

УДК 665.1.002.5.061.34

## ЛАБОРАТОРНЫЙ ЭКСТРАКТОР ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА

Канд. техн. наук **Б. Н. ГОНЧАРЕНКО, Г. К. РЫБАЛКО,  
Л. Н. ЗАЛУЦКАЯ, Ю. С. КУЛЬЧИЦКИЙ**

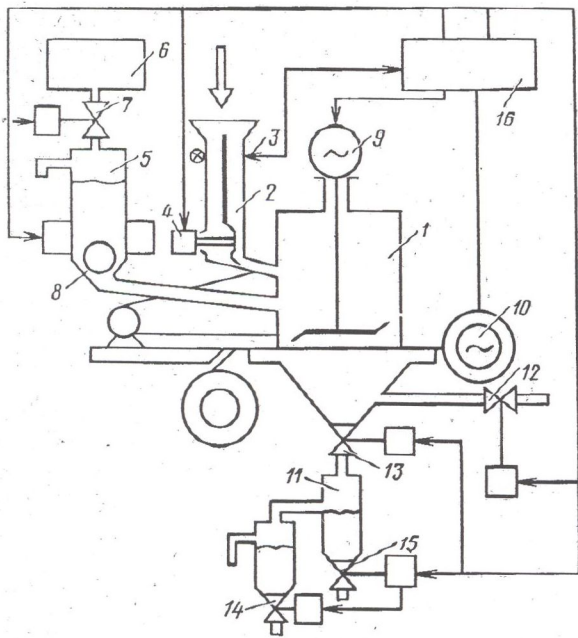
*Киевский технологический институт пищевой промышленности*

Содержание свободных жирных кислот в масле семян подсолнечника характеризуется, как известно, кислотным числом, которое в настоящее время определяется по методике, регламентируемой ГОСТ 10858—77.

Описаны и другие способы определения этого показателя, например методом рН-метрии [1, 2]. Однако основным в практике масло-жировых предприятий остается стандартный метод, основанный на титровании щелочью извлеченного из семян раствора масла и расчете результата определения кислотного числа.

В процессе работы над методами и техническими средствами измерения кислотного числа масла в семенах подсолнечника на кафедре автоматизации КТИППа был разработан для автоматизации стандартного метода автоматический экстрактор масла, обеспечивающий дозирование и измельчение пробы семян, дозирование экстрагента, экстракцию, фильтрацию и выделение двух одинаковых доз экстракта [3].

На рисунке показана схема экстрактора. Экстракционная камера 1 с расположенным внизу сборником экстракта оснащена дозаторами. Дозатор семян 2 имеет датчик 3 наличия пробы семян на входе дозатора и заслонку-шибер 4 с приводом на его выходе. Дозатор 5 экстрагента имеет резервуар 6 запаса экстрагента, затворы с приводами 7 на входе и 8 на выходе дозатора. Экстрактор 1 приводится в действие электродвигате-



лем 9, который используется для измельчения семян пробы при нормальном режиме включения или в режиме реверса для подъема с помощью специального механизма [3] экстракционной камеры над фильтровальной бумагой. Для протягивания фильтровальной бумаги служит электродвигатель 10.

В состав экстрактора входит также дозатор 11 двух доз экстракта. На магистрали вакуумной системы имеются затворы с приводами 12, на выходе сборника экстракта — затворы 13, на выходах дозатора 11 — затворы 14 и 15. Кроме того, экстрактор оснащен многоканальным блоком программного управления 16.

При этом выход датчика 3 наличия пробы в дозаторе семян 2 соединен со входом блока управления 16 для его включения, а соответствующие выходы каналов управления соединены с приводами затворов 4, 7, 8, 12, 13, 14, 15 и с приводными двигателями 9 и 10 для включения их в нужный момент в работу по программе.

Работает экстрактор следующим образом. Семена подсолнечника подаются в дозатор 2 и накапливаются в мерном объеме дозатора, а избыток их просыпается в экстракционную камеру экстрактора 1. По сигналу датчика 3 запускается блок управления 16 и включается приводной двигатель 9, вращающий измельчающие ножи. Избыток пробы семян размельчается в сухом виде (до подачи экстрагента) в течение времени, достаточного для очистки внутренних стенок экстракционной камеры от остатков размельченных семян предыдущей пробы, что исключит ее влияние на результаты определений.

Затем измельчение прекращается, и блок управления 16 включает приводной двигатель 9 в реверсном режиме на поднятие экстракционной камеры. После ее поднятия включается приводной электродвигатель 10 на время протягивания ленты фильтровальной бумаги для удаления размельченных семян избытка пробы. Далее блок управления 16 включает электродвигатель 9 на опускание экстракционной камеры (механизм подъема и опускания не показан на схеме).

После опускания экстракционной камеры на фильтровальную бумагу и уплотнения дна камеры ее собст-

венной массой блок управления 16 включает привод заслонки-шибера 4 и открывает ее, что обеспечивает попадание в экстракционную камеру отмеренной пробы семян из мерного объема дозатора 2 (шибер после отключения привода возвращается пружиной).

Затем включается приводной двигатель 9 на время размельчения семян пробы в сухом виде (около 8 с) и далее привод затвора 8. Из дозатора 5 экстрагента отмеренная доза поступает в экстракционную камеру экстрактора 1, где после закрытия затвора 8 при включенном электродвигателе 9 продолжается размельчение семян в присутствии экстрагента для экстракции из них масла в течение заданного времени. Примерно через 14 с электропривод 9 отключается блоком управления 16.

