

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 25.01.2021 19:03:21
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4851fda56d089

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра товароведения, технологии и экспертизы товаров



учебной работе
Локтионова
О.Г.
2017 г.

МАСЛОЖИРОВОЕ СЫРЬЕ В ПРОИЗВОДСТВЕ ПИЩЕВЫХ
ПРОДУКТОВ

Методические указания по выполнению лабораторных работ для
студентов направления 19.03.02 «Технология продуктов питания из
растительного сырья»

Курск 2017

УДК: 664

Составители: А.Г. Беляев, С.Г. Боев

Рецензент

Кандидат технических наук, доцент *Э.А. Пьяникова*

Масложировое сырье в производстве пищевых продуктов: методические указания по выполнению лабораторных работ / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.Г. Беляев, С.Г. Боев - Курск, 2017. 30 с.: Библиогр.: с.30

Приводится перечень лабораторных работ, цель их выполнения, материальное обеспечение, вопросы для подготовки, краткие теоретические сведения, задания, рекомендуемая литература.

Предназначены для студентов направления подготовки 19.03.02 «Технология продуктов питания из растительного сырья» очной, заочной и сокращенной форм обучения.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать *6.10.17* Формат 60x84 1/16.
Усл. печ. л. 1,74 Уч.-изд. л. 1,58 Тираж 50 экз. Заказ. *1417* Бесплатно.
Юго-Западный государственный университет.
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра товароведения, технологии и экспертизы товаров

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе

_____ О.Г. Локтионова

« » _____ 2017 г.

**МАСЛОЖИРОВОЕ СЫРЬЕ В ПРОИЗВОДСТВЕ ПИЩЕВЫХ
ПРОДУКТОВ**

Методические указания по выполнению лабораторных работ для
студентов направления 19.03.02 «Технология продуктов питания из
растительного сырья»

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|--|----|
| Введение | 4 |
| Лабораторная работа №1 Определение плотности жиров | 6 |
| Лабораторная работа №2 Определение показателя преломления | 6 |
| Лабораторная работа №3 Определение кислотного числа масел | 7 |
| Лабораторная работа №4 Определение числа омыления | 13 |
| Лабораторная работа №5 Определение эфирного числа | 14 |
| Лабораторная работа №6 Определение массовой доли нелетучих и нерастворимых в воде жирных кислот (число Генера) | 15 |
| Лабораторная работа №7 Определение перекисного числа | 18 |
| Лабораторная работа №8 Определение цветности масел | 19 |
| Лабораторная работа №9 Определение массовой доли продуктов окисления | 27 |
| Список рекомендуемой литературы | 29 |

ВВЕДЕНИЕ

Методические указания к выполнению лабораторных работ предназначены для студентов направления для студентов направления подготовки 19.03.02 «Технология продуктов питания из растительного сырья» с целью закрепления и углубления ими знаний, полученных на лекциях и при самостоятельном изучении учебной литературы.

Методические указания разработаны в соответствии с требованиями Федерального государственного образовательного стандарта. Перечень лабораторных работ, их объем соответствуют учебному плану и рабочей программе дисциплины. При подготовке к занятиям студенты должны изучить соответствующий теоретический материал по учебной литературе, конспекту лекций, выполнить задания для самостоятельной работы. Студенты должны ознакомиться с содержанием и порядком выполнения лабораторной работы.

Каждое занятие содержит цель его выполнения, материальное обеспечение, рекомендуемые для изучения литературные источники, вопросы для подготовки, краткие теоретические сведения, задания для выполнения. При выполнении лабораторных работ основным методом обучения является самостоятельная работа студентов с высоким уровнем индивидуализации заданий под руководством преподавателя. Результаты выполненных каждым студентом заданий обсуждаются в конце занятий. Оценка преподавателем лабораторной работы студента осуществляется комплексно: по результатам выполненного задания, устному сообщению и качеству оформления работы, что может быть учтено в рейтинговой оценке знаний студента.

Правила оформления работ

1. Отчеты по каждой теме лабораторного занятия оформляются в отдельной тетради.
 2. Перед оформлением каждой работы студент должен четко написать ее название, цель выполнения, краткие ответы на вопросы для подготовки, объекты и результаты исследования. Если предусмотрено оформление работ в виде таблиц, то необходимо все результаты занести в таблицу в тетради. После каждого задания должно быть сделано заключение с обобщением, систематизацией или обоснованием результатов исследований.
 3. Каждую выполненную работу студент защищает в течение учебного семестра.
- Выполнение и успешная защита лабораторных работ являются допуском к сдаче теоретического курса на экзамене.

| Наименование работ | Объем, часов | | |
|--|--------------|--------------|---|
| | оч- ная | заоч- ная | Сокра- щенная (по ин- дивиду- альному плану) |
| Лабораторная работа №1 Определение плотности жиров | 2 | | |
| Лабораторная работа №2 Определение показателя преломления | 2 | | |
| Лабораторная работа №3 Определение кислотного числа масел | 2 | | |
| Лабораторная работа №4* Определение числа омыления | 2 | 2 | 2 |
| Лабораторная работа №5* Определение эфирного числа | 2 | 2 | 2 |
| Лабораторная работа №6 Определение массовой доли нелетучих и нерастворимых в воде жирных кислот (число Генера) | 2 | | |
| Лабораторная работа №7 Определение перекисного числа | 2 | | |
| Лабораторная работа №8 Определение цветности масел | 2 | | |
| Лабораторная работа №9 Определение массовой доли продуктов окисления | 2 | | |
| Итого, час. | 18 | 4 | 4 |

Примечание: * - практические работы, проводятся с использованием интерактивных форм ведения занятий.

Лабораторная работа №1 Определение плотности жиров

Плотность масел и жиров зависит от состава жирных кислот, входящих в молекулу триацилглицеринов (ТАГ), их молекулярной массы и степени ненасыщенности. Так, с увеличением молекулярной массы плотность насыщенных жирных кислот уменьшается, плотность ненасыщенных жирных кислот больше плотности, соответствующих им насыщенных жирных кислот.

