# PTB-Prüfregeln

## Getreidefeuchte

Verfahren zur Bestimmung der Getreidefeuchte und Prüfung von Feuchtemeßgeräten



Diese elektronische Version der PTB-Prüfregel Band 18 ist durch Digitalisierung der 1988 erschienenen Druckversion erzeugt worden. Die folgenden Seiten sind Bilddateien.

Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt und unterliegt der Creative Commons Nutzerlizenz CC BY-NC-ND 4.0 (https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/).



### **Empfohlene Zitierweise:**

Physikalisch-Technische Bundesanstalt. Getreidefeuchte: Verfahren zur Bestimmung der Getreidefeuchte und Prüfung von Feuchtemeßgeräten [online]. Bearbeitet von Reiner Balhorn. Braunschweig, © 1988, digitalisiert 2020. PTB-Prüfregeln, Band 18. ISSN 0341-7964. Verfügbar unter: https://doi.org/10.7795/510.20200716L

### Herausgeber:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

ISNI: 0000 0001 2186 1887

Presse und Öffentlichkeitsarbeit

Bundesallee 100 38116 Braunschweig

Telefon:(05 31) 592-93 13 Telefax: (05 31) 592-92 92 www.ptb.de Ergänzung zur PTB-Prüfregel Band 18 "Getreidefeuchte", Abschn. 5.1, 1. Absatz, Seite 5:

Der Feuchtegehalt des verwendeten Getreides muß zwischen 9 % und 15 % liegen [1], anderenfalls ist zu konditionieren (sh. Kapitel 9).

## PTB-Prüfregeln

### Getreidefeuchte

Verfahren zur Bestimmung der Getreidefeuchte und Prüfung von Feuchtemeßgeräten

Bearbeitet von Dr. rer. nat. Reiner Balhorn Herausgegeben von der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) in Zusammenarbeit mit den Eichaufsichtsbehörden

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Braunschweig und Berlin

ISSN 0341-7964

Die PTB-Prüfregeln sollen als Unterlage und Richtlinie für die Prüfung von Meßgeräten und Betriebsmitteln dienen. Den wesentlichen Teil einer Prüfregel bildet demnach die ausführliche Beschreibung der Prüfverfahren, der benötigten Normalgeräte und anderer Prüfmittel. Soweit es zum besseren Verständnis nützlich erscheint, wird auch auf die Ausführung der Gerätearten und auf Besonderheiten, die bei ihrer Anwendung zu beachten sind, eingegangen. Das Gebiet der PTB-Prüfregeln umfaßt nicht nur die eich- und beglaubigungsfähigen Meßgeräte, sondern auch Meßgeräte und Objekte anderer Art, die im Bereich der PTB geprüft werden. Die Prüfregeln wenden sich sowohl an die Eichbehörden, staatlich anerkannten Prüfstellen und Überwachungsorgange als auch an die Prüflaboratorien von Industrie und Wirtschaft. Sie werden ferner für die Einrichtung von Prüfstellen und Meßräumen sowie für Lehrzwekke von Nutzen sein.

Schriftleitung:

Dr. W. Hauser

Bundesallee 100, 3300 Braunschweig

PTB-Prüfregeln Band 18

Alle Rechte vorbehalten Copyright© 1988 by Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig Printed in Germany 1988

| Inha            | lt   | Seite          |
|-----------------|--|----------------|
| Vorb            | pemerkung  | 1              |
| 1               | Einleitung   | 2              |
| 2               | Getreidefeuchte  | 3              |
| 3               | Grundlagen der Feuchtebestimmung   | 3              |
| 4               | Feuchtebestimmer   | 4              |
| 5<br>5.1        | Referenzmethoden Feuchtebestimmung nach der Routine-Referenz-  | 5              |
| 5.2             | methode Feuchtebestimmung mit dem Vakuumtrocken- schrank   | 7              |
| 6               | Elektrische Feuchtebestimmer   | 8              |
| 7               | Schroten des Getreides   | 9              |
| 8<br>8.1<br>8.2 | Prüfung von Feuchtebestimmern<br>Weitere Prüfungen von Feuchtebestimmern nach<br>dem Wägetrockungsverfahren<br>Weitere Prüfungen bei elektrischen Feuchtebe- | 9              |
|                 | stimmern   | 10             |
| 9<br>9.1<br>9.2 | Konditionierung Vortrocknung des Getreides Befeuchtung   | 12<br>12<br>13 |
| 10              | Überprüfung von Vakuumtrockenschränken   | 14             |
| 11              | Überprüfung von Schrotern  | 14             |
| 12              | Prüfgetreide:Vorbereitung und Aufbewahrung der Proben  | 15             |
| 13              | Beispiel   | 16             |
| 14              | Literatur  | 17             |
| 15              | Protokollvordruck<br>https://doi.org/10.7795/510.20200716L   | 18             |

