

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ, МОЛОДІ ТА СПОРТУ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ**

ЗАГАЛЬНІ ТЕХНОЛОГІЇ ХАРЧОВОЇ ПРОМИСЛОВОСТІ

МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ

до виконання лабораторних робіт з розділу

“Технологія жирів і жирозамінників”

для студентів напрямку 6.051701 “Харчові технології та інженерія”

усіх форм навчання

Всі цитати, цифровий та фактичний матеріал, бібліографічні відомості перевірені. Написання одиниць відповідає стандартам.

Підписи авторів _____
“ ” _____ 2012 р.

СХВАЛЕНО
на засіданні кафедри
технології жирів і парфумерно-
косметичних продуктів
Протокол № 12
від 12.04.2012 р.

Загальні технології харчової промисловості: Метод. рекоменд. лаборатор. робіт з розд. “Технологія жирів і жирозамінників” для студ. напряму 6.051701 “Харчові технології та інженерія” усіх форм навчання / Уклад.: Є.І. Шеманська, І.Г. Радзієвська, В.І. Бабенко та ін. – К.: НУХТ, 2011. – 43 с.

Рецензент: **Т.Т. Носенко, канд. біол. наук, доцент**

Укладачі: **Є.І. Шеманська, канд. техн. наук,
І.Г. Радзієвська, канд. техн. наук,
В.І. Бабенко, кан. техн. наук, доцент
О.М. Громова**

Відповідальний за випуск: **В.В. Манк, д-р хім. наук, проф.**

ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ ПІД ЧАС ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

1. Допуск до роботи в лабораторії студенти отримують тільки після інструктажу з правил техніки безпеки в хімічній лабораторії та пожежної безпеки, що його проводить викладач.

2. Перед початком кожної роботи студент повинен опанувати відповідну методику і у процесі виконання роботи не відхилятися від неї без дозволу викладача.

3. Беручи речовини для досліду, слід насамперед звернути увагу на етикетки, уважно прочитати їх, у разі найменшого сумніву – з'ясувати питання з викладачем або лаборантом.

4. Категорично забороняється куштувати хімічні речовини. Нюхати їх у разі потреби потрібно обережно, не нагинаючись над посудом, а спрямовуючи до себе пари чи газ помахом руки.

5. Під час роботи з хімічними речовинами не слід торкатись руками обличчя і очей, вживати їжу.

6. Рекомендується працювати стоячи. Сидячи дозволяється виконувати роботи, не пов'язані із безпекою загоряння, вибуху і розбризкування. Категорично забороняється працювати в лабораторії одному.

7. Роботи, пов'язані з утворенням летких речовин, випарюванням і кип'ятінням розчинів, з використанням діетилового і петролейного ефірів, льодяної оцтової кислоти та інших розчинників, слід виконувати тільки у витяжній шафі.

8. Під час роботи у витяжній шафі з метою ефективної вентиляції потрібно піднімати передню рухому стінку шафи на $1/3$ – $1/4$ її висоти. Після закінчення роботи передню стінку потрібно опустити.

9. Сухі реактиви слід брати тільки пінцетом або шпателем. Концентровані чи розведені кислоти і гідроксиди лужних металів слід відбирати спеціальною піпеткою або гумовою грушею. Під час розведення концентрованої сірчаної кислоти, супроводжуваного виділенням тепла, слід використовувати лише тонкостінний хімічний посуд із скла або порцеляни.

10. Переносячи тиглі, гарячі колби і склянки, слід класти під їх денця азбестову прокладку. Тиглі потрібно підтримувати щипцями. Забороняється під час переливання реактивів брати пляшку за горловину.

11. Під час роботи з легкозаймистими речовинами (діетиловий, петролейний ефіри тощо) не повинно бути поруч вогню і ввімкнених електронагрівальних приладів. Нагрівання їх на відкритому вогні та плитках категорично забороняється; дозволяється їх нагрівати на водяній або піщаній бані в колбі з водяним холодильником.

12. Під час перегону рідин слід безперервно стежити за станом холодильника і регулювати подавання холодної води.

13. Відпрацьовані рідини (кислі води, гідроксиди лужних металів, кислоти та ін.) дозволяється зливати в каналізацію тільки після нейтралізації. Попередньо їх потрібно злити в скляний посуд з відповідною етикеткою. Категорично забороняється зливати в каналізацію відпрацьовані органічні розчинники, включаючи розчинники, які змішуються з водою. Ці розчинники потрібно зливати в спеціальний посуд.

14. У разі випадкового пролиття концентрованої кислоти, лугу чи інших їдких речовин треба їх засипати піском, мокрий пісок видалити, а залишки змити водою.

15. У разі потрапляння кислоти на обличчя чи руки її слід одразу змити водою, після чого промити шкіру слабким розчином двовуглекислого натрію (NaHCO_3). Бризки лугу спочатку слід змити водою, а місце ураження обробити слабким розчином оцтової або борної кислоти. Для нейтралізації кислоти і лугу, що потрапили на одяг, у першому випадку застосувати розчин аміаку, у другому – розчин оцтової кислоти.

16. У разі потрапляння в очі бризок кислоти їх слід промити водою і негайно звернутися до лікаря.

17. Під час роботи з електроплиткою або водяною банею не можна торкатися їх робочих поверхонь голими руками для запобігання опіків. Вмикати плитку дозволяється тільки в присутності лаборанта чи викладача.

18. У разі опіку місце ураження треба змочити рідиною від опіків або слабким розчином марганцевокислого калію.

19. Всі електричні прилади студенти можуть вмикати і вимикати тільки з дозволу викладача або лаборанта. Категорично забороняється залишати діючі прилади без нагляду.

20. Роботу із хлороформом і оцтовою кислотою проводять дотримуючись правил особистої гігієни і використовуючи витяжні шафи. Хлороформ – негорюча рідина, що має загально токсичну дію, її зберігають у герметичних міст кистях із темного скла. Оцтова кислота – легкозаймиста рідина зі специфічним запахом.

ЗАГАЛЬНІ ВИМОГИ ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

До виконання лабораторних робіт допускаються студенти, які вивчили правила техніки безпеки в хімічній лабораторії.

Під час виконання лабораторних робіт студент повинен:

1. Вивчити рекомендовану літературу з теми лабораторної роботи.
2. Ознайомитись з методичними вказівками та вимогами стандартів.
3. Одержати індивідуальне завдання для виконання роботи і виконати його.
4. Оформити протокол роботи.
5. Здати робоче місце черговому по лабораторії.
6. Скласти залік.

ОСНОВНІ ПОЛОЖЕННЯ

Жири – один з найважливіших компонентів харчування людини. Крім вживання у їжу безпосередньо вони знаходяться у великій кількості харчових продуктів. Зі всіх головних харчових компонентів жири є самими енергетично насиченими. Крім того харчові жири є незамінним джерелом поліненасичених жирних кислот та жиророзчинних вітамінів А, Д, Е, К). Згідно з сучасними науково обґрунтованими рекомендаціями науковців, фахівців-дієтологів жири повинні забезпечувати близько 30 % енергетичної добової потреби людини.

Жири є складними ефірами трьохатомного спирту - гліцерину і вищих одноосновних карбонових кислот та відносяться до класу ліпідів. Загальна назва

таких сполук – «ацилгліцероли» або «ацилгліцерини», найчастіше триацилгліцерини, у яких в якості ацилів виступають вищі жирні кислоти (головним чином насичені пальмітинова, стеаринова та ненасичені олеїнова, лінолева, ліноленова). Природними жирами є не індивідуальна речовина, а суміш різних ацилгліцеринів.

Ліпіди – група різноманітних за складом нерозчинних у воді органічних речовин, які відрізняються розчинністю в органічних розчинниках. Вони є похідними вищих жирних кислот та спиртів і широко представлені у тканинах людини, тварин, рослин і мікроорганізмів і відіграють важливу роль в життєвих процесах. Ліпіди є основним компонентом клітинних мембран, впливають на їх проникність, беруть участь в створенні міжклітинних контактів, в передачі нервового імпульсу і в м'язовому скороченні, забезпечують захист різних органів від механічних дій.

Відносно харчових жирів зазвичай застосовують терміни "жири" і "олії". Поняття "жири" зазвичай відноситься до тваринних жирів, що знаходяться при кімнатній температурі в твердому стані. Виняток становить рідкий риб'ячий жир. Рослинні олії при кімнатній температурі знаходяться в рідкому стані (виключенням є тверді тропічні олії – пальмова, пальмоядрова та кокосова та гідрогенізовані рослинні олії – саломаси).

Тваринні жири отримують методом витоплювання.

Рослинні олії отримують з насіння соняшнику, ріпаку, сої, кукурудзи, арахісу і інших олійних культур. В теперішній час для видобутку олії з насіння застосовують два способи: пресування (механічний віджим олії на шнекових пресах) та екстракцію (вилучення олії за допомогою органічних розчинників). На більшості олієдобувних підприємств видобуток олії здійснюють за схемою форпресування-екстракція: спочатку отримують олію пресовим способом, а потім вилучають решту олії екстракцією форпресової макухи. Однократний видобуток олії методом екстракції, що отримав назву – метод прямої екстракції, доцільно використовувати для насіння сої.

МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ЖИРІВ У ХАРЧОВИХ ПРОДУКТАХ

Загальні поняття

Один з найбільш важливих методів контролю якості харчових продуктів є визначення в них масової частки жирів. Жири багато в чому визначають харчову і біологічну цінність та смакові якості продукції. У харчовій промисловості під терміном «жир» розуміють суму ліпідів (триацилгліцеридів і супутніх їм фосфоліпідів, каротиноїдів, стеролів, токоферолів і ін.), які вилучаються органічними розчинниками з екстрагуємого матеріалу. Екстракція сумарних ліпідів частіше за все проводиться диетиловим, петролейним ефіром або гексаном, оскільки у них низька температура кипіння (35 – 70 °С), вони легко очищуються від домішок і регенеруються. Речовини, що вилучаються розчинником, є сумішшю запасних і структурних ліпідів непостійного складу, склад яких в значній мірі залежить від чистоти розчинника.

