

PROEFSTATION VOOR AARDAPPELVERWERKING GRONINGEN

VOCHTBEPALING BIJ AARDAPPELMEEL

WITH SUMMARY:

DETERMINATION OF THE MOISTURE-CONTENT OF
POTATO STARCH

VERSLAG OVER DE ONDERZOEKINGEN VAN DE COMMISSIE
VOCHTGEHALTE AARDAPPELMEEL
(1943—1948)

DOOR

DR A. H. A. DE WILLIGEN



STAATSDRUKKERIJ

UITGEVERIJBEDRIJF

VERSL. LANDBOUWK. ONDERZ. No. 54.18 — 'S-GRAVENHAGE — 1949

453754

INHOUD

I	VOCHTBEPALING BIJ AARDAPPELMEEL	3
1	Inleiding	3
2	Literatuur	4
3	Ligging van het evenwicht tussen zetmeel en vochtige atmosfeer	5
4	Snelheid van instelling van het evenwicht.	8
5	Overzicht van de beschikbare droogtoestellen	9
	a. gewone vrij ventilerende droogstoof	9
	b. het toestel Meihuizen	10
	c. de Brabender droogstoof	12
	d. de P_2O_5 -methode	12
6	Resultaten van de uitwisseling van monsters tussen verschillende laboratoria	14
7	Conclusie.	15
II	STANDAARDVOORSCHRIFT VOOR DE BEPALING VAN HET VOCHTGEHALTE VAN AARDAPPELZETMEEL (AARDAPPELMEEL)	16
	SUMMARY: DETERMINATION OF THE MOISTURE-CONTENT OF POTATO STARCH	18
	TABELLEN.	
	LITERATUUROPGAVE	

I. VOCHTBEPALING BIJ AARDAPPELMEEL

1. INLEIDING

Gedurende 1943 waren er ernstige moeilijkheden gerezen over de contrôle op het gehalte aan droge stof in het brood. Sommige bakkers weten het te lage gehalte aan een te hoog vochtgehalte van de bloem. De bloemfabrikanten op hun beurt vestigden de aandacht op de te sterke schommelingen in het vochtgehalte van het aardappelmeel, dat hun voor bijmenging in de bloem was verstrekt. Om deze schommelingen te beperken is toen als verkoop-voorwaarde gesteld, dat aardappelmeel met meer dan 21% vocht zou worden afgekeurd en dat er beneden 19% vocht, dus boven 81% droge stof, niet zou worden bijbetaald voor extra geleverde droge stof.

Daar a kwamen er nog klachten over de wijze van bepaling van het vochtgehalte.

Er waren twee methoden voor de vochtbepaling:

1. Het Aan- en Verkoopbureau voor Akkerbouwproducten had regels gesteld voor de bepaling van vochtgehalte van granen en broodbloem, waarbij gebruik gemaakt werd van een later te bespreken standaardmethode bij 80° boven P_2O_5 gedurende 24 uur en contrôle, resp. ijking door de Centrale Ijk- en Contrôledienst voor Vochtapparaten onder leiding van Ir K. LEENDERTZ te Wageningen.
2. De aardappelmeelindustrie bepaalde het vochtgehalte volgens een eigen methode, die in principe bij 105° werkte.

Deze beide methoden bleken niet tot dezelfde resultaten te leiden. Het Aan- en Verkoopbureau voor Akkerbouwproducten vond hierin aanleiding om aan haar contrôle-instantie voornoemd een nader onderzoek op te dragen. De Onder-vakgroep Aardappelmeelindustrie wenste over de conclusies van de Centrale Ijk- en Contrôledienst voor Vochtapparaten een nader advies van deskundigen en verzocht aan Prof. Dr O. DE VRIES, Voorzitter van de Aardappelmeel Studie Commissie, een Commissie van Onderzoek te vormen.

Deze Commissie werd als volgt samengesteld:

Prof. Dr O. DE VRIES,	Voorzitter van de Aardappelmeel Studie Commissie, <i>voorzitter</i> ,
Drs J. EEL,	Directeur van het Laboratorium Pannenburg en Doornbos te Groningen,
Dr J. A. FIJN VAN DRAAT,	Apotheker te Veendam,
F. L. P. KRIZKOVSKY,	Scheikundige van de N.V. W. A. Scholten's Aardappelmeelfabrieken te Hoogezand,
Ir M. VIASBLOM,	Scheikundige van het Coöp. Aardappelmeel Verkoopbureau der Verenigde Boerenfabrieken te Veendam,
Ir A. VCET,	Eigenaar van het Chemisch-Technisch Bureau Ir A. Voet te Groningen,
Dr A. H. A. DE WILLIGEN,	Scheikundige der Aardappelmeel Studie Commissie te Groningen, <i>Secretaris</i> .

Na een beraadslaging volgend op de installatie van deze Commissie en na een uitvoerig onderzoek door de zes leden en hun laboratoria, bleek de wenselijkheid om ook met andere deskundigen te overleggen en om tevens enige andere laboratoria in het onderzoek te betrekken. Daarom nodigde de Voorzitter, in zijn kwaliteit van Voorzitter der Landbouw-Nijverheidsorganisatie T.N.O., de volgende personen uit tot een gezamenlijke vergadering:

- Dr M. VAN EEKELEN, Directeur van het Centraal Instituut voor Voedingsonderzoek te Utrecht,
 Drs P. DEN HERDER, Scheikundige bij het Vezelinstituut T.N.O. te Delft,
 Dr J. VAN DER LEE, Directeur van het Station voor Maalderij en Bakkerij te Wageningen,
 Ir K. LEENDERTZ, Hoofd van de Centrale IJk- en Contrôledienst voor Vochtapparaten te Wageningen.

De Commissie kreeg, behalve door eigen onderzoek, inlichtingen over verwante vraagstukken bij droging van cellulose van Dr P. H. HERMANS, Directeur van de N.V. Onderzoekingsinstituut Research, Afd. Instituut voor Cellulose Onderzoek te Utrecht, en van Ir S. H. MEIUIZEN te Veendam.

Eventuele voortzetting van het werk van de Commissie Vochtgehalte Aardappelmeel is thans overgedragen aan de Normalisatie-Commissie no. 69, voor de normalisatie van beproevingsmethoden voor granen en graanproducten, ingesteld door de Hoofdc commissie voor de Normalisatie in Nederland.

De originele rapporten van de verschillende bovengenoemde medewerkers van de Commissie Vochtgehalte Aardappelmeel, met de detailcijfers van het onderzoek, liggen voor belangstellenden ter inzage in het Proefstation voor Aardappelverwerking te Groningen. Het volgende is een samenvatting van de belangrijkste resultaten van de onderzoekingen van deze Commissie, opgesteld door haar Secretaris, Dr A. H. A. DE WILLIGEN.

2. LITERATUUR

Over de vochtbepaling in zetmeel en zetmeelhoudende producten bleek bij de opzet van het onderzoek een omvangrijke literatuur te bestaan. Het is niet de bedoeling daarvan een volledig overzicht te geven. Wel is een lijst van de geraadpleegde werken bijgevoegd. Bij de bestudering daarvan werd het duidelijk, dat de onderzoekingen der Commissie zich niet behoefden te richten op de theoretische grondslagen, omdat deze over het algemeen reeds zeer voldoende bekend bleken te zijn. Men zal weliswaar in het overzicht der werkzaamheden proefnemingen op dit gebied aantreffen, maar deze waren in hoofdzaak een herhaling van reeds eerder gepubliceerde proeven van anderen. Het doel der herhaling was dan tweeërlei: in de eerste plaats wenste de Commissie zich te overtuigen, dat de betreffende effecten ook onder onze omstandigheden de beschreven orde van grootte hadden. In de tweede plaats bereikte men op deze wijze, dat de werkers van een achttal laboratoria grondig met de methoden vertrouwd raakten, beter dan te bereiken zou zijn door gestadige herhaling van één of enkele analysemethoden bij praktijkmonsters.

3. LIGGING VAN HET EVENWICHT TUSSEN ZETMEEL EN VOCHTIGE ATMOSFEER

Bij de praktische uitvoering van vochtbepalingen in een droogstoof merkt men op, dat het evenwicht tussen het zetmeel en de omringende atmosfeer sterk affangt van de temperatuur. Het geconstateerde effect wordt echter niet zozeer veroorzaakt door de verhoging van de temperatuur, dan wel door de verlaging van de relatieve vochtigheid van de kamerlucht, die in het toestel binnentreedt. Wanneer men dit laatste effect uitsluit door slechts lucht van een gecontroleerde, constante vochtigheidsgraad in het toestel binnen te laten, dan blijkt de invloed van de temperatuur op de ligging van het evenwicht zo klein te zijn, dat men ze voor alle praktische doeleinden kan verwaarlozen.

