



G01m 33/12

POLSKIEJ RZECZYPOŚPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 37072

Kl. 42 1, 3/03

Zakłady Mięsne w Poznaniu
Przedsiębiorstwo Państwowe*)
Poznań, Polska

Sposób oznaczania wody, tłuszczu, białka i soli, zwłaszcza w mięsie, oraz urządzenie do wykonywania tego sposobu

Udzielono patentu z mocą od dnia 26 września 1953 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób równoczesnego oznaczania wody, tłuszczu, białka i soli w substancjach złożonych, np. mięsie.

Dotychczas w celu dokonania tych oznaczeń konieczne było dokonywanie co najmniej czterech odrębnych skomplikowanych oznaczeń przy posługiwaniu się rozmaitymi urządzeniami, jak suszarkami, aparatami Soxhlet'a, kolbami Kjeldahla oraz aparaturami do oznaczania amoniaku, przy odważaniu zawsze oddzielnej próbki.

Znany jest wprawdzie sposób jednoczesnego oznaczania wody i oleju mineralnego np. przy analizie złóż ropośnych jednak sposób według wynalazku pozwala na dokonanie oznaczenia również i soli zasadniczo równocześnie przy użyciu tylko jednokrotnie odważonej próbki i jednego tylko aparatu, stanowiącego również przedmiot wynalazku. Szybkość i dokładność ozna-

czeń są zaletami tego sposobu, osiągalnymi dzięki zastosowaniu aparatu o odpowiedniej konstrukcji.

Sposób według wynalazku posługuje się znaną metodą ksylenową do oznaczania wilgotności takich materiałów jak węgla kamiennego, drewna itd. przy czym ksylen służy równocześnie do ekstrakcji tłuszczów. Stała pozostałość po ekstrakcji ksylenem zawiera sole oraz białko. Sole oznacza się znaną metodą Mohr'a, zaś pozostałość stanowiącą białko można wyliczyć lub odważyć po ekstrakcji wodnej, przy czym ewentualną obecność azotynów i azotanów oznaczyć można znanymi metodami równocześnie w przesączu, zawierającym sole.

Do przeprowadzenia sposobu według wynalazku stosuje się przyrząd uwidoczniiony na załączonym rysunku.

Fig. 1 przedstawia przyrząd w przekroju w widoku z boku, zaś fig. 2 i 3 — koszyczek

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są inż. Józef Charzyński i mgr Włodzimierz Krajewski.

ekstrakcyjny, służący do umieszczenia próbki, w widoku z boku i z góry.

Przyrząd do przeprowadzania sposobu według wynalazku składa się z kolbki ekstrakcyjnej 1, w której umieszcza się nasycony wodą ksylenu. Kolbka 1 posiada szyjkę 2, w którą zachodzi szlif 3 przewodu 4 odprowadzającego parę ksylenu, przechodzące poprzez nasadę 5 z szyjką zaopatrzoną w szlif 6 do chłodnicy zwrotnej 7. Pary ksylenu z porwaną parą wodną skraplają się w chłodnicy zwrotnej 7 i ksylenu oraz woda ściekają do rurki miarowej 8, połączonej z zasadą 5, gdzie następuje warstwowy rozdział wody i ksylenu, przy czym cięższa woda zbiera się na dole rurki miarowej 8 z kranem 9, podczas gdy nadmiar ksylenu wypływa przelewem 10 i ścieka na próbkę wylotem 10', w koszyczku ekstrakcyjnym 11, zawieszonym w szyjce 2 kolby 1, najkorzystniej na odpowiednich występach 12, wykonanych od wewnątrz szlif 3, na które zachodzą obrzeża 13 koszyczka 11, zaopatrzone w otwory nasadowe 14.

Koszyczek ekstrakcyjny 11 posiada dno 15, zaopatrzone w liczne otwory 16 dowolnego kształtu, najkorzystniej dosyć duże w celu umożliwienia łatwego przepływu par ksylenu. Na dno koszyczka układa się małe krążek papieru filtrowego. Koszyczek 11 zamiast posiadać obrzeża, może być ewentualnie wyposażony w dowolne inne urządzenia utrzymujące go w stanie zawieszonym w szyjce kolby ekstrakcyjnej 1. Na przykład zamiast obrzeży, przy wykonaniu koszyczka ze szkła, zaopatrzyć go można np. w trzy wyboje szklane, opierające się o stożkową powierzchnię szyjki 2.