Для визначення кількості жиру, що міститься в харчових продуктах, розроблено кілька методів. Більшість методів кількісного визначення жиру ґрунтується на вилученні його з харчових продуктів органічними розчинниками.

Екстракційні методи підрозділяються на наступні групи.

Методи вичерпної екстракції ліпідів засновані на максимально можливому вилученні ліпідів з аналізованого матеріалу шляхом багатократної обробки розчинником, поки вміст ліпідів в матеріалі не стане незначним. Потім з отриманої витяжки відганяють розчинник, а залишок, що містить ліпіди, висушують в умовах, що виключають його окиснення, і зважують. На цьому принципі засновані широко використовуємі в оліє-жировій промисловості методи Сокслета, Зайченко і ін.

Одним з варіантів методу є метод визначення вмісту ліпідів по різниці маси сухого досліджуваного продукту до і після знежирення. Цей метод відрізняється

економічністю. Він придатний для масових аналізів, крім того, дозволяє висушувати знежирені наважки в звичайних умовах, уникаючи окиснення ліпідів. Цей метод визначення олійності найбільш відомий в модифікації С.В. Рушковського. При використанні цього методу можливо одночасно досліджувати в одному апараті різні зразки в однакових умовах.

Методи, засновані на отриманні постійної концентрації розчину ліпідів відносно прості у виконанні, вимагають менших витрат часу, але менш точні, порівняно з методом вичерпної екстракції.

Метод настоювання полягає в настоюванні аналізованої речовини в розчиннику. Після настоювання розчин ліпідів фільтрують, відбирають заданий об'єм розчину, відганяють розчинник, ліпіди висушують і зважують. Час настоювання вибирається так, щоб встановилася постійна концентрація розчину, тобто рівновага між концентрацією розчину речовини, що екстрагується зовні, і розчину в речовині. На цьому принципі заснований метод, за яким вміст ліпідів в досліджуваному матеріалі визначають за зміною відносної густини одержаного при настоюванні розчину ліпідів.

Широко поширені **рефрактометричні методи** визначення вмісту ліпідів в різних матеріалах. По суті, це один з варіантів методів, заснованих на настоюванні і встановленні рівноважної концентрації ліпідів в аналізованому матеріалі і розчині. Сутність методів полягає у вилученні ліпідів з наважки досліджуваного матеріалу за допомогою розчинника з високим коефіцієнтом заломлення і визначенні ліпідів в досліджуваному матеріалі по різниці коефіцієнтів заломлення чистого розчинника і розчину ліпідів в цьому розчиннику. Для того, щоб визначення ліпідів рефрактометричним методом було достатньо точним, необхідно дотримувати однакові умови не тільки при самому визначенні, але і при підготовці досліджуваного матеріалу до аналізу.

Для визначення масової частки жиру в молочних продуктах використовують **бутирометричний метод**, який заснований на екстрагуванні жиру ізоаміловим спиртом після руйнування білків продукту сірчаною кислотою під час нагрівання з наступним виділенням жиру центрифугуванням. Кількість жиру визначають в

жиромірі (бутирометрі), що являє собою скляну трубку, закриту з одного кінця. Середня частина тубки градуйована, кожна поділлка відповідає 0,01133 г жиру.

Завдання 1. Визначення масової частки жирів в харчових продуктах методом вичерпної екстракції

Принцип методу заснований на визначенні масової частки ліпідів в аналізованому матеріалі за масою їх речовин, екстрагованих діетиловим або петролейним ефіром.

Реактиви і матеріали: діетиловий або петролейний ефір; вата гігроскопічна; папір фільтрувальний; хлорид кальцію.

Прилади, хімічний посуд: терези лабораторні 2-го класу, насадки типа НЕТ для екстрагування лабораторні скляні номінальною місткістю 250 мл, сушильна електрична шафа з терморегулятором, ексикатор діаметром 190 або 250 мл, водяна баня з виносним обігрівом, лабораторний млин, стаканчики для зважування скляні з кришками діаметром 30 або 40 мм, шпателі, пінцети, дерев'яна циліндрова болванка діаметром 25 мм і завдовжки 150 мм, фарфорові чашки місткістю 100 або 250 мл.

Порядок виконання роботи. Вода, що міститься в тканинах матеріалу, заважає дифузії жиру з продукту в розчинник, тому зразок продукту необхідно підсушити або зневоднити. Вміст вологи підсушеного зразку повинен бути приблизно 3 - 3,5%. Потім підсушену пробу продукту подрібнюють в ступці вручну або за допомогою електричного млина. Першу порцію продукту, подрібненого в млині, відкидають, оскільки олія, що виділилась при подрібненні витрачається на заоліювання робочих органів млина. Всі подальші порції подрібненого продукту поміщають в стакан місткістю 250 мл і ретельно перемішують шпателем.

Патрони для насадок екстракторів Сокслета готують з листа фільтрувального паперу розміром 110x500 мм, знежиреного діетиловим або петролейним ефіром, таким чином: на дерев'яну циліндрову болванку намотують фільтрувальний папір так, щоб з одного боку болванки край паперу виступав на 2 - 2,5 см. Цю частину паперу загинають, намотуючи її на болванку пінцетом, потім патрон придавлюють з

торця об плоску поверхню і знімають з болванки. В патрон кладуть два шматочки знежиреної вати (на дно патрона та зверху) і зважують на терезах 2-го класу із записом результатів до четвертого десяткового знака.

З перемішаної маси подрібненого продукту беруть наважку 5 - 10 г в два заздалегідь підготовлених для екстракції патрони, зверху кладуть другий шматочок вати та загинають верхні краї патронів всередину. Зважування патронів з наважкою продукту проводять на терезах 2-го класу із записом результатів до четвертого десяткового знака.

Висота патрона з наважкою насіння повинна бути такою, щоб верхній край сифона екстрактора Сокслета був на 1 см вище за патрон.

Патрони з наважкою продукту кладуть в екстрактор. До екстрактора приєднують знежирену колбу, заздалегідь висушену до постійної маси при температурі 102 - 105°C. Наливають в екстрактор розчинник так, щоб патрон в ньому був повністю покритий шаром ефіру. В колбу наливають ефір на 1/3 її об'єму. Апарат Сокслета складається з трьох частин: екстрактора, приймальної колби і зворотного холодильника. Всі частини апарату щільно приєднані один до одного за допомогою шліфів. Основна деталь насадки – екстрактор – є циліндровою ємністю, забезпеченою двома бічними трубками. Більш широка трубка служить для відведення пари розчинника (ефіру) в холодильник, більш тонка – є сифоном, що відводить розчин ліпідів в приймальну колбу.

Після з'єднання всіх частин апарату подають холодну воду в холодильник і підігрівають колбу, використовуючи водяну баню або інші пристрої, які виключають спалахування розчинника. Слідкують за рівномірністю кипіння в колбі. Пари киплячого ефіру проходять по трубці в холодильник, конденсуються, і ефір по краплях стікає до патронів з продуктом, що екстрагується. Екстрактор поступово наповнюється рідким ефіром, ліпіди вилучаються з проби продукту. Як тільки рівень ефіру в екстракторі підніметься дещо вище верхнього коліна сифонної трубки, він зливається через сифон в колбу. Там, нагріваючись, ефір перетворюється на пари, які знову підіймаються в холодильник і, конденсуючись, стікають в екстрактор. Ліпіди збираються в колбі. Початком екстракції вважається

той момент, коли розчинник з насадки екстрактора зіллється в приймальну колбу другий раз.

Після цього екстракцію ведуть безперервно. Якщо неможливо організувати цілодобову роботу лабораторії, то екстракцію переривають, вимикаючи обігрів водяної бані, а патрони в екстракторах повинні залишатися в шарі розчинника.

По закінченні приблизно половини часу екстрагування патрони в екстракторі перевертають. Розчинник через екстрактор повинен сифонувати не менше 7-8 разів на годину.

Про кінець екстрагування можна судити по відсутності жирної плями на фільтрувальному папері або скляній пластинці при випаровуванні нанесеної на них краплі розчинника, що стікає з екстрактора.

Повноту екстракції можна також перевірити, поміщаючи краплю розчинника з екстрактора на шорстку сторону шліфованої частини шийки колби. Якщо після висихання краплі на шліфі не залишається слідів олії, то екстракція вважається закінченою.

Після закінчення екстрагування припиняють нагрівати колбу, дають їй охолонути, вимикають воду і прибирають холодильник. Потім, нахиливши екстрактор, зливають в приймальну колбу через сифонну трубку ефір, що залишився в ньому, і відділяють колбу від екстрактора.

Для відгонки ефіру колбу з розчином жиру приєднують до апарату для відгонки. Колба з розчином сполучена з прямим холодильником, форш-тосс опущений в приймач для розчинника вільно, без пробки. Остаточне видалення ефіру і висушування ліпідів проводять в електричній сушильній шафі з терморегулятором при температурі 102 - 105°C до постійної маси.

Перше зважування проводять через 1,5 год, подальші – через 30 хв. Колби з ліпідами після їх охолодження в ексикаторі протягом 45–60 хв. зважують. При зважуванні колб до і після висушування використовують один і той же набір наважок (гирь). Якщо при черговому зважуванні маса колби з ліпідами збільшується, що можливе в результаті окиснення жиру, то за постійну масу приймають якнайменшу.

Одночасно визначають вміст води в продукті методом висушування до постійної маси при температурі 102 - 105°C. Для цього в заздалегідь висушені в тих же умовах металеві або скляні стаканчики беруть з подрібненої маси продукту дві наважки масою приблизно 5 г. Перше зважування проводять через 1 год., подальші – через 30 хв. Перед зважуванням стаканчики з наважками охолоджують в ексикаторі. Всі зважування – патронів з наважкою продукту, колб з ліпідами, стаканчиків при визначенні води – проводять на терезах 2-го класу із записом результатів до четвертого десяткового знака.

Опрацювання результатів. Масову частку жиру (%) до маси продукту розраховують за формулою:

$$M = 100 ((m - m_1)/m_2) \quad (1)$$

де m – маса колби з ліпідами, г; m_1 – маса порожньої колби, г; m_2 – маса наважки подрібненого продукту, г.

При визначенні вмісту жиру за масою знежиреного залишку (метод С.В. Рушковського) масову частку жиру (%) до маси продукту розраховують наступним чином:

$$M = 100 ((m - m_1)/m_2)$$

де m – маса патрону з наважкою продукту до екстракції, г; m_1 – маса патрону з наважкою продукту після екстракції, г; m_2 – маса наважки подрібненого продукту (різниця між масою патрону з наважкою до екстракції та порожнього патрону з двома шматочками вати), г.

Масову частку жирів в продукті на масу сухої речовини M_c , %, розраховують по формулі:

$$M_c = M \cdot 100 / (100 - W) \quad (2)$$

де M – масова частка олії в подрібненому і підсушеному насінні %; W – вміст води в подрібненому після підсушування насінні %.

За результат аналізу приймають середнє арифметичне двох паралельних визначень масової частки жиру окремих проб продукту. Обчислення проводять до другого десяткового знака, результат записують з точністю до першого десяткового знака. Розбіжності між паралельними визначеннями не повинні перевищувати 0,5%.

Завдання 2. Визначення масової частки жирів у харчових продуктах рефрактометричним методом

Проводять шляхом вилучення ліпідів з продуктів нелетким розчинником, коефіцієнт заломлення якого різко відрізняється від коефіцієнта заломлення ліпідів. Чим більша різниця між цими коефіцієнтами, тим точніше визначення.

2.1. Рефрактометричний метод визначення вмісту жирів у кондитерських виробках

Принцип методу. Метод базується на вилученні жиру безпосередньо з наважки або наважки, попередньо обробленої оцтовою кислотою та монобромнафталіном або моноклорнафталіном з наступним визначенням концентрації жиру в розчині за показником заломлення.

Метод використовується для продуктів із вмістом жиру від 1% до 70%.

Реактиви: α -бромнафталін (монобромнафталін) з показником заломлення приблизно 1,66 або α -хлорнафталін (моноклорнафталін) з показником заломлення приблизно 1,63 згідно з чинною нормативною документацією, ефір етиловий (зневоднений) згідно з чинною нормативною документацією або ефір петролейний згідно з чинною нормативною документацією (фракція з температурою кипіння від 30 °C до 60 °C, залишок після випарювання в якому повинен бути меншим 20 мг/дм³), кислота оцтова, х.ч., розчин з масовою часткою 80%, кислота соляна, х.ч., розчин з масовою часткою 10%, натрій вуглекислий зневоднений, х.ч., метилоранж, вода дистильована.

Прилади, хімічний посуд: аналітичні ваги не нижче 2-го класу точності, шафа сушильна електрична, що підтримує температуру від 100° C до 105° C, рефрактометр для вимірювання показника заломлення від 1,3000 до 1,7000 з ціною поділки шкали не більше 0,0002, термометр рідинний скляний з ціною поділки шкали 1 °C і діапазоном вимірювання температури від 0 до 150 °C, секундомір або годинник, піпетки виконання 1 або 4, 2-го класу точності місткістю 2 см³, термостат

рідинний, що забезпечує температуру $(20 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$, піч муфельна, ступка фарфорова з товкачиком або чашка випарювальна діаметром не більше 70 мм, колби з притертою пробкою місткістю 25 см^3 , 50 см^3 , 100 см^3 , пікнометр типу ПЖ 2 з горловиною діаметром 6 мм місткістю 25 см^3 та 50 см^3 , склянки лабораторні місткістю 25 см^3 , 50 см^3 , 500 см^3 , лійки скляні, діаметром не більше 40, папір фільтрувальний лабораторний, пісок річковий очищений прожарений, штамповане сито для просіювання піску з отворами діаметром від 1,0 мм до 1,5 мм.

Порядок виконання роботи.

Підготовка піску. Пісок просівають крізь сито, промивають водопровідною водою. Промитий пісок переносять у склянку місткістю 500 см^3 і заливають розчином соляної кислоти з масовою часткою 10%. Періодично помішуючи шпателем, залишають на період від 10 год до 12 год. Після цього розчин кислоти зливають. Промивають пісок водопровідною водою методом декантації до нейтральної реакції промивної води (перевіряють метилоранжем), потім дистильованою водою, просушують в сушильній шафі за температури $(115 \pm 3) ^\circ\text{C}$ і прокалюють в муфельній печі за температури від $500 ^\circ\text{C}$ до $600 ^\circ\text{C}$. Зберігають пісок в тарі з щільно закритою кришкою.

Підготовка наважки. За способом підготовки наважки до випробування кондитерські вироби та напівфабрикати поділяють на дві групи згідно з табл. 1.

Таблиця 1

Групи кондитерських виробів за способом підготовки наважки до аналізу

Кондитерські вироби, наважки яких вимагають попереднього оброблення оцтовою кислотою	Кондитерські вироби, наважки яких не вимагають попереднього оброблення оцтовою кислотою
Ірис	Шоколад
Вироби типу «вершкова помадка»	Шоколадні напівфабрикати
Вироби типу «вершкова тягучка»	Праліне
Молочні цукерки	Какао-порошок
	Марципан
Продукти, що містять в своєму складі молоко	Борошняні кондитерські вироби
	Оздоблювальні і випечені напівфабрикати
	Халва

Масу наважки виробу, що не вимагає обробки оцтовою кислотою визначають, за табл. 2:

Таблиця 2

Маса наважки виробу, що не вимагає обробки оцтовою кислотою, залежно від вмісту жиру у виробі

Очікуваний вміст жиру, %	Маса наважки, г
понад 30	понад 0,5
від 20 до 30	від 0,6 до 0,8
від 10 до 20	від 0,8 до 1,2
до 10	від 1,2 до 1,7

Наважку досліджуваного продукту зважують в фарфоровій ступці з точністю до 0,001 г.

Маса наважки виробу, яка вимагає обробки оцтовою кислотою, складає $(1,5 \pm 0,1)$ г. Наважку зважують у фарфорову ступку з точністю до 0,001 г, додають $0,5 \text{ см}^3$ гарячої дистильованої води (для ірису – 1 см^3). Фарфорову ступку ставлять на гарячу водяну баню, а потім охолоджують до кімнатної температури, після чого додають приблизно 1 г підготовленого піску і 1 см^3 розчину оцтової кислоти з масовою часткою 80 %. Суміш ретельно розтирають товкачиком протягом 2 хв.

Перевірка нульової точки шкали рефрактометра. Нульову точку рефрактометра перевіряють використовуючи дистильовану воду. Для цього від 1 до 2 крапель дистильованої води наносять на призму рефрактометра. Окуляр шкали і окуляр зорової труби наводять на різкість.

Візирну лінію окуляру шкали встановлюють на 1,333 (показник заломлення дистильованої води за 20°C) і через зорову трубу спостерігають за межею світлотіні по відношенню до точки перетину двох взаємно перпендикулярних візирних ліній.

Якщо межа світлотіні проходить через точку перетину візирних ліній, то шкалу приладу виставлено на нуль. В протилежному випадку за допомогою спеціального ключа і гвинта суміщують точку перетину прямих із межею світлотіні.

Перевірку приладу проводять за температури призм, що дорівнює 20°C. Температуру призм встановлюють за допомогою пропускання води заданої температури через термостатуючі камери рефрактометру.

Визначення показника заломлення розчинника. Для кожної партії монобром- або моноклорнафталіну за допомогою рефрактометра визначають показник заломлення за температури $(20 \pm 0,1)^\circ\text{C}$ з точністю до 0,0001, наносячи на суху призму рефрактометра від 1 до 2 крапель розчинника.

Визначення густини розчинника. Визначення густини розчинника здійснюють для кожної партії розчинника. Висушений до постійної маси за температури від 100°C до 105 °C і охолоджений в ексікаторі до кімнатної температури пікнометр зважують з точністю до 0,0015 г, наповнюють дистильованою водою до рівня дещо вищого за позначку.

Пікнометр закривають пробкою і витримують у термостаті за температури $(20 \pm 0,1)^\circ\text{C}$ протягом 20 хв. За цієї температури рівень води в пікнометрі доводять до позначки за допомогою капілярної трубки або згорнутого в трубочку фільтрувального паперу. Після цього пікнометр знову витримують в термостаті за тієї самої температури протягом 10 хв., перевіряючи положення меніска відносно до позначки. Після цього пікнометр ззовні протирають насухо м'якою тканиною, залишають під склом аналітичних вагів протягом 20 хв. і зважують з точністю до 0,0015 г.

Після зважування воду із пікнометра виливають, пікнометр споліскують етиловим спиртом, а потім діетиловим ефіром, висушують до постійної маси та охолоджують в ексікаторі до кімнатної температури.

Сухий охолоджений пікнометр наповнюють досліджуваним розчинником, витримують у термостаті за температури $(20 \pm 0,1)^\circ\text{C}$ протягом 20 хв., доводять вміст до позначки розчинником, залишають під склом аналітичних вагів протягом 20 хв. і зважують з точністю до 0,0015 г.

Наповнення пікнометра водою (або розчинником), вирівнювання меніска та зважування повторюють тричі. Розбіжність між паралельними зважуваннями не

повинна бути більшою 0,005 г. Для розрахунків беруть середню арифметичну величину.

Густину розчинника (ρ^{20}) в кілограмах на метр кубічний розраховують за формулою:

$$\rho^{20} = \frac{(m_2 - m) \times 998.23}{m_1 - m}, \quad (3)$$

де m – маса пустого пікнометру, г; m_1 – маса пікнометру з дистильованою водою, г; m_2 – маса пікнометру з розчинником, г; 998,23 – значення густини води за температури 20 °C, кг/м³.

Остаточний результат заокруглюють до цілого числа.

Градування піпетки за розчинником. Градування здійснюють для кожної піпетки, що застосовується.

Для градування піпетки, місткістю 2 см³, відмірюють нею відповідний об'єм монобром- або моноклорнафталіну, виливають його в попередньо зважену колбу з притертою пробкою або склянку для зважування і зважують з точністю до 0,0015 г. Дозування та зважування повторюють тричі, розбіжність між ними не повинна бути більшою 0,005 г. Для розрахунків беруть середнє арифметичне значення.

Об'єм розчинника (V_p) в сантиметрах кубічних розраховують за формулою:

$$V_p = \frac{m_3}{\rho^{20}} \times 1000, \quad (4)$$

де m_3 – маса розчинника, що відповідає об'єму піпетки, г; ρ^{20} – густина розчинника, кг/м³.

1000 – коефіцієнт для перерахунку у сантиметри кубічні.

Остаточний результат заокруглюють до третього десяткового знаку.

Проведення випробування. В фарфорову ступку з наважкою, яку не обробляли оцтовою кислотою, додають 2 см³ монохлор- чи монобромнафталіну піпеткою, проградуваною згідно з 8.4.6 і розтирають товкачиком протягом 3 хв. До наважки виробу, яку обробляли оцтовою кислотою, крім розчинника, додають 1 г вуглекислого натрію (для ірису – 2 г) і знову ретельно розмішують протягом 1 хв.

Суміш фільтрують крізь паперовий фільтр у склянку місткістю 25 см³ або 50 см³. Фільтрат розмішують скляною паличкою. Дві краплі фільтрату наносять на призму рефрактометру за температури $(20 \pm 0,1)^\circ \text{C}$ і визначають показник заломлення.

Для запобігання випаровування розчинника тривалість фільтрування і визначення показника заломлення повинна бути не більшою 30 хв.

Показник заломлення визначають не менше трьох разів і за результат приймають середнє арифметичне значення.

Проводять два вимірювання на дослідних наважках, взятих з одної і тої самої проби.

Якщо в досліджуваному продукті знаходиться суміш жирів, показник заломлення яких невідомий, визначають показник заломлення суміші. Для цього наважку виробу масою від 5 г до 10 г змішують із від 15 см³ до 20 см³ етилового чи петролейного ефіру, струшують протягом 10 хв, розчин фільтрують в колбу місткістю 50 см³. Розчинник відганяють на киплячій водяній бані, залишок в колбі висушують в сушильній шафі за температури від 100 °C до 105 °C протягом 30 хв. Наносять дві краплі жиру на призму рефрактометра і вимірюють показник заломлення за температури 20 °C.

Якщо визначення показника заломлення проводили не за 20 °C, то значення показника при 20 °C ($n_{\text{ж}}^{20}$) розраховують за формулою:

$$n_{\text{ж}}^{20} = n_{\text{ж}}^t + (t - 20) \times 0,00035, \quad (5)$$

де $n_{\text{ж}}^t$ – показник заломлення суміші жирів за температури випробовування; t – температура, при якій проводили випробовування, °C; 0,00035 – зміна показника заломлення при зміні температури на 1 °C.

Значення показника заломлення визначають з точністю до четвертого десяткового знаку.

Опрацювання результатів. Розраховують масову частку жиру у відсотках (ω) за наступною формулою:

$$\omega = \frac{V_p \times \rho_{ж}^{20}}{m \times 1000} \times \frac{n_p^{20} - n_{рж}^{20}}{n_{рж}^{20} - n_{ж}^{20}} \times 100 \quad (6)$$

де V_p – об'єм розчинника, який взяли для екстрагування жиру з наважки продукту, см^3 ; $\rho_{ж}^{20}$ – густина жиру за 20°C , кг/м^3 або суміші жирів, що входить до складу рецептури; n_p^{20} – показник заломлення розчинника за 20°C ; $n_{рж}^{20}$ – показник заломлення розчину жиру в монохлор- або монобромнафталіні за 20°C ; $n_{ж}^{20}$ – показник заломлення жиру за 20°C або суміші жирів, що входить до складу рецептури; m – маса наважки виробу, г.

1000 – коефіцієнт для перерахунку кг/м^3 у г/см^3 ;

100 – коефіцієнт для перерахунку результату у відсотки.

Результати паралельних визначень розраховують до другого десяткового знаку. За кінцевий результат приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, розбіжність між якими не перевищує умови збіжності методу та округлюють до першого десяткового знаку. Границі абсолютної похибки вимірювань становлять $\pm 0,5 \%$.

Примітка:

1. Для невідомих жирів та сумішей жирів приймають густина за температури 20°C – 930 кг/м^3 та коефіцієнт заломлення за тієї самої температури – 1,4642.

2. Якщо густина жиру, визначена за температури, відмінної від 20°C , перерахунок в густина за 20°C здійснюють за формулою:

$$\rho_{ж}^{20} = \rho_{ж}^t + \beta \times (t - 20), \quad (7)$$

де $\rho_{ж}^{20}$ – густина жиру за 20°C , кг/м^3 ; $\rho_{ж}^t$ – густина жиру за температури t , кг/м^3 ; t – температура, за якої визначена густина, $^\circ \text{C}$; β – коефіцієнт об'ємного розширення жиру, який дорівнює $0,7 \text{ кг/м}^3$.

2.2. Рефрактометричний метод визначення вмісту жирів у олійному насінні

Принцип методу полягає в тому, що при розчиненні ліпідів коефіцієнт заломлення розчинника знижується пропорційно кількості вилученого

розчинником жиру. За різницею між коефіцієнтами заломлення чистого розчинника і розчину жиру в розчиннику визначають масову частку жирів в продукті.

Реактиви: α -бромнафталин з коефіцієнтом заломлення близько 1,66 або α -хлорнафталин з коефіцієнтом заломлення близько 1,63, папір фільтрувальний, беззольні фільтри, пісок, сірчана кислота.

Прилади, хімічний посуд: рефрактометр лабораторний з граничним коефіцієнтом заломлення до 1,7 будь-якої системи, придатний для визначення олійності, пікнометр скляний місткістю 25 - 50 мл, терези лабораторні 4-го класу, ступка фарфорова діаметром 70 мм або фарфорова чашка місткістю 50 або 100 мл, стакани скляні місткістю 25 або 50 мл, лійки діаметром 25 мм, мікропіпетки місткістю 2 мл з розподілами на 0,02 мл.

Порядок виконання роботи. Пробу продукту підсушують в сушильній шафі не більше 4% та подрібнюють ручним або механічним способом до однорідного стану.

Далі подрібнену пробу продукту перемішують і беруть наважку масою 2 г для визначення вологи шляхом висушування при температурі $130 \pm 2^\circ\text{C}$ протягом 20 хв. Для визначення масової частки жиру беруть наважку подрібненого продукту масою 5 г, зважують на терезах 4-го класу, переносять у фарфорову ступку (або чашку), додають 3 г піску і з бюретки підливають 5 мл розчинника (α -бромнафталіна або α -хлорнафталіна).

Пісок повинен бути заздалегідь просіяний, оброблений сірчаною кислотою, ретельно промитий і прожарений. Для роботи застосовують фракцію, що залишилася на 0,5-міліметровому ситі і яка пройшла через сито з отворами діаметром 1 мм. Необхідну кількість піску (2 - 3 г) можна зважити один раз, а потім відповідний об'єм піску достатньо відміряти пробіркою.

Суміш подрібненого продукту з піском і розчинником ретельно розтирають протягом 3 хв. (за секундоміром), потім з тієї ж бюретки підливають ще 15 мл розчинника і вміст ступки розмішують 2 - 3 хв. Загальний об'єм підлитого розчинника повинен складати точно 20 мл.

Розчин фільтрують через паперовий складчастий фільтр і визначають за допомогою рефрактометра коефіцієнт заломлення розчину.

Визначення коефіцієнтів заломлення чистого розчинника і профільтованого розчину жиру в розчиннику проводять відповідно до інструкції, прикладеної до рефрактометра. Одночасне визначення коефіцієнтів заломлення виключає необхідність термостатування приладу.

Масову частку жиру в продукті, %, визначають за формулою:

$$M = (a + b\Delta n) / \Delta n, \quad (8)$$

де a – коефіцієнт, що показує, яка масова частка жиру (%) доводиться на $0,0001\Delta n$ для даного розчинника $a = X/\Delta n$; X – масова частка жиру, знайдена методом вичерпної екстракції, %; Δn – різниця між коефіцієнтами заломлення чистого розчинника і розчину жиру в розчиннику; b – постійний коефіцієнт, який враховує відхилення показника заломлення розчину від правила змішування, його значення: для бромнафталіну $b = 12\,380$; для з хлорнафталіну $b = 16\,900$.

Для встановлення коефіцієнта a беруть п'ять зразків продукту, виділяють середні об'єми проб, як вказано вище, і проводять визначення масової частки жиру методом вичерпної екстракції і одночасно рефрактометричним методом (в цьому випадку немає необхідності визначати вологість продукту).

Завдання 3. Визначення концентрації місцели

Місцела – розчин олії в органічному розчиннику, який отримують в процесі екстракції олійного насіння. Визначення концентрації місцели – масової частки олії в органічному розчиннику (%) ваговим і рефрактометричним методами необхідне для оцінки якості роботи екстрактора, дистиляторів.

Ваговий метод найбільш широко застосовується у виробничій практиці. Його перевага – відсутність попередніх підготовчих операцій, недолік – велика тривалість аналізу в порівнянні з рефрактометричним.

Принцип методу заснований на визначенні масової частки олії (%) в місцелі за різницею маси взятої наважки місцели до і після відгонки розчинника і висушування олії.

Прилади і хімічний посуд: сушильна електрична шафа з терморегулятором, терези лабораторні 4-го класу, ексикатори з внутрішнім діаметром 190 або 250 мм, колби конічні і плоскодонні місткістю 100 мл, установка для відгонки розчинника.

