

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД
«УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ХІМІКО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ»

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ З ДИСЦИПЛІНИ
«ТЕХНОЛОГІЯ ПЕРЕРОБКИ РОСЛИННИХ ЖИРІВ»

ДЛЯ СТУДЕНТІВ ІІІ КУРСУ ДЕННОЇ ФОРМИ НАВЧАННЯ ТА ІV КУРСУ
ЗАОЧНОЇ ФОРМИ НАВЧАННЯ
СПЕЦІАЛЬНОСТІ 181– ХАРЧОВІ ТЕХНОЛОГІЇ,
СПЕЦІАЛІЗАЦІЇ – ХАРЧОВІ ТЕХНОЛОГІЇ ТА ІНЖЕНЕРІЯ

ЧАСТИНА ПЕРША
РАФІНАЦІЯ РОСЛИННИХ ЖИРІВ

Затверджено на засіданні кафедри хімічної
технології високомолекулярних сполук.
Протокол № 4 від 26.11.15.

Дніпро
ДВНЗ УДХТУ 2016

Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з дисципліни «Технологія переробки рослинних жирів» для студентів III курсу денної форми навчання та IV курсу заочної форми навчання спеціальності 181 – Харчові технології, спеціалізації – Харчові технології та інженерія. Частина перша. Рафінація рослинних жирів. / Укл.: Т.Г. Філінська, О.В. Черваков, А.О. Філінська – Дніпро: ДВНЗ УДХТУ, 2016 – 52 с.

Укладачі: Т.Г. Філінська к.т.н.
О.В. Черваков, д-р техн. наук
Т.Г. Філінська, канд. техн. наук

Відповідальний за випуск О.В. Черваков, д-р техн. наук

Навчальне видання
Методичні вказівки
до виконання лабораторних робіт з дисципліни
«Технологія переробки рослинних жирів»

для студентів III курсу денної форми навчання та IV курсу заочної форми
навчання
спеціальності 181– Харчові технології,
спеціалізації – Харчові технології та інженерія

Частина перша
Рафінація рослинних жирів

Укладачі: ФІЛІНСЬКА Тетяна Геннадіївна
ЧЕРВАКОВ Олег Вікторович
ФІЛІНСЬКА Антоніна Олександрівна

Редактор Л.М. Тонкошкур
Коректор А.О. Філінська

Підписано до друку 21.09.16. Формат 60×84¹/₁₆. Папір ксерокс. Друк різнограф.
Умов. друк. арк. 2,37. Обл.-вид. арк. 2,41. Тираж 100 прим. Зам. № 62
Свідоцтво ДК № 5026 від 16.12.2015

ДВНЗ УДХТУ, просп. Гагаріна, 8, м. Дніпро, 5, 49005

Редакційно-видавничий відділ

ЗМІСТ

	стор.
ВСТУП	5
1 СТАНДАРТНІ МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ ПОКАЗНИКІВ ЯКОСТІ ОЛІЙ І ЖИРІВ	6
1.1 ВИЗНАЧЕННЯ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА	6
1.2 ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ВОЛОГИ І ЛЕТКИХ РЕЧОВИН	7
1.2.1 Визначення вмісту вологи і летких речовин з використанням пісочної бані або електричного обігрівача (метод А).	7
1.2.2 Визначення вмісту вологи і летких речовин з використанням сушильної шафи (метод Б).	8
1.3 ВИЗНАЧЕННЯ КОЛІРНОГО ЧИСЛА ЗА ШКАЛОЮ СТАНДАРТНИХ РОЗЧИНІВ ЙОДУ	9
2 РАФІНАЦІЯ РОСЛИННИХ ЖИРІВ	9
2.1 ГІДРАТАЦІЯ	10
Лабораторна робота №1. Пробна гідратація	12
Лабораторна робота №2. Визначення впливу кількості гідратуючого агенту і температури процесу на ефективність гідратації	14
Лабораторна робота №3. Аналіз фосфатидного концентрату. Визначення виходу гідратованої олії	15
Контрольні запитання до захисту лабораторних робіт за темою «Гідратація»	19
2.2 ВІНТЕРИЗАЦІЯ	19
Лабораторна робота №4. Визначення вмісту восків і воскоподібних речовин в олії	19
Лабораторна робота №5. Холодний тест на визначення вмісту восків і воскоподібних речовин в олії соняшниковій	21
Контрольні запитання до захисту лабораторних робіт за темою «Вінтеризація»	21
2.3 НЕЙТРАЛІЗАЦІЯ	22
Лабораторна робота №6. Визначення впливу концентрації лужного розчину на процес нейтралізації	23
Лабораторна робота №7. Нейтралізація з гідротропними добавками	26
Лабораторна робота №8. Нейтралізація в мильно-лужному середовищі	27
Лабораторна робота №9. Водне промивання та висушування промитої нейтралізованої олії	29
Лабораторна робота №10. Способи визначення мила в олії (якісна і кількісна проба)	30
Лабораторна робота №11. Аналіз соапстоку	32

Контрольні запитання до захисту лабораторних робіт за темою «Нейтралізація»	35
2.4 АДСОРБЦІЙНА РАФІНАЦІЯ	36
Лабораторна робота №12. Оліємiсткiсть вiдбiльних глин	37
Лабораторна робота №13. Визначення впливу природи вiдбiльної глини на ефективнiсть процесу адсорбцiйної рафiнацiї	37
Контрольні запитання до захисту лабораторних робіт за темою «Адсорбційна рафінація»	38
2.5 ДЕЗОДОРАЦІЯ	38
Лабораторна робота №14. Дослідження процесу дезодорації олії	39
Контрольні запитання до захисту лабораторних робіт за темою «Дезодорація»	40
СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ	41
ДОДАТКИ	42

ВСТУП

Дисципліна «Технологія переробки рослинних жирів» викладається студентам спеціальності 181 – Харчові технології після вивчення таких дисциплін як неорганічна, органічна, аналітична, фізична та колоїдна хімія, хімія ліпідів та їх похідних, теоретичні основи технології харчових виробництв, технологія добування рослинних жирів та ін., які є базовими для цієї дисципліни.

Для успішного засвоєння дисципліни «Технологія переробки рослинних жирів» крім лекційного курсу передбачені практичні і лабораторні роботи. Під час виконання лабораторних робіт на конкретних прикладах закріплюються теоретичні знання, набуті в процесі вивчення дисципліни, що сприяє її творчому осмисленню.

До виконання лабораторної роботи допускаються студенти після проходження інструктажу з техніки безпеки і протипожежної безпеки, про що робиться відповідний запис в спеціальному журналі. **Викладачі, учбово-допоміжний персонал і студенти повинні знаходитися в лабораторії в халатах!**

Підготовленість студента до виконання лабораторної роботи визначає викладач за результатами співбесіди та за наявності оформленого лабораторного журналу. Студент повинен показати знання теоретичних основ процесу рафінації і методики виконання лабораторної роботи. Після виконання роботи студент зобов'язаний показати викладачу одержані продукти і оформлені в лабораторному журналі результати та розрахунки.

Звіт про лабораторну роботу повинен бути написаний розбірливо, грамотно, державною мовою і містити такі розділи:

- назва роботи;
- мета роботи;
- хімічний посуд, прилади і реактиви;
- порядок виконання роботи;
- результати дослідів;
- висновки.

Виконана і оформлена лабораторна робота після захисту оцінюється викладачем, про що робиться відповідний запис в лабораторному журналі студента і журналі обліку поточної успішності студента (в тому числі і в електронному рейтинговому журналі).

1 СТАНДАРТНІ МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ ПОКАЗНИКІВ ЯКОСТІ ОЛІЙ І ЖИРІВ

1.1 ВИЗНАЧЕННЯ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА

Кислотне число (КЧ) – це кількість міліграмів гідроксиду калію (KOH), необхідна для нейтралізації вільних жирних кислот, що містяться в 1 г жиру. Кількість вільних жирних кислот залежить від якості жирової сировини, способу видобування олії, умов зберігання та ін.

Кислотне число є одним з основних якісних показників олій і жирів.

Хімічний посуд, прилади і реактиви: конічні колба об'ємом 250 см³, терези лабораторні, мірний циліндр об'ємом 100 см³, бюретка/мікробюретка для титрування і воронка, скляний стакан об'ємом 100-250 см³, воронка, стакан об'ємом 50-100 см³, термометр ртутний з діапазоном температури 0-50°C, паперовий фільтр, сушильна шафа, водяна баня та електрична плита, секундомір, 1%-вий спиртовий розчин фенолфталеїну; 0,1 н водний розчин KOH або NaOH, ізопропіловий спирт.

Підготовка до аналізу

Підготовка розчинника. До ізопропілового спирту додають декілька крапель розчину фенолфталеїну (0,5 см³ на кожні 50 см³ спирту) і нейтралізують 0,1 н водним розчином KOH до ледве помітного рожевого кольору.

Підготовка зразка олії. Пробу зразка олії, яку досліджують, перемішують та фільтрують за температури 15-20°C. За відсутності в олії летких жирних кислот фільтрування можна виконувати у сушильній шафі при 50±5°C.

Техніка виконання

У конічну колбу ємністю 250 см³ зважують наважку зразка олії, яку досліджують. Масу наважки зразка визначають залежно від очікуваного значення кислотного числа (див. табл. 1.1). Якщо воно невідоме, перше попереднє визначення виконують з наважкою 3-5 г.

В колбу додають 50 см³ нейтралізованого ізопропілового спирту і перемішують (для забарвлених олій і жирів кількість розчинника збільшують до 150 см³). Щоб пришвидшити розчинення колбу можна підігріти на водяній бані, не допускаючи закипання розчинника.

Одержаний розчин при постійному перемішуванні у присутності 0,5 см³ 1 %-вого розчину фенолфталеїну титрують розчином гідроксиду натрію або калію концентрацією 0,1 моль/дм³ до появи слабкого рожевого забарвлення, стійкого впродовж не менше 15 с.

