

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
МИКОЛАЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ АГРАРНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

Факультет технології виробництва і переробки продукції
тваринництва, стандартизації та біотехнології

Кафедра технології переробки, стандартизації і сертифікації
продукції тваринництва

ТЕХНОЛОГІЯ ЖИРІВ ТА ЖИРОЗАМІННИКІВ

методичні рекомендації для проведення лабораторних робіт для
здобувачів вищої освіти СВО «Бакалавр», освітньої спеціальності 181
«Харчові технології» денної форми навчання

МИКОЛАЇВ
2021

УДК 664.3

Т-38

Друкується за рішенням науково-методичної комісії факультету технології виробництва і переробки продукції тваринництва, стандартизації та біотехнології Миколаївського національного аграрного університету від 25. 03. 2021 р., протокол № 8.

Укладачі:

Л. О. Стріха – канд. с.-г. наук, доцент, доцент кафедри ТПССТ Миколаївського національного аграрного університету;

О. І. Петрова – канд. с.-г. наук, доцент, доцент кафедри ТПССТ Миколаївського національного аграрного університету;

Рецензенти:

І. С. Фуркало – генеральний директор ПрАТ «Лакталіс Миколаїв»

Л. С. Патрєва – д-р с.-г. наук, професор, завідувач кафедри птахівництва, якості та безпечності продукції Миколаївського національного аграрного університету;

©Миколаївський національний аграрний
університет, 2021

Зміст

Лабораторна робота 1. Характеристика окремих видів харчових тваринних жирів	4
Лабораторна робота 2. Формування асортименту і харчова цінність тваринних топлених жирів	9
Лабораторна робота 3. Правила приймання і методи досліджень жирів	11
Лабораторна робота 4. Аналіз якості харчових жирів	14
Лабораторна робота 5. Санітарна оцінка жиру	17
Лабораторна робота 6. Санітарно-гігієнічний режим процесу виробництва тваринних та рослинних жирів	20
Лабораторна робота 7. Визначення ступеня окиснювального псування жиру	22
Лабораторна робота 8. Методи визначення антиоксидантів у жирах	27
Лабораторна робота 9. Визначення масової частки неомилених речовин	33
Лабораторна робота 10. Кількісний метод бутилокситолуолу	34
Лабораторна робота 11. Якісна реакція визначення бутилокситолуол	39
Лабораторна робота 12. Автолітичні процеси у жировій тканині	43
Лабораторна робота 13. Аналіз якості маргарину	45
Лабораторна робота 14. Визначення запаху, смаку, вологості і летких речовин у маргарині	49
Лабораторна робота 15. Визначення масової частки та температури плавлення жирів	52
Лабораторна робота 16. Визначення твердості маргарину	54
Лабораторна робота 17. Визначення масової частки бензоату натрію, сорбінової кислоти та рН	56
Лабораторна робота 18. Визначення масової частки твердих тригліцеридів, пероксидного числа, лінолевої кислоти	58
Лабораторна робота 19. Визначення масової частки лінолевої кислоти	60
Лабораторна робота 20. Визначення вмісту вологості і летких речовин	63

Лабораторна робота 1

Характеристика окремих видів харчових тваринних жирів

Хімічний склад жиру різних видів тварин не однаковий навіть в межах одного і того ж виду. Стать, вік, вгодованість, корми та умови утримання тварин суттєво впливають на склад жиру. Крім цього у однієї і тої ж тварини хімічний склад жиру відрізняється також і місцем відкладання. Чистий витоплений із жирової тканини жир характеризується наступними хімічним складом та технологічними властивостями.

Питома вага (прийнято виражати при температурі жиру 20⁰, рідше 15⁰С і при температурі води 4⁰С що відповідно і позначається d^{20}_4 , d^{15}_4) Тваринні жири легші води і їх питома вага при 15⁰ С коливається в межах 0,915-0,961. При підвищенні температури на один градус, проходить зменшення питомої ваги тваринних жирів в середньому на 0,0007. Питома вага d^{15}_{15} 0,937 –0,953, Температура плавлення 42-52⁰, Температура застигання 34-38, Число омилення 193-200, Число Генера 95-96, Ацетильне число 2,7-3,6 ,Йодне число 32-47, Роданове число 29-40. Хімічний склад (%), Насичені кислоти: міристинова 3,3–3; пальмітинова 24-29; стеаринова 24-21, арахінова 0,4. Ненасичені кислоти: тетрадеценава 0,4-0,6; гексадеценава 2,4-2,7; олеїнова 41,8; лінолева 1,8. У молекулі жиру із гліцерином зв'язані різні жирні кислоти. В залежності від їх розміщення у яловичому жирі, знайдено наступні змішано-кислотні гліцериди (табл. 1, 2).

Таблиця 1

Змішано-кислотні гліцериди

Гліцериди	Вміст гліцеридів	
	у яловичому жирі	у вершковому маслі
Тринасичені гліцериди		
Трипальмітин	3,4	0–3,0
Дипальмітостеарин	7,8	16,5–22,6
Пальмітодистеарин	5,8	10–18,5
Тристеарин	0,4	0
Динасичені мононенасичені гліцериди		
Дипальмітоненасичені (олеїнова чи лінолева)	14,7	11–18,2
Дистеароненасичені	2,3	0–1,8
Пальмітостеароненасичені (олеїнова чи лінолева)	32	35,4–41,6
Мононенасичені диненасичені гліцериди		
Пальмітоолеїнолінолева	22,7	9,7–14,2

Таблиця 2

Константи яловичого жиру

Вид жиру-сирцю	Гліцериди				Жирні кислоти			
	число омилення	йодне число	роданове число	число нейтралізації	середня молекулярна маса	йодне число	роданове число	внутр. йодне число по Твігчелло
Сальник	193	43,3	39,4	197	284	45,5	41,5	91,2
Нирковий	198	43,4	38,5	202	277	45,7	40,7	92,4
Вид жиру-сирцю	Гліцериди (в %)					Жирні кислоти (в %)		
	неомил ювані	насичені кислоти	олейнова кислота	лінолева кислота	насичені кислоти	олейнова кислота	лінолева кислота	
Сальник	0,22	54,3	41,1	5,4	54,0	41,6	4,5	
Нирковий	0,29	55,3	38,9	5,6	54,8	39,7	5,5	

Різновидом яловичого жиру є жир буйволів, константи якого наведені нижче: Питома вага при 20 °С 0,9254–0,9630, Коефіцієнт заломлення при 60 °С 1,4741, емпєратура плавлення (в°) 52–57, Температура застигання (в°) 40,5–44,5, Коефіцієнт омилення 190, Йодне число 19–30. Яловичий жир згідно стандарту повинен відповідати вимогам, наведеним у таблиці 3.

Таблиця 3

Показники якості яловичого жиру

Назва показників	Яловичий жир		
	вищий сорт	I сорт	збірний
Колір при температурі 15–20 °С	світло-жовтий чи жовтий	світло-жовтий чи жовтий, допускається блідо-зелений відтінок	різної інтенсивності, допускається злегка сіруватий відтінок
Запах і смак	без стороннього присмаку і запаху	допускається легкий піджаристий	допускається легкий піджаристий
Консистенція при 15–20 °С	тверда	тверда	тверда
Прозорість розтопленого	прозорий	прозорий	допускається мутнуватість
Вологи, не більше (%)	0,2	0,3	0,5
Кислотне число, не більше	1,25	2,25	3,5

Баранячий жир. Питома вага d_{15}^{15} 0,937–0,961, Температура плавлення 44–55°, Температура застигання 34–45°. Число омилення 191–206, Число Генера 94–95,5, Йодне число 35–46, Роданове число 30–39.

Хімічний склад: (%) внутрішній жир: насичені кислоти: Міристинова 3,0; Пальмітинова 23,6; Стеаринова 31,7; Лауринова 0,1. ненасичені кислоти: Тетрадецена 0,2; Гексадецена 1,3; Олеїнова 35,4; Лінолева 3,9

Хімічний склад (%) курдючний жир: насичені кислоти: Міристинова 2,2; Пальмітинова 30,5; Стеаринова 20,1; Лауринова 0,6. ненасичені кислоти: Тетрадецена 0,8; Гексадецена 1,3; Олеїнова 41,4; Лінолева 2,8.

Константи баранячого жиру (таблиця 4, 5).

Таблиця 4

Константи баранячого жиру

Вид жиру-сирцю	Гліцериди				Жирні кислоти			
	число омилення	йодне число	роданове число	число нейтралізації	середня молекулярна маса	йодне число	роданове число	внутр. йодне число по Твігеллю
Сальник	191	36,5	34,0	196	286	37,2	34,4	91,6
Нирковий	194	36,4	30,8	200	280	38,5	32,8	92,5
Вид жиру-сирцю	Гліцериди (в %)				Жирні кислоти (в %)			
	неомил ювані	насичені кислоти	олеїнова кислота	лінолева кислота	насичені кислоти	олеїнова кислота	лінолева кислота	
Сальник	0,14	60,5	36,5	2,9	60,8	35,1	3,1	
Нирковий	0,19	64,3	29,1	6,4	63,6	30,1	6,3	

Свинячий жир. Питома вага d_{15}^{15} 0,915–0,923, Температура плавлення 28–48°. Температура застигання 22–32, Число омилення 193–200, Число Генера 95–96, Йодне число 46–66, Роданове число 44–52.

Хімічний склад, (%) внутрішній жир. Насичені кислоти: міристинова 1,1; пальмітинова 30,4; стеаринова 17,9.

Ненасичені кислоти: тетрадецена 0,1; гексадецена 1,5; олеїнова 41,2; лінолева 5,7. Хімічний склад (%). Шпик: насичені кислоти: міристинова 1,3; пальмітинова 28,3; стеаринова 11,9. Ненасичені кислоти: Тетрадецена 0,2; гексадецена 2,7; олеїнова 47,5; лінолева 6,0. Хімічний склад, (%) Підшкірний жир. Насичені кислоти: міристинова 0,8; пальмітинова 25,0; стеаринова 12,2. Ненасичені кислоти: тетрадецена 0,2; гексадецена 2,0; олеїнова 48,1; лінолева 7,8.

Таблиця 5

Показники якості баранячого жиру

Назва показників	Баранячий жир		
	вищий сорт	I сорт	збірний
Колір при температурі 15–20 °С	Білий або світло-жовтий	білий чи жовтуватий, допускається блідо-зелений	Білий або жовтуватий, допускається злегка сіруватий
Запах і смак	Нормальний, чистий без стороннього присмаку і запаху	Такий самий, як для вищого сорту, допускається легкий піджаристий	Такий самий, як для першого сорту, допускається легкий піджаристий, а також легкий запах свіжої шквари
Консистенція при 15–20°С	Тверда	Тверда	Тверда
Прозор. у розтопл. стані	Прозорий	Прозорий	мутнуватість
Вологи, не більше (%)	0,2	0,3	0,5
Кислотне число, не більше	1,25	2,25	3,5

Показники якості свинячого жиру наведено у таблицях 6, 7.

Таблиця 6

Константи свинячого жиру

Вид жиру-сирцю	Гліцериди				Жирні кислоти			
	число омилен	йодне число	роданове число	число нейтрал	середня молекулярна маса	йодне число	роданове число	внутр. йодне число
Сальник	192	56,1	51,5	198	283	59,7	54,5	92,5
Нирковий	197	56,9	46,9	203	276	57,9	48,1	95,5
Підшкірний	195	58,1	47,7	202	277	61,3	50,4	93,3
Вид жиру-сирцю	Гліцериди (в %)				Жирні кислоти (в %)			
	неомилювані	насичені кислоти	олеїнова кислота	лінолева кислота	насичені кислоти	олеїнова кислота	лінолева кислота	лінолева кислота
Сальник	0,21	40,3	54,2	5,3	39,6	54,7	5,7	
Нирковий	0,19	45,5	42,8	11,5	46,7	42,5	10,8	
Підшкірний	0,18	44,6	43,2	12,0	44,2	43,9	12,0	

Таблиця 7

Показники якості свинячого жиру

Назва показників	Свинячий жир			
	Вищий	екстра	I сорт	збірний

	сорт			
Колір при температурі 15–20 °	Білий	білий	допускається жовтуватий відтінок	Білий або жовтуватий, допускається злегка сіруватий відтінок
Запах і смак	чистий без стороннього присмаку і запаху	Такий самий, як для вищого сорту,	допускається легкий піджаристий	допускається легкий піджаристий, а також легкий запах свіжої шквари
Консистенція при 15–20	Пастоподібна, або щільна			
Прозор. у розтопл. стані	Прозорий	Прозорий	Прозорий	Допускається мутнуватість
Вологи, не більше (%)	0,2	0,25	0,3	0,5
Кислотне число, не більше	1,0	1,25	2,25	3,5

Показники якості кісткового жиру наведено в таблиці 8.

Таблиця 8

Показники якості кісткового жиру

Назва показників	Кістковий жир		
	вищий сорт	I сорт	збірний
Колір при температурі 15–20 °	Світло-жовтий, або жовтий		
Запах і смак	чистий без стороннього присмаку і запаху	допускається легкий піджаристий	допускається легкий піджаристий
Консистенція при T 15–20	Рідка, пастоподібна, щільна		
Прозор. у розтопл. стані	Прозорий	Прозорий	Допускається мутнуватість
Вологи, не більше (%)	0,2	0,3	0,5
Кислотне число, не більше	1,25	2,25	3,5

Із основного виду сировини, яка виробляється безпосередньо із жирової сировини, в процесі виготовлення різних ковбасних виробів отримують столові жири.

Столовий харчовий жир. Столовий харчовий жир є змішаним жиром, отримують його при варінні у відкритих котлах: ковбас, субпродуктів, студнів, кісток, залишків від витоплювання харчових жирів, а також при виварюванні

м'яса у стерилізаторі чи відкритих котлах. Цей жир використовують у громадському харчуванні а також для промислової переробки (табл. 9).

Таблиця 9

Показники якості столового харчового жиру.

Назва показників	Столовий харчовий жир	
	I сорт	збірний
Колір	Білий, жовтий, допуск. різних відтінків	Кремовий, темножовтий
Запах і смак	Специфічний	Специфічний, бульйону, жареного м'яса, або шкварок, не допускається прогірклий, запах, осалювання, або, який інший, сторонній запах чи присмак
Консистенція при t 5–20	Пастоподібна, щільна	
Прозор. у розтопл. стані	Прозорий	Допускається мутнуватість
Вологи, не більше (%)	0,3	0,5
Кислотне число, не більше	2,25	3,5
Температура плавлення (°C)	До 48	До 50

Лабораторна робота 2

Формування асортименту і харчова цінність тваринних топлених жирів

Для виробництва тваринних топлених жирів використовують жирову тканину (жир-сирець) і кістки великої рогатої худоби, свиней, овець та іншої худоби і птиці, що залишаються після обробки туш, виготовлення напівфабрикатів, субпродуктів тощо на забійних і м'ясопереробних підприємствах.

Жир-сирець поділяють на яловичий, свинячий, баранячий I і II групи. До першої групи відносять кращу за якістю і властивостями сировину: сальник, жири навколонишковий, навколосердечний, підшкірний, обрізки свіжого сала, жирові обрізки від зачищення туш, жирне вим'я молодняка, жир з лівера, жирові обрізки з ковбасного і консервного цехів тощо.

До другої групи відносять жир шлунку, кишковий жир, жирові обрізки від ручного обряджування туш, мездровий жир (при ручному зачищенні шкіри свиней або на миздрильних машинах) тощо.

Якість жиру-сирцю залежить від віку, статі, вгодованості тварин. З сировини першої групи можна витопити більше жиру вищого сорту, ніж з

сировини другої групи.

Для виготовлення жиру використовують кістки усіх видів забійних тварин, але основною сировиною є кістки великої рогатої худоби.

Для тривалішого зберігання жир-сирець консервують заморожуванням і солінням. Підготовка жиру-сирцю до витоплювання складається з його оборки (зачищення), промивання, охолодження, грубого і тонкого подрібнення. Витоплювання жиру проводиться на обладнанні періодичної і безперервної дії мокрим і сухим способами. Під час мокрого витоплювання жирова сировина весь час знаходиться у безпосередньому контакті з водою або парою, внаслідок чого утворюється жир топлений, шквара і бульйон, які розділяються. Топлений жир рафінують (видаляється вода, білкові речовини).

Під час сухого витоплювання жирова сировина контактує з нагрітою поверхнею виварного апарату, внаслідок чого утворюється жир і шквара, які розділяються. Температура топлення жиру-сирцю впливає на якість готового продукту. Більш високої якості жир отримують при температурі топлення 65—70°C. Тому в першій фазі витоплюють жир при цій температурі, переважно вищого сорту, а в другій фазі при температурі 75—95° С — жир першого сорту. Залишковий жир, що міститься у шкварі, витоплюють при вищій температурі — до 120°C і тиску в автоклаві 0,20—0,225 МПа. Таким чином отримують жир низької якості: збірний або технічний. :

Для підвищення стійкості жирів, що закладаються на довготривале зберігання, в них до охолодження додають синтетичні антиоксиданти — бутилоксианізол (БОА) і бутилокситолуол (БОТ) — до 0,02% та природні антиоксиданти.

Жири тваринні топлені виробляють таких видів: яловичий, свинячий, баранячий, кістковий вищого і першого товарних сортів та збірний, який на товарні сорти не поділяють. В невеликих кількостях виробляють гусячий, курячий, качиний жири, а в країнах Середньої Азії також кінський.

За біологічною цінністю тваринні топлені жири поступаються оліям, що зумовлено меншим вмістом в них поліненасичених незамінних біологічно цінних жирних кислот, вітамінів і більш високим — насичених жирних кислот. Так, в оліях соняшниковій, соєвій, кукурудзяній міститься від 50,8 до 59,8% лінолевої кислоти, а в тваринних топлених жирах — 1,3-9,4%; вміст вітаміну Е в цих оліях коливається від 34 до 114 мг%, а в тваринних топлених жирах — від 0,9 до 1,7 мг%. В оліях міститься більше, ніж в тваринних топлених жирах, вітаміну А, каротину, а також фосфоліпідів, яких зовсім немає в тваринних жирах. Тваринні топлені жири засвоюються гірше (73-95%), ніж олії (95-98%).

Серед тваринних топлених жирів найвищу біологічну цінність має свинячий жир, бо у ньому міститься більше незамінної лінолевої кислоти (9,4%), вітаміну Е (6 мг%), він має найнижчу температуру топлення (33-46°C) і добре засвоюється (90-96%).

Кістковий жир з трубчастих кісток має також низьку температуру топлення, засвоюється на 97%. Яловичий і баранячий жири мають найменшу біологічну цінність і засвоюваність (73-84%).

Збірний жир отримують з сирі сировини, що залишається після витоплювання жиру вищого і першого сортів, при виробництві ковбасних виробів, копчень, субпродуктів, драглів, варіння м'яса. Цей жир може мати смак і запах спецій, копчень, бульйону, шквари, може бути підсмажений, мати мазеподібну і щільну консистенції. Колір його білий, жовтуватий, темно-жовтий з сіруватим відтінком.

Лабораторна робота 3

Правила приймання і методи досліджень жирів

1. Правила приймання

1.1. Топлені тваринні жири приймають партіями. Під партією розуміють будь-яку кількість жиру одного виду та сорту в однаковій упаковці, оформлену одним документом про якість.

При транспортуванні жиру в цистернах кожен цистерну приймають за партію.

- Кожну пакувальну одиницю піддають перевірці на відповідність вимогам згідно упакування та маркування.

- Для перевірки якості жиру з різних місць партії відбирають 10 % об'єму партії, але не менше 5 пакувальних одиниць (бочок, ящиків, набивних барабанів).

- Від партії жиру, фасованого в споживчу упаковку, відбирають по одній пакувальній одиниці від кожних 100.

- Відбір проби жиру з приймача (відстійника) здійснюють перед зливом його в цистерну. Маса проби повинна бути не менше 600 г.

- При отриманні незадовільних результатів хоча б по одному з показників проводять повторні дослідження на подвоєній вибірці, узятій від тієї ж партії, або на подвоєному об'ємі проб (для цистерн).

- Результати повторних досліджень розповсюджуються на всю партію.

2. Методи досліджень

2.1. Відбір проб

1. Перед розкриттям тари з продукцією кришки, на які нанесено маркування, очищають від забруднень, промивають або протирають.

2. Відбір точкових проб проводять з різних шарів кожної пакувальної одиниці чистим сухим пробовідбірником, щупом, ножом, шпателем.

3. Пристрої (пробовідбірники, щупи та ін.), які використовуються для відбору проб, повинні бути виготовлені з нержавіючої сталі, алюмінію або полімерних матеріалів, дозволених Мінохоронздоров'я України для застосування в харчовій промисловості.

Не допускається застосування несправних, забруднених та зі слідами іржі пристроїв.

2.1.4. При відборі проб жиру з транспортної тари (бочки, ящики, набивні барабани) заздалегідь відкривають замок на мішку-вкладиші. Відбір проб

проводять на глибині не менше 50 см від поверхні.

2.1.5. Від партії жиру в брикетах, стаканчиках, банках і іншій споживчій упаковці точкові проби відбирають в кількості до 50 г після розкриття або зняття упаковки.

2.1.6. Точкові проби, поміщені в чисту суху банку, складають об'єднану пробу. Маса об'єднаної проби повинна бути не менше 600 г.

Об'єднану пробу скеровують в лабораторію, де жир розплавляють до мазеподібної консистенції, поміщаючи банку в гарячу воду, і ретельно перемішують.

При скеруванні об'єднаної проби в лабораторію, розташовану поза підприємством, її поміщають у скляну або металеву, викладену пергаментом банку, щільно закривають притертою чи корковою пробкою або закривають металевою кришкою, опечатують, наклеюють етикетку де вказують вид жиру, номер партії або проби і супроводжують актом відбору проб, у якому вказують:

Назву підприємства-виробника, його підпорядкування;

- вид і сорт жиру;
- номер партії;
- дату виготовлення;
- дати відбору проб;
- позначення стандарту;
- прізвища і посади осіб, що відбирали проби.

3. Рекомендовані розміри і форми пристроїв для відбору проб

3.1 Залежно від консистенції жиру для відбору проб застосовують різні форми і розміри пристроїв:

3.2 Для жирів **рідкої** консистенції:

пробовідбірник являє собою трубку з внутрішнім діаметром 25 мм і довжиною дещо більшою за висоту тари, в якій проводять відбір проб жиру; нижній кінець трубки рівно обрізаний і має невелике конічне розширення, оснащене дерев'яною конічною пробкою заввишки близько 15 мм, прикріпленою до пружного металевого стержня, діаметр якого близько 6 мм, а довжина більше довжини трубки на 150–200 мм; циліндр з внутрішнім діаметром 60 мм, заввишки 100 мм; до циліндра із зовнішньої сторони прикріплений прут з цього ж металу довжиною 1500 мм, діаметром близько 5 мм; до циліндра за допомогою петлі прикріплена кришка (пластинка); зверху до кришки прикріплений гачок або кільце з шнуром, за допомогою якого відкривається кришка;

3.3 Для жирів **мазеподібної** консистенції:

щуп являє собою трубку діаметром 25 мм і довжиною 750 мм, що має проріз завдовжки 715 мм і шириною 18 мм; краї прорізу закруглені по всій довжині щупа; нижній кінець трубки загострений і заточений з внутрішньої сторони під кутом 15°, на верхньому кінці трубки прикріплено руків'я;

3.4 Для жирів **твердої** консистенції:

щуп, описаний в підгрупі б, із застосуванням столярного коловороту, прикріпленого за допомогою патрона з різьбою; щуп являє собою

конусоподібну трубку завдовжки 500 мм з прорізом по всій довжині; нижній кінець загострений, діаметр нижнього кінця 20 мм, верхнього – 30 мм; зверху до трубки прикріплене масивне міцне руків'я (табл. 10).

Таблиця 10

Дефекти топлених жирів та причини їх виникнення.

Види дефекту	Причини їх виникнення
Зміни кольору	Наявність гемових пігментів в жир сировині внаслідок прирізів м'язової тканини; неповне усунення крові та вмісту кишечника при промиванні; утворення розчинних у жирі продуктів температурного розпаду білків, в процесі витоплювання при підвищених температурах, в умовах малої кількості вологи, окислюючи зміни каротину яловичого жиру при зберіганні.
Поява стороннього запаху і смаку.	Наявність у жирсировині частинок шлунково-кишкового тракту; утворення розчинних у жирі продуктів термічного розпаду білків у процесі витоплення жирів; нагромадження продуктів окислювального розкладу при зберіганні жирів; попадання в корм тварин різних із сильним запахом жиророзчинних речовин; зберігання витоплених жирів в дерев'яній тарі із хвойних порід дерев.
Зміна консистенції	Неправильний підбір сировини (надлишок підшкірного жиру); повільне охолодження витопленого жиру; підвищення вмісту води в розтопленому жирі; окислення жирів при зберіганні.
Непрозорий жир	Недостатнє очищення жиру від механічних домішок в процесі сепарування та відстоювання.

4.6 *Визначення прозорості*

4. *Визначення смаку, запаху, консистенції, кольору і прозорості.*

Підготовка проби для органолептичної оцінки

Органолептичну оцінку здійснюють не пізніше, ніж через 21 год. з моменту відбору проби. До початку дослідження пробу зберігають в холодильнику при температурі 0 – -4° С.

Запах, смак, консистенцію і колір визначають органолептично при температурі жиру 15–20°С.

4.3 Консистенцію визначають в об'єднаній пробі шляхом натискання шпателем на жир. При дослідженні встановлюють консистенцію жиру: тверда, мазеподібна, рідка.

4.5 Колір жиру визначають у відбитому денному розсіяному світлі. Жир поміщають на пластинку молочного скла так, щоб товщина шару була 5 мм, після чого визначають колір.

При випробуванні встановлюють колір і відтінок випробовуваного жиру, наприклад жовтий, світло-жовтий, світло-жовтий із зеленуватим відтінком і т.д.

Апаратура

Пробірки з безколірного скла з внутрішнім діаметром 13-17 мм, заввишки 150 мм. Водяна баня.

Термометр скляний технічний з діапазоном вимірювання 0-100°C з допустимою похибкою вимірювання $\pm 0,1$ °C

Проведення дослідження. Для визначення прозорості в пробірку поміщають жир з таким розрахунком, щоб заповнити розплавленим жиром не менше половини пробірки. Пробірки з жиром поміщають у водяну баню для розплавлення жиру. Розплавлений жир, що має температуру 60-70°C, розглядають в денному розсіяному проникаючому світлі.

За наявності в жирі міхурців повітря пробірці дають постояти при вищезгаданій температурі протягом 2–3 хв, після чого визначають прозорість. Жир доброякісний – прозорий, жир недоброякісний – мутний. Одержані дані порівнюють із табличними даними.

Лабораторна робота 4

Аналіз якості харчових жирів

Ознайомлення з основними технологічними особливостями виробництва харчових жирів, вивчення основних показників якості харчових жирів.

При несприятливих умовах зберігання під впливом кисню повітря, світла, підвищеної температури та деяких інших чинників у жирах відбуваються різні зміни (гідроліз та окиснення), які можуть привести до зниження якості жирів або їх псування. Унаслідок цих змін жир набуває неприємного сального або прогірклого смаку.

Опис методів контролю

Якість харчових жирів оцінюють за органолептичними та фізико-хімічними показниками відповідно до чинних нормативних документів.

Органолептична оцінка якості. У жирах визначають такі органолептичні показники якості: запах, смак, колір, прозорість або консистенцію.

Прибори, посуд і реактиви: пробірка хімічна з пробкою, водяна баня, термометр скляний із діапазоном вимірювання температури 0...100° С із ціною поділки 1° С, предметне скло, мірні циліндри, секундомір.

Методика визначення запаху. Зразок жиру поміщують у пробірку, закривають пробкою і нагрівають на водяній бані до температури 50° С. Зразок підігрітого жиру наносять тонким шаром на предметне скло. Розташовують проби в ряд за зростанням інтенсивності запаху, відзначаючи його відтінки (відсутність стороннього запаху, слабо виражений або різко виражений запах прогірклого жиру тощо)

Методика визначення смаку. Оцінку смаку починають зі зразка, якому

властива мінімальна інтенсивність запаху. Беруть у рот близько 3...5 мл жиру, розподіляють його по всій порожнині рота та тримають приблизно 25...30 с. Відзначають наявність або відсутність стороннього присмаку, гіркуватого присмаку різної інтенсивності, смаку, від якого дере в горлі. Потім пробу видаляють із рота, ретельно полощуть порожнину рота теплою водою.

Методика визначення кольору. Для визначення кольору рідкого жиру його наливають до склянки діаметром 5 см, крізь яку проходить денне світло. При цьому температура жиру має бути 20° С, а кількість у склянці – не менше 5 см. Під час оцінювання твердих жирів необхідно пробірки з дослідними зразками притулити до аркуша білого паперу.

Методика визначення прозорості. 100 мл олії витримують у мірному циліндрі за температури 20° С 20 хв та оцінюють наявність каламутності. Прозорість визначають, помістивши циліндр з олією між очима і джерелом світла, але не на одній лінії.

Вивчення фізичних властивостей харчових жирів. Під час дослідження фізичних властивостей харчових жирів визначають: відносну густину, температури застигання та плавлення, в'язкість, коефіцієнт заломлення.

Визначення відносної густини. Густина жирів характеризує склад жирних кислот, що входять до молекули тригліцериду.

Прибори, посуд і реактиви: хімічні склянки об'ємом 50 см³, ваги лабораторні 2-го класу точності з межею зважування 200 г.

Методика визначення. Відмірюють 50 мл жиру та визначають його масу. Густина жиру відносно води розраховують за формулою 13:

$$d = \frac{M_{ж}}{M_{в}}, \quad (13)$$

де $M_{ж}$ – маса 50 мл жиру, г;

$M_{в}$ – маса 50 мл води, г.

Визначення температури плавлення та застигання.

Температуру застигання та плавлення визначають для твердих жирів.

Прибори, посуд і реактиви: хімічні склянки об'ємом 50 см³, ваги лабораторні 2-го класу точності з межею зважування 200 г, водяна баня, термометр скляний із діапазоном вимірювання температури 0...100° С із ціною поділки 1° С.

Методика визначення температури плавлення. Харчовий жир, який має тверду консистенцію, поміщають у хімічну склянку і нагрівають на водяній бані. За допомогою термометра фіксують температуру, за якої жир із твердого стану переходить у рідкий. Це значення температури відзначають як температуру плавлення жиру.

Методика визначення температури застигання. Харчовий жир розігрівають у склянці на водяній бані до рідкого стану, занурюють термометр й охолоджують до застигання. При цьому відзначають температуру, за якої жир

застигне (перейде з рідкого стану в твердий).

Визначення в'язкості. В'язкість жирів та олій залежить від молекулярної маси жирних кислот, що входять до складу тригліцеридів. Із збільшенням молекулярної маси жирних кислот в'язкість збільшується і знижується зі збільшенням числа подвійних зв'язків. В'язкість натуральних жирів і масел має велике значення під час встановлення природної чистоти жиру.

Прибори, посуд і реактиви: капілярний віскозиметр, піпетки, термометр скляний із діапазоном вимірювання температури $0...100^{\circ}\text{C}$ із ціною поділки $0,1^{\circ}\text{C}$, секундомір, дистильована вода.

Методика визначення. Наливають піпеткою дистильовану воду (досліджуваний зразок харчового жиру) вище позначки у верхньому капілярі. Віскозиметр поміщають у водяну баню за температури 20°C (температури плавлення окремого виду харчового жиру) при закритому затиску. Після встановлення температури відкривають затиск і, як тільки речовина пройде верхню позначку, включають секундомір, зупиняючи його, коли речовина дійде до другої (нижньої) позначки. Визначають час із точністю до 2 с, для розрахунку беруть середнє значення не менше трьох результатів.

Після дослідження харчовий жир виливають із віскозиметра, промивають прилад розчинником (наприклад, хлороформом) і просушують у сушильній шафі (з розчинником жиру слід працювати під тягою). **Визначення коефіцієнта заломлення.** Показник заломлення характеризує чистоту жирів і ступінь їх окиснення, він збільшується за наявності оксигруп, збільшення молекулярної маси та кількості ненасичених жирних кислот у жирно-кислотних радикалах тригліцеридів.

Прибори, посуд і реактиви: скляна паличка, рефрактометр. РФ-22, дистильована вода, папір фільтрувальний.

Методика визначення. Перед початком роботи з рефрактометром перевіряють нульову точку приладу. Для цього скляною паличкою на вимірювальну призму рефрактометра наносять 1...2 краплі дистильованої води, закривають верхню камеру. Направляють промінь світла у вікно верхньої камери, переміщують рукоятку з окуляром вдовж шкали вверх та вниз і знаходять у полі зору межу світлотіні. Керуючи рукояткою, досягають співпадіння межі світлотіні з візирною лінією (якщо при цьому вона співпала з поділкою шкали 1,333 – показник заломлення дистильованої води при 20°C – прилад налаштований правильно). Після чого на призму рефрактометра наносять 1...2 краплі харчового жиру та проводять визначення аналогічно попереднім. Для точності експерименту визначення повторюють 2–3 рази.

Послідовність виконання роботи. Кожний студент проводить аналіз якості харчових жирів за органолептичними та фізико-хімічними показниками.

1. Отримані результати аналізу навести у таблиці 19, зробити висновок за роботою та оформити звіт.

Таблиця 19

Показники якості харчових жирів

Показник	Характеристика		
	олія		масло
	соняшникова	кукурудзяна	вершкове
Органолептичний:			
запах			
смак			
колір			
прозорість			
консистенція			
Фізико-хімічний:			
відносна густина			
температура плавлення, °С			
температура застигання, °С			
в'язкість, Па·с			
коефіцієнт заломлення			

Лабораторна робота 5

Санітарна оцінка жиру

Доброякісний жир – відсутність органолептичних ознак псування і негативні реакції на низькомолекулярні кислоти, перекиси, альдегіди.

Жир, який підлягає терміновій реалізації – відсутність органолептичних ознак псування, темно-жовтий або коричневий колір жиру при реакції на низькомолекулярні жирні кислоти, сумнівна або слабо позитивна реакція на перекиси і відємна реакція на альдегіди.

Жир, який підлягає витоплюванню -- сумнівні органолептичні показники і сумнівна реакція на низькомолекулярні жирні кислоти, перекиси, альдегіди.

Після витоплювання такий жир досліджують повторно, після чого дають заключення про порядок його реалізації.

Жир недоброякісний – чітко виражені недоброякісні органолептичні показники, реакції на низькомолекулярні жирні кислоти і альдегіди позитивні.

Тваринні жири в будь-якому вигляді, в тому числі і диких тварин, допускаються до експертизи та продажу за наявності ветеринарної довідки, виданої з місця заготівлі жиру, яка підтверджує походження даного виду жиру і виду тварин із зазначенням часу і місця його добування.

Борсуковий та байбаковий жири дозволяється продавати лише у топлому вигляді із терміном зберігання за умов доброякісності не більше 6

місяців з дня отримання.

При сумнівній свіжості яловичий, баранячий і свинячий жири набувають темно-сірого кольору, інколи з коричневим відтінком, запах – затхлий, згірклий, стеариновий, смак гіркуватий, розтопленому вигляді – мутний. Поверхня жиру волога і липка. Кислотне число більше 3,5; перекисне 0,07-1, реакції на наявність перекисів та альдегідів, а у свинячого жиру із нейтральним червоним – позитивні. Зіпсований яловичий, баранячий, свинячий жири темно-сірого кольору, інколи з коричневим відтінком, запах – виражений затхлий або згірклий. Поверхня жиру липка, в розтопленому вигляді він мутний. Реакція на наявність перекисів та альдегідів, а у свинячого жиру й з нейтральним червоним – позитивна. Кислотне число більше 5, перекисне більше 0,1. Зіпсовані жири утилізують.

Недоброякісний борсуковий та байбаковий жири з вираженим згірклим запахом. Перекисне число для борсукового жиру 0-0,6; для байбакового – 0,12, реакція на наявність перекисів та альдегідів позитивна, реакція з нейтральним червоним у борсукового жиру дає жовто-коричневе, а у байбакового – коричнево-рожеве забарвлення.

Кислотне число борсукового жиру – 1,6; байбакового – більше 1. Недоброякісний жир утилізують (табл. 11, 12).

Таблиця 11

**Органолептичні і фізико-хімічні показники
доброякісних жирів деяких тварин**

Показники	Свинячий	Баранячий	Яловичий	Байбаковий	Борсуковий
колір	Білий або із жовтуватим відтінком	Білий або слабо-жовтий	Світло-жовтий або жовтий	Світло-жовтий	Світло-жовтий
Запах і смак	специфічний	специфічний	специфічний	характерн. специф.	специфічний
консистенція	пастоподібна	тверда	тверда	рідка	рідка
Температура, °С плавлення застигання	30-40 26-30	44-45 32-40	42-45 27-35	13-16 8	21-25 8-10
Коефіцієнт рефракції при 40 °С	1,4536	1,4566- 1,4383	1,4510- 1,4583	1,467-1,468	1,4562- 1,4564
Питома вага	0,931-0,938	0,932- 0,961	0,923- 0,933	0,901	0,903
Кислотне число	Не більше 3	До 3,5	1,2-3,5	Не вище 0,9	Не більше 1,5
Перекисне число	Не вище 0,06	Не вище 0,06	Не вище 0,06	Не вище 0,05	0,11
Реакція на альдегіди та	--	--	--	Від'ємна	Від'ємна

перекиси					
----------	--	--	--	--	--

Таблиця 12

Деякі відмінні ознаки м'яса й жиру різних тварин

Вид м'яса	Колір м'яса	Колір та консистенція жиру при 20 °С	Температура плавлення, °С	Йодне число жиру
яловичина	Інтенсивно-червоний (від світлих до темних відтінків)	Від світло-жовтого до жовтого. Консистенція щільна, кришиться у руці	42-45	32-47
кони́на	Темно-коричневий, порівняно з м'ясом інших видів більш темний, інколи з бузковим фіолетовим відтінком, після витримання на повітрі- чорно-червоний з синюватим відтінком	Інтенсивно-жовтий(до лимонно-жовтого). Консистенція порівняно з яловичиною більш м'яка, плавиться у руці	28-32	78-84
М'ясо буйволів	Темно-червоний, після остигання бліднішає і відповідає кольору м'яса молодих тварин, на розрізі має фіолетовий відтінок і блиск	Блідий, консистенція щільна, при розтиранні кришиться, сухий, злегка клейкий, до пальців не прилипає	—	—
Барани́на	Від світло-червоного до темно-червоного	Білий або слабо жовтий, консистенція більш щільна, кришиться	44 – 45	31-46
Козля́тинна	Світло-червоний до коричнево-червоного (коричневого)	Сірувато-білий, твердий, на зламі кришиться	—	—
Свинина	Більш світлий – від білувато-рожевого до червоного в деяких частинах туші	Білий або з жовтуватим відтінком. Будова зерниста. Консистенція м'яка	30-40	—
М'ясо кроля	Блідо-рожевий, інколи майже білий	білий	—	—
М'ясо собак	Червоний або темно-коричневий	Сірувато-білий, консистенція м'яка, плавиться в руках	23-27	56-67

Лабораторна робота 6

Санітарно-гігієнічний режим виробництва тваринних

та рослинних жирів

Жировий цех (відділення) розташовують так, щоб його стіни були зовнішніми стінами споруди м'ясо-жирового корпусу м'ясокомбінату з обов'язковим забезпеченням припливу повітря ззовні. Його обладнують примусовою вентиляцією для видалення шкідливих і летких речовин, які виділяються під час витоплювання жиру.

Цех виготовлення харчових жирів має бути відповідно обладнаний, а технологічне обладнання має відповідати певним санітарним вимогам. Залежно від проекту жирсировина подається розбірними жолобами і спусками, а також ковшами або вагонетками. Поверхню цього обладнання роблять з нержавіючого матеріалу, зручною для очищення, знежирення і миття.

Висота приміщень становить не менше 3,5 м. На висоту до 2 м стіни приміщення облицьовують кахлем або цементною штукатуркою. У центрі підлоги влаштовують закритий ґратчастим трапом стік. Підлогу роблять з нахилом 1-2% до збірних колодязів, де обладнують жировловлювачі.

У жировому цеху коефіцієнт природнього освітлення при верхньому або комбінованому освітленні має дорівнювати 3, а при бічному - 1. Площа вікон має бути не менша, ніж 1,8 до площі підлоги. Штучне освітлення приміщень цеху газорозрядними лампами з використанням системи комбінованого освітлення має становити 300 люксів, з системою загального освітлення, при використанні ламп розжарювання при системі комбінованого освітлення - 200 люксів, а при системі загального освітлення - 150 люксів.

У приміщенні обладнують 1-2 бетонні чани, у які з водопровідної мережі надходить холодна вода. Можна використовувати дерев'яні чани або бочки. Тут же встановлюють ваги, м'ясорубки (вовчок) для подрібнення жиру-сирцю, циркулярну пилу для обрізування кінців (кулаків) трубчастих кісток, стелажі та сортувальні столи із мармурової крихти, шліфованих плит або оббиті білою бляхою. В цеху мають бути також тачки або візки для перевезення жиру-сирцю і металеві черпаки.

На малопотужних м'ясопереробних підприємствах у жирових цехах під котлами місткістю 200-250 кг встановлюють печі. Зовні цегляну кладку печей облицьовують кахлем і вкривають залізними листами. Над котлами підвішують зонти для відведення пари назовні.

На великих обладнаних м'ясокомбінатах жир-сирець перетоплюють мокрим способом у автоклавах із застосуванням гострої пари. У процесі такого витоплювання підтримуються температура 70-90 °С і тиск пари 0,15-0,3 МПа, тому обладнати такий цех важче. В цьому випадку жировий цех складається з трьох або й чотирьох приміщень:

1. Приймально-сортувальне і промивання сировини.
2. Апаратне (котельня).
3. Відстійне.
4. Остигальне.

Якщо не вистачає площі, відстійне і остигальне відділення можуть бути в

одному залі. У сортувальне відділення сировина надходить каналними ходами із забійно-розбирального цеху або за допомогою ліфтів чи візків. У цьому ж відділенні встановлюють циркулярну пилу і стіл, на якому при потребі сортують жир-сирець.

У апаратному відділенні встановлюють обладнання для подрібнення жиру-сирцю і котли для витоплювання жиру. Котли бувають одностінні відкриті або закриті (автоклави). Одностінні відкриті котли обладнують змійовиками з отворами для виходу пари прямо до маси подрібненого жиру-сирцю (витоплювання жиру гострою парою). У автоклав пара також надходить трубою (без змійовика). Жир із сировини витоплюється під впливом гострої пари під тиском. У двостінних котлах пару випускають у кожух - нагрівається внутрішня стінка і від неї тепло передається жирові, що міститься у котлі (витоплювання жиру глухою парою). Жир із котлів випускають трубою, шквару із автоклава вигрібають через нижній бічний люк, а з вертикальних котлів випускають через трубу (в корпусі на котлі).

У відстійному відділенні (поверхом нижче) встановлюють відстійники для жиру, жировловлювач (через нього пропускають бульйон і воду, що містять жир), преси для відтискання шквари, візки для перевезення жиру в остигальне приміщення.

Жир, бульйон і воду подають через систему з'єднаних шарнірно труб, щоб їх можна було підводити у відповідне місце. Для подальшої обробки відпресованої харчової шквари встановлюють каналну сушарку, млинок і сито.

Приміщення для готових харчових жирів (температура повітря 0-4°C) відділяють тамбурами, коридорами, повітряними заслінками від суміжних приміщень, що мають інший волого-температурний режим.

Усі процеси виробництва харчових і кісткових жирів проводяться в окремих приміщеннях. Кістки подрібнюють і обрізають в окремому приміщенні. При цеху передбачають наявність жировловлювача та приміщення для приймання і санітарної обробки тари. Тару для харчових топлених жирів і кишок можна приймати в одному приміщенні. Харчові топлені жири видають споживачеві через експедицію холодильника або з камери в цеху.

При плануванні приміщень і розставлянні обладнання мають бути створені умови для забезпечення обслуговування апаратів, проведення ветеринарно-санітарного контролю за виробничими процесами, якістю сировини, готової продукції, а також можливості миття, прибирання і дезінфекції приміщень та обладнання. Металеві сходи (драбини) і майданчики для обслуговування обладнання роблять з рифленою поверхнею, перилами і бортовою обшивкою внизу.

Підлоги мають гладке, волого- і жиронепроникне покриття, яке забезпечує надійну санітарну обробку. Стіни, колони у приміщеннях облицьовують метлахським кахлем до стелі. Стелю фарбують олійною або водоемульсійною фарбою. Колони на висоту 1,5 м відгороджують металом.

Обладнання потоково-механізованих ліній і трубопроводи виготовляють

роз'єднувальними, щоб забезпечити доступ для очищення, санітарної обробки і дезінфекції.

Спуски і жолоби для передавання жирсиловини у жировий цех мають бути відділені від ліній транспортування інших видів м'ясної силовини і виготовлені з нержавіючої сталі або лудженої бляхи. Жирова силовина може надходити у жировий цех з віддалених цехів збирання силовини. В цьому випадку його доставляють у закритому транспорті з кузовом, який всередині обшитий нержавіючою сталлю або лудженим залізом.

Автоклави, чани для витоплювання жиру, відстійники, трубопроводи та інші джерела виділення великої кількості конвекційного тепла повинні мати теплоізоляцію.

Поверхню робочих столів для сортування і обробки жиру-сирцю накривають нержавіючою сталлю або полімерними матеріалами; бажано, щоб кришки столів були з мармурової крихти.

Ванни, вагонетки, чани, ковші, лотки, спуски, жолоби та інший металевий посуд мають бути гладкі, без щілин, без виступаючих заклепок і болтів, що забезпечує ретельне очищення і миття їх; бути виготовленими з нержавіючої сталі або покриті антикорозійним матеріалом з внутрішнього боку, який має контакт із жирсиловиною.

Казани для витоплювання, відстійники, приймальники для жиру і місткості для зберігання обладнують кришками. Внутрішню поверхню місткостей покривають антикорозійним металом або лудять. Завантажувальні лійки вовчків та дрібний інвентар з металу (совки, друшляки та ін.) емальовані або мають антикорозійне покриття. Місткості для нагромадження, зберігання і транспортування харчових топлених жирів виготовляють зі сталі та алюмінію.

На деяких м'ясокомбінатах обладнані цехи безперервного закритого витоплювання жиру. Такі цехи займають меншу площу і для їх обслуговування потрібно небагато людей. При цьому досягається висока якість продукту і забезпечується висока санітарна культура виробництва.

Якщо на забійному підприємстві немає жирового цеху, то жир-сирець треба законсервувати і негайно відправити для переробки на найближчий м'ясокомбінат чи інше м'ясопереробне підприємство. Жири зберігають у темних холодильних приміщеннях при $-3-5^{\circ}\text{C}$ і відносній вологості повітря 90%. Тара для жиру має бути чиста; доцільно зберігати жир в емальованих бочках або у дерев'яній тарі, обробленій казеїновим клеєм чи вистеленій усередині пергаментом. Тара має бути герметична.

Лабораторна робота 7

Визначення ступеня окиснювального псування жиру

Реакція з нейтральним червоним. *Апаратура і реактиви.* Вага лабораторна, потенціометр, ступка фарфорова, бюретка, стакан, колба мірна, вода дистильована, нейтральний червоний (індикатор), свіжоприготований

розчин 10 г/л з рН 7,0–7,2.

Для отримання розчину з рН 7,0–7,2 до нього додають з бюретки при постійному перемішуванні краплями 0,01 г/л розчин гідроокису калію або гідроокису натрію (не більше 0,8–1,0 мл).

Калію гідроокис за ДСТ 24363, ч.д.а., розчин 0,01 г/л, розчин 0,01 г/л або натрію гідроокис за ДСТ 4328, розчин 0,01 г/л.

Проведення дослідження:

Шматочок топленого жиру масою від 0,5 до 1,0 г поміщають у фарфорову ступку, заливають розчином нейтрального червоного, розтирають товкачем протягом 1 хв і зливають розчин нейтрального червоного. Краплі рідини, що залишилися, якщо вони заважають спостереженню, змивають водою і спостерігають за забарвленням жиру.

Ступінь окислювального псування жиру визначають за таблицею 13.

Таблиця 13

Свинячий і баранячий		Яловичий	
Забарвлення	Ступінь окислювального псування	Забарвлення	Ступінь окислювального псування
Від жовтого з зеленуватим відтінком до жовтого	Свіжий	Від коричневого до жовтого	Свіжий
Від темно-жовтого до коричневого	Свіжий, не підлягає зберіганню	Від коричневого до коричнево-рожевого	Свіжий, не підлягає зберіганню
Від коричневого до рожевого	Сумнівної свіжості	Від коричнево-рожевого до рожевого	Сумнівної свіжості
Від рожевого до червоного	Зіпсований	Від рожевого до червоного	Зіпсований

Примітка. Реакція з нейтральним червоним не придатна для жирів, що піддавалися нейтралізації, і для жирів, витоплених з відходів ковбасного виробництва.

Визначення перекисного числа

Перекисним числом називають кількість грамів йоду, виділеного з йодистого калію перекисами, що містяться в 100г жиру. Це кількість первинних продуктів окислення, які виділяють із водного розчину йодистого калію – йод.

Вміст перекисів у жирах, виявляють до появи неприємного запаху і смаку. Вміст перекисних сполук у жирах незначний, що зумовлено їх швидким перетворенням у речовини, які не містять перекисного кисню. У склад перекисних сполук входять переважно гідроперекиси, перекиси, диакілперекиси.

Апаратура, матеріали і реактиви: колба конічна, бюретка, піпетки, циліндр мірний, секундомір, вага лабораторна, баня водяна.

Натрію тіосульфат, розчин 0,01 моль/л, калій йодистий, хлороформ для наркозу. Кислота оцтова льодяна х.ч., крохмаль розчинний, розчин 10 г/л, вода дистильована.

Проведення дослідження: у конічну колбу з притертою пробкою вносять наважку жиру 0,8–1,0 г, розплавляють на водяній бані і по стінці колби, змиваючи сліди жиру, вливають з циліндра 10 мл хлороформу, а потім з іншого циліндра – 10 мл льодяної оцтової кислоти. Швидко вливають 0,5 мл насиченого свіжоприготованого розчину йодистого калію. Закривають колбу пробкою, змішують вміст колби обертальним рухом і одночасно перевертають пісочний годинник або включають секундомір. Колбу ставлять в темне місце на 3 хв. Потім вливають 100 мл дистильованої води, в яку наперед був доданий 1 мл розчину крохмалю. Титрують розчином тіосульфату натрію до зникнення синього забарвлення.

Для перевірки чистоти реактивів проводять контрольне визначення. Реактиви вважають придатними для проведення випробування, на контрольне визначення йде не більш 0,07 мл розчину тіосульфату натрію (табл. 14).

Таблиця 14

Перекисне число		М _{екв.} активного кисню на 1 кг жиру	Ступінь окислювального псування
Відсоток йоду			
До 0,03		До 1,05	Свіжий
Від 0,03 до 0,06		Від 1,05 до 2,10	Свіжий, не підлягає зберіганню
» 0,06 » 0,10		» 2,10 » 3,00	Сумнівної свіжості
Більше 0,10		Більше 3,00	Зіпсований

Обробка результатів

Перекисне число (X_1) у відсотках йоду обчислюють за формулою:

$$X_1 = \frac{(V-V_1) \cdot K \cdot 0,00127 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

де V – об'єм 0,01 моль/л розчину тіосульфату натрію, витраченого на титрування при проведенні основного досліді з наважкою жиру, мл;

V_1 – об'єм 0,01 моль/л розчину тіосульфату натрію, витраченого на титрування при проведенні контрольного досліді (без жиру), мл;

m – маса наважки досліджуваного жиру, г;

K – коефіцієнт поправки до розчину тіосульфату натрію для перерахунку на точний 0,01 моль/л розчину;

0,00127 – кількість грамів йоду, еквівалентна 1 мл 0,01 моль/л розчину тіосульфату натрію.

Перекисне число (X_1) вміліеквівалентах ($M_{\text{екв.}}$) активного кисню на кілограм жиру обчислюють за формулою:

$$X_1 = \frac{(V-V_1) \cdot N \cdot 1000}{m} \quad (2)$$

де N – нормальність розчину тіосульфату натрію, г/л;

1000 – коефіцієнт переводу грамів в кілограми.

Ступінь окислювального псування жиру, залежно від перекисного числа, визначають за табл. 3.

6.2.1. За кінцевий результат випробування беруть середнє арифметичне результатів (\bar{X}) двох паралельних визначень, допустима розбіжність між якими не повинна перевищувати при $P=0,95$ 12% по відношенню до середнього арифметичного. Обчислення проводять до третього десяткового знаку і округляють до другого.

6.2.2 Допустима розбіжність між результатами досліджень, виконаних в двох різних лабораторіях, не повинна перевищувати 25% по відношенню до середнього арифметичного значення при $P=0,95$.

6.2.3 Значення середньоквадратичного відхилення випадкової складової похибки вимірювань перекисного числа однієї і тієї ж проби в різних лабораторіях при допустимих методикою змінах впливаючих чинників складає $0,002 \bar{X}$. Таблиця 3

6.3 Визначення кислотного числа

Жири містять в своєму складі незначну кількість вільних жирних кислот, яка збільшується при тривалому зберіганні жиру. Кислотне число характеризує межі збільшення цих вільних кислот і виражається в міліграмах їдкого калію, необхідного для нейтралізації вільних кислот, що входять до складу 1 г досліджуваної речовини. Кислотним числом називають кількість міліграмів гідроокису калію, необхідної для нейтралізації вільних жирних кислот, що містяться в 1 г жиру.

Кислотне число є важливим показником якості харчових жирів і нормується усіма ДСТ-ами та технічними умовами. Значення кислотного числа характеризує товарний сорт та доброякісність. При недотриманні режимів та термінів зберігання кислотне число збільшується, що зумовлено переважно, гідролізом тригліцеридів. Кислотне число може підвищуватись і у результаті біологічного окислення ненасичених жирних кислот гліцеридів під дією ліпоксигеназ.

А п а р а т у р а, матеріали і реактиви:

Колба конічна, бюретки, баня водяна, вага лабораторна загального призначення 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г, фенолфталеїн по ТУ 6–09–5360, ч.д.а., спиртовий розчин 10 г/л; тимолфталеїн за ТУ 6–09–1887, ч.д.а, спиртовий розчин 10 г/л, калію гідроокис розчин 0,1 моль/л або натрію гідроокис, розчин 0,1 моль/л, ефір етиловий, спирт етиловий ректифікований за ДСТ 5962 або спирт етиловий ректифікований технічний за ДСТ 18300.

Підготовка до дослідження:

Для проведення дослідження готують суміш етилового ефіру та етилового спирту в співвідношенні 2:1 з відповідним індикатором, нейтралізовану розчином гідроокису калію або гідроокису натрію до слабкої зміни забарвлення індикатора. Розчин індикатора додають до спиртово-ефірної суміші з розрахунку, щоб у 250 мл спиртово-ефірної суміші містилося:

1 мл розчину фенолфталеїну при дослідженні харчових і світлих технічних жирів;

5 мл розчину тимолфталеїну при дослідженні технічних жирів, що мають темне забарвлення.

Проведення дослідження:

Наважку досліджуваного жиру 3–5 г (для технічного жиру 1,0–1,5 г) зважують в конічну колбу, розплавляють на водяній бані, доливають 50 мл нейтралізованої спиртово-ефірної суміші і збовтують.

Одержаний розчин при постійному помішуванні швидко титрують розчином гідроокису калію або гідроокису натрію до чіткої зміни забарвлення, обумовленого присутністю індикатора (фенолфталеїн – рожеве, тимолфталеїн – синє).

Якщо при титруванні рідина мутніє, то в колбу додають 1,5–10 мл спиртово-ефірної суміші і збовтують до зникнення мутнуватості; при необхідності колбу з вмістом можна злегка нагріти на водяній бані, охолодити до кімнатної температури і потім закінчити титрування.

При титруванні 0,1 моль/л водним розчином гідроокису калію або гідроокису натрію об'єм спирту, вживаного у складі спиртово-ефірної суміші, з метою уникнення гідролізу мила, що утворюється, повинен перевищувати разів у п'ять кількість витраченого розчину гідроокису калію або гідроокису натрію.

Обробка результатів:

Кислотне число (X_2) в мг КОН обчислюють за формулою:

$$X_2 = \frac{V \cdot K \cdot 5,61}{m} \quad (3)$$

де V – об'єм 0,1 моль/л розчину гідроокису калію або гідроокису натрію, витраченого на титрування, мл;

K – поправка до розчину лугу для перерахунку на точний 0,1 моль/л розчин;

5,61 – кількість гідроокису калію, що міститься в 1 мл 0,1 моль/л розчину;

m – наважка досліджуваного жиру, г.

6.3.1. За кінцевий результат дослідження беруть середнє арифметичне результатів (\bar{X}) двох паралельних визначень, допустима розбіжність між якими не повинна перевищувати при $P=0,95$ 6% відносно середнього арифметичного. Кінцевий результат заокруглюють до другого десяткового знаку.

6.3.2. Допустима розбіжність між результатами досліджень, проведених в двох різних лабораторіях, при $P=0,95$ не повинна перевищувати 12% відносно середнього арифметичного.

6.3.3. Значення середньоквадратичного відхилення випадкової складової похибки вимірювань кислотного числа однієї і тієї ж проби в різних лабораторіях допускаються методикою при змінах впливаючих факторів і становить $0,042 \bar{X}$.

Лабораторна робота 8

Методи визначення антиоксидантів у жирах

Для підвищення стійкості жирів, що закладаються на довготривале зберігання, в них до охолодження додають синтетичні антиоксиданти до 0,02% та природні антиоксиданти.

Даний стандарт розповсюджується на харчові і кормові тваринні топлени жири та кормову муку тваринного походження і встановлює методи визначення антиоксидантів: бутилокситолуолу, бутилоксианізолу, бутилокситолуолу і бутилоксианізолу при їх одночасній наявності, сантохіну і ніфлексу-Д.

1. Відбір проб

1.1. Відбір проб – за ДСТ 8285–91

2. Апаратура, матеріали і реактиви

Для проведення досліджень використовують наступні апаратуру, матеріали і реактиви:

апарат для відгонки; апарат струшуючий; баню водяну; баню масляну;

баню з льодом; електроплитку із закритою спіраллю; вагу лабораторну загального призначення, 1 і 2-го класів точності; вазелін медичний; масло мінеральне (температура димоутворення 270 °С, температура запалювання 360 °С – масло Вапор Т); спектрофотометр типу СФ-4 або фотометр типу ФТ-2, або фотоелектрокалориметр марки ФЕК 56М, або інших аналогічних марок;

рідину силіконову температурою спалаху не нижче 300 °С;

колби конічні з термостійкого скла місткістю 1000 або 2000 мл і колби конічні з пришліфованою пробкою місткістю 25, 50 і 100 мл; колби мірні місткістю 50, 100, 200, 250 мл; піпетки місткістю 0,5, 1,0, 2,0, 5,0, 10,0, 20,0 мл; холодильник скляний лабораторний типу ХПТ-КШ 600; термометр скляний технічний; циліндри виконань 1 і 2 (з притертою пробкою) місткістю 25, 50, 250 мл;

- лійки скляні лабораторні, діаметром 50 мм і ділильні місткістю 250 мл;
- стакани скляні місткістю 50, 100 і 150 мл; колби В'юрца місткістю 250 мл;
- банки скляні місткістю 200, 250 мл; кальцій хлористий кристалічний, х.ч.;
- магній хлористий, водний розчин (100 г хлористого магнію в 50 мл дистильованої води); залізо хлорне, свіжоприготований 0,2 %-ний водний розчин;
- спирт етиловий ректифікований технічний, 96, 72 і 50 %-ні водні розчини;
- бутанол-1, х.ч.; α, α' -дипіридил (0,2 г α, α' -дипіридилу розчиняють в 1 мл 96%-ного етилового спирту і доводять об'єм до 100 мл дистильованою водою);
- бутилокситолуол (іюнол) кристалічний;

- спирт ізопропіловий; кислоту соляну, концентровану, 5 %-ний розчин, 1 моль/л;
- натрій азотистокислый, 0,2 і 0,5 %-ні водні розчини і 2,5 %-ний спиртовий розчин;
- хлороформ технічний; 2,6-дихлорхінонхлорімід, свіжоприготований 0,01 %-ний спиртовий розчин; гліцерин дистильований; паранітроанілін, 0,5 %-ний спиртовий розчин; кислоту сульфанілову (0,5 % сульфанілової кислоти в 5 %-ному розчині соляної кислоти); натрію гідроокис 0,1 моль/л (0,1 н.) розчин;
- натрій тетраборнокислий, 10-водний (бура), 2 %-ний водний розчин; ефір петролейний; бутилоксіанізол кристалічний; воду дистильовану; о-діанізидин;
- натрій хлористий х.ч., насичений розчин; ацетон; сантохін; ніфлекс-Д;
- папір фільтрувальний лабораторний.

3. Підготовка до аналізу

Приготування солянокислого розчину о-діанізидину

Наважку 0,5 г о-діанізидину поміщають в 100 мл ізопропілового спирту, добре збовтують. Суміш фільтрують, 40 мл фільтрату переносять в мірну колбу місткістю 100 мл і доводять до мітки 1 моль/л розчином соляної кислоти.

Приготування основного і стандартного розчинів бутилоксітолуолу.

Для приготування основного розчину наважку бутилоксітолуолу масою 0,04 г переносять 96 %-ним етиловим спиртом в мірну колбу місткістю 200 мл і після розчинення доводять етиловим спиртом до мітки при температурі 20 °С. Основний розчин містить 0,2 мг бутилоксітолуолу в 1 мл. Розчин можна зберігати в холодному темному місці до 1 місяця.

Для приготування стандартного розчину бутилоксітолуолу беруть 5 мл основного розчину, переносять його піпеткою в мірну колбу місткістю 50 мл і доводять до мітки 50 %-ним спиртом при температурі 20 °С.

Стандартний розчин містить 0,02 мг бутилоксітолуолу в 1 мл; готується в день проведення дослідження.

Приготування основного і стандартного розчинів бутилоксіанізолу.

Для приготування основного розчину бутилоксіанізолу наважку бутилоксіанізолу масою 0,04 г переносять 96 %-ним етиловим спиртом в мірну колбу місткістю 200 мл і після розчинення доводять спиртом до мітки при температурі 20 °С.

Основний розчин містить 0,2 мг бутилоксіанізолу в 1 мл. Розчин можна зберігати в холодному темному місці протягом декількох діб.

Для приготування стандартного розчину бутилоксіанізолу беруть піпеткою 5 мл основного розчину в мірну колбу місткістю 50 мл і доводять об'єм до мітки при температурі 20 °С 72 %-ним етиловим спиртом. Стандартний розчин містить 0,02 мг бутилоксіанізолу в 1 мл, готується в день проведення випробування.

Приготування 2,5 %-ного розчину азотистокиислового натрію.

Наважку 2,5 г азотистокиислового натрію розчиняють в 20 мл дистильованої

води, розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 мл і доводять до мітки 96 %-ним етиловим спиртом. Розчин можна зберігати в темному прохолодному місці до 1 міс.

Підготовка апарату для відгонки.

Апарат для відгонки зображений на кресленні. У якості пароутворювача 1 застосовують конічну колбу місткістю 1000 або 2000 мл. У колбу поміщають декілька шматочків скла або промитої і висушеної пемзи. Гумова пробка в колбі має два отвори: у один вставляють запобіжну трубку діаметром 10–12 мм і завдовжки 70–100 см, в інший – трубку для подачі пари діаметром 8 мм, пришліфовану до пароперегрівача 2.

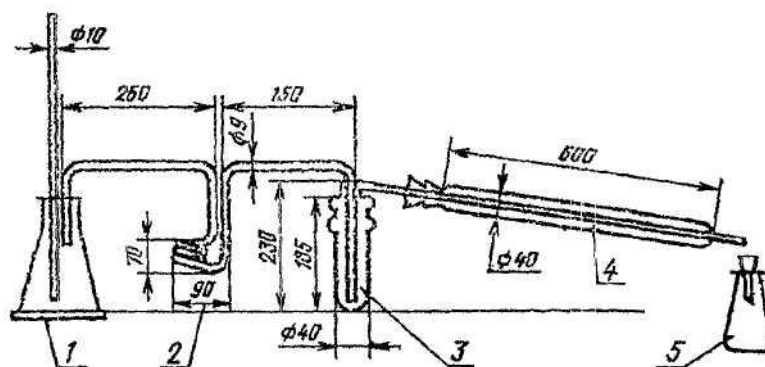


Рис. 1. Схема апарату для відгонки

Пароутворювач встановлюють на електроплитці.

Пароперегрівач є скляним змійовиком з термостійкого скла. Він поміщений в металеву баню з мінеральним маслом. У баню занурюють термометр і встановлюють її на електроплитці.

Посудину для відгонки 3 поміщають в металеву баню з мінеральним маслом. Верхня знімна частина посудини має шліфи для приєднання до пароперегрівача і холодильника 4. Баню встановлюють на електроплитці.

Як приймач 5 використовують циліндр або колбу з пришліфованою пробкою. У отвір приймача вставляють лійку.

Допускається використання спрощеного апарату для відгонки (див. обов'язковий додаток 1); пароутворювач 1 безпосередньо сполучають з посудиною для відгонки 2 гумовою трубкою, а з холодильником 3 – за допомогою кіркової пробки корка. Можна замінити посудину для відгонки 2 колбою В'юрца місткістю 250 мл. Нагрівання проводять на газових пальниках або електроплитках.

Побудова градуувального графіка для визначення бутилокситолуолу

Потім в одну з колб додають 2 мл розчину α, α' -дипіридилу, перемішують, додають 2 мл розчину хлорного заліза, знову перемішують, включають секундомір і залишають розчин в темноті точно на 30 хв.

Через кожні 5 або 10 хв ставлять нову колбу.

Після закінчення 30 хв в колбу додають 5 мл бутанолу-1, перемішують і ставлять в темне місце на 5 хв.

Після закінчення 5 хв розчин поміщають в кювети наперед включеного приладу і через 2 хв вимірюють інтенсивність забарвлення проти 50 %-ного етилового спирту.

Незалежно від використовуваного приладу застосовують таку кювету, щоб товщина вимірюваного шару була рівна 1 см.

Вимірювання проводять, починаючи з контрольного досліду і якнайменшої концентрації антиоксиданта в розчині, при цьому кювети обполіскують два-три рази невеликою кількістю вимірюваного розчину.

Для обполіскування і заповнення кювети фотометра застосовують маленьку скляну лійку з тонковідтягнутим кінцем.

Таке визначення, починаючи кожного разу з приготування нового спиртового розчину бутилокситолуолу, проводять три рази і беруть середні дані для кожного розчину однієї і тієї ж концентрації.

За одержаними даними будують градувальний графік на міліметровому папері розміром приблизно 25x25 см. На осі абсцис відкладають концентрацію бутилокситолуолу (мг/17 мл забарвленого розчину); на осі ординат – відповідну величину оптичної густини D.

У конічні колби з пришліфованими пробками місткістю 25, 50 мл вносять стандартний розчин бутилокситолуолу і 50 %-ний етиловий спирт у кількостях, вказаних в таблиці 15.

Таблиця 15

Стандартний розчин бутилокситолуолу

Номер колби	Стандартний розчин бутилокситолуолу, мл	Етиловий спирт 50 %-ний, мл	Вміст бутилокситолуолу, мг
1	0,00	8,00	0,000
2	0,00	8,00	0,000
3	0,25	7,75	0,005
4	0,50	7,50	0,010
5	1,00	7,00	0,020
6	1,50	6,50	0,030
7	2,00	6,00	0,040
8	2,50	5,50	0,050

Побудова градувального графіка для визначення бутилоксианізолу

У конічні колби з пришліфованими пробками місткістю 25, 50 мл вносять стандартний розчин бутилоксианізолу і 72% етиловий спирт в кількостях, вказаних в таблиці 16.

Потім в одну з колб додають 2 мл розчину 2,6-дихлорхінонхлоріміду, перемішують, додають 2 мл розчину бури, знову перемішують, включають секундомір і залишають розчин точно на 15 хв. Через кожні 5 хв ставлять нову колбу.

Після закінчення 15 хв. вимірюють інтенсивність забарвлення розчину, що міститься в першій колбі, на наперед включеному і підготовленому приладі, проти 72%-ного етилового спирту.

Незалежно від використовуваного приладу застосовують таку кювету, щоб товщина вимірюваного шару дорівнювала 1 см. Вимірювання проводять, починаючи з контрольного досліду і якнайменшої концентрації антиокислювача в розчині, при цьому кювети обполіскують два-три рази невеликою кількістю вимірюваного розчину.

Для обполіскування і заповнення, кювети фотометра застосовують маленьку скляну лійку з тонковідтягнутим кінцем (табл. 16).

Таблиця 16

Стандартний розчин бутилоксианізолу, мл	Етиловий спирт 72%, мл	Вміст бутилоксианізолу, мг
0,0	12,0	0,00
0,0	12,0	0,00
0,5	11,5	0,01
1,5	10,5	0,03
3,0	9,0	0,06
4,0	8,0	0,08
5,0	7,0	0,10
7,5	4,5	0,15

Таке визначення, починаючи кожного разу з приготування нового спиртового розчину бутилоксианізолу, проводять три рази і беруть середні дані для кожного розчину однієї і тієї ж концентрації.

За одержаними даними будують градувальний графік на міліметровому папері розміром приблизно 25x25 см.

На осі абсцис відкладають концентрацію бутилоксианізолу (мг/16 мл забарвленого розчину), на осі ординат – відповідну величину оптичної густини D (див. обов'язковий додаток 3).

Побудова градувального графіку для визначення сантохіну або ніфлексу-Д у топленому жирі. Жир, який служить початковим зразком для приготування серії проб, готують з масовою часткою антиоксиданта 0,05 % (на 50 г кормового жиру 25 міліграм антиоксиданта).

У шість хімічних стаканів місткістю 100, 150 мл вносять жир з антиоксидантом і без антиоксиданту в співвідношеннях, передбачених табл. 3.

Визначення антиоксиданту проводять за методикою визначення сантоніну – кількісний метод.

Вимірювання інтенсивності забарвлення починають з розчину, що має якнайменшу концентрацію антиоксиданту. При цьому кювети споліскують два-три рази невеликою кількістю вимірюваного розчину.

Таке визначення проводять три рази, починаючи кожного разу з приготування нового початкового розчину, і беруть середні дані для кожного

розчину однієї і тієї ж концентрації.

За отриманими даними будують градувальний графік на міліметровому папері розміром приблизно 25x25 см. На осі абсцис відкладають концентрацію антиоксиданту (мкг/1 мл забарвленого розчину), на осі ординат – відповідну величину оптичної густини D (табл. 17).

Таблиця 17

Вимірювання інтенсивності забарвлення

Масова частка антиоксиданту в жирі, %	Кількість			
	основного зразка жиру з антиоксидантом мг	додаткового жиру без антиоксиданту г	розчину після проведення кольорової реакції, мл	антиоксиданту в 1 мл розчину мкг
0,050	10	—	30	50
0,040	8	2	30	40
0,030	6	4	30	30
0,020	4	6	30	20
0,010	2	8	30	10
0,005	1	9	30	5

Побудову градувального графіка для визначення сантохіну або ніфлексу-Д в кормовій муці.

Готують кормову муку з масовою часткою антиоксиданту 0,01 % (10 мг антиоксиданту розчиняють в 10–15 мл 96 %-ного етилового спирту і змішують з 100 г кормової муки). Отримана суміш служить початковим зразком для приготування серії проб. У шість хімічних стаканів місткістю по 100, 150 мл кожен вносять муку без антиоксиданту і з антиоксидантом в співвідношеннях, вказаних в таблиці 18.

Таблиця 18

Масова частка антиоксиданту в муці, %	Кількість			
	основного зразка муки з антиоксидантом, г	додаткової муки без антиоксиданту, г	розчину після проведення кольорової реакції, мл	антиокислювача в 1 мл розчину, мкг
0,0002	0,4	19,6	40	1
0,001	2,0	18,0	40	5
0,002	4,0	16,0	40	10
0,004	8,0	12,0	40	20
0,006	12,0	8,0	40	30
0,008	16,0	4,0	40	40

Визначення антиоксиданту в зразках проводять по п. 4.10, доводячи об'єм

розчинів перед вимірюванням інтенсивності забарвлення до 40 мл. Кювети спектрофотометра перед вимірюванням споліскують два-три рази невеликою кількістю досліджуваного розчину.

Підготовку проб для градуовального графіка проводять три рази, починаючи кожного разу з приготування нового основного зразка кормової муки.

Всі три вимірювання вносять в табл. 4 і беруть середні дані для кожного розчину однієї і тієї ж концентрації. За одержаними середніми даними будують градуовальний графік на міліметровому папері розміром 25x25 см.

На осі абсцис відкладають концентрацію антиоксиданту (мкг/мл забарвленого розчину), на осі ординат – відповідне значення оптичної густини D (див. обов'язковий додаток 5).

Лабораторна робота 9

Визначення масової частки неомилених речовин

Неомиленими речовинами вважають як речовини, що входять до складу жирів, так і домішки до них, які не реагують з їдкими лугами в умовах, при яких відбувається омилення. До неомилених речовин, що зустрічаються в тваринних топлених жирах, відносяться стерини, вітаміни, пігменти та ін.

Апаратура, матеріали і реактиви:

Колба конічна, холодильник, лійка ділильна, баня водяна, шафа лабораторна сушильна, що забезпечує підтримку заданого температурного режиму 40–150°C з похибкою $\pm 5^\circ\text{C}$, ексікатор, випарник роторний, вага лабораторна загального призначення 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г, насос водоструменевий лабораторний скляний, калію гідроокис, спиртовий розчин 2 моль/л, ефір петролейний з температурою кипіння 45–55°C, спирт етиловий ректифікований або спирт етиловий ректифікований, технічний, фенолфталеїн, вода дистильована.

Проведення дослідження:

Наважку жиру 5 г омилюють при кип'ятінні з 50 мл спиртового розчину гідроокису калію протягом 1 г із зворотним холодильником. Нагрівання проводять на водяній бані. Потім додають 50 мл дистильованої води і якщо розчин буде мутним, то проводять вторинне кип'ятіння.

Вміст колби охолоджують і переносять в ділильну лійку, колбу кілька разів споліскують петролейним ефіром (загальний об'єм, петролейного ефіру 50 мл) і додають в ту ж ділильну лійку, потім сильно струшують протягом 1 хв, щоб петролейний ефір добре змішався з розчином мила. Суміш відстоюють до поділу її на два шари.

Мильний розчин переводять в іншу ділильну лійку, струшують з 50 мл петролейного ефіру і дають відстоятися, потім відділяють мильний розчин і утретє проводять екстрагування 50 мл петролейного ефіру.

Для того, щоб уникнути утворення емульсії при збовтуванні розчину

мила з петролейним ефіром, додають 5–10 мл спирту.

Об'єднані ефірні витяжки промивають слаболужним 50%-ним спиртом, потім для видалення залишків мила повторно промивають 25 мл 50%-ного спирту (без лугу) до тих пір, поки промивна рідина (заздалегідь розбавлена двома-трьома об'ємами води) перестане давати рожеве забарвлення з фенолфталеїном. Промиту ефірну витяжку переносять в заздалегідь зважену колбу і відганяють петролейний ефір на роторному випарювачі з водоструменевим насосом. Одержаний залишок сушать в колбі при температурі $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$. Зважування проводять через 15 хв сушіння до тих пір, поки різниця двох послідовних зважувань не буде більша 0,0002 г.

Обробка результатів

Масову частку неомилених речовин (X_4) у відсотках обчислюють за формулою:

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (4)$$

де m_1 – маса залишку після висушування, г;

m – маса наважки жиру, г.

10.1. За кінцевий результат дослідження беруть середнє арифметичне результатів (\bar{X}) двох паралельних визначень, допустима розбіжність між якими не повинна перевищувати при $P=0,95$ 10% відносно середнього арифметичного. Обчислення проводять до третього десяткового знаку і заокруглюють до другого.

10.2. Допустима розбіжність між результатами досліджень, проведених у двох різних лабораторіях, при $P=0,95$ не повинна перевищувати 25 % відносно середньоарифметичного значення.

10.3. Значення середньоквадратичного відхилення випадкової складової похибки вимірювань частки неомилених речовин однієї і тієї ж проби в різних лабораторіях при допустимих методикою змінах впливаючих факторів становить 0,046.

Лабораторна робота 10

Кількісний метод визначення бутилокситолуолу

Метод застосовується при виникненні розбіжностей при оцінці якості.

Проведення аналізу:

Бутилокситолуол виділяють з жиру або кормової муки відгонкою перегрітою парою і визначають його кількість у дистиляті кольоровою реакцією з хлорним залізом і α, α' -дипиридиллом.

Масляну баню для пароперегрівача нагрівають до температури $(200 \pm 20)^\circ\text{C}$, а баню для посудини для відгонки – до $(160 \pm 10)^\circ\text{C}$.

Пароутворювач нагрівають до температури кипіння води, регулюють кипіння так, щоб при відгонці утворювалося приблизно 4 мл дистиляту за 1 хв.

У посудину для відгонки поміщають 16 г безводного порошкоподібного хлористого кальцію і 10 мл дистильованої води. Посудину з вмістом

охолоджують приблизно до кімнатної температури і поміщають в неї 5 г жиру або 5 г кормової муки. Верхню частину пробки злегка змазують вазеліном і вставляють її в посудину. Посудину для відгонки сполучають з пароперегрівачем і холодильником.

Швидко з'єднують пароутворювач з пароперегрівачем і негайно ставлять масляну баню під посудину для відгонки, зразу ж загортають м'яким азбестом, закріплюючи дуже м'яким дротом місця з'єднання посудини для відгонки з пароперегрівачем і холодильником. Дистилят збирають в приймач. Швидкість дистиляції повинна бути такою, щоб 125 мл дистиляту були відігнані за (30 ± 5) хв.

Після того, як в приймачі збереться 125 мл дистиляту, електроплитки вимикають, роз'єднують пароперегрівач і посудину для відгонки, відсовують баню від посудини для відгонки. Холодильник нахилиють, щоб краплі рідини стекли в приймач.

Вміст приймача переливають через лійку в мірну колбу з пришліфованою пробкою місткістю 250 мл. Потім обережно спускають з холодильника воду і ретельно промивають пряму трубку холодильника не менше шести разів гарячим 96 %-ним етиловим спиртом температурою 70 °С порціями по 15–20 мл, обмиваючи кожного разу приймач і переносячи рідину в мірну колбу з відгоном. Коли в мірній колбі збереться близько 250 мл рідини, її охолоджують до кімнатної температури, закривають пробкою, добре перемішують і доводять 96 %-ним етиловим спиртом до 250 мл і знову перемішують.

Під час відгонки і особливо під час відключення та спуску води з холодильника не можна допускати попадання крапель води в гаряче масло. Масляні або гліцеринові бані повинні бути нещільно прикриті спеціальними кришками або шматками азбесту.

Пароперегрівач повинен завжди залишатися зануреним в масляну або гліцеринову баню.

Після закінчення відгонки і роз'єднання всіх частин апарату посудину для відгонки виймають з бані, злегка охолоджують, видаляють верхню частину посудини (пробку з відведеннями). Посудину спочатку відмивають гарячою водою від хлористого кальцію і більшої частини жиру. Потім обидві частини посудини миють гарячим мильно-содовим розчином, водою, теплим ацетоном, споліскують водою, спиртом і висушують.

