

9

Archiefexemplaar

Laboratorium voor
PHYSISCHE TECHNOLOGIE
der Technische Hogeschool
Pr. Bernhardlaan 6 - DELFT

Afstudeerverslag No.

door

H. J. Wervers.

9

Laboratorium voor
PHYSISCHE TECHNOLOGIE
der Technische Hogeschool
Pr. Bernhardlaan 6 - DELFT

V E R S L A G

over

DE TOEPASSING VAN DE FREQUENTIE RESPONSIE BIJ DE ANALYSE
VAN EEN pH-REGELPROBLEEM EN HET ONDERZOEK VAN REACTIEVATEN

DOOR

H.J. Wervers

I N H O U D

blz.

<u>Overzicht en inleiding</u>	1
<u>Experimenteel gedeelte:</u>	
A) <u>Toepassing van de frequentieresponsie op pH-regelprobleem</u>	9
Opzet van het onderzoek.....	10
Apparatuur.....	12
Verrichtte werkzaamheden.....	16
Responsie van glas-electroden.....	25
Literatuur.....	28
B) <u>Toepassing van de frequentieresponsiemethode op onderzoek naar verblijftijden in buis met raschig ringen</u>	
Theoretische inleiding.....	29
Opzet van onderzoek.....	37
Apparatuur.....	37
Opmerkingen.....	43
Metingen en berekeningen.....	45
Discussie.....	51
Conclusie.....	51
Literatuur.....	53

Bijlagen:

- 1) Werktekening reactor.
- 2) Schema pH-meter met toelichting
- 3) Schema van meetopstelling voor pH-frequentie-responsie.
- 4) Schema geleidbaarheid-meters.
- 5) Ijkgrafieken geleidbaarheidmeters
- 6) Grafiek aangevende geleidbaarheid van NaCl oplossingen als functie van de concentratie.
- 7) 6 grafieken van $\phi_0/\phi_i = f(w\tau)$ voor metingen onder B/
 6 " " phase = $f(w\tau)$ " " " "
- 8) 2 grafieken aangevende de frequentiekarakteristiek voor serieschakeling van een aantal identieke ideale mengers.

Overzicht.

Het onderzoek van het dynamische gedrag van fysische systemen met behulp van de zg. frequentie-responsie methode, welke tot dusver nagenoeg uitsluitend in de techniek der servomechanismen werd gebruikt, is uitgebreid tot problemen van technologische aard. Enerzijds is deze methodiek toegepast op een pH regelprobleem, waarbij het doel was het verkrijgen van de frequentie-responsie karakteristiek van het te regelen proces, in dit geval de neutralisatie van een Ca(OH)_2 oplossing met CO_2 .

Anderzijds is de frequentie responsie toegepast bij het onderzoek van verblijftijden in een reactievat, in dit geval een buis met raschig ringen. Hierbij was het doel vooral na te gaan of de frequentie-responsie perspectieven zou openen ten aanzien van de mogelijkheid een reactievat te karakteriseren door een getal dat zou corresponderen met het aantal "ideale mengers" waarmee het dynamisch gedrag het meest overeenstemt.

Bij het pH-regelprobleem konden tot nu toe geen resultaten worden verkregen tengevolge van bijkomstige moeilijkheden.

Inleiding.

In de techniek der regel- en servomechanismen is in de afgelopen tien jaar de behoefte gevoeld de "trial and error" methoden, volgens welke men de problemen aanpakte, te vervangen door fysisch goed gefundeerde methoden.

De pogingen welke hiertoe ondernomen werden kunnen zeer succesvol worden genoemd. Hoofdzakelijk heeft men zich echter bewogen, onder de drang der oorlogsomstandigheden, op het gebied van zuiver mechanische systemen, terwijl aan regeling van technologische processen nauwelijks aandacht is besteed. Men krijgt in ieder geval deze indruk bij het bestuderen van de literatuur uit de genoemde periode.

De methoden op het gebied der servomechanismen ontwikkeld zijn nu in principe toe te passen op willekeurige fysische systemen (met enkele restricties).

Het is daarom van belang in het kort in te gaan op de voor de bestudering van servomechanismen ontwikkelde techniek.

Zowel servo's als regelapparaten zijn gekenmerkt door de aanwezigheid van tenminste één gesloten circuit, doordat deze apparaten de waarde van de te sturen uitgangsgrootheid voortdurend vergelijken met de waarde van de ingangsgrootheid, het z.g. commando. Het verschil van beide, het foutsignaal dient nu voor de sturing van een orgaan dat zodanig op de te regelen grootheid ingrijpt dat het foutsignaal tot nul wordt gereduceerd, zodat de uitgangsgrootheid de ingangsgrootheid dupliceert.

Dit is een ideaal dat in de praktijk evenwel slechts bij benadering wordt bereikt.

In statische en in dynamische toestand van het systeem blijft een fout bestaan. Behalve de grotte hiervan wenst de ontwerper van een dergelijk apparaat te kennen de reactiesnelheid van het apparaat op variaties in commando en (of) belasting, alsmede de neiging tot oscilleren van het systeem.

Kent men nu de differentiaalvergelijkingen welke het gedrag van de onderdelen, waaruit het is opgebouwd, bepalen dan is in principe de mogelijkheid aanwezig het gedrag van het gesloten regelcircuit te voorspellen onder alle mogelijke omstandigheden. Mathematische moeilijkheden doen zich hierbij evenwel voor daar het merendeel dezer systemen beschreven wordt door differentiaalvergelijkingen van hogere orde. Kent men bovendien de vergelijkingen van bepaalde onderdelen van een circuit niet omdat een inzicht in het mechanisme ontbreekt (dit is zeker het geval bij het regelen van chemische processen en zelfs nog voor het op het eerste gezicht eenvoudige geval van een fysisch mengproces) dan wordt de analyse van een regelcircuit dat een dergelijk element bevat onuitvoerbaar.

Zelfs indien men van alle elementen de differentiaalvergelijking kent, is de berekening van een regelcircuit uiterst moeilijk, wanneer deze zuiver analytisch geschiedt.

Zeer verhelderend voor het inzicht bleek nu de voorstelling van een regelcircuit door middel van blokschemas en het ontwerpen met behulp van grafische methoden.

In deze blokschemas wordt elk element weergegeven door een blok (symbolisch). De "inhoud" van een dergelijk blok bepaalt nu op welke wijze een aan dat blok toegevoerd ingangssignaal omgezet wordt in het door het blok geleverde uitgangssignaal.

Kan het gedrag van het element nu beschreven worden door middel van een lineaire differentiaalvergelijking, dan kan men het desbetreffende blok karakteriseren met behulp van een z.g. overdrachtsfunctie. Deze term zal nader worden toegelicht.

Voeren we aan de ingang van een blok een met de tijd veranderende grootte $\phi_i(t)$ toe, dan wordt in het algemeen het verband tussen de uitgangsgrootte ϕ_o en ϕ_i weergegeven door de volgende differentiaalvergelijking:

$$A_n \frac{d^n \phi_o}{dt^n} + A_{n-1} \frac{d^{n-1} \phi_o}{dt^{n-1}} + \dots + A_0 \phi_o = B_n \frac{d^n \phi_i}{dt^n} + \dots + B_0 \phi_i$$

Nemen we nu van alle termen de Laplace transformatie met de Laplace variabele s , dan krijgen we:

$$(A_n s^n + A_{n-1} s^{n-1} + \dots + A_0) \phi_o(s) = (B_n s^m + \dots + B_0) \phi_i(s)$$

+ termen der begincondities op tijdstip $t=0$

$\phi_i(s)$ en $\phi_o(s)$ zijn hierin de Laplace transformaties van de functies $\phi_i(t)$ en $\phi_o(t)$.

Wanneer de begincondities nul zijn geldt:

$$\phi_o(s)/\phi_i(s) = \frac{B_m s^m + B_{m-1} s^{m-1} + \dots + B_0}{A_n s^n + A_{n-1} s^{n-1} + \dots + A_0} = KG(s)$$

De functie $KG(s)$ noemt men nu de overdrachtsfunctie van het element of blok en deze karakteriseert het systeem geheel binnen de grenzen van geldigheid van de lineaire differentiaal vergelijking waardoor het systeem beschreven kan worden. Strict genomen zijn de meeste fysische verschijnselen niet-lineair, maar zolang deze niet-lineariteit niet essentieel maar progressief is, kan meestal, afhankelijk van de eisen die men stelt, een benadering worden gevonden op basis van een lineair gedrag.

De overdrachtsfuncties welke in het algemeen door $KG(s)$ worden voorgesteld ontleen hun waarde nu aan het feit dat het algebraïsche functies in s zijn, hetgeen het werken ermee zeer vergemakkelijkt.

Verder kan de overdrachtsfunctie, wanneer van een element geen differentiaalvergelijking bekend is, in grafische vorm bepaald worden. In een later gedeelte zal worden besproken hoe getracht is de overdrachtsfunctie, aangevende de betrekking tussen pH en koolzuur dosering, bij de carbonatatie van $Ca(OH)_2$ te meten. De overdrachtsfunctie van een cascade-schakeling van elementen welke elkaar niet wederzijds beïnvloeden is gelijk aan het product van de individuele overdrachtsfuncties der elementen, zodat een cascade-schakeling weergegeven kan worden door één equivalent blok.

Evenzo kunnen parallel-schakelingen teruggebracht worden tot eenvoudiger equivalenten. (Zie (2) en (3)).

Aangezien de overdrachtsfunctie $KG(s)$ een systeem geheel karakteriseert, zal men dus gegevens van dit systeem kunnen verkrijgen wanneer men dit systeem exciteert met een signaal $\phi_i(t)$ en de responsie $\phi_o(t)$ meet. Hoewel het er in principe niet toe doet van welke aard $\phi_i(t)$ is worden in de praktijk slechts twee typen van ingangssignalen gebruikt, nl. sinusvormige signalen

$\phi_i = \phi_{i \max} \sin \omega t$, bv gesuperponeerd op constante waarde en

sprongfuncties(stepfuncties): $\phi_{i_{t=0}} = 0$; $\phi_{i_{t=0+}} = a$

In het onderstaande zullen de responsies op deze signalen en de merites van beide worden besproken.

Sinusvormige ingangssignalen.

Voeren we aan een lineair element een ingangssignaal toe van de vorm:

$$\phi_i = \phi_{i_{\max}} \sin \omega t ,$$

dan is na het uitsterven van de inschakelverschijnselen (transients) het uitgangssignaal van de vorm:

$$\phi_o = \phi_{o_{\max}} \sin(\omega t + \varphi)$$

Bij sinusvormig veranderlijke grootheden is het mogelijk de differentiaal vergelijking van een lineair element te transformeren tot een algebraïsche uitdrukking in $j\omega$ i.p.v. t , door aan deze grootheden een complex getal toe te voegen dat de amplitudo en phase van de sinus representeert. Aangezien differentieren van een sinusvormig m et de tijd veranderlijke grootheid overeenkomt met een vermenigvuldigen van de toegevoegde complexe grootheid met $j\omega$, levert de oorspronkelijke differentiaalvergelijking een verband tussen $\phi_o(j\omega)$ en $\phi_i(j\omega)$, van de volgende vorm:

$$\phi_o(j\omega) = \phi_i(j\omega) \cdot KG(j\omega)$$

$\phi_o(j\omega)$ en $\phi_i(j\omega)$ stellen voor de aan de sinusvormig veranderlijke grootheden ϕ_i en ϕ_o toegevoegde complexe grootheden. K is een constante, terwijl G een van ω afhankelijke factor van $KG(j\omega)$ voorstelt.

$KG(j\omega)$ sluit in zich de phase-verschuiving φ en de amplitudo verhouding van beide sinusvormig veranderlijke grootheden.

Men kan aantonen dat $KG(j\omega)$ identiek is met $KG(s)$, welke in het voorgaande overdrachtsfunctie genoemd werd, mits men s door $j\omega$ vervangt.

Kent men $KG(jw)$ analytisch dan kan men de phase φ en de de amplitudoverhouding $\varphi_{0_{\max}} / \varphi_{i_{\max}}$ als functie van w uitzetten.

Men kan dit doen in een polair diagram, waar men $\varphi_{i_{\max}}$ als eenheid neemt, en de meetkundige plaats van de uiteinden van de vectoren $\varphi_{0_{\max}}$ tekent, waarvan ligging en gedaante het betrokken element weer volkomen karakteriseren

Naast de voorstelling van $KG(jw)$ als polair diagram wordt ook veel gebruik gemaakt van diagrammen waarin men $20^{10} \log \varphi_{0_{\max}} / \varphi_{i_{\max}}$ uitzet tegen $^{10} \log w$, het z.g. decibel-log w diagram. Dit laatste heeft het voordeel dat bij serieschakeling van blokken de overdrachtsfunctie van het aequivalente blok in het db-log w diagram verkregen wordt door optelling van de ordinaten der overdrachtsfuncties van de individuele blokken

Het voordeel van het toepassen van de sinusresponsie ligt nu in het feit dat men het dynamisch gedrag van een willekeurig fysisch systeem kan bepalen, zonder te vervallen in idealiseringen, die nodig zouden zijn om een model van het systeem te verkrijgen waaraan gerekend kan worden. Men bepaalt hiertoe grafisch de overdrachtsfunctie $KG(jw)$.

Bij het ontwerpen van servomechanismen wordt van deze techniek nu veelvuldig gebruik gemaakt; Van een gecompliceerd circuit van parallel en serieschakelingen van diverse elementen waarvan de overdrachtsfuncties grafisch of analytisch bekend zijn kan men nu grafisch met het db-log w diagram der delen, dat van het geheel bepalen en de prestaties hiervan voorspellen en snel nagaan in welke richting veranderingen moeten worden aangebracht om deze te verbeteren.

Voor het hanteren van deze techniek wordt verwezen naar (1). Behalve bij een temperatuurregelprobleem (4) is voor zover mij bekend de sinusresponsiemethode niet op chemische of fysische processen toegepast, voor het verkrijgen van een inzicht in de regelmogelijkheid hiervan.

Ter voorkoming van misverstand zij er nog op gewezen, dat het verband tussen ϕ_0 en ϕ_i van een blok, dat door $KG(j\omega)$ bepaald wordt, slechts geldig is voor één richting van het signaal door het blok.

Verder behoeft de aard van het uitgangssignaal niet van dezelfde soort te zijn als het ingangssignaal. Bij het te bespreken geval van de neutralisatie van kalk met koolzuur is het "blok" de reactor waarin het proces plaats vindt, terwijl het ingangssignaal uitgedrukt kan worden in cc/sec. van CO_2 en het uitgangssignaal een elektrische spanning is, of de pH van de reactiemassa aan de uitgang van de reactor. Om de amplitudo verhouding van uitgangsen ingangssignaal weer te geven is het aantrekkelijk het ingangssignaal uit te drukken in dezelfde eenheden als het uitgangssignaal. Dit is mogelijk als men de waarde van het uitgangssign. in de dynamische toestand opgeeft als fractie van de waarde in de statische toestand. In het aangehaalde voorbeeld kan men dan spreken van het introduceren van een "virtuele" sinusvormige pH.

Sprongfuncties als ingangssignaal.

De responsie op stepfuncties vervult bij de studie van servomechanismen slechts een ondergeschikte rol. De reden waarom de stepfunctieresponsie wordt gebruikt is dat verstoringen van dit soort dicht aansluiten bij de in de praktijk voorkomende variaties in commando. De stepfuncties zijn gemakkelijk aan een systeem toe te dienen en de responsie geeft in principe evenveel inlichtingen over het onderzochte systeem als de frequentieresponsie. Voor het ontwerpen van een regelcircuit zijn de verkregen inlichtingen evenwel niet in de vorm van een transferfunctie, zoals bij de sinusmethode. Hierdoor gaat het voordeel van het werken met "blokken" verloren. Deze vorm van ingangssignaal vervult dan ook bij de studie der servomechanismen een aanvullende rol.

Voor het afregelen van de bij technologische processen gebruikte regelaars wordt evenwel de responsie van het proces op een sprongfunctie vaak gebruikt.* (5), (6), (7) en (8). Uit de gedaante van de responsie stelt men dan op eenvoudige wijze vast wat de gunstigste combinatie van proportionele, integrerende en differentierende regeling is. Volgens Rutherford ((4)p.25) is het zeer moeilijk uit de stepfunctieresponsie de gewenste instellingen nauwkeurig genoeg te berekenen, terwijl vaak door allerlei storende invloeden de werkelijke responsie aanzienlijk gemaskeerd wordt. Rutherford verklaart dat het nut van deze methode in de praktijk zeer beperkt is gebleken.

Uit het voorgaande is wel gebleken dat de frequentie-responsie meting de voorkeur verdient boven de sprongfunctie methode. Een bezwaar voor het toepassen van de eerste is evenwel dat sinusvormige signalen niet eenvoudig te realiseren zijn. Standaard instrumenten hiervoor zijn er niet. Elk te onderzoeken systeem eist een aparte wijze van werken. Het is opvallend dat de frequentieresponsie techniek, met uitzondering van Rutherford (4), nog niet voor technologische processen schijnt te zijn toegepast. Vermoedelijk is dit te wijten enerzijds aan het feit dat men niet met de recente vorderingen op het gebied der servomechanismen bekend was, anderzijds omdat deze processen zich lastiger lenen hiertoe dan elektrische of mechanische systemen.

Het is mogelijk de frequentie responsie van een systeem te benaderen uit de stepfunctieresponsie((1)p.322), Dit is omslachtig en zeker niet bevorderlijk voor de nauwkeurigheid,

Het is wel mogelijk de gevoeligheid van de responsie meting op te voeren, maar dan kunnen de metingen vertroebeld worden tengevolge van zg. "noise" of "ruis".

Experimenteel gedeelte I

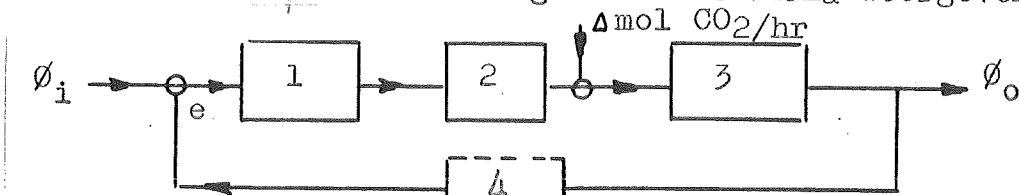
A) Toepassing van de frequentie-responsiemethode op een proces, waarbij $\text{Ca}(\text{OH})_2$ met CO_2 wordt geneutraliseerd.

Het carbonateren van kalk bevattende suikersappen wordt in de suikerindustrie toegepast. Hierbij wenst men om redenen, waarop hier niet zal worden ingegaan, een bepaalde pH te handhaven. Een continue carbonatatie wordt nog weinig toegepast. Neutralisatie in batch met handbediening van de CO_2 toevoer kan evenwel ook nog moeilijkheden veroorzaken door plaatselijke overdosering, waardoor inversie optreedt, gepaard gaande met een suikerverlies. Het ligt niet in de bedoeling hierop verder in te gaan. Deze problemen zijn slechts terloops aangestipt omdat wij bij de keuze van een chemisch proces dat wij met behulp van de frequentie responsiemethode wilden onderzoeken het oog hebben laten vallen op de carbonatatie van kalk, omdat dit tenminste een proces is, waarbij een eventuele regeling praktische waarde zou hebben, en waarbij de responsiemetingen van de pH t.o.v. de CO_2 dosering waardevolle inlichtingen ten aanzien van die regeling zou kunnen verstrekken. De regeling van dit proces was evenwel niet het primaire doel. Het te verrichten onderzoek had een meer academische doelstelling, welke misschien het best als volgt omschreven kan worden: "Gezien de vruchten welke de sinusresponsie afgeworpen heeft bij het onderzoek van fysische systemen in het algemeen, wensen wij deze wijze van onderzoek nu ook toe te passen op een chemisch proces, waarbij, behalve het directe nut dat dit kan hebben voor regelproblemen, de verkregen resultaten mogelijk een wijdere strekking kunnen hebben" Dit laatste moge vaag klinken, dit is evenwel in het huidige stadium onvermijdelijk, wanneer men bedenkt dat een dergelijke toepassing van de sinusresponsie geheel nieuw is.

De opzet van het onderzoek.

We stellen ons op het standpunt een proces te hebben waarbij een continue stroom van een oplossing van $\text{Ca}(\text{OH})_2$ in een reactor behandeld moet worden met CO_2 gas, teneinde de pH aan de uitstroomzijde van de reactor op een zekere waarde in te stellen. De pH wordt electrometrisch bepaald en kan dus in mV worden aangegeven.

Wij wensen hiervoor te gebruiken een pH regelininstallatie en kunnen deze door het volgende blokschema weergeven:



In het gestippelde blok --- komen indien nodig de dynamische eigenschappen van de pH meter

Hierin stellen ϕ_i en ϕ_o resp. voor de in mV vertolkte pH regelwaarde en de waarde van de pH in mV aan de uitgang van de reactor. Het spanningsverschil $e = \phi_i - \phi_o$ wordt nu toegevoerd aan een blok 1, dat voorstelt een combinatie van versterker en servo-motor, en resulteert b.v. in een lineaire verplaatsing aan de uitgang van het blok. Deze lineaire verplaatsing wordt toegevoerd aan blok 2, dat de dynamische eigenschappen van de CO_2 regelklep representeert en resulteert aan de uitgang in een signaal dat uitgedrukt kan worden in mol CO_2/uur .

(De toevoer van CO_2 aan de regelklep is niet getekend. Dit is ook niet noodzakelijk, omdat deze eigenlijk dezelfde rol vervult als de energie welke aan de versterker 1 is toegevoerd, welke eveneens stilzwijgend is verduisterd. Dit is toelaatbaar wanneer de belasting van de voedingsbron niet zodanig is dat de spanning hiervan daalt.)

Het signaal: mol CO_2/uur wordt vervolgens toegevoerd aan de reactor, blok 3, en resulteert in ϕ_o .

Drie punten moeten nu nog opgehelderd worden, en wel:

- 1) Wat zijn de storingen, waarop het regelmechanisme compenserend moet werken?
- 2) Op welk punt moet het storingssignaal in het circuit gesommeerd worden?

3) Moeten de dynamische eigenschappen van de glaselectrode, waarmee de pH wordt gemeten, in het blok 3 worden opgenomen?

Het antwoord op deze vragen luidt als volgt:

ad 1)

De storingen(of in servo-terminologie:de belasting) vatten we op als veranderingen in de samenstelling van de te behandelen oplossing. (Zouden storingen veroorzaakt worden alleen door variaties in de stroomsnelheid van de kalkoplossing, dan zou volstaan kunnen worden met z.g."ratio-control" op kalk en CO_2 toevoer).

ad 2)

De beantwoording van deze vraag is niet zo eenvoudig als bij servomechanismen. Een belastend koppel kan men daar direct sommeren op een plaats in het circuit waar eveneens een koppel tevoorschijn komt.

Waar de bijregeling geschiedt door variatie van de CO_2 mol/hr is het gewenst de belasting uit te drukken in aequivalente molen CO_2/hr , of beter als Δ mol/hr, waarmee bedoeld wordt de afwijking van de stationnaire toestand. Het is nu duidelijk waar de sommatie van de verstoring moet plaats vinden. Zie fig.

ad 3)

De glaselectrode moet een onderdeel vormen van het proces en in blok 4 opgenomen worden. De overdrachtsfunctie van een glaselectrode kan zeker niet door een van de frequentie/onafhankelijke factor K worden weergegeven. Perley (9) heeft de hysteresis van glaselectroden onderzocht en komt tot de conclusie dat deze sterk van de omstandigheden afhangt.(zie bijlage). Bovendien kan de overdrachtsfunctie van een glaselectrode niet afzonderlijk worden bepaald, omdat men weliswaar deze kan onderwerpen aan een pH sinus, maar de laatste slechts door middel van een andere electrode kan meten. Tenslotte zou het ook weinig zin hebben.

Bijlage

Opmerking.

Op p.11 werd naar aanleiding van een analogie met servo-mechanismen nagegaan op welke plaats van het pH regelcircuit op p. 10 storingen in de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ concentratie zouden moeten worden gesommeerd.

De situatie is echter niet zo eenvoudig als op p.11 is uiteengezet.

Bij servomechanismen werken het belastende koppel en het corrigerende koppel in de regel op één zelfde onderdeel van een element b.v. op eenas.

Variaties in belastend koppel of corrigerend koppel worden dan op gelijke wijze door het element overgedragen.

Bij de reactor waarin het pH responsie onderzoek werd uitgevoerd treedt nu een complicatie op.

De vraag rijst nl. of de reactor zonder meer door één blok kan worden voorgesteld.

Een blok, in de betekenis welke wij daaraan hechten, heeft slechts één zg."input-member" en één "output-member" (welke termen gebruikt worden bij gebrek aan een Nederlands equivalent begrip). Over het outputmember in ons geval behoeft geen twijfel te bestaan, dit is de glaselectrode.

Kijken we nu naar de verstoringen tengevolge van kalkconcentratie variaties, dan grijpen die aan op de invoer van de reactor, want we kunnen ons voorstellen dat de plaats van invoer in de reactor op het proces invloed heeft. (we kunnen in dit verband b.v. aan de zg"kortsluiting" denken.)

Kijken we naar de correctie door middel van de koolzuurdosering dan moet opgemerkt worden dat deze aangrijpt in de nabijheid van de gas-invoer pijp binnen de reactor. Storing en correctie zouden dus aangrijpen op verschillende "inputmembers".

Zelfs indien de sommatie op een punt in het circuit zou mogen geschieden, kan men twijfelen aan de opvatting als zouden verstoringen in de kalk concentratie en de correctie met " CO_2 signalen" als "gelijkwaardige" grootheden kunnen

worden beschouwd. Op p.11 is het argument naar voren gebracht dat beide zouden kunnen worden uitgedrukt in $\Delta \text{mol CO}_2 / \text{tijdseenheid}$, waarmee bedoeld werd de afwijking t.o.v. een stationnaire waarde. Op het eerste gezicht is hier niets tegen in te brengen, omdat men kan spreken van een aequivalentie van een aantal molen Ca(OH)_2 met een aantal molen CO_2 omdat beide de toestand in het reactievat, in dit geval de pH, met gebruik maken van dit begrip op gelijke wijze beïnvloeden. Men mag dit nu feitelijk slechts beweren voor de stationnaire toestand, wanneer er evenwicht is ingetreden. Het is zeer goed denkbaar dat het dynamisch effect van een verandering in het "kalksignaal" op de pH een andere zal zijn dan het dynamisch effect van een variatie in het "koolzuursignaal", omdat voor het overdragen van het koolzuursignaal tot het pH signaal diffusie een rol speelt. Nu kan men op het eerste gezicht deze moeilijkheid omzeilen door niet het koolzuursignaal rechtstreeks met het kalksignaal te sommeren, maar door voorschakelen van een ander blok dat de overdrachtsfunctie van het koolzuursignaal tot het aequivalente kalksignaal representeert. Dit is echter slechts een schijnoplossing omdat dit blok noodzakelijk deel uitmaakt van de reactor.

Deze min of meer abstracte beschouwing is gegeven om de aandacht te vestigen op het feit hoe moeilijk het is technologische regelproblemen onder hetzelfde gezichtspunt te brengen als servo problemen of mechanische regelproblemen.

Het doel is nu: het bepalen van de overdrachtsfunctie van het blok 3.

Dit kan geschieden door bij een constante volumestroom Ca(OH)_2 van constante concentratie, de constante CO_2 -stroom een sinusvormige rimpel te geven, en de verzwakking van de pH, alsmede de phaseverschuiving t.o.v de dosering te meten, bij een aantal frequenties. Hiertoe wordt gebruik gemaakt van het begrip "virtueel ingangssignaal", zoals dit op blz.7 is uiteengezet.

De overdrachtsfunctie zal behalve van het type reactor, de wijze van verdeling van gas in de vloeistof, de stroomsnelheid van de vloeistof, enz., afhangen van de pH van de uitstromende vloeistof, in verband met de a-lineariteit van de titratiekromme. De overdrachtsfunctie kan slechts bepaald worden bij signalen van kleine amplitudo, zodanig dat de titratiekromme in de omgeving van het werkpunt als recht beschouwd kan worden.

Bepaalde eisen betreffende keuze van werkpunt op pH curve, nauwkeurigheid van de metingen waren er niet. Experimenten zullen moeten aantonen wat de mogelijkheden zijn.

Apparatuur.

Besloten werd ca. 100 Liter verzadigde Ca(OH)_2 oplossing per uur te verwerken. Voor het opslaan van de voorraad was beschikbaar een roertank van ca 800 L inhoud.

De keuze van een geschikte reactor was niet eenvoudig. Enerzijds hebben we hierbij het probleem het CO_2 zo goed mogelijk in aanraking te brengen met het Ca(OH)_2 . De weerstand tegen stofoverdracht ligt vermoedelijk geheel in de gasfilm. Aanvankelijk werd gedacht aan de mogelijkheid het gas in te voeren door een Carbocell poreuze filterplaat. Dit materiaal was niet op korte termijn leverbaar. Besloten werd het gas in de vloeistof te dispergeren door het in te voeren onder de zuigopening van een turbine-roerder.

Verder spelen de volgende overwegingen nog een rol: Neemt men een zg. "buis-reactor" waarin de vloeistof zich in turbulente stroming beweegt, dan zal, zoals in een later gedeelte nog zal worden aangetoond, de

verblijftijd uniform zijn. Dit is gunstig vanuit het oogpunt van het verkrijgen van een grote omzetting, evenwel nadelig t.o.v. een eventuele regeling, omdat storingen aan de ingang, zich pas na een tijdsverloop gelijk aan de nominale verblijftijd aan de uitgang kenbaar maken. Neemt men daarentegen een uit één compartiment bestaande reactor waarin een goede menging heerst, dan is de omzetting ongunstig, storingen zijn evenwel direct aan de uitgang merkbaar. Men moet hier een compromis zoeken. Chaplin (10) bespreekt talrijke voorbeelden uit de praktijk van deze overwegingen bij pH regelproblemen.

Besloten werd een reactor te construeren, bestaande uit een cilindrisch vat, onderverdeeld in drie gelijke compartimenten, in elk waarvan zich bevinden: een turbine roerder, 4 keerschotten, een gastoevoerbuissje onder de zuigopening van de roerder, 2 pijpjes voor de bevestiging van pH meetelektroden, en één pijpje voor de afvoer van de behandelde oplossing. De toevoer van de te behandelen vloeistof geschiedt centraal aan de onderzijde. De roerder wordt aangedreven door een 1/30 PK serie-motor, regelbaar met een schuifweerstand tot ca 2000 omw/min. Een gedetailleerde tekening, met afmetingen is bijgevoegd.

Hiermee is een grote flexibiliteit verkregen. Men kan één, twee of drie compartimenten in serie gebruiken. De nominale verblijftijd kan men hieraan aanpassen. De gevolgen van gas-dosering op de verschillende etages kan worden nagegaan. Het toerental kan worden gewijzigd.

Voor de pH-meting stond ter beschikking een aanwijzend instrument, fabrikaat Electrofact, type 6B1. Gebruikt werd een Beckman Glaselectrode No 4990, Boven de Electrofact glaselectrode 6B2 had deze de volgende voordelen: 1) Volledige afscherming van elektrode tot aan het membraan, met inbegrip van het aansluitsnoer en plug. 2) Kan in ongeïsoleerde houder worden bevestigd.

3) Bevatte, in tegenstelling tot de Electrofact electrode, een gebufferde binnenvulling, met dientengevolge een constanter asymmetrie-potentiaal. 4) Vrij van "steeleffect". Hieronder wordt verstaan de miswijzing die kan ontstaan, doordat de steel van de glaselectrode ook, zij het ook in mindere mate dan het membraan, bijdraagt tot de vorming van een potentiaalverschil tussen binnen en buitenvloeistof, indien deze slechts door de steelwand van elkaar zijn gescheiden. 4) Robuster constructie.

De pH-potentiaal krommen van beide elektroden zijn t.o.v. elkaar verschoven tengevolge van verschil in afleidings-electrode en/of vulling. De Beckman electrode wees op de Electrofact meter over het gehele schaalbereik 4.0 ± 0.3 pH eenheden te laag aan. Het was mogelijk dit te corrigeren met de instellingspotentiometers. De EMK van het calomel-glaselectrode systeem zijn voor de Electrofact en Beckman electrode in de volgende grafiek weergegeven. Het blijkt hieruit dat het rooster van de ingangstriode van de pH-meter bij gebruik van de Beckmann electrode steeds een ca 0.24 Volt hogere potentiaal heeft dan bij het gebruik van de Electrofact electrode. Dit zou kunnen leiden tot het optreden van roosterstroom, maar dan alleen beneden 4 pH, aannemende dat het apparaat voor het gebruik van de oorspronkelijke elektroden juist gedimensioneerd is. Na de gewijzigde instelling werd de pH meter met de Beckmann electrode vergeleken met een Beckmann meter met dezelfde electrode op buffers 8.0 , 10.0 , 11.0 en 9.0. Beide meters stemden binnen 0.05 pH met elkaar overeen. De overeenstemming met de genoemde buffers was eveneens beter dan 0.05 pH, behalve bij de buffer pH=11.0 waar beide meters tengevolge van de Na'fout 10.83 pH aanwezen. Voor de aansluiting van de Beckmann elektroden is een aansluitkastje vervaardigd voor inklemming van de pluggen. De contacten zijn bevestigd op polystyreen isolatie terwijl voor de verbinding van het aansluitkastje met de meter gebruik is gemaakt van polystyreensnoer met metalen afscherming.

De isolatieweerstand van de aansluitkast en verbindingsdraad met de meter kan worden getest, door tijdens een meting de plug van de glaselectrode los te maken. Hierbij moet de uitslag van de meter binnen ca 10 seconden niet veranderen. Hierbij heeft men tevens een indicatie op te grote roosterstroom.

De isolatieweerstand bleek ruim voldoende.

Voor de registratie van de pH is gebruik gemaakt van een Brown-Elektronik potentiometer met automatische compensatie. Het meetbereik bedroeg 0-10 mV, de schaallengte 28 cm, looptijd voor volle schaal 4.5 sec., papiersnelheid 5 cm/min., aanspreekgevoeligheid 3 microvolt, ingangsimpedantie 300 Ohm. In serie met het meetinstrument op de pH meter is een pot. meter van 50 Ohm opgenomen. Bij max. uitslag van de meter overeenkomende met 14 pH bedroeg het stroomverbruik 0.2 mA, zodat een spanningsval van 10 mV ter beschikking was voor de recorder. De verbinding tussen recorder en pH meter werd uitgevoerd in afgeschermd kabel.

De kalkoplossing werd gemaakt in een roertank van ca. 800 L geplaatst op het bovenste bordes, en stroomde via een membraanafsluiter en rotameter naar de reactor.

Het CO₂ werd betrokken uit een bombe met reductieventiel. Op het bedieningspaneel (zie foto) is voor elk van de drie gaspijpjes van de reactor een naald-afsluiter aanwezig voor het regelen van de gastoevoer naar iedere etage. Na deze afsluiters kan de CO₂ stroom worden gemeten met capillair-stromingsmeterthjes, aan het uiteinde waarvan de druk gemeten wordt door middel van een U-buis kwikmanometer.

Vervolgens gaat het CO₂ door een glazen terugslagventiel naar de reactor. Tevens was een extra capillair-CO₂ meter aangebracht voor meting van het uit de reactor komende, onomgezet gas. Na het verlaten van de reactor gaat de vloeistof naar een vloeistofafscheider, waar het niet gereageerd hebbende gas vrijkomt. (Zie bijgevoegd schema).

Verrichte werkzaamheden

Storing in de pH-meter:

Bij het meten van de pH in de geaarde koperen reactor bleek de wijzer van de meter steeds links van de schaal te gaan. De oorzaak hiervan werd bestudeerd. Opgemerkt werd dat dñt effect niet optrad wanneer gemeten werd in een niet-geaard glazen meetvat, of omgekeerd wanneer de aardverbinding van het chassis werd opgeheven. Het was evenwel niet mogelijk het chassis betrouwbaar t.o.v. aarde te isoleren, zodat getracht werd gelijktijdige aarding van meter én elektroden mogelijk te maken, hetgeen volgens de gebruiksaanwijzing ook inderdaad mogelijk moest zijn. Onderzoek toonde aan dat tussen chassis en aansluiting van de calomelelectrode een spanning van 70 Volt bestond, gemeten met een buisvoltmeter. Hierbij was het chassis positief. Deze spanning kwam parallel te staan met de calomelelectrode en bleek verantwoordelijk te kunnen zijn voor de richting van de abnormale uitslag. Daar de spanning werd geconstateerd onmiddellijk na het inschakelen, nog vóór het warmlopen der buizen, bestond het vermoeden op een defect in het voedingsgedeelte. Het bleek noodzakelijk een schema van het apparaat op te stellen (zie bijlage). Tenslotte viel de verdenking op de spanningsverdubbelingscondensatoren van de Graetz gelijkrichter. Deze werden alle beproefd op isolatieweerstand tussen de elektroden onderling en tussen elektroden en omhulsel, welke van de orde van 200 Megohm bleek te zijn en duð ruim voldoende. In aanmerking nemende dat electrolytische condensatoren zich onder bedrijfsomstandigheden anders kunnen gedragen werden deze geïsoleerd door middel van een pertinax ring t.o.v. het chassis opgesteld. Het genoemde spanningverschil bleek nu afwezig te zijn, terwijl de aanwijzing weer normaal was.

Achteraf bleek uit een onderhoud met een vertegenwoordiger

van "Electrofact" dat het genoemde euvel zich vaker voordoeft en dat de tegenwoordige meters alle hiertegen beveiligd worden door de spannings-verdubbelings-electrolyt doormiddel van een isolatie-ring van het chassis te scheiden.

Op dit probleem is de aandacht gevestigd, omdat men indien dit defect aanwezig is, ook bij meten in "niet-geaarde" vaten hiervan hinder kan ondervinden. De isolatie tussen een bekerglas en aarde is nooit ideaal(vocht!), zodat men een te lage aanwijzing kan vinden; de oorzaak vindt men dan echter niet zo eenvoudig omdat de abnormale wijze van uitslag, tengevolge van de half-geleidende aardverbinding, zich nu niet in een dergelijke omvang zal manifesteren, en men geneigd is naar andere oorzaken te zoeken.

Overigens zij er in dit verband op gewezen dat het voor het meten in een geaard meetvat noodzakelijk is dat het elektrische systeem gescheiden is van het chassis, dat met het oog op statische afscherming geaard behoort te zijn. Zo niet dan zal de calomel-electrode stroom kunnen leveren in de kring: pool cal.electrode-chassis-aarde-meetvloeistof-electrode vulvloeistof. Met het oog daarop is het aan te bevelen een meetinstrument te gebruiken waarin het elektrische systeem is gemonteerd op een frame, dat afzonderlijk binnen de afschermkast is geplaatst, en hiervan door polystyreen isolatoren is gescheiden. De isolatie is hierbij veel overzichtelijker en daardoor betrouwbaarder dan wanneer de potentiometers, schakelaars, enz, ieder voor zich geïsoleerd t.o.v. het chassis zijn opgesteld, te meer waar deze standaard onderdelen in de regel niet uit een hoogwaardig isolatiemateriaal als polystyreen zijn vervaardigd.

Beïnvloeding van de pH-meting door electrolyse verschijnselen.

Aanvankelijk lag het in de bedoeling in de daarvoor bestemde pijpjes op iedere etage één glaselectrode te steken, om zodoende een beeld te krijgen van de voortschrijding van de reactie in de opeenvolgende etages van de reactor.

Bij het aanzetten van de roerder werd geconstateerd dat de pH aanwijzing 1 tot 3 eenheden daalde t.o.v. de meting bij stilstaande roerder.

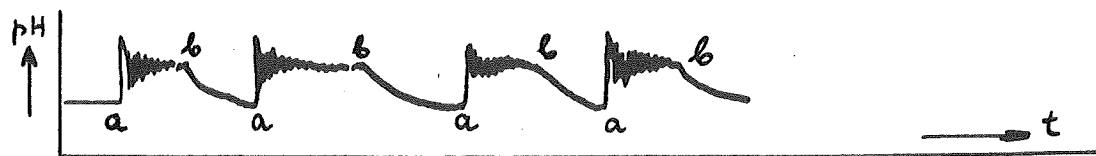
Een monster van de reactorinhoud bleek bij meting in een bekerglaasje, op een geijkte Beckmann pH meter pH 8.0 te bezitten.

Meting in de reactor bij draaiende roerder (ca 2000 omw/min) leverde voor dezelfde vloeistof pH 7.0 op, gemeten met zowel Beckmann als Electrofact meter.

Bij stilstaande roerder waren de waarden op beide meters pH 7.5

Deze waarnemingen zijn gedaan bij een vulling van de reactor met leidingwater, en stroomsnelheid = 0.

Storingen van de aard van de op de vorige bladzijden besproken waren niet verantwoordelijk voor het feit dat de bij stilstaande roerder in de reactor gemeten waarden verschilden van de in een bekerglas gemeten waarden omdat de Beckmann batterij meter, waarbij uit de aard der zaak deze complicaties zich niet konden voordoen hetzelfde resultaat gaf als de Electrofact meter. In de volgende figuur zijn kwalitatief weergegeven de invloeden van uit-en aanschakelen van de roermotor.



Dit is een reproductie van een recorderopname: De punten a geven aan het tijdstip waarop de motor werd ingeschakeld. De punten b geven aan het uitschakelen van de motor. De aan-en uitlooptijd van de motor zijn verwaarloosbaar. Deze bedragen hoogstens enkele seconden.

Hierin vallen de sterke oscillaties, ter waarde van ca 0.8 pH, op, optredend onmiddellijk na het inschakelen. Een verklaring is hiervan niet gevonden. Na ruim 12 sec. sterven deze sterke oscillaties vrij plotseling uit en gaan over in oscillaties van ca 0.4 pH. Na het uitschakelen zijn geen oscillaties meer waar te nemen en stijgen de waarden weer zeer langzaam.

Invloed van vonken van de motor was onwaarschijnlijk omdat de glaselectrode leiding deugdelijk was afgeschermd. Ten overvloede werd nog parallel aan de borstels een speciale ontstorings-condensator aangebracht, zonder resultaat. Voor de opvallend sterke oscillaties direct na het inschakelen is geen verklaring gevonden, en bij latere proeven, onder dezelfde omstandigheden zijn deze niet meer waargenomen om overigens onbekende redenen.

Wat betreft het geleidelijke stijgen van de aflezing na uitschakelen, zouden we dit kunnen toeschrijven aan het feit dat tengevolge van de oplosbaarheid van alkali uit het glas, een stationnaire film ter plaatse van het electrode membraan ontstaat, met een hogere pH dan in de hoofdmassa van de vloeistof, welke ongebufferd was. Met een bufferoplossing zouden we dit niet meer mogen verwachten indien de veronderstelling juist was.

Met een Na-acetaat/azijnzuur buffer werden kwalitatief de zelfde resultaten verkregen. Wat betreft de oscillaties tijdens het roeren werd gedacht aan de mogelijkheid dat bij snel-draaiende roerder de electrode gedeeltelijk door gasbelletjes zou worden bedekt, waardoor een slecht contact met de vloeistof zou ontstaan. Bij een toerental van ca 1 omw/sec werd evenwel geen verbetering geconstateerd.

Bij nader inzien zou electrolyse in de reactor verantwoordelijk kunnen zijn. Deze is uit verschillende materialen vervaardigd. Het cilindrische lichaam, evenals de bladen van de rotor uit rood-koper, de pijpjes, de flens, het deksel en de naaf van de rotot uit messing, en de as uit staal. Men zou nu kunnen verwachten dat tussen glas-

electrode en calomelelectrode stroomlijnen zouden lopen tengevolge van electrolyse, waarbij het Ohmse spanningsverval een bijdrage zou leveren tot de waarde van de pH aangewezen door het instrument. De vorm van de stroomlijnen zouden kunnen variëren door roeren en daarmee het Ohmse spanningsverval.

Om nu de invloed van de pH uit te schakelen, werden twee calomelelectroden gebruikt, waarvan één ter vervanging van de glas-electrode. Ook nu bleek de aanwijzing afhankelijk te zijn van al of niet roeren. Oscillaties van 1 "pH" werden waargenomen.

Dit feit gaf sterke steun aan de opvatting dat electrolyse, bij de abnormale verschijnselen, zo niet de hoofdrol, dan toch wel een belangrijke rol speelde.

(Bij nadere overweging zou men ook de invloed van "stromings-potentialen" in overweging kunnen nemen. Kratz(11), p.160 noemt stromingspotentialen als mogelijke bron van storingen in de pH meting in bewegende vloeistoffen, speciaal in verband met de glaselectrode, deelt evenwel mede dat hiervan niets positiefs te zeggen valt. Boeke(12), wijst erop (pag.28) dat "moeilijkheden van stromingspotentialen in electrolyt-arme vloeistoffen denkbaar zijn, doch dat de continue pH meettechniek slechts sinds 1945 in opkomst is".)

De mogelijkheid van electrolyse werd nader onderzocht:

De reactor werd gevuld met leidingwater. Met glaselectrode werd bij stilstaande roerder gemeten $pH = 3.6$.

Dezelfde vloeistof gaf bij meting in glazen vat $pH = 4.5$

Op de roerderas werd een potentiometerknop met wijzer gemonteerd, en deze werd langzaam met de hand rondgedraaid.

Het bleek nu dat bij één stand van de wijzer een minimum-aanwijzing werd verkregen, en bij verder draaien over 180° een maximum waarde. Deze standen bleken reproduceerbaar te zijn binnen naar schatting 10° . Het verschil tussen max. en minimum aanwijzing bedroeg ca. 0.6 pH.

Bij een gebufferde vloeistof werden ongeveer dezelfde resultaten bereikt.

Deze verschijnselen werden als volgt geïnterpreteerd: Doordat de stalen roeras, via het kogellager in het deksel, het deksel en de flens weer in verbinding staat met de koperen wand van de reactor, zou een stroomkring kunnen worden voltooid, waarvan de weerstand, behalve door roeren in de vloeistof, nog zou kunnen variëren door een capricieus contact in het kogellager. Men zou zich kunnen denken dat toevallig in één stand van de as veel smeervet verantwoordelijk is voor een goede isolatie, terwijl in een andere stand de isolatie veel slechter is.

Om deze hypothese te bevestigen werd het volgende experiment uitgevoerd:

De reactor werd geopend en de roeras met de turbinetjes werd geïsoleerd van de wand (door bevestiging in een laboratorium klem) in de pot gehangen, welke was gevuld met een buffer pH=8.6.

Wanneer men nu het statief met de roeras draaide, zodat de turbinetjes de wand raakten, daalde de aanwijzing tot 8.3 á 8,2 pH. De roerder werd verwijderd en in plaats hiervan werd een roodkoperen strip ingebracht, waarmee hetzelfde experiment werd uitgevoerd. Hierbij maakte het geen verschil in de aanwijzing van de pH meter of de strip al of niet met de wand van de reactor in aanraking was. Dit is in overeenstemming met de verwachtingen, daar deze wand eveneens van roodkoper is vervaardigd.

Een stripje Zn bleek daarentegen, overeenkomstig de verwachting een daling van de aanwijzing van de pH meter te geven van één tot meerdere pH eenheden, afhankelijk van de plaats van de strip tussen calomelelectrode en glaselectrode. Op grond van deze ervaringen werd besloten de reactor geheel electrolytisch te verkoperen. De in het voorgaande vermelde ervaringen kunnen misschien nuttig zijn voor het opsporen van storingen in overeenkomstige gevallen. Een systematisch onderzoek naar de

invloed van de verschillende variabelen op deze verschijnselen is niet gedaan. Dit viel ook buiten de eigenlijke strekking van het onderzoek. Verscheidene waarnemingen zijn niet verzameld, ten eerste omdat de waarde hiervan werd onderschat tijdens de experimenten, welke er in de eerste plaats op gericht waren de storingen in zo kort mogelijke tijd op te heffen, en in de tweede plaats omdat deze niet geclassificeerd konden worden omdat de variabelen hierin niet geïsoleerd voorkwamen.

Na het verkopen van de reactor waren de oscillaties in de waargenomen pH tijdens het roeren kleiner, nl van de orde van 0.25 pH, terwijl de aanzienlijke daling en stijging van de aflezing bij resp. aan- en uitschakelen van de motor verdwenen was. De geringe oscillaties zouden misschien kunnen worden toegeschreven aan een "stromingspotential", hoewel het laatste woord hierin nog niet is gesproken. Om verdere complicaties te vermijden, werd afgezien van het voornemen om de pH binnen de reactor te meten, en is een uitwendige glazen meetcel aangebracht, onmiddellijk aan de uitgang van de reactor.

Een gedeelte van de vloeistof stroomt nu direct door de meetcel, de rest stroomt naar de vloeistofafscheider, welke, zoals de figuur aangeeft, boven de reactor is geplaatst. Hierheen kan zich bovendien het overtollig CO_2 begeven.

Het onderzoek werd vertraagd door nog andere moeilijkheden van triviale aard, waaronder genoemd worden, het optreden van een "drift" in de Ca(OH)_2 stroomsnelheid, het plaatsen van een pneumatische "flow"-regelaar hiervoor en herhaaldelijke verstoppingen in de afvoer van de voorraadtank. Op het ogenblik is de voorraad tank op de grond geplaatst, terwijl de kalkoplossing nu met een schottenpomp, met max. capaciteit van 300 L/uur, naar de reactor wordt getransporteerd.

De sinusgenerator voor de CO₂ dosering.

Als eis werd gesteld dat de sinus-dosering zo flexibel mogelijk moest zijn, wat betreft amplitudo, gemiddelde levering en frequentie. Wat betreft het laatste werd vrij arbitrair als eis gesteld een bereik van enkele seconden tot enige minuten, b.v. 10 seconden tot 5 minuten.

In de eerste plaats werd gedacht aan de mogelijkheid een sinusvormige CO₂ druk te kunnen verkrijgen door middel van een met kwik gevuld maatglas, waarin een glazen buis, aan de onderkant open, en aan de bovenkant open verbonden met de CO₂ leiding naar de reactor, op en neer gehaald zou worden; De buis zou men sinusvormige op en neer kunnen halen door middel van een snaar, bevestigd aan een kruk, met regelbaar toerental ronddraaiend. Laat men door deze buis CO₂ in het kwik uitborrelen, dan zal de tegendruk, en daarmee de druk in de leiding sinusvormig met de tijd variëren. De resultaten hiermee waren onbevredigend, tengevolge van het feit dat de CO₂ met stoten uitstroomde. Dit idee werd verlaten.

In de tweede plaats is getracht een sinusvormig veranderlijke druk te verkrijgen door op het instelschrøefje van het reductieventiel van de CO₂ bombe, een snaarschijfje van ca 3 cm=Ø te bevestigen, waarover een staaldraad is gelegd, welke aan het ene einde is bevestigd aan een ronddraaiende kruk, met regelbare lengte, aan het andere eind door een gewicht is belast.(zie fig.)

Hiermee is het gelukt een responsie curve op te nemen. (zie bijlage). Het is evenwel niet gelukt dit resultaat te reproduceren.

De instelling op een bepaald pH werkpunt eiste een zeer subtiële instelling van de stelschroef.

Bovendien was dode gang aanwezig in de wormwielvertraging van de motor, terwijl bovendien het toerental varieerde doordat tijdens de heengaande slag de motor arbeid

verrichtte op het gewicht, en tijdens de teruggaande slag het gewicht arbeid verrichtte op de motor.

De constructie met snaar en kruk werd gekozen met het oog op de mogelijkheid op eenvoudige wijze de amplitudo te kunnen regelen door verandering van de kruk lengte. De pulley op het reduceerventiel kon indien nodig meerdere omwentelingen maken.

Tenslotte is nog gewerkt aan een butagasventiel i.p.v. het hoge druk reduceerventiel. Ook hiermee zijn geen resultaten bereikt.

Besloten werd de constructie van een speciaal voor dit doel gebouwde sinusgenerator af te wachten, waarmee het mogelijk zou zijn: sinusvormige verplaatsingen te verkrijgen van perioden in het gebied van 9 sec. tot 15 min., en met een regelbare amplitudo van 0-150 mm.

In samenwerking met een "zg.drukdoos" zouden dan sinusvormige drukveranderingen kunnen worden verkregen.

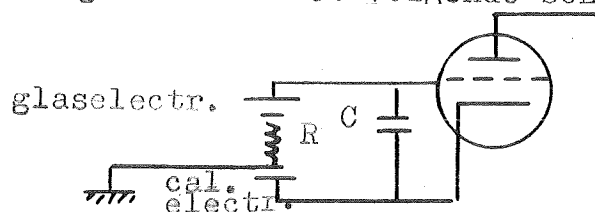
Gehoopt wordt op de hiermee verkregen resultaten in een aanvullend verslag in te kunnen gaan.

Bijlage

Over de responsie van de glas-electrode.

Ofschoon uit theoretische overwegingen niets te zeggen valt over de responsie van de glaselectrode voor zover het de verschijnselen aan het membraan betreft, is het wel mogelijk aan te geven hoe de responsie gedeeltelijk beïnvloed zal worden door de capaciteit in de kring waarop de electrode is aangesloten, in samenhang met de inwendige weerstand van de electrode.

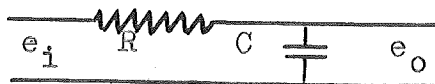
We kunnen de combinatie van glaselectrode en calomel-electrode, weergeven door het volgende schema:



Hierin stelt R voor: de inwendige weerstand van het glaselectrode membraan en C de in de kring aanwezige capaciteit. Deze capaciteit kan bestaan uit de capaciteit van de binnen-ader van de afgeschermd kabel t.o.v. de afscherming, uit de rooster-cathode capaciteit van de ingangs triode van de versterker.

Bij een sprong functie gewijze variatie van de pH, $\Delta \text{pH}=1$ waardoor de potentiaal van het electrodensysteem ca 59 mV verandert, zal de capaciteit zich moeten opladen over de weerstand R.

We kunnen de situatie weergeven in het volgende schema:



Hierin is e_i de potentiaal zoals die door het electrode proces wordt bepaald en e_o de potentiaal die aan het rooster van de triode komt.

De differentiaalvergelijking voor dit geval luidt:

$$\frac{e_i - e_o}{R} = C \frac{d e_o}{dt}$$

of:

$$e_i = e_o + RC \, de_o/dt$$

$$\text{of: } \frac{e_o(j\omega)}{e_i(j\omega)} = \frac{1}{1+j\omega RC}$$

Dit is de overdrachtsfunctie.

Van welke orde van grootte is nu RC?

Wat betreft R kunnen we het volgende opmerken:

Al naar gelang het fabrikaat en het type varieert de weerstand van de glaselektrode van 100 tot 1000 MegOhm. Veiligheidshalve dient men aan de hoge kant te blijven omdat tegenwoordig de tendens bestaat electroden met dikke (en dus sterkere) membranen te vervaardigen, nu de electronica de hogere eisen welke hiermee aan de apparatuur gesteld kan bevredigen.

De weerstand van de calomel electrode, welke van de orde van enkele tientallen Ohms is, kunnen we verwaarlozen.

Bij de bestaande Electrofact pH meter heeft men tussen rooster en cathode een condensator van 2000 pF aangebracht, om overigens onbekende reden.

Dit zou dan bij een R van 1600 MegOhm neerkomen op een tijdconstante van:

$$RC = 10^9 \cdot 2 \cdot 10^{-9} = 2 \text{ seconden.}$$

Bedenken we dat bij een stepfunctie "input" e_o exponentieel toeneemt volgens $e_o = e_i(1-e^{-t/RC})$, en dat een dergelijke e-macht na een tijd $t = 4 RC$ 98 % van de eindwaarde heeft bereikt, dan betekent dit dat bij een stepfunctie van 1 pH eenheid na 8 seconden de miswijzing 0.02 pH zou bedragen.

De situatie wordt nog erger bij gebruik van een lange afgeschermd kabel tussen electrode en versterker.

Dit zijn weliswaar verdeelde capaciteiten, maar de tijdconstante kan voor dit doel wel berekend worden door een "geconcentreerde" capaciteit aan te nemen.

Aan dit probleem is voor zover bekend nog geen aandacht geschonken, hoewel dit bij pH regeling toch van belang kan zijn.

Perley (9) heeft van enige typen glas-electroden onder verschillende omstandigheden de responsie bepaald, door deze snel van één medium in een ander te brengen. Hij gebruikte als media zowel gebufferde als ongebufferde oplossingen van uiteenlopende pH.

Hierbij zijn dan tevens de effecten van de verschijnselen aan het membraan in de responsie opgenomen, waarbij o.m. diffusie een rol speelt.

In het algemeen is het resultaat van de metingen dat bij overbrenging van een electrode van één buffer naar een andere de responsie binnen 2 seconden minder dan 3 % verschilt van de aangebrachte pH variatie. (bij 25°C) Bij het overbrengen van een gebufferde oplossing naar een ongebufferde is de responsie veel slechter, van de orde van enige minuten voor een zelfde procentuele variatie. De responsie bij ca 5°C zou volgens Perley nog aanzienlijke langzamer zijn. (geen waarden genoemd).

Wat de invloed van de temperatuur op de responsie betreft, zij opgemerkt dat deze behalve door de invloed op de diffusie verklaard kan worden door de verandering van de membraanweerstand.

Volgens de brochure "Hydrogen Ions" van Marconi Instr.Ltd, p.28, zou de weerstand als volgt met de temperatuur samenhangen : $R_{t0} = R_{250} \cdot 10^{-0.034(t-25)}$ (voor het gebruikelijke soort glas). Dit betekent dat bij 10° temp daling de weerstand een factor 2.2 wordt vergroot.

Het was niet mogelijk de responsie metingen van Perley door een tijdconstante voor te stellen.

L I T E R A T U U R

- 1) G.S. Brown, D.P. Campbell: "Principles of Servomechanisms" N.Y. 1948.
- 2) Verslag Cursus Automatische Regelinrichtingen, gehouden door D.P. Campbell te Delft, jan. 1950, gepubliceerd door Kon. Inst. v. Ingenieurs, 1950.
- 3) J.D. Trimmer: "Response of physical systems", N.Y. 1950.
- 4) C.I. Rutherford: "Automatic control theory and application".
- 5) P. Hazebroek, B.L.v.d. Waerden: "The optimum adjustment of regulators" Trans. A.S.M.E. 72, No 3, 317 (1950)
- 6) F.C.L. van Vugt: "Karakteristieke functies van regel-instrumenten en van technologische processen", Voordrachten Kon. Inst. v. Ingenieurs p. 44 1950.
- 7) J.G. Ziegler, N.B. Nichols: "Optimum settings for automatic controllers", Trans. A.S.M.E. 64, 759 (1942)
- 8) J.G. Ziegler, "On the job adjustments of air-operated controllers" Instruments 16, 394, 594 (1943).
- 9) Perley, G.A. "PH-Response of glass electrodes", Analytical Chemistry 21, 559-562, 1949).
- 10) A.L. Chaplin: "Some application factors affecting the regulation of pH in industry", Instruments, July-Dec. 1949.
- 11) Kratz, "Die Glas-Elektrode und Ihre Anwendungen" Frankfurt a/M 1950.
- 12) J. Boeke: "Voorzorgen bij pH-metingen", Chemisch Weekblad 46, No 52, 929 (1950), (voordracht gehouden op symposium over pH-meting op 15 Juni 1950 te Utrecht.)
- 14) W. Kordatzki: Taschenbuch der praktischen pH-Messung, München 1949.

B) Toepassing van de frequentieresponsiemethode op onderzoek naar verblijftijden in een buis met Raschig ringen.

Theoretische inleiding.

In de chemische technologie bestaat de tendenz meer en meer "batch"processen te vervangen door continue processen.

Een vergelijking van een continue proces met het overeenkomstige "batch"-proces, brengt een typisch verschil tussen beide aan het licht. Terwijl in een batch-proces alle reagerende stoffen gedurende even lange tijd in de reactor verblijven, is dit in het algemeen bij een continue werkwijze niet het geval. Een aantal volume-elementen van het te behandelen medium blijven veel langer dan de nominale verblijftijd (Volume reactor/doorvoersnelheid in vol. eenheden/tijdseenheid) in de reactor, terwijl andere volume-elementen hierin ^{langer} langer verblijven. Het verdwijnen van de reagerende stoffen binnen de nominale verblijftijd duidt men met de naam "kortsluiting" aan. In de chemisch-technologische literatuur is hieraan veel aandacht besteed.

Het is duidelijk dat een grote spreiding van de verblijftijden vanuit oogpunt van maximum omzettingsgraad niet gewenst is. Behalve dat bij te korte verblijftijd de omzetting ongunstig wordt, kan men bij te lange verblijftijd b.v. nevenreacties krijgen.

Men wenst dus bij voorkeur een uniforme verblijftijd. We kunnen hieraan enkele kwantitatieve beschouwingen wijden:

In de eerste plaats voeren we hiertoe het begrip "ideale menger" in. Onder een ideale menger verstaan we een

menger of reactievat, met in-en afvoeropening, waarvan de inhoud door agitatie op ieder moment homogeen is. Voeren we nu een oplossing aan een dergelijke ideale menger toe, waarvan de concentratie een functie van de tijd is, $C_i = f(t)$, en stellen V en ϕ_v resp. voor het volume van de reactor en de volumestroomsterkte, dan levert de toepassing van een stoffenbalans op in-en uitvoeropening een differentiaalvergelijking welke het verband tussen C_i en de concentratie C_o aan de uitgang geeft:

$$\phi_v C_i = \phi_v C_o + V \frac{dC_o}{dt} \dots\dots\dots(1)$$

Duiden we met $\tau = V/\phi_v$ de nominale verblijftijd aan, dan gaat (1) over in:

$$C_i = C_o + \tau \frac{dC_o}{dt} \dots\dots\dots(2)$$

Nemen we de Laplace transformatie van de termen, dan gaat (2) over in:

$$\frac{C_o(s)}{C_i(s)} = \frac{1}{s + 1/\tau} = KG(s) \dots\dots\dots(3)$$

Hiermee hebben we de overdrachtsfunctie van de reactor voor dit geval verkregen.

Er wordt de aandacht op gevestigd dat een ideale menger een "lumped constants" systeem is.

Voor n in serie geschakelde ideale mengers, ieder met een verblijftijd τ/n (zodat de totaal-verblijftijd = τ blijft) wordt de overdrachtsfunctie nu:

$$\frac{C_o(s)}{C_i(s)} = \frac{1}{(s\tau/n + 1)^n} = KG(s) \dots\dots\dots(4)$$

of in het bijzonder voor sinusvormige variaties van C_i :

$$\frac{C_o(j\omega)}{C_i(j\omega)} = \frac{1}{(j\omega\bar{\tau}/n + 1)^n} \dots\dots\dots (5)$$

Neemt men in (4) de limiet voor $n \rightarrow \infty$, dan vindt men voor $KG(s)$: $e^{-\bar{\tau}s}$. Dus:

$$\phi_o(s)/\phi_i(s) = e^{-\bar{\tau}s}.$$

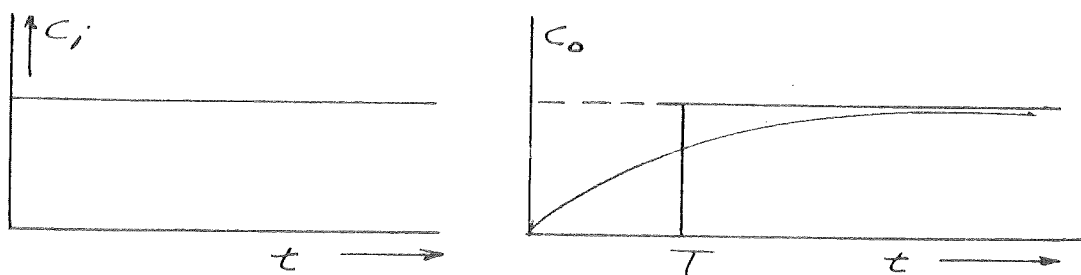
Geven we C_i een variatie volgens een sprongfunctie, dan is $C_o(s) = |C_i| \cdot 1/s \cdot e^{-\bar{\tau}s}$, waarbij de inverse transformatie geeft: $C_o = |C_i|(t - \bar{\tau})$,

m.a.w. C_o is eveneens een sprongfunctie, welke na een tijdsverloop aan de uitgang verschijnt.

Dit betekent dat de verblijftijd uniform is, hetgeen ideaal is voor het behandelen van een stof in de reactor.

Dit is evenwel nadelig wanneer men aan de ingang wil regelen op de toestand aan de uitgang, omdat eventuele storingen niet eerder dan na een tijd $\bar{\tau}$ merkbaar zijn, en dan ook plotseling zich in volle omvang doen gelden.

Neemt men $n=1$, dan verloopt bij een sprongfunctie verstoring van C_i , C_o exponentieel. Hierbij is de spreiding in de verblijftijd van de individuele volume-elementen groot. Storingen aan de ingang zijn evenwel onmiddellijk aan de uitgang merkbaar. (zie fig.)



Opmerking: Een serieschakeling van een ∞ aantal ideale mengers moet opgevat worden als een "distributed" systeem.

Uit bovenstaande beschouwingen blijkt dat de merites van een reactor samenhangen met het aantal ideale mengers waarmee deze in dynamisch gedrag overeenstemt.

De bedoeling van het onderzoek was nu, na te gaan in hoeverre responsiemetingen perspectieven openen voor het karakteriseren van reactoren of mengers. Men kan zich voorstellen dat men zou kunnen aangeven van een bepaalde reactor het "aequivalente aantal ideale mengers", welk aantal dan als een waarderingcijfer opgevat kan worden.

We kunnen de responsie meten op sprong-functies of op sinusvormige signalen. Wat de laatste betreft leert verg. (5) dat de phasedraaing van uitgang t.o.v. ingang, en de amplitudo verzwakking van uitgang t.o.v. ingang als functie van de hoekfrequentie w bedragen:

$$\varphi = n \operatorname{bgtg} \frac{w\tau}{n} \quad (\text{phasedraaing}) \quad \dots\dots\dots(6)$$

$$f = \left(\frac{w^2\tau^2}{n^2} + 1 \right)^{n/2} \quad (\text{verzwakkingsfactor}) \quad \dots\dots\dots(7)$$

In dit verband valt op te merken dat voor het gestelde doel het belangrijkste argument voor het gebruik van de sinusresponsie, dat gold voor de toepassing in de regeltechniek, (zie blz. 5 e.v.) nu niet opgaat.

De vraag rijst nu of in dit geval ook een oordeel geveld kan worden t.a.v. de merites van beide methoden.

In de eerste plaats zij er op gewezen dat de sinusresponsie altijd dit belangrijke nadeel heeft, dat zij lastig is te realiseren, terwijl het toepassen van de stepfunctie methode in de praktijk op niet veel meer neerkomt dan het plotseling openen van een afsluiter. Nu is dit bezwaar feitelijk overdreven wanneer men bedenkt dat dergelijke responsiestudies naar alle waarschijnlijkheid tot het laboratorium beperkt zullen blijven.

De responsie op een stepfunctie input van een systeem dat aan vergelijking (4) voldoet luidt:

$$C_o(s) = \frac{1}{(s\tau/n+1)^n} \cdot \left| C_i \right| \frac{1}{s} \dots\dots\dots(8)$$

of:

$$C_o(s) = \frac{1}{s} - \frac{\tau/n}{(s\tau/n+1)^n} \dots\dots\dots(9)$$

De inverse transformatie levert dan voor de responsie:

$$C_o(t) = \left| C_i \right| \left(1 - \frac{1}{(n-1)!} \frac{(n \cdot t)^{n-1}}{\tau^{n-1}} e^{-nt/\tau} \right) \dots\dots\dots(10)$$

Deze uitdrukking is aanzienlijk gecompliceerder dan de verg. (6) en (7) voor de sinusresponsie.

De sinusresponsie kan nauwkeuriger zijn.

Wanneer het er in de eerste plaats om gaat de verspreiding der verbijftijden te bestuderen is de stepfunctiemethode toch de aangewezen methode, omdat de responsie met één oogopslag geïnterpreteerd kan worden.

Heeft men tevens de bedoeling de regelmogelijkheden van het in de reactor uit te voeren proces na te gaan, dan is er geen twijfel ten aanzien van de voorkeur van de sinusresponsie.

Wat betreft de geopperde mogelijkheid een reactor te beschrijven aan de hand van een model bestaande uit een serieschakeling van ideale mixers, moet opgemerkt worden, dat de mogelijkheid hiervan nog geenszins vaststaat. De experimenten zullen hierin licht moeten verschaffen. Misschien zijn ook andere modellen mogelijk.

Houdt men dit in het oog, dan verdient een onderzoek met de sinusmethode, weer de voorkeur, in verband met de gemakkelijke mathematische verwerkbaarheid der metingen.

Inverse transformatie is $C_i = 0$ voor $t > 0$
 Inverse transformatie is $C_i = C_i$ voor $t < 0$
 Het is dus oplossing (10) juist. Zie verg. 12.29

Vraagt men nu naar de wijze waarop de resultaten verwerkt moeten worden, en de gewenste nauwkeurigheid, dan kan het antwoord hierop in het huidige stadium nog niet worden gegeven, omdat slechts de experimenten verdere richtlijnen kunnen verschaffen. Wij kunnen kortom nog niet voorspellen welke perspectieven geopend zullen worden.

Bijlage:

Responsie van een reactie van de eerste orde.

Een reactie van de eerste orde, van de vorm:



wordt beschreven door de volgende diff. vergelijking:

$$-dC_A/dt = k C_A$$

waarin C_A de concentratie van A en t de tijd voorstelt.

Voeren we deze reactie nu in een goed geroerd reactievat uit, voorzien van invoer-en afvoeropening, dan geldt wanneer de inhoud steeds homogeen is:

$$C_{A_i} \phi_v = C_{A_o} \phi_v + \underbrace{dC_{A_o}}_{dt} V + k C_{A_o} V$$

waarin C_{A_i} = concentratie van A aan ingang van de reactor

C_{A_o} = concentratie van A aan uitgang, ϕ_v is de constant veronderstelde volumestroomsterkte in volume/tijdseenheid,

V = de inhoud van de reactor en k = de reactie constante (met dimensie t^{-1})

Voeren we nu weer voor V/ϕ_v de nominale verblijftijd $\bar{t}$ in, dan gaat de diff. verg. over in:

$$C_{A_i} = C_{A_o} + \bar{t} \underbrace{dC_{A_o}}_{dt} + k \bar{t} C_{A_o}$$

Daar dit een lineaire diff. vergelijking is kan het verband tussen C_{A_i} en C_{A_o} uitgedrukt worden door een overdrachtsfunctie o in jw:

$$\frac{C_{A_o}}{C_{A_i}} = (1 + jw\bar{t} + k\bar{t})^{-1}$$

Een voorbeeld van een dergelijke reactie is de inversie van saccharose met verdunde zuren als katalysator.