У разі кислотного числа олії менше ніж 2 мг KOH/г для титрування використовують мікробюретку.

Таблиця 1.1 – Величина наважки олії під час визначення кислотного числа

Очікуване КЧ, мг КОН/г	Кількість олії для наважки, г	Припустима похибка зважування, г
0,1 – 1	20	0,05
1 – 4	10	0,02
4 – 15	2,5	0,01
15 – 30	0,5	0,001
> 30	0,1	0,0002

Кислотне число, мг КОН/г, розраховують за формулою

$$КЧ = \frac{56,1 \cdot K \cdot V}{m}, \quad (1.1)$$

де $56,1$ – маса гідроксиду калію в 1 см^3 розчину КОН молярної концентрації, $C(\text{КОН}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$, мг/см^3 ;

K – поправочний коефіцієнт – відношення дійсної концентрації розчину гідрооксиду калію до номінальної;

V – об'єм розчину гідрооксиду калію молярної концентрації $0,1 \text{ моль/дм}^3$, який витрачено на титрування, см^3 ;

m – наважка олії, г.

За результат визначення КЧ беруть середнє арифметичне двох паралельних вимірювань, яке округлюють до десятих.

1.2 ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ВОЛОГИ І ЛЕТКИХ РЕЧОВИН

За ДСТУ ISO 662:2004 застосовують два методи для визначення вмісту вологи та летких речовин:

- метод А – з використанням пісочної бані або електричного обігрівача;
- метод Б – з використанням сушильної шафи.

Метод А застосовують для всіх олій і жирів.

Метод Б застосовують тільки для рідких жирів і олій з кислотним числом менше ніж 4 мг КОН/г . Не застосовують метод Б для аналізування лауринових олій.

1.2.1 Визначення вмісту вологи і летких речовин з використанням пісочної бані або електричного обігрівача (метод А)

Хімічний посуд, прилади і реактиви: порцелянова чашка, ексикатор з CaCl_2 , тигельні щипці, термометр ртутний з діапазоном температури $0\text{-}150^\circ\text{C}$, сушильна шафа, терези лабораторні, пісочна баня та електрична плита, азбест пресований, секундомір.

Техніка виконання

Зважують 20 г досліджуваного зразка олії з точністю до 0,001 г у порцелянову чашку, яку попередньо висушують і потім зважують з термометром.

Нагрівають чашку, що містить дослідну пробу на пісочній бані або за допомогою електричного обігрівача до 90°C при постійному перемішуванні за допомогою термометра, допускаючи швидкість підвищення температури близько 10°C/хв. Зменшують швидкість нагрівання, дають температурі піднятися до 103±2°C, але не вище 105°C. Продовжують перемішувати термометром, торкаючись дна чашки, до повного припинення руху пухирців.

Для гарантованого видалення всієї вологи повторюють нагрівання до температури 103±2°C декілька разів, охолоджуючи після кожного нагрівання до 95°C. Чашку і термометр охолоджують до кімнатної температури в ексикаторі і зважують з точністю до 0,001 г. Висушування продовжують доки різниця між результатами двох послідовних визначень не перевищить 2 мг.

1.2.2 Визначення вмісту вологи і летких речовин з використання сушильної шафи (метод Б)

Хімічний посуд, прилади і реактиви: ексикатор з CaCl₂, металеві або скляні бюкси, тигельні щипці, сушильна шафа, терези лабораторні.

Техніка виконання.

Зважують 5 або 10 г досліджуваного зразка олії з точністю до 0,001 у скляну або металеву бюксу, яку попередньо висушують, охолоджують в ексикаторі і зважують.

Відкриту бюксу з кришкою і зразком поміщають у сушильну шафу за температури 103°C. Через 1 год висушування бюксу закривають кришкою, охолоджують в ексикаторі і зважують з точністю до 0,001 г. Повторюють нагрівання (тривалість 30 хв), охолодження і зважування доки різниця між результатами двох послідовних вимірювань не перевищить 2 або 4 мг (залежно від маси початкової проби).

Вміст вологи і летких речовин, у %, розраховують за формулою

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \cdot 100, \quad (1.2)$$

де m_0 – маса чашки і термометра або бюкси до висушування, г; m_1 – маса чашки, термометра і дослідної проби або бюкси і дослідної проби до висушування, г; m_2 – маса чашки, термометра і дослідної проби або бюкси і дослідної проби після висушування, г.

За результат визначення беруть середнє арифметичне двох паралельних вимірювань. Результат записують з точністю до другого десяткового знаку.

1.3 ВИЗНАЧЕННЯ КОЛІРНОГО ЧИСЛА ЗА ШКАЛОЮ СТАНДАРТНИХ РОЗЧИНІВ ЙОДУ

Метод призначається для визначення колірного числа всіх нерафінованих і рафінованих олій (крім бавовняної).

Метод визначення колірного числа за шкалою стандартних розчинів йоду заснований на порівнянні інтенсивності забарвлення випробуваного зразка олії з забарвленням стандартних розчинів йоду.

Колірне число олії виражається кількістю міліграмів вільного йоду, що міститься в 100 см³ стандартного розчину йоду, який має при однаковій з олією товщині шару 1 см таку ж інтенсивність забарвлення, як дослідний зразок.

Хімічний посуд, прилади і реактиви: пробірки об'ємом 10-25 см³, штатив для пробірок, шкала стандартних розчинів йоду.

Техніка виконання

В пробірку наливають відфільтрований дослідний зразок олії і порівнюють інтенсивність забарвлення олії з забарвленням стандартних розчинів йоду.

Випробування здійснюють при денному світлі або світлі від матової електричної лампочки.

Колірне число дослідного зразка олії приймають рівним колірному числу еталона, що має однакове забарвлення з олією.

2 РАФІНАЦІЯ РОСЛИННИХ ЖИРІВ

В залежності від призначення жирів вимоги до їх якості різні. Нерафіновані олії характеризуються смаком, запахом, кольором, кількістю відстою. Жири різного ступеня очищення різняться за показниками кислотного числа, колірного числа, масової частки фосфоліпідів, воскоподібних речовин та ін. (Додаток А).

Рафінація об'єднує цикл послідовних операцій, призначених для вилучення з жирів і олій супутніх речовин і домішок.

До супутніх речовин відносяться речовини, які утворюються і накопичуються в олійному насінні в процесі дозрівання і переходять в олію в процесі її видобування. До таких супутніх речовин відносяться фосфоліпіди, вільні жирні кислоти, воски, забарвлюючі та одоруючі речовини та ін.

Друга група супутніх речовин – це сполуки, які утворюються в процесі видобування та зберігання олій. Це продукти окислювального псування, термічних перетворень і гідролітичного розпаду.

Різноманітність властивостей супутніх речовин унеможливорює вилучення їх одним технологічним прийомом. Саме тому рафінація є багатостадійним процесом.

Домішки – це механічні включення (тверда фаза), які являють собою частинки мезги, залишки жмиху, шроту, залишки каталізатора та ін. Вони вилучаються в основному при первинному очищенні олії. До небажаних домішок відноситься і волога. В зв'язку з інтенсивною хімізацією сільського господарства в насінні присутні різні ядохімікати і продукти їх перетворень, які накопичуються в жирових тканинах насіння і переходять в олію. В олії можуть міститися і сполуки типу бензо(а)пірену, які являються канцерогенними речовинами.

Харчова промисловість випускає жири і олії для безпосереднього вживання в їжу, для виготовлення маргаринової і майонезної продукції, для виробництва модифікованих жирів (гідрогенізованих, переетерифікованих і гідропереетерифікованих), для виробництва мила, гліцерину, жирних кислот, оліф та ін.

Повний цикл рафінації передбачає вилучення фосфоліпідів, воскових речовин, вільних жирних кислот, забарвлюючих і одоруючих речовин. Для реалізації даної мети використовують різні операції, в основі яких лежить вибіркова здатність деяких реагентів за відношенням до окремих груп супутніх речовин. Фосфоліпіди вилучають гідратацією водою або слабкими розчинами електролітів. Вільні жирні кислоти виводяться з олії нейтралізацією у вигляді мил або методом дистиляції. Забарвлюючі речовини вилучаються за допомогою сорбентів, а одоруючі речовини – дезодорацією.

Вказані операції не являються чітко вибілковими. Так, наприклад, при гідратації частково зменшується вміст вільних жирних кислот, а при нейтралізації спостерігається часткове освітлення олії.

2.1 ГІДРАТАЦІЯ

Гідратація фосфоліпідів з метою їх вилучення являється важливою технологічною операцією в схемі рафінації олій.

Фосфоліпіди є біологічно активними речовинами і підвищують харчову цінність олій, але їх властивість до коагуляції і утворення осаду у вологому середовищі погіршує товарний вид олії і ускладнює подальший технологічний процес рафінації (наприклад, утворюються стійкі емульсії при подальшій нейтралізації; утворюється нагар на гріючій поверхні дезодоратора та ін.).