Enig cijfermateriaal hierover ontlelen we aan de later uitvoeriger te spreken gegevens over de P_2O_5 -methode, verstrekt door het CIVO. Bij deze methode is de invloed van de luchtvochtigheid geëlimineerd door met behulp van koud P_2O_5 de relatieve vochtigheid tot een zeer lage waarde te beperken. Het gemiddelde verschil tussen de bepalingen bij 80° en die bij 130° bleek 0.01% te zijn. Dit verschil was in statistisch opzicht niet significant (middellbare fout van het gemiddelde 0.011%).

Een proefneming van de N.V. W. A. Scholten's Aardappelmeelfabrieken met door P_2O_5 gedroogde lucht in het toestel Meihuizen geeft de indruk, dat ook het verschil tussen 137° en 175° te verwaarlozen klein is. Men constateerde namelijk een verschil van 0.09%, respectievelijk 0.16 en 0.21%. De opstelling voldeed echter nog niet geheel aan de eis van constant vochtgehalte, zodat het temperatuur-effect over dit traject ook vermoedelijk nog flink wat lager ligt dan 0.09%.

Wij mogen daarom bij de verdere behandeling van dit vraagstuk de temperatuur wel buiten beschouwing laten, mits we rekening houden met de vochtigheidsgraad van de lucht in de stoof en de beïnvloeding daarvan door de temperatuur.

Bij een organische stof zoals zetmeel, die door temperatuursverhoging gemakkelijk tot ontleding kan worden gebracht, mag men natuurlijk de bovenste grens van het te beschouwen temperatuurtraject niet onbepert verhogen. Het is bekend, dat men bij vele natuurproducten niet hoger dan 80° mag gaan en dat men bij granen boven 130° moeilijkheden krijgt. Bij hogere temperatuur krijgt men dan geen nauwkeurige evenwichtsinstelling en bij herhaalde verwarming bereikt men steeds hogere waarden voor het gewichtsverlies. Bij gemakkelijk oxydeerbare stoffen treedt in een luchtstroom ook wel een gewichtsvermeerdering op. In beide gevallen constateert men gewoonlijk ook andere veranderingen: witte bloem van granen wordt bruin, gedroogde aardappelen krijgen een bittere smaak. Voor zuiver zetmeel noemen NELSON en HULITT 184° als maximum, waarbij nog geen ontleding optreedt.

Over de instelling van het evenwicht bij een temperatuur van 175° verstrekte de N.V. W. A. Scholten's Aardappelmeelfabrieken een reeks van gegevens. Deze zijn in tabel 1 vermeld. Gemiddeld vindt men bij supra een gewichtsverlies van 0.03% per uur verwarming. Aangezien de instelling van het evenwicht bij voldoende ventilatie bij deze temperatuur meestal reeds in 15—20 minuten plaats vindt en nooit langer duurt, dan 30 minuten, kan men dit verschil gevoeglijk verwaarlozen. Bij lagere temperaturen is het verlies geheel zonder belang.

Bij monsters van mindere kwaliteit, die enigszins met eiwitstoffen verontreinigd zijn, is de evenwichtsinstelling minder scherp. Als gemiddelde voor enige tertia's geeft tabel 1 een verlies van 0.13% voor een uur verwarming op 175°, wat dus niet meer een te verwaarlozen invloed heeft. Beneden 137° echter zijn alle monsters tot een voldoende constant gewicht te brengen.

Als bewijs, dat bij 130° en daar beneden een voldoende scherp eindpunt optreedt, volgen hier nog enige resultaten, verkregen door de andere commissieleden. Het laboratorium van het Aardappelmeel Verkoopbureau onderzocht 50 monsters bij 130° en 120° in een Heraeus-droogstoof. De resultaten zijn vermeld in tabel 2. Maximale afwijkingen der vermelde gemiddelden 0.03%.

Dr M. VAN EEKELEN en Drs J. VAN DE KAMER gebruikten hun later te beschrijven snelle uitvoeringswijze van de P_2O_5 -methode tot een temperatuur van 140°. Zij droogden twee schuitjes, gevuld uit één monster handelsmeel, gedurende enige uren en bepaalden het gewichtsverlies. Verdere verwarming gedurende 2×24 uur gaf dan nog slechts 0.04% verlies bij het ene schuitje, terwijl het andere 0.01% in gewicht toenam.

Ir LEENDERTZ voerde bepalingen uit aan 9 monsters prima secunda en 9 monsters tertia in het toestel Meihuizen. De resultaten zijn vermeld in tabel 3.

Uit latere onderzoeken, aangevangen door de Aardappelmeel Studiecommissie en beëindigd door het Proefstation voor Aardappelverwerking, is komen vast te staan, dat men bij langdurig bewaarde zetmelen voorzichtig moet zijn met verhitting tot 175°. Enige monsters, die vijf jaar in het laboratorium hadden gestaan en waarin een aanmerkelijke hoeveelheid vrij fosfaat viel aan te tonen, verkleurden sterk tijdens de verwarming en kregen een wat brandige reuk en smaak.

Bij granen daarentegen is het gewichtsverlies bij verwarming op 175° 0.3—0.6% per uur.

Samenvattend mogen wij concluderen, dat er bij verwarming van zuiver aardappelzetmeel van recente productie tot 175° geen omzettingen plaats vinden, die de vochtbepaling in practisch opzicht kunnen beïnvloeden. Voor verontreinigde en oudere monsters is de invloed klein, maar niet geheel te verwaarlozen. Bij 137° krijgen alle monsters een voldoende constant gewicht. Mengsels van aardappelzetmeel met graanmelen kunnen verwarming boven 140° niet verdragen.

Bij de bespreking van de invloed van de relatieve vochtigheid van de lucht vatten we nu de proeven bij alle temperaturen samen. Het klassieke voorbeeld van de verandering der evenwichten is het onderzoek van VAN BEMMELLEN aan kiezelzuurgel, voor zetmeel herhaald door RAKOWSKY (8). Men vergelijkte ook de beschouwingen van KATZ (1).

Bij kiezelzuurgel hangt het evenwicht geheel af van de voorgeschiedenis van het preparaat. Wel is de adsorptie van water aan dit gel een reversibel proces, maar het is niet onverschillig langs welke weg een bepaalde vochtigheidstoestand wordt benaderd. Uitgaande van een preparaat met hoog vochtgehalte en zich bewegende in de richting van een dalende vochtigheidsgraad der atmosfeer krijgt men een instelling van het evenwicht, die bij grafische voorstelling een s-vormige curve oplevert. Met het droge preparaat terugkomend in een vochtiger atmosfeer neemt dit water op. Maar de toeneming van het

gewicht is niet zo groot, dat bij elke bepaalde vochtigheidsgraad dezelfde curve weer wordt bereikt, hoe lang men ook wacht. De grafische voorstelling geeft een eveneens S-vormige curve, die alleen bij begin en eind met de eerste samenvalt. Eerst bij zeer hoge relatieve vochtigheid krijgt men de oorspronkelijke toestand terug. En dan kan men uitgaande van dit vochtige preparaat dezelfde evenwichtsstanden bereiken als de eerste maal, door het in lucht van lagere vochtigheidsgraad te brengen. De curven van RAKOVSKI voor zetmeel zijn van dezelfde vorm.

Voor een praktische vochtbepaling is deze invloed van de voorgeschiedenis („hysteresis”) niet van heel groot belang, omdat men daarbij het vochtgehalte ongeveer langs de eerstgenoemde curve doet dalen naar een gebied, waar beide curven practisch samenvallen. Bij geen enkele der onderzochte mogelijkheden gaf hysteresis een afwijking die meer dan de normale proeffout (0.1%) bedroeg.

Na een bespreking van de invloed van verschillende factoren, die geen grote praktische betekenis hebben, komen wij nu aan de belangrijkste variabele, de relatieve vochtigheid van de lucht in de droogstoof.