Порядок виконання роботи. Місцелу фільтрують, зважують в заздалегідь висушену і зважену конічну колбу 20-25 г проби місцели. Розчинник відганяють на лабораторній установці, використовуючи водяну або пісчану баню. Залишок в колбі висушують в сушильній шафі до постійної маси при температурі 100 –105°C.

Вміст олії в місцелі, %:

$$X=(m_1 - m_2)100/m, \quad (9)$$

де m_1, m_2 – маси колби відповідно з олією і пустої, г; m – маса місцели, г.

Рефрактометричний метод є прискореним методом визначення концентрації місцели. Він менш трудомісткий, але в той же час при його здійсненні необхідне попереднє уточнення розрахункових коефіцієнтів, що змінюються залежно від виду розчинника і олії.

Принцип методу заснований на визначенні масової частки ліпідів олії в аналізованій місцелі по величині різниці коефіцієнта заломлення місцели і чистого розчинника. Чим вища масова частка олії в місцелі, тим вищий коефіцієнт заломлення місцели.

Прилади і хімічний посуд: рефрактометр з граничним коефіцієнтом заломлення до 1,7.

Порядок виконання роботи. Визначення коефіцієнтів заломлення місцели і розчинника проводять за допомогою рефрактометра при однаковій температурі, повторюючи вимірювання три рази.

Масова частка олії, %:

$$M=\Delta n/K, \quad (10)$$

де Δn – різниця між коефіцієнтами заломлення місцели і чистого розчинника (середня величина з трьох визначень); K - коефіцієнт, величину якого знаходять за табл. 3.

Значення коефіцієнта K для місцел

Концентрація мисцели, %	Соняшника і сої	Бавовника
Понад 0,5 до 19,5	0,00070	0,00070
19,5—30,5	0,00072	0,00071
30,5—50,5	0,00074	0,00072
50,5—60,5	0,00075	0,00073
60,5—75,0	0,00076	0,00074
75,0—90,0	0,00077	0,00075
90,0—100,0	0,00078	0,00076

Контрольні питання

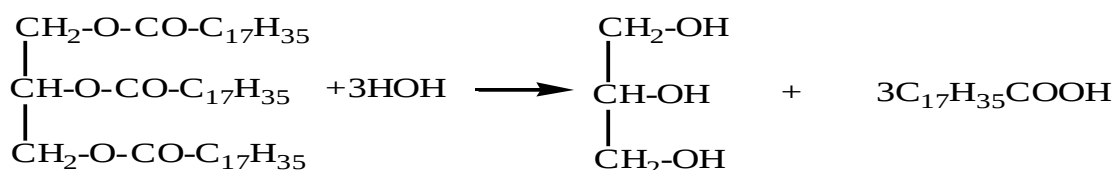
1. Поняття «масова частка жиру».
2. Методи визначення масової частки жиру, їх переваги і недоліки.
3. Принцип методу вичерпної екстракції.
4. Підготовка проби продукту до вичерпної екстракції.
5. Які розчинники використовують для екстракції?
6. Будова та принцип роботи апарата Сокслета.
7. Як встановлюють кінець екстрагування?
8. Принцип рефрактометричного методу визначення масової частки жиру
9. Поняття «концентрація міцели»
10. Назвіть методи визначення концентрації місцели, їх переваги і недоліки.
11. Принцип вагового методу визначення концентрації міцели.
12. Принцип рефрактометричного методу визначення концентрації міцели

МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ ПОКАЗНИКІВ ЯКОСТІ ОЛІЙ ТА ЖИРІВ

Загальні поняття

Якими сприятливими не були б умови зберігання олій та жирів, споживчі властивості їх при цьому знижуються, а якісні показники погіршуються. При цьому можна визначити три головні процеси, що призводять до псування жирів: гідролітичні процеси, окиснення жирів та мікробіологічне (або біохімічне) псування жирів. Навіть за оптимального ведення технології в результаті хімічних і біохімічних процесів у оліях відбувається процеси гідролізу і окиснення ліпідів та жирних кислот, що входять до їх складу.

Гідроліз – це процес розщеплення молекул триацилгліцеринів на їх складові – жирні кислоти, неповні ефіри гліцерину та гліцерин при взаємодії з водою.



тристеарин

гліцерин

стеаринова кислота

Перш за все гідроліз проходить у вологих жирах, які містять такі каталізатори, як ліпаза, фосфоліпаза, сильні органічні і неорганічні кислоти, а також в результаті діяльності мікроорганізмів. Органолептичні властивості олій при гідролізі не змінюються і наявність псування гідролітичної природи може бути встановлено лише хімічним шляхом на підставі визначення кислотного числа. Якщо у склад жиру (молочний, кокосова і пальмоядрова олії) входять низькомолекулярні кислоти (масляна, валеріанова, капронова), то в результаті гідролізу і накопиченням кислот з'являються неприємні специфічні смак і запах.

Процес окиснення починається з атаки киснем метиленової групи в α -положенні до подвійного зв'язку й проходить за вільнорадикальним механізмом.

Причиною утворення вільних радикалів можуть бути самі молекули кисню; процес ініціюється іонами металів, дією тепла, сонячної енергії тощо.

Радикал R приєднує до себе молекулу кисню і перетворюється в перекисний радикал RO_2 . Перекисний радикал взаємодіє з новою молекулою вихідної речовини з утворенням гідроперекису $ROOH$ та радикала R, який продовжує ланцюг перетворень. Гідроперекиси $ROOH$ також розпадаються на вільні радикали $ROOH \rightarrow RO\cdot + HO\cdot$. Це приводить до швидкого збільшення активних радикалів у системі та самоприскорення реакції окиснення. Початкова стадія окиснення (індукційний період), яка проходить досить повільно, закінчується, починається швидкий період окиснення, типовий для автоокиснення.

Первинними продуктами окиснення є перекиси, гідроперекиси і діалкілперекиси жирних кислот. У ході подальших перетворень утворюються вторинні продукти окиснення – альдегіди, кетони, карбонові кислоти, гідроксикислоти, спирти та інші сполуки. Більшість із цих речовин надають зіпсованим жирам характерного запаху і смаку, їх окиснювальна дія призводить до знебарвлення каротиноїдів в олії, розпаду ненасичених жирних кислот та інших ліпідів. Кількість первинних продуктів окиснення жирів визначають за допомогою пероксидного числа.

Завдання 1. Методи визначення кислотного числа олії (ДСТУ 4350:2004)

Кислотне число (КЧ) – кількість міліграмів гідроксиду калію KOH, необхідна для нейтралізації вільних жирних кислот, які містяться в 1 г олії або жиру. Цей важливий показник якості жиру нормується ДСТУ та технічними умовами, оскільки може легко збільшуватися при зберіганні як жиру, так і багатих на жир харчових продуктів. Значення КЧ характеризує товарний ґатунок і якість олій та жирів.

Кількість вільних жирних кислот в оліях і жирах залежить від якості сировини, способу отримання олії або жиру, умов їх зберігання. При недотриманні умов та термінів зберігання жирів КЧ збільшується, що обумовлено в основному

гідролізом ацилгліцеринів. Враховуючи, що зберігання харчових продуктів завжди супроводжується гідролізом, то за величиною КЧ можна визначити якість жирів. У заводській практиці КЧ використовують для розрахунку лугу необхідного для рафінування жирів та олій.

1.1. Визначення кислотного числа світлих олій

Принцип методу заснований на титруванні (нейтралізації) вільних жирних кислот лугом у присутності індикатора.

Реактиви: 0,1 N спиртовий розчин гідроксиду калію або натрію; 1%-ний спиртовий розчин фенолфталеїну; нейтралізована суміш 96%-ного етилового спирту з етиловим ефіром (1:2).

Прилади, хімічний посуд: терези лабораторні 4-го класу, бюретка з штативом, колби конічні плоскодонні місткістю 100 мл.

Хід виконання роботи. В колбу на терезах 4-го класу зважують 4 - 5 г олії із записом результату до другого десяткового знака і підливають 50 мл суміші етилового спирту з етиловим ефіром, додають 3 - 5 крапель розчину фенолфталеїну.

Отриманий розчин при постійному перемішуванні титрують з бюретки розчином гідроксиду калія або натрію до отримання слабо-рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 30 с.

Опрацювання результатів. Кислотне число обчислюють за формулою:

$$\text{КЧ} = 5,611VK/m, \quad (11)$$

де 5,611 – титр 0,1 N розчину гідроксиду калію, мг/мл; V – об'єм 0,1 N розчину лугу, витрачене на титрування, см³; K – поправка до титру; m – маса наважки олії, г.

1.2. Визначення кислотного числа темних олій

При визначенні кислотного числа темнозабарвлених олій, описаним вище способом через темне забарвлення розчину важко встановити момент зміни

забарвлення індикатора. Тому для темних олій визначення кислотного числа ведуть сольовим методом або методом потенціометричного титрування.

Сольовий метод. Це візуальний метод, при якому кінець титрування визначається по зміні забарвлення сольового розчину.

Принцип методу. Метод заснований на нейтралізації вільних жирних кислот лугом, але органічні розчинники для олій не застосовують, реакцію нейтралізації ведуть в насиченому нейтральному розчині хлориду натрію. Після нейтралізації всіх вільних жирних кислот надмірна кількість лугу переходить в розчин кухарської солі і забарвлює його у присутності фенолфталеїну в світло-рожевий колір.

Реактиви: насичений нейтралізований розчин хлориду натрію, 1%-й спиртовий розчин фенолфталеїну, 0,1 н. водний розчин гідроксиду калію.

Прилади, хімічний посуд: терези лабораторні 4-го класу, бюретка з штативом, колби конічні плоскодонні з пришліфованими пробками місткістю 250 мл.

Хід виконання роботи. В конічну колбу місткістю 250 мл з пришліфованою пробкою на терезах 4-го класу зважують наважку приблизно 10 г олій із записом результату до другого десяткового знака, додають 50 - 60 мл насиченого нейтралізованого розчину NaCl і 0,5 мл 1%-го спиртового розчину фенолфталеїну.