Насьогодні гідратація розглядається як процес вилучення фосфоліпідів, що мають самостійне промислове значення. Вони є ефективним кормовим продуктом для сільськогосподарських тварин, успішно використовуються в хлібопекарському, кондитерському, лакофарбовому, парфумерному і маргариновому виробництвах. Виділену в процесі гідратації фосфоліпідну

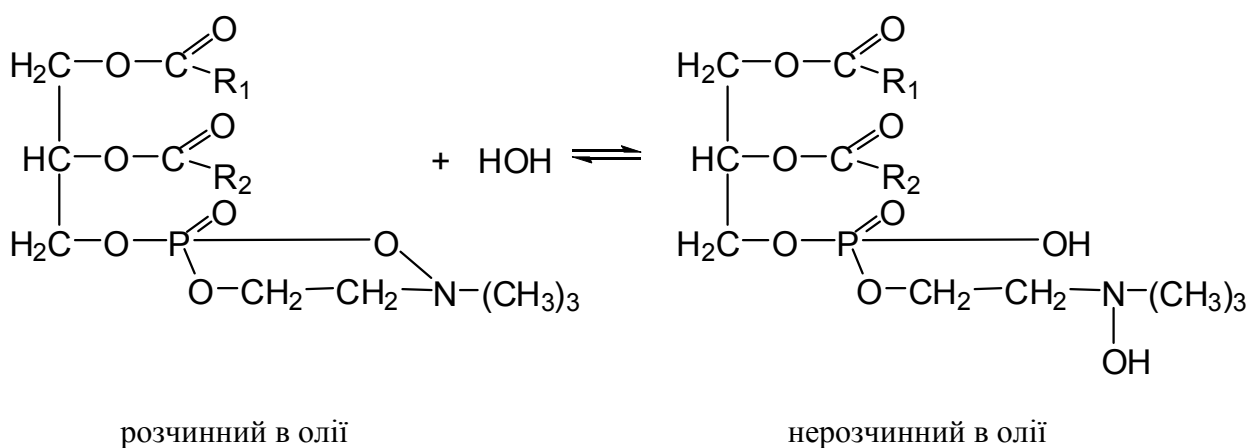
емульсію висушують під вакуумом до вмісту води 1% і реалізують у вигляді фосфоліпідного концентрату.

Вміст фосфоліпідів в оліях залежить від виду сировини, способу і технологічних режимів видобування олії і коливається в широкому діапазоні. Наприклад, в соняшниковій пресовій олії вміст фосфоліпідів становить 0,3-0,7%, а в екстракційній – 0,7-1,2%.

Фосфоліпіди легко взаємодіють з іншими речовинами, присутніми в олійному насінні і в олії, в тому числі з вуглеводами (цукрами), утворюючи темнозбарвлені сполуки. Чисті фосфоліпіди менш стійкі, ніж жири, вони розкладаються при температурі близько 150°C і при цьому сильно темніють. Фосфоліпіди мають кислу реакцію. Їх кислотне число коливається в залежності від виду олії від 20 до 100 мг КОН/г. Кислотне число фосфоліпідів соняшnikової олії становить 25-30 мг КОН/г, це означає, що при вмісті в соняшниковій олії 1% фосфоліпідів її кислотне число підвищується на 0,25-0,3 мг КОН/г.

Фосфоліпіди відносяться до дифільних сполук, що визначає їх стан в олії у вигляді різних структур асоційованих молекул. Особливості структур і складу окремих асоціатів характеризують їх стабільність і відношення до зовнішніх факторів (волога, температура та ін.). Більшість з них під впливом води, що потрапляє в олію, внаслідок як хімічної так і фізико-хімічної взаємодії гідрофілізуються, що зменшує їх агрегативну стійкість, призводить до коагуляції і виділення у вигляді фосфоліпідної емульсії. Окремі групи асоційованих молекул досить стійкі до дії води і при гідратації зберігаються в олії. Вони умовно відносяться до так званих негідратованих фосфоліпідів.

Хімічна реакція гідратації фосфоліпідів може бути представлена на прикладі взаємодії фосфатидилхоліну з водою:



В технології гідратації важливе значення має кількість введеного гідратуючого агенту, яка залежить від виду олії, вмісту фосфоліпідів, домішок і їх складу. Рекомендована кількість гідратуючого агенту по відношенню до масової частки фосфоліпідів в олії становить 1:1-1:2. Оптимальне ведення процесу гідратації на практиці визначається емпірично шляхом здійснення попередніх лабораторних дослідів.

Введення зайвої кількості гідратуючого агента може призвести до утворення стійкої емульсії, яку складно зруйнувати. Крім того, зайва вологість збільшує витрати на висушування олії після гідратації. Недостатня кількість гідратуючого агента призводить до неповного видалення гідрофільних домішок.

Для підвищення ефективності процесу гідратації як гідратуючий агент використовують, крім води, слабкі розчини електролітів.

Повнота виведення фосфоліпідів залежить від початкового їх вмісту в олії, способу гідратації, кількості і типу гідратуючого агента, температури та ін.

Вимоги до якості олії соняшникової гідратованої невимороженої наведено в Додатку А (табл. А.3).

Характеристику фосфатидних концентратів наведено в табл.2.1.

Таблиця 2.1 – Фізико-хімічні показники фосфатидних концентратів

Показник	Концентрат			
	харчовий			кормовий
	вищого сорту	першого сорту	другого сорту	
Колірне число ¹ , мг J ₂ /100 г, не більше	10	18	18	не нормується
Масова частка				
– води і летких речовин, %, не більше	1,0	1,0	1,0	3,0
– фосфоліпідів, %, не менше	60,0	55,0	50,0	40,0
– олії, %, не більше	40,0	45,0	50,0	60,0
– речовин, нерозчинних в діетиловому ефірі, %, не більше	1,5	2,0	3,0	5,0
Кислотне число олії, виділеної з фосфатидного концентрату, мг КОН/г, не більше	10,0	18,0	18,0	25,0

Примітка: ¹Для харчового фосфатидного концентрату, який використовують для виробництва хлібобулочних і борошняних виробів, а також рідкого маргарину для хлібопекарської та кондитерської промисловості, колірне число повинно бути не більше 8 мг J₂ /100 г.

Лабораторна робота №1

Пробна гідратація

Мета роботи: визначення технологічних параметрів процесу гідратації – кількості води, гідратуючого агента, температури та ін.

Хімічний посуд, прилади і реактиви: лабораторна установка для пробної гідратації (рис. 2.1), бюретка, стакан скляний об'ємом 100 і 500 см³, бюретка, воронка, термометр ртутний з діапазоном температури 0-100°С, терези технічні, секундомір, штатив лабораторний, затискач і тримач, дистильована вода, нерафінована олія.

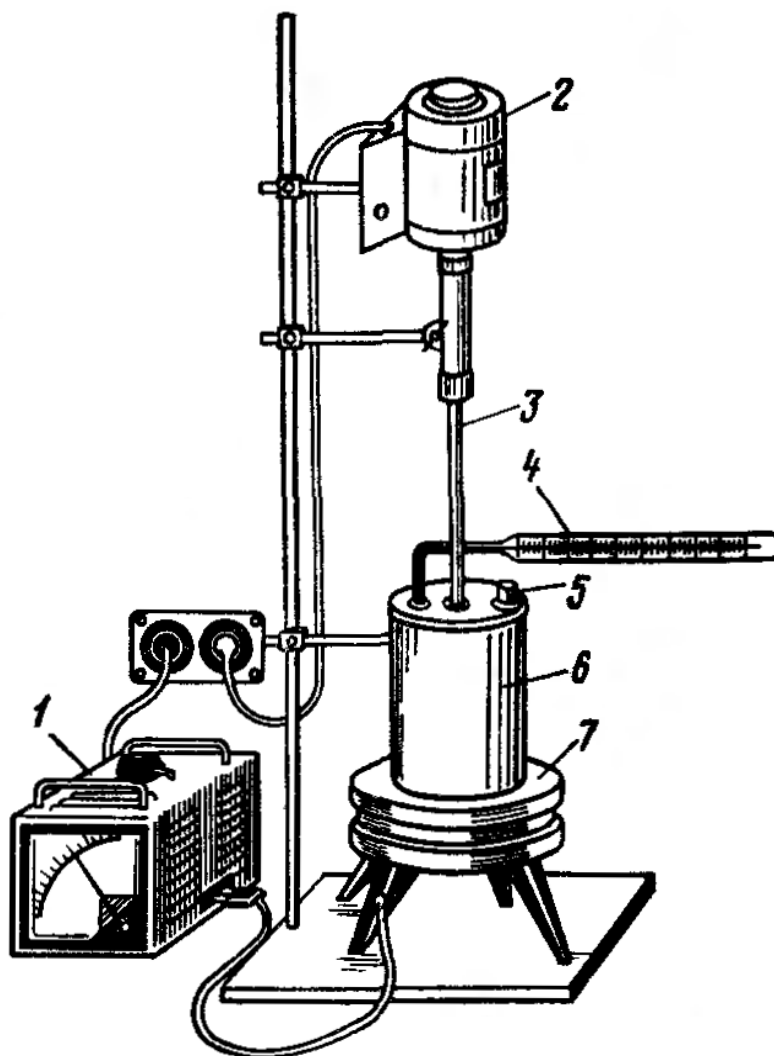


Рисунок 2.1 – Лабораторна установка для пробної гідратації:
 1 – ЛАТР; 2 – електродвигун; 3 – мішалка; 4 – термометр; 5 – отвір в кришці; 6 – гідратор;
 7 – електронагрівач

Техніка виконання

На технічних терезах зважують 600 г досліджуваного зразка нерафінованої олії, поміщають в гідратор 6 і закривають кришкою. Олію при перемішуванні нагрівають. Для того, щоб не перегріти олію, електронагрівач 7 виключають за 5-10°С до досягнення заданої температури. Потім за допомогою лабораторного автотрансформатора (ЛАТР) 1 збільшують частоту обертання мішалки 3 і вводять поступово краплями через отвір 5 в кришці за допомогою бюретки задану кількість дистильованої води (або іншого гідратуючого агенту), нагрітої до температури олії. Продовжують перемішувати з тією ж інтенсивністю протягом 15 хв, після чого зменшують інтенсивність перемішування і спостерігають за формуванням пластівців. Коли пластівці почнуть відділятися від олії і осідати, мішалку зупиняють.

Гідратовану олію відстоюють впродовж 30 хв при температурі гідратації і відділяють від фосфоліпідної емульсії декантацією. Визначають вміст фосфоліпідів і роблять висновок про ступінь їх вилучення.

Роботу повторюють декілька разів, змінюючи кількість води (гідратуючого агенту), температуру, частоту обертання та ін. Порівнюючи отримані дані щодо ступеня виведення фосфоліпідів, визначають оптимальні умови проведення процесу.

