

## **Összehasonlító vizsgálatok Stoldt W. sósavas-éteres és Grossfeld J. triklóretilén-sósavas zsírmeghatározási eljárásával**

SARUDI IMRE ÉS MIHALIK DEZSŐ  
Szeged Városi Minőségvizsgáló Intézet, Szeged

*Érkezett : 1955. október 28.*

Közleményünk célja a Weinbull—Stoldt(1)-féle sósavas-éteres, valamint a Grossfeld(2)-féle triklóretilén-sósavas zsírmeghatározási eljárás ismertetése; melynek előnyeit saját tapasztalataink alapján is igazolni tudjuk.

Mindkét gravimetrikus eljárás nagy pontosságú és semmiféle különleges berendezést nem igényel. A két eljárással nyert eredményeket egymáshoz viszonyítva ellenőriztük olyképpen, hogy a vizsgálati anyagok zsírtartalmát a nevezett kétféle módszerrel határoztuk meg. Eredményeink közleményünk végén találhatóak.

### **A) Stoldt W. eljárása**

Stoldt W. Weinbull kísérletein elindulva egyszerű és igen pontos zsírmeghatározási eljárást dolgozott ki és számos esetben alkalmazott úgyszólván minden fontosabb élelmiszernél. Módszerének legfőbb előnyei: 1. Nagy pontosság. 2. A kivitel egyszerűsége, mert a Soxhlet-féle készüléktől eltekintve más készülék-berendezést nem igényel. Kivitele annyira egyszerű, hogy laboratóriumi segédmunkaerővel elvégeztethető. 3. Nagy mennyiségek dolgozhatók fel, ami a pontosság javára szolgál. 4. Nagy mennyiségek különíthetők el a zsír közelebbi vizsgálat céljából, a zsír megváltozása nélkül. (Pl. Reichert—Meissl, vagy vajsavszám meghatározása.)

### *A módszer leírása a következő:*

5—10 g megdarált anyagot (húskészítmény, hús, tejtermék stb.) 600 ml-es pohárba mérünk, 100 ml vizet és utoljára 60 ml sósavat (1,19 fs) adunk hozzá. A keveréket 20 percig forrásban levő vízfürdőn tartjuk, időnkénti átkeverés mellett, majd azbesztlapon  $\frac{1}{2}$  óráig forraljuk. (Óraüveggel fedett pohár.) Ezután előre megnedvesített Schleicher—Schüll-féle 588. sz. szűrőpapiroson szűrjük és forró vízzel jól kimossuk. A szűrőt azután porcelláncsészébe téve kb. 105—110 C°-on 4 óra hosszat szárítjuk és Soxhlet-készülékben (papírhüvely alkalmazása nélkül) 3 órán át éterrel kivonjuk. Az éterkivonat maradékát súlyállandóságig 105—110 C°-on szárítjuk. (Súlyállandóság rendszeren 3—5 órai szárítás után beáll.) Ha a szűrő szárítása közben zsír szivárogná át a csészébe, több zsírt kis vattacsomóval törölünk ki és az utóbbit a szűrőbe tesszük, a csészét pedig kevés éterrel utána öblítve az étert a Soxhlet-lombikba öntjük. Kevés átszivárgott zsírt egyszerűen éterrel öblítünk át a Soxhlet-lombikba.

*Megjegyzések.* 1. Az anyagmennyiséget úgy választjuk meg, hogy a meghatározott zsírmennyiség ne haladja meg a 3,5—4 g-ot. Az anyagot annyi vízzel keverjük el, hogy a térfogat kb. 100 ml és a víz-sósav térfogat aránya 100:60 ml legyen.\*

2. A forró, híg sósav hatására a fehérjék és szénhidrátok részleges lebontása következik be, minek következtében a zsír teljesen elkülönül és a folyadék felszínén gyűlik össze. Szűréskor pedig a nedves szűrőpapiroson marad vissza, több-kevesebb barnásfekete elszenesedett átalakulási termékkel együtt.

3. Nagy gondot kell fordítani a szűrő tökéletes kiszáritására, hogy az éter tökéletesen átjárhassa. Ezért minden esetben 4 órai szárítási időt ajánlunk.

