

CHEMISCH WEEKBLAD.

ORGAAN VAN DE NEDERLANDSCHE CHEMISCHE VEREENIGING.

No. 8.

21 Februari 1914.

11e Jrg.

INHOUD: Mededeelingen van het Algemeen Bestuur der Nederlandsche Chemische Vereeniging. -- Chemisch Jaarboekje 1915-1916. -- Dr. A. LAM, Nog eens „vriespuntsbepaling van melk“. -- Dr. M. C. DEKHUYZEN, Nog eens „vriespuntsbepaling van melk“. Antwoord op het gelijknamig stukje van Dr. LAM in dit nummer. -- Prof. Dr. N. SCHOORL, Het bevrozen van melk. -- Dr. J. D. FILIPPO, Vriespunt van melk. -- Dr. A. VAN RAALTE, Vriespuntsbepaling in melk. -- M. G. WAGENAAR HUMMELINCK, Vriespuntsbepaling van melk. -- Dr. P. A. MEERBURG. Voorstel inzake de vriespuntsbepaling van melk. -- Boekaankondiging. -- Personalialia, vacatures, industriële mededeelingen, enz.

Mededeelingen van het Algemeen Bestuur der Nederlandsche Chemische Vereeniging.

Adresverandering:

A. VOSMAER, ing., 341 St. John's Place, Brooklyn, N. Y.

Dr. P. A. MEERBURG, *Secretaris*,
Drift 14, Utrecht.

Chemisch Jaarboekje 1915 - 1916.

Daar de Tabellen reeds grootendeels zijn gezet, zal van mogelijk nog inkomende aanvullingen en verbeteringen waarschijnlijk slechts voor een deel gebruik kunnen worden gemaakt.

Bijdragen voor andere rubrieken -- eerste hulp bij ongelukken, voorschriften, mededeelingen van verschillende aard, fabrieklijst, adreslijsten, enz. -- zullen zeer op prijs worden gesteld.

Namens de Redactie,
W. P. JORISSEN.

NOG EENS „VRIESPUNTSBEPALING VAN MELK”

DOOR

A. LAM.

Ik begrijp, dat de discussie tusschen Dr. DEKHUYZEN en mij over dit onderwerp niet onbepaald langen tijd kan worden voortgezet, en ik gevoel ook geen behoefte deze discussie te rekken. Ter voorkoming van misverstand bij degenen, die deze bepaling niet of weinig uitvoeren, en ter geruststelling van degenen, die de methode geregeld toepassen, vraag ik echter de aandacht voor de volgende opmerkingen, welke te dezer zake mijne laatste zullen zijn :

1. De stelling van Dr. D., dat in den Codex onder „vriespunt” niet anders *mag* worden verstaan dan het „wetenschappelijk juiste” vriespunt, en dat dus onder dien naam niet mag worden ingevoerd een „conventioneel” punt, bewijst dat Dr. D. vreemdeling in Jerusalem is; zij is geheel in strijd met hetgeen voor technische onderzoekingen te doen gebruikelijk is. Nagenoeg alle technische onderzoekings-methoden, ook op het gebied der voedingsmiddelen, zijn conventioneel: zij worden uitgevoerd volgens een overeengekomen werkwijze en de resultaten op conventioneele wijze uitgedrukt. Juist het feit, dat deze methoden conventioneel zijn, is de *raison d'être* van een stel voorschriften, zooals de Codex Alimentarius die bevat. Ik behoef dit voor deskundigen niet nader toe te lichten; Dr. D. heeft in zijn omgeving wel de gelegenheid zich hieromtrent te doen inlichten, zoodat ik van het Chemisch Weekblad hiervoor geen ruimte heb te vragen.

2. De invoering van het wetenschappelijk juiste vriespunt zou uit theoretisch oogpunt geen bezwaren hebben, als het bedrag der correcties buiten twijfel stond. Ik blijf van meening, dat de meest belangrijke, die, welke afhankelijk is van de verandering in concentratie bij het bevrozen, niet met voldoende zekerheid is aan te geven. Uit de meegedeelde proefnemingen mag ik afleiden, dat de concentratie bij de uitvoering der vriespuntsbepaling minder toeneemt dan door Dr. D. wordt vermoed; in eene verhandeling opgenomen in de Handelingen van het Genootschap ter bevordering van Melkkunde

(1909, deel II, blz. 53) heb ik berekend, dat de concentratievermeerdering bij een dergelijke bepaling bij 1° onderkoeling eer in de buurt van $1/150$ dan bij omstreeks $1/66$ ligt, zooals Dr. D. aanneemt. Ik zeg hiermee niet, zooals Dr. D. gelieft voor te stellen, dat primair niet zuiver ijs zou uitkristalliseeren, maar beweer, dat, daarin ingesloten, uit het vloeibaar gedeelte melk-bestanddeelen worden verwijderd, waardoor de concentratie minder toeneemt dan Dr. D. berekent.