Лабораторна робота №2

Визначення впливу кількості гідратуючого агенту і температури процесу на ефективність гідратації

Мета роботи: визначення залежності між кількістю води (гідратуючого агенту), введеної в олію, і масовою часткою фосфоліпідів в гідратованій олії після розділення фаз відстоюванням або центрифугуванням.

Хімічний посуд, прилади і реактиви: стакан об'ємом 100-250 см³, бюретка, термометр ртутний з діапазоном температури 0-100°C, електрична плита або електромагнітна мішалка, механічна мішалка або перемішувач до електромагнітної мішалки, лабораторний електродвигун, водяна баня, терези лабораторні, сушильна шафа, тигельні щипці, штатив лабораторний, затискач і тримач, азбест пресований, секундомір, дистильована вода, нерафінована олія.

Техніка виконання

В хімічний стакан зважують на технічних терезах 70-100 г досліджуваної олії і поміщають на електричну плиту або електромагнітну мішалку. При використанні механічної мішалки, її занурюють в олію, щоб вона не доходила до дна стакану приблизно на 1 см. При використанні електромагнітної мішалки перемішувач обережно спускають по стінці стакану. Нагрівають олію до заданої температури при перемішуванні. Для того, щоб не допустити перегрівання, електричну плиту або електромагнітну мішалку виключають за 5-10°C до необхідної температури. В нагріту олію з бюретки повільно краплями вводять воду, нагріту до тієї ж температури, що і олія. Після введення заданої кількості води перемішування продовжують ще впродовж 5 хв, потім зменшують частоту обертання мішалки і перемішують ще 10-15 хв до утворення осідаючих пластівців фосфоліпідної емульсії. Потім мішалку зупиняють і олію відстоюють.

Олію зливають з утвореного осаду (фосфоліпідної емульсії). Гідратовану олію висушують при 103±2°C до вмісту вологи 0,15-0,3%, фосфоліпідну емульсію – 103±2°C до вмісту вологи 1-3%, зважують і виконують необхідні аналізи і розрахунки.

Температуру процесу гідратації встановлюють для соняшникової та арахісової олії 50-60°C, для соєвої та кукурудзяної 65-70°C. Для визначення залежності виконують гідратацію, змінюючи кількість води (гідратуючого агенту) в межах від 0,5 до 5 %.

Результати лабораторної роботи оформляють у вигляді наступної таблиці:

№ досліду	Температура процесу, °C	Кількість гідратуючого агента, %	Негідратована олія		Гідратована олія		Вихід або вміст фосфоліпідів, %
			КЧ, мг КОН/г	Колірне число, мг J ₂ /100 г	КЧ, мг КОН/г	Колірне число, мг J ₂ /100 г	

За отриманими в результаті виконаних дослідів даними будують графік залежності, відклавши по осі абсцис кількість гідратуючого агента (%), а по осі ординат – вихід або вміст фосфоліпідів (%). У висновках слід вказати, як залежить ефективність процесу вилучення фосфоліпідів з олії від кількості гідратуючого агента та температури процесу.

Лабораторна робота №3

Аналіз фосфатидного концентрату. Визначення виходу гідратованої олії

Фосфатидний концентрат являє собою товарний продукт, який містить різні групи фосфоліпідів і деяку кількість олії. Склад фосфатидних концентратів є непостійним і залежить від виду олії, способу його одержання та інших факторів.

Мета роботи: визначення масової частки вологи, олії і речовин, нерозчинних в діетиловому ефірі у зразках фосфатидного концентрату.

Визначення масової частки вологи

Хімічний посуд, прилади і реактиви: ексикатор з CaCl₂, скляна або металева бюкса, прожарений пісок, сушильна шафа, терези лабораторні шпатель, тигельні щипці, фосфатидний концентрат.

Техніка виконання

В попередньо зважену скляну або металеву бюксу зі скляною паличкою, що містить 4-5 г піску, відважують 5 г з точністю 0,001 г фосфатидного концентрату і висушують до постійної маси в сушильній шафі при температурі 103±2°C, періодично перемішуючи паличкою. Через 2 год

бюксу охолоджують в ексикаторі і зважують, кожне наступне охолодження і зважування виконують через 1 год.

Масову частку вологи, у %, розраховують за формулою

$$X \text{ вологи} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \cdot 100, \quad (2.1)$$

де m_0 – маса пустої бюкси і скляної палички до висушування, г;
 m_1 – маса бюкси, скляної палички і дослідної проби до висушування, г;
 m_2 – маса бюкси, скляної палички і дослідної проби після висушування, г.

За результат визначення беруть середнє арифметичне двох паралельних вимірювань. Результат записують з точністю до другого десяткового знака.

Визначення масової частки олії

Хімічний посуд, прилади і реактиви: стакани скляні об'ємом 100 см³, мірний циліндр об'ємом 50-100 см³, скляна паличка, воронка, годинникове скло, круглодонні колби об'ємом 250-500 см³, насадка Вюрца, алонж, холодильник Лібіха, колба-приймач об'ємом 100-250 см³, піпетка об'ємом 1 см³, груша для піпеток, ексикатор з CaCl₂, термометр ртутний з діапазоном температури 0-100°C, беззольний паперовий фільтр, терези аналітичні, сушильна шафа, електрична плита з водяною банею, тигельні щипці, штатив лабораторний, затискач і тримач, дистильована вода, фосфатидний концентрат.

Техніка виконання

Роботу виконують під витяжною шафою!

У стакан об'ємом 100 см³ зважують на аналітичних терезах 2 г фосфатидного концентрату, додають 50 см³ ацетону, перемішують скляною паличкою і фільтрують кількісно в чисту суху колбу через висушений до постійної маси беззольний фільтр. Осад в стакані промивають до повного знежирювання невеликими порціями ацетону, переносячи їх кількісно на фільтр. Повноту знежирювання контролюють шляхом перенесення краплі фільтрату на годинникове скло (на склі після випаровування ацетону не повинна залишатися жирна пляма). Після закінчення промивання ацетон відганяють (рис. 2.2), залишок в колбі, що містить олію і невелику кількість фосфоліпідів, повторно розчиняють в 200 см³ ацетону з додаванням двох крапель води і збовтують. При цьому фосфоліпіди випадають з розчину у вигляді осаду. Ацетоновий розчин відфільтровують через беззольний фільтр у висушену і зважену круглодонну колбу. Фільтр використовують той же, що і для першого фільтрування. Беззольний фільтр з осадом промивають ацетоном (у круглодонну колбу) до повного знежирювання. Відганяють ацетон і висушують колбу з олією в сушильній шафі при температурі 103±2°C до постійної маси. Через 2 год колбу охолоджують в ексикаторі і зважують, наступне охолодження і зважування – через 1 год.

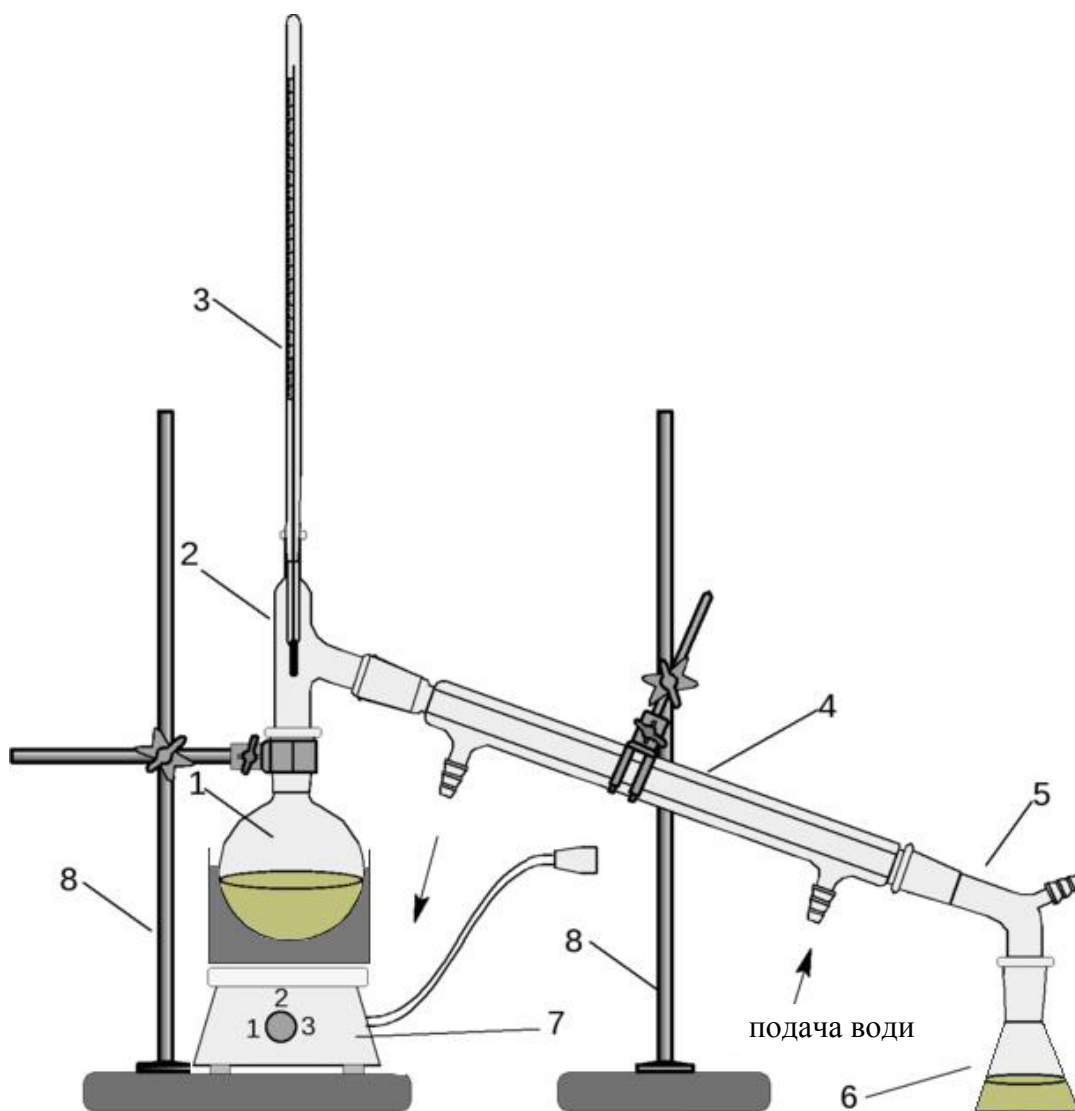


Рисунок 2.2 – Установка для відгонки ацетону:

1 – круглодонна колба; 2 – насадка Вюрца; 3 – термометр; 4 – холодильник Лібіха; 5 – алонж; 6 – колба-приймач; 7 – електрична плита з банею; 8 – штатив

Масову частку олії, у %, розраховують за формулою

$$X_{\text{олії}} = (m_3 \cdot 100) / m, \quad (2.2)$$

де m_3 – маса вилученої олії, г; m – маса фосфатидного концентрату, взятого для аналізу, г;

Розходження між паралельними визначеннями не повинно перевищувати 0,5 %.