Для проведення кольорової реакції в дві конічні колби з пришліфованими пробками місткістю 50 мл відміряють піпеткою по 8 мл 50 %-ного спирту (колби 1 і 2), в дві інші такі ж колби – по 8 мл дистиляту (колби 3 і 4) і ще в дві колби по 1,6 мл стандартного розчину бутилокситолуолу і по 6,4 мл 50%-ного спирту (колби 5 і 6).

У колбу 1 додають 2 мл розчину α, α' -дипиридилу, змішують, після чого додають 2 мл розчину хлорного заліза, знову змішують і негайно ставлять колбу в темне місце на 30 хв.

Через 30 хв в колбу додають 5 мл бутанолу-1, змішують і ставлять в темне місце на 5 хв. Після закінчення 5 хв розчин поміщають в кювети наперед

включеного спектрофотометра або фотометра, або фотоелектроколориметра і через 2 хв вимірюють інтенсивність рожевого забарвлення досліджуваного розчину відносно 50%-ного спирту.

Вимірювання на спектрофотометрі проводять при довжині хвилі 515 нм на фотометрі із зеленим світлофільтром і ефективною довжиною хвилі 510 нм.

Після закінчення 5 або 10 хв з моменту додавання в колбу 1 розчину хлорного заліза аналогічним чином обробляють підготовлені розчини і в інших колбах через інтервали в часі 5 або 10 хв між кожною подальшою колбою.

Обробка результатів:

При вимірюванні інтенсивності забарвлення розчину за допомогою спектрофотометра відлік знімають у величинах оптичної густини; при вимірюванні за допомогою фотометрії – у відсотках пропускання світла. У останньому випадку величину пропускання світла T у відсотках слід перевести у величину оптичної густини D за формулою:

$$D = \lg \frac{100}{T} \quad (5)$$

Масову частку бутилокситолуолу (X) у відсотках обчислюють за формулою

$$X = \frac{(D_{\text{досл.}} - D_{\text{к}}) \cdot 0,032 \cdot 250 \cdot 100}{(D_{\text{ст.}} - D_{\text{к}}) \cdot 8 \cdot 5 \cdot 1000}, \quad (6)$$

де $D_{\text{досл}}$ – оптична густина досліджуваного розчину;

$D_{\text{к}}$ – оптична густина контрольного розчину;

0,032 – концентрація бутилокситолуолу в 1,6 мл стандартного розчину, узятого для проведення кольорової реакції, мг;

250 – об'єм дистилляту, розбавлений спиртом, мл;

100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки;

$D_{\text{ст}}$ – оптична густина стандартного розчину;

8 – кількість досліджуваного розчину (дистилляту), узята для проведення кольорової реакції, мл;

5 – маса наважки жиру або кормової муки, г;

1000 – коефіцієнт перерахунку в грами.

Розбіжності між результатами паралельних визначень з одного дистилляту (колби 3 і 4), виражені у величинах оптичної густини, не повинні перевищувати 0,005.

Розбіжності між результатами паралельних визначень з двох різних дистиллятів однієї партії жиру або кормової муки не повинні перевищувати 5% при масовій частці в жирі або в кормовій муці антиокслювача від 0,01 до 0,02 % і 10 % при масовій частці антиокслювача менше 0,01 %.

Приклад. Наважка 5 г. Для проведення кольорової реакції в колби 3 і 4 узято по 8 мл дистилляту; у колби 5 і 6 – по 1,5 мл стандартного розчину бутилокситолуолу; колби 1 і 2 – контрольні.

При вимірюванні інтенсивності забарвлення фотометром типу ФТ-2 одержані наступні величини пропускання світла у відсотках:

} колба 1 86,8
} контрольний розчин середня 86,7

} колба 2 86,6
 } колба 3 56,4
 } досліджуваний розчин (дистилят) середня 56,3
 } колба 4 56,2
 } колба 5 55,1
 } стандартний розчин середня 55,1
 колба 6 бутилокситолуолу 55,1

Кожну одержану величину пропускання світла у відсотках перераховують на величину оптичної густини за формулою:

$$D_k = \lg \frac{100}{T}; \quad (7)$$

$$D_k = \lg 100 - \lg T = \lg 100 - \lg 86,7 = 2 - 1,938 = 0,062;$$

$$D_{\text{досл.}} = \lg 100 - \lg 56,37 = 2 - 1,751 = 0,249 ;$$

$$D_{\text{ст}} = \lg 100 - \lg 55,1 = 2 - 1,741 = 0,259;$$

Розрахунок проводять за формулою, вказаною вище у лабораторній.

$$X = \frac{(0,249 - 0,062) \cdot 0,032 \cdot 250 \cdot 100}{(0,259 - 0,062) \cdot 8 \cdot 5 \cdot 1000} = \frac{0,187 \cdot 0,032 \cdot 250 \cdot 100}{0,197 \cdot 8 \cdot 5 \cdot 1000} = 0,01898$$

$$\approx 0,019\%$$

Обробка результатів із застосуванням градуувального графіка:

Величину оптичної густини контрольного вимірювання віднімають від величини оптичної густини, отриманої при вимірюванні досліджуваного розчину.

Масову частку бутилокситолуолу (X_1) у відсотках обчислюють за даною величиною оптичної густини за допомогою градуувального графіка за формулою:

$$X_1 = \frac{C \cdot 250 \cdot 100}{V \cdot 5 \cdot 1000}, \quad (8)$$

де C – концентрація бутилокситолуолу в 17 мл забарвленого розчину, знайдена за градуувальним графіком, мг;

250 – місткість мірної колби, в яку зливають спиртові екстракти, мл;

100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки;

V – об'єм розчину бутилокситолуолу в 50 %-ному спирті, взятий для проведення кольорової реакції, мл;

5 – маса наважки жиру або кормової муки, г;

1000 – коефіцієнт перерахунку в грами.

Прискорений кількісний метод визначення бутилокситолуолу.

Масову частку бутилокситолуолу визначають шляхом виділення його з жиру перегонкою з водяною парою без застосування перегрітої пари.

Дослідження проводять в спрощеному апараті для відгонки.

У посудину для відгонки поміщають 16 г безводного порошкоподібного хлористого кальцію і 10 мл дистильованої води або 15 мл розчину хлористого магнію. Подальше визначення і кольорову реакцію проводять, як вказано вище

Обробку результатів проводять аналогічно як у попередньому дослідженні.

Після перегонки посуд для відгонки або колбу В'юрца обмивають спочатку гарячою водою, далі миють гарячим розчином кальцинованої соди, промивають водою, миють хромовою сумішшю, ретельно промивають водою і висушують.

Якісна реакція визначення бутилокситолуолу.

1 г жиру розплавляють в пробірці на водяній бані з 5 мл ізопропілового спирту і додають 2 мл солянокислого розчину о-дианізидину і 1 мл 0,2%-ного розчину азотистокислого натрію. Залишають стояти 10 хв. Після закінчення 10 хв суміш збовтують з 5 мл хлороформу. Рожевий нижній шар вказує на присутність бутилокситолуолу.

Кількісний метод визначення бутилоксианізолу

Метод застосовується при виникненні розбіжностей в оцінці якості

Проведення аналізу

Вміст бутилоксианізолу визначають шляхом екстракції його 72%-ним спиртом з розчину жиру в петролейному ефірі з подальшим визначенням кількості бутилоксианізолу в екстракті кольоровою реакцією з 2,6-дихлорхінонхлорімідом.

Наважку жиру 5 г поміщають в хімічний стакан місткістю 50, 100 мл, розплавляють і переносять в ділильну лійку. Жир, що залишився в стаканчику, змивають 25 мл петролейного ефіру в ту ж лійку. У лійку додають 10 мл 72 %-ного етилового спирту, струшують протягом 3 хв, дають розділитися шарам, і нижній шар зливають в мірну колбу місткістю 50 мл.

Аналогічну процедуру екстракції етиловим спиртом повторюють ще двічі. Четверту екстракцію проводять 20 мл 72 %-ного етилового спирту протягом 1 хв. Об'єднані екстракти доводять 72 %-ним етиловим спиртом до мітки, змішують та фільтрують через щільний подвійний фільтр.

Аліквотні частини (наприклад, 0,5 або 1 мл, але не більш 12 мл) прозорого фільтрату поміщають в колби з пришліфованими пробками, доводять об'єм до 12 мл 72%-ним етиловим спиртом, додають в кожену колбу по 2 мл 0,01 %-ного розчину 2,6-дихлорхінонхлоріміду в 96 %-ному етиловому спирті, перемішують і потім додають по 2 мл водні розчину бури і знову перемішують.

Після закінчення 15 хв вимірюють поглинання світла проти 72%-ного розчину етилового спирту при довжині хвилі 615 нм за допомогою спектрофотометра або фотометра зі світлофільтром максимумом пропускання при довжині хвилі 615 (або 635) нм або за допомогою фотоелектроколориметра. У обидві колби додають реактиви з інтервалом не менше 5 хв.

Контрольний дослід на реактиви проводять наступним чином – беруть 12 мл 72%-ного етилового спирту, 2 мл розчину 2,6-дихлорхінонхлоріміду і 2 мл розчину бури (дві колби). Вимірюють поглинання світла після закінчення 15 хв. Кількість досліджуваного розчину, необхідну для кольорової реакції, підбирають залежно від вмісту в ньому бутилоксианізолу.

Обробка результатів

Значення величини оптичної густини контрольного вимірювання віднімають від значення величини оптичної густини, одержаного при вимірюванні досліджуваного розчину.

Масову частку бутилоксианізолу (X_2) у відсотках обчислюють за даним значенням величини оптичної густини за допомогою градуувального графіка за формулою:

$$X_2 = \frac{C \cdot 50 \cdot 100}{V \cdot 5 \cdot 1000} \quad (9)$$

де: C – концентрація бутилоксианізолу в 16 мл забарвленого розчину, знайдена за градуувальним графіком, мг;

50 – місткість мірної колби, в якій об'єднуються спиртові екстракти, мл;

100 – коефіцієнт для перерахунку у відсотки;

V – об'єм розчину бутилоксианізолу в 72%-ному етиловому спирті, узятий для проведення кольорової реакції, мл;

5 – маса наважки жиру, г;

1000 – коефіцієнт для перерахунку в грами.

При вимірюванні на фотометрі величини пропускання світла T у відсотках переводять у величини оптичної густини D за формулою:

$$D = \lg \frac{100}{T} \quad (10)$$

Розбіжності між результатами паралельних визначень з одного екстракту, виражені у величині оптичної густини, не повинні перевищувати 0,005.

Розбіжності між результатами паралельних визначень з двох різних екстрактів однієї партії жиру не повинні перевищувати 5 % при масовій частці антиоксиданту в жирі від 0,01 до 0,02 % і 10 % при масовій частці антиоксиданту менше 0,01 %.

Прискорений кількісний метод визначення бутилоксианізолу.

Бутилоксианізол визначають шляхом виділення його з жиру перегонкою з водяною парою відповідно до п 4.2.

Кількість бутилоксианізолу визначають у відгоні за допомогою кольорової реакції з 2,6-дихлорхінонхлорімідом відповідно до вище описаного методу, але без додавання бутанолу, за допомогою фотоелектроколориметра з червоним світлофільтром. Обробка результатів – аналогічна вище вказаній методиці.

Лабораторна робота 11

Якісна реакція визначення бутилокситолуолу

Якісна реакція визначення бутилоксианізолу.

1 г жиру розплавляють в пробірці на водяній бані з 2 мл 72 %-ного розчину етилового спирту. До одержаної емульсії додають 1 мл суміші (1 частина розчину азотистокислого натрію і 99 частин сульфанілової кислоти), перемішують і додають 1,2 мл 0,1 моль/дм³ (0,1 н) розчину гідроокису натрію.

Пурпурово-червоне забарвлення суміші вказує на присутність

бутилоксианізолу.

Метод визначення бутилокситолуолу і бутилоксианізолу при їх одночасній присутності.

Проведення аналізу

Бутилокситолуол і бутилоксианізолу при їх одночасній присутності визначають шляхом виділення їх із жиру відгонкою з перегрітою парою з подальшим визначенням сумарної кількості обох антиоксидантів у дистиляті кольоровою реакцією з розчином хлорного заліза і α, α' -дипіридиллом. Бутилоксианізол в жирі визначають у окремій порції дистиляту кольоровою реакцією з 2,6-дихлорхінонхлорімідом. Бутилокситолуол визначають за різницею між сумарною кількістю обох антиоксидантів в жирі і кількістю бутилоксианізолу.

Дистиляція і кольорова реакція з α, α' -дипіридиллом проводяться так само, як описано у кількісному методі визначення бутилоксианізолу.

Для визначення бутилоксианізолу в дві колби з пришліфованими пробками поміщають аліквотні частини дистиляту і доводять об'єм до 12 мл 50 %-ним етиловим спиртом. У дві інші колби поміщають по 12 мл 50 %-ного етилового спирту. У кожну з колб додають по 2 мл розчину 2,6-дихлорхінонхлоріміду і по 2 мл розчину бури; розчини змішують. Через 15 хв додають в кожну колбу 5 мл бутанолу змішують і вимірюють відносно контрольного розчину. Оптичну густину розчину вимірюють при довжині хвилі 615 нм.

Обробка результатів

Обробка результатів – як описано у кількісному методі визначення бутилоксианізолу при цьому в чисельник формули масової частки бутилоксианізолу вводять коефіцієнт 1,3.

Кількісний метод визначення сантохіну або ніффлексу-Д

Метод визначення масової частки сантохіну або ніффлексу-Д в кормовому жирі оснований на екстракції його ацетоном і визначенні за кольоровою реакцією з нітритом натрію і соляною кислотою.

Проведення аналізу

Наважку кормового жиру масою 3 г поміщають в хімічний стакан місткістю 50, 100 мл і розплавляють на водяній бані при температурі 70–90 °С.

У стакан з розплавленим жиром доливають 25 мл ацетону і перемішують суміш протягом 4 хв. Потім сюди ж додають 5 мл насиченого розчину хлористого натрію, 5 крапель концентрованої соляної кислоти, 2–3 г кристалічного хлористого натрію, і стакан з сумішшю ставлять в баню з льодом, продовжуючи перемішування. Коли жир виділиться, розчин фільтрують через паперовий фільтр в конічну колбу місткістю 50, 100 мл, осад в стакані і на фільтрі промивають 5 мл ацетону. Весь процес фільтрації проводять при охолодженні, поміщаючи колбу і стакан в баню з льодом. Фільтрат повинен бути прозорим, за наявності суспензії його повторно фільтрують в циліндр з притертою пробкою місткістю 50 мл.

Одночасно проводять контрольне визначення, в якому жир замінюють 20

мл ацетону.

Вимірюють об'єм одержаного фільтрату і 96 %-ним етиловим спиртом доводять до 20 мл, сюди ж вносять 1 мл 2,5 %-ного водно-спиртового розчину азотистокиислового натрію, 5 крапель концентрованої соляної кислоти, доводять спиртом до 30 мл, ретельно перемішують і витримують 30 хвилин у темноті.

Інтенсивність забарвлення розчинів вимірюють проти контрольного досліду на реактиви спектрофотометром типу СФ-4А (довжина хвилі 490 нм) або фотоелектроколориметром з синьо-зеленим світлофільтром, користуючись кюветою товщиною вимірюваного шару 1 см.

Обробка результатів

Концентрацію антиоксидантів, що відповідає вимірній оптичній густині, знаходять за градувальним графіком.

Масову частку антиоксиданту (X_3) у відсотках обчислюють за формулою:

$$X_3 = \frac{C \cdot 30 \cdot 100}{m \cdot 10^6}, \quad (11)$$

де C – концентрація антиоксиданту в 1 мл забарвленого розчину, знайдена за градувальним графіком, мкг;

30 – кількість одержаного для вимірювання забарвленого розчину, мл;

100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки;

m – маса досліджуваної проби, г;

10^6 – коефіцієнт перерахунку в грами.

Відтворюваність методу – 95–98 %. Точність методу дорівнює ± 3 %. Чутливість методу складає 0,0002 % у зразку.

Якісна реакція визначення сантохіну або ніфлексу-Д

1 г жиру розплавляють в пробірці на водяній бані з 5 мл етилового спирту, ретельно перемішують, додаючи 5 крапель концентрованої соляної кислоти і 0,5 мл 2,5 %-ного спиртового розчину нітриту натрію. Залишають стояти 5 хв. Поява рожевого забарвлення вказує на присутність сантохіну або ніфлексу-Д.

Кількісний метод визначення сантохіну або ніфлексу-Д в кормовій муці.

Метод визначення оснований на екстракції сантохіну або ніфлексу-Д спиртом і визначенні за кольоровою реакцією з азотистокислим натрієм, соляною кислотою і паранітроаніліном. Метод застосовується при виникненні розбіжностей в оцінці якості.

Проведення аналізу

Наважку кормової муки масою 20 г поміщають в банку з кришкою, що щільно закривається, місткістю 200–250 мл, вливають в неї 35 мл 96 %-ного етилового спирту і екстрагують протягом 20 хв на струшуючому апараті. Одержаний екстракт фільтрують через паперовий фільтр (прагнучи не переносити осад) в колбу місткістю 100–150 мл. Осад заливають 10 мл 96 %-ного спирту і екстрагують протягом 4–5 хв, рідину разом з осадом переносять на фільтр, промивають осад і фільтр 5 мл спирту.

До фільтрату додають 2 мл насиченого розчину хлористого натрію і 0,3 мл концентрованої соляної кислоти, перемішують. Колбу поміщають в баню з льодом. Вміст колби періодично перемішують, осад, що випав,

відфільтровують через паперовий фільтр в мірний циліндр місткістю 50 мл з притертою пробкою.

Для проведення кольорової реакції в мірний циліндр з фільтратом вносять 0,1 мл концентрованої соляної кислоти, 1 мл 2,5%-ного спиртового розчину азотистокислого натрію, перемішують і залишають стояти в темноті. Через 10 хв у циліндр з розчином додають 1 мл 0,5 %-ного спиртового розчину паранітроаніліну, визначають кількість одержаного розчину і через 20 хв вимірюють інтенсивність утвореного забарвлення в кюветі товщиною вимірюваного шару 1 см на спектрофотометрі СФ-4А при довжині хвилі 480 нм або електрофотоколориметрі з синьо-зеленим світлофільтром.

Інтенсивність забарвлення розчинів вимірюють проти контрольного досліду на реактиви.

Обробка результатів

За градувальним графіком знаходять концентрацію антиоксиданту, відповідну виміряній оптичній густині.

Масову частку антиоксиданту (X_3) у відсотках обчислюють за формулою

$$X_3 = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot 10^6}, \quad (12)$$

де: C – концентрація антиоксиданту в 1 мл забарвленого розчину, отримана за градувальним графіком, мкг;

V – об'єм отриманого забарвленого розчину, мл;

100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки;

m – маса досліджуваної проби, г;

10^6 – коефіцієнт перерахунку в грами.

Результати двох паралельних визначень розраховують до третього десяткового знаку.

Мінімальна концентрація антиоксиданту, визначена даним методом, становить 0,2 мг в 100 г зразка.

Межа можливих значень похибки вимірювань – 5 % від вимірюваної величини при $P = 0,95$.

Якісна реакція визначення сантохіну або ніфлексу-Д

4 г кормової муки збовтують в колбі протягом 3 хв з 10 см² 96 %-ного етилового спирту і фільтрують. До фільтрату додають 5 крапель концентрованої соляної кислоти і 0,5 мл 2,5 %-ного спиртового розчину азотистокислого натрію. Залишають стояти 5 хв. Поява блідо-рожевого або брудно-рожевого забарвлення вказує на присутність сантохіну або ніфлексу-Д.

Лабораторна робота 12

Автолітичні процеси у жировій тканині

В живому організмі спостерігається рівновага між процесами синтезу і розкладу (автолізу) органічних речовин. З припиненням життєдіяльності в організмі відбуваються лише автолітичні процеси, тобто гідроліз та подальший розклад речовин.