3. Uit een practisch oogpunt heeft de bepaling en het gebruik van het conventioneel vriespunt, zooals in den Codex gedefinieerd, geene bezwaren, omdat de ervaring leert, dat het met behulp dezer waarde berekende gehalte aan toegevoegd water zeer goed overeenstemt met de werkelijk toegevoegde hoeveelheid. Ik verwijs Dr. D. voor het bewijs dezer stelling naar blz. 71 van genoemde verhandeling, die hem bekend kan zijn, en naar de grafiek op blz. 72.

4. Door het aanbrengen van de correcties volgens Dr. D. wordt de waarde van de vriespunts-depressie, als positief getal beschouwd, verminderd; daardoor worden zijne getalswaarden lager en niet vergelijkbaar met die in den Codex opgegeven.

5. Voor de beoordeeling van deze gegevens kunnen alleen strekken de op daar aangewezen of op gelijksoortige wijze verkregen resultaten; een overzicht daarvan is samengesteld op blz. 45 van genoemde verhandeling, waarin ook de resultaten van mijne ervaringen tot 1909 zijn opgenomen. Behoudens de daar ook opgenomen waarnemingen van BORDAS en GENIN, welke om soortgelijke redenen afwijken als die van Dr. D., blijven bij alle daar opgesomde binnen- en buitenlandsche waarnemers (23) de uitkomsten van het vriespunt van mengmelk tusschen $-0^{\circ}.54$ en $-0^{\circ}.58$ C. Van de hier sinds verkregen resultaten, betrekking hebbende op gewaarborgd zuivere melk, geef ik hiernevens een overzicht.

Ik merk op dat de resultaten in het laatste geval (bij stalproeven) minder vertrouwen verdienen dan die sub A. aangehaald, omdat deze in verdachte omstandigheden zijn genomen en de veehouder dus belang er bij kan hebben den monsternemer te bedriegen. Toch is ook hier de bovengenoemde hoogste grens niet overschreden.

6. Ten slotte: Na de verklaring van Dr. D. neem ik natuurlijk aan, dat hij in den passus over de toelaatbaarheid van schijnbare

A. Contrôlemelk.

Jaar.	Her- komst.	Aantal monsters.	Hoogste waarde.	Laagste waarde.	Gemiddeld.
1910	R.	23	-0°.55	-0°.58	-0°.557
1910	S.	24	-0°.545	-0°.57	-0°.560
1910	S.	11	-0°.55	-0°.57	-0°.562
1911	R.	23	-0°.55	-0°.58	-0°.560
1911	Š.	24	-0°.55	-0°.57	-0°.560
1911	S.	22	-0°.56	-0°.57	-0°.564
1913	R.	20	-0°.54	-0°.57	-0°.557
1913	S.	20	-0°.54	-0°.57	-0°.556

B. Stalproeven.

Jaar.	Hoogste waarde.	Laagste waarde.	Gemiddeld.
1909	-0°.55	-0°.58	-0°.561
1910	-0°.545	-0°.59	-0°.568
1911	-0°.54	-0°.57	-0°.561
1912	-0°.55	-0°.58	-0°.560
1913	-0°.54	-0°.575	-0°.560

vriespunten (zie blz. 88 van dezen jaargang) iets anders bedoeld heeft, dan ik uit den tekst had afgeleid en nog, na herhaalde lezing, zou hebben afgeleid, indien zijne nu gegeven toelichting niet anderen uitleg gaf. Toch brengt ook zijn laatste artikel mij weer aan het twijfelen over zijn eigenlijke meening te dezen aanzien: ik kan althans uit de 2° alinea van blz. 96, sub 1°, niet anders lezen, dan dat ook Dr. D. van meening is, dat de waarnemingsresultaten (dit zijn dus de vriespunten van den Codex) veroorlooven met voldoende nauwkeurigheid de toegevoegde hoeveelheid water te berekenen: wat ook nu nog mijne overtuiging is, en wat voor mij het practisch belang dezer zaak is.

NOG EENS „VRIESPUNTSBEPALING VAN MELK”

Antwoord op het gelijknamig stukje van Dr. Lam in dit nummer.

DOOR

M. C. DEKHUYZEN.

We moeten de hoofdzaak niet uit het oog verliezen. Hoofdzaak is dat de, laten wij zeggen oude, cijfers voor de vriespunten van melk van de nieuwe belangrijk verschillen, hoeveel is moeilijk met juistheid te zeggen: 0.026° (zie de noot op p. 92 van dezen jaargang) is het eenige cijfer, dat ik heb kunnen vaststellen. Uit het gemiddelde van Dr. LAM's cijfers ¹⁾ 0.555 en dat van de mijne: 0.530 komen we ook tot een bedrag van dezelfde orde: $\frac{1}{40}$ graad!

We moeten een brug slaan tusschen de oude en de nieuwe cijfers. Daarom moet zoo goed mogelijk worden nagegaan, hoe groot de gemiddelde fout van de oude waarnemingen was, door eenzelfde monster volgens de gebruikelijke methode, door den man, die vroeger de bepalingen deed en die niet mag gewaarschuwd zijn, te laten onderzoeken en gelijktijdig met de nieuwe methode het vriespunt te bepalen. Dat gedeelte van onze gemeenschappelijke taak kan ik niet, althans niet alleen, op mij nemen.