### Vorbemerkung

Die Prüfregel "Getreidefeuchte" wendet sich an Hersteller, Instandsetzer und Benutzer von Feuchtemeßgeräten in sehr verschiedenen Bereichen, z. B. im Eichwesen, im Handel, in Mühlen, in Einlagerungs- und Schiedsstellen. Diese Broschüre soll eine Hilfe sein bei der Beurteilung des eingesetzten Gerätes, um Fehlbedienungen und Fehlmessungen zu vermeiden. Dazu ist eine weitgehende Kenntnis der Eigenschaften des Getreides und der Geräte von Vorteil. Es werden daher sowohl Probleme der Getreidefeuchtebestimmung als auch praktische Anleitungen zur Prüfung der Meßgeräte beschrieben.

Grundlage der Prüfregel sind einerseits die ISO-Empfehlungen zur Bestimmung des Feuchtegehalts von Getreide und andererseits die in der PTB gewonnenen langjährigen Erkenntnisse bei der Zulassungsprüfung von Feuchtestimmern aller Art.

Inzwischen gibt es die Empfehlung Nr. 59 der Internationalen Organisation für gesetzliches Meßwesen (OIML) "Feuchtemeßgeräte für Getreide und Ölsaaten" [1]. Nach dem Vorschlag der Vollversammlung für das Meß- und Eichwesen soll diese Empfehlung in die Eichordnung übernommen werden.

### 1 Einleitung

Die Bewertung von Getreide spielt im Handel eine wichtige Rolle. Bestimmend für den Wert von Getreide ist sein Verhalten beim Vermahlen, Backen, Keimen, Lagern u. a.. Diese Eigenschaften hängen von biologischen und physikalischen Faktoren ab. Während sich biologische Daten nach der Ernte nur langfristig ändern, hängt der Feuchtegehalt als wichtige physikalische Eigenschaft von der Luftfeuchte und von den Lagerbedingungen ab. Getreide wird im relativ großen Feuchtebereich von etwa 10% bis 25 % angeliefert. Bei der Lagerung von Getreide darf sein Feuchtegehalt bestimmte Grenzen nicht überschreiten; so verlangt Getreide mit einem Feuchtegehalt von mehr als 16 % eine kostenaufwendige Trocknung und regelmäßige Überprüfung der Feuchte. Außerdem läßt sich Getreide nur bei einer bestimmten Feuchte optimal vermahlen. Daher ist die Kenntnis des Feuchtegehalts beim An- und Verkauf von großer wirtschaftlicher Bedeutung. Die Feuchte von Getreide läßt sich mit Feuchtebestimmern messen.

Feuchtebestimmer, die im geschäftlichen oder amtlichen Verkehr eingesetzt werden, unterliegen der Eichpflicht. Sie müssen von der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt zugelassen werden. Anforderungen an Feuchtebestimmer finden sich in der Eichordnung Anlage 11, Abschnitt 2 (1988).

Im Interesse einer einheitlichen Eichung in der Bundesrepublik Deutschland werden bei der eichtechnischen Prüfung gleiche Getreidesorten verwendet.

### 2 Getreidefeuchte

Die Feuchte wird gemessen als Feuchtegehalt eines Stoffes. Darunter versteht man den Quotienten aus der Masse des im Stoff chemisch gebundenen Wassers und der Gesamtmasse beider Komponenten [2]. Das biologische Gut Getreide enthält sowohl im Getreidekorn absorbiertes und an der Oberfläche adsorbiertes Wasser als auch biologisch gebundenes Wasser. Jede chemische und jede physikalische Bestimmungsmethode erfaßt diese Anteile in unterschiedlichem Maße. Um dennoch ein Maß für den Feuchtegehalt von Getreide zu haben, wurde international die Basis-Referenzmethode empfohlen. In Anlehnung an diese Methode ist der Feuchtegehalt von Getreide definiert als der Masseverlust, ausgedrückt in Prozent Probenmasse, den das Produkt unter festgelegten Versuchsbedingungen erfährt:

$$Feuchtegehalt = \frac{Masseverlust durch Trocknung}{Masse der feuchten Probe} \cdot 100 \%$$

### 3 Grundlagen der Feuchtebestimmung

Für die Bewertung von Getreide ist nur das mit der Umgebungsluft in Austausch tretende Wasser von Bedeutung, also der absorbierte und der adsorbierte Anteil. Dem Ziel, den austauschbaren Anteil zu ermitteln, kommt die Basis-Referenzmethode [3] am nächsten. Trotz Zerkleinerung des Korns und erhöhter Temperatur von 50 °C ist diese Methode bei einer Meßzeit von 100 h außerordentlich zeitaufwendig. Daher existieren daneben andere Methoden, die auf dem Wasserentzug durch starkes Erhitzen beruhen. Die in der Bundesrepublik Deutschland zugelassenen Normalmethoden werden unter den Punkten 5.1 und 5.2 behandelt.