Koszyczek według innej odmiany konstrukcyjnej nie wymagającej rysunkowego zilustrowania, może być tak wykonany, że umieszcza się go zasadniczo na szlif 3 i ciernie do szlif wewnętrznego szyjki 2 kolbki 1. W tym celu koszyczek wykonany w postaci znanych szklanych tygielków piankowych posiadać może górny wewnętrzny szlif zachodzący na szlif 3 oraz dolny szlif zewnętrzny wchodzący do szyjki 2 i opierający się o jej szlif wewnętrzny. Tak wykonany koszyczek może służyć do dokonywania kilku rozmaitych selektywnych ekstrakcji, rozmaitymi rozpuszczalnikami znajdującymi się w różnych kolbkach 1 kolejno podłączanych.

Aparatura najkorzystniej wykonana jest ze szkła, jednakże może ona być też wykonana w metalu lub nawet częściowo w porcelanie. Koszyczek ekstrakcyjny jest wykonany najkorzystniej z porcelany lub też ze szkła, przy czym dno koszyczka może być również wykonane w postaci dna piankowego o szerokich porach

przepuszczających pary rozpuszczalnika, przez co może odpadnąć konieczność stosowania sączków. Również wskazane może być w celu uproszczenia postępowania wykonać główce szlifów 3 i 6 o jednakowej średnicy.

Sposób oznaczania wody, tłuszczu, białka i soli według wynalazku można przeprowadzić przy stosowaniu wymienionego aparatu jak następuje:

Przykład I. Dobrze przemieloną i przemieszaną masę mięsną odważa się w ilości 10 gramów z dokładnością do 0,01 grama w uprzednio starowanym i wysuszonym koszyczku 11, zawierającym na dnie 15 odpowiedni krążek z białej filtracyjnej. Koszyczek zawieszają następnie na występach 12 szlif 3 przez przetknięcie tych występów poprzez otwory 14 obrzeża 13 i pokręcenie go o półwieci obrotu w szlif 3 tak, by obrzeża 13 zakryły występy 12, patrząc z góry.

Do kolbki 1 dodaje się ksylenu odpowiednio nasyconego wodą, po czym szyjkę 2 nasadza się na szlif 3, następnie ogrzewa kolbkę, np. przez umieszczenie na łaźni piaskowej i skuteczną destylację ksylenu przez czasokres około 2 godzin aż do zaprzestania gromadzenia się wody, która porywana zbiera się w rurce miarowej 8 nasady chłodnicowej 5, przy czym nadmiar ksylenu krąży, wracając odnogą 10 i poprzez wylot 10', zraszając próbkę zawartą w koszyczku ekstrahuje tym samym zawarty w próbce tłuszcz do kolbki 1.

Po ukończeniu destylacji prosty odczyt na skali menzurki podaje zawartość wody. Po tej czynności próbkę wraz z koszyczkiem zdejmują się z zawieszenia i suszy w temperaturze 145°C przez 15 minut. Po wysuszeniu i ochłodzeniu w eksykatorze, koszyczek z próbką waży się, przy czym ubytek wagi daje ubytek tłuszczu i wody. Odliczając odczytaną ilość wody, otrzymuje się zawartość tłuszczu.

Koszyczek wraz z próbką umieszcza się następnie w zlewce tak, by poziom wody destylowanej sięgał prawie do brzegów koszyczka i ogrzewając skutecznie się ekstrakcję soli. Po wyekstrahowaniu, zawartość przepłukuje się jeszcze wodą i opłukuje ścianki koszyczka do zlewki a następnie przelewa się zawartość zlewki do kolbki miarowej, spłukując do niej przesącz strumieniami wody destylowanej aż do miarki. Zawartość soli oznacza się znaną metodą Mohr'a. Pozostałość stanowi surowe białko, które obliczyć można wagowo po wysuszeniu lub też prostym rachunkiem z różnicy wag próbki, od której odjęto wagę wody, tłuszczu i soli. W przypadku stwierdzenia obecności azotanów i azotynu, można je oznaczyć z przesączu wod-

nego (pozostałości w kolbie miarowej) znanymi ogólnie metodami.

W celu sprawdzenia można też oddestylować ksylen i wagowo oznaczyć tłuszcz, zaś w suchej pozostałości oznaczyć azot metodą Kjeldahla, czym sprawdzić można dokładność sposobu. Jak się okazało wyniki uzyskane tą metodą leżą w granicach dopuszczalnego praktycznie błędu.