Responsiemetingen op een dergelijk proces kunnen in verband met het voorgaande dus ook opheldering verschaffen voor het karakteriseren van een reactor door middel van een equivalent aantal "ideale mixers". Aanvankelijk is gedacht aan het onderzoek van de buis met raschig ringen door middel van de frequentieresponsie op het inversie proces van saccharose. Het verloop van de reactie zou vervolgd kunnen worden met een continu-registrerende polarimeter, welke is ontwikkeld door de Afdeling voor Optische Electronica van het Laboratorium voor Technische Physica der T.H. Wegens het ontbreken van een zuurbestendige pomp is dit plan op de achtergrond geraakt.

Reacties van hogere orde.

Hiervan komen praktisch alleen tweede orde reacties voor: b.v. van het type : $A + B \longrightarrow \dots\dots$ en $2 A \longrightarrow \dots\dots$. Hierbij kunnen we geen overdrachtsfunctie berekenen voor de reactie in "ideale mixers", omdat de stoffenbalans nu geen lineaire diff. vergelijking met constante coëfficiënten geeft.

Opzet van het onderzoek.

De sinusresponsie is toegepast op de stroming van water door een buis met Raschig ringen. Sinusvormige ingangssignalen werden verkregen door injectie aan de ingang van een geconcentreerde zoutoplossing (NaCl). Het proces werd vervolgd door meting van de geleidbaarheid aan de in- en uitgang van de buis, en registratie hiervan. De amplitudo en phaseverschuiving konden worden bepaald, en de resultaten, alsmede de discussie hiervan zijn in een later gedeelte weergegeven.

Apparatuur.

1) Sinusgenerator.

Voor het opwekken van sinusvormige NaCl concentraties stond ter beschikking een roestvrij stalen diafragma-doseerpomp met regelbare opbrengst.

Gegevens: Maximale levering 115 L/hr
Toerental 272 omw/min.
Opbrengst regeling door middel van een lineair gecalibreerde knop in te stellen.
Volledige regeling van 0-max. in 10 omw. van de knop.

De opbrengst kon sinusvormig worden gemoduleerd door de instelknop om een bepaald werkpunt een sinusvormige hoekverdraaiing te geven. Dit werd bewerkstelligd op de volgende wijze:

Op de cilindrische instelknop ($\varnothing = 54$ mm) werd een spiraalvormige draad gesneden, waarover een gevlochten staaldraad éénmaal geslagen was, welke enerzijds belast was met een gewicht van 5 Kg, anderzijds bevestigd was aan een kruk met continu verstelbare krukstraal (bereik 0-90 mm). De kruk kon eenparig roteren en werd aangedreven door een motor met variator, gevolgd door een wormwiel-overbrenging van 50 op 1. Het toerental van de motor-variator was continu in te stellen tussen 40 en 240 omw/min, waardoor de kruksnelheid te regelen was tussen 4/5 en 24/5 omw/min.

Het frequentiebereik is hier beperkt. (0.013-0.08 Hz)
Deze sinusgenerator was evenwel slechts een noodoplossing omdat destijds niets anders ter beschikking stond, en de constructie van een speciaal voor dit doel geschikte sinusgenerator geruime tijd vereiste. (Thans is evenwel deze sinusgenerator gereedgekomen. Hiermee kunnen sinusvormige verplaatsingen worden gerealiseerd met een amplitudo van 0 - 150 mm, en frequenties in het gebied van 1/9 tot 1/900 Hertz.)

De verhouding: "drijfstanglengte"/kruk lengte bedroeg in het ongunstigste geval ca 28, hetgeen ruim voldoende werd geacht.

2) Geleidbaarheidsmeting-

Voor de meting van de geleidbaarheid aan de ingang en uitgang van de buis is gebruik gemaakt van twee doorstroomcellen van het type Philips GM 4227, met celconstanten van 1.60 en 1.63.

Voor de registratie van de geleidbaarheid stond ter beschikking een Brown Elektrònik automatisch compenserende potentiometer, met de volgende gegevens:

Meetbereik 0-10 mV
Aanspreekgevoeligheid 3 uV.
Schaallengte 28 cm
Looptijd volle schaal 4.5/sec.
Papiersnelheid 5 cm/min.
Ingangsimpedantie 300 Ohm.

Voor de meting werd gebruik gemaakt van wisselstroom van 50 Hz. Hoewel de weerstand van NaCl oplossingen ca 2 %/°C met de temperatuur varieert is afgezien van temperatuurcompensatie omdat in de eerste plaats het hier niet gaat om absolute metingen, in de tweede plaats aangenomen kon worden dat geen temperatuurverschil tussen begin en eind van de buis zou heersen. Bij de metingen is dit gecontroleerd.

Twee geleidbaarheidsmeters voor aanpassing aan de Brown millivolt recorder zijn vervaardigd. Het schema hiervan is bijgevoegd.

De werking hiervan is als volgt:

Door de transformator I wordt een wisselstroom gestuurd door de geleidbaarheidsceel en de hiermee in serie staande primaire wikkeling van de transformator II. Deze fungeert als stroomtransformator. Wanneer de weerstand van de wikkelingen klein is t.o.v. de weerstand van de ceel, zal de stroom in deze kring recht evenredig zijn met de geleidbaarheid van de ceel, welke weer bij benadering evenredig is met de concentratie van de zoutoplossing hierin. Aan de secundaire zijde van transformator II ontstaat nu een wisselspanning, welke evenredig is met de concentratie. Deze wordt gelijk-gericht door middel van 4 metaalgelijk-richtcellen in Graetz-schakeling. Aldus krijgt men een gelijkstroom, en hierdoor over de potentiometer een spanningsval van enkele mV, waarop de recorder aangesloten wordt.

De gegevens van de schakeling zijn als volgt:

Transformator I : primair 220 V
 secundair 3.15 V/5Amp.
 Normaal type gloeistroom transformator

Transformator II: Versterker-uitgangs-transformator
 impedantie primair 5 Ohm
 impedantie secundair 7000 Ohm.
 wikkelingsverhouding berekend: 1:37.4

Graetz metaalgelijkrichtcel: Maximaal toelaatbare spanning
 en stroom resp. 50V en 5 mA.

Afvlak-electrolyt: 50uF/50 Volt

Potentiometer: 20 Ohm

Verband tussen geleidbaarheid en uitgangsspanning

Het verband tussen geleidbaarheid en uitgangsspanning werd gemeten. Als bekende weerstand werd gebruikt een decadenbank van 0-1000 Ohm.

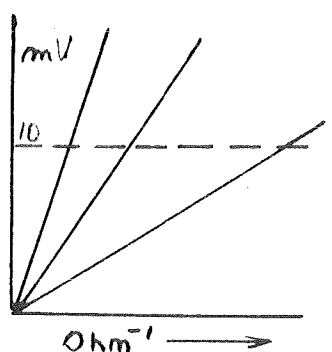
Met uitzondering van een kleine afwijking bij 0 Ohm⁻¹ was het verband lineair tot $30 \cdot 10^{-3}$ Ohm⁻¹.

Dit wordt geïllustreerd in de bijgevoegde grafieken. De kleine afwijking aan het begin kan worden verklaard uit het feit dat metaalgelijkrichtcellen pas boven een zekere waarde van de aangelegde spanning lineair werken. De afwijking bij hogere geleidbaarheden hangt vermoedelijk samen met verzadigingsverschijnselen in de uitgangstransformator. Aanvankelijk werd geëxperimenteerd met een uitgangstransformator van een ander fabrikaat, waarmee geen lineaire karakteristiek kon worden verkregen, vermoedelijk tengevolge van dezelfde reden.

Gevoeligheid.

De gevoeligheid van de meter, $d \text{ mV}/d \text{ Ohm}^{-1}$, kan worden geregeld met de potentiometer.

Al naar gelang de instelling hiervan krijgen we verschillende karakteristieken. (zie fig).



Bij maximum gevoeligheid en maximum geleidbaarheid (in verband met de afwijking van de rechte lijn) is de uitgangsspanning ca 20 mV, dus buiten het meetbereik van de recorder. Om hieraan tegemoet te komen is een voorschakelkastje vervaardigd, waarin met behulp van een door een batterij gevoede po-

tentiometer een variable spanning verkregen wordt, welke met de geschikte polariteit in serie gezet wordt met de door de geleidbaarheidsmeter geleverde spanning.

Het bijgevoegde schema behoeft geen nadere toelichting.

Tengevolge van het lage stroomverbruik van de batterij (ca 1 mA) verandert de voorschakelspanning tijdens de meting niet.

Invloed van netspanningsvariaties.

De beschreven schakeling heeft als nadeel dat netspanning variaties een evenredige beïnvloeding van de recorder-aanwijzing veroorzaken. Hiervan werd evenwel geen hinder

ondervonden, daar het gebruikte net gestabiliseerd was tot 0.5 % spanning-variaties.

Registratie van in- en uitgangs sinus:

Tengevolge van het feit dat beide cellen binnen 2 % aan elkaar gelijk waren, was het mogelijk één recorder te gebruiken. Door middel van een schakelaar werden de cellen beurtelings met een geleidbaarheids-meter verbonden.

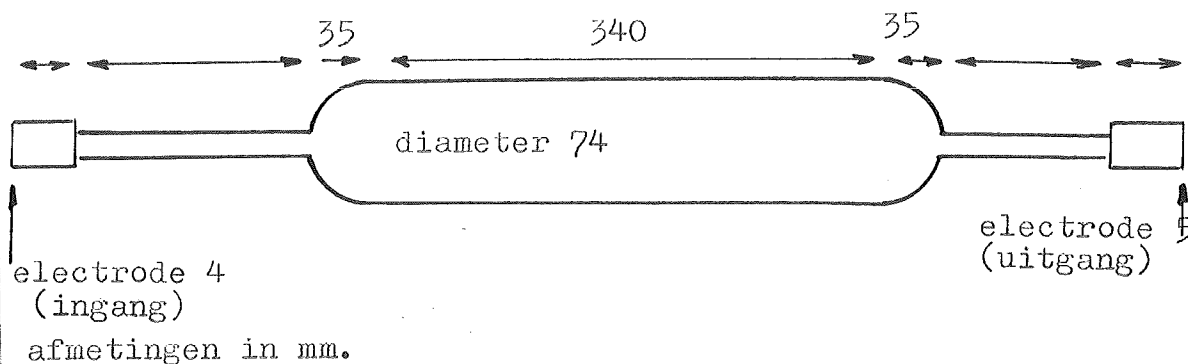
Het tegelijk registreren van beide sinussen, door snel omschakelen, zoals dit gebruikelijk is bij cathode straal oscillografen, was mogelijk, doch het resulterende diagram was slechts te interpreteren bij phase verschuivingen van omstreeks 30-45°. Bij andere phase-verschuivingen was het beeld verwarrend.

Het was ook mogelijk beide sinussen op afzonderlijke recorders te registreren. Hierbij moet de frequentie-karakteristiek van beide recorders, tenzij deze gelijk zijn, worden bepaald en de hierdoor veroorzaakte phase verschuiving en verzwakking, op de metingen als correctie worden in rekening gebracht.

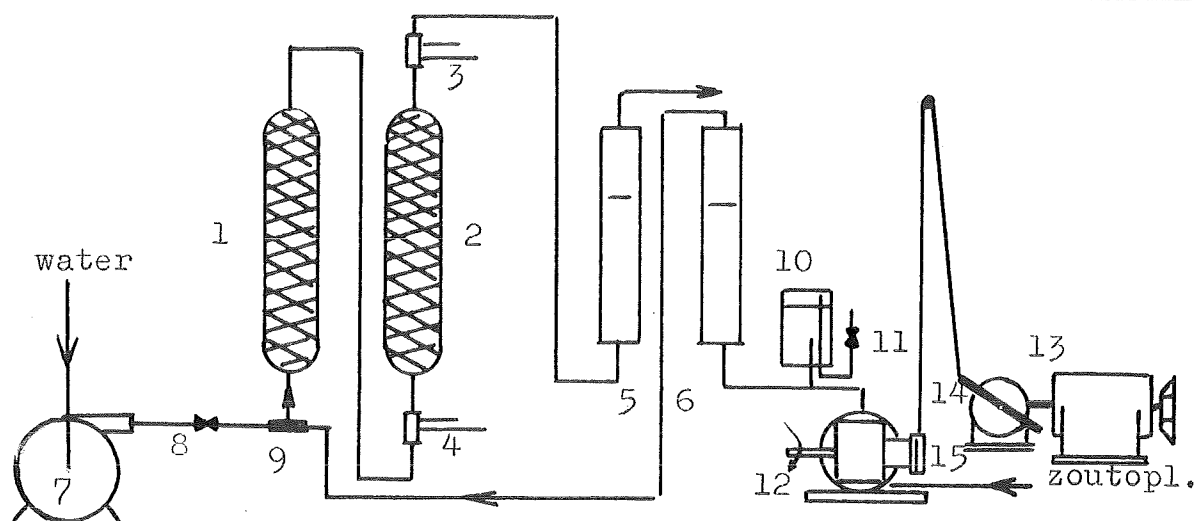
3) De met raschig ringen gevulde buis.

De keuze van een buis met raschig ringen als onderzoekings object is geheel willekeurig.

Gebruikt werd een glazen buis, waarvan de afmetingen in de onderstaande figuur zijn aangegeven, gevuld met ringen van 10 x 10 mm, met inwendige diameter van 8 mm.



Het volledige schema van de opstelling is in de onderstaande figuur weergegeven:



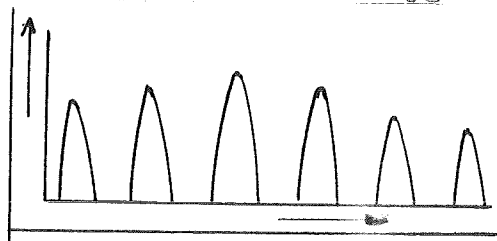
Betekenis der nummers:

- (1) Buis met raschig ringen, aangebracht om redenen later te bespreken. In afmetingen en vulling identiek met (2), het onderzochte object.
- (2) Buis met raschig ringen, welke werd onderzocht.
- (3) en (4): Geleidbaarheid meetcellen.
- (5) en (6): Rotameters, resp. voor meting van totale volume stroom na de buis (2) en meting van dosering van de NaCl oplossing
- (7) Schottenpomp voor verkrijgen van constante waterstroom. Maximum levering: ca. 300 L/hr.
- (8) Regelaafsluiter voor watertoevoer.
- (9) T-stuk($\frac{1}{2}$ ") voor menging van water- en zoutoplossing stroom
- (10) Glazen fles(z.g. "Woulffse fles), inhoud ca 1 L, fungerend als pers-windketel voor de diafragma-pomp (12).
- (11) Kraan voor de regeling van vloeistofniveau in de windketel.
- (12) De diafragma-doseerpomp voor het verkrijgen van een sinusvormig gemoduleerde zout-dosering.
- (13) Motor-variator met wormwiel vertraging.
- (14) Roterende kruk, waaraan buigzame staaldraad is gekoppeld.
- (15) Instelknop voor opbrengstregeling.

Opmerkingen.

De dosering van de NaCl oplossing.

- a) Ideaal zou zijn een regelbare doseerpomp met continue verplaatsing van de vloeistof. Ter beschikking stond evenwel de beschreven intermitterend werkende diafragma doseerpomp, waarvan het toerental, 272 omw./min. voldoende hoog werd geacht. Wanneer we de opbrengst hiervan sinusvormig moduleren krijgen we het volgende beeld:



Om het klapperen van de rotameter-vlotter in de zoutpersleiding te verhinderen moest in de persleiding een windketel worden aangebracht.

Hiervoor is gekozen een Woulffse fles van 1 L inhoud.

- b) De menging van de zoutoplossing met de constante waterstroom geschiedde in een T stuk. Het beek nu dat er aan de geleidbaarheids-meetcel (4) een aanzienlijk gestoorde sinus gemeten werd, vermoedelijk omdat een T stuk niet bevredigend mengt. Met het oog hierop werd een tweede buis met raschig ringen aangebracht (1) om de hogere storingsfrequenties te verzwakken. Hiermee werden aan de cel (4) zuivere sinussen verkregen.
- c) De amplitudo van de opbrengst-modualtie is beperkt omdat de totale stroomsnelheid in de buis zoveel mogelijk constant gehouden moet worden. In verband met de omtrek van de stelknop $= 3.14 \times 54 \text{ mm}$, en de lengte van de krukstraal $= 90 \text{ mm}$, bedraagt de amplitudo $\frac{2 \times 90}{3.14 \times 54} = 1.05 \text{ omw.}$ van de stelknop.
- Dit komt neer op $1.05 \times 115 = 12 \text{ Liter}$ zoutoplossing per uur. Bij een waterdoorvoer van 300 L/hr betekent dit een maximale afwijking van 4 % van de gemiddelde stroomsnelheid.
- d) De minimum toelaatbare zoutconcentratie wordt bepaald door de eigen geleidbaarheid van het leidingwater, welke gemeten bij 7.5°C $5.10^{-4} \text{ Ohm}^{-1}$ per kubische cm^3 bedraagt.

Bij werken in dit geleidbaarheids gebied zou men "ruis" kunnen verwachten tengevolg van willekeurige variaties in de water-geleidbaarheid.

- e) De maximum toelaatbare zoutconcentratie wordt beperkt door de bij $30 \cdot 10^{-3} \text{ Ohm}^{-1}$ optredende a-lineariteit van de geleidbaarheidsmeter. Dit betekent, bij een weerstand constante van de gebruikte meetcel van 1.60, een max. geleidbaarheid van $1.60 \times 30 \cdot 10^{-3} = 0.048 \text{ Ohm}^{-1}/\text{kub. cc.}$ (d.i. de specifieke geleidbaarheid v.d. oplossing). (Zie bijgevoegde grafiek voor verband tussen geleidbaarheid en zoutconcentratie).

METINGEN EN BEREKENINGEN

uitgevoerd door de Heer Tan Bian Seng, scheikundig
student, als onderdeel van het 4^e jaar-s werk op
het Laboratorium voor Physische Technologie der T.H.

Metingen.

De resultaten van de metingen zijn in de bijgevoegde tabellen weergegeven.

Enkele orienterende metingen zijn hier niet opgenomen.

Hiervoor wordt verwezen naar het verslag van de Heer Tan Bian Seng (archief van Prof.Ir. H.Kramers).

Opmerkingen bij de tabellen.

De series A_3 t/m A_6 zijn gemeten met gebruikmaking van de voorgeschakelde buis met raschig ringen.

Serie A_7 is gemeten zonder voorgeschakelde buis.

Serie A_8 is gemeten met voorgeschakelde buis, terwijl de onderzochte buis geen ringen bevatte.

De temperatuur werd gemeten met in de meetcellen bevestigde thermometers.

De periode T werd gemeten op de recorderkaart.

De phase is opgegeven als fractie van 360° .

De doorzet in cc/sec is gemeten met de rotameter no.5

De zoutconcentratie is berekend, op de volgende wijze:

$$\text{conc.} = \frac{\text{Kg NaCl/hr}}{\text{doorzet L/hr}}$$

De teller is bepaald uit de aanwijzing van de rotameter in de zoutpersleiding en het s.g. van de geconcentreerde zoutoplossing, welke met een areometer werd gemeten.

De verblijftijd $\bar{t}$ is bepaald uit: vrije volume buis
doorzet.

Bij de series A_3 t/m A_7 bedroeg het vrije volume 1160 cc

Bij de Serie A_8 bedroeg het vrije volume 1500 cc.

Bij de proeven is nagegaan of het, in verband met de a-lineariteit van de geleidbaarheidmeter, toegestane geleidbaarheidstraject niet werd overschreden, door bij maximum amplitudo van de opbrengst-regeling de geleidbaarheid te bepalen met een Philoscoop.

De resultaten van de metingen zijn weergegeven in de bijgevoegde diagrammen, waarin ϕ_o/ϕ_i en de phase φ tegen $\bar{t}$ zijn uitgezet.

1160
1500

No.	temp. °C	T sec.	w	ϕ_o/ϕ_i	phase	doorzet cc/sec.	NaCl %	τ	$w\bar{c}$
A ₃	13.6	82.4	0.076	0.98	0.19	90.9	1.9	12.8	0.97
		55.3	0.114	0.96	0.21				1.46
		43.5	0.144	0.90	0.30				1.84
		34.7	0.181	0.86	0.36				2.32
		27.0	0.232	0.77	0.46				2.97
		24.1	0.260	0.75	0.49				3.33
		20.0	0.314	0.62	0.62				4.02
		14.1	0.444	0.43	0.83				5.69
A ₃ '	14.0	84.7	0.074	0.85	0.21	64.2	3.8	18.1	1.34
		14.1	0.444	0.18	1.18				8.04
A ₄	13.8	83.5	0.075	0.92	0.21	58.4	3.9	19.8	1.49
		54.2	0.116	0.80	0.35				2.30
		42.3	0.148	0.77	0.43				2.93
		35.3	0.178	0.71	0.52				3.52
		29.4	0.214	0.59	0.60				4.23
		20.0	0.314	0.37	0.82				6.22
		14.1	0.444	0.17	1.17				8.80
A ₅	15.5	83.0	0.076	0.95	0.14	89.2	2.6	13.0	0.99
		81.2	0.077	0.95	0.15				1.00
		58.8	0.107	0.92	0.21				1.39
		43.5	0.144	0.89	0.28				1.87
		31.8	0.197	0.82	0.38				2.56
		24.2	0.260	0.70	0.49				3.38
		18.2	0.345	0.58	0.65				4.48
		14.1	0.444	0.42	0.79				5.78
A ₆	14.8	83.6	0.075	0.98	0.17	89.2	0.6	13.0	0.97
		57.6	0.109	0.95	0.20				1.52
		41.2	0.153	0.92	0.31				1.99
		31.2	0.201	0.84	0.42				2.61
		25.3	0.248	0.73	0.49				3.22
		21.8	0.288	0.67	0.57				3.74
		17.0	0.370	0.54	0.69				4.80
		14.7	0.428	0.47	0.80				5.57
		14.1	0.445	0.45	0.88				5.78

No.	temp. °C	T sec.	w	ϕ_o/ϕ_i	phase	doorzet cc/sec.	NaCl %	τ	$w\tau$
A ₆	14.0	82.3	0.076	0.98	0.16	89.2	1.1	13.0	0.99
		62.3	0.101	0.93	0.21				1.31
		49.4	0.127	0.92	0.25				1.65
		36.5	0.172	0.87	0.36				2.24
		30.0	0.209	0.80	0.41				2.72
		27.6	0.228	0.75	0.45				2.96
		25.3	0.248	0.73	0.49				3.22
		22.4	0.280	0.66	0.55				3.64
		20.6	0.305	0.64	0.60				3.96
		18.2	0.345	0.57	0.65				4.48
		16.5	0.381	0.52	0.71				4.95
		14.7	0.427	0.45	0.80				5.55
A ₇	15.4	82.4	0.076	0.98	0.15	89.2	1.1	13.0	0.99
		50.7	0.124	0.93	0.24				1.61
		34.1	0.184	0.85	0.36				2.39
		21.8	0.288	0.68	0.57				3.74
		18.2	0.345	0.59	0.65				4.49
		14.1	0.445	0.45	0.83				5.79
A ₇	15.0	83.6	0.075	0.87	0.22	59.2	2.6	19.6	1.47
		47.1	0.133	0.72	0.40				2.60
		27.1	0.232	0.59	0.65				4.55
		14.1	0.445	0.17	1.17				8.72
A ₈	16.5	82.3	0.076	0.77	0.20	86.7	1.1	17.3	1.31
		50.6	0.124	0.613	0.28				2.08
		32.9	0.191	0.38	0.38				3.31
		24.2	0.256	0.27	0.46				4.43
		17.6	0.357	0.19	0.53				6.18
		14.1	0.45	0.14	0.62				7.70

Berekeningen van de stromings-toestand.

