

WYROBY PRZEMYSŁU SPOŻYWCZEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-84
	Tłuszcze zwierzęce jadalne topione	8013-07
	Wykrywanie i oznaczanie zawartości łożu w smalcu	Grupa katalogowa 1211

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest wykrywanie i oznaczanie zawartości łożu w smalcu metodą różnicowych krzywych krzepnięcia z zastosowaniem termoelementów Cu-CuNi lub NiCr-NiAl połączonych w układzie różnicowym.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować do wykrywania i oznaczania zawartości łożu w smalcu w granicach $5 \div 43\%$.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Wytyczne ogólne. Próbkę porównawczą należy odważać z dokładnością do $\pm 0,05$ g. Należy ją chronić przed bezpośrednim światłem słonecznym przez cały okres pracy. Próbkę badaną należy odważać z dokładnością od $\pm 0,05$ do $\pm 0,1$ g. Składniki mieszanin pomocniczych należy odważać z dokładnością do $\pm 0,05$ g. Tłuszcze stałe należy odważać w formie stopionej, odmierzając je kroplami na wadze analitycznej.

2.2. Zasada metody. Metoda polega na dodawaniu do próbek badanego smalcu wzrastających ilości łożu wołowego okołonerkowego do poziomu, w którym całkowita zawartość łożu w próbce wyniesie $35 \div 43\%$ łożu, co odpowiada zanikowi piku dwunasasyconych jednonienasyconych glicerydów (S_2U) na różnicowej krzywej krzepnięcia rejestrowanej przy zastosowaniu układu termoelementów współpracujących z mikrowoltomierzem typu kompensacyjnego.

2.3. Aparatura

a) Zestaw aparaturowy do wykreślania różnicowych krzywych krzepnięcia — wg rys. 1.

b) Mikrowoltomierz kompensacyjny z rejestratorem o zakresie 0-1 mV. Szybkość przesuwu taśmy rejestratora — 20 mm/h.

c) Ultratermostat uniwersalny pojemności $5 \div 15$ l nastawiony na temperaturę około $60 \pm 1^\circ\text{C}$.

d) Termoelementy — wg rys. 2.

Do pomiarów służą dwa termoelementy: Cu-CuNi lub NiCr-NiAl, połączone w układzie różnicowym,

o charakterystyce zgodnej z PN-81/M-53854. Termoelementy powinny być bez izolacji i bez obudowy stosowanej fabrycznie. Długość wprowadzeń Cu do CiCr — około 300 mm, długość drutu CuNi lub NiAl — około 500 mm. Przewody termoelementów umieścić (każdy przewód osobno) w rurkach szklanych o średnicy wewnętrznej odpowiadającej przekrojowi drutów oraz długości odpowiadającej długości złącz szklanych ze szlifem WSz-19 i WSw-19 wg PN-74/B-13011. W dwóch złączach szklanych ze szlifem zewnętrznym WSz-19 umieścić centrycznie rurki szklane zawierające przewody termoelementów. Końcówki wyprowadzeń układu termoelementów połączyć z odpowiednimi zaciskami mikrowoltomierza, wybierając takie wzmocnienie sygnału, aby wysokość piku trójnasasyconych glicerydów (S_3) na krzywej krzepnięcia dla smalcu wynosiła $400 \div 500 \mu\text{V}$, a dla łożu okołonerkowego $800 \div 900 \mu\text{V}$.

e) Probówki pomiarowe — wg rys. 2.

Dwa złącza szklane ze szlifem wewnętrznym WSw-19 zatopić od dołu lub zamknąć korkami gumowymi dla otrzymania próbek pomiarowych. Po połączeniu ich ze złączami WSz-19, spoiny, termoelementów powinny mieścić się centrycznie w probówkach oraz w jednostkowej odległości od dna (np. 5 mm od dna). Należy zwrócić uwagę na to, aby probówki miały jak najbardziej zbliżoną średnicę.

f) Statyw dla próbek z termoelementami — wg rys. 1.

Dla utrzymywania próbek w stałej odległości od siebie ($8 \div 10$ mm) w czasie wykonywania oznaczenia, należy je umieścić w statywie wykonanym z kawałka drutu tak, aby również umożliwiał on swobodne łączenie i rozłączanie zestawu.