Aangaande de evenwichten bij betrekkelijk hoge relatieve vochtigheid vindt men voldoende cijfermateriaal bij RAKOWSKI (8). Tabel 4 ontleent enkele cijfers aan dit onderzoek. Bij een relatieve vochtigheid, die tot 100 nadert, kan het vochtgehalte in het zetmeel tot omstreeks 26% oplopen:

Om een indruk te geven van de variaties, die zich in de praktijk zouden kunnen voordoen, geven we in tabel 5 een aantal berekende waarden voor de relatieve vochtigheid in stoven met temperaturen variërende van 80 tot 175°. Ten aanzien van de lucht in de stoof is rekening gehouden met de variaties, die practisch kunnen voorkomen. Daarbij is een relatieve vochtigheidsgraad van 95% bij 20° als hoogste gesteld. Hogere absolute watergehalten zal men niet licht aantreffen. Wel komen 's zomers geregeld hogere kamertemperaturen voor, maar dan krijgt men binnen een gebouw meestal een wat minder hoge verzadigingsgraad. Anderzijds is gerekend met een absolute vochtigheid, zoals ze bij vriesweer in koude vertrekken voorkomt.

Over de invloed van de verschillende relatieve vochtigheid in de stoof zijn een aantal directe en indirecte proeven genomen. De directe proef werd uitgevoerd in het laboratorium der Aardappelmeel Studiecommissie. Men werkte hiervoor met het toestel MEIHUIZEN. Daarbij moest er vooral voor gezorgd worden dat de circulatie in het toestel niet te sterk werd beperkt. Verschillende opstellingen werden hierop beproefd door doorblazen van rook en daaruit koos men de volgende apparatuur:

De koperen aanvoerbus van het toestel MEIHUIZEN (inw. 10 mm; oud toestel voor gasverwarming) werd verlengd door er met een gummimanchet een even wijde glazen bus van ongeveer 20 cm lengte aan te koppelen. Deze mondde uit op 2 à 3 cm van de bodem van een 90 mm wijde cylinder, die met grof chloorcalcium of met nat grint was aangevuld. De lucht passeerde dus een laag van 20 cm van het conditioneringsmiddel. De relatieve vochtigheid van de door nat grint gezogen lucht schatte men met een haarhygrometer op 90 à 95%. Boven chloorcalcium daalt het vochtgehalte tot beneden 20%, maar het is niet zeker dat deze waarde bij de gekozen opstelling ook werkelijk wordt bereikt.

In tabel 7 vindt men het resultaat van de conditionering ten aanzien van

het gevonden vochtgehalte. Bij 76° en bij 100° leiden de aangebrachte verschillen in ventilatie tot geheel ontoelaatbare schommelingen in de vochtbepalingen. Bij 128° beperken deze zich tot 0.1% maar ook daar zijn ze dus nog wel van belang. Eerst bij 175° vallen ze weg tegenover de andere werkfouten.

Bij aardappelmeel, dat droging bij hoger temperatuur blijkens het voorgaande voldoende verdraagt, zal men dus bij voorkeur een flink wat hogere temperatuur dan 128° nemen.

Als indirecte proefnemingen vergelijken we de cijfers die door de andere leden verkregen werden door in één apparaat verschillende temperaturen te gebruiken.

Het laboratorium van het Avébé werkte bij 105°, 120° en 130° in dezelfde stoof. De gemiddelde cijfers komen voor in tabel 7. Het verschil tussen 120° en 130° (een daling in relatieve vochtigheid van 0.2 à 0.3%) is nog duidelijk merkbaar in het resultaat.

Het laboratorium PANNENBORG en DOORNBOS werkte in eigen toestel bij 128—130° en bij 105°. Als gemiddelde van 23 monsters werd bij 105° gevonden 19.17%, bij 120—130° 19.42%.

De Commissie kwam op grond van dit cijfermateriaal tot de conclusie, dat bij aardappelzetmeel het gebruik van een vrij ventilerende droogstoof alleen nauwkeurige waarden oplevert, wanneer temperaturen boven 140° worden gekozen. Een bepalingsmethode bij 128—130° kon dan ook niet als standaardmethode worden aanbevolen. Dit sluit echter niet uit, dat men voor praktijkdoeleinden bij deze temperatuur waarden van voldoende nauwkeurigheid zou kunnen bereiken. Het gebruik van een dergelijke, op de door de Cycova aanbevolen wijze geijkte methode is voor fabriekscontrole dan ook aanvaardbaar. Droging bij 105° daarentegen moet onder alle omstandigheden worden afgeraden.

4. SNELHEID VAN INSTELLING VAN HET EVENWICHT

De temperatuur, waarbij de droging van het zetmeel wordt uitgevoerd, moge geen invloed van betekenis hebben op de ligging van het evenwicht, de snelheid van instelling van het evenwicht wordt des te groter, naarmate de temperatuur hoger is.

Deze snelheid is bij kamertemperatuur zo klein, dat er enige dagen gemoeid zijn met het bereiken van een evenwicht, onafhankelijk van de wijze van uitvoering der proef. Uitspreiding van het te onderzoeken materiaal in een zeer dunne laag geeft geen verbetering van betekenis. Het maakt de indruk, dat de diffusie in de korrels zelve de beperkende factor is.

Ook bij 80° verstrijkt er geruime tijd met de instelling van het evenwicht. Bij de later te bespreken standaardmethode is door toepassing van een vacuum de snelheid van diffusie zoveel mogelijk vergroot, terwijl door de vorm van de buis en door de verwarming daarvan het transport van de waterdamp naar het schuitje met P_2O_5 sterk wordt versneld. Desondanks is er met de uitwisseling van het water tenminste drie uur gemoeid, zoals blijkt uit fig. 1, ontleend aan gegevens van Dr M. VAN EEKELEN en Drs J. H. VAN DE KAMER. Voor de standaardmethode is daarom veiligheidshalve een verwarmingsduur van

16 uur, gevolgd door een contrôleperiode van 6 uur, noodzakelijk geacht. Eerst bij 130° neemt de snelheid zodanig toe, dat men tot een practische werkwijze komt.

Fig. 1. Apparaat voor de vochtbepaling volgens de standaardmethode.

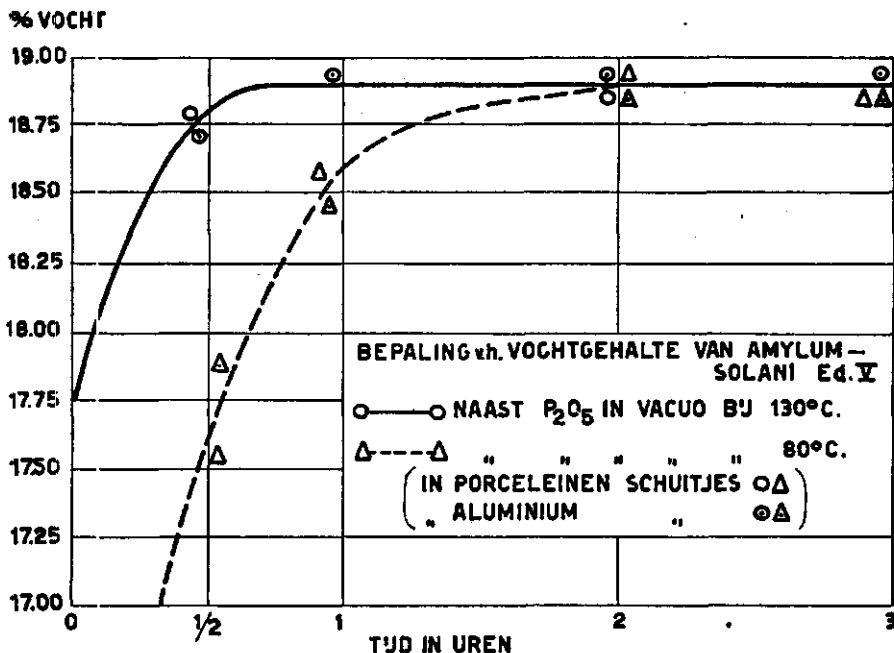


Fig. 1. Apparatus for the $80^\circ P_2O_5$ method.

Deze genoemde tijden zijn alleen te bereiken, wanneer aan de circulatie van de waterdamp grote aandacht wordt besteed. Niet elke laboratorium-droogstoof is in dit opzicht bruikbaar. In de volgende paragraaf zullen wij aan dit punt verdere aandacht geven. Hier mag reeds worden opgemerkt, dat bij de bespreking der toestellen verschillende gevallen werden aangevoerd, waarin door onvoldoende ventilatie aanmerkelijk te lage uitkomsten werden gevonden.

5. OVERZICHT DER BESCHIKBARE DROOGTOESTELLEN

a. Gewone vrij ventilerende droogstof.

Uitvoering van de vochtbepaling in een gewone droogstoof in doosjes met opgeslepen deksel lijkt in bepaalde opzichten aantrekkelijk. De toestellen zijn niet al te kostbaar, ze kunnen tevens voor vele andere doeleinden worden gebruikt. Men kan zich bij de uitvoering houden aan de voorzorgen, die bij alle gravimetrische analyses gebruikelijk zijn ten aanzien van inweging, afkoeling, terugweging der doosjes met inhoud.

