



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 05.04.75 (P. 179368)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 04.12.76

Opis patentowy opublikowano: 31.10.1978

MKP G01n 33/16

Int. Cl.²
G01N 33/16

CZYTELNIJA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: Stefan Kucharski

Uprawniony z patentu: Zjednoczenie Przemysłu Paszowego „Bacutil”,
Warszawa (Polska)

Sposób oznaczania stopnia wymieszania pasz

1

Wynalazek dotyczy metod kontroli procesu mieszania surowców w mieszalnicach i wytwórniach pasz. Pozwala na szybkie określenie jednorodności mieszanki oraz ustalania optymalnego czasu mieszania określonych surowców w danym mieszalniku.

Znanych jest wiele metod oznaczania stopnia wymieszania pasz, lecz tylko nieliczne są wykorzystywane w praktyce. Metody radiometryczne wymagają trudno dostępnej i drogiej aparatury pomiarowej oraz specjalnych pomieszczeń laboratoryjnych. Polarograficzne oznaczanie jodu i cynku jest bardzo kosztowne i wymaga wysoko wykwalifikowanej obsługi. Znane są również metody polegające na dodatku barwnika do paszy, który następnie oznacza się kolorymetrycznie w wodnych roztworach ekstraktów z badanych próbek. Prosta ale obciążona dużym błędem jest metoda pomiaru ciężaru usypowego próbek paszy. Biometryczne oznaczanie chlorotetracykliny ze względu na długi czas analizy nie znalazło szerszego zastosowania.

Jako wskaźnik stopnia wymieszania najpowszechniej stosuje się chlorek sodu, oznaczany metodami: wagową, sedymentacyjną miareczkową, potencjometryczną lub mikromiareczkową. Metoda oznaczania chlorków oraz metoda oznaczania białka są łącznie stosowane do kontroli procesu mieszania w przedsiębiorstwach przemysłu paszowego. Oznaczanie jednorodności pasz polega na

2

określanu zróżnicowania próbki seryjnej pod względem wybranego parametru. Próbką seryjną składa się z pięciu próbek pierwotnych, a każdą próbkę pierwotną z serii należy analizować na:

- zawartość białka ogólnego
- zawartość chlorków

Procent odchylenia między minimalną a maksymalną zawartością składnika w badanej serii prób należy wyliczać wg wzoru:

$$\% \text{ odchylenia} = \frac{(\text{maks. zawartość} - \text{minim. zawartość}) \times 100}{\text{minimalna zawartość}}$$

Dla dobrze wymieszanych partii paszy odchylenie nie powinno przekraczać:

- białka ogólnego — 10%
- chlorków przy zawartości NaCl do 1%—25%
- chlorków przy zawartości NaCl powyżej 1%—10%.

Ponieważ obie wykorzystane tu metody analityczne są pracochłonne i długotrwałe, oraz często dają sprzeczne wyniki, proponuje się zastąpić je jedną szybką metodą będącą przedmiotem wynalazku.

Zgodnie z wynalazkiem metoda oznaczania stopnia wymieszania pasz polega na tym, że każdą próbkę pierwotną z serii po nawilżeniu wodą destylowaną rozkłada się rozcieńczonym kwasem solnym, a wydzielające się gazy mierzy znanymi metodami ciśnieniowymi lub objętościowymi. Ciś-

nienie lub objętość wydzielających się gazów są parametrami służącymi do obliczania odchylenia.

W celu przeprowadzenia oznaczenia należy równe odważki pobrane z próbek pierwotnych jednej serii przenieść do kolb płaskodennych o pojemności 500 cm³ i każdą zalać 50 cm³ wody destylowanej. Następnie kolejno podłączyć kolby do aparatu pomiarowego i przez wlanie 15 cm³ kwasu solnego o rozcieńczeniu 1:1 prowadzić rozkład próbek paszy. Na podstawie uzyskanych pomiarów objętości wydzielających się gazów, wyliczyć procent odchylenia dla danej serii zgodnie z wyżej podanym wzorem. Dla partii dobrze wymieszanej odchylenie nie powinno przekraczać:

— przy stosunku naważki (w gramach) do pojemności aparatu (w cm³) mniejszym lub równym $\frac{3}{100}$ — 15 %

— przy stosunku naważki (w gramach) do pojemności aparatu (w cm³) wyższym od $\frac{3}{100}$ — 25%.

W związku z ograniczoną objętością pomiarową aparatu odważka paszy powinna być taka, aby wydzielające się gazy mieściły się w części wyskalowanej.

Metoda według wynalazku cechuje się prostotą obliczeń, niską ceną stosowanych odczynników oraz szybkością analizy. Brak jakiegokolwiek zasilania aparatów pomiarowych pozwala na wykonywanie analiz bezpośrednio w warunkach produkcyjnych. Do wykonania analiz potrzebna jest waga techniczna i aparat pomiarowy, oraz woda destylowana, kwas solny stężony i kolby płasko-

denne o pojemności 500 cm³. Można ją stosować do określania stopnia wymieszania wszystkich mieszanek i koncentratów paszowych, gdyż decydującym o przydatności metody parametrem, jest ilość składników gazowych wydzielonych z badanej próbki w wyniku działania kwasu solnego. Dla potwierdzenia powyższego, przeprowadzono oznaczenia w mieszanekach i koncentratkach paszowych, które pod wpływem kwasu solnego wydzielają możliwie maksymalnie zróżnicowane ilości składników gazowych.