Przykład II. Sposób przeprowadza się przy użyciu odmiany konstrukcyjnej aparatury, posiadającej koszyczek wykonany w postaci nasady o dwóch szlifach, w której górny otwór koszyczka zachodzi na szlif 3, zaś dolny szlif zewnętrzny koszyczka wchodzi w szlif wewnętrzny szyjki 2 kolbki 1. Stosując tę odmianę aparatury, próbkę traktowaną ksylenem poddaje się przepłukaniu drobną ilością eteru w celu usunięcia ksylenu, po czym podkłada się drugą kolbkę destylacyjną 1, zawierającą ściśle odważoną lub odmierzoną ilość wody i osadzając koszyczek wraz z kolbką bezpośrednio pod chłodnicą 7, powoduje się ekstrakcję soli, które oznaczyć można jak w przykładzie I metodą Mohr'a. Następnie koszyczek zdejmuje się i susząc w suszarce oznaczyć można wagowo pozostałość białkową.

Sposób według wynalazku pozwala zatem na nadzwyczaj szybkie i dokładne przeprowadzanie takich analiz, co ma szczególne znaczenie przy masowym napływie prób, przy czym oznaczanie niniejszą metodą w porównaniu do znanych sposobów pozwala na zaoszczędzenie 5/6 czasu potrzebnego do oznaczania tych składników dawnymi sposobami oraz znacznych ilości drogich odczynników i innych aparatów. Sposób ten stosować można oczywiście bez wykraczania poza ramy wynalazku w innych jeszcze modyfikacjach i do równoczesnego oznaczania tych składników w dowolnych substancjach technicznych innych aniżeli mięso.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oznaczania wody, tłuszczu, soli i białka, zwłaszcza w mięsie, znamienne tym, że stosując ksylen jako rozpuszczalnik oddestylowuje się znanym sposobem wodę, dokonując jednocześnie ekstrakcji tłuszczu, po czym wyługowaną substancję poddaje się ekstrakcji wodnej w celu usunięcia i oznaczenia soli, po czym resztę po ługowaniu oznacza się wagowo lub z prostego rachunku jako białko.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienne tym, że ekstrakcję soli wodą uskutecznia się pozostawiając próbkę w urządzeniu, w którym przeprowadzono ekstrakcję tłuszczu i oznaczenie wody, ponad wrzącą wodą, najlepiej w ściśle obliczonej ilości i wyługowuje sole

za pomocą powracającej w postaci skroplin pary, a następnie oznacza sole w uzyskanym ekstrakcie wodnym w znany sposób, np. sposobem według Mohr'a po czym susząc pozostałość oznacza się ją wagowo jako pozostałość białkową, przy czym w przesączu oznacza się ewentualnie również azotyny i azotany znanymi metodami.

3. Urządzenie do przeprowadzania sposobu według zastrz. 1 i 2, znamienne tym, że składa się z kolbki ekstrakcyjnej (1), zawierającej rozpuszczalnik, nasady (5), zbierającej wodę z rurki miarowej (8), przy czym nasada posiada odprowadzenie (4) dla par rozpuszczalnika i wody oraz ewentualnie odprowadzenia (10) dla skroplin rozpuszczalnika, zwracające rozpuszczalnik wylotem (10'), na badaną próbkę tak, by dobrze oplukiwał próbkę w celu wyługowywania tłuszczu, przy czym w szyjce ponad poziomem rozpuszczalnika osadzona jest w dowolnym naczyniu, np. koszyczku (11), odważona badana próbka.
4. Urządzenie według zastrz. 3, znamienne tym, że naczynie na badaną próbkę jest wykonane w postaci koszyczka (11) np. ze szkła lub porcelany, zaopatrzonego w dno (15) z dowolnymi otworami (16), przy czym obrzeże (13) koszyczka posiada kołnierz przyrywany otworami (14) dla zaczepienia go o występy dokonane, np. wewnątrz zakończenia szlifu (3).
5. Odmiana urządzenia według zastrz. 4, znamienne tym, że porcelanowy lub szklany koszyczek posiada kilka wybojów, opierających się o stożkowy wylot szyjki (2) kolbki destylacyjnej (1), służących do utrzymania koszyczka w zawieszeniu ponad poziomem wrzącego rozpuszczalnika.
6. Odmiana urządzenia według zastrz. 4, znamienne tym, że koszyczek (11) posiada górny wewnętrzny szlif, zachodzący na szlif (3) oraz dolny szlif zewnętrzny, zachodzący w wewnętrzny szlif szyjki (2) kolbki (1).
7. Odmiana urządzenia według zastrz. 3—6, znamienne tym, że posiada koszyczek (11), zaopatrzony w dno porowate o możliwie szerokich porach, przepuszczających pary rozpuszczalnika.
8. Odmiana urządzenia według zastrz. 3—7, znamienne tym, że wylot szyjki kolbki destylacyjnej (1) i wylot szyjki nasady (5) posiadają równe średnice.

Zakłady Mięsne w Poznaniu
Przedsiębiorstwo Państwowe
Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych