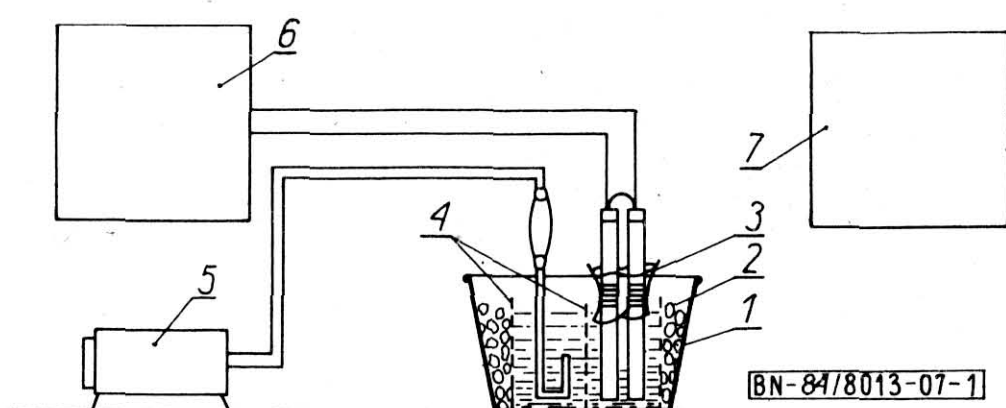
g) Łaźnia chłodząca — wg rys. 1.

Łaźnię chłodzącą wykonać z trzech naczyń z tworzyw sztucznych. Naczynie zewnętrzne w kształcie ściętego stożka wykonać ze styropianu dla zmniejszenia przenikania ciepła z otoczenia do łaźni. Wnętrze naczynia wywoskować dla zapobieżenia przenikania wody przez ścianki. Wewnątrz umieścić dwa inne naczynia o kształ-

Zgłoszona przez Instytut Przemysłu Mięsnego i Tłuszczowego
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Przemysłu Mięsnego i Tłuszczowego dnia 25 stycznia 1984 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1984 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1984 poz. 10)

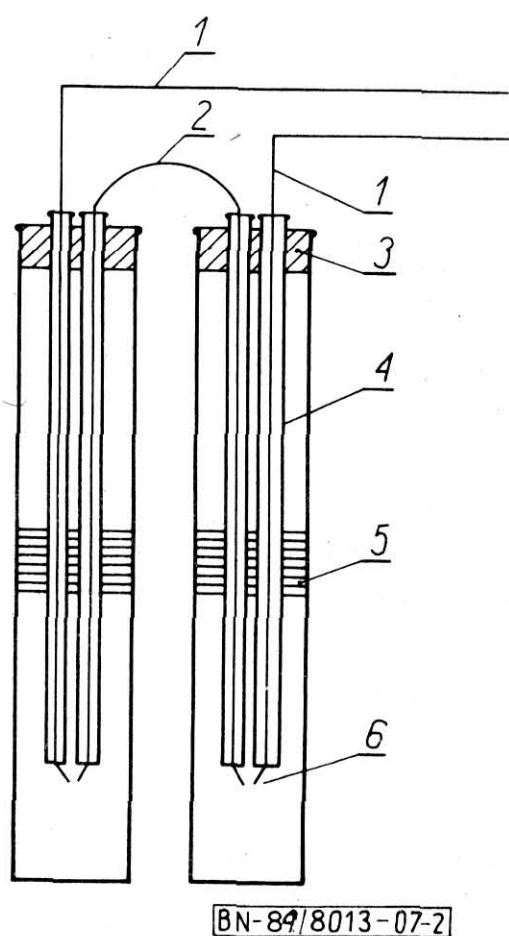
cie cylindrycznym, z bardziej elastycznego tworzywa np. polietylenu tak, aby częściowo na siebie zachodziły tworząc dwie komory: jedną dla końcówki mieszadła, drugą dla próbek z termoelementami. W obu tych naczyniach wyciąć okrągłe lub podłużne otwory o średnicy $1 \div 1,5$ cm dla swobodnego przepływu wody chłodzonej lodem. W przestrzeń między naczynie ze styropianu a naczynia z polietylenu wsypać kostki lodu, zalać je zimną wodą wodociągową w takiej ilości, aby po wstawieniu próbek poziom wody sięgał poniżej dolnej krawędzi szlifów. Lód uzupełniać w miarę topnienia, a powstający nadmiar wody usuwać przez zasanie laboratoryjną pompą wodną. Temperatura łaźni chłodzącej przed wstawieniem w nią próbek pomiarowych powinna być jak najniższa (około $+0,5$ do $+1^\circ\text{C}$).

h) Mieszadło laboratoryjne z wałem giętkim typu ML. Końcówkę mieszadła umieścić w przeznaczonych do tego celu komorze.