Wyniki badań obrazuje poniższa tabela, w której zawartość składników gazowych podano w przeliczeniu na ilość węglanu wapnia (CaCO₃ — CaO + CO₂↑)

Przytoczona tabela zawiera wartości odchyłeń uzyskanych badanymi metodami dla seryjnych próbek poszczególnych produktów. W rubryce odchyłeń D umieszczono wartości obliczone na podstawie analizy próbek jednostkowych metodami oznaczania chlorków, białka i metodę gazometryczną. Po porównaniu takich odchyłeń z wartościami dopuszczalnymi można stwierdzić, czy badany produkt jest dobrze, czy źle wymieszany. W rubryce „wymieszanie” oznaczono plusami produkty dobrze wymieszane, a minusami — źle wymieszane, przy użyciu każdej ze stosowanych metod. Dla metody gazometrycznej rozpatrzono dwa kryteria dopuszczalnych odchyłeń.

Na podstawie analizy wyników można stwierdzić, że kryterium 25/15% gwarantuje lepszą zgodność z wynikami uzyskanymi metodami oznaczania chlorków i białka niż kryterium 20%. Metoda oznaczania białka wykazuje pełną zgodność wyników z me-

Lp.	Nazwa badanego produktu	zawartość CaCO ₃ (%)	Odchylenia D (%)			Wymieszanie			
			metoda oznaczania chlorków	metoda oznaczania białka	metoda gazometryczna	Metoda oznaczania chlorków	metoda oznaczania białka	metoda gazometryczna 25/15%	metoda gazometryczna 20%
1.	Mieszanka „DKA-star-ter”	0,17	9,4	3,2	12,2	+	+	+	+
2.		0,21	23,4	11,0	62,2	+	—	—	—
3.		0,37	16,0	2,7	23,5	+	+	+	—
4.	Mieszanka „B-w”	0,27	0,0	6,0	14,3	+	+	+	+
5.		0,70	6,7	1,1	9,1	+	+	+	+
6.		2,00	25,7	5,5	24,4	—	+	+	—
7.	Mieszanka „C”	2,10	17,3	11,0	38,8	+	—	—	—
8.		2,70	10,8	8,0	6,4	—	+	+	+
9.		3,40	7,9	9,3	8,4	+	+	+	+
10.	Koncentrat „Prowit”	3,40	12,8	13,2	66,2	—	—	—	—
11.		4,90	3,9	2,1	24,0	+	+	+	—
12.		5,20	55,8	31,5	73,5	—	—	—	—
13.	Koncentrat „Ko-Be”	7,20	7,1	9,5	7,1	+	+	+	+
14.		7,30	8,5	2,1	11,3	+	+	+	+
15.		8,40	2,4	5,2	14,5	+	+	+	+
16.	Koncentrat „KBC”	9,70	51,8	14,4	27,1	—	—	—	—
17.		9,90	4,2	1,5	4,3	+	+	+	+
18.		11,40	26,7	17,1	33,8	—	—	—	—

totą gazometryczną (dla kryterium 25/15%), natomiast przy metodzie oznaczania chlorków uzyskuje się taką samą zgodność wyników zarówno z metodą oznaczania białka, jak i metodą oznaczania węglanów.

Porównując dotychczasowy poziom techniki tzn. oznaczania stopnia wymieszania mieszanek i koncentratów paszowych poprzez analizę zawartości, w próbkach jednostkowych, chlorków i białka, z wynikami uzyskanymi proponowaną metodą (gazometryczną) należy stwierdzić, że możliwość popełnienia błędu przy obu metodach jest taka sama. Ze względu jednak na wcześniej wymienione zalety metody proponowanej, jest celowe wprowadzenie jej w praktyce do oceny stopnia wymieszania mieszanek i koncentratów paszowych.

Poniżej podano przykłady wyników uzyskanych aparatem Scheiblera o pojemności 100 cm³, służącym do oznaczania zawartości węglanów w glebie.

Przykład I. Mieszanka C, odważki 11 gramowe.

Nr próbki pierwotnej	Ilość wydzielonego gazu w cm ³	% odchylenia
1	25,3	10,7
2	27,7	
3	27,6	
4	27,2	
5	28,0	

Partia paszy dobrze wymieszana.

Przykład II. Mieszanka DH, odważki 5 gramowe.

Nr próbki pierwotnej	Ilość wydzielonego gazu w cm ³	% odchylenia
1	52,2	14,2
2	52,3	
3	56,5	
4	54,7	
5	49,5	

Partia paszy dobrze wymieszana.

Przykład III. Koncentrat KBC, odważki 3 gramowe.

Nr próbki pierwotnej	Ilość wydzielanego gazu w cm ³	% odchylenia
1	64,0	12,5
2	72,0	
3	65,0	
4	66,0	
5	71,5	

Partia paszy dobrze wymieszana.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oznaczania stopnia wymieszania pasz, znamienny tym, że odważki paszy pobrane z próbek pierwotnych jednej serii nawilża się wodą destylowaną a następnie rozkłada rozcieńczonym kwasem solnym mierząc przy pomocy znanych aparatów objętość gazowych produktów rozkładu.