

## Om råfedtbestemmelse.

Af Holger Hansen.

---

Under forædlingsarbejdet med olieplanter bliver man stillet overfor den opgave at bestemme indholdet af råfedt i et stort antal prøver. Den analysemetode man vælger hertil, må blandt andet opfylde følgende krav:

Den skal være enkel og ikke fordre urimeligt dyre reagentier eller specialapparat.

Arbejdet skal kunne gennemføres indenfor kort tid og ikke kræve større indsigt eller rutine.

Den nødvendige mængde materiale skal være mindst mulig.

Uoverensstemmelser mellem fællesprøverne skal være lille, og resultatet skal kunne reproduceres nogenlunde sikkert.

Almindeligvis udvinder man råfedtet i frøene ved ekstraktion efter metoder, der kan deles i to grupper:

Enten udtrækkes fedtet med et passende flygtigt ekstraktionsmiddel, der til slut dampes bort, hvorefter man vejer det udvundne fedt, eller

det anvendte ekstraktionsmiddel besidder specifikke, fysiske egenskaber, der ændres af det ekstraherede fedt, hvis mængde beregnes på grundlag af ændringens størrelse.

Blandt metoder af den første art er den mest anvendte *Soxhlet*, der i korte træk udføres således: En kendt mængde substans overføres i en patron af fedtfri cellulosemasse og anbringes i en Soxhlets-ekstraktionscylinder, der foroven lukkes med en vandkølet svaler og forneden bærer en prop, hvormed cylinderen forbindes til en tareret kolbe, hvori der er fyldt et passende kvantum æter. Kolben opvarmes til æteren fordamper gennem et stigrør, dampene fortættes på svaleren og drypper ned gennem patronen og udvasker råfedtet. Når æterstanden når en vis højde, træder en

hævert i funktion, og den fedtholdige æter løber tilbage i kolben, hvorfra æteren atter fordampes. Når kredsløbet er gennemført et tilstrækkeligt antal gange, findes alt fedtet i kolben. Æteren dampes bort og efter tørring vejes kolben atter og vægtforøgelsen er = råfedt.

Fremgangsmåden ved den anden gruppe af metoder er som regel den, at en kendt mængde substans blandes med en afmålt mængde af et tungt flygtigt ekstraktionsmiddel, hvis lysbrydende evne er givet. Efter henstand filtreres suspensionen, og i filtratet måles den lysbrydende evne atter. På grundlag af forskellen i det rene og det fedtholdige ekstraktionsmiddel beregnes fedtindholdet.

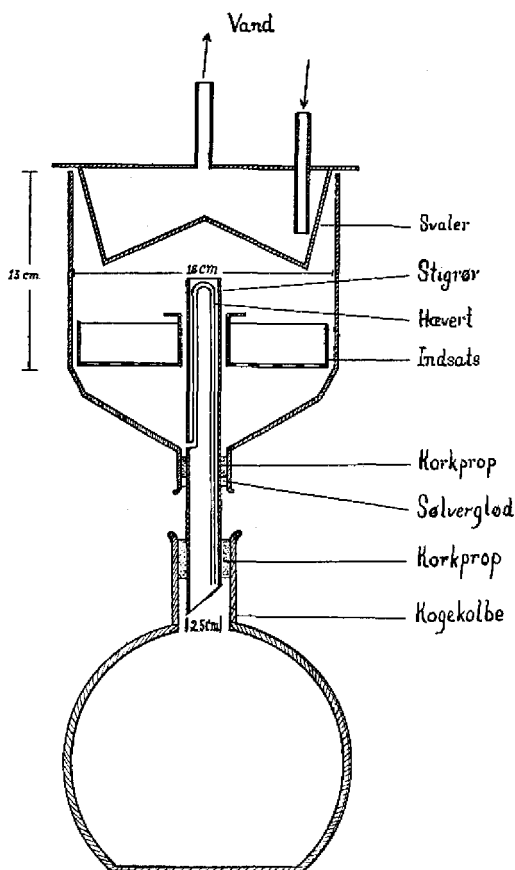
Soxhlets metode er nøjagtig, men kræver lang tid. Der kan bødes herpå ved at arbejde med flere cylindre ad gangen. Men ret hurtigt når man det antal, hvor nogle cylindre må være ude af drift, mens man arbejder med de andre. Endvidere kan rengøring af kolber være temmelig besværligt.

Man har søgt at øge Soxhletmetodens kapacitet (*Alois Tavcar*: »Der Züchter« 1941, 13. årg., hefte 7). Den ændrede metodik består i, at flere prøver, indpakket i filtrerpapir, anbringes i samme cylinder. Efter endt ekstraktion bestemmer man prøvernes tab. Metodens største ulempe er, at filtrerpapiret, hvis vægt udgør en meget stor del af den samlede bruttovægt, kan svinge betydeligt i vandindhold. Ved prøver med nettovægt på ca. 1 g bliver usikkerheden meget stor.

Hvis man anvender metoder, hvor man måler brydningsforholdet, vil man være tvunget til at anskaffe dyrt apparatur, f. eks. refraktometer, og de nødvendige kemikalier er temmelig kostbare. Dertil kommer, at man ved aflæsningen ikke kan lade det personlige skøn helt ude af betragtning. Endelig er målingerne påvirket af temperaturforholdene.

