

86.3

FISKERIDIREKTORATET
BIBLIOTEKET

FISKERIDIREKTORATETS KJEMISK-TEKNISKE
FORSKNINGSINSTITUTT

Hurtig og enkel metode for
bestemmelse av fett i mel.

ved Lars Aure.

R.nr. 71/61.
A. h. 57.

BERGEN

Hurtig og enkel metode for bestemmelse av fett i mel.

Innledning.

Metoden i den form den er beskrevet her er beregnet på en hurtig kontroll av melets fettinnhold under produksjon og lagring i bedriften. Ved nøyaktig utførelse og med litt øvelse gir metoden godt reproduerbare verdier, overensstemmende med de fettpro-senter en finner med den offisielt anerkjent Soxhlet-metoden, som imidlertid ikke egner seg til kontrollanalyse i bedriften da utførelsen krever over 10 timer.

Metoden er så enkel at en kontrollanalyse av mel fra tør-ken kan utføres av ikke faglærte personer på ca. 15 minutter.

Metoden er beskrevet så detaljert at uinnvidde skulle kunne utføre den uten særlig kyndig assistanse.

Meget av det oppførte utstyr til metoden vil falle bort om bedriften har et kjemisk laboratorium på forhånd.

Samme metode, med små modifikasjoner, kan også anvendes for bestemmelse av fett i rå fiskemasse, presskake, grakse og lever.

Prinsipp.

En bestemt mengde mel (40 g) elueres (oppløses og utvaskes) med alkoholfri kloroform, med kjent spesifikk vekt i passende glass-rør forsynt med avtappingskran for fettoppløsningen. Elueringen avbrytes når fettoppløsningen utgjør 100 ml (til merket i 100 ml målekolbe). Differansen i spesifikk vekt bestemt med Westfalsk vekt, mellom anvendt kloroform og fettoppløsningen er et direkte mål for fettinnholdet i melprøven.

Nødvendig utstyr.

1. Melvekt: Til innveiing av melet kan en anvende en billig vekt av enkleste slag (ikke fjærvekt).
2. Westfalsk vekt: For bestemmelse av spesifikk vekt av væsker. Fås i handelen og koster i dag ca. kr. 400,-.
3. 2 målesylindere (glass), en på 1 liter og en på 0,5 liter.
4. 2 stk. 2 l. skilletrakter (glass) med glasspropp for utvasking av alkohol fra apoteker-kloroformen.
5. 2 stk. 250 ml skilletrakter (glass) for tilføring av kloroform til elueringsrøret.
6. 2 stk. elueringsrør (glass) - lengde 20 cm, diameter (indre) = 2,8 cm.
7. 2 stk. 100 ml målekolbe (glass, indre diameter i hals min. 1,0 cm).

8. Renset bomull.
9. 2 filtertrakter, diameter ca. 15 cm (1 reserve).
10. 50 ark vanlig filtrerpapir.
11. 2 vanlige glassflasker a ca. 5 liter, en for oppbevaring av utvasket, filtrert kloroform for analyse, og en for brukt kloroform-fettoppløsning.
12. En god lupe for temperaturavlesning ved spesifikk vekt-bestemmelsen.
13. 2 laboratoriestativer (loddrett stang på fot).
14. a) 2 ringer (diameter = ca. 13 cm) for store skilletrakter (festet til stativ)
b) 2 ringer (diameter = ca. 7 cm) for små skilletrakter (festet til stativ)
15. 2 klemmer for loddrett oppsetting av elueringsrør på stativ (festet til stativ).
16. 5 kg apoteker-kloroform (DAB).

Tilberedning av oppløsningsmidlet.

Vanlig apoteker-kloroform må vaskes (rystes kraftig i skilletrakt) 3 ganger med ca. 1/3 av dens volum rent vann (f.eks. 1 liter kloroform og 0,33 liter vann). Vannet fraskilles kloroformen etter hver rysting (litt henstand). Ved henstand og dermed god skiktdannelse etter siste vasking filtreres kloroformen gjennom dobbelt foldefilter. Etter filtreringen skal kloroformen være klar og uten vannperler på overflaten.

Den spesifikke vekt av den rensede kloroform bestemmes nøyaktig ved ca. 18 og ca. 22°C, idet temperaturen søkes avlest med en nøyaktighet på ca. 0,1°C med lupe.

Vedlagt følger en kurve-figur som viser hvordan den spesifikke vekt av den vaskede kloroform forandrer seg med temperaturen. Hver gang ny kloroform er tilberedt må en kontrollere at dens spesifikke vekt er i tilfredsstillende overensstemmelse med kurve-figuren (ved den temperatur en avleser ved bestemmelsen). Finner en at den nylagete kloroforms spesifikke vekt er mer enn 0,0005 for lav må den vaskes med vann enda en gang som ovenfor beskrevet.

Analyserommet.