### 4 Feuchtebestimmer

Feuchtebestimmer werden entsprechend dem Verfahren eingeteilt in Geräte

- zur Bestimmung der Feuchte durch Trocknung
- zur Messung einer von der Feuchte abhängigen physikalischen Größe.

Zur ersten Kategorie gehören Geräte nach dem Wägetrocknungsverfahren. Getrocknet wird durch Erhitzen des Meßgutes über 100 °C oder durch stark hygroskopische Stoffe. Dabei entweichen neben dem Wasser auch andere flüchtige Bestandteile.

Wägetrocknungsgeräte arbeiten nach dem gleichen Prinzip wie die Referenzmethoden. Ihr größter Nachteil für den betrieblichen Einsatz und für den Handel ist die lange Meßzeit von über einer Stunde. Diese Geräte werden dort eingesetzt, wo es auf genaue Messungen ankommt.

Im Handel und Gewerbe wird hingegen eine schnellere Feuchtebestimmung verlangt. Zum Teil werden dabei elektrische Größen gemessen, die von der Feuchte abhängig sind, wobei nach einer in der Bundesrepublik Deutschland zugelassenen Normalmethode kalibriert wird. Diese Feuchtebestimmer zeigen allgemein größere Fehler als Geräte, die nach einer Trocknungsmethode arbeiten.

Da abgelagertes Getreide beim Eichen der Geräte verwendet wird, aber die Feuchte erntefrischen Getreides gemessen werden soll, treten manchmal Differenzen zwischen den verschiedenen Meßprinzipien auf, denn beim abgelagerten Getreide ist die Feuchte in und am Korn im Gleichgewicht, was bei erntefrischem Getreide nicht immer zutrifft. Insofern ist der Einsatz elektrischer Feuchtebestimmer problematisch.

#### 5 Referenzmethoden

## 5.1 Feuchtebestimmung nach der Routine-Referenzmethode

Für die Routine-Referenzmethode zur Feuchtebestimmung [4,5,6,7] werden als Hauptbestandteile ein belüfteter Trockenschrank, eine Kegelmühle und eine Waage verwendet. Anforderungen an diese Geräte werden im einzelnen in dieser Prüfregel beschrieben. Außerdem soll die Raumtemperatur bei der Messung zwischen 18 °C und 22 °C und die relative Luftfeuchte zwischen 30 % und 70 % liegen.

Für die Feuchtebestimmung geht man wie folgt vor: Vom gut durchmischten Getreide werden zwei Portionen von etwa 10 g in der Kegelmühle geschrotet. Die erste Portion versetzt die Mühle nur in einen vom Meßgut abhängigen Feuchtezustand und dient nicht der Feuchtebestimmung (Blindversuch). Die zweite Portion wird sofort nach dem Schroten auf zwei Wägegläser (Durchmesser 50 mm) aufgeteilt und mit den zugehörigen Dekkeln verschlossen. Beide Proben werden auf 0,001 g genau gewogen. Anschließend setzt man diese Proben in den auf die Trocknungstemperatur (s. Tabelle 1) erwärmten Trockenschrank, wobei die Deckel neben den Wägegläsern abgelegt werden. Dabei sinkt die Temperatur im allgemeinen ab.

Die Trocknungszeit beginnt erst mit dem erneuten Erreichen der Trocknungstemperatur. Nach Ablauf der Trocknungszeit werden die Gläser sofort verschlossen und zur Abkühlung auf Raumtemperatur in einen Exsikkator gestellt. Nach etwa 60 Minuten bestimmt man die Masse der getrockneten Proben auf 0,001 g genau. Erfahrungsgemäß läßt sich diese Zeit auf etwa 20 Minuten abkürzen, wenn die Wärmeableitung der Wägegläser gut ist

und eine oberschalige Waage verwendet wird. Der Feuchtegehalt ergibt sich dann zu:

$$F_1 = \frac{\text{Masseverlust durch Trocknung}}{\text{Masse der feuchten Probe}} \cdot 100 \%$$

Beide Werte sollen nicht mehr als 0,15 % voneinander abweichen, ihr Mittelwert gilt als Feuchtegehalt der Probe. Für den Fall, daß die Probe vorgetrocknet werden mußte, errechnet sich die Ausgangsfeuchte nach folgender Formel:

$$F = F_1 + F_2 - F_1 \cdot F_2 / 100\%$$

F<sub>1</sub> Feuchte der Schrotprobe

F<sub>2</sub> Feuchteänderung der Ganzkornprobe (s. Abschn. 9.1)