Затем блок управления 16 включает привод 7 для наполнения дозатора 5 новой дозой экстрагента из бачка 6, а также привод затвора 12 на магистрали вакуумной системы, присоединенной к сборнику экстракта, чтобы обеспечить в экстракторе режим фильтрации экстракта масла, который после фильтрации накапливается в сборнике в нижней части экстракционной камеры 1. По окончании фильтрации затвор 12 закрывается, отсоединяя вакуум, а затвор 13 открывается и экстракт масла переливается в дозатор 11 двух доз экстракта.

Блок управления 16 включает электропривод 9 в реверсном режиме на подъем экстракционной камеры экстрактора 1, а после ее подъема — электропривод 10 на протягивание ленты фильтровальной бумаги для удаления лепешки фильтрационного осадка и замены ленты фильтра чистым участком, как это делалось раньше для удаления размельченных семян избытка пробы, использованных для очистки камеры.

После этого включается электропривод 9 на опускание экстракционной камеры. Затем блок управления 16 включает приводы затворов 14 и 15 на выходах дозатора 11. Отмеренные дозы экстракта (объемом по 20 мл) выливаются и могут быть использованы для титрования с целью определения кислотного числа и содержания масла в экстракте.

Экстрактор изготовлен как опытный образец и в составе приборно-аналитического комплекса определения кислотного числа передан Бельскому масло-жировому комбинату для эксплуатации.

Предварительно во ВНИИЖе были проведены сравнительные испытания методов определения кислотного числа масла в семенах подсолнечника, на которых сравнивались три метода: I — извлечения масла путем экстрагирования хлороформом по ГОСТ 10858—77, II — с применением рН-метрии [2], III — с применением устройства пробоподготовки, разработанного КТИППОм (экстрактора масла).

В качестве контрольного был применен стандартный метод — настаиванием диэтиловым эфиром. Испытания проведены на двух образцах семян.

Кислотное число масла определяли в двадцатикратной повторности для каждого метода: по ГОСТ 10858—77 для контрольного и первого методов; по изложенной в литературе методике [2] — для второго метода, по ГОСТ 10858—77 — для третьего метода в части определения концентрации мисцеллы и ее титрования.

Результаты определений приведены в табл. 1.

Для определения общей трудоемкости испытуемых методов был проведен хронометраж операций анализа (табл. 2), при котором экстрактор еще не был оснащен автоматическими дозаторами.



Таблица 1

Число определений 20	Использованный метод			
	I	II	III	конт- рольный
Среднее арифметическое отклонение	0,89	0,830	0,87	0,85
	8,25	8,185	7,81	9,33
Среднее квадратическое отклонение	0,069	0,069	0,041	0,069
	0,500	0,880	0,610	0,410
Относительная погрешность, %	7,7	8,3	4,7	8,1
	6,0	11,0	7,7	4,4

Примечание. Числитель — первый образец семян, знаменатель — второй.

Таблица 2

Операции	Продолжительность операции при одном определении методом		
	I	II	III
Приготовление растворов и реактивов			
спиртового раствора едкого кали	—	—	—
1 %-ного раствора фенолфталеина	—	—	—
смеси хлороформ — спирт — триэтанол-амин	—	9 с	—
Очистка от сорной примеси и выделение навески	5 мин	5 мин	5 мин
Промывка аппаратуры	2 мин	9 с	1 мин
Взятие навески	15 с*	37 с**	15 с*
Измельчение семян	1 мин 15 с	1 мин 15 с	1 мин
Подготовка к экстрагированию	1 мин 10 с	—	1 мин
Экстрагирование	2 мин	—	1 мин
Выгрузка экстракта и фильтрование	5 мин	1,5 мин	3 мин
Подготовка фильтровального устройства к следующему определению	2 мин 5 с	—	30 с
Дозирование экстракта и этилового спирта	3 мин	—	3 мин
Определение концентрации мисцеллы	6 мин	—	6 мин
Титрование мисцеллы	1,5 мин	—	1,5 мин
Продолжительность собственного опыта	30 мин	10 мин	22 мин

\* Весы Фосслет.

\*\* Весы ВЛКТ.

Из анализа работы автоматизированного экстрактора следует, что цикл его работы не превышает в автоматическом режиме 150 с. Это достигается путем применения автоматических дозаторов семян, экстрагента и экстракта, а также автоматизации практически всех других операций, кроме определения массы масла в экстракте, титрования и расчета кислотного числа.

#### Выводы

Точность полученных результатов определения кислотного числа сравниваемыми методами примерно одинакова; в этом отношении ни один из методов преимуществ не имеет.

В основу создания приборно-аналитического комплекса для экспрессного определения кислотного числа масла в семенах подсолнечника может быть положен автоматизированный вариант стандартного метода.

#### Список использованной литературы

1. Определение кислотного числа масла методом рН-метрии/[Н. А. Архипович, А. К. Скрипченко, Н. С. Герман и др.]— Масло-жировая промышленность, 1979, № 10.
2. Данильчук С. И., Андриянина Л. В. Об определении кислотного числа масла в семенах подсолнечника.— Масло-жировая промышленность, 1984, № 6.
3. А.с. 996434 (СССР).— Б. И., 1983, № 6; а.с. 1024834 (СССР).— Б. И., 1983, № 23; а.с. 1041929 (СССР) — Б. И. 1983, № 34.