4. A hígításhoz és kimosáshoz vízvezetéki vizet is használhatunk.

### **B) Grossfeld J. triklóretilén-sósavas eljárása**

Ennél az eljárásnál a sósavval roncsolt anyagból felszabadult zsírt triklóretilénnel vonjuk ki. A sósavas-vizes rétegen felül gyűlik össze a zsír; a vizes réteg alatt pedig a triklóretilén helyezkedik el magas fajsúlyánál (1,47 fs) fogva. A visszacsepegő

\* Folyékony anyagokból a térfogatot kb. 100 ml-re egészítjük ki. Pl. 50 g tej + 50 ml víz + 60 ml sósav.

hűtő alatt forrásban tartott oldószer gőzei a vizes rétegen áthatolnak és a zsírt kioldják. A zsírkioldáshoz pontosan 100 ml triklóretilént használunk és a zsíroldatból (100 ml oldószer + + zsírtérfogat) kivett 25 ml bepárlási maradékát mérjük. A bepárlási maradék mennyisége és a meghatározott zsír faj-súlya alapján a kiindulási anyag-mennyiségben levő zsír mennyi-sége a később ismertetett módon kiszámítható, ill. táblázatból kereshető ki. A 25 ml zsíroldat bepárlási maradékát ugyanis nem lehet egyszerűen 4-gyel szorozva a bemért anyagmennyi-ségre vonatkoztatni, mert a 100 ml oldószer térfogata a kioldott zsír térfogatával növekedett meg. A módszer kivitelénél módo-sításképpen az eredeti Grossfeld-féle zsíroldat-leszűrőberende-zést elhagytuk és helyette választótölcsért és gömbtölcsért alkal-mazzunk az oldószeres réteg elkülönítésére, illetőleg az oldat szűrésére. Az eredeti zárt szűrőberendezés az oldószer párol-gásának elkerülésére szolgál, de felesleges e nehézkesen kezel-hető készülék alkalmazása, mivel az általunk használt egy-szerűbb eszközöknél sincs számottevő párolgás.

A módszer előnye a nagy pontosság és az eléggé egyszerű kivitel. Egyes meghatározás 4 órán belül eredményt szolgáltat. Párhuzamosan végzett, ill. az egymást közvetlenül követő részletműveletek mellett 8 órai munkaidő esetén 5—7 meg-határozást el lehet végezni; legfeljebb egyes zsírmennyiségek kiszáritása marad a következő napra. A triklóretilén előnye, hogy kitűnő zsíroldószer, nem gyúlékony és hogy aránylag magas forrpontja (86 C°) miatt a zsíroldat párolgás okozta térfogatváltozása elhanyagolhatóan csekély értékű. A triklóretilénes eljárás sok szénhidrátot tartalmazó anyagoknál nem alkal-mazható, mivel a lebontási termékek sósavas-vizes rétege és az oldószeres réteg nem különülnek el, hanem egy fel nem dolgoz-ható, sötétbarna, sűrű, viszkózus folyadéktömeget képeznek.

#### *A módszer kivitele a következő:*

5—10 g anyagot (megdarált hús, húskészítmény, tejtermék, stb.) 300 ml-es lombikba mérünk és 20 ml sósavval (1,19 fs) öntünk le. A lombikot kis láng felett állandó mozgítás közben hevítjük a teljes feloldódásig. (Néhány perc.) Ezután a lombikot szobahőfokra hűtjük le és mérőlombikból 100 ml triklóretilént mérünk a sósavas folyadékhoz. A kiürített lombikot 3 percig szájával lefelé tartjuk, a vizsgálandó anyagot tartalmazó lombik szája felett és a még függő folyadékot úgy vesszük le, hogy a mérőlombik nyakperemét a lombik nyakán húzzuk végig. A folyadékot ezután azbeszt drótháló alkalmazásával

visszacsepegő hűtő (golyóscsővű jó hűtő legyen) alatt 10 percig gyengén forraljuk, majd a lombikot hideg vízbe állítva szobahőfokra hűtjük le. (Eközben természetesen a visszacsepegő hűtést nem szakítjuk meg.) A szobahőfokú folyadékrétegeket választótölcsérben különítjük el és a triklóretilén réteget üveg dugós üvegben fogjuk fel. A víztől zavaros zsiroldat néhány g kovafölddel rázzuk össze, mire az néhány perc alatt kitisztul.