F Feuchte der Ausgangsprobe

Tabelle 1
Trocknungstemperatur und Trocknungszeit für verschiedene Meßgüter

|          | T (°C) | t (h) | Zustand      |
|----------|--------|-------|--------------|
| Weizen   | 130    | 2     | geschrotet   |
| Roggen   | 130    | 2     | geschrotet   |
| Gerste   | 130    | 2     | geschrotet   |
| Hafer    | 130    | 2     | geschrotet   |
| Mais     | 130    | 4     | geschrotet   |
| Ölsaaten | 103    | *)    | ungeschrotet |

\*) Die Probe wird nach 3 h Trocknung gewogen. Dann wird nochmals eine Stunde getrocknet und wiederum gewogen. Dieser Vorgang wird so lange wiederholt, bis aufeinanderfolgende Werte eine Differenz ≤ 0,1 % Feuchtegehalt = 5 mg aufweisen.

### 5.2 Feuchtebestimmung mit dem Vakuumtrockenschrank

Bei diesem Verfahren zur Feuchtebestimmung wird anstelle des Trockenschranks nach 5.1 ein Vakuumtrockenschrank verwendet (Bild 1). Zunächst wird der Schrank auf die Trocknungstemperatur von 130 °C vorgewärmt. Das Einsetzen in den Vakuumtrockenschrank muß so schnell geschehen, daß die Schranktemperatur nicht unter 100 °C sinkt. Dann wird der Schrank evakuiert und durch Verstellen des Ventiles 2 auf 27 mbar (± 4 mbar) einreguliert. Die Trocknungszeit von 1 h beginnt nach dem Einsetzen der Proben. Nach Ablauf der Trocknungszeit wird der Schrank durch den Hahn 1 belüftet und die Pumpe abgeschaltet. Der Druck soll in der Minute um höchstens

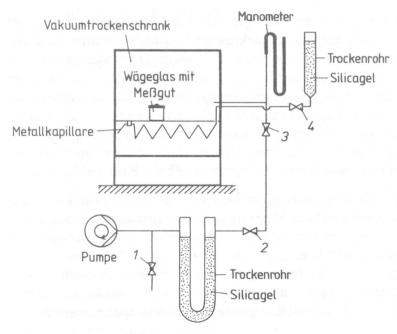


Bild 1
Schematischer Aufbau des Vakuum-Trockengerätes
1 Belüftungsventil; 2 Drosselventil; 3 Absperrventil; 4 Nadelventil

400 mbar ansteigen, um ein Zerstäuben des Schrotes durch zu plötzlichen Druckanstieg zu vermeiden. Zum weiteren Verfahren s. Abschn. 5.1. Vor jeder längeren Meßreihe sollte die einwandfreie Funktion des Vakuumtrockenschrankes gemäß Kapitel 10 überprüft werden. Das Verfahren wird national für die Feuchtebestimmung von Weizen, Roggen, Gerste und Hafer benutzt.

Als Referenzmethode für die Feuchtebestimmung soll nach Inkrafttreten der neuen Eichordnung nur noch die Routine-Referenzmethode benutzt werden.

### 6 Elektrische Feuchtebestimmer

Zur Erntezeit ist der Erzeuger häufig auf den sofortigen Verkauf angewiesen; hier haben elektrische Feuchtebestimmer entscheidende Vorteile. Sie beruhen auf elektrischen Meßgrößen, die von der Feuchte des Getreides abhängen und direkt am Korn oder am Schrot gemessen werden können. Hierzu eignen sich besonders die Leitfähigkeit, die Dielektrizitätszahl und das Infrarotreflexionsvermögen. Nachteilig ist die Tatsache, daß diese Meßgrößen nicht nur vom Wassergehalt, sondern auch von anderen Bestandteilen bzw. Eigenschaften des Korns abhängen.

Geräte zur Bestimmung der Getreidefeuchte am Ganzkorn beruhen meistens auf der Messung der Dielektrizitätszahl. Sie nutzen das - verglichen mit anderen Bestandteilen - relativ große Dipolmoment des Wassers aus. Geräte, die auf der Messung der Leitfähigkeit oder des Infrarotreflexionsvermögens beruhen, messen die Getreidefeuchte am geschroteten Korn, wobei das letztere Verfahren die Intensität typischer Reflexionsspektren erfaßt.

