistof, b.v. het eigen filtraat, doorheen te leiden.

De moederlogen bevatten nog ketogulonzuur. In Frans pat. 780055 wordt een extractie ervan met aether aanbevolen.

2 keto-l-gulonzuur.

De diacetonverbinding van het vrije ketogulonzuur (210 kg) wordt in 2100 kg water opgelost in de hydrolyseerketel (18).

Daar de bestendigheid van roestvrij staal tegen organische zuren twijfelachtig is is deze ketel, ondanks het gebruik van stoom voor de verwarming, geëmailleerd uitgevoerd. De oplossing wordt met stoom gekookt tot de acetonlucht is verdwenen.

Het product van ketel (18) gaat naar vacuumverdamer (19). Of deze verdamer in roestvrij staal uitgevoerd kan

*is het beter
afzonder*

worden is weer twijfelachtig. Daar een dergelijke verdamper moeilijk geëmailleerd uit te voeren is, zou het de moeite waard zijn de bestendigheid van roestvrij staal tegen keto-gulonzuur te onderzoeken. Niet de slijtage van de verdamper doch de verontreiniging van het product zal hierbij bepalend zijn. Er wordt dus wel een zeer hoge bestendigheid gevergd.

De uitvoering van de condensor is geheel overeenkomstig aan die van de verdamper (16).

Vooraf indien de verdamper geëmailleerd is zouden wij hem met heet water en niet met stoom verhitten.

Het geconcentreerde product van de verdamper wordt in een geëmailleerde kristallisator gekristalliseerd en in een geëboniteerde centrifuge gecentrifugeerd.

De ketel (18) en de verdamper (19) zijn voorzien van CO₂ inleidpijpen, waardoor in deze twee toestellen de eventueel aanwezige lucht door CO₂ verdreven kan worden. Het product kan zo tegen oxydatie beschermd worden.

L-ascorbinezuur

De kristallen keto-gulonzuur (130 kg) worden in ketel (20) in methanol (400 kg) opgelost, waaraan zoutzuur (4 kg) wordt toegevoegd.

De ketel is geëmailleerd en voorzien van een mantel voor heet water verwarming.

De ketel wordt eerst zonder helm als reactieketel gebruikt. Er is dan een los roerwerk aangebracht.

Na de reactie wordt het roerwerk verwijderd, de helm aangebracht en aan de condensor aangesloten. De ketel werkt nu als vacuum-verdamper.

De methanol wordt bij maximaal 35° C afgedampt. De condensor wordt hierbij met pekkel gekoeld. Onder de condensor

is een systeem van twee opvangvaten aangebracht, waarmee het condensaat zonder de verdamping te onderbreken afgevoerd kan worden.

De geconcentreerde oplossing wordt in een kristallisator (geëmailleerd) afgelaten en tenslotte worden de l-ascorbinezuur-kristallen gecentrifugeerd in een geëboniteerde mand-centrifuge.

Het eindproduct moet nog gezuiverd worden door omkristalliseren uit water.

BEREKENING VAN EEN

ACETON CONDENSER

GEbruikt Bij DE BEREIDING VAN

VITAMINE - C

B. L. TEN HORN.

De verdampers (4) (zie tekening) is bestemd voor het verdampen van 4000 l aceton in 5 uur tijds.

Wij nemen als gegeven aan dat de condensor van deze verdampers 800 kg aceton per uur moet condenseren. Hierin zit dus enige reserve.

De koelwater temperatuur stellen we op 70°F (21°C)
We staan een temperatuurverhoging toe tot 100°F (38°C)

De condensor werkt bij atmosferische druk. Het kookpunt van aceton is 133°F (56°C)

De latente warmte van aceton bij het kookpunt is $124,4 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}}$

De af te voeren warmte is $800 \times 124,4 = 99520 \frac{\text{kcal}}{\text{uur}} = 400000 \frac{\text{Btu}}{\text{hr}}$

We hebben dan $\frac{400000}{30} = 13300 \frac{\text{lb}}{\text{hr}}$ koelwater nodig

We kiezen als pijp B.W.G. 16 (Mac Adams) van admiralty metal (messing)

De maten zijn $5/8"$ buitwendig, wanddikte $0,065"$, $\phi 0,495"$ inwendig.