Визначення масової частки речовин, нерозчинних в діетиловому ефірі

Хімічний посуд, прилади і реактиви: мірний циліндр об'ємом 50-100 см³, стакан або колба об'ємом 100-250 см³, воронка, скляна або металева бюкса, ексікатор з CaCl₂, піпетка об'ємом 1-5 см³, тигельні шипці, сушильна шафа, груша для піпеток, скляна паличка, діетиловий ефір, дистильована вода, фосфатидний концентрат.

Техніка виконання

Роботу виконують під витяжною шафою!

До осаду, який залишився в стакані після визначення вмісту олії, додають 50 см³ діетилового ефіру, перемішують скляною паличкою і кількісно переносять на фільтр, через який фільтрували ацетоновий розчин. Осад на фільтрі промивають спочатку сухим, а потім вологим (1% вологи) діетиловим ефіром. Промивання виконують до повного розчинення фосфоліпідів, доки фільтрат не стане безбарвним. Фільтр з осадом поміщають в бюксу і висушують в сушильній шафі при 103±2°C до постійної маси. Перше зважування виконують через 1 год, наступні – через кожні 30 хв.

Масову частку речовин, нерозчинних в діетиловому ефірі, у %, розраховують за формулою

$$X_{\text{н.р.}} = (m_4 \cdot 100) / m \quad (2.3)$$

де m_4 – маса осаду на фільтрі, г; m – маса фосфатидного концентрату, взятого для аналізу, г.

Розходження між паралельними визначеннями не повинно перевищувати 0,2 %.

Визначення масової частки фосфоліпідів

Масову частку фосфоліпідів, у %, розраховують за формулою

$$X_{\text{фосфоліпідів}} = 100 - (X_{\text{вологи}} + X_{\text{олії}} + X_{\text{н.р.}}) \quad (2.4)$$

де $X_{\text{вологи}}$ – масова частка вологи і летких речовин, %; $X_{\text{олії}}$ – масова частка олії, %; $X_{\text{н.р.}}$ – масова частка речовин, нерозчинних в діетиловому ефірі, %.

Визначення виходу гідратованої олії

Вихід гідратованої олії, у % до маси початкової олії, розраховують за формулою

$$X_{\text{гідратованої олії}} = 100 - B_{\text{г}} \cdot X_{\text{фосфоліпідів}} \quad (2.5)$$

де $B_{\text{г}}$ – відходи при гідратації, % (див. Додаток Б); $X_{\text{фосфоліпідів}}$ – масова частка фосфоліпідів, %.

Контрольні запитання до захисту лабораторних робіт за темою «Гідратація»

1. Класифікація, склад і властивості фосфоліпідів.
2. Вплив фосфоліпідів на якість олій і технологію її подальшого перероблення.
3. Суть процесу гідратації, вплив різних чинників на його ефективність.
4. Особливості вилучення негідратованих фосфоліпідів.

2.2 ВІНТЕРИЗАЦІЯ

Воскові речовини являють собою складні суміші, до складу яких входять ефіри високомолекулярних жирних кислоти і спиртів. У воскову фракцію ліпідів входять також вільні жирні кислоти, спирти, стероли, вуглеводи та ін. В олію воски переходять з оболонки насіння в процесі видобування. Кількість восків в олії коливається від 0,01 до 0,3%. Наявні в олії воски визначають ступінь її прозорості. Температура плавлення восків коливається в межах 32-98°C. При низьких температурах воски утворюють в олії сітку з кристалів, що негативно впливає на товарний вигляд олії. Крім того воски негативно впливають на процес полірувального фільтрування і на властивості каталізаторів гідрогенізації.

Процес вилучення воскових речовин називається вінтеризацією (виморожуванням). Технологія цього процесу полягає в повільному охолодженні олії, витримуванні певний час при низькій температурі з наступним фільтруванням. Для інтенсифікації процесу фільтрування низькоконцентрованої суспензії воскових речовин в олії, утвореній після виморожування, використовують допоміжні фільтрувальні порошки. Відфільтрована вінтеризована олія повинна бути прозорою і не мутніти при низьких температурах (5°C) протягом 24 год.

Вимоги до якості олії соняшникової вимороженої наведено в Додатку А (табл. А.2 і А.3).

Лабораторна робота №4

Визначення вмісту восків і воскоподібних речовин в олії

Мета роботи: визначення вмісту восків і воскоподібних речовин в досліджуваних зразках олії.

Хімічний посуд, прилади і реактиви: скляні стакани об'ємом 300 і 500 см³, скляна паличка, воронка Бюхнера, водяна баня з льодяною водою, колба Бунзена, водоструминний насос, термометр ртутний з діапазоном температури 0-50°C, терези лабораторні, паперовий фільтр, ножиці, кізельгур, олія соняшникова нерафінована.

Техніка виконання

В хімічний стакан на 500 см³ зважують 200 г нерафінованої соняшникової олії. Поміщають стакан з олією у водяну баню і охолоджують льодяною водою при перемішуванні скляною паличкою до температури 5-8°C. Охолоджену суміш витримують при даній температурі впродовж 2-3 год. Утворені кристали воскових речовин відфільтровують через шар кізельгуру, нанесеного на паперовий фільтр, який кладуть у воронку Бюхнера (рис. 2.3).

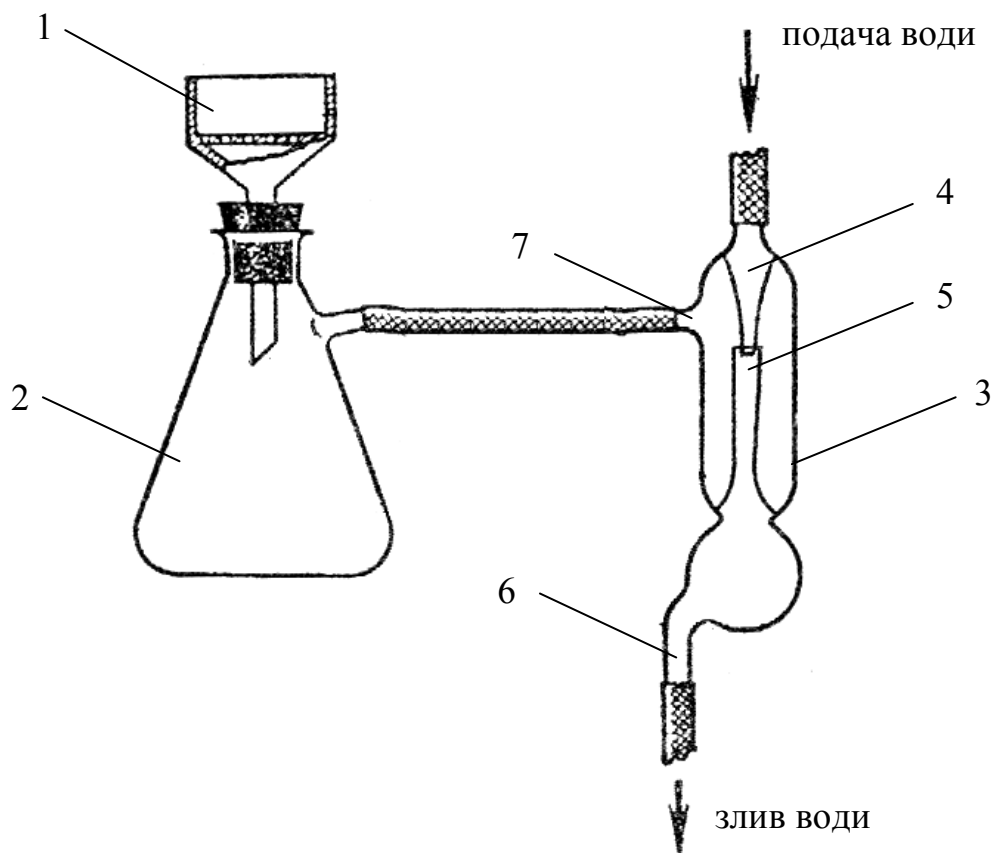


Рисунок 2.3 – Схема установки для фільтрування при пониженому тиску:
1 – воронка Бюхнера; 2 – колба Бунзена; 3 – водоструминний насос; 4, 5 – трубки всередині насоса; 6 – злив; 7 – патрубок

Основні етапи роботи при фільтруванні:

- 1 – вирізати фільтр за розміром воронки (він повинен закривати всі отвори, але не загинатися на стінки);
- 2 – зважити воронку Бюхнера з фільтром і кізельгуром;
- 3 – зібрати установку, до бокового патрубку колби Бунзена під'єднати шланг водоструминного насоса;
- 4 – присмоктати паперовий фільтр: незначною кількістю олії, яку будуть фільтрувати, змочити паперовий фільтр і ненадовго включити насос;
- 5 – рівномірно розподілити олію на фільтрі з кізельгуром;
- 6 – виконати фільтрування;
- 7 – від'єднати шланг насоса (!), потім припинити подачу води;
- 8 – зважити воронку Бюхнера з фільтром, кізельгуром і відфільтрованими восковими речовинами.