Als nadelen mogen genoemd worden:

Bij aardappelmeel moet men aan de afsluiting van het deksel zeer hoge eisen stellen. Anderzijds moet het deksel toch zodanig zijn opgeslepen, dat het deksel bij afkoeling zich niet vastzuigt. Het deksel moet worden opgelegd onmiddellijk nadat het weegglas uit de droogstoof genomen wordt. Het blijkt nodig te zijn zeer hoge eisen te stellen aan de ventilatie van de stoof. Bij verschillende laboratoria was voor dit doel in gebruik een rond model, fabrikaat Heraeus. De circulatie in dit toestel schiet te kort. De droogtijd moet bij sommige van deze toestellen flink wat groter genomen worden dan bij de verder te bespreken typen. Ook moet gewaarschuwd worden tegen overlading, waartoe men zich in stoven van ruime afmetingen allicht laat verleiden. Men dient zich dus bij de ingebruikneming van gewone stoven door proefnemingen op de hoogte te stellen van de duur der verwarming, die nodig is voor het verkrijgen van constant gewicht. Bovendien is het ten zeerste gewenst, zich door vergelijking met andere uitvoeringsmethoden — en zo nodig door uitwisseling van monsters met andere laboratoria — op de hoogte te stellen van eventuele fouten der gekozen opstelling.

Een verbeterde uitvoering van de normale vrij ventilerende droogstoof is in gebruik bij het Laboratorium PANNENBORG en DOORNBOS te Groningen. Aangezien dit toestel niet in de handel verkrijgbaar is, behoeven we geen uitvoerige beschrijving ervan op te nemen. De gebruiker is bereid tekeningen ter inzage te geven.

Door de ventilatie zeer ruim te kiezen, benevens door een praktische opstelling der weegdoosjes, zijn de bovengenoemde bezwaren geheel ondervangen. Het toestel werkt bij 105° . Uit de uitgewisselde resultaten blijkt, dat de betrouwbaarheid (in aanmerking genomen de evident te lage droogtemperatuur) voldoende is. Het is mogelijk het apparaat bij 130° te gebruiken door een vulling van een vloeistof met overeenkomstig hoger kookpunt dan water.

b. Het toestel Meihuizen.

De laboratoria, die speciaal op onderzoek van aardappelmeel zijn ingesteld, geven de voorkeur aan het toestel Meihuizen. Voor een beschrijving mag worden verwezen naar MEIHUIZEN (5). Het toestel kan bij elke gewenste temperatuur worden gebruikt, door het te vullen met een vloeistof, die bij die temperatuur kookt. Het is vroeger steeds geleverd met gasverwarming. Over het algemeen voldoet deze uitvoering uitstekend, maar wanneer men te kampen heeft met een sterke wisseling van de gasdruk kunnen moeilijkheden optreden. Een plotselinge verhoging van de druk leidt dan allicht tot overkoken, zelfs tot droogkoken. Bij vulling met organische vloeistoffen zoals het door de constructeur aanbevolen dichloorbenzol is dit zeer onaangenaam en kostbaar.

De octrooihouder heeft daarom een elektrische uitvoering in de handel gebracht, doch deze voldeed aanmerkelijk slechter door de mindere kwaliteit van de verwarmingselementen. Een betere uitvoering is in voorbereiding.

Als voordelen van dit apparaat mogen genoemd worden de weinig kostbare uitvoering, de soliditeit der constructie en het gebruik van zeer eenvoudige metalen weegdoosjes. De ventilatie is uitstekend vooral bij temperaturen van

130° en hoger. Het gehele apparaat werkt als schoorsteen, terwijl de lucht door een vernuftige indeling der ruimte gedwongen is langs alle doosjes te strijken.

De doosjes staan boven elkaar en staan dus niet op een gelijkwaardige plaats. Het onderste doosje krijgt de geheel verse lucht. Bij aanhouding van de voorschriften aangaande de vulling van de vloeistofmantel en de duur der bepaling geeft dit niet tot meetbare verschillen aanleiding. Bij onvoldoende vulling met het technische mengsel van isomeren van dichloorbenzol krijgt men temperatuurverschillen ten gevolge van vervluchtiging van de laagst kokende isomeer. Bovendien wordt dan in het toestel met gasverwarming de wand boven de vloeistofspiegel te warm, waardoor de onderste doosjes aanbranden.

Het gebruik van metalen weegdoosjes maakt het noodzakelijk de weging afzonderlijk te bespreken. Bij de deelnemende laboratoria waren drie methoden in gebruik:

1°. Plaatsing der doosjes in een gewone exsiccator naast P_2O_5 , weging na afkoeling (omstreeks 10 min.). Deze methode is weinig exact. Het fosforpentoxyde bedekt zich bij het inplaatsen der doosjes met een laagje vervloeid materiaal, is daardoor weinig actief en is niet in staat de lucht binnen 10 minuten weer voldoende te drogen. Het zetmeel krijgt daardoor gelegenheid door de kieren van het metalen doosje heen water op te nemen. Het resultaat hangt af van het al of niet sluiten van het doosje. Vooral na enig gebruik is de afsluiting van de vroeger bij het apparaat geleverde doosjes niet voldoende. Van de later geleverde ijzeren doosjes is de deksel te wijf.

Er werd getracht, door extrapolatie een correctie te vinden voor de gemaakte fout. De dan toegepaste correcties lagen dan soms ver boven 0.1% wat niet toelaatbaar geacht moet worden.

2°. Plaatsing der warme doosjes in een weegdoosje met ingeslepen stop. Dit brengt enige verbetering maar is niet afdoende. Hoe beter de stop sluit, des te groter is het gevaar dat het gehele te wegen aggregaat luchtledig blijft, waarmede een aanzienlijke fout wordt ingevoerd.

3°. Warm terugwega onder aanbrengen van een correctie voor de daarbij gemaakte fout. Deze correctie werd proefondervindelijk bepaald door wegingen met aardappelmeel en zand, terwijl tevens berekend werd hoeveel ze zou moeten bedragen wegens het lagere s.g. van de lucht in het doosje. Voor de bijgeleverde doosjes met inhoud 20 cm³ is de correctie bij 175° 8 à 10 mg, op 2 g inwicht maakt dit dus 0.4—0.5% uit.

De Aardappelmeel Studiecommissie liet voor dit doel weegdoosjes aanmaken met aanmerkelijk kleinere inhoud, n.l. 10 cm³. Voor deze doosjes zou de correctie dus 0.2 à 0.3% bedragen.

In werkelijkheid wordt het verschil tussen de weging van warme en koude doosjes aanmerkelijk kleiner. Men behoeft het deksel niet in het toestel te plaatsen (en men zal dit ook stellig nooit doen, omdat de plaatsruimte daarvoor veel te klein is). De gemiddelde temperatuur van doosjes en deksel samen is maar hoogstens 100°, zodat de correctie daarmede terugloopt tot 0.1 à 0.15% (voor het kleinste model doosje).

Er is o.i. ook geen bezwaar om de doosjes een tiental seconden op een aluminiumblok te zetten, waardoor ze tot 50 à 60° afkoelen (b.v. zoals beschreven door SANDSTEDT (9)). Hierdoor loopt de correctie terug tot beneden 0.1% en

is daarmee tot een acceptabele waarde teruggebracht. Direct warm terug wegen der schaaltes is stellig nog de meest betrouwbare van de drie genoemde methoden. Er zal echter aan de wijze van bepaling der correctie meer aandacht besteed moeten worden.

c) *De Brabender droogstoof*

Het apparaat werkt met geconditioneerde lucht bij 130° . Het voornaamste verschil met de gewone droogstoven is de manier, waarop de weging wordt uitgevoerd. De balans is namelijk in de stoof ingebouwd. De droogschaltjes staan in een cirkelvormig rek opgesteld, dat van buiten af bewogen kan worden om elk schaltje onder de balans te brengen. Bij het loskoppelen van de balansarrétatie brengen drie metalen stiften, verbonden met de balans-arm, het betreffende doosje omhoog en maken het vrij van het rek.

De weging in de geconditioneerde ruimte zelf is een groot voordeel. De hier te lande afgeleverde exemplaren hebben echter het nadeel, dat de nauwkeurigheid van de balans alleszins te wensen laat en dat men de schaal van het apparaat van streep tot streep zou moeten iken.

d) *De P_2O_5 -methode*

Een nauwkeurig voorschrift is opgenomen als aanhangsel.