Розклад вуглеводів та білків використовується в технології м'яса як позитивні процеси, що супроводжуються нагромадженням корисних продуктів для якості м'яса. Більш детально це розглядається в спеціальному розділі. Щодо жирів, то процеси їх розкладу – це псування жиру і м'ясних продуктів взагалі.

Із припиненням життєдіяльності організму тканинні ліпази починають діяти тільки в напрямі гідролізу жиру, внаслідок чого нагромаджуються вільні жирні кислоти. При підвищенні температури в присутності вологи відбувається розклад жиру.

Утворюється багато вільних жирних кислот, особливо низькомолекулярних – капронової, масляної, які різко знижують смакову якість продукту. В присутності вільних жирних кислот знижується температура димоутворення. Такий жир непридатний для кулінарних цілей. Крім цього, гідролізований жир, а саме ненасичені жирні кислоти підлягають окисленню киснем, який завжди присутній і легко приєднується до подвійних зв'язків.

Внаслідок цього утворюються різноманітні шкідливі продукти – перекиси, альдегіди, кетони, альдегідокислоти, продукти полімеризації тощо (рис 2). Відбувається прогоркання жиру:

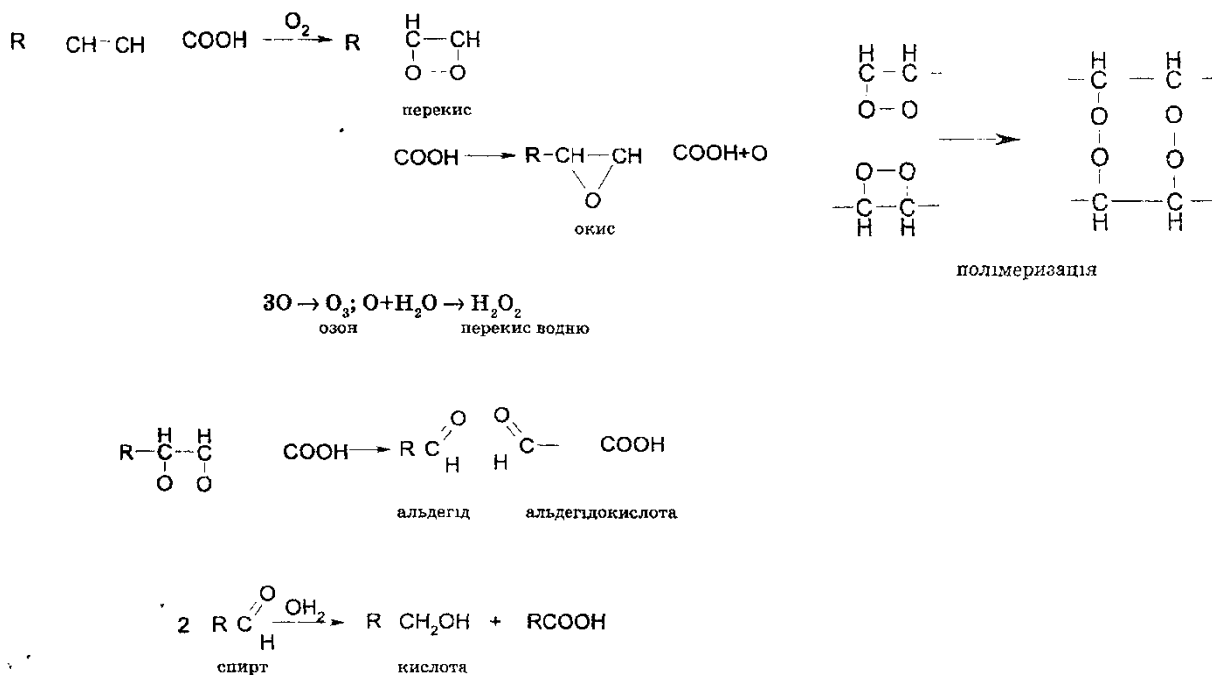
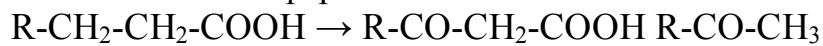


Рис.12. Реакція прогоркання жиру

Відомо також кетонне ("пахуче") прогіркання жиру, яке може відбуватись шляхом хімічного або ферментативного окислення:



Внаслідок цього з жирних кислот утворюються відповідні кетони, які надають продукту своєрідний запах псування.

Існує теорія академіка М.М. Семенова, згідно з якою в присутності світла (під впливом енергії світлових квантів) з участю кисню в жирі розгортаються ланцюжні вільнорадикальні процеси, внаслідок яких нагромаджуються продукти окислення жирів. Проміжними продуктами вільнорадикальних процесів є перекиси, гідроперекиси, які перетворюються у вторинні продукти – альдегіди, кетони, кислоти тощо (рис 3).

Ланцюг вільнорадикального процесу можна відобразити таким чином:

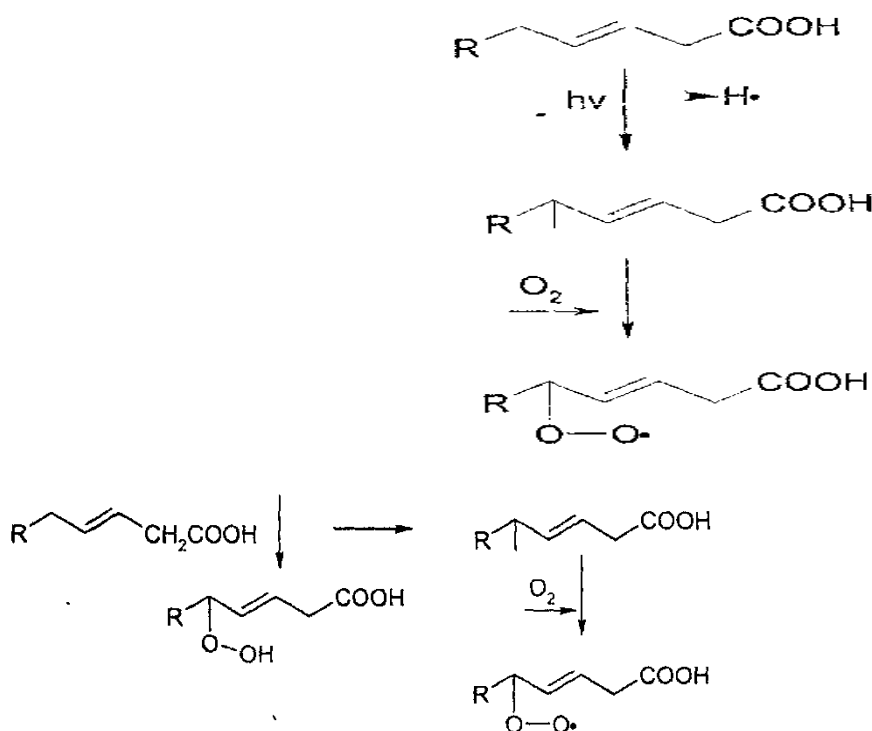


Рис.3. Ланцюг вільнорадикального процесу

Під впливом кванту світла від ненасиченої жирної кислоти відщеплюється радикал водню і утворюється радикал жирної кислоти. Він приєднує кисень, утворюється перекисний радикал кислоти. Цей радикал відщеплює водень від наступної молекули жирної кислоти, утворюється гідроперекис цієї жирної кислоти і вільний радикал другої кислоти, який продовжує ланцюгову реакцію. Гідроперекиси, що утворюються в ланцюговій реакції, підлягають подальшому перетворенню в різні вторинні продукти прогіркання жиру.

Радикал водню, що утворюється на початку реакції, може передати кисень з утворенням перекису водню, як це спостерігається при звичайному псуванні жирів за відсутності світла.

Жирова тканина є різновидністю сполучної тканини, її вміст у тварин

коливається залежно від умов їх отримання. В середньому вона становить: у великої рогатої худоби 1,5-7,7%, свиней – 2,5-9,5%. (внутрішній жир), 10-30% (шпик), курей – 9-13%, гусей – 22-33%.

Найбільша кількість жиру знаходиться в сполучній тканині черевної порожнини, під шкірою, між м'язовими волокнами.

Дослідження жиру проводять для з'ясування змін, які відбуваються внаслідок гідролітичних процесів після припинення життя тварини і псування при зберіганні.

Стан жирів характеризують умовними показниками (константами), методи вивчення яких наведені в розділі про жири.

Велике значення в технології м'яса приділяють наявності в жирі вільних жирних кислот (кислотне число). Вони утворюються під впливом гідролітичних ферментів тканини і ферментів мікробного походження (ліпаз).

У топлених жирах цього майже не спостерігається внаслідок температурної інактивації ферментів.

Але є і інші причини розкладу жирів – дія кислот, лугів, присутність неорганічних каталізаторів, вологи.

Кислотне число свіжої жирової тканини невелике – 0,05-0,2, але з часом воно зростає.

Кислотне число є критерієм для сортування жирів: вищий сорт – не більше 1,2, перший сорт – 2,2.

В технічному жирі кислотне число становить в межах 10-25.

В найбільшій мірі при зберіганні підлягають псуванню ненасичені жири. В них, крім гідролітичних процесів, відбувається згіркнення, тобто окислення киснем та вільнорадикальні процеси.

Практично, всі жири піддаються окисному псуванню, тому що всі вони в різній кількості містять ненасичені жирні кислоти. Є дані, що і насичені жирні кислоти, хоч і повільно, але підлягають окисленню.

Показником окисного псування звичайно є наявність перекисів, тобто перекисне число.

У свіжій жировій тканини перекисів немає. Жир, який має перекисне число 0,03 (% йоду), вважають свіжим, 0,06-0,1 – сумнівної свіжості, більш 0,1 – не здатний до зберігання.

Методики визначення всіх констант жирів наведені в загальній частині посібника. Вони не залежать від походження матеріалів.

Лабораторна робота 13

Аналіз якості маргарину

Мета роботи: ознайомлення з основними технологічними особливостями виробництва маргарину, вивчення основних показників якості маргарину.

У результаті проведення лабораторної роботи студенти повинні:

Знати: принципову технологічну схему виробництва маргарину,

характеристику окремих стадій, асортимент даної продукції, методики визначення органолептичних та фізико-хімічних показників якості маргаринів;

Вміти: оцінювати якість маргаринів за органолептичними та фізико-хімічними показниками.

Загальні відомості. Маргарин – жироводний продукт, що має пластичну або рідку консистенцію, який виробляють із олій (натуральних, фракційованих, переетерифікованих, гідрогенізованих), гідрогенізованих жирів риб і морських ссавців, або їхніх композицій, з додаванням або без додавання тваринних жирів і молочних продуктів поверхнево-активних речовин, а також харчових і смакоароматичних добавок або без них.

Маргарин призначений як для безпосереднього вживання в їжу, так і для домашньої кулінарії та ресторанного господарства, а також у хлібопекарській, кондитерській, харчоконцентратній, консервній та інших галузях харчової промисловості.

Залежно від призначення маргарини поділяють на групи:

• тверді:

– бутербродні – для безпосереднього вживання в їжу, у домашній кулінарії та мережі ресторанного господарства, а також для промислової переробки, окремі види маргарину призначені для виготовлення крему в кондитерській промисловості і домашніх умовах;

– столові – для використання у хлібопекарському, кондитерському, кулінарному, харчоконцентратному та консервному виробництві, у домашній кулінарії і мережі ресторанного господарства;

– для листового тіста – для використовування у виробництві листового тіста.

• рідкі:

– для домашньої кулінарії – для смаження і виготовлення борошняних виробів;

– для промислової переробки – для промислового виготовлення борошняних виробів.

Опис методів контролю. Якість маргарину оцінюють за органолептичними та фізико-хімічними показниками відповідно до чинних нормативних документів.

Органолептична оцінка якості. Під час проведення органолептичної оцінки якості маргарину визначають колір, запах, смак та консистенцію.

Визначення кольору. Колір твердого маргарину визначають огляданням зрізу проби продукту в пакувальній одиниці за температури $18\pm 1^\circ\text{C}$, м'якого – $15\pm 1^\circ\text{C}$; рідкого – за температури на $5\text{...}10^\circ\text{C}$ вище за його температуру плавлення.

За органолептичними та фізико-хімічними показниками маргарин повинен відповідати вимогам (табл. 20, 21).

Таблиця 20

Органолептичні показники якості маргарину

Група	Характеристика		
	смак і запах	консистенція	колір

Тверді маргарини			
Бутербродні	Чисті, з присмаком та запахом доданих смакових і ароматичних добавок. Сторонні присмаки та запахи не допустимі	За температури 10±2°С легкоплавка, пластична, однорідна, мазка. Поверхня зрізу блискуча або слабко блискуча, суха на вигляд	Від світло-жовтого до жовтого або зумовлений кольором введених добавок. Однорідний по всій масі
Столові	Чисті, з присмаком та запахом доданих смакових та ароматичних добавок. Сторонні присмаки та запахи не допустимі	Пластична, щільна, однорідна (за температури 20±2 °С), у разі введення смакових добавок допустима мазка консистенція. Поверхня зрізу блискуча або слабко блискуча, у разі введення смакових добавок допустима матова, суха на вигляд	Від світло-жовтого до жовтого або зумовлений кольором введених добавок. Однорідний по всій масі
Для листкового тіста		Пластична, однорідна (за температури 20±2° С). Поверхня зрізу блискуча або слабко блискуча, суха на вигляд	
Рідкі маргарини			
Для домашньої Для промислової переробки	Чисті, з присмаком та запахом доданих смакових і ароматичних добавок, сторонні присмаки та запахи не допустимі	Однорідна рухома (за температури 20±2° С)	Від світло-жовтого до жовтого або зумовлений кольором введених добавок, однорідний по всій масі

Таблиця 21

Фізико-хімічні показники якості маргарину

Показник	Норма				
	Тверді маргарини			Рідкі маргарини	
	бутербродні	столові	для листкового тіста	для домашньої кулінарії	для промислової переробки
Масова частка жиру, %	39,0...84,0			70,0...95,0	60,0...95,0
Масова частка вологи та летких речовин, %, не більше ніж	$100 - \left(M_{\text{жиру}} + M_{\text{сух.знежир.залишку}} \right)$				

Масова частка солі, %	0...2,0			
Кислотність, ° Кеттсторфера, не більше ніж	2,5			
Температура плавлення жиру, виділеного з маргарину, °С	27,0...38,0	36,0...44,0	15,0...20,0	17,0...36,0
Тривкість жиру, що виділився, %, не більше ніж	Не визначають		4,0	
Масова частка сухого знежиреного залишку, %, не менше	Відповідно до ТО			
pH водної або водно-молочної фаз	4,2...5,5			
Масова частка твердих тригліцеридів за 20° С, %	8...18	17...28	30...50	Не визначають
Пероксидне число в жирі, виділеному з маргарину, ммоль/кг ½ O, не більше ніж: - під час випуску з підприємства; - наприкінці зберігання	5 10			
Масова частка лінолевої кислоти в жирі, виділеному з маргарину, % від суми жирних кислот, не менше ніж	20,0			
Масова частка консерванту, мг/кг, не більше ніж: - бензойна кислота або бензоат натрію (у перерахунку на бензойну кислоту); - сорбінова кислота або сорбат натрію чи калію (у перерахунку на сорбінову кислоту); - спільне застосування консервантів (у перерахунку на сорбінову кислоту).	1000,0 600,0			
Вітамін А на 1 г маргарину, МО	20...50			
Вітамін D на 1 г маргарину, мг, не більше ніж	0,09			
Вітамін Е на 1 г маргарину, мг, не більше ніж	0,3			
Масова частка транс-ізомерів олеїнової кислоти, у перерахунку на метилаїдат, % не більше ніж	8,0			

Визначення запаху, смаку, вологи і летких речовин у маргарині

Прибори, посуд і реактиви: термометр скляний із діапазоном вимірювання температури $0...100^{\circ}\text{C}$ із ціною поділки 1°C ; склянка хімічна з безбарвного скла; папір білий канцелярський.

Методика визначення. Доводять температуру проби маргарину залежно від його виду до зазначеної вище та надають характеристику. Рідкий маргарин поміщують у склянку з безбарвного скла із зовнішнім діаметром 40 мм і заввишки 60 мм об'ємом не менше ніж 30 см^3 . Склянку встановлюють на аркуш білого паперу і розглядають в прохідному світлі, при цьому відмічають однорідність забарвлення і його відтінки.

Визначення запаху і смаку. Запах і смак твердого маргарину визначають за температури продукту $18\pm 1^{\circ}\text{C}$, м'якого маргарину – за температури $15\pm 1^{\circ}\text{C}$, рідкого – за температури на $5...10^{\circ}\text{C}$ вище їх температури плавлення.

Прибори, посуд і реактиви: термометр скляний із діапазоном вимірювання температури $0...100^{\circ}\text{C}$ з ціною поділки 1°C ; склянка хімічна з безбарвного скла; папір білий канцелярський.

Методика визначення. Відбирають таку кількість продукту, якої буде достатньо для розподілу по всій порожнині рота. Продукт розжовують протягом 20...30 с без проковтування та надають характеристику.

Визначення консистенції. Консистенцію твердого маргарину (крім бутербродного) визначають за температури продукту $20\pm 2^{\circ}\text{C}$, бутербродного – $10\pm 2^{\circ}\text{C}$, м'якого – $15\pm 1^{\circ}\text{C}$. Про консистенцію судять за зусиллям, яке докладають під час розрізання, зміною або збереженням структури, наявністю або відсутністю вкраплень маргарину або жиру іншої консистенції, наявністю або відсутністю вологи на зрізі.

Прибори, посуд і реактиви: термометр скляний із діапазоном вимірювання температури $0...100^{\circ}\text{C}$ із ціною поділки 1°C .

Методика визначення. Розрізають продукт у трьох місцях одиниці пакування та надають характеристику консистенції.

Оцінка якості за фізико-хімічними показниками. Методами фізико-хімічного аналізу в маргарині визначають: масову частку вологи і летких речовин, кислотність, масову частку жиру, твердість, тривкість, масову частку кухонної солі, масову частку лінолевої кислоти та рН згідно з ДСТУ 4463.

Визначення вологи і летких речовин у маргарині (масова частка жиру 40% і більше). Метод заснований на видаленні вологи шляхом нагрівання проби маргарину.

Прибори, посуд і реактиви: ваги лабораторні 2-го класу точності з

найбільшою межею зважування 200 г; шафа сушильна; термометр рідинний скляний із ціною поділки 1° С, який дає змогу вимірювати температуру в інтервалі від 160...180° С; ексикатор; плитка електрична побутова; склянки хімічні; годинник механічний чи електричний; пінцет.

Методика визначення. Зважують 3 г маргарину та поміщують у склянку. Склянку ставлять на електроплитку за температури 160...180° С, безперервно перемішують, не допускаючи розбризкування. Остаточне видалення вологи визначають за відсутністю потріскування і зміною кольору маргарину до світло-коричневого. Для видалення вологи зі стінок склянки її додатково висушують у сушильній шафі протягом 30 хв за температури 100...105° С. Склянку охолоджують в ексикаторі протягом 40 хв, зважують. Масову частку вологи і летких речовин, у відсотках, обчислюють за формулою 14:

$$W_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100, \quad (14)$$

де m_1 – маса склянки з маргарином до висушування, г;

m_2 – маса склянки з маргарином після висушування, г;

m – маса наважки маргарину, г.

Прискорений метод визначення вологи і летких речовин у маргарині (масова частка жиру 40% і більше).

Прибори, посуд і реактиви: ваги лабораторні 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г; плитка електрична побутова; термометр рідинний скляний з ціною поділки 1° С, який дає змогу вимірювати температуру в інтервалі від 160...180° С; ексикатор; склянки хімічні; скло годинникове.

Методика визначення. Зважують 5 г маргарину та поміщують у склянку. Склянку ставлять на електроплитку за температури 160...180° С (температуру плитки контролюють за допомогою термометру, занурений у склянку з рафінованою олією, що знаходиться поруч із пробєю), безперервно перемішують, не допускаючи розбризкування. Про видалення вологи судять за відсутністю запітнівання годинникового скла після припинення потріскування і зміни кольору маргарину до світло-коричневого. Охолоджують протягом 10 хв та зважують. Масову частку вологи і летких речовин, у відсотках, обчислюють за формулою 2.3.