Вміст восків в олії, у % до маси вихідної олії, розраховують за формулою

$$X_{\text{воск}} = (m_1 - m_2) \cdot 100/m \quad (2.6)$$

де m_1 – маса воронки Бюхнера з фільтром, кізельгуром і воском, г; m_2 – маса воронки Бюхнера з фільтром і кізельгуром, г; m – маса олії, г.

Лабораторна робота №5 **Холодний тест на визначення вмісту восків і воскоподібних речовин в олії соняшниковій**

Мета роботи: визначення вмісту восків і воскоподібних речовин в досліджуваних зразках олії.

Хімічний посуд, прилади і реактиви: пляшка або плоскодонна колба об'ємом 200-250 см³, холодильник, термометр ртутний з діапазоном температури 0-50°C.

Техніка виконання.

Дві проби олії соняшnikової зберігають у закритій або відкритій пляшці або колбі з прозорого скла об'ємом 200-250 см³: одна – протягом 24 год за температури 4°C, друга – протягом 72 год за кімнатної температури 18-20°C.

Воски та воскоподібні речовини вважаються відсутніми, якщо після закінчення заданого часу візуально не спостерігаються завислі кристали воску.

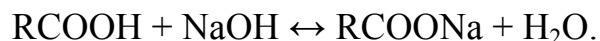
Контрольні запитання до захисту лабораторних робіт за темою «Вінтеризація»

1. Склад і властивості восків.
2. Вплив восків на якість олій і технологію її подальшого перероблення.
3. Суть процесу вінтеризації, вплив різних чинників на його ефективність.

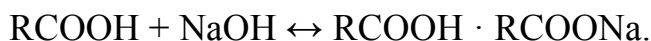
2.3 НЕЙТРАЛІЗАЦІЯ

До складу олій і жирів входять вільні жирні кислоти. Їх кількість залежить від багатьох факторів, в основному – від якості початкової сировини та умов зберігання олій. Олії з високим вмістом вільних жирних кислот утворюються з недозрілого насіння. Зберігання олії у вологому середовищі також призводить до збільшення її кислотності за рахунок протікання часткового гідролізу. Надлишковий вміст вільних жирних кислот суттєво змінює якісні показники олії і призводить до її псування. При високих температурах жирні кислоти можуть спричиняти корозію обладнання.

З метою зниження вмісту вільних жирних кислот проводять нейтралізацію жирів. Вилучати вільні жирні кислоти можна також дистиляційною рафінацією при високій температурі в умовах зниженого тиску (вакууму) і екстракційною рафінацією за допомогою селективних розчинників. Найбільш поширеним способом зменшення кислотного числа олій та жирів є лужна рафінація (нейтралізація). Процес полягає в обробці жирів розчином лугу (NaOH , KOH , Ca(OH)_2 та ін.), в результаті якого відбувається омилення вільних жирних кислот і утворення майже нерозчинних в олії солей жирних кислот (мил):



Для ефективного вилучення вільних жирних кислот жири обробляють надлишковою кількістю лужного агенту. До того ж, при недостатній кількості лужного агенту, можливе протікання гідролізу мила і утворення кислого милу, погано розчинного у воді:



При достатньо високій розчинності кислих мил в жирі значно ускладнюється процес їх відділення від жиру.

Використання надлишку лужного агенту необхідно також у зв'язку з тим, що його частина витрачається на взаємодію з іншими супутніми речовинами, наприклад, кислими формами фосфоліпідів та ін.

В залежності від умов протікання процесу нейтралізації і при наявності надлишку лужного агенту можливе омилення нейтрального жиру, що є небажаним процесом і призводить до зменшення виходу нейтралізованої олії.

Розподіл фаз нейтралізований жир (олія) – мильний розчин (соапсток) проводиться в гравітаційному або відцентровому полі. Нейтралізацію виконують:

- класичним способом, коли при перемішування в олію вводять лужний розчин;
- з водно-сольовою підкладкою, при якому процес омилення відбувається над водно-сольовим розчином з подальшим розчиненням в ньому утвореного мила;
- в мильно-лужному середовищі, подаючи в лужний (мильно-лужний) розчин жир (олію);
- емульсійним способом та ін.

Для кожного із способів нейтралізації і в залежності від природи жиру та його кислотного числа (кислотності) рекомендовані визначені кількості надлишку лужного агенту і концентрації його розчинів (Додаток В).

Ефективність нейтралізації оцінюється за якісними показниками жиру, жирністю соапстоку, кількістю відходів і втрат жиру (Додаток Б).

Після нейтралізації і розділення фаз жири містять деяку кількість мила, яке негативно впливає на їх смакові якості і процеси подальшого перероблення. Кількість мила залежить від способу нейтралізації і коливається в межах (%):

- | | |
|---|-------------|
| – для нейтралізації в мильно-лужному середовищі | 0,01 – 0,03 |
| – для нейтралізації з водно-сольовою підкладкою | 0,10 – 0,20 |
| – для сепараційного способу нейтралізації | 0,05 – 0,10 |
| – для періодичного способу нейтралізації | 0,15 – 0,30 |

Залишки мила вилучають промиванням гарячою водою або обробленням розчинами лимонної (фосфорної) кислоти. Кількість води при однократному промиванні становить до 10% від маси жиру, а при двократному біля 15% на обидва промивання. Закінчення процесу промивання визначають якісною пробою за фенолфталеїном. Оброблення олії лимонною кислотою виконують за умови вмісту в ній мила не більше 0,02%.

Перед здійсненням процесу нейтралізації визначають кислотне число початкової олії і виконують розрахунок потрібної кількості лужного агенту, враховуючи необхідний надлишок і рекомендовану концентрацію лужного розчину (Додаток В).

Лабораторна робота №6

Визначення впливу концентрації лужного розчину на процес нейтралізації

Мета роботи: дослідження впливу концентрації лужного розчину на процес нейтралізації гідратованої соняшникової олії з розділенням фаз відстоюванням.

Хімічний посуд, прилади і реактиви: стакан об'ємом 100-250 см³, колба об'ємом 100-250 см³, мірний циліндр об'ємом 50-100 см³, термометр ртутний з діапазоном температури 0-100°C, крапельна воронка, установка для нейтралізації (рис. 2.4) або електромагнітна мішалка з перемішувачем, терези лабораторні, шпатель, штатив, затискач і тримач, NaOH, дистильована вода, олія соняшникова гідратована.

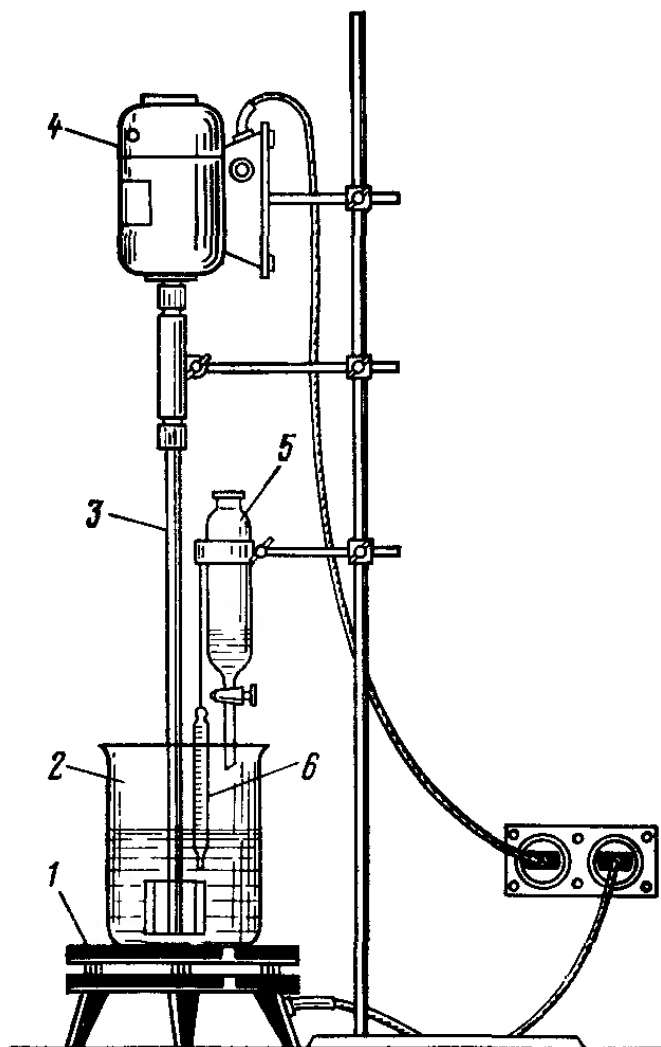


Рисунок 2.4 – Лабораторна установка для нейтралізації:

1 – електронагрівач; 2 – хімічний стакан; 3 – мішалка; 4 – електродвигун; 5 – крапельна воронка; 6 – термометр

Техніка виконання

Гідратовану олію розділяють на три частини, кожна з яких буде нейтралізована лужним розчином різної концентрації 50, 100 і 150 г/л.

Розрахунок кількості лугу для нейтралізації.

Необхідну кількість лугу (кристалічного), у г, розраховують за формулою

$$X = (KЧ \cdot 0,714 \cdot Q) / 1000, \quad (2.7)$$

де X – необхідна кількість лугу, мг; $KЧ$ – кислотне число гідратованої олії, мг KOH /г; 0,714 – коефіцієнт перерахунку KOH на $NaOH$, дорівнює відношенню молекулярних мас $NaOH$ до KOH ; Q – кількість олії, яку необхідно нейтралізувати, г; 1000 – коефіцієнт перерахунку мг $NaOH$ у г.