1) Voor de met raschig ringen gevulde buis

Chilton en Colburn (5) hebben een studie gemaakt van drukvervallen in gepakte kolommen.

Zij voerden een gemodificeerd Reynolds getal in , gedefinieerd als:

$$Re' = \frac{D V_o \rho}{\mu}$$

waarin D = de nominale diameter van de deeltjes van de vulling.

V_o = Snelheid van de vloeistof berekend voor de doorsnede van de lege kolom.

ρ = dichtheid van de vloeistof.

μ = dynamische viscositeit.

Het bleek nu dat voor $Re' < 40$ men kan spreken van "laminaire" stroming en voor $Re' > 40$ van "turbulente" stroming, ofschoon de overgang tussen beide niet scherp is aan te geven.

Feitelijk is er een overgangsgebied dat zich uitstrekt van $Re' = 20$ tot $Re' = 200$.

Wij zullen Re' berekenen voor de series A_3 en A_4 met resp. de grootste en kleinste waarde van de doorzet.

In verband met de geringe concentratie aan NaCl van de oplossing maken we gebruik van de viscositeit van water:

Serie A_3 :

D = 1 cm

μ = 0.012 poise

ρ = 1.0 gr.massa/cm³

V_o = 2.2 cm/sec

Re = 183

Serie A_4

D = 1 cm

μ = 0.012 poise

ρ = 1.0 grammassa/cm³

V_o = 1.4 cm/sec.

Re = 117

2) Stromingstoestand voor de lege buis (proef A₈)

Hier is $Re = \frac{D \rho V}{\mu}$

waarin D = diameter van de buis.

De gegevens zijn de volgende:

$D = 7.4 \text{ cm}$

$\rho = 1.0 \text{ grammassa/cm}^3$

$\mu = 1.14 \text{ c.poise}$

$V = 2.1 \text{ cm/sec.}$

$Re = 1360$, d.i. 2100 , m.a.w de stroming is laminair.

3) Stromings-toestand in de aan-en afvoerpijpen van de buis.

Bij de proef A₄ zijn de gegevens als volgt:

$D_{\text{pijp}} = 1.4 \text{ cm}$

$\rho = 1 \text{ gr.massa/cm}^3$

$\mu = 1.2 \text{ c.poise}$

$V = 38 \text{ cm/sec}$

$Re = 4400$

Bij alle andere series zijn de stroomsnelheden hoger,
dus is er in alle gevallen turbulentie.

Discussie.

Wanneer men de ϕ_o/ϕ_i diagrammen onderling vergelijkt valt op dat deze nagenoeg samenvallen, voor de series

A_3 t/m A_7 .

Het zelfde geldt voor de phase diagrammen.

De onderlinge overeenstemming kan volledig worden genoemd binnen de grenzen van de meetfouten.

De verblijftijd is gevarieerd van ca 60 tot ca 90 seconden.

Opmerkelijk is dat $w\tau$ de verzwakking en de phasedraaiing bepaalt, wat men volgens de theorie ook kan verwachten.

Vergelijkt men de meetresultaten met de berekende diagrammen dan merkt men op dat de gemeten krommen inliggen tussen de krommen voor $n=16$ en $n=20$, wat betreft ϕ_o/ϕ_i .

Vergelijkt men de phase-krommen met de theoretische dan merkt men op dat deze een ligging vertonen tussen de krommen voor $n=8$ en $n=16$.

Conclusie:

- 1) Uit het bovenstaande blijkt dat het dynamisch gedrag althans in het onderzochte stromingsgebied gekarakteriseerd wordt door $w\tau$.
- 2) Uit het feit dat de ϕ_o/ϕ_i grafieken een andere waarde voor n geven dan de phase grafieken volgt dat de onderzochte buis niet kan worden opgevat als een serieschakeling van een aantal gelijke ideale mengers ieder met een verblijftijd τ/n .
- 3) Een andere mogelijkheid zou zijn dat de buis opgevat zou kunnen worden als een serieschakeling van ideale mengers met verschillende verblijftijden τ_1, τ_2 enz, in welk geval de overdrachtsfunctie gegeven zou worden door een uitdrukking van de volgende vorm:

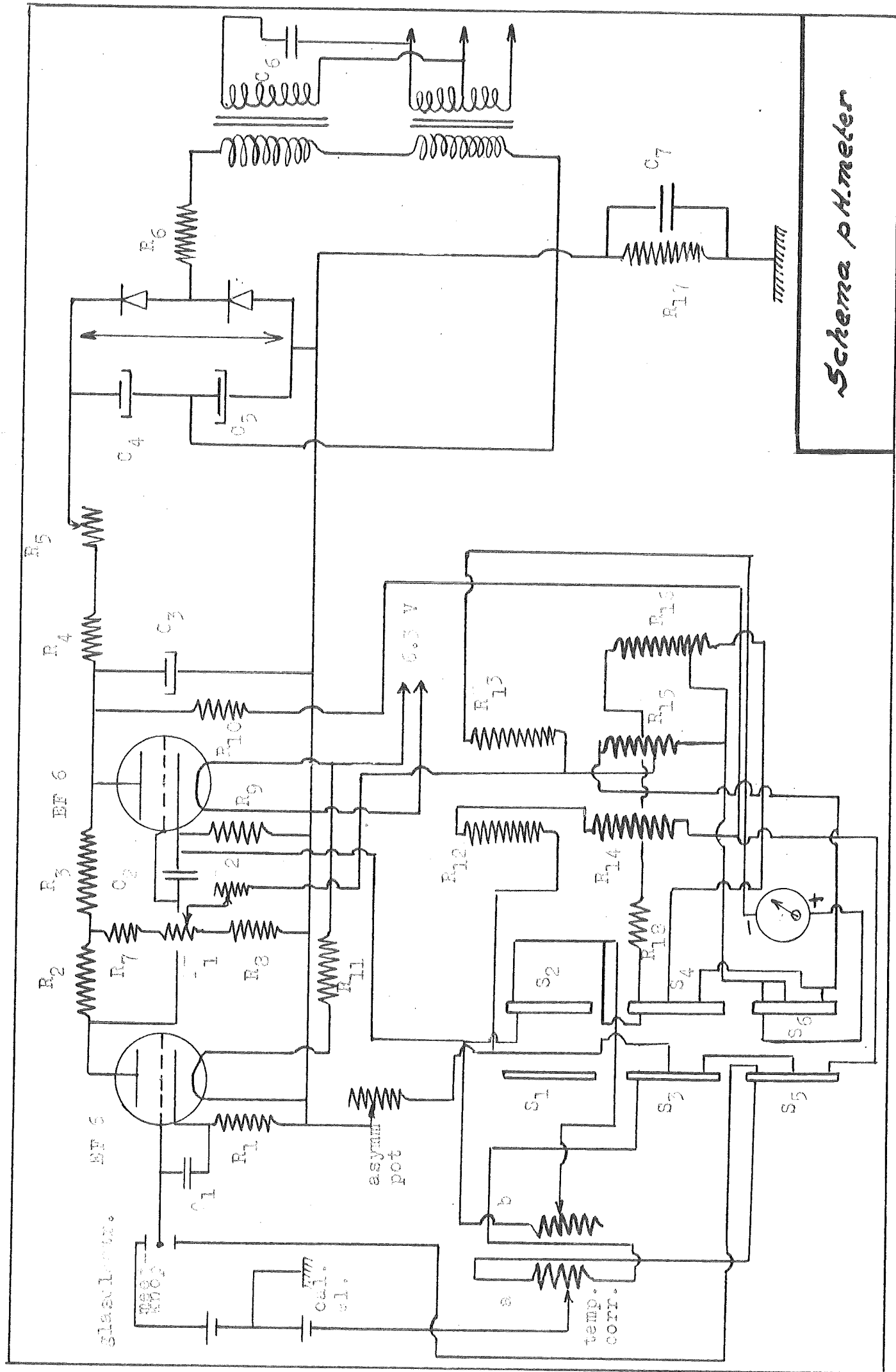
$$\frac{\phi_o(jw)}{\phi_i(jw)} = \frac{1}{(1 + jw\tau_1)(1 + jw\tau_2)(...)\dots\dots}$$

Hiermee zou een verklaring voor het onder 1) genoemde zijn gevonden.

- 4) De variatie in de gemiddelde verblijftijd tijdens de experimenten is niet groot, maximum 50 %. Dit werd veroorzaakt door beperkingen in de apparatuur. Voor een verder onderzoek zou het aan te bevelen zijn de metingen uit te voeren binnen een wijder traject van gemiddelde verblijftijden.

L I T E R A T U R

- 1) Mac Mullin, Weber: "The theory of short circuiting in continuous flow mixing vessels in series and the kinetics of chemical reactions in such systems", Trans.A.I.C.E. 31, 409 (1935)
- 2) H.M. Hurlburt: "Chemical processes in continuous flow-systems. Ind.Eng.Chem 36, 1012 (1944)
- 3) H.J. Kandiner: "Sampling lag and purging time in mixing vessels in series", Chem.Eng.Progress 44 383 (1948)
- 4) J.W. Eldridge, E.L. Piret: "Continuous flow stirred-tank reactor systems", Chem.Eng.Progress, June 1950, p.290.
- 5) Chilton, Colburn, Trans. A.I.C.E. 26, 178 (1931).



E L E C T R O F A C T p H - M E T E R .

Opmerkingen

1) buizen: Beide buizen EF 6 zijn gebruikt als triode door alle roosters met het stuurrooster te verbinden.

2) schakelaar voor meetbereik : Dit is een tweedek-schakelaar ieder dek bestaande uit 3 secties. Deze zijn aangegeven in het schema met de letters S₁ t/m S₆. S₂, S₄ en S₆ vormen één dek, evenals de oneven nummers. De laatste zijn het dichts bij de frontplaat gemonteerd.

3) temperatuurcorrectie inrichting: Deze bestaat uit twee op één as gekoppelde potentiometers a en b, waarvan b tegen de frontplaat gemonteerd is.

4) De gloeistroomwikkeling op de transformatoren zijn niet aangegeven

4) weerstand en condensatoren:

$$R_1 = 500\ 000$$

$$R_2 = 1000\ 000$$

$$R_3 = 18\ 000$$

$$R_4 = 700 \text{ (was ingesteld op 500)}$$

$$R_5 = 1\ 500$$

$$R_6 = ? \text{ draadgewonden, geen waarde aangegeven.}$$

$$R_7 = 680$$

$$R_8 = 7\ 400$$

$$R_9 = 8\ 200$$

$$R_{10} = ?$$

$$R_{11} = ?$$

$$R_{12} = ?$$

$$R_{13} = ?$$

$$R_{14} = ?$$

$$R_{15} = ?$$

$$R_{16} = ?$$

$$R_{17} = 1000\ 000$$

$$R_{18} = 50$$

$$C_1 = 2000\ \mu F$$

$$C_2 = 0.1\ \mu F$$

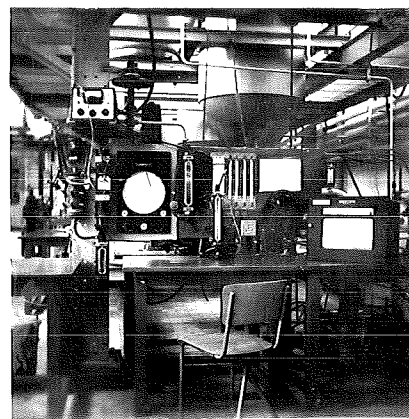
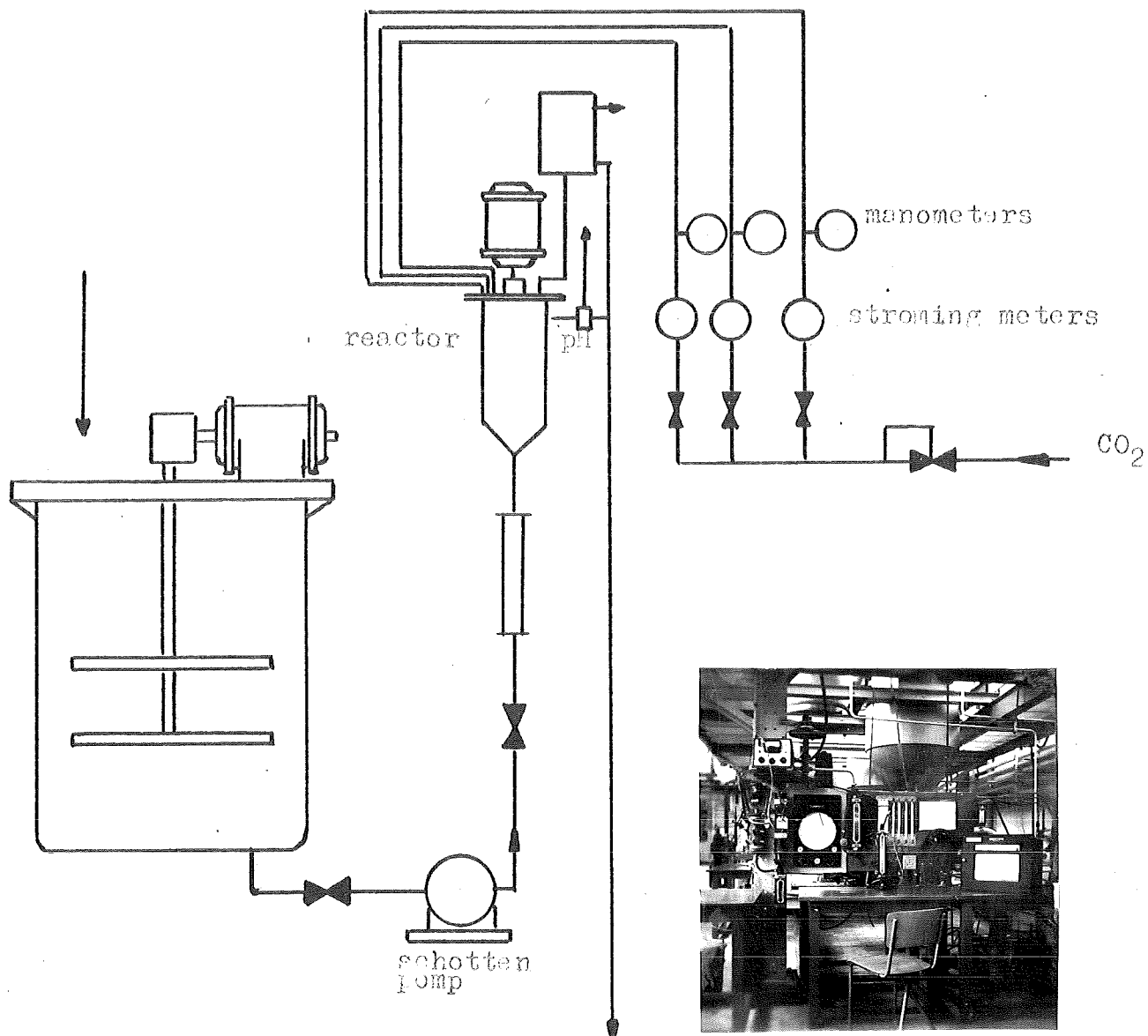
$$C_3 = 8\ \mu F \text{ electrolytisch}$$

$$C_4 \text{ en } C_5 = ? \text{ electrolytisch (in één omhulsel met } C_3)$$

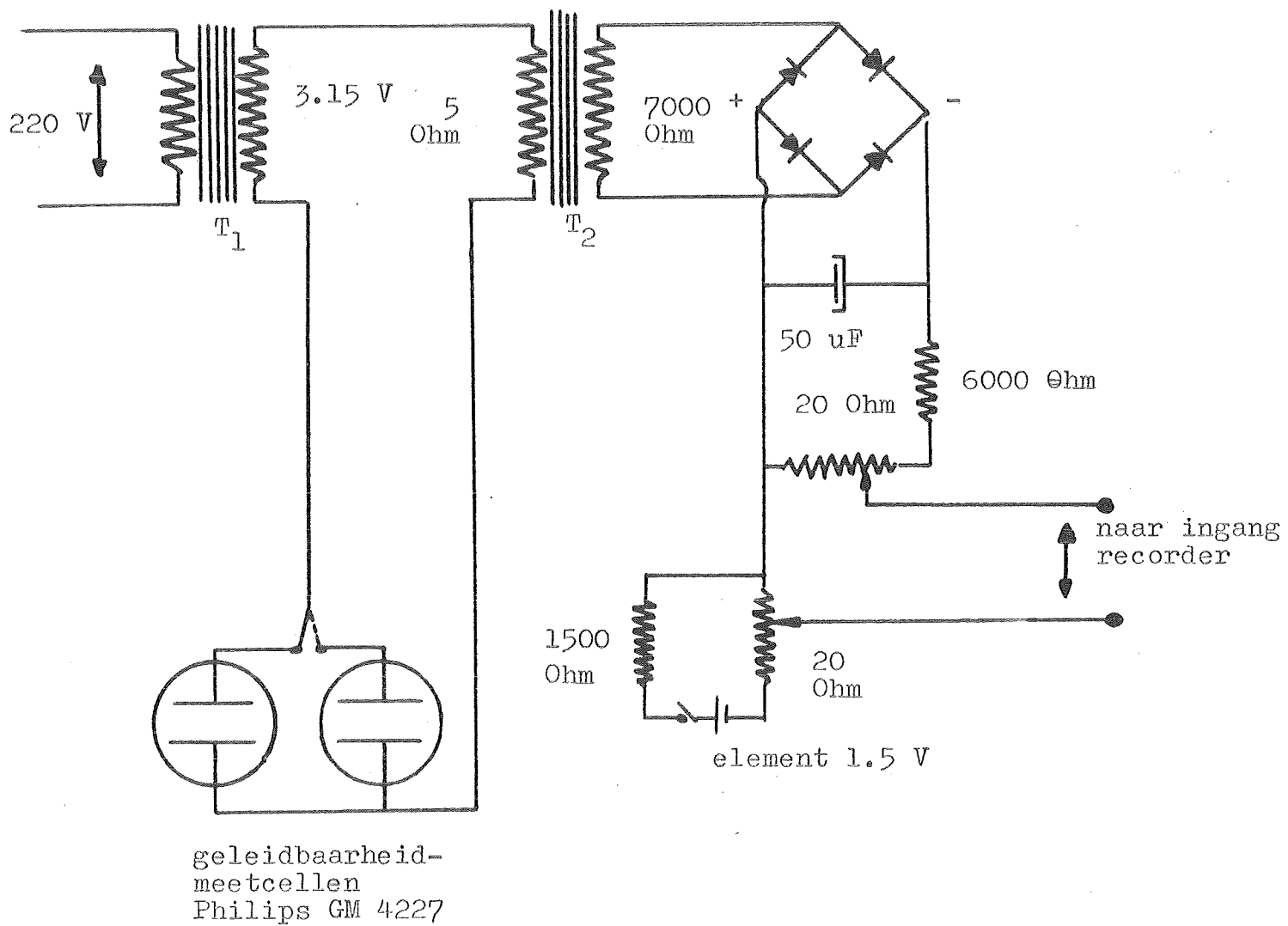
$$C_6 = ?$$

$$C_7 = 0.5\ \mu F$$

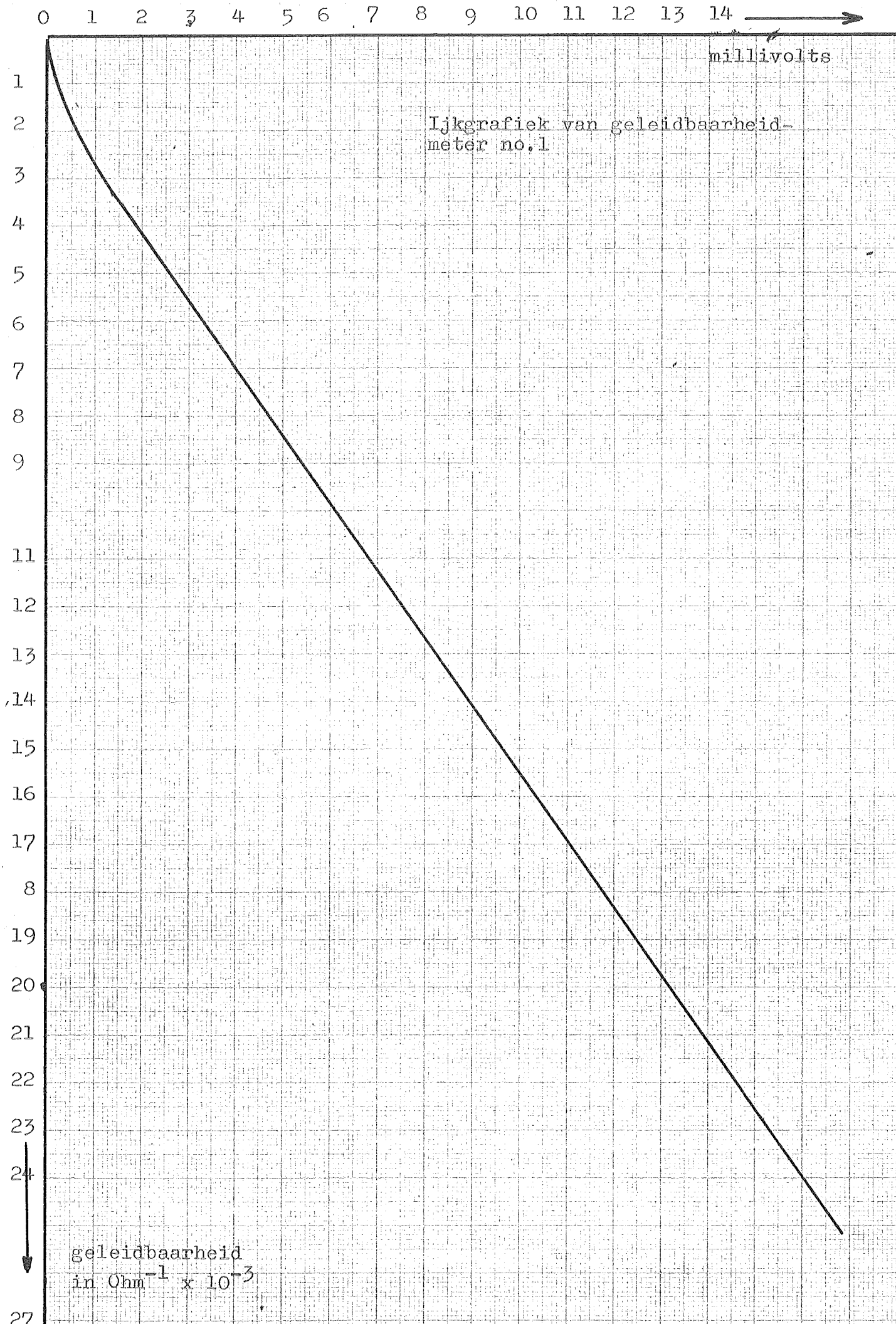
5) meetinstrument. schaal 0-14 pH. stroomverbruik bij volle uitslag 0.2 mA (gemeten)



OPSTELLING VOOR METING VAN pH-FREQUENTIE-RESPONSIE.