A zsirolat párolgásmentes szűrésére egy gömbtölcsér szolgál, melynek gömbje 60—70 ml térfogatú, szára pedig kb. 20 cm hosszúságú. A szár végéhez rövid gumicsődarab közvetítésével vékonyra kihúzott üvegcsődarab illeszkedik, a gumicsődarabot pedig Mohr-csap szorítja össze. A gömbtölcsérbe kis redősszűrőt teszünk és a zsirolatot a gömbtölcsér szárába helyezett kis tölcseren át öntjük a szűrőre. Az egyes feltöltögetések után a tölcserkét óraüveggel fedjük le. A szüredék 25 ml-ét mérőlombikkal mérjük le és lemért 50 ml-es lombikba visszük át, olyképpen, hogy a kiüresített mérőlombikot kevés triklóretilénnel háromszor utánaöblítjük. A triklóretilént egyszerű hűtőn át vízfürdőn ledesztilláljuk (a lombik teljesen a vízbe merüljön, a lombiknyak és a vízfürdőnyílás közti hézag fedve legyen) és a zsírt a fekvő helyzetű lombikban 2 óráig 110 C°-on szárítjuk, majd exsikkátorban lehülés után mérjük.

Gyorsabban érünk célt, ha vízfürdő helyett egyszerű légfürdőt alkalmazunk úgy, hogy azbesztdróthálóra helyezett kis porcellán-vízfürdőkarikára állítjuk a lombikot és az azbesztlapot kis lánggal hevítjük. A zsír megégésének elkerülése végett az oldószert utolsó néhány tized ml-ét 110 C°-os szárítószekrényben üzzük el. A szárítási idő ilyenkor 10—15 perccel haladja meg a szokásos 2 órát.

Tejnél úgy járunk el, hogy 50 g tejhez 4—500 ml-es állólombikban 100 ml tömény sósavat és a szobahőfokra lehűtött eleyhez 100 ml triklóretilént adunk. Közvetlenül utána visszacsepegő hűtő alatt 5—10 percig forralunk, a további műveleteket pedig fentiek szerint végezzük el.

Az eredmény kiszámításánál figyelembe kell vennünk, hogy a 100 ml triklóretilén felhasználásával készült zsirolat térfogata:  $100 + \text{zsírtérfogat}$ . Ha a bemért anyagmennyiségben levő zsír mennyisége  $x$  g és ennek térfogata  $x/d$ , ahol  $d$  a zsíradók fajszálya.

A triklóretilén oldat térfogata tehát:  $100 + x/d$ .

Hasonlóképpen a 25 ml zsirolat bepárlási maradékának (a) térfogata:  $a/d$ .

És így

$$(100 + \frac{x}{d}) : 25 = \frac{x}{d} : \frac{a}{d}$$

vagyis

$$x = \frac{100 ad}{25 d - a}$$

A számítás elkerülése végett  $x$  értékét Grossfeld-féle táblázatból közvetlenül keressük ki. (Grossfeld: Anleitung zur Unters. der Lebensmittel. 332. old.).

*Példa:* Bemért anyag: 10,13 g; 25 ml-ben talált zsír: 0,7818 g. A 0,91 zsírfajsúlyhoz tartozó oszlop szerint ez megfelel 3,240 g zsírnak (10,13 g anyagban).

$$\text{Zsír} = \frac{3,240}{10,13} 100 = 31,73\%.$$

Az eredmény az elkerülhetetlen oldószerveszteségek miatt még némileg módosul. (*l. Megjegyzések I. alatt.*)

*Megjegyzések.* 1. Mivel a mérőlombik nem kifolyásra van kalibrálva, a visszamaradt, azaz 100 ml-ből hiányzó oldószer mennyiségét számításba kell venni. A mérőlombikot úgy kalibráljuk, hogy a 100 ml oldószer kiöntése után a lombikban levő oldószert 3 percig kicsepegni hagyjuk és az így kiüresített lombikot üveg dugójával zárva újra megmérjük. A kifolyás után talált lombiksúlyból levonva az üres lombik súlyát, a visszamaradt oldószer súlyát kapjuk meg. Ezt a súlyt a triklóretilén fajsúlyával (1,47 fs) osztva megkapjuk a 100 ml-ből hiányzó térfogatot. A visszacsepegő hűtő alatti forralásnál némi oldószerveszteség áll elő, amit szintén külön kísérlettel állapítunk meg. 100 ml triklóretilént lombikba mérünk és az egészet kitarázzuk. Az oldószert ezután a zsírmeghatározásokhoz használt visszacsepegő hűtő alatt 10 percig forraljuk és lehűtés után a lombikot újra mérjük. A mérések különbsége az oldószer vesztesége. Ezt a súlyt ugyancsak 1,47-tel osztva az elveszett oldószer térfogatát kapjuk meg. E kétféle oldószerveszteség összegét az eredmény kiszámításánál számításba vesszük. Pl. 100 ml triklóretilén lemerésénél a mérőlombikban visszamaradt oldószer térfogata: 0,08 ml és a visszacsepegő hűtő alatt elvesztett oldószere pedig 0,20 ml; akkor az össz-veszteség: 0,28 ml. 100 ml triklóretilén helyett tehát  $10 - 0,28 = 99,72$  ml triklór-

etilénnel végeztük a meghatározást. Az előzőek alapján kiszámított zsírmennyiséget tehát 0,9972-vel szorozzuk, hogy helyes eredményt kapjunk. Előző példánk esetében a zsírmennyiség javított értéke :  $31,73 \cdot 0,9972 = 31,64\%$  lesz.

2. Fontos, hogy az oldószer és a zsirolat hőmérséklete az uralkodó szobahőmérsékletnek megfelelő legyen, mert a triklóretilén hőokozta kiterjedése igen számottevő. A térfogatmérésre használt 100 ml-es mérőlombikot, valamint a zsirolat lemérésére használt 25 ml-es mérőlombikot nyakánál, nem pedig széles végénél fogva tartjuk a térfogatok lemérésekor, nehogy a kéz melege kiterjedést okozzon. A mérőlombikok térfogatai pontosan 4 : 1 arányban álljanak egymáshoz : legjobb hitelesített eszközöket használni.

3. A fenti kiszámításban szereplő zsírfajsúlyokat két tizedesig vesszük számításba. Grossfeld fent idézett munkájában (21. old.) a tekintetbe jöhető értékek táblázatban összefoglalva találhatóak meg. Azonban nem megy a gyakorlati pontosság rovására, ha a közepes 0,92 fajsúlyértékkel számolunk. (Ezt tehetjük pl. zsírkeverék esetében).

4. A triklóretilén visszanyerése. A meghatározás során ledesztillált oldószert közvetlenül újra felhasználhatjuk. Az egyes meghatározások zsirolatának fel nem használt részét összegyűjtve, az oldószert vízfürdön desztilláljuk le egy lombikból. A párlat az átdesztillált víztől erősen zavaros és a triklóretilén bomlásából kifolyólag sósavat is tartalmaz. Ezért nagyobb rázó-tölcsérben kevés nátronlúggal rázzuk össze és néhány órai állás után az alul elhelyezkedett oldószerréteget száraz üveg dugós üvegbe engedjük le. A kevés víz megkötése végett a folyadékot kovafölddel jól összerázzuk, mire vízmentes lesz és azonnal kitisztul. Az oldószert redős szűrőn szűrjük. A technikai tisztaságú triklóretilénből fény hatására sósav hasad le, mely az oldószerben csak igen kevésbé oldódik, és így nagyrészt eltávozik. A kevés oldott állapotban levő sósav a zsírmeghatározásokat nem befolyásolja. Az oldószer bomlását nagymértékben elkerülhetjük, ha üveg dugós barna üvegben sötét hűvös helyen tartjuk el.