Визначення вологи і летких речовин у низькожирному маргарині (масова частка жиру менша ніж 40%).

Прибори, посуд і реактиви: ваги лабораторні 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г ; шафа сушильна; піч муфельна; термометр рідинний скляний із ціною поділки 1° С, який дає змогу вимірювати температуру в інтервалі від 160...180° С; ексикатор; бюкси

алюмінієві; склянки хімічні; палички скляні; сито; кислота соляна (водний розчин 1:1); метиленовий оранжевий; пісок промитий прожарений; вода дистильована.

Методика визначення. Зважують 20 г піску та поміщають у чисту бюксу, сушать за температури $105 \pm 5^\circ \text{C}$ до постійної маси. Зважування проводять кожні 30 хв. У підготовлену бюксу із піском зважують 3 г маргарину та перемішують з піском. Сушать протягом 2 год за температури $105 \pm 5^\circ \text{C}$, охолоджують в ексікаторі та зважують. Наступні зважування проводять через кожні 30 хв сушіння до постійної сухої маси. Масову частку вологи і летких речовин, у відсотках, обчислюють за формулою 15:

$$W_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100, \quad (15)$$

де m_1 – маса бюкси з піском і маргарином до висушування, г;

m_2 – маса бюкси з піском маргарином після висушування, г;

m – маса наважки маргарину, г.

Прискорений метод визначення вологи і летких речовин у маргарині (масова частка жиру менша ніж 40%).

Прибори, посуд і реактиви: ваги лабораторні 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г ; шафа сушильна; піч муфельна; плитка електрична побутова; термометр рідинний скляний із ціною поділки 1°C , який дає змогу вимірювати температуру в інтервалі від $160 \dots 180^\circ \text{C}$; ексікатор; бюкси алюмінієві; годинник механічний чи електричний; склянки хімічні; палички скляні; сито; скло годинникове; папір фільтрувальний; кислота соляна (водний розчин 1:1); метиленовий оранжевий; пісок промитий прожарений; вода дистильована.

Методика визначення. Зважують 20 г піску та поміщають у чисту бюксу, сушать за температури $105 \pm 5^\circ \text{C}$ до постійної маси. Зважування проводять кожні 30 хв. Прожарений пісок закривають фільтрувальним папером. У підготовлену бюксу зважують 5 г маргарину та розміщують її на електричній плитці за температури $160 \dots 180^\circ \text{C}$. Після припинення потріскування знімають фільтрувальний папір. Про видалення вологи судять за відсутністю запітнівання годинникового скла. Охолоджують протягом 10...15 хв і зважують.

Визначення кислотності. Метод застосовують в інтервалі вимірювань від $0,5^\circ$ до $3,5^\circ$ Кеттсторфера.

Прибори, посуд і реактиви: ваги лабораторні 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г ; плитка електрична побутова; годинник механічний чи електричний; баня водяна; колби конічні; бюретка; калію гідроксид (0,1 н); ефір діетиловий фармокопейний; спирт етиловий ректифікований технічний; фенолфталеїн; тимолфталеїн; вода

дистильована.

Методика визначення. На вагах у конічній колбі зважують 5 г маргарину. Колбу з вмістом нагрівають на водяній бані до розплавлення маргарину, додають 20 см³ спирто-ефірної суміші, 5 крапель фенолфталеїну і титрують (за постійного помішування) розчином КОН або NaOH до появи рожевого забарвлення, що не зникає протягом 1 хв. Кислотність, у градусах Кеттсторфера, обчислюють за формулою 16:

$$W_3 = \frac{10 \cdot V \cdot K}{m}, \quad (16)$$

де V – кількість розчину КОН або NaOH, витрачена на титрування, см³;

K – поправка до титру розчину КОН або NaOH;

m – маса наважки маргарину, г;

10 – коефіцієнт, що враховує кількість розчину КОН або NaOH (0,1 н), який витрачено на титрування 100 г маргарину.

Лабораторна робота 15

Визначення масової частки та температури плавлення жирів

Визначення масової частки жиру. Масову частку жиру визначають: методом визначення сухого знежиреного залишку або методом екстрагування в апараті Сокслета.

Визначення масової частки жиру методом визначення сухого знежиреного залишку. Метод заснований на визначенні вологи та летких речовин у маргарині з наступним висушуванням сухого залишку до постійної маси.

Прибори, посуд і реактиви: ваги лабораторні 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г ; шафа сушильна; термометр рідинний скляний з ціною поділки 1° С, який дає змогу вимірювати температуру в інтервалі від 160...180° С; ексікатор; плитка електрична побутова; годинник механічний чи електричний; пінцет; склянки хімічні; колби конічні; лійки лабораторні; чашки Петрі; папір фільтрувальний; ефір діетиловий фармакопейний перегнаний.

Методика визначення. У зважену склянку із записаним результатом зважують 3 г маргарину, ставлять на електроплитку за температури від 160° С до 180° С і визначають масову частку вологи і летких речовин у маргарині. Потім у цю саму склянку по стінках доливають 50 см³ ефіру так, щоб змити зі стінок склянки краплі жиру, що залишилися на ній, вміст добре перемішують коловими рухами і залишають до повного відстоювання. Прозорий розчин, що відстоявся, обережно зливають через

лійку із попередньо висушеним фільтром у колбу, залишаючи невелику кількість ефіру над осадом. Осад промивають 3–4 рази, щоразу після відстоювання зливаючи ефірний шар крізь фільтр. Для кожного промивання беруть близько 30 см³ ефіру. У разі наявності слідів жиру на фільтрі, його промивають окремо – до повного знежирювання. Далі фільтр переносять у склянку із знежиреним залишком і висушують у сушильній шафі за температури 100...105° С до постійної маси, охолоджують та зважують.

Визначення масової частки жиру методом екстрагування в апараті Сокслета. Метод застосовують в інтервалі вимірювань від 20% до 85%.

Прибори, посуд і реактиви: ваги лабораторні 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г ; шафа сушильна; апарат Сокслета; баня водяна; скло годинникове; папір фільтрувальний; вата медична; пінцет; ефір діетиловий висушений; натрій сірчаноокислий безводний.

Методика визначення. У порцелянову ступку зважують 5 г маргарину, змішують із 15 г прожареного за температури (100±5)° С до постійної маси сірчаноокислого натрію і шпателем переносять у патрон. Ступку і шпатель за допомогою пінцета протирають декілька разів ватою, спочатку сухою, потім змоченою ефіром; усю вату поміщають у той самий патрон. Краї патрона загортають і поміщають в екстрактор. До екстрактора приєднують чисту висушену до постійної ваги за температури 100...105° С та зважену після охолодження колбу. Через холодильник за допомогою маленької лійки в екстрактор наливають стільки діетилового ефіру, щоб розчинник перелився в колбу, і потім додають ще невеликий надлишок розчинника. Колбу зібраного апарата нагрівають на водяній бані, що забезпечує спокійне кипіння ефіру (7– 8 сифонувань за 1 год). Через

3 год перевіряють завершеність екстрагування. Для цього охолоджують колбу, швидко від'єднують її від екстрактора і наносять 1 – 2 краплі ефіру з нижнього кінця сифона екстрактора на чисте годинникове скло або шматочок фільтрувального паперу. Екстрагування вважають закінченим, якщо після випаровування ефіру на склі або папері не залишається масляної плями. Після закінчення екстрагування апарат розбирають, виймають патрон, колбу знову приєднують до екстрактора і відганяють розчинник із колби в екстрактор. Колбу із жиром, після відгону розчинника, сушать у сушильній шафі протягом 2 год за температури 100...105° С. Подальші зважування проводять через кожні 30 хв сушіння до постійної маси.

Визначення температури плавлення жирів, виділених із маргарину. Метод застосовують в інтервалі вимірювань від 20° С до 50° С.

Прибори, посуд і реактиви: плитка електрична побутова; мішалка механічна або електрична; термометр рідинний скляний з ціною поділки 1°

С, який дає змогу вимірювати температуру в інтервалі $0 \dots 100^\circ \text{C}$; годинник механічний або електричний; склянки хімічні; капіляри з тонкого скла; вода дистильована.

Методика визначення. Заповнений капіляр прикріплюють до термометра за допомогою тонкого гумового кільця таким чином, щоб стовпчик жиру перебував на одному рівні з ртутною кулькою термометра, а сам капіляр займав би вертикальне положення. Термометр із прикріпленим до нього капіляром занурюють у склянку з дистильованою водою температурою від $15^\circ \dots 18^\circ \text{C}$, на таку глибину, щоб капіляр був занурений у воду на 3–4 см, а його нижня основа була на відстані від 3 см до 4 см від дна склянки, і стежать за тим, щоб у вільний кінець капіляра не потрапляла вода. Воду в склянці під час безперервного перемішування нагрівають спочатку зі швидкістю 2°C за хвилину, а потім, у разі наближення до температури плавлення, – за температури $3 \dots 4^\circ \text{C}$ до неї – швидкість нагрівання зменшують до 1°C за хвилину.

Лабораторна робота 16

Визначення твердості маргарину

Визначення твердості маргарину. Метод застосовують в інтервалі вимірювань від 500 г/см^3 до 1000 г/см^3 .

Прибори, посуд і реактиви: твердомір Камінського (рис. 4).

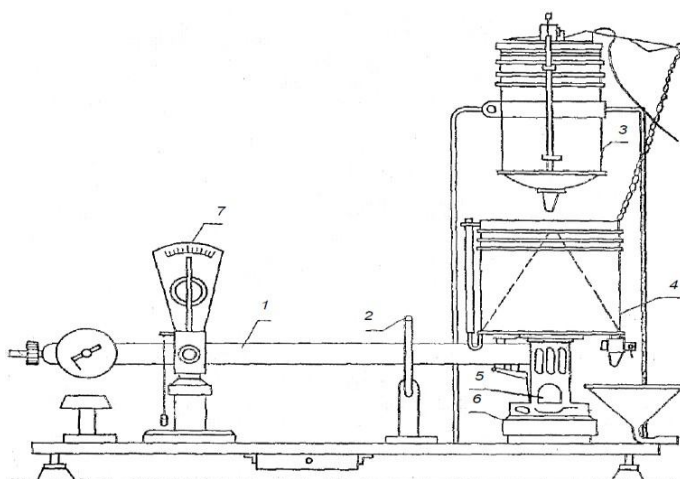


Рисунок 4 Твердомір Камінського:

1 – коромисло; 2 – аретир; 3 – напірний бачок; 4 – приймач; 5 – різальний пристрій; 6 – охолоджувальна камера; 7 – шкала

Методика визначення. Брусок маргарину витримують за кімнатної температури або в холодильнику до досягнення ним температури 15°C . Потім дві пронумеровані капсули приладу для визначення твердості жирів вдавлюють у брусок, виймають їх й обережно ножом очищують зовнішні

стілки капсул від частинок маргарину, що пристали. Заповнені капсули поміщають на 0,5 год у воду, що має температуру 15° С. Термостатовану капсулу вміщують у гніздо охолоджувальної камери приладу (6), через яку безперервно пропускають водопровідну воду (за температури навколишнього повітря нижчої ніж 20° С пропускати воду не треба). Відкривають водопровідний кран і через напірний бачок (3) починають подавати воду, зливаючи надлишок через зливну трубку. Правою рукою натискають на важіль, що підіймає шток напірного бачка (3), який затримують клямкою, а лівою рукою виводять аретир (2), у цьому разі вода з напірного бачка починає надходити в приймач (4). У момент прорізання жиру дротом завтовшки 0,25 мм коромисло (1) з різальним пристроєм (5) і приймачем починає опускатися. Коли стрілка пройде середній розподіл шкали (7), ланцюжок потягне за спускний важіль, останній змістить у бік клямку і шток, що звільнився, впаде, закривши отвір, через який вода надходила в приймач. Коромисло (1) підіймають і, закріпивши його аретиром, відраховують кількість мілілітрів води, що зібралась у вимірювальній трубці, після чого знаходять у проградуйованій таблиці визначену твердість жиру.

Визначення масової частки кухонної солі в маргарині. Масову частку кухонної солі визначають методом титрування або методом спалювання.

Визначення масової частки кухонної солі методом титрування. Метод застосовують для вимірювань в інтервалі 0...1,5%.

Прибори, посуд і реактиви: ваги лабораторні 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г; плитка електрична побутова; баня водяна; скляки хімічні; колби конічні; лійки лабораторні; бюретки; скло годинникове; калій хромовоокислий; срібло азотнокисле; вода дистильована.

Методика визначення. У конічну колбу зважують 5 г маргарину, підливають піпеткою 50 см³ дистильованої води. Колбу закривають годинниковим склом. Вміст колби поміщають у попередньо доведену до кипіння водяну баню (нагрівання припинити) і витримують 7 хв або нагрівають на електроплитці до температури 90° С. Потім енергійно збовтують, охолоджують 20 хв і фільтрують через вологий фільтр. У конічну колбу піпеткою відбирають 10 см³ фільтрату, додають 3 краплі розчину хромовоокислого калію (K₂CrO₄) і титрують розчином азотнокислого срібла (AgNO₃) до появи слабкого цегляно-червоного кольору. Масову частку кухонної солі, у відсотках, обчислюють за формулою 17:

$$W_4 = 100 \cdot \frac{V \cdot 0,0029 \cdot V_1 \cdot K}{m \cdot V_2} \quad (17)$$

де V – кількість розчину азотнокислого срібла молярного (0,05 н);
 V_1 – об'єм витяжки, що виготовлена з наважки, см³;
 V_2 – об'єм витяжки, взятої на титрування, см³;
 K – коефіцієнт поправки титру азотнокислого срібла (0,05 н.);
0,0029 – титр розчину азотнокислого срібла (0,05 н.), в перерахунку на хлорид натрію;
 m – маса наважки маргарину, г.

Лабораторна робота 17

Визначення масової частки бензоату натрію, сорбінової кислоти та рН

Визначення бензоату натрію. Метод дає змогу здійснювати контроль за вмістом консерванту в маргарині.

Прибори, посуд і реактиви: ваги лабораторні 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г; плитка електрична побутова; термометр рідинний скляний із ціною поділки 1° С, який дає змогу вимірювати температуру в інтервалі 0...120° С; баня водяна; піпетки; склянки хімічні; колби конічні; лійки лабораторні; циліндри мірні; бюретки; папір фільтрувальний; ефір етиловий; натрію гідроксид; цинк сірчаноокислий; спирт етиловий ратифікований технічний; калій залістосинеродистий; кислота соляна; водний розчин метиленового оранжевого (0,1%); фенолфталеїн; вода дистильована.

Методика визначення. Пробу маргарину від 29 г до 30 г зважують у колбі об'ємом 250 см³. Додають 50 см³ гарячої води. Колбу закривають корком та енергійно струшують. Водно-жирову емульсію переносять у лійку для розділення. Після розподілу зливають нижній шар у колбу об'ємом 250 см³. Повторюють екстрагування бензоату натрію ще один раз, використовуючи для екстрагування 50 см³ гарячої води.

До об'єднаних екстрактів додають 1 см³ водного розчину залістосинеродистого калію та 1,2 см³ водного розчину сірчаноокислого цинку. Вміст колби інтенсивно збовтують і фільтрують крізь паперовий складчастий фільтр у мірну колбу об'ємом 250 см³. Осад на фільтрі промивають три рази гарячою водою порціями по 10...15 см³ і доводять об'єм вмісту водою до мітки.

Контрольну пробу готують таким чином: до 150 см³ дистильованої води додають 1 см³ водного розчину залістосинеродистого калію й 1,2 см³ водного розчину сірчаноокислого цинку. Вміст колби інтенсивно збовтують і фільтрують крізь паперовий складчастий фільтр у мірну колбу об'ємом 150 см³ і доводять до мітки.

Експериментальний і контрольний зразки переносять в колби для титрування, додають по 30 см³ етилового ефіру і титрують розчином

соляної кислоти молярної концентрації ($0,5 \text{ моль/дм}^3$) в присутності 2 ..3 крапель метилоранжу до оранжево-жовтого забарвлення, що не зникає протягом 30 с.

Визначення масової частки сорбінової кислоти. Метод дає змогу здійснювати контроль за вмістом консерванту в маргарині.

Прибори, посуд і реактиви: ваги лабораторні 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г; плитка електрична побутова; термометр рідинний скляний із ціною поділки 1°C , який дає змогу вимірювати температуру в інтервалі $0 \dots 120^\circ \text{C}$; баня водяна; піпетки; склянки хімічні; колби конічні; лійки лабораторні; циліндри мірні; бюретки; папір фільтрувальний; ефір етиловий; натрію гідроксид; цинк сірчаноокислий; спирт етиловий ратифікований технічний; калій залізістосинеродистий; кислота соляна; водний розчин метиленового оранжевого (0,1%); фенолфталеїн; вода дистильована.

Методика визначення. Пробу маргарину від 9 г до 11 г зважують у колбі об'ємом 250 см^3 . Додавають 50 см^3 гарячої води. Колбу закривають корком й енергійно струшують. Водно-жирову емульсію переносять у лійку для розподілення. Після розподілу зливають нижній шар у колбу об'ємом 250 см^3 . Повторюють екстрагування бензойної кислоти ще три рази, використовуючи для екстрагування щоразу по 50 см^3 гарячої води. До об'єднаних екстрактів додають 1 см^3 водного розчину залізістосинеродистого калію й $1,2 \text{ см}^3$ водного розчину сірчаноокислого цинку. Вміст колби інтенсивно збовтують і фільтрують крізь паперовий складчастий фільтр у мірну колбу об'ємом 250 см^3 . Осад на фільтрі промивають три рази гарячою водою порціями по $(10 \dots 15) \text{ см}^3$ і доводять об'єм вмісту у колбі водою до мітки. Вміст колби переносять у лійку для розподілення й екстрагують бензойну кислоту етиловим ефіром порціями один раз 100 см^3 і два рази по 50 см^3 , енергійно струшуючи. З об'єднаних екстрактів відганяють етиловий ефір і залишок розчиняють у 50 см^3 водного розчину етилового спирту з масовою часткою 85%. Розчин бензойної кислоти у водному спирті титрують водним розчином гідроксиду натрію молярної концентрації ($0,05 \text{ моль/дм}^3$) в присутності фенолфталеїну до слабо-рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 30 с. Паралельно проводять контрольне титрування 50 см^3 водного розчину етилового спирту з масовою часткою 85%.

Визначення рН водної або водно-молочної фаз. Метод застосовують для визначення активної кислотності водної або водно-молочної фази.

Прибори, посуд і реактиви: рН-метр лабораторний (іонометр); шафа сушильна; термометр рідинний скляний із ціною поділки 1°C , який дає змогу вимірювати температуру в інтервалі $0 \dots 50^\circ \text{C}$; склянки хімічні; палички скляні; папір фільтрувальний; вода дистильована.

Методика визначення. Наважку маргарину 100 ± 5 г у склянці

поміщують у сушильну шафу за температури 55...60° С і витримують до повного розшаровування. Верхній жировий шар зливають у склянку та розміщують її в холодильник для застигання жиру, який залишився на поверхні. Застиглий жир обережно усувають за допомогою скляної палички. У склянку відбирають пробу водної або водно-молочної фази. Опускають електроди і термометр. Тумблер на лицьовій панелі приладу «температура розчину» встановлюють на значенні температури проби 20±1° С. Відлік величини рН на шкалі приладу слід проводити після того, як показники набудуть постійного значення. Тривалість устанавлювання – близько 5 хвилин.

Лабораторна робота 18

Визначення масової частки твердих тригліцеридів, пероксидного числа

Визначення масової частки твердих тригліцеридів. Масову частку твердих тригліцеридів у жирі, виділеному з маргарину, визначають дилатометричним методом.

Прибори, посуд і реактиви: ваги лабораторні 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г; ультратермостат; вакуум- помпа; шафа сушильна; плитка електрична побутова; термометр рідинний скляний із ціною поділки 1° С, який дає змогу вимірювати температуру в інтервалі 0...120° С; баня водяна; баня з охолоджувальною сумішшю; дилатометри скляні; піпетки; склянки хімічні; колби конічні; лійки лабораторні; корки коркові; папір фільтрувальний; калію гідроксид; хромова суміш; спирт етиловий ратифікований технічний; барвник водорозчинний метиленовий блакитний; вода дистильована.