På statens forsøgsstation ved Aarslev er der i de sidste år anvendt en fremgangsmåde, hvis princip er baseret på den af *Alois Tavcar* beskrevne modifikation af Soxhlet. Det har været nødvendigt at konstruere særligt apparatur, hvis fremstillingspris dog er meget beskednen.

Ekstraktionsapparatet, hvis indretning fremgår af figuren, er fremstillet af en klar emballageflaske ca. 18 cm i diameter og hvis bund er fjernet. Gennem flaskens hals er ført et stigrør til æter-



dampene. Stigrøret er fikseret ved hjælp af en korkprop, og indføringen er tætnet med sølverglød blandet med glycerin. Inden i stigrøret findes en hævert til udtømmning af æter. Foroven lukkes ekstraktionsapparatet af en svaler, der er udført i fortinnet jernblik. Indsatsen, der bærer prøverne under ekstraktionen, består af en gennemhullet plade, der i periferien er forsynet med en 2—3 cm høj kant af messingblik. Hullet til stigrøret afskærms af et kort stykke rør med krave, der tjener som håndtag. Ekstraktionscylindrene er korte glastrør ca.  $1.5 \times 3.5$  cm og beregnet til at tage ca. 1 g frø. Snitfladerne er afrundet så kraftigt over en gasflamme, at der fremkommer en lille »krave« i hver ende. Udvendig er ætset en flade, hvorpå cylindrene kan mærkes med

blyant. Cylindrene forsynes med en »bund« af affedt bomuld, der stødes lempeligt sammen mod et fedtfrit underlag, lukkes med en vattot, mærkes og vejes efter tørring ved 100° C i termostat og er herefter klar til brug.

Når der skal foretages råfedtbestemmelse, fyldes en prøve, ca. 1 g, af det findelte frø i cylindren og vattotterne trykkes godt fast, dog ikke mere, end æteren med lethed kan løbe igennem. De fyldte cylindre vejes og sættes i lodret stilling på indsatsen. Denne anbringes i ekstraktionsapparatet, som lukkes med svale-  
ren.

På stigrørets nederste del anbringes ved hjælp af en tæt korkprop en 3 liter kogekolbe med ca. 2½ liter æter og lidt pimpsten i bunden. Opvarmningen sker bedst ad elektrisk vej.

Når ekstraktionen er fuldført efter ca. 24—36 timer, løftes indsatsen ud og den vedhængende æter dampes bort, lettest over en radiator el. lign. Derefter tørres cylindrene til konstant vægt ved 100° C og vejes. Vægttabet er da = råfedt + vand. Hvis man ønsker resultatet opgivet i pct. af tørstof, må der foretages vandbestemmelse i den foreliggende prøve. Ved prøver af frø fra korsblomstrede kan man dog tørre prøven i cylindren inden vejningen, således at nettovægten bliver lig indvejet mængde tørstof.

Derimod er denne genvejsmetode ikke tilrådelig ved prøver af valmue- og oliefrø, da den kvantitative ekstraktion bliver overordentlig vanskelig og usikker.

Ovennævnte modifikation og den »gamle« Soxhlet-metode er sammenlignet ved råfedtbestemmelse i frø af opiat-valmue, og resultaterne er anført i nedenstående tabel. Samtidig er anført resultaterne fra refraktometrisk måling. Denne er udført på et andet parti frø for flere år tilbage. Da apparatet var lånt fra en anden institution, har det ikke været muligt at gennemføre målinger på samme parti, som anvendtes til ekstraktionsmetoderne. Resultaterne kan derfor ikke sammenlignes direkte, men er kun rent orienterende.

Der er til afprøvelsen valgt valmuefrø, der erfaringsmæssigt giver de største uoverensstemmelser mellem fællesprøverne. Årsagen må sikkert søges deri, at det er vanskeligt at findele frøene ad mekanisk vej. Der er anvendt en almindelig kaffemølle og for at hindre, at frøene går hele igennem, må kværnen lægges tæt

sammen. Derved udsættes malegodset for en æltning og fremtræder på grund af det høje fedtindhold som en marcipanagtig masse. I modsætning hertil præsenterer frø af f. eks. olieør, sennep og raps sig efter formalingen som et fint grynet produkt, hvoraf der let kan udtages ensartede prøver.

	g frø	Antal prøver	Indhold i pct. gns.	Middelfvigelse
Soxhlet .....	5	4	48.74	0.40
Modifikation.....	1	30	48.11	1.64
Refraktometri.....	2	21	44.5	2.78

Som det fremgår af tabellen, er den almindelige Soxhlet-metode langt den sikreste og bør anvendes til analyser, hvor der kræves større nøjagtighed. Men ved masseanalyser er den modificerede metode de refraktometriske målinger overlegen.

Kapaciteten pr. time er ens ved de to sidste fremgangsmåder. Refraktometrien har den fordel, at man kan få resultatet meget hurtigt. Ved ekstraktion må der regnes med  $3 \times 8$  timer fra analysen forberedes, til resultatet foreligger. Men hvis der skal foretages et større antal analyser vil det være naturligt at tilberede et nyt hold, mens det foregående ekstraheres. Dertil kommer, at såvel apparat som kemikalier er langt billigere.