Цель работы: Научиться определять плотность жиров пикнометрическим и ареометрическим методом

Определение плотности при помощи пикнометра

Оборудование, приборы и реактивы: весы лабораторные 2-го класса точности; пикнометр обыкновенный вместимостью 10, 20 или 25 см³; стакан химический вместимостью 500 см³; термометр с пределами измерения от 0 до 50 °С, с ценой деления 0,1 °С; пипетка вместимостью 1 см³ смесь этанола с диэтиловым эфиром (1:1); бумага фильтровальная

Техника выполнения работы:

Тщательно промытый и высушенный пикнометр взвешивают на лабораторных весах. Для установления истинной массы пикнометра m вводят поправку. Для этого от результата взвешивания вычитают массу находящегося в пикнометре воздуха, принимая, что масса 1 см³ воздуха равна 0,0013 г. Затем пикнометр заполняют дистиллированной водой до метки. Для приведения температуры воды к постоянной (близкой к комнатной) пикнометр помещают в стакан с водой и термометром на 25...30 мин.

По истечении указанного времени пикнометр вынимают из стакана, тщательно вытирают и проверяют уровень воды по метке, устанавливая его по верхнему мениску.

Избыток воды удаляют полоской фильтровальной бумаги: При недостатке ее доливают до метки пипеткой.

Пикнометр с водой взвешивают (m_2). После чего выливают воду из пикнометра, промывают его смесью этанола с диэтиловым

эфиром и высушивают в сушильном шкафу 25...30 мин, а затем охлаждают в эксикаторе. Качество подготовки пикнометра к дальнейшей работе оценивают по отсутствию влаги на его внутренней поверхности. Затем медленно наполняют исследуемым маслом, не допуская образования стойких пузырьков воздуха и попадания его на наружные стенки пикнометра. Погружают пикнометр с маслом на 25...30 мин в стакан с водой для доведения масла до постоянной температуры t_x . Температуру масла t_x принимают равной температуре воды в стакане. Проверяют уровень масла в пикнометре по верхнему мениску. Избыток масла отбирают пипеткой или фильтровальной бумагой, свернутой тонкой трубочкой, после этого горлышко внутри вытирают таким же образом, а пикнометр тщательно обтирают снаружи мягкой тканью и взвешивают (m_x).

Плотность вычисляют по формуле

$$\rho_{t_2}^{t_1} = (m_1 - m) / (m_2 - m),$$

где m — масса пикнометра без воздуха, г; m_1 — масса пикнометра с маслом, г; m_2 — масса пикнометра с водой, г; t_1 — температура масла, °С; t_2 — температура воды, °С.

Вычисления проводят с точностью до четвертого знака после запятой с последующим округлением результата до третьего знака.

Плотность, найденную при условиях опыта, пересчитывают на стандартные температуры масла 15 или 20 °С и температуру воды. При исследовании твердого жира плотность определяют при температуре на 10... 15 °С выше его температуры плавления с последующим пересчетом на температуру 15 или 20 °С. Точность определения равна $\pm 0,0002$. Между двумя параллельными определениями допускается расхождение не более 0,0004 г/см³.

Ареометр представляет собой стеклянный сосуд поплавкового вида, в узкую часть которого вмонтирована шкала с нанесенными значениями плотности. В нижней расширенной части ареометра помещена мелкая дробь для того, чтобы прибор во время измерения находился в вертикальном положении.

Приборы и химическая посуда: ареометр с интервалом показаний 0,90...1,00 г/см³; цилиндрический сосуд вместимостью 100 или 50 см³, высота которого превышает длину ареометра на 50-

.70 мм; термометр с пределами измерения от 0 до 50 °С, с ценой деления 0,1 °С.

Техника выполнения. В цилиндрический сосуд наливают исследуемое масло и опускают в него ареометр так, чтобы он находился в центре цилиндра и не касался его стенок.

Отсчет проводят по делению шкалы, находящемуся на уровне нижнего мениска масла, при температуре, указанной на шкале ареометра.

Точность определения плотности с помощью ареометра зависит от их устройства и указана на шкале ($\pm 0,02$, $\pm 0,001$).

Контрольные вопросы

1. Что представляет собой пикнометр?
2. Что представляет собой ареометр?
3. Как определить плотность масла при помощи пикнометра?
4. Как определить плотность масла при помощи ареометра?

Лабораторная работа №2 Определение показателя преломления

Определение основано на измерении показателя преломления жира по предельному углу преломления или полного внутреннего отражения.

Для этой цели используют приборы, называемые рефрактометрами. В масложировой промышленности применяются рефрактометры типа ИРФ-22, ИРФ-23, ИРФ-454 или РЖ с пределами измерения 1.300... 1.700, с дискретностью шкалы не ниже 0,0002, обеспечивающие погрешность измерения $\pm 2 \cdot 10^{-4}$.

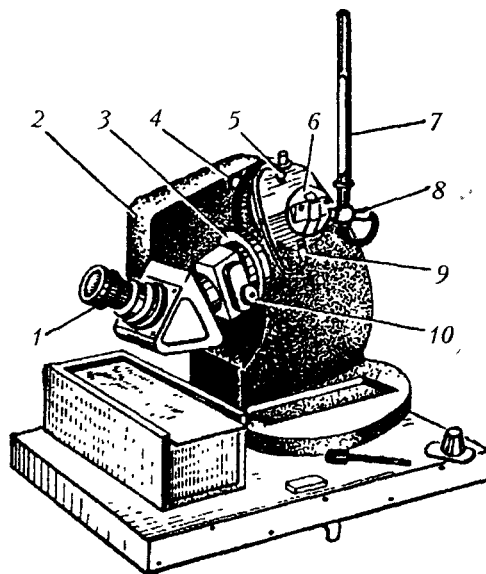


Рис. 1. Общий вид рефрактометра ИРФ-22

Цель работы: научиться определять показатель преломления жиров с использованием рефрактометра

Оборудование, приборы и реактивы: рефрактометр; термостат или аналогичное устройство, позволяющее регулировать температуру с точностью $\pm 0,25$ °С; термометр электроконтактный с пределами измерения от 0 до 150 °С, с ценой деления 2 °С; стеклянная палочка.