Кількість лугу з надлишком (кристалічного), у г, розраховують за формулою

$$X_1 = X + \frac{X \cdot A}{100}, \quad (2.8)$$

де A – надлишок лугу, який прийнято для розрахунку, % (див. Додаток В).

Загальна кількість водного розчину лугу, у г, розраховують за формулою

$$X_2 = \frac{X_1 \cdot 100}{X_3}, \quad (2.9)$$

де X_3 – вміст $NaOH$ в розчині лугу заданої концентрації, % (див. Додаток Г). Наприклад, для нейтралізації олії соняшникової необхідно використати розчин лугу з концентрацією 40 г/л, тоді вміст $NaOH$, у %, в такому розчині становитиме ~ 3,8.

Кількість води, яка необхідна для приготування розчину лугу, у г, розраховують за формулою

$$X_4 = X_2 - X_1. \quad (2.10)$$

В хімічний стакан 2 лабораторної установки для нейтралізації (рис. 2.4) зважують досліджуваний зразок гідратованої олії, поміщають на електронагрівач 1 і нагрівають при перемішуванні до температури 50-60°C не допускаючи перегрівання (необхідно вимикати електронагрівач за 5-10°C до досягнення вказаної температури). При досягненні заданої температури, не припиняючи перемішування, з крапельної воронки 5 вводять розраховану кількість розчину гідроксиду натрію заданої концентрації. Потім підвищують

температуру олії на 15-20°C, зменшують частоту обертання мішалки і продовжують повільне перемішування до утворення соапстоку. Потім мішалку зупиняють і відстоюють олію впродовж 2 год.

Дослідження також можна проводити на електромагнітній мішалці.

Нейтралізовану олію відділяють від нижнього шару (соапстоку) декантацією, зважують і визначають її кислотне число і масову частку мила. Соапсток використовують в наступних лабораторних роботах.

Результати лабораторної роботи оформляють у вигляді наступної таблиці:

№ досліду	Надлишок NaOH, %	Концентрація NaOH, г/л	Гідратована олія		Нейтралізована олія	
			КЧ, мг КОН/г	Масова частка мила, %	КЧ, мг КОН/г	Масова частка мила, %

За отриманими в результаті виконаних дослідів даними будують графіки залежності, відклавши по осі абсцис концентрацію розчину лужного агента (г/л), а по осі ординат – кислотне число (мг КОН/г) та масову частку мила (%).

Лабораторна робота №7

Нейтралізація з гідротропними добавками

Ефективність процесу нейтралізації визначається якістю нейтралізованої олії і кількістю відходів. Відходами на стадії нейтралізації є ті жирові речовини, які захоплюються соапстоком. Щоб зменшити їх кількість нейтралізацію виконують з використанням гідротропних добавок. Такі добавки добре розчиняються у воді і підвищують розчинність мил, що сприяє більш повному відділенню їх від олії. В якості таких добавок використовують сульфат натрію (Na_2SO_4) і триполіфосфат натрію ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$). Їх вводять у вигляді водного розчину разом з лугом в кількості 3-5% від маси олії (концентрація розчинів з гідротропною добавкою – 1%).

Встановлено, мильні плівки, які утворюються в процесі нейтралізації, добре розчиняються і в слабкому розчині повареної солі. При цьому захоплений соапстоком нейтральний жир вивільняється. Максимальний ефект використання водно-сольового розчину досягається при температурі процесу 90-95°C (підвищується розчинність мил в сольовому розчині). Кількість водно-сольового розчину становить близько 10% від маси олії. При цьому концентрація лужного розчину, який використовують для нейтралізації, становить 40-45 г/л, а концентрація водно-сольового розчину до 1 %.

При виконанні нейтралізації з водно-сольовою підкладкою перед (!) введенням розчину лугу в нейтралізатор подається водно-сольовий розчин. При введенні розчину лугу перемішування не виконують, щоб не зруйнувати структури мильних плівок, які утворюються.

Мета роботи: здійснення процесу лужної рафінації з гідротропними добавками та аналіз нейтралізованої олії.

Хімічний посуд, прилади і реактиви: стакан об'ємом 100-250 см³, мірний циліндр об'ємом 50-100 см³, термометр ртутний з діапазоном температури 0-100°C, лабораторна установка для нейтралізації (рис. 4), в якій додатково встановлена крапельна воронка для гідротропних добавок або електромагнітна мішалка з перемішувачем, шпатель, штатив, затискач і тримач, терези лабораторні, гідроксид натрію (NaOH), сульфат натрію (Na₂SO₄) і триполіфосфат натрію (Na₅P₃O₁₀), поварена сіль (NaCl), дистильована вода, олія соняшникова гідратована.

Техніка виконання

В хімічний стакан 2 лабораторної установки для нейтралізації вносять досліджуваний зразок гідратованої олії, поміщають на електронагрівач 1 і нагрівають при перемішуванні до температури 60-65°C, не допускаючи перегрівання (необхідно вимикати електронагрівач за 5-10°C до досягнення вказаної температури). При досягненні заданої температури, не припиняючи перемішування, з крапельної воронки 5 вводять розраховану кількість розчину гідроксиду натрію заданої концентрації. Паралельно з другої крапельної воронки вводять розраховану кількість розчину гідротропної добавки. Потім підвищують температуру олії на 15-20°C, зменшують частоту обертання мішалки і продовжують повільне перемішування до утворення соапстоку. Потім мішалку зупиняють і відстоюють олію впродовж 2 год.

Нейтралізовану олію відділяють від нижнього шару (соапстоку) декантацією, зважують і визначають її кислотне число і масову частку мила.

Результати лабораторної роботи оформляють у вигляді наступної таблиці:

№ досліду	Надлишок NaOH, %	Концентрація NaOH, г/л	Гідротропна добавка	Концентрація гідротропної добавки, %	Кільсть гідротропної добавки, %	Гідратована олія		Нейтралізована олія	
						КЧ, мг КОН/г	Масова частка мила, %	КЧ, мг КОН/г	Масова частка мила, %
1			Na ₅ P ₃ O ₁₀				-		
2			Na ₂ SO ₄				-		
3			NaCl				-		

Лабораторна робота №8

Нейтралізація в мильно-лужному середовищі

Нейтралізація в мильно-лужному середовищі являє собою процес лужної рафінації в крапельному режимі. Він не є стаціонарним і його протікання значною мірою залежить від тривалості контакту фаз (лужного розчину і олії).

Мета роботи: здійснення процесу лужної рафінації в мильно-лужному середовищі та аналіз нейтралізованої олії.

Хімічний посуд, прилади і реактиви: мірний циліндр об'ємом 100 см³, установка для нейтралізації в мильно-лужному середовищі (рис. 2.5), шпатель, терези лабораторні, гідроксид натрію, дистильована вода, олія соняшникова гідратована.

Техніка виконання.

Розчин NaOH заданої концентрації (від 1,5 до 10 г/л) поміщають у воронку 2, відкривають кран 8 і заповнюють колонку 5 цим розчином до середини розширеної частини 6, закривають кран 8. В кожух колони подають гарячу воду від термостату і доводять температуру до заданої.

Гідратовану олію, попередньо нагріту до тієї ж температури, поміщають в живильник 3. Відкривають кран 4 і починають подавати олію в барботер 7, регулюючи подачу таким чином, щоб на виході з барботера 7 довжина струменя була не більше 1,5-2,0 см.

За умови правильно відрегульованої подачі утворюються краплі олії приблизно однакового розміру, які проходять через розчин гідроксиду натрію. При цьому вільні жирні кислоти нейтралізуються, утворене мило розчиняється в лужному розчині, а краплі олії піднімаються в розширену частину 6, де накопичуються і утворюють суцільний шар. Нейтралізована олія зливається в приймач 1. Після закінчення процесу нейтралізовану олію з розширеної частини витісняють в приймач 1. Для цього відкривають кран 8 і з воронки 2 повільно подають лужний розчин, який піднімається і витісняє олію. Процес слід виконувати уважно і обережно, щоб не допустити перетікання лужного розчину в приймач 1. В нейтралізованій олії визначають кислотне число.

В даній лабораторній роботі можна здійснити дослідження впливу концентрації лужного розчину та інтенсивності барботажу на ефективність процесу нейтралізації з побудовою графіків залежності величини кислотного числа нейтралізованої олії від вказаних чинників.