Dan moet gezocht worden naar een verklaring van de fout. De BECKMANN-correctie kan die absoluut niet verklaren. Als allen steeds 1.5° onderkoeld hadden, zou de divisor van de orde $\frac{66}{1.5} = 44$ zijn, bij de voor Dr. LAM's meening *gunstige* aanname dat de concentratievermeerdering met mijn cijfer 66 (dat voor *mijn* toenmalig apparaat gold, maar voor ieder apparaat afzonderlijk moet bepaald worden) overeenkwam. Welnu $\frac{0.555}{44} = 0.013^\circ$. Het geheele weglaten van de BECKMANN-correctie (wat gebeurd schijnt te zijn, althans bij sommigen) verklaart nog maar hoogstens de *helft* van de fout.

Vermoedelijk heeft de apparaatsconstante k_a een groote rol gespeeld. Die moeten de heeren aan hun toestel zelf bepalen. Ik weet niet hoe dikwandig hun luchtmantel en hun entbuis was, hoe groot de

¹⁾ Handelingen Gen. Melkkunde 2, 63.

afstand tusschen beide. Als ik een gewoon BECKMANN-apparaat imiteer, krijg ik voor k_a ongeveer 0.04° per graad per minuut. Dat geeft voor de correctieterm bij melk $\frac{0.04}{4} \times 0.53$ ongeveer 0.005° .

Nemen we dan voor de gemiddelde thermometerfout 0.007° , dan zouden we de 0.025° kloof overbrugd hebben, met een bedenkelijk zwak bruggetje trouwens. De versterking daarvan kan redelijkerwijs niet van mij verlangd worden, maar van heeren kryoskopisten van de oude school, door hun eigen apparaten te bestudeeren en daarvan verslag te geven. Ik zal doorgaan met mijn methode en de bezwaren, die ik ontmoet, mededeelen.

Nu iets over elk der punten van Dr. LAM's stukje in dit nummer.

Ad 1. Ik heb mij laten vangen op mijn eigen woord (p. 91 van dezen jaargang): *conventioneel*. Het was te zacht. Er was géén conventus, geen bindende overeenkomst, maar een vaag Codex-voorschrift, waaraan velen, zoo niet de meesten, zich niet hielden. Laten we maar geen harder woord voor conventioneel zoeken. In de geciteerde verhandeling behandelt Dr. LAM de vriespunten niet als conventionele, maar als benaderde cijfers van wetenschappelijke waarde.

Ad 2. De kritiek op het aanbrenge althans van $\frac{2}{3}$ der BECKMANN-correctie berust op de waarnemingen, op p. 52 en 53 van de citeerde „Handelingen” ietwat uitvoeriger beschreven. Zie p. 98 en 99 van dezen jaargang.

Dr. LAM geeft toe dat bij vriespuntsbepalingen primair zuiver ijs uitkristalliseert, maar beweert dat daarin, uit het vloeibaar gedeelte men zou aanvankelijk verwachten te lezen: drupjes moederloog worden ingesloten, neen . . . melkbestanddeelen worden verwijderd. Wat is dat nu weer? Moederloog insluiting zou niet voldoende helpen (de samenstelling van uiterst fijne drupjes verschilt, om capillair-chemische redenen van die van de groote hoeveelheid moederloog, maar niet voldoende, voor zoover men kan ramen). Insluiting van melkbestanddeelen. In welke categorie zou dat zijn onder te brengen? Adsorptie? Mengkristallen? Appel à l'inconnu! Allerminst loochen ik de beteekenis van de capillair-chemie, d. i. van de adsorptie, voor de melkkunde, maar wel dat de invloed van de adsorptie op het vriespunt meetbaar zoude zijn.

Ad 3. Het zij mij veroorloofd naar p. 94 en 95 van dezen jaargang te verwijzen, waarin wordt aangetoond hoe weinig invloed een constante fout in de vriespuntsbepalingen heeft op de uitkomsten van de verdunningsformule. De grafiek op p. 72 ontbeert een bij-

schrift. Er is vermoedelijk een zin uitgevallen. Althans ontgaat mij de beteekenis van de bovenste gebroken lijn.

Ad 4. Indien 't verschil tusschen de oude en nieuwe cijfers inderdaad ongeveer 0.025° is, dan zouden we er in eens zijn: de grens 0.540 werd dan 0.515° . Als we dat konden vaststellen, hoe veel moeilijkheden in foro waren dan niet uit den weg geruimd!

Ad 5. De cijfers uit binnen- en buitenlandsche literatuur, gemiddelden van vele duizende waarnemingen, zijn, over het geheel genomen, *fout*.

Voor zoover ze na 1894 vallen, treft den onderzoekers het verwijt, de woorden van den grooten NERNST, die in zachten akademischen vorm, de strengste kritiek leverde op BECKMANN's apparaat (dat voor bepalingen van *lage* moleculair gewichten bestemd is), in den wind te hebben geslagen. BECKMANN's correctie is door sommigen toegepast, of velen zulks gedaan hebben, onder in acht neming van de waterwaarde van thermometer, roerder en vat, is minstens zeer twijfelachtig. Het gebruik van geijkte thermometers? Laten we een mantel der liefde nemen, een héél grooten, en dien uitspreiden over vele ongerechtigheden.