De enig theoretisch juiste methode van droging is die, waarbij de lucht met fosforpentoxyde geconditioneerd wordt. Het apparaat hiervoor is afgebeeld in fig. 2 en is ontleend aan PREGL.

Fig. 2. Snelheid van instelling van het evenwicht bij 80° en 130° boven P_2O_5 (C.I.V.O.)

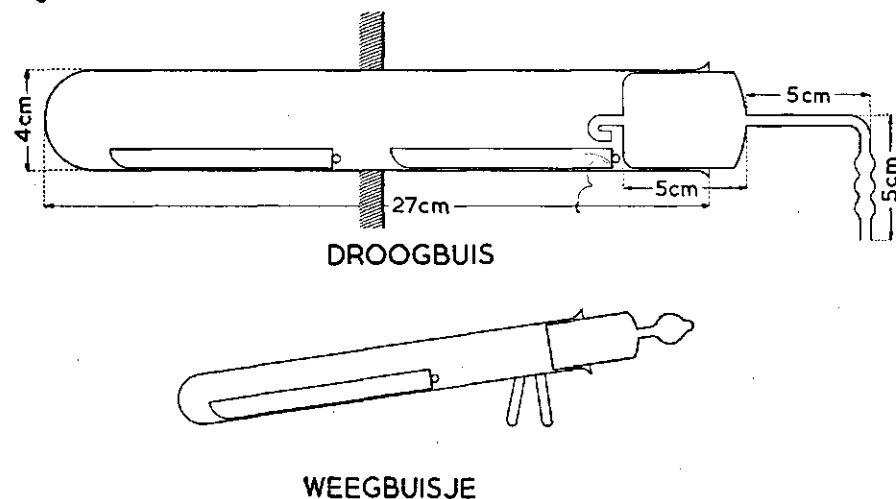


Fig. 2. Velocity of attaining equilibrium at 80° and 130° in presence of P_2O_5 (C.I.V.O.)

Het gedeelte van de basis, waarin zich het schuitje met zetmeel bevindt, wordt verwarmd tot de gewenste temperatuur. Het schuitje met P_2O_5 en de naaste omgeving daarvan blijven koud. Daardoor blijft de waterdampspanning

van de lucht op de zeer lage (tot nul naderende) waarde van koud P_2O_5 . Tevens veroorzaakt het temperatuurverschil een flinke circulatie van de lucht in het toestel. Het is gebruikelijk het toestel te evacueren, waardoor de diffusie van de waterdamp tussen de zetmeelkorrels sterk versneld wordt. Bovendien wordt daarmee de kans op oxydatie verminderd en verwijderd men andere vluchtige stoffen dan water, die aan het zetmeel geadsorbeerd zijn.

Als voordelen mogen worden genoemd:

1°. De methode is theoretisch juist.

2°. Men behoeft slechts geringe eisen te stellen aan de constantheid van de temperatuur.

3°. Ze is weinig kwetsbaar en veronderstelt slechts bekendheid met de manipulaties, die in elk analytisch laboratorium voorkomen. Er moet echter worden vermeld, dat enige oefening in het hanteren der methode de resultaten aanmerkelijk beter doet worden en dat het dus wel nodig is om ze van tijd tot tijd in gebruik te nemen, ook als men ze uitsluitend als controle op een snellere methode zou willen toepassen. Wie het apparaat in de kast bergt en pas op een critiek oogenblik voor de dag haalt, loopt de kans kleine slordigheden te begaan, die de nauwkeurigheid in gevaar brengen.

4°. In vergelijking tot de gewone droogstoofmethoden zijn de extra aanschaffingskosten klein, n.l. alleen die van het in fig. 2 afgebeelde glaswerk (2 droogbuizen, één weegbuis). Wanneer men niet over een regelbare droogstoof beschikt, kan men de droogbuizen met een kurk in een bad plaatsen, waarin de damp van een vloeistof met het gewenste kookpunt circuleert (b.v. een z.g. droogpistool). In plaats van bij 80° kan men zonder groot bezwaar bij 76° of 78° werken (tetrachloorkoolstof of alcohol).

De enige nadelen zijn van praktische aard. Bij 80° duurt een bepaling ruim 24 uur, hetgeen voor de praktijk onmogelijk is. Ook bij handelsanalyses moet men in vele gevallen binnen 3 uur het gehalte kennen. De bepaling, hoe eenvoudig ook in theoretisch opzicht, kan niet door weinig geoefend personeel worden uitgevoerd. Ze is moeilijk in grotere series te organiseren (men moet voor ieder schuittje een afzonderlijke buis hebben). De glazen apparatuur is kwetsbaar. Wanneer grote aantallen analyses nodig zijn, hebben dergelijke factoren een aanmerkelijke invloed op de kosten der bepaling. Het zal daarbij zelfs in vele gevallen nodig geacht worden om genoeg te nemen met een iets mindere nauwkeurigheid, wanneer daardoor de kosten per bepaling lager worden.

Een factor van betekenis is ook nog, dat de fabricage van het meel een campagnebedrijf is, waarin van het laboratorium gedurende enkele weken een heel groot aantal analyses wordt geeist, terwijl dit gedurende het overige deel van het jaar slechts matig bezet is. Dit maakt dat de praktische eisen, die aan een dergelijke methode gesteld worden, bijzonder zwaar wegen. De conclusie der Commissie luidde dan ook: Deze standaardmethode kan als ijk-methode voor praktische methoden goede diensten bewijzen. Daarnaast is een praktische methode nodig.

Het C.I.V.O. slaagde erin, deze methode in een snellere practijkmethode te veranderen door de temperatuur tot 130° op te voeren. Het eindpunt van de droging wordt dan bereikt na 1 uur. Om P_2O_5 te besparen en om tegelijk de zekerheid van het resultaat te vergroten, kan men de schuittjes met aard-

appelmeel eerst gedurende $\frac{1}{2}$ uur in een gewone droogstof op 130° brengen. Het eenvoudigste geschiedt dit door weegflesje + schuitje zonder stop in de stoof naast de droogbuis te plaatsen. Daarbij wordt het water uitgedreven op 0.1 à 0.2% na. Vervolgens plaatst men het schuitje in een droogbuis samen met een schuitje vers P_2O_5 . In nogmaals $\frac{1}{2}$ uur verwarmen bereikt men dan constant gewicht. Het resultaat is binnen 0.01 à 0.02% gelijk aan dat van de standaardmethode. (Zie tabel 8).

Dit voorschrift vormt een welkome aanvulling op de standaardmethode, omdat hier enkele der voornaamste praktische bezwaren door worden weggenomen. Zeer belangrijk is het feit, dat men voor snelmethode en standaardmethode precies dezelfde manipulatie uitvoert. Op deze wijze voorkomt men, dat de oefening verloren gaat, die nodig is voor het verkrijgen van een werkelijk nauwkeurig resultaat met de ijkmethode. Voor toepassing in contrôle- en handelslaboratoria biedt deze methode enige perspectieven. Voor fabrieks-laboratoria is ze te kwetsbaar.

6. RESULTATEN VAN DE UITWISSELING VAN MONSTERS TUSSEN VERSCHILLENDE LABORATORIA

Om inzicht te krijgen in de nauwkeurigheid, die in de practijk bereikt zou kunnen worden, wisselden de leden der Commissie een 50-tal monsters uit. Hoeveelheden van tenminste 500 g zetmeel werden aan de secretaris toegezonden en door deze na grondig dooreenmengen verdeeld over 6 flesjes met goed sluitende kurk. Elk der leden ontving hiervan één exemplaar.

Het lid was vrij in de keus der te gebruiken methode, doch de voorzitter deed het verzoek om indien mogelijk in verschillende toestellen en bij verschillende temperaturen te werken.

In totaal ontstonden op deze wijze 13 volledige series bepalingen. Hiervan zijn er 5 uitgevoerd in het toestel Meihuizen bij 175° . Aangezien hiertussen gemiddeld slechts geringe verschillen te wachten zouden zijn, zullen wij eerst de in tabel 9 vermelde gemiddelden bespreken. Deze zijn binnen 0.02% gelijk, behalve dat van kolom 2. Het verschil ligt zeer waarschijnlijk in de wijze van weging. Het laboratorium No. 2 heeft warm gewogen, waarbij de doosjes stuk voor stuk uit het toestel werden genomen. Het resultaat is gecorrigeerd volgens de bij de bespreking van het toestel in paragraaf 5b onder 3° genoemde methode voor doosjes van 20 cm³ en 175° . Serie 1 is berekend door extrapolatie van het gewicht van doosjes die in een P_2O_5 -exsiccator afkoelden. Serie 3 is gewogen in weegdoosjes met ingeslepen stop.