A két módszer összehasonlítási eredményeit az alábbi táblázat tartalmazza. Adataink szerint a Stoldt-féle és a Grossfeld-féle eljárással elért eredmények jól megegyeznek, ami a két módszer megbízhatóságának igazolása. A 15., 16. és 17. sz. hűskészítményeknél a kissé nagyobb eltérések a minták rendkívül nehéz egyneműsíthetőségével magyarázhatók. A két

Zsirtartalomszázalék az alábbi módszerek szerint meghatározva

Vizsgált anyag	Stoldt szerint	Grossfeld szerint	Különbség %	Acidobutiro-metriásan
1. Tej .....	5,50	5,53	0,03	5,4
2. Tej .....	5,47	5,60	0,13	5,5
3. Tej .....	5,93	5,94	0,01	5,9
4. Tej .....	5,50	5,53	0,03	5,4
5. Tej .....	2,31	2,31	0,00	2,2
6. Tej .....	7,48	7,54	0,06	7,4
7. Anyatej .....	3,01	3,06	0,05	3,1
8. Tejföl .....	20,45	20,20	0,25	21,0
9. Gomolyatúró ...	14,96	15,03	0,07	15,5 (van Gulik)
10. Tejszín .....	37,10	37,12	0,02	37,0
11. Húspástétom ..	19,02	19,12	0,10	—
12. Húspástétom ..	16,40	16,37	0,03	—
13. Szalámi .....	44,59	44,58	0,01	—
14. Szalámi .....	45,06	45,10	0,04	—
15. Kolbász .....	29,73	29,12	0,61	—
16. Húskonzerv ....	22,42	22,79	0,37	—
17. Párizsi felvágott.	14,59	15,01	0,42	—
18. Tepertő .....	16,22	16,14	0,08	—
19. Savkazein .....	2,34	2,30	0,04	—
20. Mák .....	38,58	38,38	0,20	—

módszert pontosság tekintetében egyenlő értékűnek minősíthetjük. Egyszerűségénél fogva előnyösebb a Stoldt-féle módszer, különösen akkor, ha megfelelő számú Soxhlet-készülékkel rendelkezünk, úgyhogy egyszerre több meghatározás készülhet. A Grossfeld módszerét főképpen akkor alkalmazhatjuk előnnyel, ha kevés számú mintánál néhány órán belül eredményt kell szolgáltatni.

### ÖSSZEFOGLALÁS

Szerzők a Weinbull—Stoldt és a Grossfeld-féle zsirmeghatározási eljárást ismertették, melyek saját tapasztalataik szerint is mint pontos és egyszerűen kivihető módszerek a gyakorlat számára, nagyon ajánlhatók. A módszerek megbízhatóságát különféle anyagokon végzett összehasonlító meghatározásokkal igazolják.

СОПОСТАВЛЕНИЕ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖИРОВ В.  
СТОЛДТ-А-СОЛЯНАЯ КИСЛОТА-ЭФИР-, ГРОСФЕЛД И И-  
А-СОЛЯНАЯ КИСЛОТА-ТРИКЛОРЭТИЛЕН

Авторы сообщают методы определения жиров Вейнбул-Столдт-а и Гросфелд-а. Методы по опытам авторов точные, легко выполняемые и поэтому рекомендуются для практики. Точность метода проверили сопоставляющими исследованиями разных материалов.

*Sarudi I. und Mihalik D.:* Vergleichende Untersuchungen mit dem Fettbestimmungsverfahren mittels Salzsäure-Aether von W. Stoldt und demjenigen mittels Trichloräthylen-Salzsäure von I. Grossfeld.

In der vorliegenden Arbeit wurden zwei Fettbestimmungsverfahren: das Salzsäure-Aether-Verfahren von Weinbull-Stoldt und das Salzsäure-Trichloräthylen-Verfahren von I. Grossfeld ausführlich beschrieben und für die Praxis empfohlen. Die Verlässlichkeit der Methoden wurde bei mehreren Substanzen durch vergleichende Versuche gezeigt.

IRODALOM

- (1) *Stoldt W.:* Deutsche Lebensmittelrundschau, 45, 41 (1949), Deutsche Lebensmittelrundschau, 47, 1 (1951), Fette und Seifen, 54 206 (1952), Milchwissenschaft, 6, 152 (1951).
- (2) *Grossfeld I.:* Anleitung der Untersuchung der Lebensmittel; Berlin I. Springer.