Методика визначення. У підготовлений дилатометр вливають обережно жир по стінці до верхньої межі шліфа. Дилатометр закривають притертим корком так, щоб у жир не потрапили бульбашки повітря, і регулюють рух забарвленої рідини обережним введенням корка в дилатометр і притримуванням злегка (вказівним пальцем лівої руки) відкритого кінця капіляра. Дилатометр ретельно витирають та зважують, визначають наважку жиру за різницею маси. Притертий корок дилатометра закріплюють гумкою, натягуючи її на спеціальні утримувачі на корку та корпусі дилатометра. Заповнений дилатометр вміщують в ультратермостат з водою, що нагріта до 50° С, і витримують за цієї температури до встановлювання постійного рівня забарвленої рідини (10 хв), потім записують рівень забарвленої рідини і занурюють дилатометр в охолоджувальну баню на 15 хв. Потім дилатометр переносять в ультратермостат із температурою 20° С, витримують до встановлення постійного рівня (20 хв) і записують рівень забарвленої рідини. Після

цього дилатометр переносять в ультратермостат з водою, що нагріта до 50° С. У разі правильного заповнення дилатометра рівень забарвленої рідини в капілярі повинен співпасти з первинним за цієї самої температури. Масову частку твердих тригліцеридів, у відсотках, за заданої температури, обчислюють за формулою 18 :

$$W_5 = \frac{a-b-0,83 \cdot (t_1-t_2)}{m}, \quad (18)$$

де a – рівень забарвленої рідини за температури 50° С;

b – рівень забарвленої рідини за температури 20° С;

m – маса наважки жиру, г;

0,83 – величина температурного розширювання 1 г жиру під час нагрівання на 1° С, мм³;

t_1 – початкова температура (50° С);

t_2 – задана температура жиру, за якої визначають вміст твердих тригліцеридів (20° С).

Визначення пероксидного числа. Метод заснований на реакції взаємодії продуктів окиснення олії та жирів (перекисів і гідроперекисів) з йодистим калієм у розчині оцтової кислоти і хлороформу і наступному кількісному визначенні йоду, що виділився, титрометричним методом.

Прибори, посуд і реактиви: ваги лабораторні 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г; годинник механічний або електричний; дилатометри скляні; піпетки; склянки хімічні; колби конічні; лійки лабораторні; циліндри мірні; папір фільтрувальний; хлороформ; кислота оцтова; натрій сіркуватистоокислий; стандарт титри тіосульфату натрію; крохмаль розчинний; вода дистильована.

Методика визначення. Пробу маргарину масою від 50 г до 60 г розплавляють у склянці на водяній бані або в сушильній шафі за температури (60±10)° С, витримують за цієї температури до повного розшарування. Щоб швидше зруйнувалась емульсія, допустимо додавати до проби 1...2 г кухонної солі. Склянку з корком поміщують у холодильник до повного застигання жиру. Застиглий жир виймають, підсушують між двома шарами фільтрувального паперу і відбирають із нього проби для вимірювання. Пробу маргарину (табл. 1) для дослідження зважують у колбу.

Додають 10 см³ хлороформу, швидко розчиняють пробу, доливають 15 см³ оцтової кислоти й 1 см³ розчину йодистого калію, після чого колбу відразу ж закривають, перемішують вміст протягом 1 хв і залишають на 5 хв у темному місці за температури 15...25° С. Потім додають 75 см³ води, ретельно перемішують і додають розчин крохмалю до появи слабкого однорідного фіолетово-синього забарвлення, що свідчить про виділення

йоду, титрують розчином тіосульфату натрію ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) до молочно-білого забарвлення, стійкого протягом 5 с, використовуючи розчин молярної концентрації ($0,002 \text{ моль/дм}^3$), якщо передбачуване значення перекисного числа не більше $6,0 \text{ ммоль/кг}$ (табл. 22).

Таблиця 22

Залежність маси наважки від передбачуваного значення пероксидного числа

Передбачуване значення пероксидного числа, ммоль/кг	Маса проби, г
від 0 до 6,0	5,000...2,000
від 6,0 до 10,0	2,000...1,200
від 10,0 до 15,0	1,200...0,600
від 15,0 до 25,0	0,600...0,500
від 25,0 до 40,0	0,500...0,300

Якщо передбачуване значення перекисного числа більше $6,0 \text{ ммоль/кг}$, після додавання води і перемішування йоду, що виділився, титрують розчином тіосульфату натрію молярної концентрації ($0,01 \text{ моль/дм}^3$) до помітного зниження інтенсивності забарвлення розчину. Обережно додають крохмаль до появи слабкого однорідного фіолетово-синього забарвлення. Йод, що залишився, титрують розчином тіосульфату натрію до молочно-білого забарвлення в кінці титрування. Допускається наявність різних відтінків забарвлення відповідно до специфічних особливостей забарвлення проби.

Лабораторна робота 19

Визначення масової частки лінолевої кислоти

Визначення масової частки лінолевої кислоти засновано на перетворенні тригліцеридів жирних кислот у метилові (етилові) ефіри жирних кислот і газохроматографічному аналізі останніх.

Прибори, посуд і реактиви: хроматограф газовий лабораторний із полум'яно-іонізаційним детектором і програмуванням температури, термостатом на температури не нижче 200°C , з випарником на температури не нижче 300°C ; колонка газохроматографічна з нержавіючої сталі або скляна завдовжки $1,5 \dots 2 \text{ м}$, внутрішнім діаметром $2 \dots 4 \text{ мм}$; мікроскоп відліковий типу МПБ-2 або лупа вимірювальна; лінійка з ціною поділки 1 мм ; пристрій інтегруючий; мікрошприц МШ-10 об'ємом 10 мм^3 або «Газохром 101» об'ємом 1 мм^3 ; секундомір; ваги лабораторні 3-го класу точності з найбільшою межею зважування 1000 г ; шпатель; піпетка; пробірка; циліндр; лійка

лабораторна; колби конічні; холодильник ХШ-1-400-29/32 ХС; апарат для перегону; холодильник ХПТ-1-100-14/23 ТЗ; алонж АЮ-29/32- 14/23-60 або АКП-29/32, термометр рідинний скляний з інтервалом температур 0...100 ° С і ціною поділки 0,5° С; баня водяна; папір фільтрувальний лабораторний; наповнювачі для колонок: хроматон N- АW, оброблений 10% реаплекса 400 або карбовакс 20M, або наповнювач аналогічної якості; водень технічний марки А або водень електролізний від генератора водню типу ШГН-2; повітря класу 0; гази-носії: азот газоподібний, гелій стиснений, аргон газоподібний; натрій металевий або метилат натрію; окис кальцію; гексан для хроматографії; метанол-отрута або спирт етиловий ректифікований технічний із наступним отриманням абсолютно сухого метилового або етилового спирту і метилових або етилових ефірів жирних кислот.

Методика визначення. Хроматограф налаштовують за такими умовами проведення аналізу, що не містять низькомолекулярних кислот:

- температура термостата колонок – 180...190° С;
- температура випарника – 250° С;
- температура печі детекторів – 200° С;
- швидкість потоку газу-носія (азот, аргон, гелій) – 30...40 см³/хв;
- об'єм проби – близько 1 мм³ розчину метилових (етилових) ефірів кислот у гексані.

Час виходу метилолеату не більше 15 хв.

Розраховують вміст метилових ефірів жирних кислот жирової основи маргарину методом внутрішньої нормалізації. Площі піків (S_1) кожного компонента обчислюють за формулою:

$$S_1 = h_i \cdot a_i,$$

де h_i – висота піка, мм.

a_i – ширина піка, який вимірюють на половині висоти, мм.

Суму площ піків приймають за 100%.

Масову частку лінолевої кислоти, у відсотках, обчислюють за формулою 19:

$$W_6 = \frac{S_1 \cdot 100}{\sum S_1}, \quad (19)$$

де S_i – площа піка метиллінолеату, мм²;
 $\sum S_i$ – сума площ усіх піків на хроматограмах, мм².

Визначення масової частки консервантів. Під час визначення масових часток консервантів установлюють масові частки бензойної та сорбінової кислоти.

Визначення масової частки бензойної кислоти. Метод застосовують для здійснення контролю за вмістом консерванту в маргарині.

Прибори, посуд і реактиви: ваги лабораторні 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г; плитка електрична побутова; термометр

рідинний скляний із ціною поділки 1° С, який дає змогу вимірювати температуру в інтервалі 0...120° С; баня водяна; піпетки; склянки хімічні; колби конічні; лійки лабораторні; циліндри мірні; бюретки; папір фільтрувальний; ефір етиловий; натрію гідроксид; цинк сірчаноокислий; спирт етиловий ратифікований технічний; калій залізістосинеродистий; кислота соляна; водний розчин метиленового оранжевого (0,1%); фенолфталеїн; вода дистильована.

Методика визначення. Пробу маргарину від 9 г до 11 г зважують у колбі об'ємом 250 см³. Додавають 50 см³ гарячої води. Колбу закривають корком та енергійно струшують. Водно-жирову емульсію переносять у лійку для розподілення. Після розподілу зливають нижній шар у колбу об'ємом 250 см³. Повторюють екстрагування бензойної кислоти ще три рази, використовуючи для екстрагування щоразу по 50 см³ гарячої води. До об'єднаних екстрактів додають 1 см³ водного розчину залізістосинеродистого калію та 1,2 см³ водного розчину сірчаноокислого цинку. Вміст колби інтенсивно збовтують і фільтрують крізь паперовий складчастий фільтр у мірну колбу об'ємом 250 см³. Осад на фільтрі промивають три рази гарячою водою порціями по (10...15) см³ і доводять об'єм вмісту у колбі, водою до мітки. Вміст колби переносять у лійку для розподілення й екстрагують бензойну кислоту етиловим ефіром порціями один раз 100 см³ і два рази по 50 см³, енергійно струшуючи. З об'єднаних екстрактів відганяють етиловий ефір і залишок розчиняють у 50 см³ водного розчину етилового спирту з масовою часткою 85%. Розчин бензойної кислоти у водному спирті титрують водним розчином гідроксиду натрію молярної концентрації (0,05 моль/дм³) в присутності фенолфталеїну до слабко-рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 30 с. Паралельно проводять контрольне титрування 50 см³ водного розчину етилового спирту з масовою часткою 85%. Масову частку бензойної кислоти, у відсотках, обчислюють за формулою 20:

$$W_7 = 100 \cdot \frac{(V - V_0) \cdot 0,0061 \cdot K}{m}, \quad (20)$$

де V – об'єм водного розчину гідроксиду натрію молярної концентрації (0,05 моль/дм³), який витрачений під час титрування основної проби, см³;

V_0 – об'єм водного розчину гідроксиду натрію молярної концентрації (0,05 моль/дм³), який витрачений під час титрування контрольної проби, см³;

0,0061 – маса бензойної кислоти, що відповідає 1 см³ розчину гідроксиду натрію молярної концентрації (0,05 моль/дм³), г;

K – відношення дійсної молярної концентрації розчину гідроксиду натрію до номінальної молярної концентрації (0,05 моль/дм³); m – маса проби маргарину, г.

Визначення вмісту вологи і летких речовин

Вміст вологи і летких речовин в топлених жирах визначають шляхом висушування наважки жиру.

Підвищений вміст вологи знижує харчову цінність жиру, її стійкість при зберіганні, сприяє розвитку гідролітичних процесів.

Підвищена кількість води свідчить про порушення технологічного процесу виробництва жиру.

Вміст вологи для яловичого, баранячого жиру вищого сорту становить 0,20%; I сорту – 0,30%; свинячого, кінського, кісткового вищого сорту 0,25%, I сорту – 0,30%; кістковий збірний 0,50%.

Апаратура

Вага лабораторна, тиглі для зважування, ексікатор, шафа лабораторна сушильна.

Проведення дослідів

Тиглі для зважування висушують протягом 30 хв при температурі (103 ± 2) °С, охолоджують в ексікаторі і зважують.

У зважену колбу вносять 2–3 г досліджуваного жиру, зважують і висушують при температурі (103 ± 2) °С до постійної маси.

Перше зважування проводять через 1 год, подальші – через 30 хв. Постійна маса вважається досягнутою, коли різниця двох останніх зважувань не перевищує 0,0002 г. Якщо після одного з подальших зважувань спостерігається надбавка маси, то для розрахунку приймають якнайменшу масу тигля з речовиною.

Для жирів, що знаходяться на зберіганні, перше зважування проводять через 30 хв, подальші – через 15 хв.

Обробка результатів

Масову частку вологи і летких речовин (X) у відсотках обчислюють за формулою 21:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (21)$$

де m_1 – маса колби з жиром до висушування, г;

m_2 – маса тигля з жиром після висушування, г;

m – маса наважки досліджуваного жиру, г.

1. За кінцевий результат дослідження беруть середнє арифметичне значення результатів (\bar{X}) двох паралельних визначень, допустима розбіжність між якими не повинна перевищувати при $P=0,95$ 23 % по відношенню до середнього арифметичного. Обчислення проводять до третього десяткового знаку і округляють до другого.

5.2 Допустима розбіжність між результатами досліджень, виконаних в двох різних лабораторіях, не повинна перевищувати 30% по відношенню до середнього арифметичного значення при $P=0,95$.

5.3 Значення середнього квадратичного відхилення випадкової складової похибки вимірювань маси вологи і летких речовин однієї і тієї ж проби в різних лабораторіях при допустимих методикою змінах впливаючих факторів становить $0,27 \cdot \bar{X}$.

Визначення вільних жирних кислот (кислотності).

Вміст вільних жирних кислот визначають розрахунковим шляхом за значенням кислотного числа жиру (X_2). Розрахунок наведений за олеїною кислотою, кількість якої в тваринних жирах складає близько 5 %. Масову частку вільних жирних кислот (X_2) (кислотність) у відсотках обчислюють за формулою 22:

$$X_2 = \frac{X_2}{n} \cdot 100, \quad (22)$$

де X_2 – кислотне число жиру, мг КОН;

n – число нейтралізації олеїнової кислоти жиру, мг КОН.

Число нейтралізації олеїнової кислоти (n) визначають за формулою:

$$n = \frac{56,11 \cdot 1000}{282,27} = 198,78$$

де 56,11 – кількість г КОН, необхідна для нейтралізації однієї грам-молекули олеїнової кислоти;

282,27 – молекулярна маса олеїнової кислоти, г;

1000 – масова частка олеїнової кислоти, мг.

Визначення масової частки речовин, не розчинних в ефірі.

Речовинами, нерозчинними в ефірі, вважають білки і механічні забруднення.

Апаратура, матеріали і реактиви

Колба конічна, вага лабораторна загального призначення 3-го класу точності з найбільшою межею зважування 1 кг, лійка, стаканчики для зважування,

фільтр обеззолений діаметром 9 см з червоною смугою.

Ефір етиловий, ексікатор, шафа лабораторна сушильна, яка забезпечує підтримку заданого температурного режиму 40–150°C з похибкою $\pm 5^\circ\text{C}$, натрій сірчаноокислий безводний.

Проведення дослідження

Наважку жиру 5 або 10 г розчиняють відповідно в 100 або 200 мл сухого етилового ефіру. Розчин пропускають через фільтр, висушений при температурі $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ до постійної маси. Потім фільтр промивають багато разів (5 разів по 10 мл) ефіром і сушать до постійної маси.

Обробка результатів

Масову частку речовин, не розчинених у ефірі, (X_3) у відсотках обчислюють за формулою 23:

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (23)$$

де m_1 – маса стаканчика з фільтром і осадом, г;

m_2 – маса стаканчика з фільтром, г;

m – маса наважки жиру, г.

За кінцевий результат дослідження беруть середнє арифметичне результатів (\bar{X}) двох паралельних визначень, допустима розбіжність між якими не повинна перевищувати при $P=0,95$ 20 % відносно середнього арифметичного. Кінцевий результат заокруглюють до другого десяткового знаку.

Допустима розбіжність між результатами досліджень, проведених в двох різних лабораторіях при $P=0,95$ не повинна перевищувати 25% відносно середнього арифметичного.

Значення середньоквадратичного відхилення випадкової складової похибки вимірювань частки речовин, нерозчинних в ефірі, однієї і тієї ж проби в різних лабораторіях при допустимих методикою змінах впливаючих факторів становить $0,138 \bar{X}$.

Визначення температури плавлення.

За температуру плавлення жиру беруть температуру, при якій жир набуває рухливості, тобто речовина переходить із твердого стану у рідкий. Жири представляють складну систему, яка утворена гліцеридами різних жирних кислот, які не володіють різко вираженою температурою плавлення, а плавляться у деякому інтервалі температур.

Температура плавлення у $^{\circ}\text{C}$: яловичий жир – 42-52, кістковий жир 33-45, баранячий жир 44-46, свинячий 36-46.

Апаратура

Капіляр діаметром близько 1,5 мм, завдовжки 50–60 мм, термометр скляний технічний з діапазоном вимірювання $0-100^{\circ}\text{C}$ з допустимою похибкою вимірювання $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$, стакан скляний, мішалка скляна кільцева діаметром 50 мм, вода дистильована.

Проведення дослідження

У капіляр набирають розплавлений, заздалегідь профільтований жир висотою стовпчика близько 10 мм і залишають протягом 1-2 г на льоду.

Після охолодження капіляр тонким гумовим кільцем прикріплюють до термометра так, щоб стовпчик жиру був на одному рівні з ртутною кулькою термометра. Термометр з капіляром закріплюють на штативі і занурюють в стакан з перекип'яченою дистильованою водою так, щоб верхній кінець стовпчика жиру був на 2 см нижче за рівень води. Стакан повинен бути забезпечений мішалкою. Воду в стакані нагрівають з таким розрахунком, щоб температура води при періодичному помішуванні не підвищувалася більше, ніж на 2°C за 1 хв на початку і не більше 1°C за 1 хв в кінці визначення (перед переходом жиру в рідкий стан).

За температуру плавлення приймають покази термометра у момент початку підйому стовпчика жиру

9.1. За кінцевий результат дослідження беруть середнє арифметичне результатів (\bar{X}) двох паралельних визначень, допустима розбіжність між якими не повинна перевищувати при $P=0,95$ 10% по відношенню середнього

арифметичного. Обчислення проводять до першого десяткового знаку і заокруглюють до цілого числа.

9.2. Допустима розбіжність між результатами в двох різних лабораторіях, при $P=0,95$ не повинна перевищувати 20% по відношенню середнього арифметичного значення.

9.3. Значення середньоквадратичного відхилення випадкової складової похибки вимірювань температури плавлення однієї і тієї ж проби в різних лабораторіях при допустимих методикою змінах впливаючих факторів становить $1,29 \bar{X}$.

Список рекомендованої літератури

1. Пешук Л. В. Технологія парфумерно-косметичних продуктів. Київ : Центр навчальної літератури, 2019, 376 с.
2. Пешук Л. В. Біохімія та технологія оліє-жирової сировини. Київ : Центр навчальної літератури, 2020, 296 с.
3. Чумак О. П., Гладкий. Ф. Ф. Науково-практичні основи технології жирів та жирозамінників: навчальний посібник. Харків : Курсор, 2015. 185 с.
4. Бухкало С. І. Загальна технологія харчової промисловості у прикладах і задачах. Київ : Центр навчальної літератури, 2018. 108 с.

НАВЧАЛЬНЕ ВИДАННЯ

ТЕХНОЛОГІЯ ЖИРІВ ТА ЖИРОЗАМІННИКІВ

Методичні рекомендації

Укладачі: **Стріха** Людмила Олександрівна
Петрова Олена Іванівна

Формат 60×84 1/16 Ум. друк. арк. 2,38 .
Тираж 20 прим. Зам. №___

Надруковано у видавничому відділі
Миколаївського національного аграрного університету
54020, м. Миколаїв, вул. Георгія Гонгадзе, 9
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 4490
від 20.02.2013 р.