Ad 6. Thans heerscht er geen conventus in zake vriespuntsbepaling van melk in Nederland, maar anarchie, gematigd door het aangesuggereerde cijfer, dat 0.540 de grens is. De relatieve waarde van de cijfers berust op de toestellen, die tot nu toe gebruikt zijn, en de manier van doen, die de onderzoekers (niet altijd wetenschappelijk onderlegde mannen, maar amanuenses, misschien uitstekend handige practici), zich eigen gemaakt hebben.

Toestellen zijn breekbaar, menschen slijten en sterven. *Die toestand mag niet bestendig worden*: hij is te gevaarlijk.

Ware vriespunten zijn minstens even gemakkelijk te bepalen als „Codex”-vriespunten, alleen moet men vooraf eenige apparaatsconstanten bepalen, en den gronddeeler voor 1° onderkoeling bij gebruik van een bepaald volumen melk. Dan moet men wat rekenen, nu ja. Tabelletjes en grafiekjes kunnen veel vergemakkelijken. Maar bij strenge voorschriften en geijkte thermometers heeft men cijfers van blijvende waarde, cijfers die internationaal gelden kunnen. Conventioneele cijfers zijn toch immers nooit iets anders dan een pisaller? Als men met dezelfde of niet nog minder moeite zuivere getallen kan krijgen, wie zal zich dan met conventioneele behelpen?

Geeft een bepaling van het vriespunt van eenzelfde melk bij drieërlei onderkoeling, b.v. van 0.5 , 1 en 1.5° geen waarborg voor

de juistheid en van de theorie en van het cijfer zelf? Dr. LAM neme de proef zelf eenige malen, ik hoop en vertrouw dat we tot overeenstemming zullen komen.

Nadere mededeelingen omtrent mijn ervaringen hoop ik binnen kort te kunnen publiceeren.

Utrecht, 14 Febr. 1913.

HET BEVRIEZEN VAN MELK.

In de polemiek over de vriespuntsbepaling van melk tusschen Dr. LAM en Dr. DEKHUYZEN komt telkens op den voorgrond de vraag, of uit melk zuiver ijs uitvriest of wel een melkijs, dat de bestanddeelen van melk in bijna onveranderde verhouding bevat, zoodat de samenstelling van de overschietende onbevroren melk weinig zou zijn veranderd.

Door de volgende proef is, naar mijne meening, deze vraag beslist. Ik liet een liter normale melk in een afkoelend bad bevroren, terwijl daarin voortdurend met een houten stok werd geroerd. Van de zoo verkregen melkijs-brij werd, in een kamer waar de temperatuur een weinig boven 0° was, het ijs op een zuigfilter afgezogen en dit met koud gedestilleerd water gewasschen. Daarbij werd dus de moederloog verwijderd en smolt bovendien een gedeelte van het ijs weer af. Wat overbleef — ongeveer 50 gram -- moet het eerst uitgevroren ijs geweest zijn. Na opsmelting bleek daarvan de refractie niet te onderscheiden van die van zuiver water, 1.3332, en de verdampingsrest te zijn 0.01 pct. Men mag dus het eerst uitvriezende melkijs als zuiver ijs beschouwen.

Utrecht, 31 Jan. 1914.

N. SCHOORL.

VRIESPUNT VAN MELK

DOOR

J. D. FILIPPO.

Ter voldoening aan het verzoek van den Redacteur Dr. W. P. JORISSEN, diene de volgende mededeeling.

De bepaling van het vriespunt van melk heeft bij mij steeds plaats volgens de methode in den Codex alimentarius aangegeven, zoodat dus bij de uitvoering rekening wordt gehouden met de eischen in dit voorschrift vervat.

De gebezigde toestel is het vriespuntsapparaat van BECKMANN, waarvan de thermometer met behulp van eenige oplossingen meermalen is gecontroleerd en wel speciaal dat deel der schaal (gelegen tusschen de schaaldeelen 2-3), waarop in den regel de aflezing der graden plaats heeft. De 50 cm³. der vooraf ontroomde melk, welke ter uitvoering der bepaling dienen, worden afgekoeld in een koelbad, waarvan de temperatuur schommelt tusschen $-2\frac{1}{2}$ tot $-3\frac{1}{2}$ c.; zoodra de melk $1-1\frac{1}{2}$ c. onderkoeld is, wordt zij met een spoor melkijs, ontleend aan een buisje met de zelfde melk als voor de vriespuntsbepaling dient, geënt. Het roeren geschiedt met een snelheid van ongeveer 40 opheffingen per minuut.

Werkende met inachtneming dezer omstandigheden, kan ook naar mijn oordeel de correctie volgens NERNST en BECKMANN, alsook die voor warmtetoevoeging als gevolg van het roeren, gevoegelijk worden gemist, immers de uitkomsten, zooals mij de ervaring heeft geleerd, zijn bij deze werkmethode onderling zeer goed vergelijkbaar en voor de practijk alleszins voldoende nauwkeurig. Meermalen toch was ik in de gelegenheid de uitkomsten van verschillende onderzoekers onderling, zoowel als met mijne, te vergelijken en steeds waren de resultaten met elkaar in zeer bevredigende overeenstemming. Nog onlangs gaven mij drie waarnemers, die onafhankelijk van elkaar werkten, als vriespunt van een en dezelfde melk de volgende waarden: -0.562 c., -0.568 c. en -0.565 c., waaruit blijkt dat de methode, mits uitgevoerd onder de beschreven omstandigheden, betrouwbaar is.