### 7 Schroten des Getreides

Außer bei Methoden zur Bestimmung der Feuchte am Ganzkorn ist die Schrotung von Getreide erforderlich. Dadurch läßt sich neben einer besseren Homogenität der Probe z.B. auch eine schnellere Messung nach dem Trocknungsverfahren erreichen. Allerdings birgt die Schrotung auch Nachteile in sich, ist sie doch je nach Art und Qualität der Mühle mit einer Erwärmung und damit gleichzeitig mit einem Feuchteverlust verbunden. Dieser Einfluß wird jedoch bei der Kalibrierung elektrischer Feuchtebestimmer berücksichtigt, indem Schroter als integrale Bestandteile der Meßgeräte angesehen werden.

## 8 Prüfung von Feuchtebestimmern

Feuchte bestimmer werden mit Getreideproben geprüft, deren Feuchte aufgrund einer Referenzmethode bekannt ist. Wegen der am Markt äußerst wichtigen Feuchte von etwa 15 % sollten zur Prüfung Proben mit dieser Feuchte verwendet werden, außerdem Proben mit etwa 19 % Feuchte, da Getreide häufig mit größeren Feuchten geerntet wird.

Zur Bestätigung gleichmäßigen Meßgutes und eines einwandfreien Meßgerätes wird die Messung mit einer zweiten Probe wiederholt. Die Unterschiede der Meßergebnisse dürfen 0,2 % Feuchte nicht überschreiten, und ihr Mittelwert muß innerhalb der Fehlergrenzen liegen.

### Allgemeine Prüfungen sind:

- 1 Feststellen der Vollzähligkeit der zum Gerät gehörenden Teile gemäß Bedienungsanweisung und Überprüfung auf einheitliche Fabriknummer und Herstellerzeichen.
- 2 Überprüfen der Funktion des Geräts mit Kontrolltaste oder

- durch programmierten Testlauf.
- 3 Überprüfen des Schroters durch Messen der Temperatur und der Feinheit des Schrotes (s. Kapitel 11).

## 8.1 Weitere Prüfungen von Feuchtebestimmern nach dem Wägetrocknungsverfahren

Die Prüfung von Feuchtebestimmern nach dem Wägetrocknungsverfahren umfaßt die Einzelprüfungen der Waage, des Thermometers, des Schroters und der Trocknungsschalen sowie der Prüfung des Gesamtgerätes mit Prüfgetreide. Über die Prüfung der Waagen und der Thermometer findet man an anderer Stelle [8,9] ausreichende Anleitungen. Bezüglich der Prüfung von Schrotern siehe auch Kapitel 11. Zur Prüfung des Gesamtgerätes ist die Messung mit einer Probe von etwa 15 % Feuchtegehalt einer einzigen Getreideart ausreichend. Besonderes Augenmerk ist auf eine funktionsfähige und richtige Regelung des Thermostaten (Schwankungsbreite 3 °C) zu legen.

## 8.2 Weitere Prüfungen bei elektrischen Feuchtebestimmern

- 1 Bei der Ersteichung ist die Richtigkeit des Gerätes zu prüfen mit Getreideproben, die einmal 15 %, das andere Mal 19 % Feuchtegehalt aufweisen. Man verwendet hierzu Getreidearten, für die das Gerät zugelassen ist.
  - Bei der Nacheichung ist wie bei der Ersteichung zu verfahren. Die Eichfehlergrenzen nach Eichordnung sind in Tabelle 2 aufgeführt.

Das Gerät wird nur bei zwei Feuchtewerten geprüft. Um die Richtigkeit im gesamten Meßbereich zu bestätigen, ist die Prüfung mit Widerständen oder Kondensatoren vorgesehen. Dabei wird die Anzeige des Gerätes mit den Werten der beigefügten Tabelle verglichen, in der der Feuchtegehalt als Funktion des Widerstandes oder der Kapazität angegeben ist. Bei Geräten mit Analoganzeige ist die Prüfung eines Meßbereiches bei zwei Werten ausreichend, bei Geräten mit Digitalanzeige bei fünf Werten. Die Prüfwerte sollten zu unterschiedlichen Anzeigen von etwa 2 % Feuchtegehalt führen und den Meßbereich überdecken.

2 Regelmäßige Überprüfung der Widerstandssätze im 5-Jahres-Rhythmus ist notwendig; zu empfehlen ist die Verwendung einer Präzisions-Widerstandsdekade. Bei Feuchtebestimmern, die unter Ausnutzung der Dielektrizitätszahl arbeiten,

Tabelle 2
Fehlergrenzen bei der Bauartzulassung unter Bezugsbedingungen

#### Geräte der Klasse I

| Feuchtegehalt | Produktgruppe 1       | Produktgruppe 2       |
|---------------|-----------------------|-----------------------|
| < 10 %        | 0,3 % Feuchtegehalt   | 0,4 % Feuchtegehalt   |
| > 10 %        | 3 % vom Feuchtegehalt | 4 % vom Feuchtegehalt |

#### Geräte der Klasse II

| Feuchtegehalt |        | Produktgruppe 1       | Produktgruppe 2       |
|---------------|--------|-----------------------|-----------------------|
|               | < 10 % | 0,4 % Feuchtegehalt   | 0,5 % Feuchtegehalt   |
|               | > 10 % | 4 % vom Feuchtegehalt | 5 % vom Feuchtegehalt |

Fehlergrenzen bei der Eichung

Bei der Eichung sind die oben aufgeführten Fehlergrenzen um 0,2 % Feuchtegehalt zu erhöhen.