Колбу закривають пробкою, струшують і вміст титрують 0,1 н. водним розчином КОН (при високому кислотному числі можна застосовувати 0,25 н. розчин КОН). При титруванні струшування повторюють кожний раз після додавання 4-5 крапель лугу до тих пір, поки не зникне забарвлення нижнього шару рідини. Якщо після чергового струшування забарвлення почне поволі зникати, колбу струшують після додавання 1 - 2 крапель розчину лугу. Титрування ведуть до появи стійкого рожевого забарвлення нижнього шару рідини.

Кислотне число розраховують за тією ж формулою, що і при визначенні кислотного числа світлих олій.

1.3. Визначення кислотного числа олії в насінні

Кількість вільних жирних кислот залежить від якості насіння, якості посівного матеріалу та умов розвитку рослин в полі, умов його збирання, зберігання та транспортування на олієдобувні підприємства. Дощова погода в період дозрівання насіння в полі, а також несприятливі умови зберігання викликають псування олійного насіння. Це виражається перш за все в погіршенні якості олії, яка міститься в насінні. Найбільш точно початок псування насіння та ступінь його непридатності характеризує величина кислотного числа олії, яку видаляють з насіння.

Принцип методу базується на титруванні (нейтралізації) вільних жирних кислот, які містяться в видаленій з насіння олії, лугом в присутності індикатора – фенолфталеїну.

Для визначення кислотного числа олія з насіння може бути видалена:

- настоюванням подрібненого насіння з розчинником;
- екстракцією олії в апараті Сокслета;
- пресуванням цілого насіння на лабораторному гідравлічному пресі.

Останній метод в основному використовується для визначення КЧ олії насіння, яке надходить на завод. Це швидкий метод і він виключає операцію подрібнення насіння та використання пожежонебезпечних шкідливих розчинників.

Видалення олії з насіння настоюванням з діетиловим ефіром.

Сировина: 50 г подрібненого насіння.

Реактиви: 150 - 200 мл діетилового ефіру, 15 мл нейтралізованого етилового спирту, 0,1 н розчин гідроксиду калію або натрію, 1 %-ий спиртовий розчин фенолфталеїну.

Хід виконання роботи. Видалення олії з насіння проводять настоюванням з діетиловим ефіром. Приблизно 50 г подрібненого насіння вносять в конічну колбу та заливають 150 - 200 мл діетилового ефіру. Колбу закривають пробкою та витримують протягом 2 годин при кімнатній температурі, час від часу струшуючи її. Потім суспензію фільтрують, відбирають піпеткою по 25 мл фільтрату та

переносять його в дві конічні колби, куди додають по 15 мл попередньо нейтралізованого (0,1 н розчином лугу в присутності фенолфталеїну) етилового спирту. Суміш титрують 0,1 н розчином КОН в присутності фенолфталеїну (3 - 5 крапель 1%-вого спиртового розчину) до слабо-рожевого забарвлення. Одночасно відбирають по 25 мл фільтрату у дві попередньо висушені та зважені колби, відганяють ефір, висушують олію при 90 - 95 °С до постійної маси та визначають кількість олії (в грамах, яка міститься в 25 мл фільтрату).

Опрацювання результатів. Кислотне число (КЧ) олії в насінні визначають за формулою

$$\text{КЧ} = 5,611VK/P, \quad (12)$$

де V – середня кількість мл 0,1 н розчину лугу, яке пішло на титрування, К – поправка до титру, 0,1 н розчину КОН, P – середня маса олії, яка міститься в 25 мл фільтрату, г.

Видалення олії з насіння екстракцією в апараті Сокслета

Реактиви: 400 мл діетилового ефіру, 15 мл нейтралізованого етилового спирту, 0,1 н розчин гідроксиду калію або натрію, 1%-вий спиртовий розчин фенолфталеїну.

Хімічний посуд і прилади: апарат Сокслета; колби конічні місткістю 250 мл та 100 мл; піпетки на 25 мл; бюретки; ваги лабораторні 2-го та 4-го класу; сушильна шафа.

Хід виконання роботи. Біля 30 г подрібненого насіння вносять в патрони та екстрагують діетиловим ефіром в апараті Сокслета протягом 1 години. Далі з отриманого ефірного екстракту відбирають піпеткою по 25 мл у дві колби: одну для титрування та іншу, висушену та зважену, – для визначення маси олії в 25 мл екстракту. Маса олії повинна бути не менше 0,5 г. В іншому хід аналізу такий же, як і в попередньому випадку.

Завдання 2. Метод визначення пероксидного числа жирів та олій (ДСТУ 4570:2006)

Пероксидне число (peroxide value) – відношення кількості речовин у пробі, у перерахунку на активний кисень, які за стандартних умов окислюють йодид калію, до маси дослідної проби. Характеризує кількість первинних продуктів окислення жирів – пероксидних сполук (гідроперекисів, перекисів, діалкілперекисів), які здатні виділяти з водного розчину йодистого калію йод. Виражається у мілімолях активного кисню на кілограм проби. Пероксидне число є показником ступеня свіжості олій та жирів.

Принцип методу ґрунтується на реакції взаємодії продуктів окиснення олій та жирів (пероксидів та гідропероксидів) із йодистим калієм у розчині оцтової кислоти і хлороформу та подальшому кількісному визначенні йоду, що виділився, розчином тіосульфату натрію титриметричним методом.

Реактиви: вода дистильована, льодяна оцтова кислота х.ч., хлороформ, водний розчин йодиду калію х.ч. із масовою часткою 50 - 55 % свіжоприготований, розчин крохмалю з масовою часткою 0,5 %, водний розчин натрію сіркуватистокиислового (натрію тіосульфату) пентагідрату ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) молярних концентрацій 0,01 моль/дм³ (0,01 н.) або 0,002 моль/дм³ (0,002 н), стандарт-титри тіосульфату натрію з масою речовини в ампулі, що дорівнює 0,1 г-екв – 0,1 г-моль.

Розчин йодиду калію зберігають у темній посудині. Перед застосуванням перевіряють придатність розчину, додаючи дві краплі розчину крохмалю до 0,5 см³ розчину йодиду калію в 30 см³ суміші оцтової кислоти і хлороформу у співвідношенні 3:2. Якщо для знебарвлення блакитного забарвлення, що з'явилося, витрачають більше однієї краплі 0,01 моль/дм³ розчину тіосульфату натрію – розчин йодистого калію не придатний і необхідно приготувати свіжий.

Розчин крохмалю готують так: змішують 5 г розчинного крохмалю з 30 см³ холодної дистильованої води та при перемішуванні вливають ці суміш у 1000 см³ киплячої води і кип'ятять протягом 3 хвилин.

Розчин натрію сіркуватистокиислового (натрію тіосульфату) молярної концентрації $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.) готують двома способами:

- з натрію сіркуватистокиислового – реактиву згідно з ГОСТ 25794.2, п. 2.11;
- зі стандарт-титрів (фіксаналів) натрію сіркуватистокиислового. Розчин придатний до застосування через 10 - 14 діб. Розчин зберігають у склянці з темного скла. Термін зберігання отриманого зі стандарт-титрів розчину молярної концентрації $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ без додаткового контролю концентрації – 1 місяць. Після закінчення терміну зберігання необхідно визначити поправку до номінальної концентрації розчину тіосульфату натрію згідно з ГОСТ 25794.2, п. 2.11.3. Якщо під час зберігання з'являються пластівці або осад, розчин не треба застосовувати.

Для отримання розчину тіосульфату натрію необхідних молярних концентрацій $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,002 \text{ моль/дм}^3$ або $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$ приготовлений розчин натрію сіркуватистокиислового (натрію тіосульфату) молярної концентрації $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ розбавляють відповідно в 50 та 10 разів. Розбавляють безпосередньо перед використанням.

Хімічний посуд і прилади: ваги лабораторні 2-го та 3-го класу точності, конічні колби місткістю 250 см^3 з притертими скляними пробками, циліндри на 25 та 100 см^3 , годинник піщаний на 1 хв. та 5 хв., піпетки, бюретки, секундомір.

Порядок виконання роботи. Якщо олія прозора, пробу олії, яка призначена для аналізування, добре перемішують. За наявності в олії каламутності або осаду пробу фільтрують за температури $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Пробу олії можна зберігати у холодильнику в місткості з темного скла із притертою пробкою не більше ніж 5 днів.

Масу проби, необхідну для дослідження, в залежності від передбачуваних пероксидних чисел визначають згідно з таблицею 4.

Залежність величини дослідної проби від передбачуваного пероксидного числа

Передбачувані значення пероксидних чисел, ммоль $\frac{1}{2}$ O/кг	Маса досліджуваної проби, г
Від 0 до 6,0	5,000 – 2,000
6,0 до 10,0	2,000 – 1,200
10,0 до 15,0	1,200 – 0,600
15,0 до 25,0	0,600 – 0,500
25,0 до 40,0	0,500 – 0,300

Пробу олії або жиру зважують у конічну колбу. У колбу додають 10 см³ хлороформу, швидко розчиняють дослідну пробу, приливають 15 см³ оцтової кислоти та 1 см³ розчину йодиду калію, після чого колбу відразу закривають пробкою. Вміст колби перемішують протягом 1 хв. і залишають на 5 хв. у темному місці за температури від 15 °С до 25°С. Потім додають 75 см³ дистильованої води, ретельно перемішують і додають розчин крохмалю до появи слабкого однорідного фіолетово-синього забарвлення. Йод, що виділився, титрують розчином тіосульфату натрію до зникнення фіолетово-синього забарвлення і появи молочно-білої забарвленості, стійкої протягом 5 с.

Концентрацію розчину тіосульфату натрію обирають залежно від передбачуваного значення пероксидного числа: більше ніж 6,0 ммоль $\frac{1}{2}$ O/кг використовують розчин тіосульфату натрію молярної концентрації c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,01 моль/дм³, менше 6,0 ммоль $\frac{1}{2}$ O/кг титрують розчином тіосульфату натрію молярної концентрації c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,002 моль/дм³. Якщо на титрування витрачається менше 0,5 см³ розчину тіосульфату натрію концентрацією 0,01 моль/дм³, повторюють титрування розчином тіосульфату натрію концентрацією 0,002 моль/дм³ з енергійним перемішуванням. Якщо очікуване пероксидне число менше ніж 1,0 ммоль $\frac{1}{2}$ O/кг, то для титрування рекомендовано використання мікробюретки об'ємом 5 см³.