Het verschil is niet onbelangrijk. Er moge dus de aandacht op gevestigd worden dat men over de te volgen weegmethode een afspraak dient te maken. Warm wegen kan worden aanbevolen.

Vier der methoden werkten bij 128 à 130° in verschillende toestellen. De vermindering van het analysecijfer vergeleken met de bepalingen bij 175° is reeds heel duidelijk. Van gemiddeld 19.69% (vijf series bij 175°) daalt het tot gemiddeld 19.53% (drie series bij 128— 130°). Bij één kolom in tabel 8 staat vermeld $CaCl_2$. Voor deze bepalingen werd de lucht geconditioneerd in een cylinder met $CaCl_2$ en daarna in het toestel Meihuizen gevoerd. Het verschil met de andere kolommen is juist groter dan de analysefout. Maar deze waarde

voor geconditioneerde lucht is toch nog bijna 0.1% kleiner dan de laagste der bij 175° bepaalde waarden. Conditioneren met CaCl_2 is dus niet voldoende om het verschil tussen 128° en 175° geheel te doen verdwijnen. P_2O_5 zou voor de hoeveelheden lucht, die het toestel Meihuizen gebruikt, te kostbaar zijn.

Van 35 monsters afwijkende kwaliteiten zijn overeenkomstige bepalingen gedaan. Ten aanzien van de gemiddelden leveren deze geen andere inzichten, zodat we volstaan met verwijzing naar tabel 9.

Het omvangrijke cijfermateriaal maakte het ons mogelijk ook een statistische bewerking toe te passen om de nauwkeurigheid der afzonderlijke bepaling te leren kennen. Hieruit blijkt dat onderlinge verschillen tussen de laboratoria tot 0.2% geregeld voorkomen. De spreiding van de afwijkingen is tot 0.2% dermate geregeld verdeeld, dat ze als volkomen toevallig mogen worden gekenschetst. Weliswaar is de nauwkeurigheid der laboratoria evident verschillend, maar dit is een gevolg van de toegepaste methode. Het laboratorium, dat cijferreeks No. 2 inzonder, werkt steeds in drievoud en herhaalt als de cijfers niet alle drie behoorlijk overeenstemmen. De overige laboratoria werkten in duplo. De cijferreeks No. 2 is iets beter overeenstemmend, wanneer men ze met het gemiddelde der andere laboratoria vergelijkt.

Wij kunnen ons niet onttrekken aan de indruk, dat de afwijkingen tot 0.2% toe samenhangen met de bemonsteringsfout bij afweging van 2 gr zetmeel en dat men deze niet gemakkelijk verder terug brengt zonder aanmerkelijk grotere aantallen analyses.

Afwijkingen zoals bij monsters No. 5 en 13 van 0.3% tussen de laboratoria en vooral de ene afwijkende waarde voor monster No. 10 (0.5% te laag) mogen wel als fout gekenmerkt worden. Misschien is er een schrijf- of rekenfout in het spel. Ze zijn echter bij de in totaal 700 bepalingen uiterst zeldzaam.

De serie No. 7 (toestel P & D bij 105°) wijkt in nauwkeurigheid af van de bepalingen bij hogere temperatuur. Dit is een duidelijke demonstratie van de fouten, die door gebruik van een te lage temperatuur optreden. De andere series bij 105° zijn in dit opzicht t.o.v. serie 7 iets geflatteerd, doordat ze in grotere stoven werden uitgevoerd en daardoor alle gelijktijdig konden worden afgewerkt. Dit heeft de toevallige verschillen in luchtvochtigheid wat genivelleerd.

7. CONCLUSIE

De Commissie was in 1944 van oordeel dat de P_2O_5 -methode bij 80° de enige was, die op dat ogenblik — en gegeven de uitermate moeilijke omstandigheden — als standaardmethode kon worden aanbevolen.

Ze is voorts unaniem in haar aanbeveling om de vochtbepaling bij 105° in een geventileerde droogstoof niet langer te gebruiken.

Aangaande de invoering van praktische methoden hebben de beraadslagingen niet tot resultaat geleid. Zij beveelt echter nader overleg hieromtrent aan in de overtuiging, dat ook wanneer de P_2O_5 -methode bij 80° verder als standaardmethode zou worden ingevoerd, er daarnaast plaats is voor een betrouwbare, snelle, maar eenvoudiger praktijkmethode. Sommige leden zouden het gebruik van twee verschillende methoden zo mogelijk willen vermijden.

II. STANDAARDVOORSCHRIFT VOOR DE BEPALING VAN HET VOCHTGEHALTE VAN AARDAPPELZETMEEL (AARDAPPELMEEL)

Dit voorschrift kan aangehaald worden onder de benaming: „Voorschrift voor de standaardmethode”.

DEFINITIE:

Onder het vochtgehalte van aardappelmeel wordt het gewichtsverlies verstaan, dat optreedt na droging onder bepaalde nauwkeurig omschreven voorwaarden.

DOEL:

De bepaling van het gehalte aan droge stof.

PRINCIPE:

Het water wordt aan het zetmeel onttrokken in een ruimte, waarin de relatieve vochtigheidsgraad op een constante, zeer lage (tot nul naderende) waarde wordt gehouden door koud fosforpentoxyde. De wateronttrekking wordt versneld door te werken in vacuo (10—20 mm kwikdruk) en bij een standaardtemperatuur van 80° C.

AANTAL BEPALINGEN:

Elke vochtbepaling wordt minstens in tweevoud uitgevoerd.

BENODIGD MATERIAAL:

a. Toestellen:

- een balans tot 1 mg nauwkeurig,
- vier porceleinen schuitjes, lengte ongeveer 70 mm, breedte ongeveer 15 mm, voorzien van een oor,
- twee dikwandige glazen droogbuizen met ingeslepen sluitstuk voorzien van een stuk rubber vacuumslang en knijpkraan,
- een vacuumpomp (bruikbaar is een waterstraalluchtpomp),
- een droogstoof, voorzien van openingen en klemmen, met behulp waarvan het mogelijk is de droogbuizen voor de helft in en voor de andere helft buiten de stoof op te stellen en voorzien van een automatische temperatuurregeling op 80° C,
- een stuk stevig koperdraad met omgebogen einde,
- een weegbuisje met ingeslepen glazen stop,
- een en ander volgens fig. 2 op pag. 12.

b. Droogmiddel: fosforpentoxyde (P_2O_5).

UITVOERING:

Weeg een ongevuld porceleinen schuitje in een weegbuisje (gewicht a). Vul het schuitje vervolgens zo snel mogelijk met 1 à 2 g aardappelmeel, plaats het in het weegbuisje, sluit dit met de stop en weeg opnieuw (gewicht b).

Schuif het schuitje met aardappelmeel met behulp van het koperdraad achterin de droogbuis en plaats er het tweede schuitje, gevuld met fosforpentoxyde, voor. De droogbuis wordt nu met het sluitwerk gesloten, waarna

de lucht er tot een druk van 10 à 20 mm kwik uitgepompt wordt; vervolgens de rubber slang met de knijpkraan goed afsluiten. De buis wordt nu voor de helft in de droogstoof geschoven, zodat alleen het schuitje met aardappelmeel in de verwarmde ruimte van de stoof steekt en dat het fosforpentoxyde er buiten blijft.

De droogbuis blijft nu 16 uren in de stoof. Vervloeit gedurende deze tijd het fosforpentoxyde door opneming van water, dan kan het ververst worden of er kan wat vers worden bijgedaan.

Na deze droogtijd wordt de buis uit de stoof getrokken om haar gelegenheid te geven af te koelen.

Is de buis met haar inhoud volledig afgekoeld, dan wordt de knijpkraan geopend, het sluitstuk en het schuitje met fosforpentoxyde verwijderd en het schuitje met aardappelmeel zo snel mogelijk in het weegbuisje gebracht, dat onmiddellijk daarna weer gesloten en gewogen wordt (gewicht c).

Het aardappelmeel wordt nu opnieuw naast fosforpentoxyde onder dezelfde omstandigheden zes uren gedroogd en na afloop hiervan wederom in het weegbuisje gewogen (gewicht c').

Is nu c' gelijk aan c of gelijk aan c minus maximaal 1,5 mg dan wordt de uitdroging als voltooid aangenomen.

Is c meer dan 1,5 mg zwaarder dan c', dan wordt nogmaals op de boven beschreven manier zolang gedroogd, tot dat twee opeenvolgende wegingen niet meer verschillen dan 1,5 mg.