Daarnaast heb ik meermalen onderzoekers het vriespunt, zoowel van onvervalschte melk als van door mij met bekende hoeveelheden water (tot een maximum van 20 0/0, omdat grootere hoeveelheden in de practijk zelden worden toegevoegd) gemengde melk, laten bepalen en daarbij de ervaring opgedaan, dat de formule ter berekening van de hoeveelheid toegevoegd water, in den Codex alimentarius aangegeven, voor de practijk zeer voldoende uitkomsten oplevert, m. a. w. dat *practisch* de vermindering in vriespuntsdaling, bepaald zooals aangegeven, evenredig is aan de toeneming van het volume.

Wat nu de verkregen uitkomsten betreft het volgende.

Werkende volgens het voorschrift van den Codex alimentarius,

zijn in het jaar 1906 te Leiden van 62 stalmonsters en in de jaren 1908–1913 hier ter stede van omstreeks 1000 monsters controle-melk — d. i. melk onder toezicht van een beëdigd ambtenaar gemolken — de vriespunten bepaald en daarbij waarden gevonden, welke liggen tusschen -0.537 c. tot -0.595 c. Ik geef hier de uitkomst *der waarnemingen* en dus het vriespunt in drie decimalen, ofschoon het mijn gewoonte is, haar tot op twee decimalen af te ronden. Onder deze melkmonsters, ontleend aan 219 veestapels, waarvan enkele zich bevinden binnen 's-Gravenhage, de meeste in omliggende gemeenten, van waaruit regelmatig melk wordt betrokken, zijn er ruim 100 afkomstig van één koe. In den regel bewoog zich het vriespunt tusschen de waarden: -0.55 c. tot -0.57 c.

Eindelijk zij medegedeeld, dat in gevallen, waarbij handelsmelk een te geringe vriespuntsverlaging vertoonde, de toevoeging van water door den melkveehouder resp. melkverkooper bijna zonder uitzondering werd erkend en dat juist als gevolg van de vriespuntsmethode, vervalsching van melk met water, in plaatsen waar toezicht van overheidswege op den melkhandel bestaat, bijna niet meer wordt geconstateerd.

's-Gravenhage, 28 Januari 1914.

VRIESPUNTSBEPALING IN MELK.

Werkwijze: Slechts eenmaal wordt gekoeld en wel — tot 1 à $1\frac{1}{2}^{\circ}$ onderkoeling — direct in het koudmakend mengsel. Dan wordt zoo noodig geënt, de luchtmantel aangebracht en het vriespunt afgelezen.

Aleen wanneer de rijzing van het kwik in den thermometer niet snel genoeg gaat, wordt — zooals de codex het eischt — door zachte verwarming gesmolten en opnieuw gekoeld.

De thermometer is gecontroleerd volgens de aanwijzing van den codex.

Het vriespunt wordt steeds aangegeven in 2 decimalen; zoo noodig wordt als derde decimaal-cijfer 5 gebruikt.

Ervaring: Behalve vriespunten in verdachte monsters, zijn in mijn laboratorium 155 vriespunten bepaald in contrôle-melk. Gevonden is een vriespunt van

$-0^{\circ}.54$	$-0^{\circ}.545$	$-0^{\circ}.55$	$-0^{\circ}.555$	$-0^{\circ}.56$	$-0^{\circ}.565$	$-0^{\circ}.57$
22	25	59	10	27	5	7 maal.

Conclusie: Volgens de codex-methode (zelfs in vereenvoudigden vorm) ligt het vriespunt van onvervalschte melk tusschen $-0^{\circ}.54$ en $-0^{\circ}.57$.

Dordrecht, 22 Jan. '14.

VAN RAALTE.

VRIESPUNTBEPALING VAN MELK.

Naar aanleiding van de uitnoodiging van den Redacteur van het Chemisch Weekblad, om een en ander over de methode van vriespuntbepaling van melk van den Codex Alimentarius mede te deelen, diene het volgende.

De mededeelingen, die wij doen, betreffen een onzer fabrieken in Zuid-Holland; die door elkaar ongeveer 50 à 60 duizend liter melk per dag ontvangt en verwerkt. Bij dergelijke hoeveelheden behoeven wij niet te zeggen, dat het van groot belang is, eene betrouwbare methode te hebben, om watertoevoeging op te sporen.

De methode van vriespuntbepaling heeft ons hierbij reeds vele diensten bewezen, en wij durven het dan ook eene betrouwbare methode te noemen, omdat, voor zoover ons bekend, de methode ons nog nooit in den steek heeft gelaten.

Onze leveranciers zijn verplicht al hunne melk te leveren, zooals ze van de koe komt, dus onvervalscht. De monsters van de geleverde melk moeten dus practisch overeenstemmen met de stal- of weidemonsters, die wij zelf bij de boeren gaan halen gedurende het melken.