Паралельно роблять контрольний дослід без дослідної проби олії чи жиру. Якщо у контрольному досліді на титрування витрачено понад $0,1 \text{ см}^3$ $0,01 \text{ моль/дм}^3$ розчину тіосульфата натрію, то перевіряють відповідність реактивів вимогам стандартів і повторюють випробування.

Опрацювання результатів. Пероксидне число (ПЧ) в $\frac{1}{2} \text{ О}$ ммоль/кг обчислюють за формулою

$$\text{ПЧ} = \frac{1000 \cdot (V - V_0)}{m} \cdot C, \quad (13)$$

де V , V_0 – об'єм розчину тіосульфату натрію відповідно в основному і контрольному досліді, см^3 ; C – концентрація розчину тіосульфату натрію, моль/дм^3 ; m – маса дослідної проби, г; 1000 – коефіцієнт, що враховує перерахунок результату вимірювання в ммоль/кг.

Пероксидне число виражають у $\frac{1}{2} \text{ О}$ мілімолях на кілограм, що відповідає кількості кисню, використаного в даній окиснювано-відновній реакції, в міліеквівалентах на кілограм. У деяких міжнародних стандартах пероксидне число виражають у мілімолях активного кисню на кілограм, тоді одержане за цією методикою числове значення пероксидного числа зменшується вдвічі.

Обчислюють із точністю до другого десяткового знаку з подальшим округленням до першого десяткового знаку. Відносне розходження допустиме між результатами двох паралельних визначень складає 5 % при значеннях пероксидного числа від $3,0 \frac{1}{2} \text{ О}$ ммоль/кг і більше та 10 % при значеннях менше $3,0 \frac{1}{2} \text{ О}$ ммоль/кг.

Для того, щоб виразити пероксидне число в мілімолях активного кисню на кілограм жиру, мікрограмах активного кисню на грам жиру або у відсотках йоду необхідно помножити результат одержаний згідно даної методики на коефіцієнти перерахування, які наведено у таблиці 5.

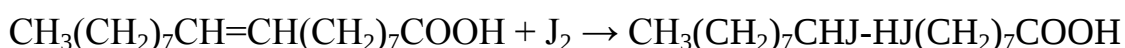
Коефіцієнти перерахунку пероксидного числа

Спосіб вираження	Коефіцієнт перерахунку
мекв/кг	1
ммоль/кг	0,5
мкг/г	8
г йоду/100 г	1/78

Завдання 3. Визначення йодного числа жирів та олій (за ДСТУ 4569:2006)

Йодне число (ЙЧ) – кількість грамів йоду, еквівалентна кількості галогену, що приєднався за місцем подвійних зв'язків до 100 г досліджуваної олії, жиру або жирних кислот. Йодне число виражають у відсотках йоду.

Під час взаємодії галогенів з ненасиченими жирними кислотами до кожного подвійного зв'язку приєднується одна молекула галогену:



В лабораторній практиці для насичення подвійних зв'язків використовують бром і йод, або сполуки галогенів один з одним — хлористий йод ClJ або бромистий йод BrJ .

Для кількісного насичення подвійних зв'язків потрібно дотримуватись певних умов — 100 %-вого надлишку галогену, проведення реакції в темряві в колбах з притертими пробками.

Йодне число кожного жиру коливається в певних межах і є однією з важливих характеристик олій та жирів. За цим показником можна судити про ступінь ненасиченості жиру, здатності його до окислення, висихання, приєднання водню і т.д. Оскільки приєднання йоду відбувається у місці подвійних зв'язків у молекулах ненасичених жирних кислот, йодне число дає уявлення про вміст цих кислот у жирі. Крім того йодне число характеризує ступінь свіжості жирів. При окисненні жирів ЙЧ зменшується. Чим вище йодне число, тим легше окислюється

жир, тому він більш придатний для виготовлення лаків, фарб, оліфи і менш придатний для вживання в їжу. ЙЧ використовують для визначення виду жиру, здатності його до «висихання», розрахунку потрібної кількості водню для його гідрогенізації.

ДСТУ 4569:2006 «Жири тваринні і рослинні та олії. Методи визначення йодного числа» встановлює такі методи визначення в них йодного числа:

метод Кауфмана – визначення йодного числа розчином бромистого натрію та бром у метиловому спирті;

метод Гюбля – визначення йодного числа йодно-ртутним розчином;

метод Війса – визначення йодного числа розчином хлорного йоду в крижаній оцтовій кислоті.

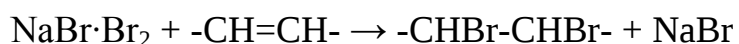
Застосування того чи іншого методу встановлюється в стандартах або технічних умовах на кожний вид жиру.

Також відомий прискорений метод Маргошеса, який дозволяє швидко отримати готовий результат, проте він поступається точністю і повторюваністю перед іншими методами.

3.1. Визначення йодного числа методом Кауфмана

Принцип методу. Для насичення подвійних зв'язків використовують нестійку сполуку $\text{NaBr}\cdot\text{Br}_2$, яка утворюється в розчині бром у і бромистого натрію в метиловому спирті (розчин Кауфмана).

У присутності ненасичених жирних кислот бром відщеплюється із сполуки $\text{NaBr}\cdot\text{Br}_2$ і приєднується до подвійних зв'язків жирних кислот.



Реактиви посуд та устаткування: хлороформ, розчин Кауфмана, 10 %-ий розчин йодиду калію; водний розчин тіосульфату натрію концентрацією 0,1 моль/дм³, 1 %-ий розчин крохмалю, дистильована вода; колби місткістю 250 см³, бюретка, аналітичні ваги, скляні палички, термометр з інтервалом вимірювань від 0 °С до 100 °С.

Приготування розчину Кауфмана. 140 г бромистого натрію (висушеного за температури 130 °С) розчиняють в 1 дм³ метилового спирту. Розчин добре розмішують і залишають на 24 год., після чого додають 5,1 см³ бром, витримують від 10 хв. до 15 хв.

Порядок виконання роботи. На аналітичних вагах у колбу зважують наважку досліджуваного жиру, масу якої визначають згідно з таблицею 6.

Таблиця 6

Маса дослідної проби, яка залежить від передбачуваного значення йодного числа

Передбачуване значення йодного числа, г I ₂ /100 г	Маса дослідної проби
Від 5 до 20 включ.	1,0
20...50	0,6
50...100	0,3
100...150	0,2
150...200	0,15
понад 200	0,10

У колби додають 10 см³ хлороформу і обережно розмішують до повного розчинення. Після цього доливають із бюретки точно 20 см³ розчину Кауфмана, розмішують, закривають колбу пробкою і залишають у темному місці за температури (20 ± 5)°С для настоювання. Час настоювання встановлюють залежно від передбачуваної величини йодного числа:

для олій та жирів з йодним числом менше ніж 100 – 1 година;

для олій та жирів з йодним числом більше ніж 100 – 1,5 година.

Одночасно в аналогічних умовах готують контрольний дослід без наважки жиру.

Перед титруванням у колби доливають по 10-15 см³ 10 %-вого розчину йодиду калію і 50-60 см³ дистильованої води, розмішують і відтитровують йод, що виділився, розчином тіосульфату натрію концентрацією 0,1 моль/дм³ до світло

жовтого забарвлення. Після цього додають 5-6 крапель розчину крохмалю і продовжують титрування до повного зникнення синього забарвлення.

Опрацювання результатів. Йодне число (ЙЧ) в грамах йоду на 100 г жиру розраховують за формулою

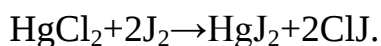
$$\text{ЙЧ} = \frac{0,01269 \cdot (a - b) \cdot K}{m} 100 = \frac{1,269(a - b) \cdot K}{m}, \quad (14)$$

де а і б – об'єм розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ концентрацією 0,1 моль/дм³, витраченого на титрування відповідно контролю та досліджуваного зразка, см³; 0,01269 – титр розчину тіосульфату натрію концентрацією 0,1 моль/дм³ за йодом, г/см³; К – коефіцієнт для перерахунку об'єму розчину тіосульфату натрію, витраченого на титрування, на об'єм розчину з точною концентрацією 0,1 моль/дм³; m – маса наважки жиру, г; 100 – коефіцієнт для перерахунку у %.

Розраховують середнє значення і похибку вимірювань. Розбіжність між паралельними визначеннями не повинна бути більшою 1 % значення йодного числа.

3.2 Визначення йодного числа методом Гюбля

Метод базується на використанні для насичення подвійних зв'язків хлористого йоду ClI (розчин Гюбля), який утворюється внаслідок взаємодії спиртових розчинів сулеми (HgCl_2) і йоду за реакцією:



Хлористий йод приєднується до подвійних зв'язків кількісно, насичуючи їх.



Реактиви, посуд та устаткування: хлороформ, розчин Гюбля, 10 %-ний розчин йодиду калію масовою часткою 10 %; розчин тіосульфату натрію концентрацією 0,1 моль/дм³, розчин крохмалю масовою часткою 1 %, дистильована вода; аналітичні ваги, скляні палички, бюретка, колби місткістю 250 см³ зі шліфами; термометр з інтервалом вимірювань від 0 °С до 100 °С.

Приготування розчину Гюбля. Розчин готують за дві доби до використання. 30 г сулеми (HgCl_2) розчиняють у 500 см³ етилового спирту. 25 г йоду розчиняють в

етиловому спирті об'ємом 500 см^3 . Отриманий розчин додають до розчину сулеми і змішують.