Реактивы и материалы: петролейный эфир или гексан; вата обезжиренная.

Техника выполнения. На поверхность измерительной призмы стеклянной палочкой, не касаясь призмы, наносят несколько капель исследуемой жидкости, осторожно опускают осветительную призму и закрывают головку б. Следят за тем, чтобы жидкость полностью заполняла зазор между призмами. Осветительное зеркало устанавливают так, чтобы свет поступал в осветительную призму и равномерно освещал поле зрения.

В измерительную головку подают термостатирующую жидкость и по термометру 7 наблюдают за температурой.

Вращая маховичок, расположенный на левой стороне рефрактометра, перемещают узел осветительной и измерительной

призм и, наблюдая в зрительную трубу 1, находят границу света и тени. Вращая маховичок компенсатора дисперсии 10, устраняют окрашенность границы раздела. Затем маховичком, расположенным на левой стороне корпуса рефрактометра, точно совмещают границу раздела с точкой пересечения нитей и отсчитывают по шкале прибора показатель преломления. Опыт повторяют три раза после 5 мин с момента установления определенной температуры и берут среднее значение полученных величин с точностью до 0,0002. Шкала прибора градуирована для температуры 20 °С. Если при определении показателя преломления температура опыта была не 20 °С, то полученную величину приводят к 20 °С по формуле

$$\eta_D^{20} = \eta'_D + (t - 20) \cdot 0,00035,$$

где η_D^{20} — показатель преломления при 20 °С; η'_D — показатель преломления при температуре t; 0,00035 — изменение показателя преломления жира при изменении температуры на 1 °С.

По окончании определения поверхности призм очищают ватой, сначала смоченной петролейным эфиром, затем сухой.

Допускаемые абсолютные расхождения между параллельными определениями должны быть не более 0,0002

Контрольные вопросы

1. Рассказать методику определения показателя преломления жиров с использованием рефрактометра.
2. Рассказать устройство и принцип работы рефрактометра.

Лабораторная работа №3 Определение кислотного числа масел

Цель работы: освоить технику определения кислотного числа масел

Кислотное число (КЧ) — количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для нейтрализации свободных жирных кислот, содержащихся в 1 грамме жира.

Кислотное число масел и жиров является одним из качественных показателей, нормируется стандартами и нормативными документами, зависит от качества сырья, способа получения масла или жира, условий их хранения и других факторов.

Для определения количественного содержания в жире свободных жирных кислот используют показатель — число нейтрализации (ЧН).

Число нейтрализации показывает количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для нейтрализации 1 грамма жирных кислот. Следовательно, число нейтрализации соответствует 100%-ному содержанию свободных жирных кислот, на основании которого можно составить отношение

$$X=100КЧ/ЧН,$$

где X — содержание свободных жирных кислот в жире, %; КЧ — кислотное число масла, мг КОН/г; ЧН — число нейтрализации жирных кислот, мг КОН/г.

Число нейтрализации индивидуальных жирных кислот — величина постоянная.

Для растительных масел (подсолнечное, рапсовое, соевое), являющихся наиболее распространенными в нашей стране, числа нейтрализации смеси кислот, входящих в их состав, практически можно считать одинаковыми и близкими к числу нейтрализации олеиновой кислоты — 198,75 мг КОН/г. Поэтому содержание свободных жирных кислот в процентах (кислотность) в этих маслах в условном пересчете на олеиновую кислоту можно рассчитать по формуле

$$X= 100 \cdot КЧ / 198,75 = 0,503 КЧ,$$

или, округленно, $X= 0,5 КЧ$

Если пересчет ведут не на олеиновую кислоту, а на какую-либо другую, характерную для данного жира, то вводят другой коэффициент. Коэффициенты пересчета для некоторых жиров и масел берут в справочниках.

При определении кислотного числа нерафинированных масел, содержащих кроме свободных жирных кислот другие продукты кислого характера, например, фосфолипиды, госсипол и т. п., результат будет несколько выше, так как гидроксид калия дополнительно расходуется на взаимодействие с этими соединениями.

Методика определения кислотного числа масел и жиров стандартизирована и предусматривает использование различных методов определения в зависимости от степени их очистки и цветности: индикаторный, солевой и потенциометрический.

Индикаторный метод определения кислотного числа светлых масел

Принцип метода. Метод основан на титровании пробы жира раствором гидроксида калия в присутствии индикатора фенолфталеина. В качестве растворителя для жира применяют нейтральную смесь этанола с диэтиловым эфиром.

Необходимость введения спирта при определении кислотного числа обусловлена следующими причинами: обеспечение растворения мыла в реакционной среде, которое образуется по реакции



1. при отсутствии спирта мыло не растворяется ни в диэтиловом эфире, ни в бензоле и выпадает в осадок, что затрудняет правильное определение конца реакции;

2. подавление реакции гидролиза мыла, которая проходит при отсутствии спирта или при его недостатке в растворе по реакции



Как видно, в результате реакции появляется свободный гидроксид калия, что способствует преждевременному изменению окраски индикатора при наличии свободных жирных кислот. Поэтому значение показателя кислотного числа будет заниженным. Установлено, что, если в реакционной среде содержится менее 20% воды, гидролиз мыла практически отсутствует.

Оборудование, приборы и реактивы: весы лабораторные класса точности 3 (с погрешностью взвешивания не более 0,01 г); баня водяная, эфир диэтиловый; этанол 96%-ный; фенолфталеин,

1%-ный спиртовой раствор; раствор гидроксида калия концентрацией 0,1 моль/дм³, спиртовой, коническая колба вместимостью 100 см³; бюретки с делениями 0,1 см³ вместимостью 25 см³; микробюретка с делениями 0,02 см³ вместимостью 5 см³.

Техника выполнения работы: На лабораторных весах отвешивают 5 г жира в коническую колбу, приливают 50 см³ заранее приготовленной нейтральной смеси диэтилового эфира и 96%-ного этанола (2:1) и взбалтывают. Если при этом масло не растворяется, содержимое нагревают на водяной бане, далее охлаждают до температуры 15...20 °С и добавляют несколько капель фенолфталеина.

Полученный раствор при постоянном перемешивании титруют из бюретки спиртовым раствором гидроксида калия концентрацией 0,1 моль/дм³ до слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

Микробюретку вместимостью 5 см³ используют при кислотном числе масла менее 2 мг КОН/г.

Кислотное число вычисляют по формуле $KЧ = 5,611 - a K/m$, где 5,611 — титр 0,1 моль/дм³ раствора гидроксида калия, мг/см³; a — объем 0,1 моль/дм³ раствора гидроксида калия, израсходованный на титрование, см³; K — поправка к титру; m — масса исследуемого масла, г.

Вычисления проводят с точностью до второго знака после запятой, с последующим округлением результата до первого знака. Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями:

- для рафинированных масел с КЧ 0,1...0,5 мг КОН/г — не более 0,05 мг КОН/г;
- для нерафинированных масел с КЧ до 6 мг КОН/г — 5%; с КЧ более 6 мг КОН/г — 7% отн.

Контрольные вопросы

1. Что такое кислотное число масел и жиров?
2. Что характеризует кислотное число масел и жиров?
3. Опишите методику определения кислотного числа масел и жиров.

4. Индикаторный метод определения кислотного числа светлых масел.

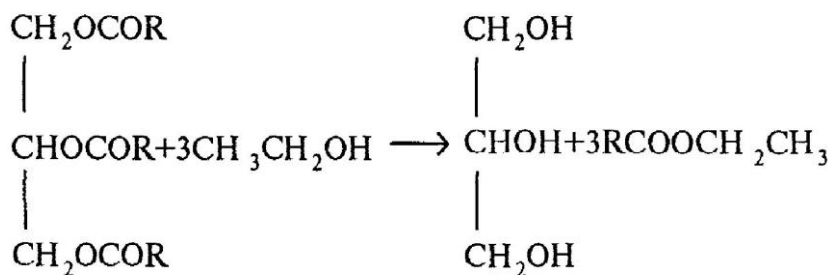
Лабораторная работа №4 Определение числа омыления

Цель работы: изучить способ определения числа омыления жиров

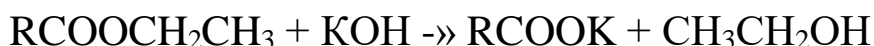
Число омыления (ЧО) — количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для омыления ацилглицеринов (связанных жирных кислот) и свободных жирных кислот, входящих в состав 1 г исследуемого жира.

Число омыления — достаточно стабильный показатель, который колеблется для одного и того же вида масла или жира в узких пределах. Число омыления зависит от состава масел и жиров. С увеличением молекулярной массы ацилов жирных кислот оно уменьшается и, чем больше в маслах моно- и диацилглицеринов, тем ниже этот показатель. Для восков ЧО значительно ниже, чем для ацилглицеринов.

Принцип метода. Метод основан на обработке жира определенным количеством $0,5 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида калия до полного омыления ацилглицеринов и жирных кислот, избыток гидроксида калия титруется кислотой. Для обеспечения полноты омыления и подавления гидролиза образующихся мыл реакцию проводят гидроксидом калия в спиртовом растворе, преимущественно в этаноле. При этом достигается полная гомогенизация реагирующих веществ. Это объясняется тем, что ацилглицерины при нагревании с раствором гидроксида калия в этаноле вступают с ним в реакцию алкоголиза



В результате образуются этиловые эфиры жирных кислот, которые хорошо растворяются в спирте и в дальнейшем легко и полностью омыляются гидроксидом калия по реакции



Для полного омыления навески жира избыток гидроксида калия должен быть не менее 100 % и время омыления — не менее 1 ч.

При определении числа омыления восков предусматривается предварительное растворение их при нагревании в ксилоле или бензине (температура кипения 100 °С). В дальнейшем поступают, как при анализе масла, увеличивая время омыления до 2 ч.

Оборудование, приборы и реактивы: весы лабораторные 2-го класса точности; баня водяная, раствор гидроксида калия концентрацией 0,5 моль/дм³, спиртовой; раствор соляной кислоты концентрацией 0,5 моль/дм³, водный; фенолфталеин, 1%-ный спиртовой раствор при анализе светлых масел (тимолфталеин, спиртовой раствор концентрацией 1% используют при анализе темных масел), колба со шлифом вместимостью 250 см³; воздушный холодильник; бюретка с делениями 0,1 см³ вместимостью 25 или 50 см³.

Техника выполнения работы:

На лабораторных весах в колбу взвешивают 1,0...1,5 г исследуемого жира с точностью ±0,0005 г, приливают из бюретки 25 см³ спиртового раствора гидроксида калия концентрацией 0,5 моль/дм³, присоединяют воздушный холодильник и омыляют на водяной бане в течение 1 ч, не допуская испарения спирта. Для этого периодически наблюдают за состоянием верхней части воз-

душного холодильника. При улетучивании спирта она будет горячей, при этом необходимо снизить интенсивность нагрева. После окончания омыления содержимое колбы должно представлять собой однородный и прозрачный раствор.