Rys. 1. Zestaw aparatury do wykreślenia różnicowych krzywych krzepnięcia

1 — naczynie ze styropianu, 2 — lód + woda, 3 — statyw z drutu dla próbek, 4 — naczynie z tworzywa dla osłony mieszadła i próbek, 5 — mieszadło z wałem giętkim, 6 — rejestrator (mikrowoltomierz kompensacyjny), 7 — ultratermostat



Rys. 2. Termopary z próbkami pomiarowymi

1 — drut NiCr, 2 — drut NiAl, 3 — korek gumowy, 4 — rurka szklana, 5 — szlif Ws-19, 6 — spoina termopary

2.4. Odczynniki i roztwory

a) Łój wołowy okołonerkowy topiony. Próbkę łożu wołowego okołonerkowego zmielić, stopić w temperaturze nie wyższej niż $105 \div 110^\circ\text{C}$ i przesączyć.

b) Winteryzowany olej sojowy, słonecznikowy lub uniwersalny. Przygotowanie winteryzowanego oleju: 250 cm³ oleju handlowego pozostawić w lodówce na 24 h w temperaturze od 0 do 2°C . Następnie przesączyć przez bibułę do sączenia jakościową miękka na ochłodzonym w lodówce lejku szklanym. Kryształy pozostałe na sączku odrzucić. Do analiz stosować przesącz. Dla przedłużenia trwałości dodać do przesączu 0,01% antyutleniacza, np. butylohydroksytoluenu (BHT) lub butylohydroksyanizolu (BHA). Jednorazowo przygotowana odważka oleju starcza na około 1 miesiąc pracy.

2.5. Przygotowanie próbek do badań

a) Próbka porównawcza. Próbką porównawczą jest winteryzowany olej. Do próbki ze szlifem WSw-19 wytarowanej na wadze analitycznej wlać kroplami 6 g oleju.

b) Próbka badana. Próbkę tłuszczu otrzymanego do badań ogrzać do stopienia. Do drugiej próbki ze szlifem WSw-19 wytarowanej na wadze analitycznej wlać kroplami 6 g badanego tłuszczu.

c) Mieszaniny pomocnicze badanej próbki z łożem okołonerkowym. Z 10 g próbki oraz odpowiednich ilości łożu wołowego okołonerkowego przygotować mieszaniny pomocnicze w zależności od przewidywanego składu badanej próbki, który należy w przybliżeniu ocenić na podstawie wykresu krzepnięcia próbki wg 2.6b).

Skład mieszanin pomocniczych należy dobierać w taki sposób, aby szacowana ilość łożu obecna w próbce otrzymanej do badań razem z dodaną ilością łożu wołowego okołonerkowego wynosiła 40%. Przykładowy skład mieszanin pomocniczych dla próbek różniących się o 5% pod względem szacowanej zawartości łożu podano w tablicy.

2.6. Wykonanie oznaczania

a) Sprawdzanie zestawu wykonuje się po dłuższych przerwach w badaniach. Napełnić obie próbki ze szlifem WSw-19 olejem winteryzowanym. Zamknąć zestaw za pomocą złącz zawierających umocowane w nich termoelementy. Probówki umocować w statywie z kawałka drutu i umieścić w łaźni ultratermostatu o temperaturze 60°C . Poziom wody powinien znajdować się poniżej dolnej krawędzi szlifów. Probówki z olejem ogrzewać w ultratermostacie przez 10 min. Do łaźni chłodzącej wsypać lód i wlać wodę. Uruchomić mieszadło i uzyskać w łaźni temperaturę około $0,5^\circ\text{C}$. Szybkość obrotów mieszadła powinna być jak najwyższa i w przybliżeniu jednakowa, nie może jednak powodować drgania próbek. Włączyć do sieci mikrowoltomierz kompensacyjny z rejestratorem. Po 10 min ogrzewania próbek, nie wyjmując ich z łaźni ultratermostatu, uruchomić pisak i przesuw taśmy rejestratora. Na wykresie otrzymuje się linię prostą, równoległą do osi czasu, co oznacza że w obu próbkach ustaliła się jednakowa temperatura wyjściowa. Następ-

Mieszanina nr	Zawartość łożu określona na podstawie wykresu, %	Odważka badanej próbki (m), %	Odważka łożu oko- łonerkowego (L), g	Masa mieszaniny pomocniczej (M), g	Zakładana całkowita zawartość łożu w mieszaninie pomoc- niczej, %
1	0	10	6,7	16,7	40
2	2	10	6,3	16,3	40
3	5	10	5,8	15,8	40
4	10	10	5,0	15,0	40
5	15	10	4,2	14,2	40
6	20	10	3,3	13,3	40
7	25	10	2,5	12,5	40
8	30	10	1,7	11,7	40
9	35	10	0,8	10,8	40
10	40	10	0	10,0	40

nie szybkim ruchem wyjąć próbki z ultratermostatu i umieścić je w łaźni chłodzącej, w komorze przeznaczonej dla próbek. Rejestrator powinien w dalszym ciągu kreślić linię prostą na taśmie, równoległą do osi czasu. Pojawienie się pików w czasie ochładzania w łaźni wskazuje na niejednakowe umieszczenie końcówek termoelementów w próbkach. Przed rozpoczęciem eksploatacji zestawu należy tę wadę bezwzględnie usunąć. Dopuszcza się jedynie powstawanie na wykresie niewielkiego pików w czasie przenoszenia próbek z ultratermostatu do łaźni, który nie wpływa na interpretację wyników.

b) Wykonanie pomiarów dla próbki badanej i mieszanin pomocniczych. Olej winteryzowany pozostawić w próbce porównawczej. Do drugiej próbki wlać kroplami stopioną próbkę przeznaczoną do badań. W próbkach umieścić termoelementy i całość wstawić do łaźni ultratermostatu na 10 min, postępując jak w poz. a). Po umieszczeniu próbek w łaźni chłodzącej, w miarę krzepnięcia próbki pisak rejestratora kreśli na taśmie różnicową krzywą krzepnięcia. Pomiar zakończyć po wyrysowaniu pików dwunasyconych jednonienasyconych glicerydów (rys. 3 i 4). Powtórzenie oznaczania wykonać na tej samej próbce przez ponowne wstawienie próbek do łaźni ultratermostatu na 10 min i wykonanie jeszcze raz wyżej opisanych czynności. Zaleca się wykonanie trzech powtórzeń pomiaru dla próbki badanej. Po wykonaniu pomiarów cały zestaw wstawić ponownie do ultratermostatu w celu stopienia badanej próbki. Próbkę porównawczą pozostawić, natomiast badaną wylać z próbki, przemyć termoelement kilkoma cm^3 chloroformu lub innego dobrego rozpuszczalnika tłuszczu, próbkę umyć detergentem i wysuszyć bibułą. Wykresy dla mieszanin pomocniczych wykonywać bez powtórzeń z wyjątkiem tej mieszaniny, dla której zaznaczona na wykresie wartość $(c-b)$ okaże się równa zero (rys. 4). Skład tej mieszaniny należy zastosować do obliczania wyniku.

2.7. Obliczanie wyniku

a) Ocena wykresu próbki badanej. Na wykresach próbki badanej zmierzyć wysokość odcinka a i b w μV (rys. 3).

Jeżeli:

$(a-b)$ jest mniejsze od zera — próbka nie zawiera łożu,

$(a-b)$ jest równe lub większe od zera — próbka zawiera łożo.

Dla określenia jego zawartości należy przygotować odpowiednie mieszaniny pomocnicze;

$(a-b)$ równe lub prawie równe zero wskazuje na niewielką zawartość łożu, do dalszych badań należy przygotować mieszaniny pomocnicze zawierające od 2 do 5% łożu.

b) Ocena wykresów mieszanin pomocniczych. Na wykresach mieszanin pomocniczych próbki badanej z łożem okołonerkowym zmierzyć wysokość odcinka c i b w μV (rys. 3 i 4).