S C H E M A G E L E I D B A A R H E I D - M E T E R



0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 → 17 18

millivolts

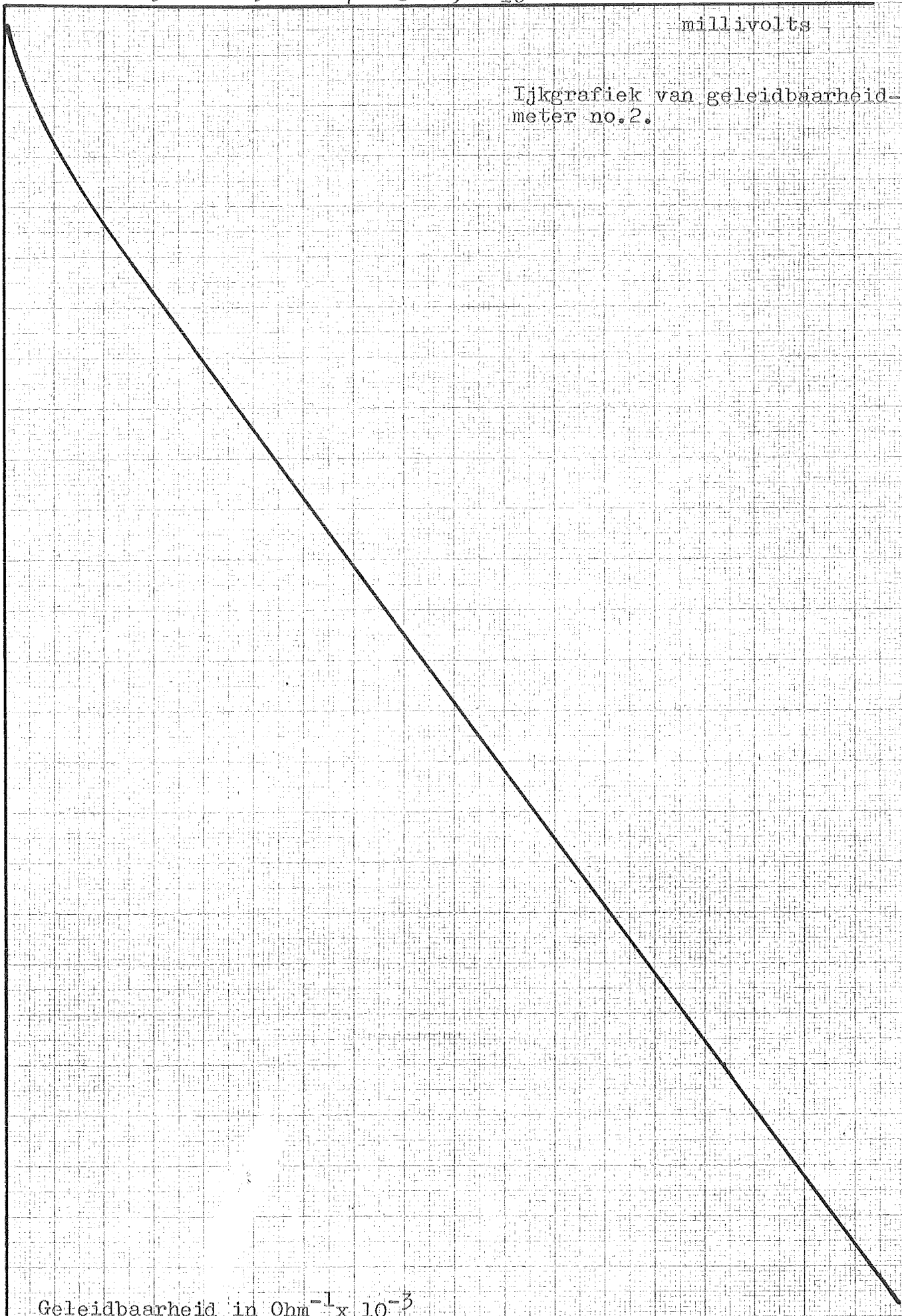
Ijkgrafiek van geleidbaarheid-
meter no.2.

1
2
3
4
5
6
7
8
9

11
12
13
14
15
16
17

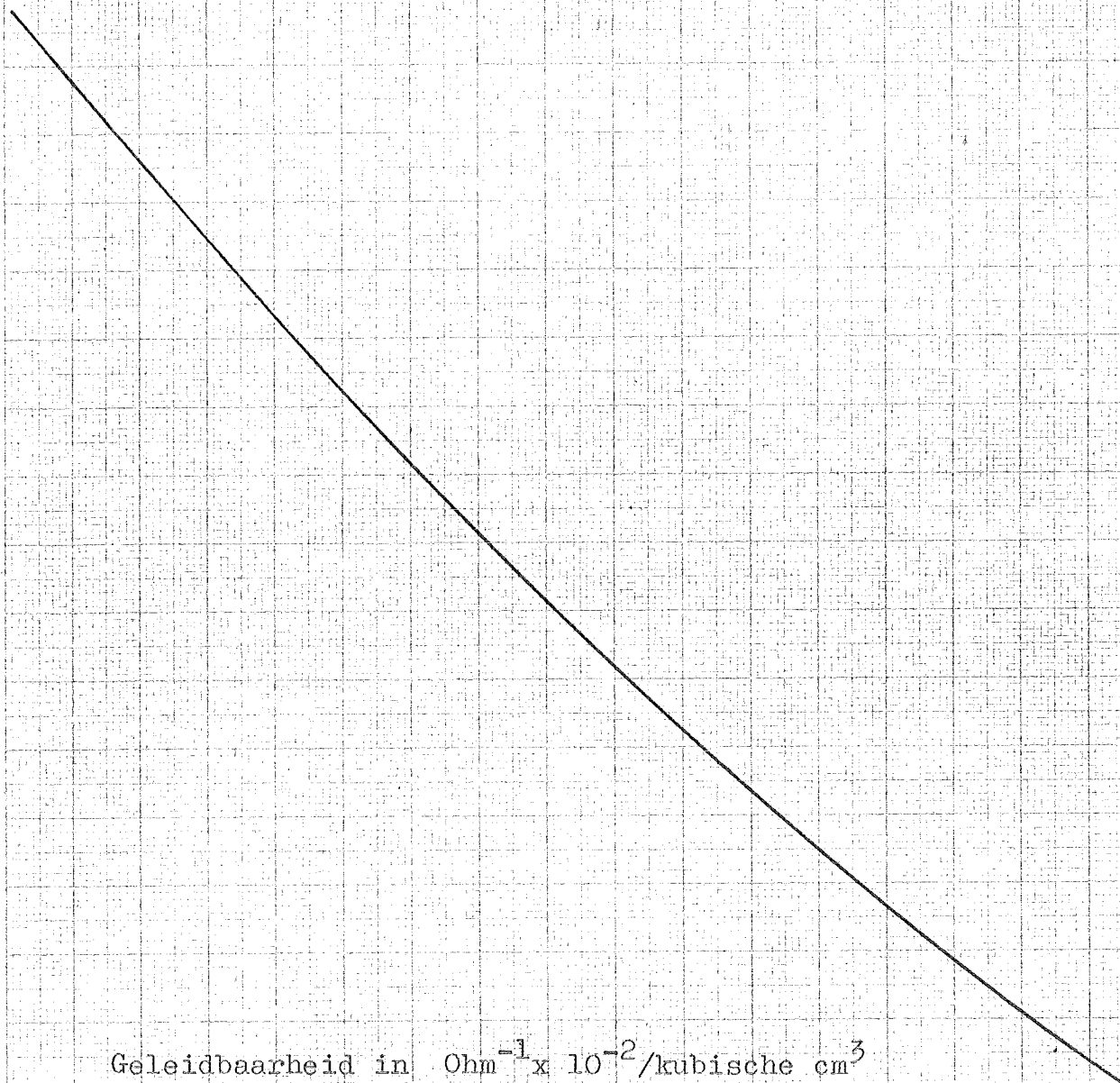
19
20
21
22
23
24
25
26
27

Geleidbaarheid in $\text{Ohm}^{-1} \times 10^{-3}$



GELEIDBAARHEID VAN NaCl OPLOSSINGEN BIJ 18°C
ALS FUNCTIE VAN DE CONCENTRATIE IN GRAM/ LITER WATER
(ontleend aan Handbook of Chemistry and physics, 30th ed)

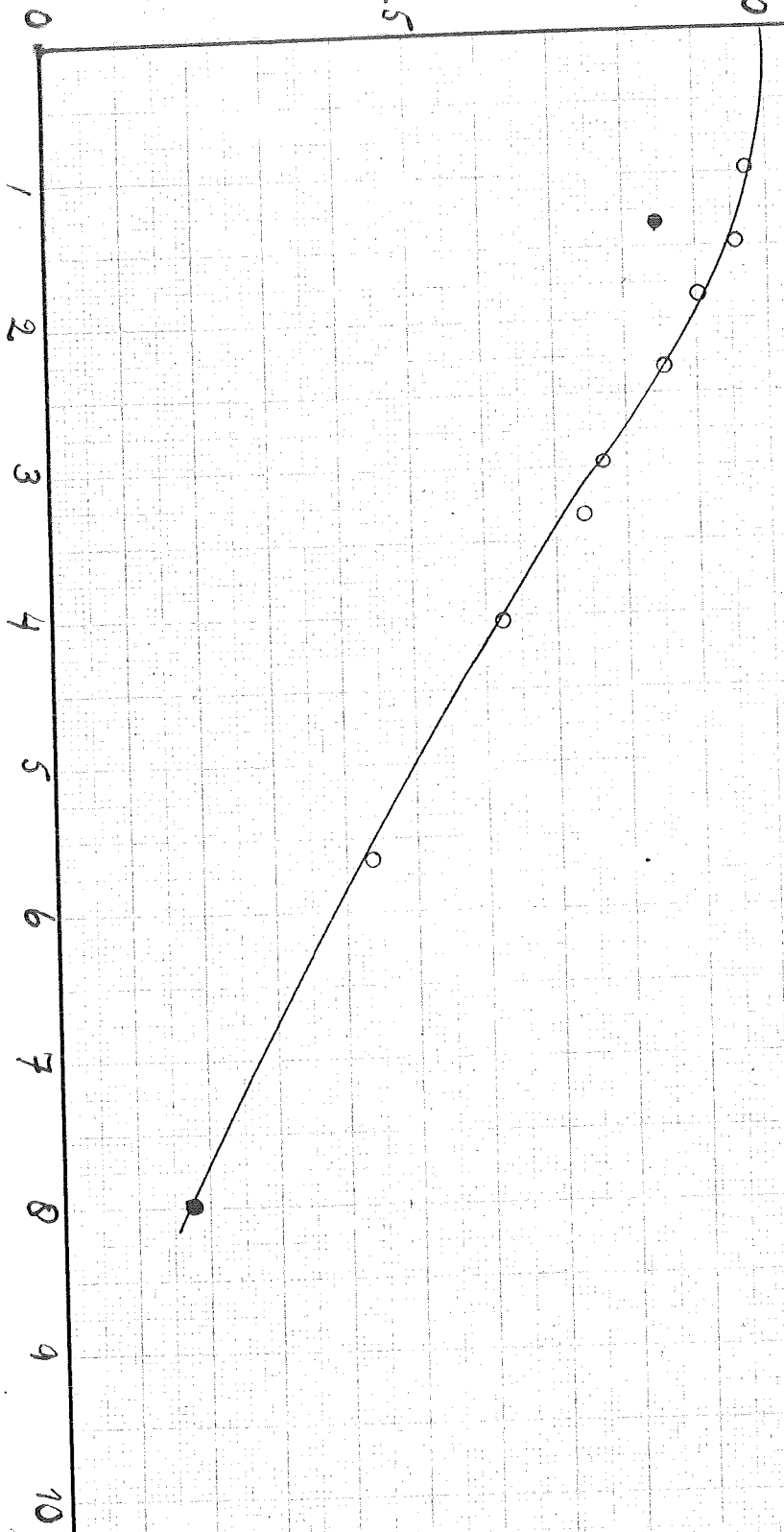
concentr.



Geleidbaarheid in Ohm⁻¹ x 10⁻² / kubische cm³

$A_3 = 0$ $A_3' = \bullet$

ϕ_0/ϕ_1



WT

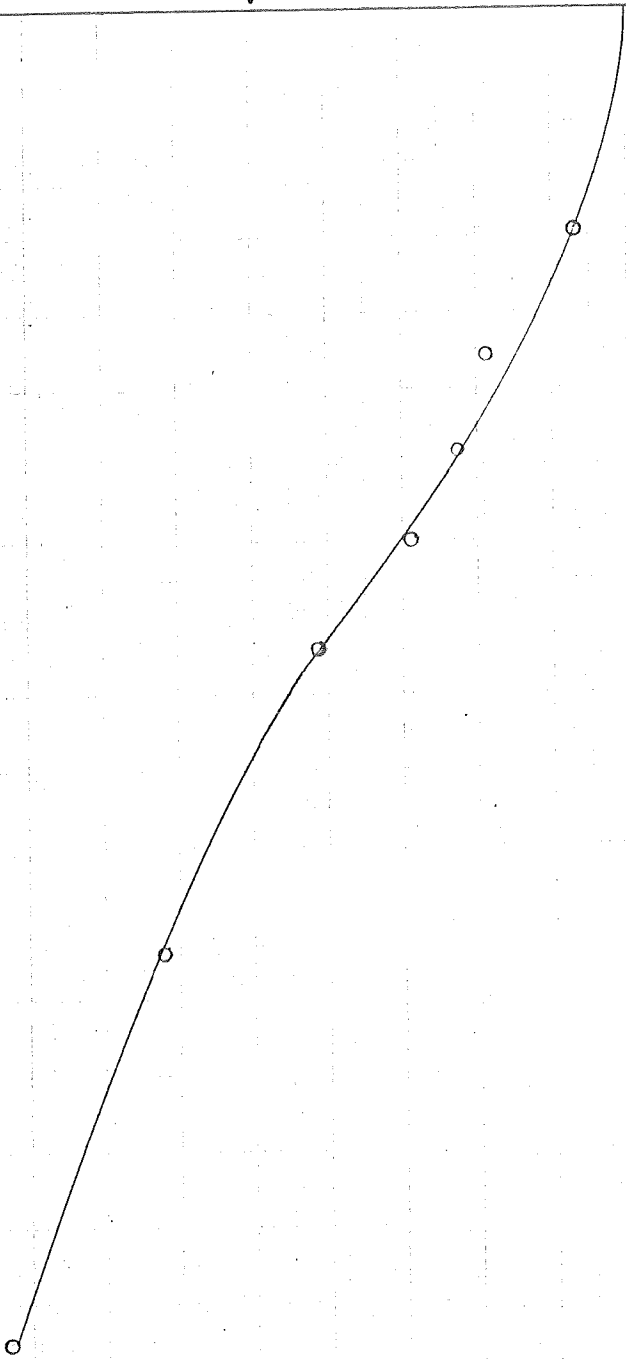
Serie A₄

ϕ_0/ϕ_1

0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10

0.5

1.0



ω/ω_c

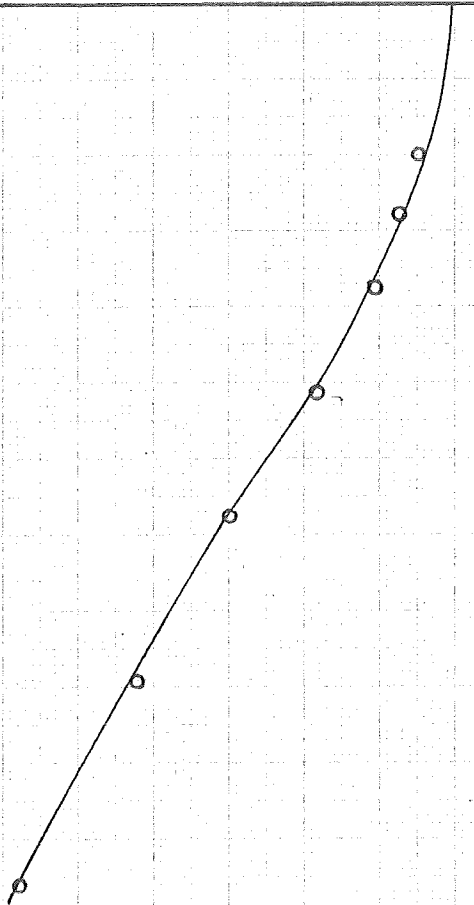
Fig

Serie A₅

ϕ/ϕ_1

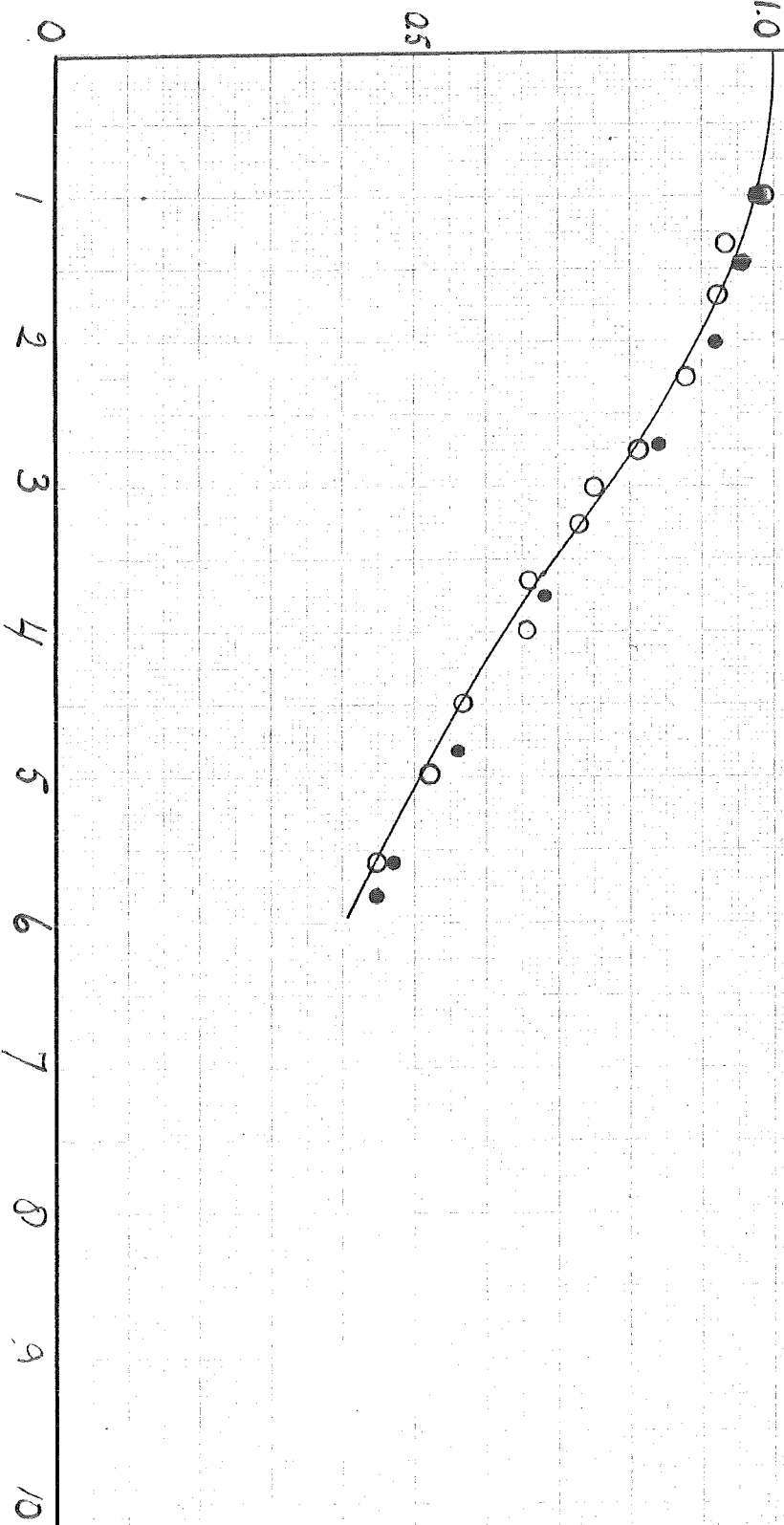
0
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10

WT



Serie Λ_6 (o) en Λ_6' (•)

Φ/Φ_0



$\omega\tau$

Serie $A_7(o)$ en $A_7'(\bullet)$

ϕ_o/ϕ_i

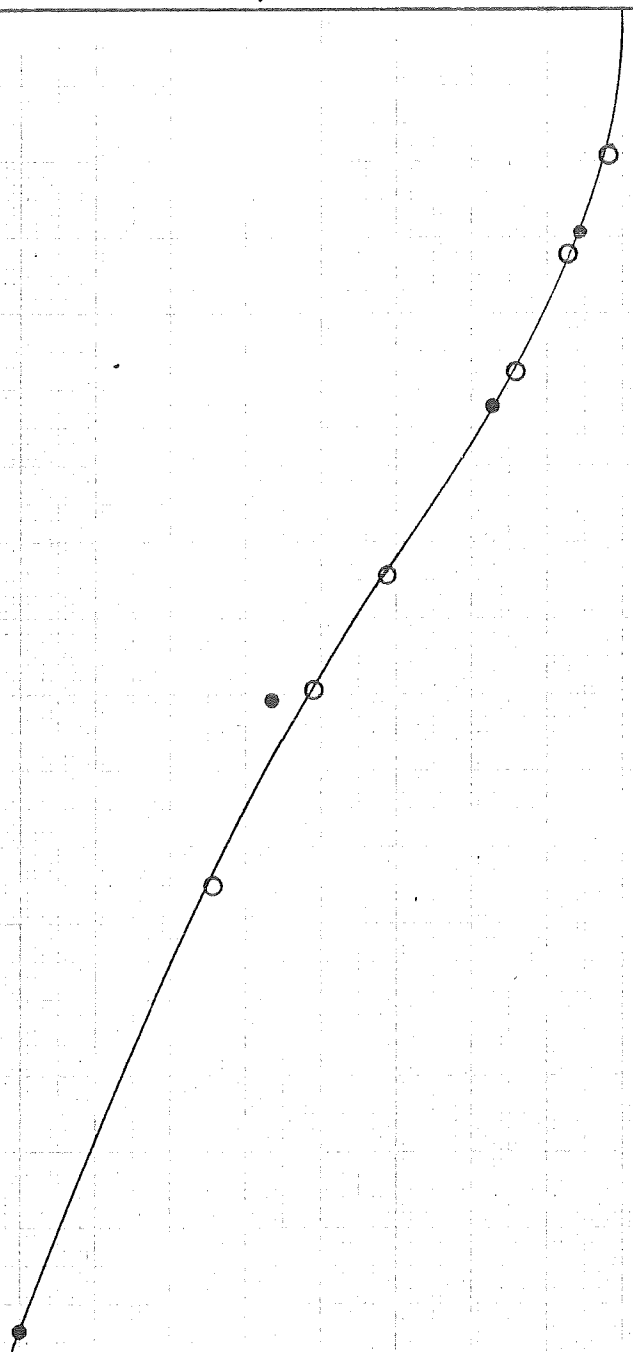
0
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10