Одновременно в тех же условиях в другой колбе кипятят в течение 1 ч 25 см³ спиртового раствора гидроксида калия концентрацией 0,5 моль/дм³ без навески жира, взятого на омыление. Это — контрольная проба. Затем титруют в горячем состоянии содержимое обеих колб раствором соляной кислоты концентрацией 0,5 моль/дм³. При титровании исследуемой пробы нейтрализуется избыточный гидроксид калия, неиспользованный при реакции омыления жира.

В случае омыления светлых жиров и масел при титровании применяют в качестве индикатора фенолфталеин, при омылении темных масел — тимолфталеин.

Рекомендуется титровать еще не остывший мыльный раствор, так как спиртовой раствор гидроксида калия постепенно насыщается из воздуха диоксидом углерода, образуя карбонат и бикарбонат. Карбонат при титровании кислотой нейтрализуется до бикарбоната, который в таких условиях не оттитровывается. Это вносит ошибку в определение.

Расчет ЧО в миллиграммах КОН на 1 грамм жира ведут по формуле

$$\text{ЧО} = (a - b) 28,05 - K / m,$$

где a — объем раствора соляной кислоты концентрацией 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование раствора гидроксида калия в контрольной пробе, см³; b — объем раствора соляной кислоты концентрацией 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование свободного гидроксида калия, оставшегося после омыления в исследуемой пробе, см³; m — масса исследуемого жира, г; 28,05 — титр 0,5 моль/дм³ раствора соляной кислоты по гидроксиду калия, мг/см³; K — фактор раствора соляной кислоты.

Вычисления проводят до первого десятичного знака и округляют до целого числа

Относительное значение допускаемых расхождений между двумя параллельными определениями должно быть не более 3% среднего арифметического.

Расчеты на основании числа омыления.

1. Определение необходимого количества раствора гидроксида натрия X (в мг, г, кг) для омыления жира проводят по формуле

$$X = (40 \cdot \text{ЧО} \cdot 100 / 56,11 \cdot \text{Щ}_p) A,$$

где A — масса омыляемого жира, г, кг, т; 40 — молекулярная масса гидроксида натрия, г/моль; 56,11 — молекулярная масса гидроксида калия, г/моль; Щ_p — заданная концентрация раствора NaOH, %.

Контрольные вопросы

1. Что такое число омыления жиров?
2. Методика определения числа омыления жиров
3. Принцип метода определения числа омыления жиров
4. Пример расчета на основании числа омыления.

Лабораторная работа №5 Определение эфирного числа

Цель работы: изучить способ определения эфирного числа жиров

Общие понятия. Эфирное число (ЭЧ) — количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для омыления ацилглицеринов, содержащихся в 1 грамме жира. Таким образом, если число омыления показывает расход гидроксида калия на нейтрализацию свободных жирных кислот и омыление ацилглицеринов, а кислотное — на нейтрализацию только свободных жирных кислот, то эфирное число показывает расход гидроксида калия на омыление только ацилглицеринов. Оно не учитывает содержание свободных жирных кислот.

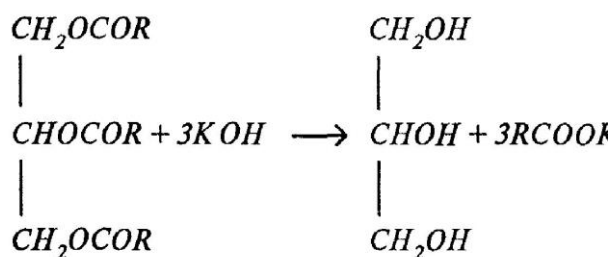
Принцип метода. Эфирное число определяют расчетным методом по разности между числом омыления и кислотным числом

$$\text{ЭЧ} = \text{ЧО} - \text{КЧ}.$$

Эфирное число не является постоянной величиной и зависит от величины кислотного числа.

Расчеты на основании эфирного числа.

1. *Определение выхода глицерина X в процентах при омылении жира.*



откуда

$$\begin{aligned}
 3 \cdot 56,11 - 92,06, \\
 \text{ЭЧ}/1000 - X,
 \end{aligned}$$

тогда выход глицерина в процентах составит $X = 92,06 \cdot \text{ЭЧ} \cdot 100 / (3 \cdot 56,11 \cdot 1000) = 0,0547 \cdot \text{ЭЧ}$,

где 92,06 — молекулярная масса глицерина, г/моль; 56,11 — молекулярная масса гидроксида калия, г/моль.

Расчет дает правильные результаты, если жир состоит только из триацилглицеринов. Если же в его составе содержатся ди- и моноацилглицерины, как это бывает в действительности, то подсчет по формуле (*выход глицерина в процентах*) дает лишь ориентировочные данные, так как при омылении диацилглицеринов расходуются две молекулы гидроксида калия, а при омылении моноацилглицеринов — одна, а не три, как это принято при выведении формулы (*выход глицерина в процентах*).

Контрольные вопросы

1. Что такое эфирное число жиров?
2. Как определить эфирное число жиров?
3. Пример расчета на основании эфирного числа жиров

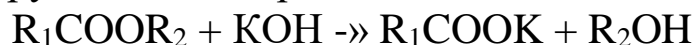
Лабораторная работа №6 Определение массовой доли нелетучих и нерастворимых в воде жирных кислот (число Генера)

Цель работы: ознакомиться с методикой определения массовой доли нелетучих и нерастворимых в воде жирных кислот

Общие понятия. Число Генера (ЧГ) показывает количество граммов нелетучих и нерастворимых в воде жирных кислот вместе с неомыляемыми липидами, содержащимися в 100 г жира, и выражается в процентах.

Большинство получаемых в России жиров имеет число Генера около 95%. У жиров, в состав которых входят низшие жирные кислоты (например, кокосовое масло), число Генера меньше, так как часть кислот в составе ацилглицеринов летуча с водяным паром и растворима в воде. Условно группу низших кислот заканчивают каприновой кислотой $C_{10;0}$. У восков число Генера больше 100, так как их структурный элемент - высшие одноатомные спирты также нерастворимы в воде и нелетучи.