Produktgruppe 1: Getreide außer Mais, Reis und Sorghum sowie Ölsaaten außer

Sonnenblumen

Produktgruppe 2: Mais, Reis, Sorghum und Sonnenblumen

- gilt entsprechendes für den Kondensatorsatz. Abweichungen vom Normalwert der Anzeige dürfen 0,15 % Feuchtegehalt nicht überschreiten (s. Anlage zum Zulassungsschein).
- 3 Weitere Prüfungen sind der Anlage zum Zulassungsschein zu entnehmen.

### 9 Konditionierung

Unter Konditionierung versteht man die Trocknung oder Befeuchtung von Getreide zur Erzielung einer vorgegebenen Feuchte. Sie ist dann notwendig, wenn wegen zu hoher Feuchte eine Schrotung oder Messung mit Schnellfeuchtebestimmern nicht möglich ist oder zur Prüfung keine Proben geeigneter Feuchte vorliegen.

### 9.1 Vortrocknung des Getreides

Läßt sich das Getreide nicht einwandfrei schroten, muß es vorgetrocknet werden. Dazu bringt man ca. 20 g Getreide in eine Schale, schließt sofort den Deckel und bestimmt die Masse  $M_1$ . Anschließend öffnet man die Schale und setzt sie der Raumluft aus. Dabei stellt sich nach einem Tag ein Gleichgewicht ein, das bei einer Lufttemperatur von 18 °C bis 22 °C und einer relativen Luftfeuchte von 30 % bis 70 % eine Getreidefeuchte von etwa 14 % ergibt. Eine Beschleunigung ist möglich, indem man die offenen Schalen eine Stunde lang in einen Trockenschrank mit 50 °C stellt und etwa 30 min lang abkühlen läßt. Anschließend wird die Schale erneut geschlossen und ihre Masse  $M_2$  bestimmt. Für Mais wird eine vierstündige Vortrocknung im Trokkenschrank vorgeschlagen.

Bei Schnellfeuchtebestimmern ist eine Vortrocknung notwendig, wenn der Meßbereich überschritten wird.

Die Feuchteänderung durch Vortrocknung beträgt:

$$F = (M_1 - M_2) \cdot 100 \% / M_1$$

### 9.2 Befeuchtung

Bei der Prüfung von elektrischen Feuchtebestimmern ist es notwendig, auch Proben mit einem Feuchtegehalt von etwa 19 % zu verwenden. Da im allgemeinen nur lagerfähiges Getreide von etwa 14 % Feuchtegehalt zur Verfügung steht, muß es künstlich angefeuchtet werden, zur Herstellung einer Probe bestimmter Feuchte kann nach folgender Formel vorgegangen werden:

 $M_{\rm W} = M_{\rm A} * (F_{\rm E} - F_{\rm A}) / (1 - F_{\rm E})$ 

 $M_{\rm W}$  = Masse des zuzusetzenden Wassers

 $M_A$  = Masse der Ausgangsprobe

 $F_{\rm E}$  = erwartete Feuchte

 $F_A$  = Ausgangsfeuchte

Das mit Wasser versetzte Getreide bringt man in ein verschließbares Gefäß mit doppeltem Volumen. Durch ständiges Drehen des Gefäßes auf einer Rollvorrichtung stellt sich nach einem Tag eine gleichmäßige Verteilung auf alle Körner und ein Gleichgewicht zwischen im Korn absorbiertem und an der Oberfläche adsorbiertem Wasser ein. Die Feuchte kann jedoch nicht aus den Ausgangskomponenten errechnet werden, sondern muß erneut bestimmt werden. Will man das feuchte Getreide längere Zeit lagern, so ist es im Kühlschrank aufzubewahren.

## 10 Überprüfung von Vakuumtrockenschränken

Zur Prüfung der Dichtheit eines Vakuumschrankes wird das Nadelventil 4 (s. Bild 1) geschlossen, der auf Zimmertemperatur befindliche Schrank auf 30 mbar evakuiert und danach der Verbindungshahn 3 zur Pumpe geschlossen. Ist der Druckanstieg innerhalb von 30 min kleiner als 10 mbar, so ist der Vakuumschrank genügend dicht.