0.5

1.0

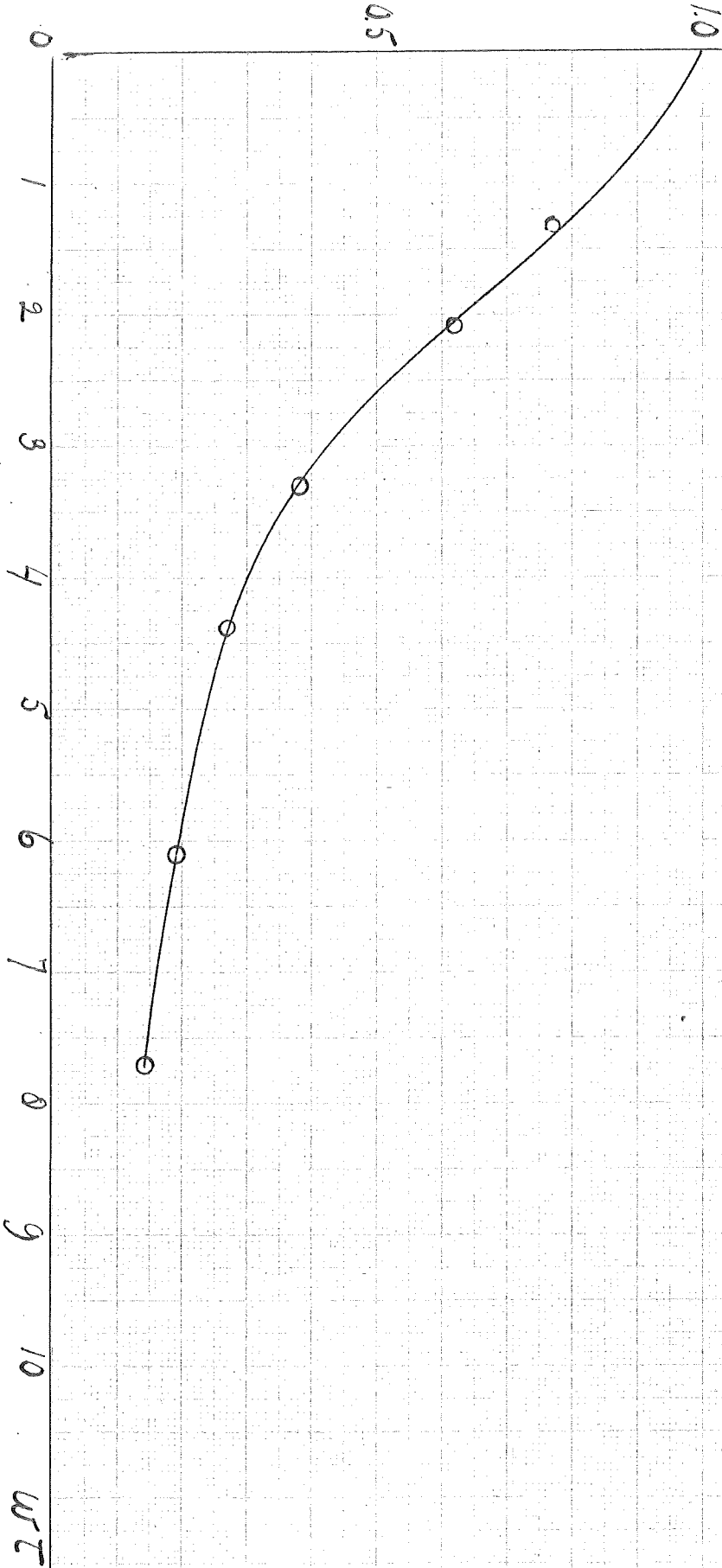
wt

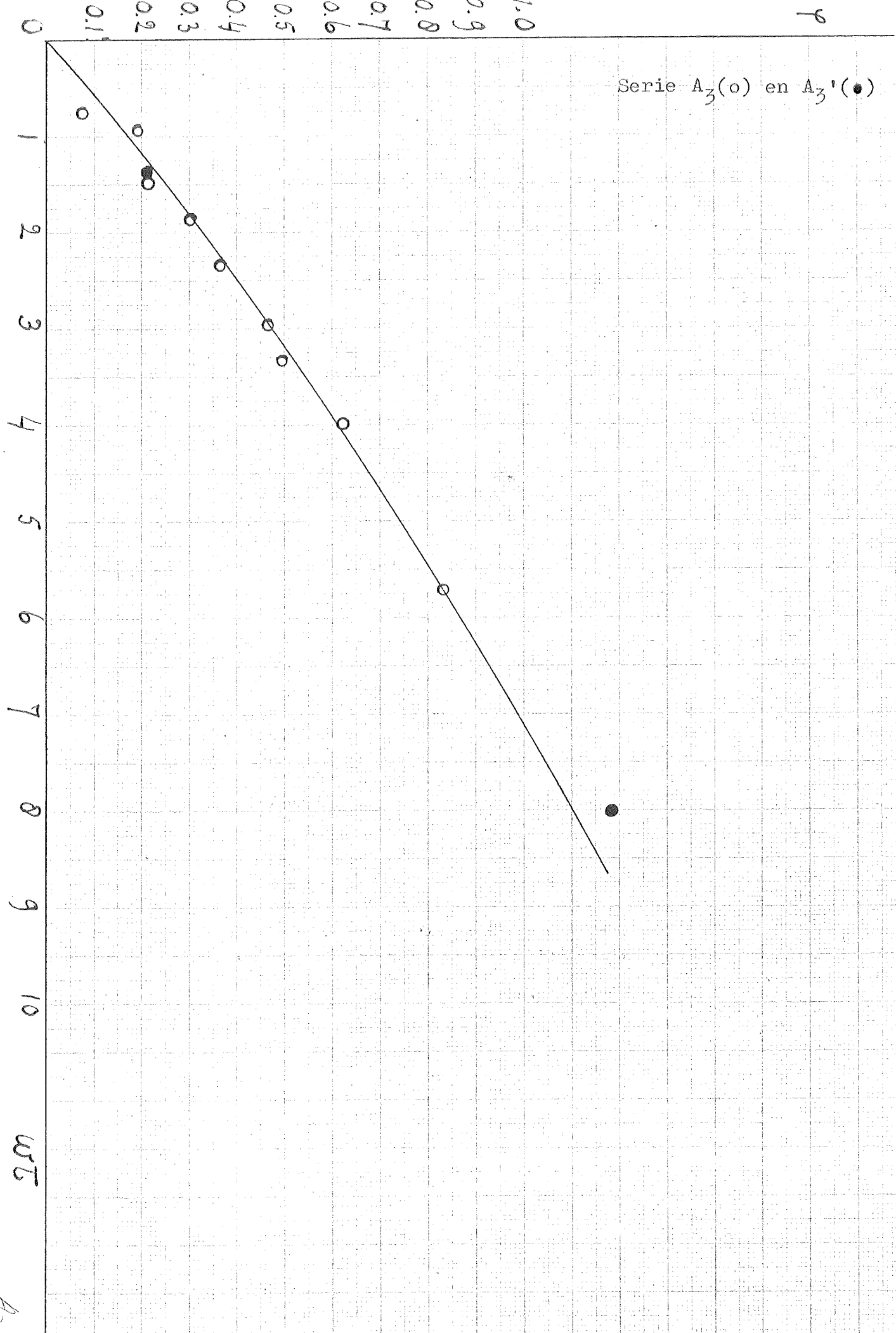
12



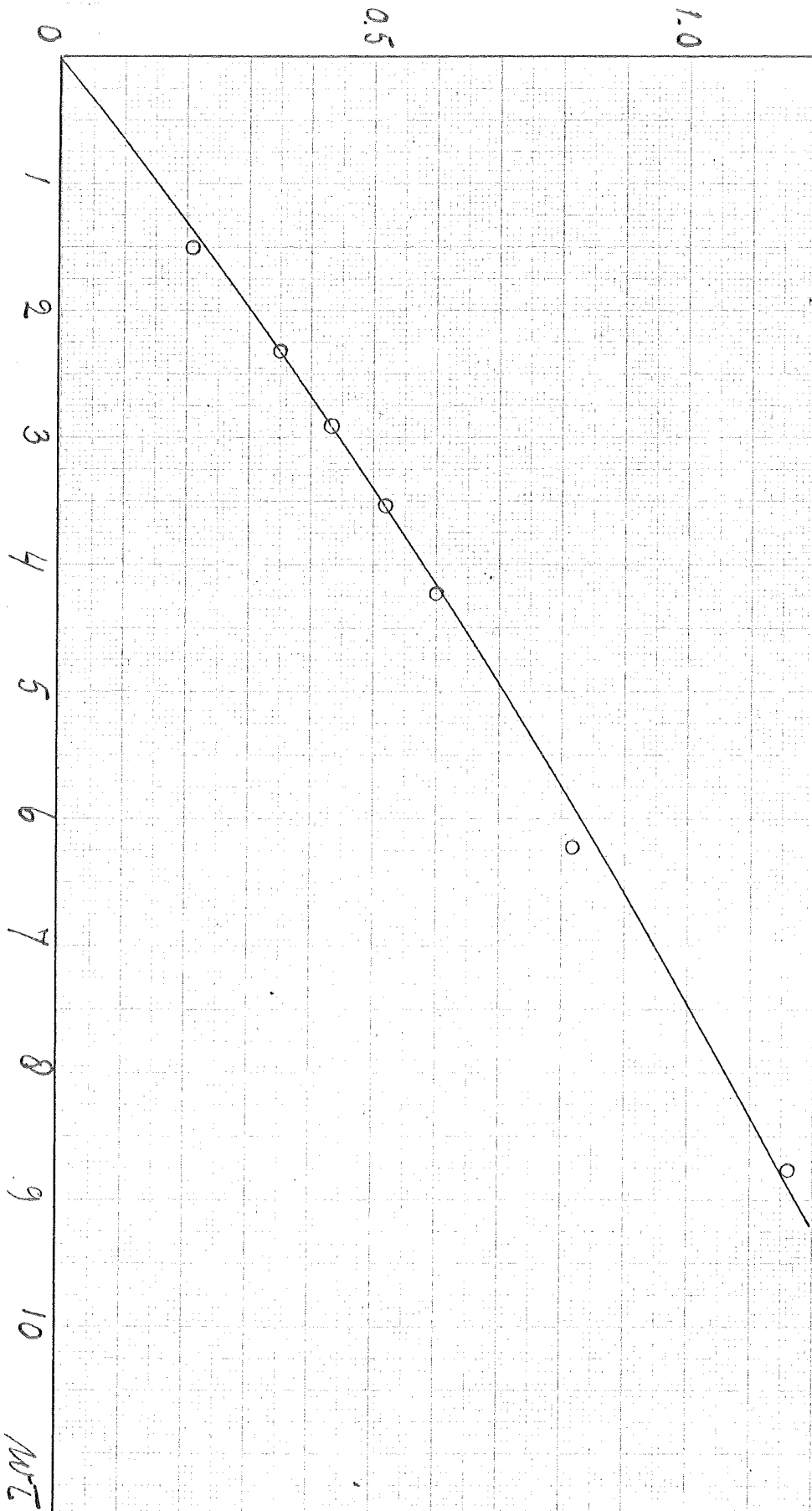
Serie A8

ϕ/ϕ_0





Serie M_4



6

1.0

0.5

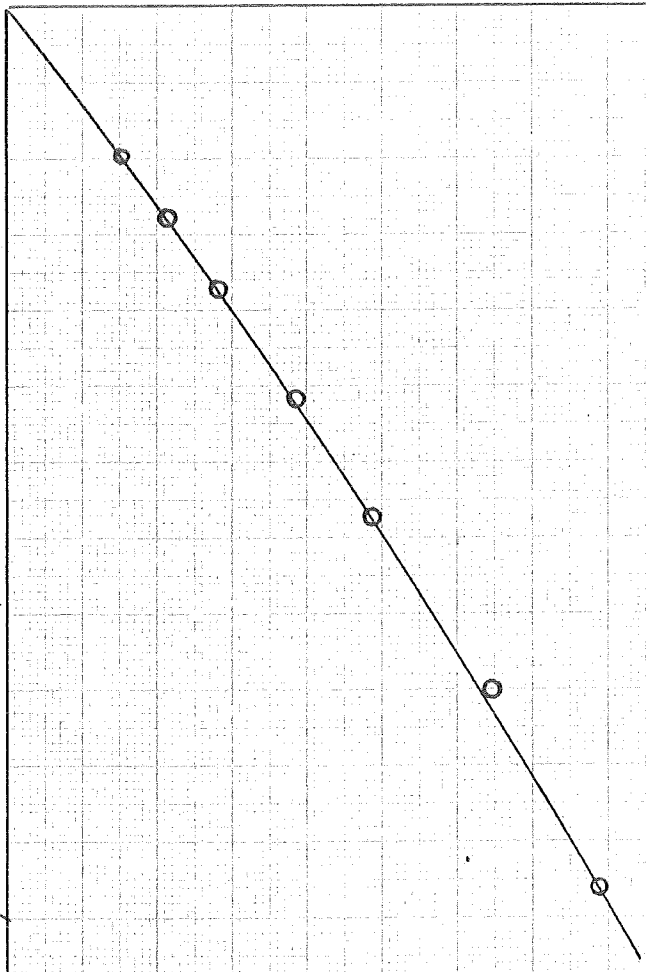
0

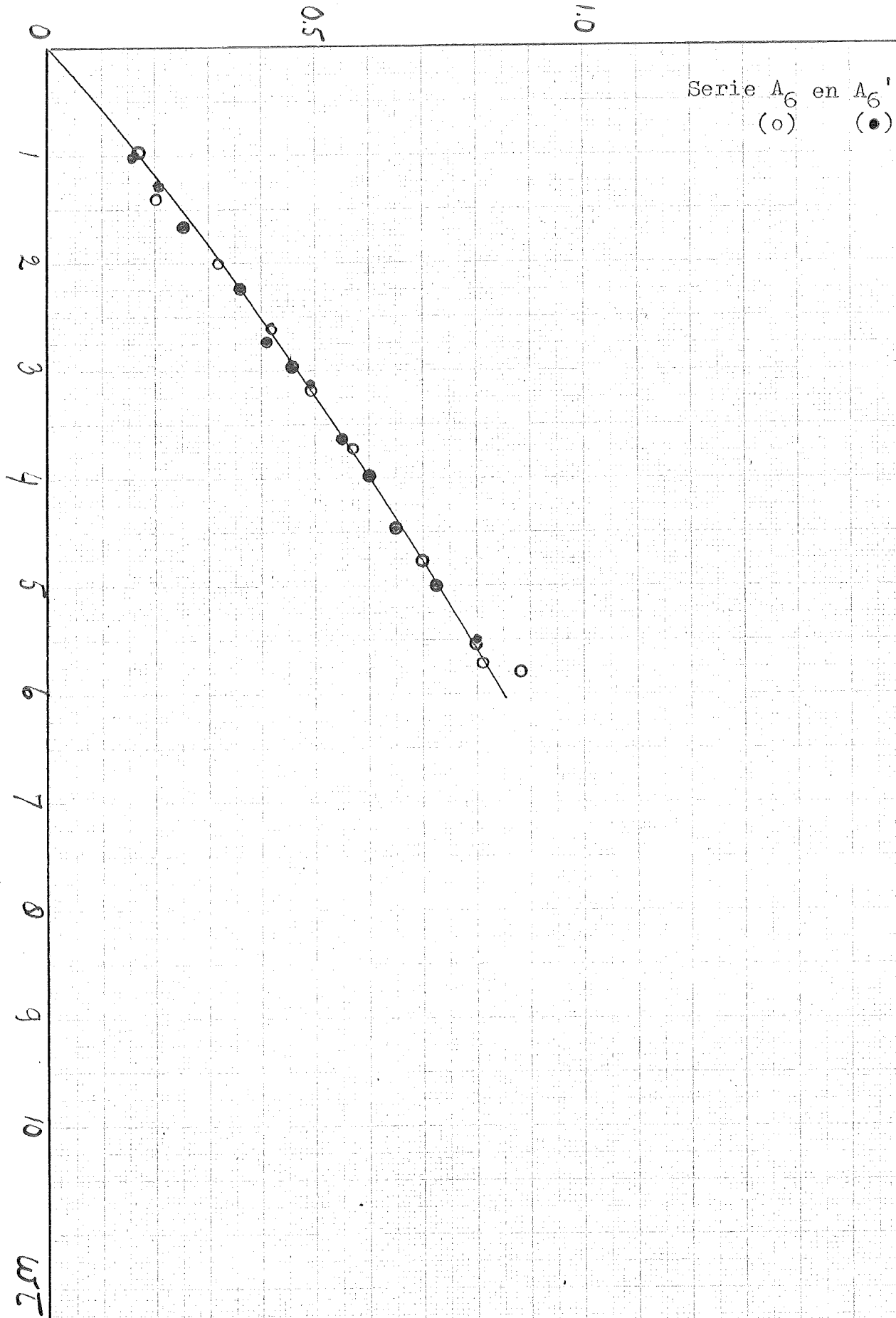
Serie A₅

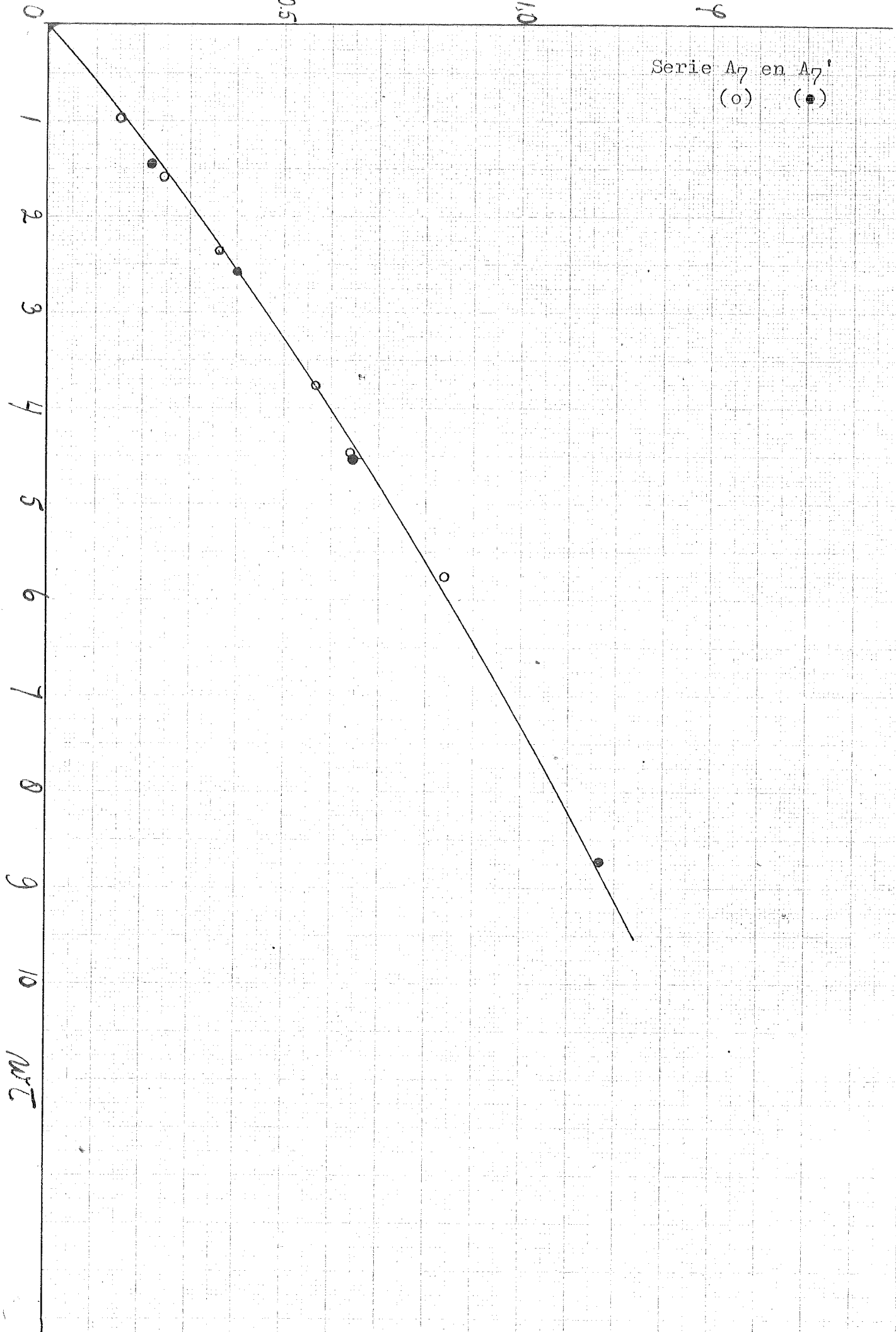
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10