We zoeken het Reynoldsgetal indien al het water door één pijp moest.

$$\frac{13300 \text{ lb/hr}}{60} = 221 \frac{\text{lb}}{\text{min}}$$
$$\frac{221 \text{ lb/min}}{8,33} = 26,5 \frac{\text{U.S. gall}}{\text{min}}$$

Volgens Mac Adams is de snelheid in de gekozen pijp bij een doorstroming van $1 \frac{\text{U.S. gall}}{\text{min}}$: $1,667 \frac{\text{ft}}{\text{sec}}$

De snelheid wordt $26,5 \times 1,667 = 44 \frac{\text{ft}}{\text{sec}}$

Bij 85°F (de gemiddelde watertemperatuur) is

$$\rho_{\text{water}} = 62,14 \frac{\text{lb}}{\text{cu ft}}$$

$$\mu_{\text{water}} = 1,965 \frac{\text{lb}}{\text{ft hr}}$$

Het Reynolds getal voor 1 pijp wordt:

$$\frac{0,495}{12} \times 44 \times 3600 \times 62,14 = 210000$$

1,965

Voor n pijpen $\frac{210000}{n}$

=

We zoeken vervolgens het globale totale pijp oppervlak (en dus de globale totale pijplengte). We nemen een globale overall-coëfficiënt aan.

De eerste maal namen we hiervoor 100. Dit is een globale waarde uit Perry. De afmetingen van de condensor op de tekening berusten op deze eerste berekening. Een nadere beschouwing van de warmteoverdrachtscoëfficiënten in een condensor leverde van de gevonden afmetingen leverde een overallcoëfficiënt van ca 20 op.

Derhalve werd opnieuw de globale opzet van de condensor uitgerekend. De gevonden hoofd-afmetingen wijken vrij sterk af van die op de tekening. De berekening met overall-coëfficiënt 20 volgt hier.

Daarna volgt de voor de tweede maal een nadere berekening van de overall-coëfficiënt, nu met gebruikmaking van de nieuwe afmetingen van de condensor. Deze methode van successieve benadering noemt men de methode van "trial and error".

In dit verslag zijn alleen de tweede globale en de tweede nauwkeurigere berekening opgenomen.

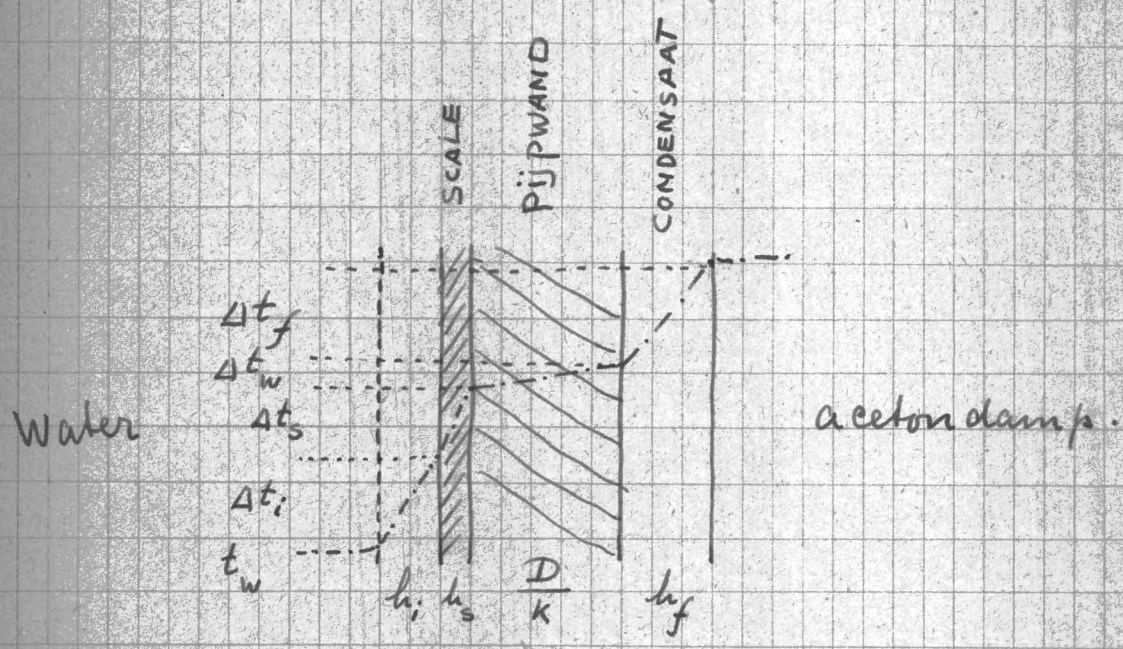
=

We werken met het logaritmische gemiddelde van de temperatuurverschillen

$$\Delta t_1 = 133 - 70 = 63^\circ F$$

$$\Delta t_2 = 133 - 100 = 33^\circ F$$

$$\Delta t_m = 46,4^\circ F.$$



$$Q = U \times A \times \Delta t$$

$$400000 = 20 \times A \times 46,4$$

$$A = 432 \text{ sq ft.}$$

Van de aangegeven pijp is het oppervlak:

$$\text{inwendig } 0,1296 \frac{\text{sq ft}}{\text{ft}}$$

$$\text{uitwendig } 0,1636 \frac{\text{sq ft}}{\text{ft}}$$

De controlerende film is de acetonefilm aan de buitenkant. Wij werken steeds met het uitwendige oppervlak.

$$\text{De pijplengte wordt } \frac{432}{0,1636} = 2635 \text{ ft.}$$

Voor een Condensorlengte van 6 ft geeft dit 440 pijpen.

