



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

204155
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 01 07 77
(21) [PV 4387-77]

(51) Int. Cl.³
G 01 N 5/00
G 01 N 31/16

(40) Zveřejněno 31 07 80

(45) Vydáno 15 12 83

[75]

Autor vynálezu

MAŠEK JOSEF ing., LIBEREC a SCHWARZ MILOŠ ing., PRAHA

[54] Způsob analytického stanovení tuku a čísla kyselosti tuku v krmivech

1

Vynález se týká způsobu analytického stanovení tuku a čísla kyselosti tuku v krmivech extrakcí extrakčními činidly, rozpouštěním vyextrahovaného tuku v rozpouštědle s následující extrakcí.

Dosavadní způsoby stanovení tuku a čísla kyselosti tuku v krmivech a biologickém materiálu se provádějí extrakčními činidly dietyléterem, petroléterem nebo hexanem. Vzhledem k tomu, že tato extrakční činidla jsou nebezpečnými hořlavinami nebo dokonce zvláště nebezpečnými hořlavinami, musí být prostory, v nichž se extrakce provádí, odděleny od ostatních laboratorních nebo výrobních prostor a vybaveny speciálním zařízením pro výbušné prostředí, tedy zvláštními rozvody elektrické energie a vytápěcím zařízením pro výbušné prostředí s účinnou nucenou ventilací. I v takto zařízených místnostech je přípustné množství etyléteru omezeno na 5 l, což při spotřebě 0,4 l na 1 stanovení umožňuje současnou extrakci maximálně 12 vzorků. Jelikož extrakce éterem je prováděna 7 hodin, limituje toto množství zároveň denní kapacitu, která je velmi nízká. Tato nezbytná opatření se pak projevují ve značných pořizovacích nákladech, v nedokonalém předebrávání přisávaného vzduchu a obtížích při konstrukci topných zařízení pro výbušné pro-

2

středí. V některých případech není možné provádět ani ekonomicky prospěšnou regeneraci uvedených extrakčních činidel. Při stanovení čísla kyselosti tuku se rozpouštění vyextrahovaného tuku provádí zpravidla dietyléteranolovou směsí, která je rovněž nebezpečná hořlavina, načež následuje titrace odměrným roztokem hydroxidu draselného. Tuto práci je nutno provádět alespoň v dobře větrané místnosti bez přítomnosti otevřeného ohně. Pokusy s náhradou těchto nebezpečných hořlavin extrakčními činidly nehořlavými dospěly k extrakčním činidlům toxickým, jako dichlormetanu, tetrachloretylénu a dichloreтанu a tato náhrada přináší jiné nebezpečí, jako toxicitu nebo otravu přímou nebo chemickou. Mimoto nebylo možno stanovit ve vyextrahovaném tuku číslo jeho kyselosti.

Uvedené nedostatky odstraňuje podle vynálezu způsob analytického stanovení tuku a čísla kyselosti tuku v krmivech extrakcí extrakčními činidly, rozpouštěním vyextrahovaného tuku v rozpouštědle s následující titrací. Jeho podstata spočívá v tom, že se jako extrakční činidlo použije trichlortrifluoretan nebo trichlormonofluormetan a jako rozpouštědlo trichlortrifluoretan nebo trichlormonofluormetan ve směsi s etanolem v množství od 40 % do 60 % hmot.

Základní výhoda způsobu podle vynálezu spočívá v eliminaci nebezpečných hořlavin. Mimoto je možno provádět opakovatelně a bezpečně regeneraci těchto činidel bez nebezpečí změny jejich vlastností a v provozu nahrazovat jen vzniklé úbytky. Vlastní extrakce je dále podstatně rychlejší za použití průtokového extraktoru a dosáhne se tedy i urychleného stanovení tuku. Odpadají tedy všechna omezení maximálně přípustného množství a kapacita provádění tohoto analytického stanovení může být jen s ohledem na prostor neomezeně zvětšena, jelikož může být prováděna v jakékoliv místnosti.

Způsob podle vynálezu je dále blíže popsán na několika příkladech konkrétního provedení.

Příklad 1

Bylo odváženo 5,000 g vzorku krmiva obsahujícího 0,252 g tuku a vloženo do extrakční tuby, které bylo uzavřeno vatovou zátkou. Po vysušení při 95 °C po dvou hodinách byla tuba vložena do extrakční části extraktoru a tato nasazena mezi předem vysušenou a zváženou extrakční baňku do které bylo přidáno 50 ml extrakčního činidla, tvořeného trichlortrifluoretanem, a chladičový nástavec. Celé zařízení bylo umístěno na topné těleso, puštěna chladicí voda a otevřen kohout pod chladičem. Od okamžiku, kdy začal kondenzovat první podíl par extrakčního činidla, se extrahovalo 1 hodinu. Pak byl kohout uzavřen, činidlo z extrakční baňky bylo odpařeno a současně regenerováno. Extrakční baňka byla sejmuta a vysušena při 97 °C po dobu 1 hodiny a po ochlazení v exikátoru zvážena. Vyvážka extrahovaného tuku byla 0,2509 g.

Obsah tuku byl stanoven podle vzorce

$$\% = \frac{a \cdot 100}{n},$$

kde

a je vyvážka vyextrahovaného tuku v g,
n je navážka vzorku v g

$$\% = \frac{0,2509 \cdot 100}{5,000} = 5,018 = 5 \%$$

Dále bylo stanoveno číslo kyselosti tuku. Tuk v baňce byl rozpuštěn mírným zahřátím v 25 ml předem zneutralizované směsi trichlortrifluoretanu s etanolem v poměru 1:1. Roztok byl titrován odměrným roztokem hydroxidu sodného 0,1 mol/l do vzniku slabě fialového zabarvení. Číslo kyselosti v mg KOH/1 g tuku byl vypočten podle vzorce

$$\frac{b \cdot t}{a},$$

kde

b je spotřeba 0,1 mol/l odměrného roztoku v ml,

t je množství hydroxidu draselného v jednom ml,

a je vyvážka vyextrahovaného tuku v g,

$$\text{což se rovná } \frac{1,45 \cdot 5,611}{0,2509} = 32,4.$$

Získané výsledky byly totožné s výsledky získanými dosud používanými rozpouštědly.

Příklad 2

Byla použita stejná látka ve stejném množství jako v příkladě 1, jako rozpouštědlo byl použit monofluortrichlormetan. Vyextrahovaného tuku bylo získáno 0,2511, což odpovídá obsahu tuku 5 % hmot. Číslo kyselosti bylo zjištěno stejné.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob analytického stanovení tuku a čísla kyselosti tuku v krmivech extrakcí extrakčními činidly, rozpouštěním vyextrahovaného tuku v rozpouštědle s následující titrací, vyznačený tím, že se jako extrakční

činidlo použije trichlortrifluoretan nebo trichlormonofluormetan a jako rozpouštědlo trichlortrifluoretan nebo trichlormonofluormetan ve směsi s etanolem v množství od 40 do 60 % hmot.