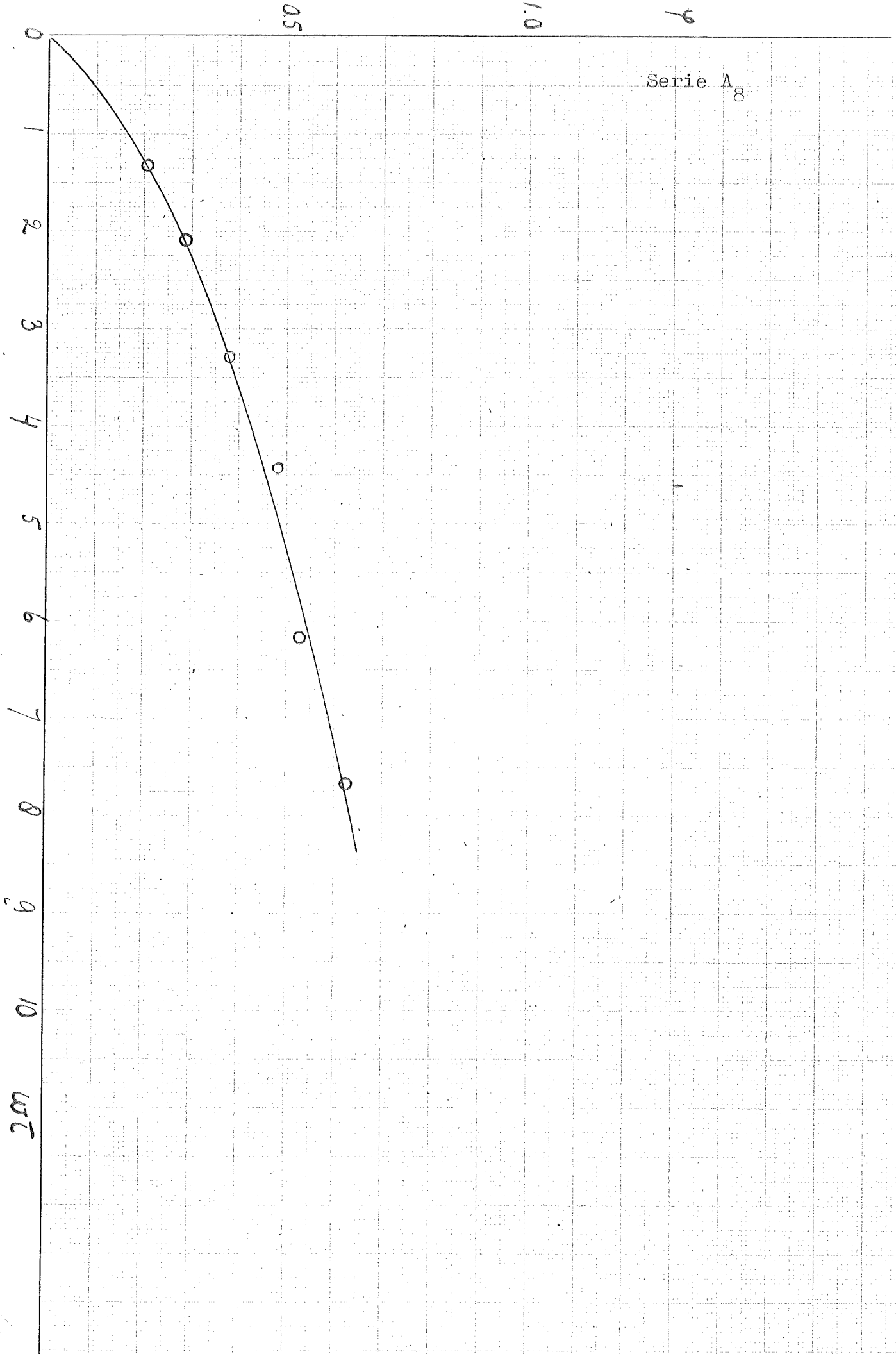
NOT

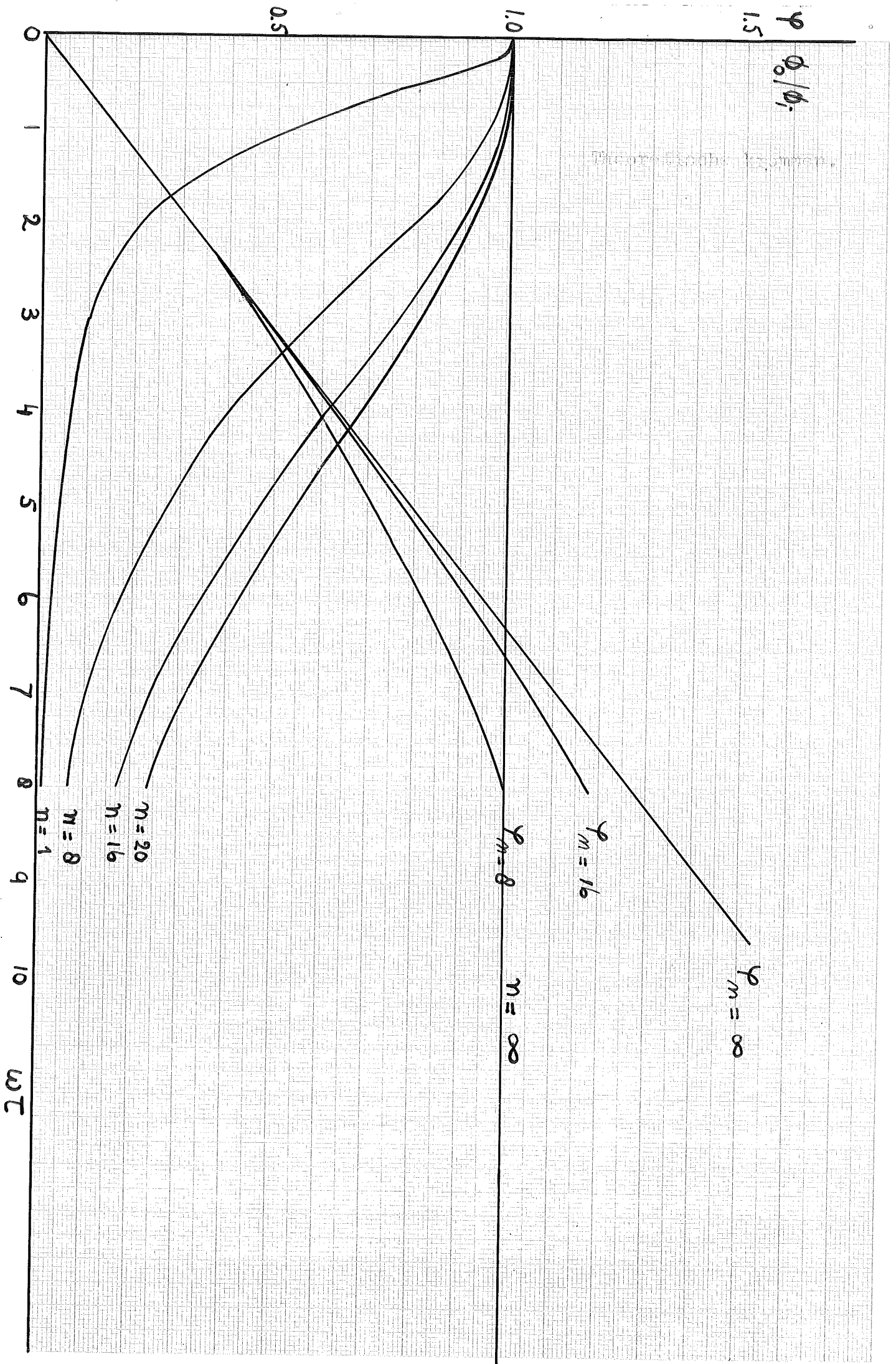
4/







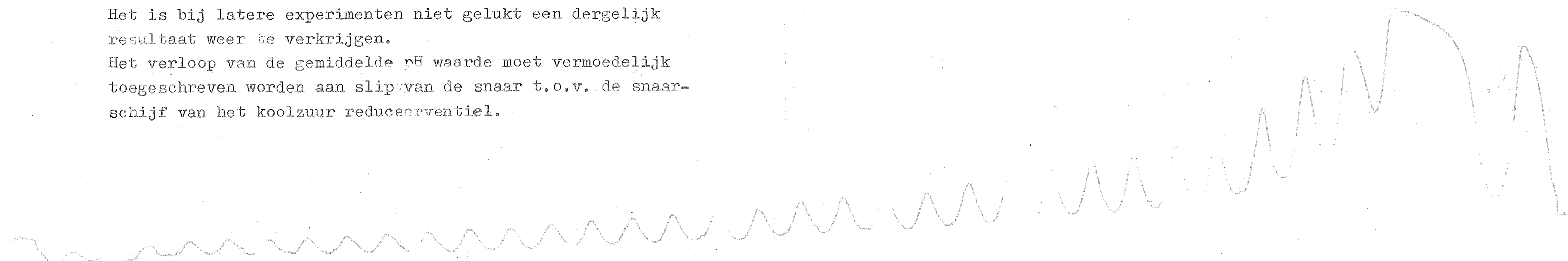


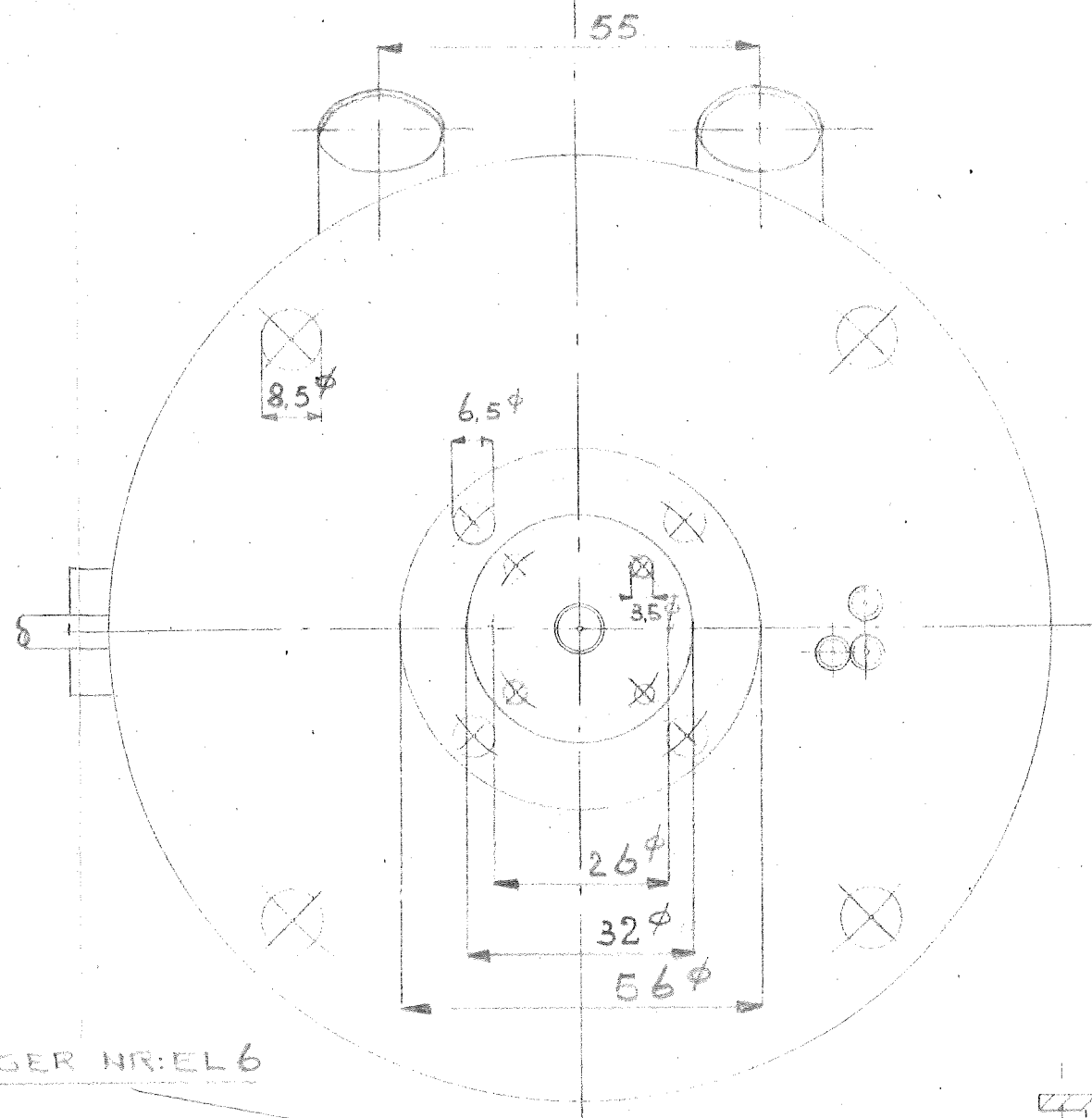
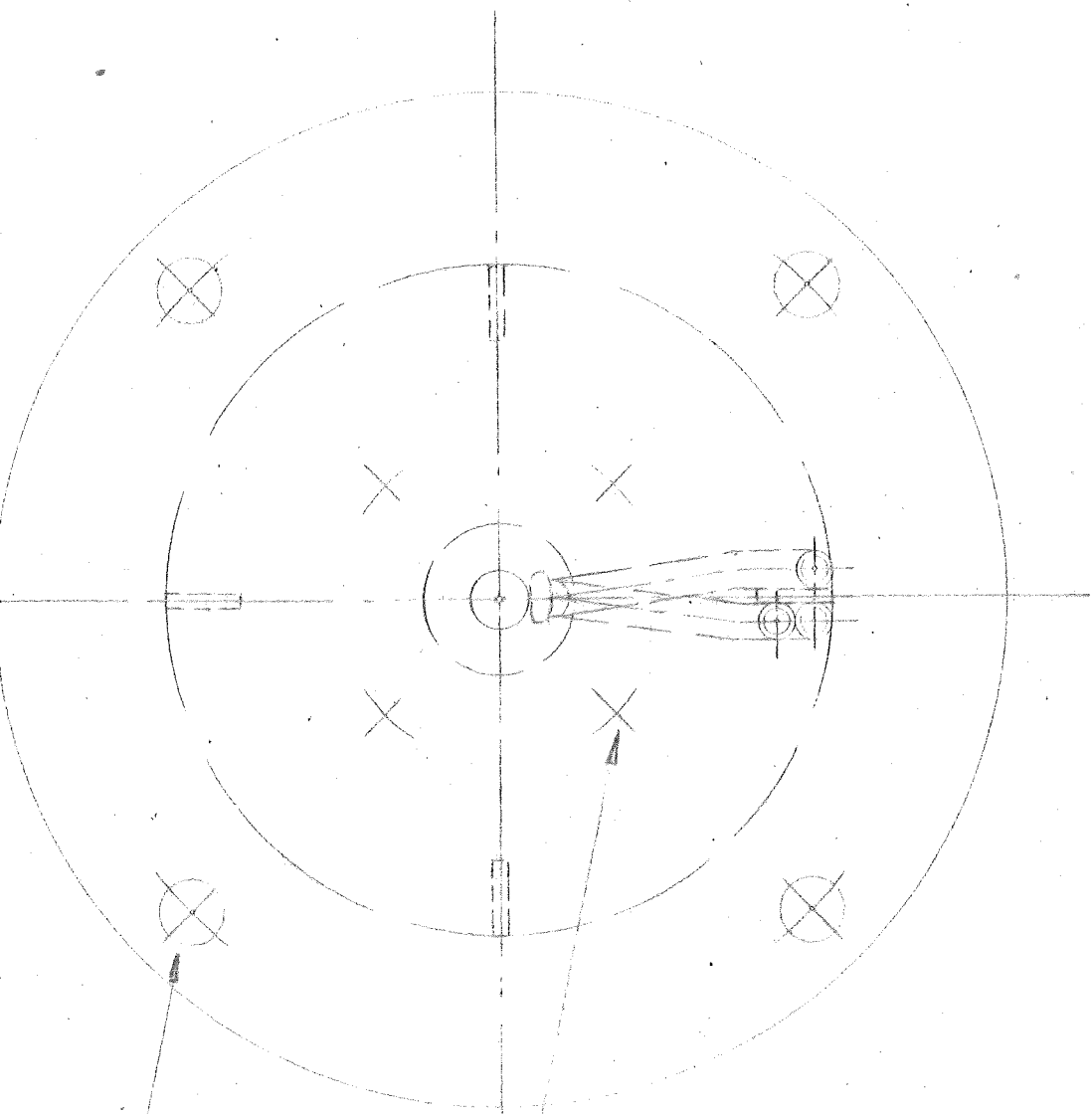


Voorbeeld van een "sinusvormig" veranderlijke pH, op de millivolt recorder opgenomen tijdens experimenten met de sinus dosering.

Het is bij latere experimenten niet gelukt een dergelijk resultaat weer te verkrijgen.

Het verloop van de gemiddelde pH waarde moet vermoedelijk toegeschreven worden aan slip van de snaar t.o.v. de snaarschijf van het koolzuur reduceerventiel.





KOGEL LAGER NR: EL 6

ENDE
TEN

1/4" TAPGATEN

KOPEREN RYP
INW: 5, UITW: 5mm

KLINGERIT. DIK 1mm

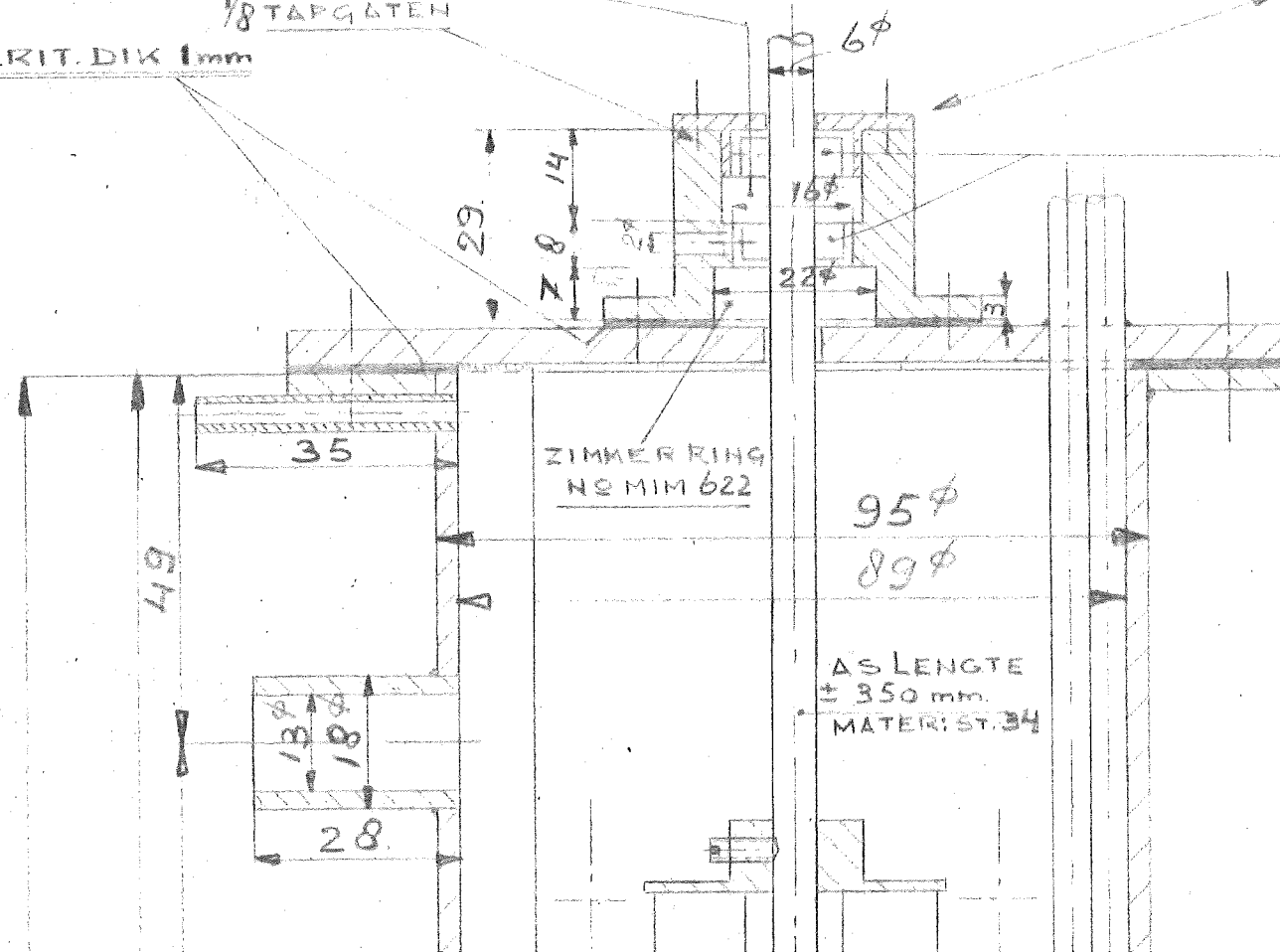
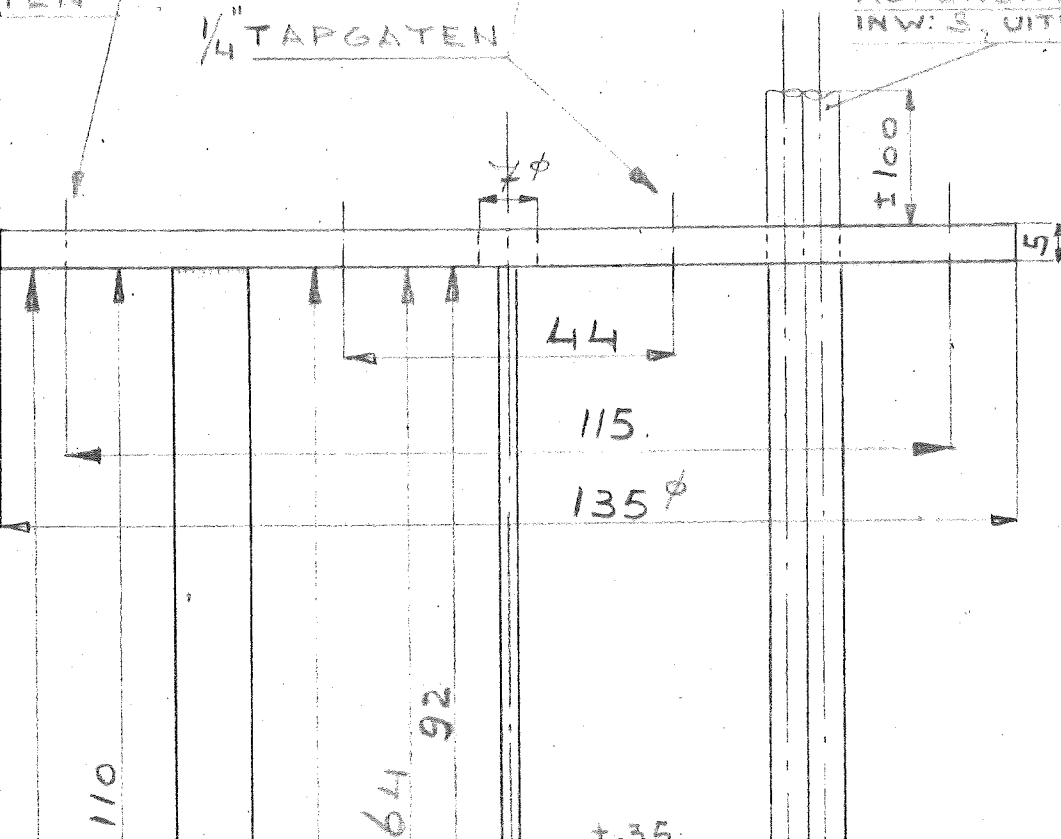
1/8" TAPGATEN

4-1/8" BOUTJES LANG 6mm

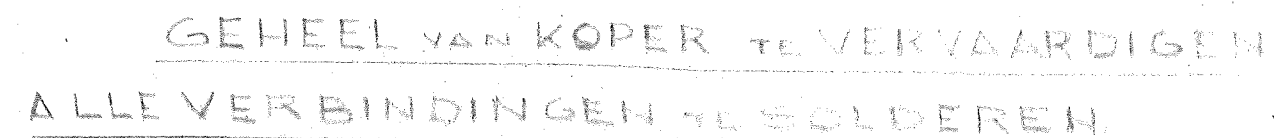
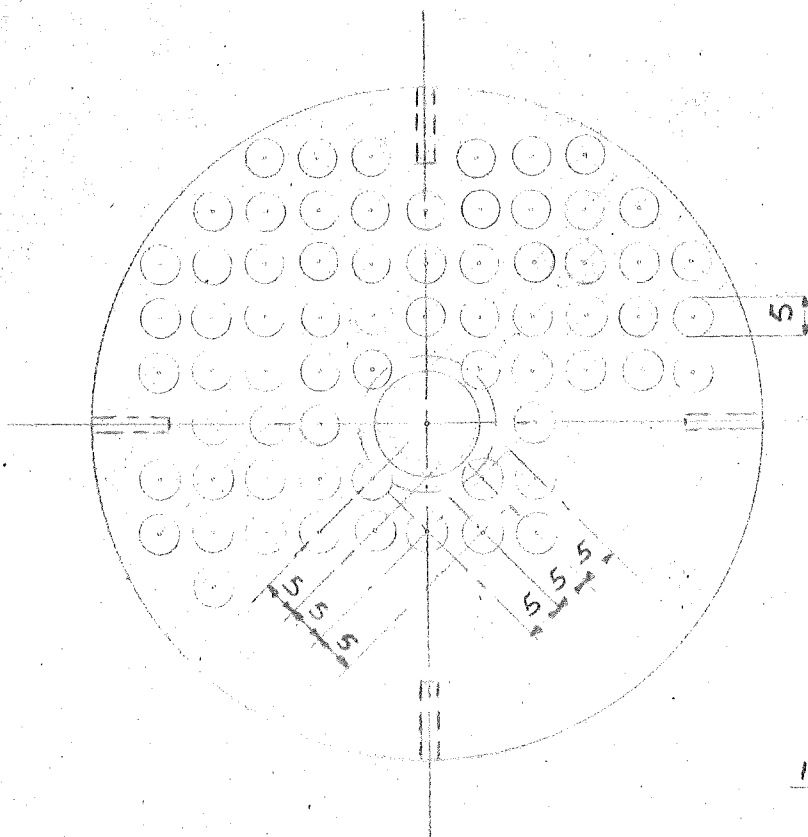
MAAT AANPASSEN
AAN AFMETING VAN
BUITEN RING KOEGL-
LAGER

1-1/8" STELSCHROEF
LANG 4mm

4-5/16" BOU-
TEN LANG 15mm



AS LENGTE
± 350 mm.
MATER: ST. 34



POS	BENAMING	AANTAL	MATERIAAL	OPMERKINGEN
SCHAKEL:	I/I	DATUM	OORZAKEN	
GRIJ:	<u>JHM</u>	29-8'50		
REACTIE VAT.				