Порядок виконання роботи. На аналітичних вагах у дві колби зважують від 0,1 г до 0,2 г жиру, додають $10\ldots15\text{ см}^3$ хлороформу і обережно розмішують до повного розчинення. Потім наливають із бюретки точно 25 см^3 розчину Гюбля, розмішують, закривають колбу притертою пробкою, змоченою розчином йодиду калію, і залишають для насичення подвійних зв'язків у темному місці за температури $20\text{ }^\circ\text{C}$ протягом $18\ldots20$ год.

Одночасно готують контрольний дослід. Для цього в колбу наливають таку саму кількість хлороформу, 25 см^3 розчину Гюбля і залишають у темноті протягом такого самого часу.

Після цього у колби додають по 20 см^3 розчину КІ і $50 - 60\text{ см}^3$ дистильованої води, струшують. Йод, що виділився, титрують, розмішуючи, розчином тіосульфату натрію концентрацією $0,1\text{ моль/дм}^3$ до блідо-жовтого забарвлення. Після цього додають від 1 до 2 см^3 розчину крохмалю і продовжують титрувати до повного зникнення синього забарвлення.

Опрацювання результатів. Йодне число розраховують за формулою 9.

Розраховують середнє значення та похибку вимірювання. Розходження між двома паралельними визначеннями не повинно перевищувати 1 % значення йодного числа.

3.3. Визначення йодного числа жиру методом Війса

Принцип методу. Пробу розчиняють в розчиннику і додають розчин Війса. Через певний час додають йодид калію і воду. Йод, що виділився, відтитровують розчином тіосульфату натрію.

Реактиви, посуд та устаткування: кислота оцтова крижана х.ч., водний розчин йодиду калію з масовою часткою 10 % згідно з ГОСТ 4232 х.ч., вуглець чотирехлористий згідно з ГОСТ 20288 ч.д.а., розчин Війса, що містить монохлорид йоду в оцтовій кислоті, водний розчин тіосульфату натрію молярної концентрації с

$(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.), водний розчин крохмалю з масовою часткою 1 %.

Приготування розчину Війса.

9 г трихлористого йоду розчиняють в 1 дм³ суміші, що складається з 700 см³ оцтової кислоти і 300 см³ чотирихлористого вуглецю. Після повного розчинення визначають вміст галогену наступним чином: бюреткою відбирають 5 см³ приготованого розчину в колбу, додають 5 см³ розчину йодистого калію і 30 см³ води. Одержану суміш титрують розчином тіосульфату натрію у присутності індикатору крохмалю. Після визначення масової концентрації галогену (в см³) до розчину додають 10 г йоду. Знову визначають вміст галогену, як описано вище. Масова концентрація галогену в г/см³ після додавання йоду повинна зрости у 1,5 рази порівняно із першим визначенням. Якщо підвищення масової концентрації менше вказаної величини, додають невеликі кількості йоду доти, доки вміст його не підвищиться у 1,5 рази від початкового.

Дають розчину відстоятися до прозорості, потім декантують у пляшку з темного скла з пришліфованою пробкою.

При відсутності трихлористого йоду розчин Війса можна приготувати наступним чином.

Розчиняють 16 г йоду в 1200 см³ оцтової кислоти. Відміряють бюреткою точно 5 см³ приготованого розчину в конічну колбу, додають туди 5 см³ розчину йодистого калію, 30 см³ дистильованої води і титрують пробу розчином тіосульфату натрію в присутності індикатору крохмалю. Встановлюють таким чином вміст галогену в розчині. Потім відміряють 1 дм³ розчину і пропускають крізь нього очищений хлор доти, доки масова концентрація розчину не збільшиться удвічі. При цьому забарвлення розчину змінюється з темно-бурого на червоно-жовте. Надлишок йоду повинен становити приблизно 2 %. Розчин Війса необхідно зберігати у темному місці в пляшці з коричневого скла з пришліфованою пробкою.

Порядок виконання роботи. У колбі з пришліфованою пробкою зважують на вагах 2-го класу пробу жиру із записом результату до четвертого десяткового знаку. Масу проби жиру визначають згідно з таблицею 4 залежно від передбачуваного

значення йодного числа.

Наважку розчиняють у 10 см^3 чотирьохлористого вуглицю і додають з бюретки точно 25 см^3 розчину Війса. Закривають колбу пришліфованою пробкою. Змоченою розчином йодистого калію (необхідно стежити, щоб сліди розчину йодистого калію не потрапили в реакційну суміш). Перемішують вміст колби обережними обертами і поміщають в темне місце за температури від 18°C до 20°C для настоювання. Час настоювання встановлюють залежно від передбачуваної величини йодного числа:

для олій та жирів з йодним числом менше ніж 150 – 1 година;

для олій та жирів з йодним числом вище ніж 150 – 2 години.

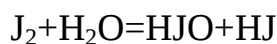
Після закінчення зазначеного терміну доливають 15 см^3 розчину йодистого калію і 100 см^3 дистильованої води. Струшують колбу і титрують вміст розчином тіосульфату натрію ($0,1 \text{ моль/дм}^3$) до одержання солом'яно-жовтого забарвлення. Після цього доливають від 1 см^3 до 2 см^3 розчину крохмалю і титрують до повного зникнення синього забарвлення.

Одночасно в тих самих умовах проводять контрольне дослідження (без наважки жиру).

Опрацювання результатів. Йодне число розраховують за формулою 9.

3.4 .Визначення йодного числа жиру прискореним методом (методом Маргошеса)

Принцип методу. Метод базується на застосуванні йоднуватистої кислоти, яка утворюється внаслідок взаємодії йоду з водою за реакцією



Ця реакція в спиртових розчинах практично не відбувається, але прискорюється наявністю ненасичених зв'язків жирів, особливо при додаванні надлишку води. Йоднуватиста кислота реагує з етиленовими зв'язками значно швидше, ніж галогени:



Реактиви, посуд та устаткування: етиловий спирт з масовою часткою спирту 96 %; спиртовий розчин йоду з масовою часткою йоду 2,5 % (розчин

Маргошеса); водний розчин тіосульфату натрію концентрацією 0,1 моль/дм³, розчин крохмалю масовою часткою 1 %; дистильована вода; колби місткістю 500 см³ зі шліфами; повітряні холодильники; водяна баня; секундомір.

Порядок виконання роботи. У дві сухі колбу зважують від 0,1 до 0,15 г рослинної олії, додають 10 см³ етилового спирту, приєднують повітряний холодильник і нагрівають протягом 15...20 хв на водяній бані температурою 50...60 °С. Після цього колбу охолоджують. В охолоджену колбу додають точно 25 см³ спиртового розчину йоду, 200 см³ дистильованої води і секундоміром вимірюють час. Через 5 хв суміш титрують якомога швидше розчином тіосульфату натрію. Спочатку розчин додають до одержання світло-жовтого кольору, потім, додавши кілька крапель крохмалю, суміш титрують до знебарвлення. В аналогічних умовах готують контрольний дослід без наважки жиру.

Опрацювання результатів. Йодне число розраховують за формулою 9.

Розраховують середнє значення та похибку вимірювань. Розбіжності між паралельними визначеннями не повинні бути більшими, ніж 1,5 % від значення йодного числа.

Контрольні питання

1. Поняття кислотне число жиру. Одиниці виміру.
2. Принцип методу визначення пероксидного числа жиру.
3. Реакція нейтралізації вільних жирних кислот
4. Методика визначення пероксидного числа
5. Принцип методу визначення кислотного числа жиру
6. Поняття пероксидне число жиру. Одиниці виміру.
7. Реакція нейтралізації вільних жирних кислот
8. Методика визначення кислотного числа
9. Які реактиви використовують для визначення пероксидного числа і яку функцію виконує кожен реактив?
10. Які реактиви використовують для визначення кислотного числа олії і яку функцію виконує кожен реактив?

- 11.Що характеризує значення йодного числа жиру (жирних кислот)?
- 12.Наведіть визначення йодного числа жиру. В яких одиницях вимірюється йодне число жиру?
- 13.Які існують методи визначення йодного числа жиру?
- 14.Від чого залежить значення йодного числа жиру?
- 15.В чому полягає принцип методів вимірювання йодного числа?

РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

- 1.ДСТУ 4350:2004 Олії. Методи визначання кислотного числа (ISO 660:1996, NEQ)
- 2.ДСТУ 4570:2006 Жири рослинні та олії. Метод визначання пероксидного числа
- 3.ДСТУ 4569:2006 Жири тваринні і рослинні та олії. Методи визначання йодного числа
- 4.Руководство по методам исследования, технoхимическому контролю и учету производства в масложировой промышленности/ Под. ред. В.П.Ржежина, А.Г. Сергеева (В 6т.). _Л. : ВНИИЖ.
- 5.Лабораторный практикум по технологии производства растительных масел/ В.М. Копейковский, А.К. Мосян, Л.А.Мхирьянц, В.Е.Тарасов.- М.: Агропромиздат,1990,- 191с.
- 6.Лабораторный практикум по курсу общей технологии бродильных производств (общие методы контроля)/ Е.И.Великая, В.Ф.Суходол. – 2е изд., перераб. и доп. – М.: Легкая и пищевая промышленность, 1983.-312с.

ЗАГАЛЬНІ ТЕХНОЛОГІЇ ХАРЧОВОЇ ПРОМИСЛОВОСТІ

МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ

до виконання лабораторних робіт з розділу

“Технологія жирів і жирозамінників”

для студентів

напряму 6.051701 “Харчові технології та інженерія”

усіх форм навчання

**Укладачі: Є.І. Шеманська, канд. техн. наук,
І.Г. Радзієвська, канд. техн. наук,
В.І. Бабенко, канд. техн. наук, доцент
О.М. Громова**

Редактор

Комп'ютерна верстка

Підп. до друку 00.00.12 р. Обл.-вид. арк. Наклад пр.

Вид. № Зам. №

РВЦ НУХТ.01033 Київ-33, вул. Володимирська, 68

www.book.nuft.edu.ua

Свідоцтво про реєстрацію серія ДК № 1786 від 18.05.04 р.