Een dergelijk stel monsters wordt betiteld met den naam van „verzegelde monsters”, omdat, na de monstername, de fleschjes direct worden verzegeld en gewaarmerkt.

Waar wij dus steeds over betrouwbare vergelijkmonsters beschikken en de beoordeeling bovendien plaats heeft naar de volledige analyse, zoo valt ons het oordeel over het al of niet vervalscht zijn van dergelijke melk vrij wat gemakkelijker dan daar, waar men met slijtersmelk te doen heeft.

De grootste waarde heeft de vriespuntsbepaling bij ons dan ook voor het uitzoeken van die leveranciers, bij wie de z.g. verzegelde monsters moeten genomen worden, omdat wij dan geen vergelijkmonsters hebben.

Wanneer wij dan ook hieronder een overzichtje laten volgen, zal men zien, welk een groot percentage van bemonsterde leveranciers ook werkelijk vervalscht had en dit heeft *erkend*.

Zijn de leverings- en stalmonsters echter genomen, ook dan nog speelt het vriespunt bij onze beoordeeling de hoofdrol. Onze onderzinking heeft n.l. geleerd, dat het vriespunt, zelfs bij afwijkende melk, meer dan een van de andere cijfers, het vermoeden kan steunen, of er al of niet water is toegevoegd.

Wat vinden wij b.v. niet dikwijls bij *onverdunde* melk een te lage vetvrije droogrest, waarbij dan echter het vriespunt normaal bleek te zijn.

In het jaar 1911 werden 27 verzegelde monsters genomen, waarvan 13 vervalscht bleken te zijn en 14 niet vervalscht. ¹⁾

In het jaar 1912 werden 15 verzegelde monsters genomen, waarvan 12 vervalscht bleken te zijn en 3 niet vervalscht.

In het jaar 1913 (het 2° halfjaar) werden 13 verzegelde monsters genomen, waarvan 9 vervalscht bleken te zijn en 4 niet vervalscht.

Het onderzoek wordt bij verzegelde monsters steeds door den hoofdscheikundige persoonlijk gedaan, de eerste 2 jaar geschiedde dit door den Heer H. TYDENS, T., nu directielid in een onzer fabrieken in Friesland, het laatste jaar door den Heer W. J. P. PELLE, T.

Het voorschrift, door beide voornoemde technologen gevolgd, wijkt inderdaad ook iets af van de voorschriften, gegeven in den Codex Alimentarius, maar dat neemt toch niet weg, dat genoemde Codex aan de populariteit van dit getal veel heeft bijgedragen, en dat als zoodanig, een groot deel van de verdienste aan den Codex toekomt.

Het zal nu duidelijk zijn, welk een onaangename indruk het twistgeschrijf over de te volgen methode op ons heeft gemaakt. Het staat nu eenmaal bij ons vast, en velen zullen er ook zoo over denken, dat het eerste voorschrift eener methode gewoonlijk niet het beste is en dat het later, nadat het voorschrift ruime toepassing heeft gevonden, altijd gemakkelijk valt, zoo'n methode juistere formuleeren. Zoo zal het hier ook wel zijn gegaan.

Het gelijkt mij dan ook in 't geheel niet buitengesloten, dat Dr. LAM zeer gaarne zal willen erkennen, dat het voorschrift in den Codex voor veranderingen en kleine verbeteringen vatbaar is, maar dat is dan ook heel iets anders dan zich neer te leggen bij een vernietigend en opzien verwekkend oordeel over een methodevoorschrift met groote verdiensten, en dat zeker heeft bijgedragen tot het populair maken van dit zoo waardevolle getal voor den practicus.

1) Bij alle gevallen, hier als „niet-vervalscht” genoemd, was het vriespunt der geleverde melk hooger dan dat van de stalmonsters, sporen water zijn dus waarschijnlijk.

Methode. De methode, die door beide voornoemde scheikundigen werd toegepast, is als volgt.

De niet-ontroemde melk wordt in een koelvat van -4° C. zooveel ondergekoeld, dat, na plaatsing van de buis in den luchtmantel, de onderkoeling 1° C. bedraagt. Steeds wordt langzaam geroerd, ongeveer 12 maal per minuut. Met behulp van een platina entnaald wordt met een weinig sneeuw, die zich heeft afgezet op den buitenwand van het toestel, geënt. Daarna wordt het gewenschte punt waargenomen, waarbij de thermometer niet meer stijgt. De thermometer is een volgens BECKMANN; de $1/1000$ graden worden geschat door een op den thermometer bevestigden afleesloupe. De bepalingen worden in duplo verricht en mogen niet meer dan 0.003° uiteenloopen.

Voor de bepaling van het nulpunt wordt uitgekookt gedistilleerd water gebruikt. Dit nulpunt wordt bij eene serie bepalingen bij het begin en na het einde, ook in duplo, bepaald.

Wanneer het gevonden vriespunt hooger is dan -0.54 , dan nemen wij het reeds als bijna zeker aan, dat de melk niet vrij van watertoevoeging is; de vriespunten n.l. van de door ons bij het melken genomen controlemonsters gedurende de laatste jaren schommelden tusschen -0.57 en -0.542 .