BEREKENING:

Het gewichtsverlies, uitgedrukt in procenten, is gelijk aan:

$$\frac{b - c'}{b - a} \times 100$$

Het juiste percentage voor het vochtgehalte wordt gevonden uit het rekenkundig gemiddelde voor de uitkomsten van ten minste twee bepalingen.

OMSTANDIGHEDEN, DIE DE NAUWKEURIGHEID DER BEPALINGEN KUNNEN BEINVLOEDEN:

- a) Er dient zorg gedragen te worden, dat het aardappelmeel volkomen gelijkmatig homogeen is,
- b) Het sluitstuk der droogbuis moet sterk ingevet zijn om lekken te voorkomen. Er dient dus nauwkeurig voor gewaakt te worden, dat bij het in- en uitschuiven van de schuitjes over de mond van de droogbuis aan deze schuitjes geen vet blijft kleven, waardoor de daarop volgende wegingen waardeloos zouden worden. Hiertoe kan op de ingevette plaats een strook papier gelegd worden, waarover de schuitjes in en uit de buis geschoven kunnen worden.

TOELICHTING:

De standaardtemperatuur is proefondervindelijk vastgesteld. Bij deze temperatuur vertonen voor warmte gevoelige stoffen, zoals o.a. bakpoeders, nog geen ontleding en is er dus zekerheid, dat het gewichtsverlies bij de droging onder verwarming tot die temperatuur niet door ontledingsverschijnselen beïnvloed wordt.

De standaardmethode is daardoor eveneens geschikt om het vochtgehalte te bepalen van vele andere, gevoeliger producten, waarmede of waarin aardappelmeel vermengd wordt. De gekozen tijdsduur laat een voldoende ruime speling toe voor het instellen van een evenwichtstoestand. Door de herhaling van de weging na een tweede drogingsperiode wordt vastgesteld, dat dit evenwicht inderdaad bereikt is.

BRONVERMELDING:

De droogbuis met een vulling van fosforpentoxyde is afkomstig van PREGL.

DETERMINATION OF THE MOISTURE-CONTENT OF POTATO STARCH

SUMMARY

Pure potato starch of recent production can be heated to 175° without serious decomposition (tab. 1). Samples of second and third quality (prima secunda and tertia) show a more serious loss, but at 120 — 130° an equilibrium is reached (tab. 2—3).

In a free ventilating stove the relative humidity at 128—130° can vary between 0,09 and 0,60% (tab. 5). Equilibrium of starch and water vapour (for which some examples at room temperature are given in tab. 4), is influenced by this circumstance in such a way, that the determination can not be reproduced within the accuracy of 0,1% by this cause. A temperature of at least 140° is necessary.

An approximate comparison of results at 105°, 120° and 130° for practical use is given in tab. 7.

When heating at 140° or more is impossible (e.g. with mixtures of starch and flour, used for baking during the German occupation) a conditioning of the air intake of the stove is necessary. The adopted standard method (fig. 2) uses P_2O_5 for this purpose. A standard temperature of 80° is chosen, because a wide number of other substances can also be dried under these conditions. But the determination lasts much too long for practical purposes and therefore a more rapid method at 130° is given (fig. 1 and tab. 8).

The standard method is too elaborate for factory control, and the study of more practical methods is continued.

LITERATUUR

1. KATZ, J. R. Die Gesetze der Quellung, diss. Amsterdam, 1917.
2. KÖSTER Z. ges. Getreidewesen 23, 37 (1936).
3. LOPPER, Z. Tierernähr. Futtermittelkunde 7, 146 (1943).
4. MAQUENNE, M. L. Compt. rend. 141, 609 (1905).
5. MEIUIZEN, S. H. Chem. Weekblad 26, 417 (1929).
6. NELSON, O. A. en G. A. HULITT, Ind. Eng. Chem. 12, 40 (1920).
7. RAP, Z. ges. Getreidewesen 21, 149 (1933).
8. RAKOVSKI, A. Kolloid Z. 9, 225 (1911).
9. SANDSTEDT, R. M. Cereal Chem. 15, 813 (1938).
10. SCHMIDT EN ANDERS, Z. ges. Getreidewesen 28, 36 (1941).
11. VOGELENZANG, E. H. Chem. Weekblad 19, 251 (1922).

Tabel 1: Gewichtsverlies in % bij verwarming van aardappelmeel op 175° gedurende meer dan ½ uur.

Aanduiding van het monster	Tijdsduur						
	½ h	1¼-1½ h	2 h	2½ h	3 h	4½ h	6 h
Supra ter Apel	20.10	20.13	—	20.16	—	—	—
Supra Tonden 1941 . .	19.32	19.36	19.39	—	19.33	—	—
Supra Tonden 1943 . .	19.51	19.55	19.58	—	19.61	—	—
Biesneel Tonden . . .	22.27	22.30	22.32	—	—	—	—
Tertia Westerwolde . .	15.41	15.49	15.58	—	15.70	15.90	—
Tertia No 30	18.96	—	19.14	—	19.26	—	19.56
Tertia No 3"	19.13	—	19.35	—	19.46	—	19.75
Tertia No. 49.	18.52	—	18.63	—	18.73	—	18.98
	½ h	1¼-1½ h	2 h	2½ h	3 h	4½ h	6 h
Quantity	Time						

Table 1: Loss of weight in % during heating at 175° for more than ½ h.

Tabel 2: Gewichtsverlies in % bij verwarming gedurende verschillende tijd in Heraeus-droogstoof.

Tempe- ratuur	aantal mon- sters	kwaliteit	Gemiddelde vochtgehalte gevonden door verwarming gedurende:		
			2 h	3 h	4 h
130°	15	supra	19.56	19.56	19.54
	9	prima secunda	19.75	19.75	19.75
	25	tertia	18.57	18.56	18.57
120°	15	supra	19.54	19.53	19.53
	9	prima secunda	19.68	19.70	19.68
	25	tertia	18.52	18.52	18.49
Tempera- ture	Num- ber of sam- ples	Quality	average water content found by heating during:		
			2 h	3 h	4 h

Table 2: Loss of weight in % during heating at 120—130° in a Heraeus stove.

Tabel 3: Gewichtsverlies in % bij langere verwarming op 130° in het toestel Meihuizen.

duur	prima secunda	tertia
50'	17.80	17.47
60'	17.83	17.49
70'	17.81	17.48
80'	17.83	17.49
90'	17.82	17.49
100'	17.84	17.48
Time	second quality	third quality

Table 3: Loss of weight during heating at 130° in the Meihuizen apparatus.

Tabel 4: Vochtgehalte van aardappelmeel in evenwicht met lucht van 19° en verschillende relatieve vochtigheid. Cijfers ontleend aan Rakowsky (8).

Relatieve vochtigheid	% water
50	15.8
56	17.2
61	18.4
68	19.7
74	20.9
78	21.7
<i>relative moisture</i>	<i>% water.</i>

Table 4: Water content of potato starch in equilibrium with air of 19° and different relative humidity.

Tabel 5: Relatieve vochtigheid in een droogstoof, geventileerd met kamerlucht van 20° en vochtigheid variërend van 15—95%.

20°	80°	100°	105°	130°	137°	175°
95%	3.7	1.7	1.4	0.60	0.47	0.16
60%	2.5	1.1	0.91	0.39	0.31	0.10
15%	0.6	0.25	0.21	0.09	0.07	0.02

Table 5: Relative humidity in a heated stove, ventilated with air of 20° and a humidity of 15—95°.

Tabel 6: Gewichtsverlies in % bij gevarieerde relatieve vochtigheid van de lucht, toegevoegd aan een toestel Meihuizen.

Temperatuur	76°	100°	128°	175°	Rel. vochtigheid van koude lucht
1e. Cylinder CaCl ₂ voorgeschakeld	18.82	19.37	19.51	19.62	
2e. Lucht direct uit de zaal. . .	18.10	19.17	19.48	19.66	15%
3e. Cylinder nat grint voorges. . .	17.17	18.68	19.41	19.61	60%
(tijd van verwarming.)	6 uur	2 uur	1 uur	25 min.)	95%
<i>Temperature Moisture conditioning Time</i>					<i>Rel. humidity of cold air</i>

Table 6: Percentage of loss after heating in Meihuizen apparatus fed with air of different humidity.

Tabel 7: Vergelijking van de resultaten bij droging in een Heraeus-droogstoof bij drie temperaturen.