Zur Kontrolle der durchströmenden Luftmenge wird der Schrank ebenfalls auf 30 mbar evakuiert und der Verbindungshahn 3 zur Pumpe geschlossen. Das Nadelventil 4 muß so eingestellt sein, daß der Druck innerhalb von einer Minute auf etwa 50 mbar bis 70 mbar ansteigt. Auf trockenes Silicagel ist zu achten.

## 11 Überprüfung von Schrotern

Beim Schroten hängt die Änderung der Feuchte vom Beginn der Probenahme bis zum Füllen der Meßzelle von der Geschwindigkeit der einzelnen Tätigkeiten (Schroten, Abwägen) ab. Daher ist zügiges und gleichmäßiges Arbeiten erforderlich.

Die Qualität eines Schroters wird beurteilt nach

- der Temperaturerhöhung des Meßgutes beim Schroten
- · der Feinheit des Schrotes und
- · dem Feuchteverlust beim Schroten.

Bei den Referenzmethoden kommen nur Schneidmühlen aus nicht adsorbierendem Material in Betracht, da sie praktisch keine Temperaturerhöhung und keine Feuchteverluste verursachen, so lange scharfe Messer verwendet werden. Bei diesen Proben ist nur die Feinheit zu überprüfen. Sie ist ausreichend, wenn von 10 g lufttrockenem Getreide mindestens 9 g durch ein Sieb mit 1,0 mm lichter Maschenweite (1,0 mm DIN 4188) fallen, wenn 2 min lang gesiebt wird.

Bei den anderen Verfahren muß die Feinheit des Schrotens den in der Betriebsanweisung angegebenen Werten entsprechen und ist jährlich zu überprüfen.

Bei Schlagmühlen ist außerdem auf die Temperatur des Meßgutes nach dem Schroten zu achten. Man geht dazu wie folgt vor: Das Getreide wird 1 min lang geschrotet. Das Glasgefäß wird sofort nach dem Schroten verschlossen und durch ein im Deckel befindliches Loch ein Thermometer in das Schrot gesteckt. Die Temperatur darf nach 3 min 45 °C nicht überschreiten.

## 12 Prüfgetreide: Vorbereitung und Aufbewahrung der Proben

Sämtliche Eichbehörden erhalten Getreide der gleichen Sorte. Dieses erreicht die Eichbehörden transportbedingt unter unterschiedlichen Bedingungen. Nach Anlieferung wird die Feuchte bestimmt. Bei einem Feuchtegehalt unter 14 % kann das Getreide in geschlossenen Behältern aus Glas oder Kunststoff bei Zimmertemperatur gelagert werden.

Für Prüfungen werden Teile davon in verschlossenen Behältern etwa 100g-weise abgefüllt und auf Feuchtegehalt von etwa 15 % und 19 % konditioniert (s. Kapitel 9). Nach Bestimmung des Feuchtegehalts mit einer Referenzmethode können diese Proben direkt zur Eichung dienen.

Wird angefeuchtetes Getreide nicht innerhalb von drei Tagen verwendet, müssen die Behälter im Kühlschrank aufbewahrt werden. Zur Temperaturangleichung sind sie nach ihrer Entnahme aus dem Kühlschrank mindestens 4 h lang zu rollen.

Ob das Getreide nach längerer Lagerzeit noch als Probe geeignet ist, bleibt eine Sache der Erfahrung und des Ermessens. Im Zweifelsfall sollte die Prüfung nach der Referenzmethode wiederholt werden.

### 13 Beispiel

20,000 g Ganzkorngetreide trockneten auf 19,235 g aus. Von der gut durchmischten Probe wurden 10 g entnommen, geschrotet und zwei Portionen von etwa 5 g im Normalgerät getrocknet.

Probe 1: 4,920 g trockneten auf 4,218 g aus,

Probe 2: 5,013 g trockneten auf 4,298 g aus.

Berechnung:  $F_2 = (20,000 - 19,235) / 20 \cdot 100 \% = 3,83 \%$ 

$$F_1$$
 (Probe 1) = 4,920 - 4,218 · 100 % = 14,27 %

$$F_1$$
 (Probe 2) = 5,013 - 4,298 · 100 % = 14,26 %

$$F = F_1 + F_2 - F_1 \cdot F_2 / 100 \% = 17,55 \%$$

Der Feuchtegehalt der Ganzkornprobe beträgt demnach 17,55 %.