In de theoretische quaestie, door Dr. LAM en Dr. DEKHUYZEN behandeld, zullen wij ons natuurlijk niet mengen. Wij hopen echter, dat bij eene volgende uitgave van den Codex de entmethode iets duidelijker zal worden omschreven en het gebruik van andere thermometers gememoreerd.

„Hollandia”, *Vlaardingen*, 11. 2. '14. M. G. HUMMELINCK.

VOORSTEL IN ZAKE DE VRIESPUNTSBEPALING VAN MELK.

De uiteenzettingen der H.H. DEKHUYZEN en LAM van de vriespuntsbepaling van melk zullen velen met belangstelling gevolgd hebben. In vele punten zijn deze H.H. het met elkander eens; de verschilpunten zijn m.i. van niet zoo'n groot gewicht, dat eene overeenstemming uitgesloten is. Eene poging, om tot deze overeenstemming te komen, is het doel van dit schrijven.

Neemt men bij deze bepaling de m.i. juiste beginselen aan van

koelbad van constante temperatuur, onderkoeling en inleiding der kristallisatie door enting enz., dan is feitelijk bij de berekening van het werkelijk vriespunt alleen te letten op:

- 1) De thermometercorrecties (voor de graadwaarde en de kaliberfout). Over de noodzakelijkheid om deze correctie aan te brengen heerscht geen meeningsverschil. Al heeft men een thermometer met een Prüfungsschein der P.T.R., dan zal het toch een eisch zijn, den thermometer te blijven contrôleeren.
- 2) De correctie van BECKMANN (correctie wegens het meer geconcentreerd worden der oplossing door het uitkristalliseeren van het ijs). Bij 1° onderkoeling — zegt Dr. D. — is deze 1/66 van de depressie, terwijl Dr. L. meent, dat deze factor kleiner is. Wanneer zuiver ijs uitkristalliseert, hangt deze factor v.n.l. af van de waterwaarde van thermometer, roerder en bevrisesbuis, voorzoover die na onderkoeling en enting mede verwarmd worden. Dr. L. meent daarentegen, dat geen zuiver ijs uitkristalliseert, maar melkijs, waardoor de concentratieverandering niet zoo groot zou zijn.

Voor wat de correctie van BECKMANN betreft, blijft er dus een punt van verschil tusschen beide Heeren bestaan.

Allen, die zich met vriespuntsbepalingen van melk bezighouden, zou ik nu het volgende voorstel willen doen: Voert uwe bepalingen volgens het voorschrift en met het toestel van Dr. D. uit; bepaalt de waterwaarde van uw entbuis enz. approximatief, en de apparaatsconstante k_a zonder de logarithmische formule te gebruiken, maar eenvoudig door de daling per minuut telkens te deelen door het gemiddelde temperatuursverschil van koelbad en inhoud entbuis en dan het gemiddelde te nemen; geeft, zoolang in deze zaak geen overeenstemming is verkregen, uwe vriespunten op *zonder* de correctie van BECKMANN. Hoe groot of deze correctie ook zij, de verschillen voor de verschillende toestellen zullen niet van zulk een grooten invloed zijn, wanneer slechts de graad van onderdoeling en de wijze van werken dezelfde zijn.

Mijne ervaring van het toestel Dr. D. is een zeer gunstige; speciaal wijs ik er op, dat de bepaling zeer gemakkelijk uit te voeren is zelfs door hen, die met vriespuntsbepalingen weinig vertrouwd zijn. De groote capaciteit van het koelbad maakt, dat het vele uren gebruikt kan worden, wat voor seriewerk van groot voordeel is.

Naar ik vernomen heb, zeggen velen het voorschrift van den C. A., gewijzigd naar eigen inzicht, toe te passen; velen passen het dus niet op dezelfde wijze toe en dit acht ik bedenkelijk. Eenheid in methode en uitvoering, gebruik van hetzelfde toestel voor deze bepalingen zijn voor de officieele laboratoria een gebiedende eisch en zouden onaangenaamheden in foro kunnen voorkomen.

P. A. MEERBURG.

Boekaankondiging.

Codex Alimentarius, uitgegeven op initiatief van het Congres voor Openbare Gezondheidsregeling met steun van de Regeering. No. 2. Spijsvetten en Kaas, 2^e aangevulde druk. P. NOORDHOFF, Groningen, 1914, 98 bladz. Prijs f 1.25 (bij intekening f 1.—).

De 2^e druk van dit Codex-deeltje onderscheidt zich van den eersten door verschillende veranderingen en toevoegingen; de omvang is dan ook tegenover de eerste uitgave met 9 bladzijden toegenomen. Nieuw opgenomen zijn o. a.: de smeltpunt- en stolpuntbepaling volgens POLENSKE; het polarimetrisch onderzoek; het onderzoek op vreemde kleurstoffen en dat op plantaardige oliën in het algemeen (door kleurreactie's). De tabel, aangevende de correlatie tusschen het R. M. W.-getal en het refractiegetal bij gecontroleerde boter, heeft een meer overzichtelijken vorm gekregen. Ook voor de geharde vetten (ware geharde oliën niet juist geweest?) is een bescheiden plaatsje gevonden. Te verwonderen is evenwel, dat de soya-olie nergens genoemd wordt; deze begint, ook in ons land, een plaats in te nemen, niet alleen als vervalschingsmiddel en als verfolie, doch ook als spijsolie; voor de zeep-fabricage wordt zij reeds te duur!