Dese passen in een "shell" - diameter van 20" (445p)

Hierin zijn 5 pijpen weggelaten.

Om op een goed Reynoldsgetal te komen passen we 8 "passes" van 55 pijpen toe

Het Reynoldsgetal wordt dan

$$\frac{210000}{55} = 3800$$

Het grote aantal passes komt doordat de warmte-overdracht slecht is. Het oppervlak moet dus groot zijn.

Het aantal pijpen per "pass" is door het Reynoldsgetal aan een maximum gebonden.

We hadden ook 4 passes, het dubbele volume koelwater en een temperatuurstijging van 15°F kunnen toepassen. De juiste keuze wordt bepaald door beschikbaarheid van koelwater en pomp arbeid enerzijds en constructiekosten van de Condensator anderszijds.

Hiermee zijn de hoofdafmetingen van de Condensator voorlopig vastgelegd.

Controle van de overallcoefficient

De overallcoefficient is opgebouwd uit de hiernaast geschetste warmte overdrachtscoefficienten

Brown en Marco geven:

$$h_i = 0,0134 (t + 100) \frac{V^{0,8}}{D^{0,2}}$$

Deze formules dekken elkaar redelijk wel.

$$\begin{array}{rcl} \log 290,0 & = & 1,4624 \\ \log 0,79 & = & 0,8976 - 1 \quad \times 0,8 = \frac{0,9161 - 1}{1,3785} + \\ \log 0,495 & = & 0,6946 - 1 \quad \times 0,2 = \frac{0,9389 - 1}{1,4396} - \\ \log h_i & = & \end{array}$$

Voor de berekening van h_i kiezen we de volgende formule uit Mac Adams.

$$h_i = 150 (1 + 0,011t) \frac{(V')^{0,8}}{(D')^{0,2}}$$

t = gemiddelde watertemperatuur.

V' = snelheid in ft/sec

D' = diameter van de pijp in inches.

$$\begin{aligned} h_i &= 150 (1 + 0,011 \times 85) \frac{0,79^{0,8}}{0,495^{0,2}} \\ &= 290,0 \frac{0,79^{0,8}}{0,495^{0,2}} \\ &= \underline{\underline{275,2}} \end{aligned}$$

Voor de h_s gebruiken we de door Perry opgegeven waarde van 1000. h_s neemt af naarmate de condensor vervuilt. De aanname is dus zeer willekeurig.

De warmteoverdrachtscoëfficiënt van de pijpwand is $\frac{1,151 D_o}{k} \log \frac{D_o}{D_i}$ (betrokken op de buitenwand!)

$k = 65$ voor admiralty metal.

$$D_o = 0,052 \text{ ft}$$

$$D_i = 0,041 \text{ ft}$$

$$\text{We vinden } \frac{1,151 \times 0,052}{65} \times \frac{1,2840}{1,3872} = 0,0008$$

De weerstand van de pijpwand speelt nauwelijks een rol!

Bepaling van h_f

Musselt heeft voor verticale pijpen in een condensor de volgende formule aangegeven:

$$h_f = 0,943 \frac{k_f^3 P_f^3 g \lambda}{\mu_f L \Delta t_f}$$

- k_f warmtegeleidbaarheid van de condensaatfilm.
 P_f dichtheid " " "
 μ_f viscositeit " " "
 λ latente warmte v. d. condenserende damp
 Δt_f temperatuurverschil door de condensaatfilm.
 L pijplengte

De afleiding van deze formule gaat uit van het feit dat de laag condensaat op de pijpen de warmteovergang tussen de plaats waar de damp condenseert (het oppervlak van de film!) en de pijp controleert. Deze film neemt van boven naar in dikte beneden, toe. De formule levert een gemiddelde waarde op.

z

Alle genoemde grootheden moeten bepaald worden bij de gemiddelde filmtemperatuur. (Behalve λ , die bij de condensatie-temperatuur genomen wordt)

Het vinden van de juiste filmtemperatuur is weer een kwestie van "trial and error"