Реакция омыления восков показывает, что увеличение происходит за счет присоединившейся к алифатическому остатку спирта (R_2-) группы $-OH$ по реакции



Знание массовой доли нелетучих и нерастворимых в воде жирных кислот имеет практическое значение, так как позволяет определить количество жирных кислот, необходимое для варки мыла.

Принцип метода. Определение основано на омылении жира, полученный мыльный раствор разлагают минеральной кислотой, выделившиеся жирные кислоты вместе с неомыляемыми экстрагируют эфиром, который отгоняют, остаток высушивают и взвешивают.

Для экстракции жирных кислот масел используют диэтиловый эфир, а для хлопкового масла — петролейный эфир, так как продукты щелочной обработки госсипола и его производных растворимы в диэтиловом эфире и нерастворимы в петролейном.

Оборудование, приборы и реактивы: весы лабораторные 2-го класса точности; баня водяная; шкаф сушильный с терморегуля-

тором; водяной холодильник, гидроксид калия, спиртовой раствор концентрацией 2 моль/дм³; серная или соляная кислота, 10%-ный раствор; метиловый оранжевый; диэтиловый или петролейный эфир; прокаленный сульфат натрия; фильтровальная бумага.

Химическая посуда: колба со шлифом вместимостью 250 см³; воздушный холодильник высотой 100 см; делительная воронка вместимостью 500 см³; химическая воронка; цилиндр измерительный вместимостью 100 см³; эксикатор.

Техника выполнения работы:

На лабораторных весах в колбу со шлифом взвешивают около 5 г исследуемого жира, добавляют 20 см³ спиртового раствора гидроксида калия концентрацией 2 моль/дм³, присоединяют воздушный холодильник и омыляют на водяной бане в течение 1 ч.

После этого холодильник снимают и спирт выпаривают на водяной бане до исчезновения запаха спирта. Образовавшееся мыло растворяют в 100 см³ горячей дистиллированной воды, разлагают 10%-ной соляной или серной кислотой, которую добавляют до кислой реакции по метиловому оранжевому. Содержимое колбы нагревают для расплавления жирных кислот с образованием на поверхности прозрачного слоя.

Затем содержимое колбы охлаждают и трижды экстрагируют в делительной воронке эфиром диэтиловым или петролейным в зависимости от вида масла. На каждую экстракцию используют по 25...30 см³ эфира.

Все эфирные вытяжки соединяют и промывают в делительной воронке дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому.

Затем эфирные вытяжки высушивают небольшим количеством прокаленного сульфата натрия и отфильтровывают во взвешенную колбу со шлифом. Осадок сульфата натрия в колбе, фильтр и делительную воронку тщательно промывают эфиром до полного извлечения содержащихся в них жирных кислот. Полноту извлечения проверяют, при этом в конце промывки одну каплю промывного эфира наносят на полоску фильтровальной бумаги: после испарения эфира на бумаге не должно остаться жирного пят-

на. Эфир отгоняют и жирные кислоты высушивают в сушильном шкафу при 75 °С до постоянной массы. Жирные кислоты кокосового и пальмоядрового масел высушивают при температуре 60—70 °С. Первое взвешивание производят через 1 ч, последующие — через 30 мин. За постоянную принимают массу, которая после 30-минутной сушки отличается от предыдущей не более, чем на 0,001 г. Массовую долю нерастворимых и нелетучих жирных кислот (ЧГ) в процентах вычисляют по формуле

$$\text{ЧГ} = a \cdot 100 / m,$$

где, а — масса осадка, г; т — масса исследуемого жира, г.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать $\pm 0,5\%$.

Расчеты на основании числа Генера.

1. Определение содержания в жире летучих и растворимых в воде жирных кислот X1 в процентах.

Общее количество жирных кислот X1, в процентах рассчитывается по формуле

$$X1 = \text{ЧО} - 100 / \text{ЧН}$$

где ЧО — число омыления, мг КОН/г; ЧН — число нейтрализации, мг КОН/г.

Содержание летучих и растворимых в воде жирных кислот X в процентах равно $X = X_1 - \text{ЧГ}$, где ЧГ — число Генера, %.

Контрольные вопросы

1. Что такое число Генера?
2. Что характеризует число Генера?
3. Как определить содержание в жире летучих и растворимых в воде жирных кислот
4. Описать принцип метода определения числа Генера

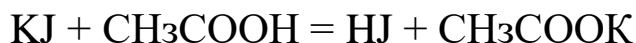
Лабораторная работа №7 Определение перекисного числа

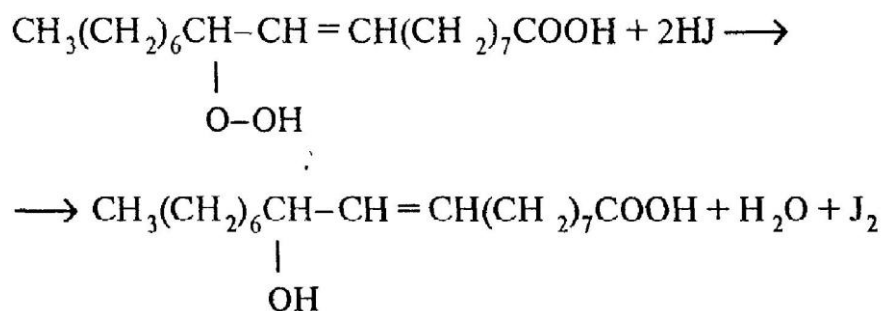
Цель работы: ознакомиться с методикой определения перекисного числа

Общие понятия. Перекисное число (ПЧ) - это количество миллимоль активного кислорода ($1/2O_2$), эквивалентное J_2 выделенного из йодида калия в ледяной уксусной кислоте перекисями и гидроперекисями, содержащимися в 1 кг жира, выражается в ммоль $1/2O_2$ /кг. Для определения содержания первичных продуктов окисления наиболее широко распространен йодометрический метод. Можно применять несколько вариантов этого метода, модификации которого различаются количеством и соотношением используемых растворителей и уксусной кислоты, способом введения йодида калия, продолжительностью взаимодействия его с жиром до титрования тиосульфатом натрия, а также единицами измерения перекисного числа.