Aantal monsters	kwaliteit	Droogtemperatuur		
		105°	120°	130°
15	supra	19.24	19.54	19.56
9	prima secunda	19.49	19.68	19.75
25	tertia	18.17	18.52	18.57
Number of samples	Quality	Dry temperature		
		105°	120°	130°

Table 7: Drying in Heraeus stove at three temperatures.

Tabel 8: Resultaten verkregen met de P_2O_5 -methode bij 130° vergeleken met die van de standaardmethode bij 80°.

Wijze van uitvoering	Aantal waarnemingen	uiterste waarden	gemiddelde
1. Voordroging bij ½ uur bij 130°, ½ uur naast P_2O_5 in vacuo bij 130°	21	18.78—18.91	18.84
2. Standaardmethode (2 dagen later)	8	18.85—18.91	18.88
3. Als 1, enige dagen na 2.	21	18.80—18.91	18.85
4. Als 2, enige dagen na 3.	8	18.81—18.87	18.84
Manner of execution	number of observations	extreme values	average

Table 8: Results with P_2O_5 method at 130° (1.3) compared with the standard method at 80° (2.4).

Tabel 9: Vergelijkend onderzoek door 5 laboratoria

Kolom No temperatuur toestel	1 175° Meihuizen	2 175° Meihuizen	3 175° Meihuizen	4 175° Meihuizen	5 175° Meihuizen	6 128° Meihuizen
supra						
1	19.69	20.00	19.85	19.82	19.81	19.72
2	19.09	19.36	19.16	19.21	19.06	18.99
3	20.05	20.15	19.93	19.91	19.89	19.78
4	19.05	19.07	18.89	18.76	18.81	18.83
5	19.45	19.38	19.30	19.22	19.30	19.13
6	20.15	20.30	20.16	20.01	20.05	20.01
7	20.38	20.52	20.38	20.42	20.22	20.16
8	19.59	19.82	19.72	19.62	19.64	19.53
10	20.31	20.45	20.25	19.84	20.19	20.13
11	20.21	20.41	20.25	20.11	20.11	20.05
12	20.97	21.12	20.92	21.01	21.00	20.60
13	18.22	18.54	18.43	18.38	18.37	18.35
47	19.18	19.24	19.19	19.16	19.17	19.10
9	19.86	19.97	19.73	19.76	19.73	19.60
	19.65	19.80	19.67	19.65	19.67	19.51
primasecunda						
14	19.89	20.09	19.87	19.96	19.91	19.78
15	19.82	20.00	19.88	19.96	19.78	19.63
16	19.81	20.03	19.76	19.82	19.72	19.33
17	20.67	20.79	20.63	20.32	20.45	20.33
18	20.18	20.51	20.33	20.16	20.21	19.98
19	19.98	20.29	20.16	20.04	20.06	20.02
20	19.19	19.38	19.19	19.24	19.16	19.03
21	20.24	20.45	20.33	20.14	20.17	20.08
ps48	19.28	19.28	19.30	19.16	19.23	19.12
gem.	19.90	20.09	19.94	19.87	19.86	19.70
tertia en overige afw. kwaliteiten						
23	18.05	18.15	17.95	17.92	—	17.79
25	19.99	19.55	19.62	19.42	19.45	19.32
26	19.12	19.23	19.14	19.13	19.11	18.83
27	18.29	18.39	18.34	18.11	18.14	18.13
28	20.06	20.17	20.02	20.02	20.11	19.82
29	20.08	20.21	20.20	20.22	20.09	19.83
30	19.00	19.05	19.01	19.00	—	18.68
31	15.90	15.99	15.96	16.03	—	15.73
32	19.65	19.64	19.66	19.60	—	19.39
36	18.90	19.00	19.03	19.12	18.87	18.73
38	18.92	18.94	19.10	18.96	18.89	18.76
39	19.21	19.23	19.23	19.16	19.14	18.91
41	19.04	19.00	19.05	19.36	19.01	18.80
42	19.62	19.63	19.68	19.36	19.49	19.33
43	20.14	20.09	19.99	19.81	—	19.75
44	18.58	18.62	18.60	18.40	18.47	18.32
47	15.71	15.76	15.78	15.76	—	15.56
48	17.07	17.12	17.16	17.14	17.12	16.98
P49	17.03	16.87	16.91	16.78	16.84	16.71
T49	18.41	18.53	18.50	18.61	18.47	18.40
24	19.23	19.36	19.35	19.31	19.23	19.04
33	19.35	19.06	19.19	19.10	19.04	18.86
40	19.37	19.40	19.35	19.28	19.24	19.10
46	19.18	19.24	19.23	19.20	19.18	18.95
37	19.22	19.07	19.12	19.14	19.05	18.80
gemidd.	18.76	18.77	18.77	18.72	—	18.50
Quality and Number of sample						

Table 9: Comparative research by 5 laboratories in differ

verschillende toestellen en bij verschillende temperaturen.

7 128° Meihuizen CA CL ₂	8 130° Heraeus	9 120° Heraeus	10 105° Heraeus	11 105° P en D	12 105° Heraeus	13 105° Heraeus
19.70	19.73	19.71	19.39	19.48	19.57	19.14
19.03	19.02	18.96	18.62	18.70	18.80	18.48
19.94	19.85	19.84	19.50	19.44	19.60	19.38
18.87	18.71	18.75	18.40	18.52	18.59	17.96
19.10	19.16	19.12	18.80	18.82	18.92	18.78
20.11	19.95	19.87	19.61	19.68	19.87	19.46
20.08	20.28	20.27	19.94	19.84	20.13	19.66
19.51	19.50	19.57	19.21	19.84	19.25	18.88
20.25	20.19	20.18	19.91	19.78	19.87	19.58
20.08	20.07	20.06	19.82	19.88	19.81	19.56
20.84	20.88	20.86	20.61	20.48	20.58	20.16
18.28	18.26	18.24	17.92	18.04	18.04	17.60
19.11	19.05	18.93	18.68	18.88	18.82	18.76
19.70	19.33	19.67	19.38	19.28	19.28	19.02
19.56	19.53	19.51	19.20	19.27	19.34	19.03
19.76	19.70	19.61	19.33	19.46	19.47	19.62
19.65	19.74	19.63	19.30	19.49	19.49	19.30
19.77	19.52	19.48	19.05	19.00	19.40	19.44
20.58	20.41	20.32	20.03	20.28	20.20	19.83
20.08	20.12	20.02	19.69	19.78	19.95	19.68
19.90	19.61	19.87	19.68	19.60	19.70	19.66
18.53	19.07	19.07	18.69	18.68	18.80	18.76
19.90	20.12	20.06	19.78	19.92	19.93	19.76
19.09	19.18	19.05	18.84	18.92	18.90	18.84
19.70	19.75	19.68	19.49	19.46	19.54	19.43
17.94	17.83	17.77	17.52	17.56	17.66	17.41
19.38	19.33	19.37	19.02	19.08	19.12	19.01
19.03	18.95	18.87	18.59	18.74	18.74	18.62
18.23	18.07	18.05	17.67	17.78	17.83	17.70
20.07	20.11	20.10	19.73	19.54	19.53	19.43
20.19	20.08	19.99	19.57	19.54	19.73	19.68
18.92	18.75	18.67	18.31	18.30	18.44	18.40
15.85	15.87	15.86	15.44	15.40	15.50	15.48
19.67	19.42	19.39	19.09	19.22	19.12	18.98
18.97	18.87	18.78	18.53	18.47	18.52	18.54
18.80	18.86	18.82	18.52	18.47	18.44	18.41
19.11	18.97	19.02	18.66	18.73	18.75	18.64
18.92	18.73	18.77	18.31	18.53	18.61	18.56
19.54	19.34	19.23	18.90	19.06	19.21	18.54
19.98	19.72	19.62	19.23	19.48	19.72	19.16
18.47	18.41	18.25	17.88	17.90	17.96	17.64
15.62	15.59	15.44	15.10	15.28	15.25	15.02
17.08	17.04	16.94	16.57	16.70	16.80	16.58
16.85	16.70	16.72	16.44	16.36	16.50	16.24
18.48	18.44	18.33	18.01	18.04	18.13	17.94
19.22	19.14	19.13	18.89	19.00	18.85	18.83
19.08	19.00	18.96	18.55	18.62	18.61	18.60
19.24	19.19	19.18	18.70	18.82	18.94	18.96
19.17	18.98	18.91	18.40	18.78	18.82	18.63
18.92	18.94	18.82	18.64	18.72	18.60	18.60
18.67	18.57	18.52	18.17	18.24	18.30	18.14

varatus and at temperatures varying from 105—175°.