### 14 Literatur

- [1] Internationale meßtechnische Empfehlung: Feuchtebestimmer für Getreide und Ölsaaten August 1984 der Organisation Internationale de Métrologie Légale (OIML). Abgedruckt in PTB-Mitt. 95 (1985) S. 116-131. Zitiert in: Eichordnung Anlage 11, Abschnitt 2 (1988)
- [2] Kohlrausch, F.: Praktische Physik. 22. Aufl. Stuttgart: Teubner, 1968, Band 1, Abschn. 4.5.4
- [3] Norm ISO 711 Cereal and cereal products Determination of moisture content (Basic reference method)
- [4] Norm ISO 712 1979 (E) Cereal und cereal products Determination of moisture content (Routine reference method)
- [5] Norm ISO 6540 1980 (E) Maize-Determination of moisture content (on milled grains and on whole grains)
- [6] Norm ISO 665-1977 (E) Oilseets-Determination of moisture and volatile matter content
- [7] Richtlinie der EG Nr. L 281/28 vom 01.11.1975. Praktische Bezugsmethode zur Bestimmung des Feuchtigkeitsgehalts
- [8] Amtliche Bekanntmachungen des Bundesministers für Wirtschaft vom 19.06.1980; Allgemeine Verwaltungsrichtlinien für die Eichung von nichtselbsttätigen Waagen
- [9] Rahlfs, P.; Blanke, W.: Flüssigkeits-Glasthermometer. Berlin: Deutscher Eichverlag, 1967 (PTB-Prüfregeln)

### Allgemein

Schäfer, Werner; Altrogge, Ludwig: Getreide und Getreidetrocknung. Detmold: Moritz Schäfer, 1960

Standard-Methoden für Getreide, Mehl und Brot.5. Aufl. Detmold: Moritz Schäfer, 1971

#### 15 Protokollvordruck

| Neueichung:  | Nacheichung:   | Befundprüfung: |
|--|--|----------------|
| Antragsteller:   |  |                |
| Besitzer:  |  |                |
| Adresse:   |  |                |
| Fabrikat:  |  | Тур:           |
| Fabriknummer:  |  | Hauptstempel:  |
| Baujahr:   |  |                |
| Letzte Eichung:  |  |                |
| Vollzähligkeit der Ein<br>Widerstandsmesser:<br>Kornschneider:<br>Einlegeskalen:<br>Bedienungsvorschrift | Meßzelle mit <sup>-</sup><br>Füllmaß (ohne<br>Weizen | Thermometer:   |

#### 2. Einlegeskalen

Beim HOH müssen sich Anfangstrich (0) und Endstrich (K) bei eingelegter Skale mit den entsprechenden Teilstrichen des Widerstandsmessers decken.

Beim Hygrorekord ist auf die richtige Einrastung der Skale zu achten.

3. Kontrolle des Widerstandsmessers

Achtung: Meßtaste niemals länger als 30 s betätigen. Ändert sich bei batteriebetriebenen Geräten nach einer Betätigung der Meßtaste von 30 s die Anzeige um mehr als 0,1 % Feuchtegehalt, ist die Batterie zu ersetzen. Justiermöglichkeit prüfen.

| Meßbereich | Schalter-<br>stellung | Widerstand | Erwartungs-<br>wert | Angezeigter<br>Wert | Fehler |
|------------|-----------------------|------------|---------------------|---------------------|--------|
| 111        |                       |            |                     |                     |        |
| 111        |                       |            |                     |                     |        |
| 111        |                       |            |                     |                     |        |
| 11         |                       |            |                     |                     |        |
| II         |                       |            |                     |                     |        |
| II         |                       |            |                     |                     |        |
| 1          |                       |            |                     |                     |        |
| 1          |                       |            |                     |                     |        |
|            |                       |            |                     |                     |        |

Fehlergrenze 0,1 % - Überschneidungspunkte der Meßbereiche prüfen!

4. Richtigkeitsprüfung:

Das Getreide muß Meßraumtemperatur angenommen haben und darf nicht länger als 5 Minuten der Meßraumluft ausgesetzt sein. Bei der Ersteichung sind Proben von etwa 15 % zu verwenden.

| Fehlergrenze | Feuchte in Prozent |          |        | Prob Nr. | Getreideart |
|--------------|--------------------|----------|--------|----------|-------------|
|              | P-N                | Prüfling | Normal |          |             |
|              |                    |          |        |          |             |
|              |                    |          |        |          |             |

5. Temperaturkorrektur:

Sofort nach der Messung ist die Temperatur am Meßzellenthermometer abzulesen. Das Gerät ist auf 20 °C justiert. Bei abweichender Temperatur ist die Feuchte des Prüflings z.B. wie folgt zu korrigieren:

| Temperatur | Korrektur der Feuchte in % |  |
|------------|----------------------------|--|
| 18 °C      | + 0,2                      |  |
| 20 °C      | 0,0                        |  |
| 22 °C      | - 0,2                      |  |

Die Funktionsfähigkeit der Temperatur-Kompensation ist durch Verstellen zu überprüfen.

Stempelstellen

Bemerkungen