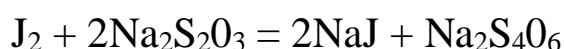
При анализе жиров на соответствие требованиям стандартов рекомендуется йодометрический метод, предусматривающий настаивание при комнатной температуре. Для исследования прерапированных или сильно прогорклых жиров целесообразно использование йодометрического метода с кратковременным настаиванием. С целью повышения точности исследований рекомендуется пользоваться указанными методами с применением деаэрации реакционной смеси инертными газами (метод Ли).

Методы основаны на взаимодействии активного перекисного или гидроперекисного кислорода с йодистоводородной кислотой (йодводород HJ) в присутствии уксусной кислоты по реакциям





Выделившийся йод оттитровывают по реакции



Опыт проводят так, чтобы после смешивания всех реагентов получился гомогенный раствор и обеспечивалась одинаковая продолжительность реакции с момента введения йодида калия и до титрования, так как количество выделившегося йода увеличивается с течением времени.

Принцип метода. Особенностью метода является то, что после прибавления к жиру, растворенному в смеси ледяной уксусной кислоты и хлороформа, водного раствора йодида калия смесь выдерживают в темноте в течение определенного промежутка времени и далее выделившийся йод титруют тиосульфатом натрия.

Оборудование, приборы и реактивы: весы лабораторные 2-го класса точности, ледяная уксусная кислота; свежеприготовленный хлороформ; йодид калия, 50%-ный водный раствор; крахмал, 1%-ный раствор; раствор тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм³; вода дистиллированная, колба с притертой пробкой вместимостью 250 см³; микробюретка вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,01 см³; измерительный цилиндр вместимостью 20 и 100 см³.

Техника выполнения работы:

На лабораторных весах в колбу взвешивают навеску исследуемого жира в зависимости от предполагаемого значения перекисного числа в соответствии с рисунком

Навеска жира при определении перекисного числа

| Значение перекисного числа, ммоль ½O/kg | Навеска, г |
|--|---------------|
| До 6,0 | 5,000...2,000 |
| 6,0...10,0 | 2,000...1,200 |
| 10,0...15,0 | 1,200...0,600 |
| 15,0...25,0 | 0,600...0,500 |
| 25,0...40,0 | 0,500...0,300 |

Рисунок 1 Навеска жира при определении перекисного числа

Навеску растворяют в 10 см³ хлороформа. К полученному раствору приливают 15 см³ уксусной кислоты и добавляют 1 см³ 50%-ного водного раствора йодида калия. После добавления раствора йодида калия не должно наблюдаться расслоения реакционной смеси. В противном случае увеличивают количество хлороформа и ледяной уксусной кислоты до достижения полной однородности раствора. Колбу закрывают пробкой, содержимое перемешивают в течение 1 мин и оставляют на 5 мин в темном месте при температуре 15... 25 °С. После этого в колбу приливают 75 см³ дистиллированной воды и добавляют 5 капель раствора крахмала. Выделившийся йод титруют из микробюретки раствором тиосульфата натрия.

Контрольное измерение проводят без навески жира параллельно с основным. Если на контрольное измерение пойдет более 0,1 см³ раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм³, то проводят проверку соответствия реактивов требованиям стандарта. Перекисное число (ПЧ) в миллимолях активного кислорода на кг пробы вычисляют по формуле

$$\text{ПЧ} = (a - b) \cdot c \cdot 1000 / m$$

где a , b — объем раствора тиосульфата концентрацией 0,01 моль/дм³, пошедший на титрование выделившегося йода в основном и контрольном опытах соответственно, см³; c — концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм³; 1000 — коэффициент, учитывающий пересчет результата измерения на кг жира; m — навеска жира, г

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение двух параллельных измерений. При необходимости пересчета перекисного числа ПЧ, выраженного в процентах йода, на перекисное число ПЧ₁ выраженное в ммоль SO/ кг, пользуются формулой

$$\text{ПЧ}_1 = \text{ПЧ} / 78,$$

где 78 — коэффициент пересчета единицы измерения ПЧ с % I₂ в ммоль активного кислорода на кг.

Контрольные вопросы

1. Что такое перекисное число жиров?
2. Опишите принцип метода определения перекисного числа жиров
3. Принцип йодометрического метода

Лабораторная работа №8 Определение цветности масел

Цель работы: изучить методику определения цветности масел

Цветность нерафинированных и рафинированных растительных масел дает представление о количественном и качественном составе пигментного комплекса и характеризуется цветным числом. Цветное число светлых масел выражается количеством миллиграммов свободного йода, содержащегося в 100 см³ стандартного раствора йода, который имеет при одинаковой с маслом толщине слоя 1 см такую же интенсивность окраски, как и исследуемое масло.

Цветность хлопкового масла выражается количеством единиц красного цвета при установленном количестве единиц желтого цвета. Цветное число светлых масел можно определить сравнением окраски профильтрованного масла с цветной шкалой стандартных водных растворов йода в йодиде калия (эталон) или колориметрическим методом.

Определение цветного числа светлых масел по шкале стандартных растворов йода

Принцип метода. Этот метод основан на сравнении интенсивности окраски исследуемого масла с окраской стандартных растворов йода.