Analyseutstyr og kloroform bør oppbevares og analysen utføres i temperert rom med så jevn temperatur som mulig døgnet igjennom - værelsestemperatur mellom 18 og 22°C. Dette er nødvendig for å unngå volumforandring etter eluering og særlig for å unngå temperaturforandringer ved bestemmelse av fettoppløsnings spesifikke vekt.

Analysens utførelse.

Med klemme oppsettes elueringsrøret loddrett på et laboratoriestativ som er plasert på en vanlig arbeidsbenk eller bord.

I bunnen av elueringsrøret (20 cm langt og med 2,8 cm indre diameter, forsynt med avtapningsrør med glasshane) legges en kompakt bomullsdott (dyttes ned med glasstav) som skal tjene som filter (se figur). Deretter ifylles røret 40 g malet mel. På toppen av melet i røret legges en løs bomullsdott med en liten metallgjenstand oppå (liten mutter, stoppskive e.l.) for å hindre at bomullen flyter opp. En skilletrakt med 200 ml utvasket, alkoholfri kloroform oppsettes (i ring festet til nevnte stativ) over elueringsrøret med spissen litt ned i dette.

En ren målekolbe på 100 ml settes under elueringsrøret. Oppløsningsmidlet påfylles fra skilletrakten med elueringsrørets bunnkrane åpen. Når melprøven er godt gjennomtrukket med oppløsningsmidlet (noen ml tilført målekolben), avstenges både kranen i elueringsrøret og i skilletrakten. Etter ca. 3 min. henstand (NB for lagret mel anvendes her ca. 20 min. henstand for oppløsning av fett) åpnes elueringsrørets kran så meget at målekolben fylles til 100 ml merket på 6-9 min. dvs. så fort at en såvidt kan telle dråpene. Elueringsrøret etterfylles samtidig oppløsningsmiddel jevnt fra skilletrakten slik at oppløsningsmidlet alltid minst står i høyde med bomullen over melet.

Eventuelle luftblærer mellom bomullen og melets toppskikt fjernes med tynn, stiv, tilspisset streng langs rørkanten. Dette er viktig for en jevn eluering.

Når målekolben er fylt nøyaktig til 100 ml merket avstenges kranene i elueringsrør og skilletrakt. Målekolben isettes tett propp og rystes godt om for blanding av fettoppløsningen.

Nå kan spesifikk vekt-bestemmelse av fettoppløsningen foretas i Westfalsk vekt. Temperaturen i oppløsningen bør da som før nevnt være noenlunde lik rommets temperatur for å unngå temperaturforandring under bestemmelsen. (Unngå mest mulig oppvarming av målekolben ved håndtering og rysting).

Den Westfalske vekt reguleres ved skrue på venstre side av foten slik at vekten med påhengt flottør kommer nøyaktig i balanse dvs. at "spissene står på linje", eller at bjelkespissen har like (små) utslag om nullpunktet. Når dette er oppnådd må vekten ikke forskyves før målingen av den spesifikke vekt av fettoppløsningen er foretatt. Vektens nullpunkt-stilling (balanse i luft) må kontrolleres før hver spesifikk vekt-bestemmelse, da den har lett for å forskyve seg hvorved nullpunkt-stillingen kan forandres, noe som resulterer i en mer eller mindre feil spesifikk vekt. En kan også på en eller annen måte låse vekten fast til benken eller bordet i den riktige null-stilling. Det blir da ikke så nødvendig med daglig kontroll.

Glassylindere tilhørende den Westfalske vekt fylles til et bestemt merke, slik at nivået av fettoppløsningen står ca. 3 cm over toppen av flottøren når vekten er i likevekt. Flottøren løftes ut og væsknivået uten flottør i sylindere avmerkes. Ved etterfølgende spesifikk vekt-bestemmelser fylles sylindere alltid til dette merket før flottøren settes i.

Når sylindren er fyllt til merket og flottør innsatt (den må sveve fritt fra veggen) skal vekten avbalanseres ved påhenging av ryttere (lodder) på vektbjelken.

Siden kloroformens spesifikke vekt er ca. 1,49 må en plasere 2 stk. av de største ryttere, som angir den spesifikke vekt i tiendedeler i vektbjelkestilling, f.eks. 9 og 5 som da gir spesifik vekt $0,9 + 0,5 = 1,4$. For å komme nærmere balanse må nest største ryttertype - som angir hundrededeler i spesifik vekt - plasseres på bjelken i det hakk hvor flottøren såvidt flyter. Den samme operasjon foretas ved rytter som angir tusendedeler og til sist med minste rytter som angir titusendedeler i spesifik vekt. (Pass på at alle ryttere henger riktig i hakkene).

Når balanse med ryttere er oppnådd avleses først temperaturen (termometer i flottøren) mest mulig nøyaktig (helst med en nøyaktighet på ca. $0,1^{\circ}\text{C}$). Finner en det vanskelig å avlese temperaturen så nøyaktig med termometret i flottøren kan en jo anvende et annet passende termometer med $0,1^{\circ}\text{C}$ skala-inndeling. Dette ekstra termometeret må da ha noenlunde samme temperatur som oppløsningen (må ha ligget på samme sted en tid).