Jeżeli:

$(c-b)$ jest mniejsze od zera — próbka zawiera więcej łożu niż przewidywano. Należy przygotować inną mieszaninę o mniejszym dodatku łożu.

$(c-b)$ jest większe od zera — próbka zawiera mniej łożu niż przewidywano. Należy przygotować inną mieszaninę o większym dodatku łożu.

$(c-b)$ jest równe zero — próbka zawiera około 40% łożu. Skład tej mieszaniny należy zastosować do obliczania wyniku.

c) Zawartość łożu w badanej próbce obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{40M - 100L}{m}$$

w którym:

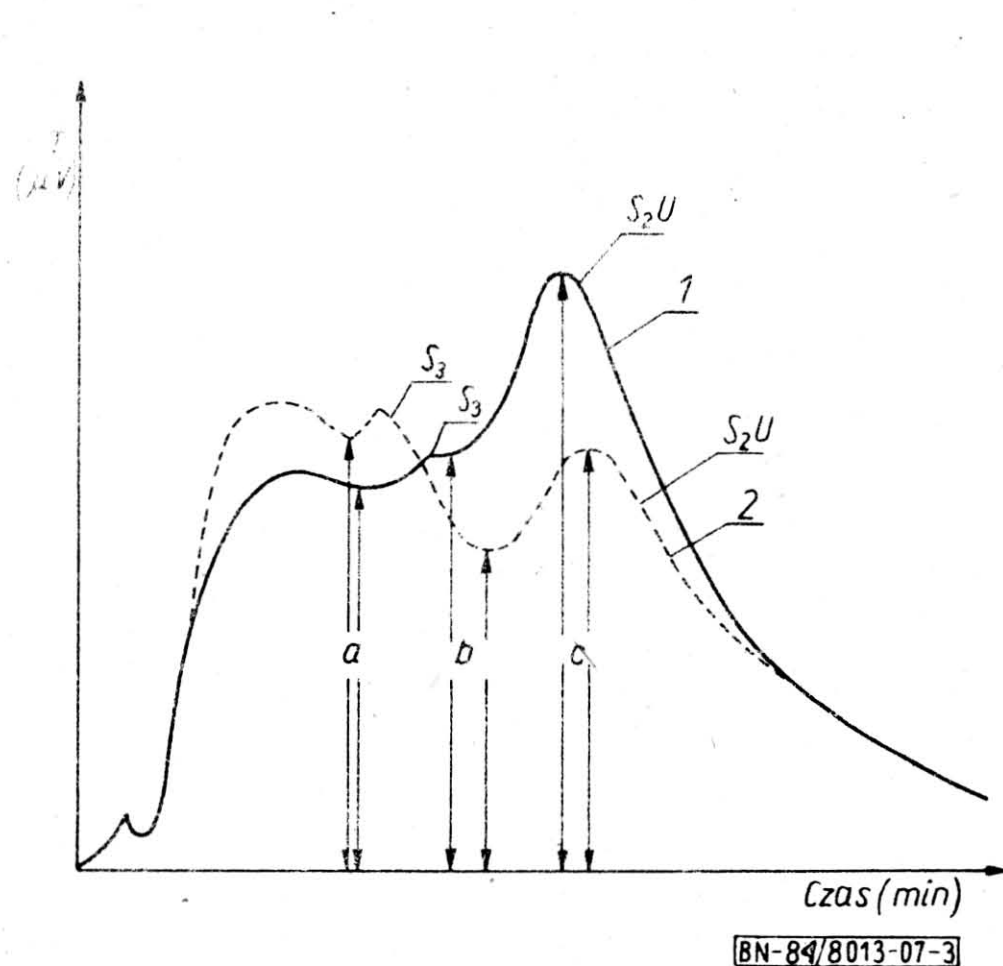
M — masa mieszaniny pomocniczej otrzymanej przez zmieszanie badanej próbki z łożem okołonerkowym, dla której $(c-b) = 0$, g,

L — masa łożu okołonerkowego użytego do przygotowania mieszaniny, dla której $(c-b) = 0$, g,

m — masa badanej próbki użytej do przygotowania mieszaniny pomocniczej, dla której $(c-b) = 0$, g.