De notatie der afkortingen is in overeenstemming gebracht met de besluiten der internationale conferentie voor voedingsmiddelenanalyse; met de definitie's is dit niet steeds het geval; zoo is wel het verzeepingsgetal volgens de nieuwe wijze gedefinieerd, echter niet het op dezelfde bladz. genoemde zuurgetal (Vgl. Chem. Weekbl. 1911, bladz. 806).

Sommige methoden, voornamelijk conventionele, waarbij de werkwijze van grooten invloed is op het resultaat, hadden iets scherper omschreven kunnen worden; b.v. de titerbepaling van vetzuren en de hexabromidenproef. Men zou er oneenigheden, als thans over de vriespuntbepaling van melk gaande zijn, mede voorkomen. De refractometertabel op bladz. 55 had, nu deze aan het slot op grooteren schaal is bijgevoegd, gevoegelijk kunnen vervallen, temeer waar bij elken refractometer een herleidingstabel geleverd wordt.

Men moge het misschien niet met alle veranderingen geheel eens zijn, of nog andere gewenscht hebben, toch kan men zeggen, dat deze druk tegenover den eersten verbeterd is en aan bruikbaarheid heeft gewonnen.

Wanneer zullen de afl. volgende op de 5^e, en reeds eenige malen door den uitgever op den omslag, gelijk ook thans weer, aangekondigd, verschijnen?

G. L. V.

Personalia, vacatures, industriële mededeelingen, enz.

Aflevering 1 van den 16^{den} jaargang van de „Zeitschrift für komprimierte und flüssige Gase sowie für die Pressluft-Industrie“ bevat een verhandeling van Prof. KUENEN over „die Verleihung des Nobelpreises für Physik an Professor HEIKE KAMERLINGH ONNES, Leiden“.

Aan de Universiteit te Utrecht is geslaagd voor het candidaatsexamen scheikunde de Heer J. J. WOLTERS.

Aan het Bat. Nbl. ontleenen wij — via het Pharm. Weekbl. — dat de Heer P. VAN LEERSUM, leider der gouvernements-Kinaonderneming te Tjinjroean, waarschijnlijk in den loop van 1914 zijn ontslag zal aanvragen. In verband hiermede zou spoedig de benoeming plaats vinden van Dr. M. J. G. M. KERBOSCH, gouvernements-scheikundige en directeur van het handelslaboratorium van het Departement van Landbouw, Nijverheid en Handel te Buitenzorg, tot adjunct-directeur van bovengenoemde gouvernements-onderneming.

Burgemeester en Wethouders van 's Gravenhage roepen op gegadigden naar de betrekking van assistent bij den Gemeentelijken Keuringsdienst op een jaarwedde van f 1400—f 1500. De benoeming geschiedt voorloopig voor één jaar.

In aanmerking komen uitsluitend sollicitanten in het bezit van een diploma als Doctor in de Chemie of in de Pharmacie, van Apotheker of Scheikundig Ingenieur. Sollicitanten naar deze betrekking worden uitgenoodigd hunne stukken op zegel in te zenden aan Burgemeester en Wethouders van 's Gravenhage vóór 25 Februari a. s. Hij, die voor een benoeming in aanmerking komt, moet zich aan een geneeskundig onderzoek onderwerpen. Nadere inlichtingen verstrekt de Directeur. Adres: Prinsegracht 50. Spreekuur Maandag en Donderdag van 11—12 uur.

B. en W. van Schiedam hebben den Raad voorgesteld een Keuringsdienst van levensmiddelen in te stellen en den dienst voor 5 jaren op te dragen aan den Heer F. H. BACKER, apotheker aldaar. Deze neemt tegen een jaarlijksche vergoeding van f 2500.— op zich per jaar per 100 inwoners ten minste 4 onderzoekingen — dat worden dus minstens een 1500 — te verrichten van melk, boter, brood, kaas, jam, limonade en andere drinkwaren; pannen, gummiwaren, enz. Ook zal hij de kosten dragen van de inrichting van het laboratorium, van de monsters bij neringdoenden genomen en van de noodige boek- en drukwerken. Eveneens zal hij de jaarwedde (f 1000.—) van den in overleg met B. en W. aan te stellen keurmeester betalen. Waar blijft het voordeel voor den Heer BACKER?

Leidsche Chemische Kring. In de vergadering van 10 Februari, werd door Dr. J. J. VAN ECK, in bijzonderheden gedemonstreerd het toestel van Dr. DEKHUYZEN ter bepaling van vriespunten van oplossingen. Het vriespunt van een monster melk werd er mede bepaald; de aan te brengen correcties werden berekend. De groote praktische waarde van het toestel bleek duidelijk. Dr. H. J. WATERMAN hield daarna een voordracht over de analogie tusschen de alcoholgisting en chemische omzettingen in aardappelen. Een mededeeling hierover zal eerstdaags in dit Weekblad worden opgenomen.