Wij weten echter uit een voorgaande berekening dat h_f in de grootteorde van 30 is terwijl h_s in de grootteorde van 300 is. h_s en de pijpwand tellen nauwelijks mee. Dus:

$$\Delta t_f \cong \frac{9}{10} \Delta t_{\text{totaal}}$$

De gemiddelde filmtemperatuur zal dus $133^\circ F - \frac{1}{2} \times \frac{9}{10} \times 46,4^\circ \cong 113^\circ F$ zijn

$$\begin{array}{rcl}
 3 \log 0,0074 & = & 0,6076 - 7 \\
 2 \log 46,2 & = & 3,3292 \\
 \log 4,17 \times 10^8 & = & 8,6201 \\
 \log 225 & = & 2,3522 \\
 \log \text{teller} & = & \underline{7,9091} +
 \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl}
 \log 0,652 & = & 0,8142 - 1 \\
 \log 6 & = & 0,7782 \\
 \log 40 & = & 1,6021 \\
 \log \text{noemer} & = & \underline{2,1945} +
 \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl}
 \log \text{teller} & = & 7,9091 \\
 \log \text{noemer} & = & \underline{2,1945} - \\
 \log \left(\frac{\quad}{\quad} \right) & = & 5,6146 \\
 \frac{1}{4} \log \left(\frac{\quad}{\quad} \right) & = & 1,4036 \\
 \log 0,943 & = & 0,9745 - 1 + \\
 \log h_f & = & \underline{1,4291}
 \end{array}$$

$$h_f = \text{---} \nearrow$$

Voor k_f vinden we een opgave in Perry voor 115°F :

$$k_f = 0,0074 \frac{\text{Btu}}{\text{hr ft}^2 \text{ } ^\circ\text{F}}$$

Dit mogen we gebruiken.

Voor acetone vinden we een dichtheid t.o.v water ($25^\circ/4^\circ$)
van 0,7886 ; dit is bij 77°F

Omgezet op 115°F is dit 0,741 (volgens Perry)

Dit is 46,2 lb/cuft

λ is bij het kookpunt van acetone:

$$124,03 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}} = 225 \frac{\text{Btu}}{\text{lb}} \quad \left(\frac{9}{5} \times !\right)$$

Voor acetone van 115°F is $\mu_f = 0,27$ centipoise
(gevoonden met een "alignment chart"
van Perry)

$$\text{of } 0,27 \times 2,42 = 0,652 \frac{\text{lb}}{\text{ft hr}}$$

$$g = 4,17 \times 10^8 \frac{\text{ft}}{\text{hr}^2}$$

$$L = 6 \text{ ft}$$

$$\Delta t = 40^\circ\text{F}$$

$$h_f = 0,943 \left(\frac{0,0074^3 \times 46,2^2 \times 4,17 \times 10^8 \times 225}{0,652 \times 6 \times 40} \right)^{1/4} =$$

$$= \underline{\underline{26,9}}$$

De overall coefficient betrokken op de
buitenkant van de pijpen is

$$U_o = \frac{1}{\frac{D_o}{D_i} \frac{1}{h_i} + \frac{1,151 D_o}{k} \log \frac{D_o}{D_i} + \frac{1}{h_s} + \frac{1}{h_f}}$$

ingevuld:

Bij nevenstaande controle willen wij er op wijzen dat de fraaie overeenstemming tussen aangenomen grootheden en gevonden grootheden geen toeval is. Aan deze definitieve berekening is er een vooraf gegaan die wel een eind bezijden de waarheid lag. Wij vonden het onnodig ook deze (fontein!) berekening op te nemen.

ingevuld:

$$\begin{aligned} U_0 &= \frac{1}{\frac{0,052}{0,041} \times \frac{1}{275,2} + 0,0008 + 0,001 + \frac{1}{26,9}} \\ &= \frac{1}{0,0046 + 0,0008 + 0,001 + 0,0374} \\ &= \frac{1}{0,0438} \\ &= \underline{\underline{22,8}} \end{aligned}$$

Wij waren bij onze globale berekening uitgegaan van een overallcoëfficiënt van 20. Dit betekent dat onze condensor 14% te groot is. We kunnen de pijpen dus met $\frac{14}{100} \times 6 = 0,8$ ft inkorten.

Dit zal op de h_f geen grote invloed meer hebben.

We moeten de gekozen filmtemperatuur nog verifiëren.

$$\begin{aligned} \Delta t_f / 0,0374 &= \Delta t_{\text{totaal}} / 0,0438 \quad \left\{ \begin{array}{l} \text{Wij nemen} \\ 40^\circ\text{F aan!} \end{array} \right. \\ \Delta t_f &= 46,4 \times \frac{0,0374}{0,0438} = 39,6^\circ\text{F} \quad \left\{ \begin{array}{l} \text{Wij nemen} \\ \Delta t_f = 40^\circ\text{F aan!} \end{array} \right. \end{aligned}$$

De gemiddelde filmtemperatuur is

$$133^\circ - \frac{1}{2} \times 39,6^\circ = 113,2^\circ\text{F}$$

Dit komt onze aanname van 115°F voldoende nabij.