Når temperaturen er bestemt, summeres rytternes stilling på bjelken. Er denne stilling for de ryttere som angir tiendedeler i spesifik vekt 9 og 5 og stillingen for rytterne som angir hundredeler, tusendedeler og titusendedeler henholdsvis 7, 3 og 8 fås en spesifik vekt av oppløsningen på:

$$(0,9 + 0,5) + 0,07 + 0,003 + 0,0008 = 1,4738.$$

Var oppløsningens temperatur avlest f.eks. til $20,2^{\circ}\text{C}$, finnes den anvendte kloroforms spesifikke vekt ved denne temperatur av vedlagte kurve-figur. På kurven oppsøkes $20,2^{\circ}\text{C}$ på den horisontale akse. Derfra går en nøyaktig loddrett oppover rutearket og finner krysningspunktet med den rette, skrå linje. En går fra dette punkt horisontalt inn til den loddrette akse hvor skjæringspunktet med denne angir kloroformens spesifikke vekt med 4 desimaler. Ved $20,2^{\circ}\text{C}$ finnes den lik 1,4888, ved $17,8^{\circ}\text{C}$ avleses den lik 1,4932 og ved $22,3^{\circ}\text{C}$ lik 1,4850 osv.

Differansen mellom kloroformens og fettoppløsningens spesifikke vekt (ved samme temperatur) er da et direkte mål for melets fettinnhold uttrykt ved formelen:

$$\% \text{ fett i mel} = (\text{spesifik vekt av kloroform} - \text{spesifik vekt av fettoppløsning}) \times F$$

hvor $F = 450$ for nyprodusert mel (fra tørken) og
hvor $F = 500$ for lagret mel (lagret ca. 2 måneder).

Eksempel 1.

Nyprodusert mel: En har funnet en spesifik vekt-differanse mellom kloroform og fettoppløsning på 0,0164. En får da % fett i mel = $0,0165 \times 450 = 7,4$ g fett/100 g mel.

Eksempel 2.

Lagret mel: En har funnet en spesifik vekt-differanse på 0,0186. Da fås % fett i mel = $0,0186 \times 500 = 9,3$ g fett/100 g mel.

Skilletrakt

250 ml

Jernring

Elueringsrør

Bomull

Klemme

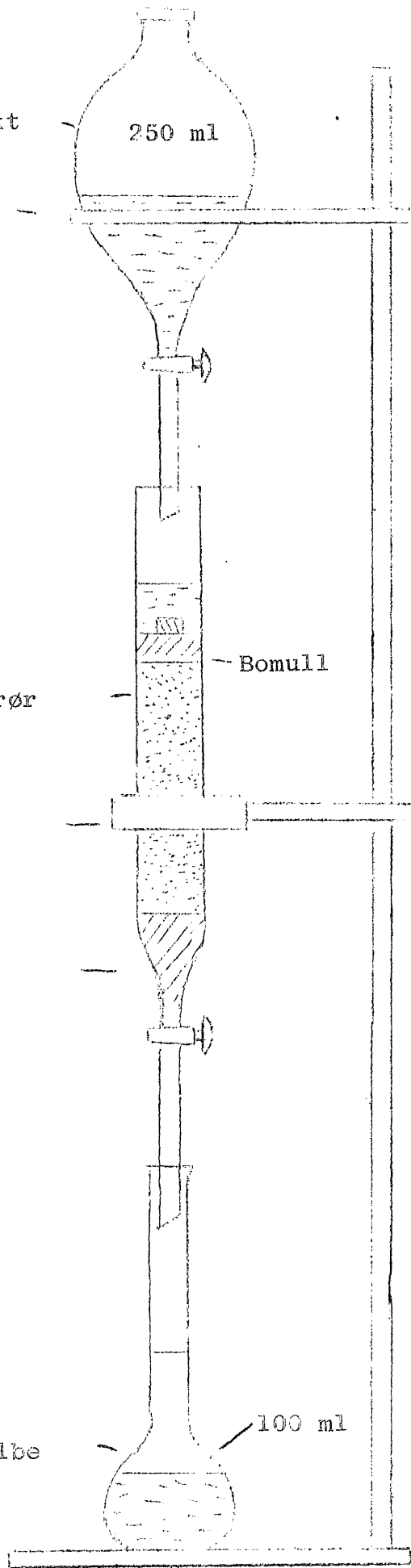
Bomull

Målekolbe

100 ml

Arrangement for
Analyse av fett i mel
11.4.1961 L. Aure

Stativ



Sp.v. Kloroform (vannmettet, alk.in.)

$$\Delta \text{sp.v.} / ^\circ\text{C} = 0,00185$$

11/10-1960

Sp.v. Kloroform (vannmettet, alk.in.)

80
70
60
50
40
30
20
10
1,4900
90
80
70
60
50
40
30
20
10
1,4800
90
80
70
60
50
40
1,4730

15

20

25

→ °C