Для определения используют заранее приготовленную стандартную цветную шкалу, представляющую собой набор пробирок из бесцветного стекла с внутренним диаметром 10 мм в которых находятся растворы йода в йодиде калия различной концентрации

Ниже приведены цветные числа этих растворов

| | | | |
|----------------|-----|-----------------|----|
| В 1-й пробирке | 100 | В 8-й пробирке | 30 |
| В 2-й пробирке | 90 | В 9-й пробирке | 25 |
| В 3-й пробирке | 80 | В 10-й пробирке | 20 |
| В 4-й пробирке | 70 | В 11-й пробирке | 15 |
| В 5-й пробирке | 60 | В 12-й пробирке | 10 |
| В 6-й пробирке | 50 | В 13-й пробирке | 5 |
| В 7-й пробирке | 40 | В 14-й пробирке | 1 |

Приготовление стандартных растворов йода. Одну часть дважды возогнанного йода (0,24...0,26 г) и две части йодида калия (0,50 г) отвешивают в стаканчике с притертой пробкой и растворяют в 10 см³ дистиллированной воды. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и постепенно доливают водой до метки. Титр раствора устанавливают по раствору тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм³. Затем отбирают некоторый объем этого раствора и прибавляют к нему дистиллированную воду в таком количестве, чтобы стандартный раствор содержал точно 100 мг йода в 100 см³. Затем в пробирки наливают определенные объемы стандартного раствора и воды. Заполненные пробирки запаивают и отмечают на каждой из них концентрацию йодного раствора, выраженную в мг йода в 100 см³ раствора

Приготовленные эталоны следует хранить в темном месте и проверять каждые 6 мес.

Оборудование, приборы и реактивы: стандартная цветная шкала, пробирки из бесцветного стекла диаметром 10 мм.

Техника выполнения работы: В пробирку наливают профильтрованное исследуемое масло и сравнивают интенсивность его окраски с окраской стандартных растворов. Исследования проводят при температуре 20 °С в проходящем и отраженном дневном свете либо при свете матовой электрической лампочки.

Цветность исследуемого масла выражается цветным числом эталона, дающего при сравнении одинаковую окраску

Определение цветного числа светлых масел колориметрическим методом

Принцип метода. Этот метод основан на сравнении интенсивности окраски масла в проходящем свете с известным стандартным раствором, в качестве которого используют водные растворы йода в йодиде калия. Определение производят в колориметре любого типа.

Техника выполнения. В правую кювету колориметра наливают стандартный раствор, а в левую — масло. В кювету с маслом погружают стеклянный столбик и устанавливают на постоянном делении 10 мм. В кювету со стандартным раствором также погружают стеклянный столбик и с помощью маховичка меняют толщину слоя до получения одинаковой окраски полей, наблюдаемых в окуляр и записывают толщину слоя стандартного раствора по правой шкале колориметра, повторяя измерения 3.. .4 раза.

Цветное число масла X в мг йода, содержащегося в 100 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$X = \frac{Cd}{10},$$

где C — концентрация йода в эталоне в мг на 100 см³ раствора; d — толщина слоя йодного раствора эталона, мм; 10 — толщина слоя испытуемого масла, мм.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений X в тех случаях, когда окраска масла не совпадает по тону с окраской йодного раствора, измерения следует проводить с синими фильтрами, при которых тон окраски

полей зрения будет одинаковым. В этих случаях все измерения производят при одних и тех же условиях, указывают цвет и номер выбранного фильтра, а также тип прибора, на котором проводилось определение цветного числа.

Контрольные вопросы

1. Что такое цветное число масел?
2. Как определить цветное число светлых масел по шкале стандартных растворов йода?
3. Как определить цветное число светлых масел колориметрическим методом?

Лабораторная работа №9 Определение массовой доли продуктов окисления

Цель работы: изучить методы определения массовой доли продуктов окисления

Общие понятия. Современным, быстрым и точным является определение первичных и вторичных продуктов окисления абсорбционной спектроскопией в ультрафиолетовой области спектра.

Принцип метода. Метод основан на снятии ультрафиолетового Спектра гексанового раствора масла определенной концентрации в диапазоне длин волн 230...300 нм и качественной их идентификации.

Оборудование, приборы и реактивы: весы лабораторные 4-го класса точности или другие, обеспечивающие точность взвешивания до 0,0001 г, спектрофотометр, гексан, мерная колба вместимостью 100 см³.

Техника выполнения работы: Пробу исследуемого масла около (1,0 ± 0,0002) г растворяют в колбе вместимостью 100 см³ в гексане, свободном от ароматики, и доводят до метки. Получают рас-

твор концентрацией около 1 г/дм³ и на спектрофотометре снимают его спектр.

Идентификацию производят следующим образом:

- появление полосы поглощения при длине волны 232 нм указывает на присутствие первичных продуктов окисления;
- появление полосы поглощения при длине волны 272 нм указывает на присутствие карбонильных соединений (вторичные продукты окисления).

Контрольные вопросы

1. Длина волны ультрафиолетовой области спектра?
2. Принцип определения концентрации продуктов окисления в маслах спектрометрическим методом

Список рекомендуемой литературы

1. Соколова, Е. И. Современное сырье для кондитерского производства [Текст]: учебное пособие / Е. И. Соколова, С. В. Ермилова. - 2-е изд., стер. - М.: Академия, 2009. - 64 с.
2. Технология производства продовольственных товаров [Текст]: учебник / под ред. В. И. Хлебникова. - М.: Академия, 2007. - 348 с.
3. Скуратовская, О. Д. Контроль качества продукции физико-химическими методами [Текст]: практическое руководство / О. Д. Скуратовская. - 2-е изд., перераб. и доп. - М.: ДеЛи принт, 2005 - Ч. 3: Сахар и сахарные кондитерские изделия. - 124 с.
4. Анализ и моделирование операций обработки сырья и полуфабрикатов для мучных кондитерских изделий [Текст]: монография / Г. В. Авроров [и др.]. - Старый Оскол: ТНТ, 2014. - 244 с.
5. Сборник задач по расчету технологического оборудования кондитерского производства [Текст]: учебное пособие для студентов вузов / А. И. Драгилев, М. Д. Руб. - М.: ДеЛи принт, 2005. - 244 с.

Основная