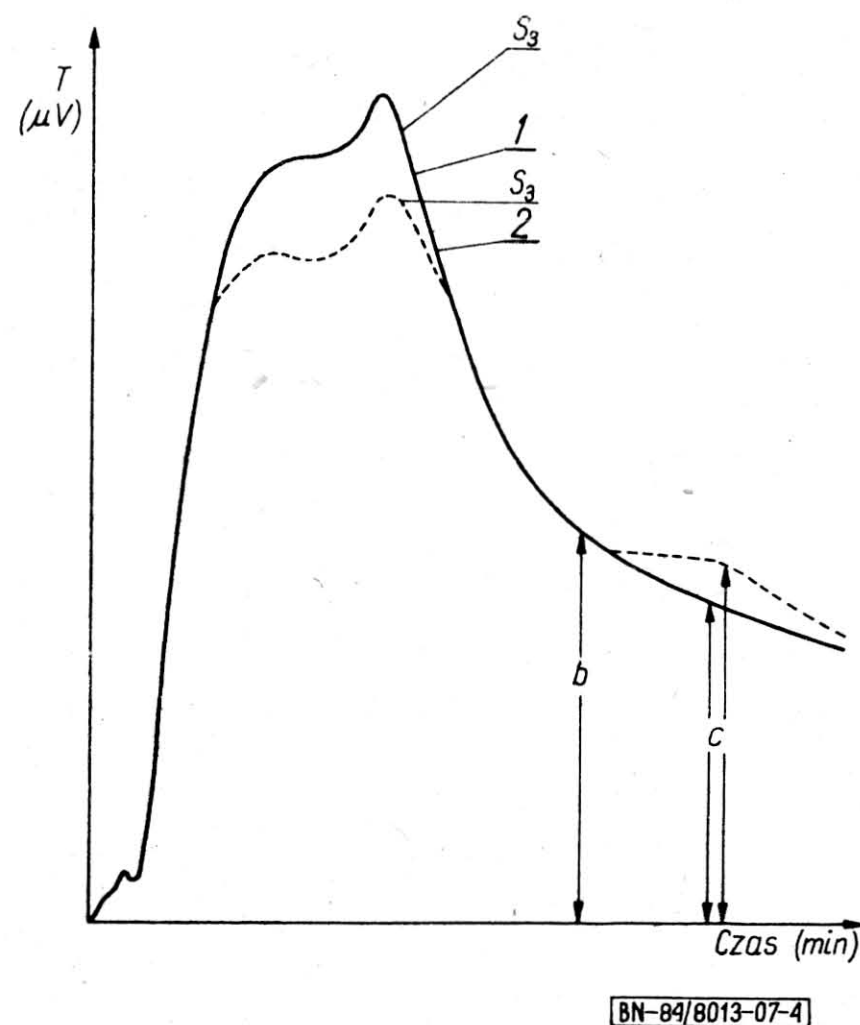
Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej trzech pomiarów wykonanych kolejno po sobie, dla których $(c-b) = 0$. Wynik należy podać z dokładnością do 1% łożu.

Różnica między trzema kolejno po sobie wykonanymi pomiarami dla tej samej próbki nie może przekraczać $\pm 15 \mu\text{V}$ wartości odcinka $c-b$.



Rys. 3. Różnicowe krzywe krzepnięcia

1 — smalec, 2 — +25% łoju wołowego, S_3 — pik trójnasyconych glicerydów, S_2U — pik dwunasyconych jednonienasyconych glicerydów



Rys. 4. Różnicowe krzywe krzepnięcia

1 — łoż wołowy, 2 — smalec +40% łoju wołowego, S_3 — pik trójnasyconych glicerydów

K O N I Ę C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Przemysłu Mięsnego i Tłuszczowego, Warszawa.

2. Normy związane

PN-61/A-85804 Tłuszcze zwierząt rzeźnych. Klasyfikacja

PN-74/B-13011 Sprzęt laboratoryjny szklany. Szlify stożkowe złączy szklanych

PN-81/M-53854.05 Termometry elektryczne. Charakterystyki termometryczne termoelementów. Termoelement T (Cu-CuNi)

PN-81/M-53854.06 Termometry elektryczne. Charakterystyki termometryczne termoelementów. Termoelement K (Cr-NiAl)

3. Autor projektu normy — mgr Barbara Karpińska — Instytut Przemysłu Mięsnego i Tłuszczowego, Poznań.