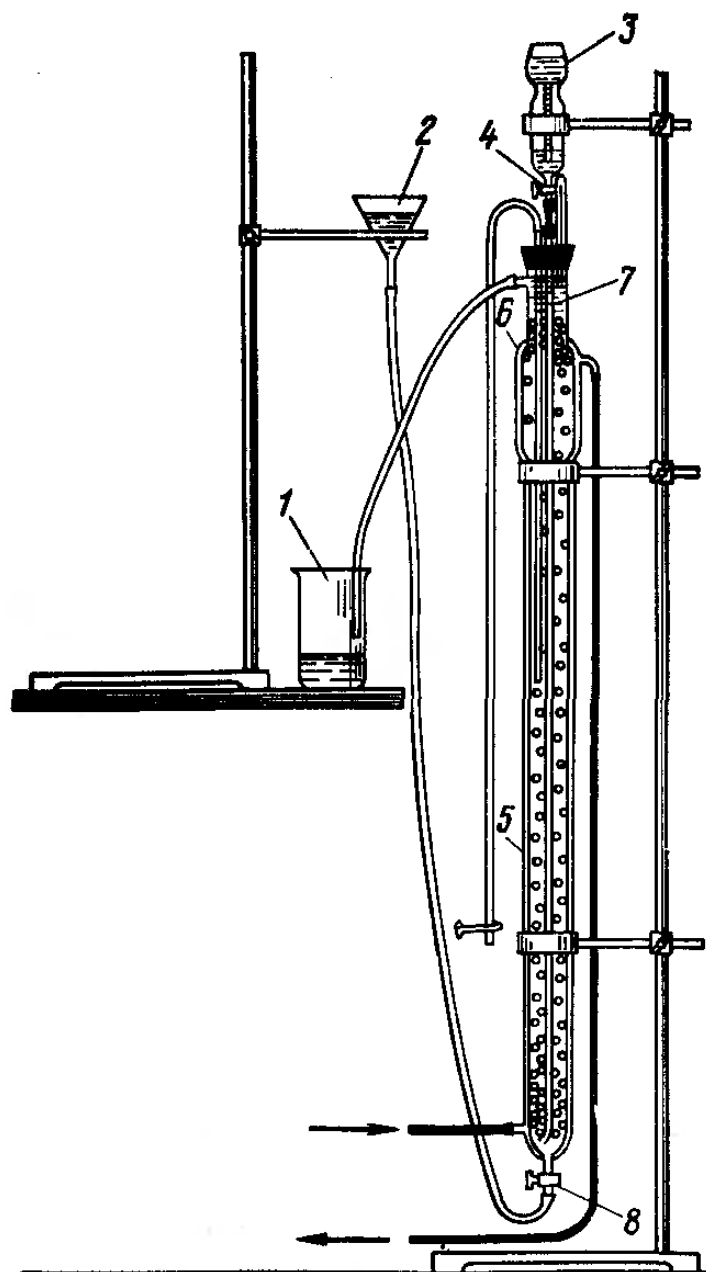


Рисунок 2.5 – Лабораторна установка для нейтралізації олії в мильно-лужному середовищі:

1 – приймач для нейтралізованої олії; 2 – воронка для розчину гідроксиду натрію; 3 – живильник для олії; 4, 8 – крани; 5 – колонка; 6 – розширена частина; 7 – барботер

Лабораторна робота №9

Водне промивання та висушування промитої нейтралізованої олії

Мета роботи: вилучення мила з нейтралізованої соняшникової олії.

Хімічний посуд, прилади і реактиви: круглодонна колба об'ємом 250 см^3 , мірний циліндр об'ємом 100 см^3 , термостійкий стакан об'ємом $100\text{--}250\text{ см}^3$, пробірка об'ємом $10\text{--}25\text{ см}^3$, термометр ртутний з діапазоном

температури 0-150°C, бюретка, крапельна воронка, ділильна воронка, штатив для пробірок, електродвигун лабораторний, механічна мішалка, електрична плита з водяною банею, штатив, затискач, тримач, терези лабораторні, секундомір, азбест пресований, дистильована вода, олія соняшникова нейтралізована.

Техніка виконання

У попередньо зважену круглодонну двогорлу колбу об'ємом 250 см³ зважують 50 г нейтралізованої олії. Колбу поміщають у водяну баню і занурюють в неї мішалку таким чином, щоб вона не доходила на 1 см до дна колби. При постійному перемішуванні нагрівають олію на водяній бані до 90-95°C. У нагріту олію з бюретки або крапельної воронки повільно краплями при перемішуванні вводять воду (в кількості 8-10% від маси олії), нагріту до такої ж температури що і олія. По закінченню введення води продовжують перемішування впродовж 1-2 хв. Потім суміш переносять у попередньо зважену ділильну воронку, відстоюють і зливають воду. Промиту олію зливають у попередньо зважений стакан. Визначають вихід промитої олії (враховуючи залишки олії в круглодонній колбі і ділильній воронці).

Стакан з промитою олією поміщають на електричну плиту, нагрівають при перемішуванні механічною мішалкою до температури 103±2°C. Висушування закінчують, коли на поверхні олії не буде піни, а відібраний зразок олії в пробірці після охолодження під проточною водою залишається прозорим. Після закінчення висушування визначають вихід висушеної олії і її кислотне число.

Результати лабораторної роботи оформляють у вигляді наступної таблиці:

Нейтралізована олія			Нейтралізована промита олія	Нейтралізована промита і висушена олія		
Вихід, %	КЧ мг КОН/г	Масова частка мила, %	Вихід, %	Вихід, %	КЧ мг КОН/г	Масова частка мила, %

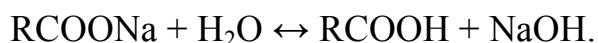
Лабораторна робота №10

Способи визначення мила в олії (якісна і кількісна проба)

Мета роботи: встановлення наявності та кількості мила в олії.

Якісна проба

Метод ґрунтується на тому, що у гарячій воді мило гідролізується і гідроксид натрію, який утворюється, у присутності індикатора змінює забарвлення на рожеве:



Хімічний посуд, прилади і реактиви: пробірка об'ємом 25 см³, піпетка об'ємом 5 см³, штатив для пробірок, груша для піпетки, тримач для пробірки, електрична плита з водяною банею, секундомір, дистильована вода, 1 %-вий спиртовий розчин фенолфталеїну, нейтралізована олія до і після промивання і висушування.

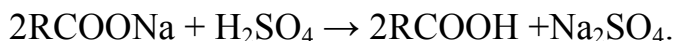
Техніка виконання

У пробірку об'ємом 25 см³ наливають 5 см³ дистильованої води і 2-3 краплі фенолфталеїну (при цьому вода повинна залишатися безбарвною). Пробірку нагрівають на водяній бані до кипіння, потім додають близько 1-2 см³ дослідного зразка олії і кип'ятять протягом 5-10 хв при постійному перемішуванні (обережно, тому що можливий викид рідини). Для рівномірності кипіння в пробірку поміщають шматочки пемзи або скляні капіляри. При відсутності мила в олії нижній водний шар в пробірці після охолодження повинен залишатися безбарвним.

Чутливість методу 0,005% мила.

Кількісна проба

Метод ґрунтується на розкладанні мила при титруванні сульфатною кислотою у присутності індикатора метилового червоного:



Надлишок сульфатної кислоти переходить у водний прошарок. Як тільки прошарок набуває слабо рожеве забарвлення титрування закінчують.

Хімічний посуд, прилади і реактиви: конічні колби об'ємом 250 см³, мірний циліндр об'ємом 100-250 см³, термостійкі стакани об'ємом 100 см³, бюретка для титрування і воронка, термометр ртутний з діапазоном температури 0-100°C, терези лабораторні, електрична плита, азбест пресований, 0,2%-вий спиртовий розчин метилового червоного, ізопропіловий спирт, 0,05 м розчин H₂SO₄, дистильована вода, нейтралізована олія до і після промивання і висушування.

Підготовка до аналізу

Для приготування нейтралізованого розчину ізопропілового спирту до 250 см³ ізопропілового спирту додають 1-2 см³ розчину метилового червоного. Потім суміш титрують 0,05 м розчином H₂SO₄ до переходу жовтого забарвлення в червоне.

Техніка виконання

У конічну колбу зважують 10 г дослідного зразка олії, додають нагрітий до 70-80°C нейтралізований ізопропіловий спирт у кількості 50 см³ і 50 см³ нагрітої дистильованої води. Розчин нагрівають при перемішуванні на

киплячій водянній бані впродовж 10-15 хв. до повного розчинення жиру і мила. Суміш збовтують до утворення емульсії, додають 5 крапель розчину метилового червоного і вміст колби титрують 0,05 м розчином H_2SO_4 до появи червоного забарвлення.

Кислоту при титруванні додають по краплям при інтенсивному перемішуванні, після цього суміші дають розшаруватись і спостерігають за забарвленням нижнього водного прошарку.

Паралельно проводять контрольне визначення за такою ж самою процедурою, але без наважки олії.

Масову частку мила, у %, розраховують за формулою

$$X_{\text{мила}} = [(V_1 - V_2) \cdot K \cdot 0,0304 \cdot 100] / m, \quad (2.11)$$

де V_1 – кількість 0,05 м розчину H_2SO_4 , який витрачено на титрування наважки, $см^3$; V_2 – кількість 0,05 м розчину H_2SO_4 , який витрачено на контрольне титрування, $см^3$ K – поправковий коефіцієнт до розчину кислоти; 0,0304 – кількість мила (в перерахунку на олеат натрію), що відповідає 1 $см^3$ 0,05 м розчину H_2SO_4 ; m – маса наважки олії, г.

За остаточний результат приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень.

Лабораторна робота №11 **Аналіз соапстоку**

Соапстоки, які утворюються в процесі лужної нейтралізації містять в своєму складі мило, захоплений нейтральний жир, воду, лужний агент, який не прореагував, деякі супутні речовини.

Ефективність того чи іншого способу лужної рафінації може бути перевірена шляхом визначення так званого рафінаційного коефіцієнта R_k , значення якого розраховують за формулою

$$R_k = J_c / (K_1 - K_2), \quad (2.12)$$

де J_c – жирність соапстоку (у % до маси олії); X_1 – кислотність олії до нейтралізації, %; X_2 – кислотність олії після нейтралізації, %.

Чим нижчий рафінаційний коефіцієнт, тим ефективніший спосіб нейтралізації.

Кислотність, у %, розраховують за формулою

$$K = k \cdot KЧ, \quad (2.13)$$

де $KЧ$ – кислотне число олії, мг KOH /г; k – коефіцієнт, що залежить від типу олії (жирної кислоти, на яку виконується перерахунок).

Кислотність – це показник, який вказує на відсотковий вміст жирних кислот в олії. Враховуючи тип олії та її кислотне число кислотність визначають в перерахунку на окрему жирну кислоту:

- для соняшникової олії за олеїноювою кислотою, $k = 0,503$;
- для рицинової – за рицинолевою кислотою, $k = 0,530$;
- для кокосової і пальмоядрової – за лауриноювою кислотою, $k = 0,346$;
- для пальмової – за пальмітиноювою кислотою, $k = 0,456$;
- для гірчичної – за еруковою кислотою, $k = 0,602$.

Одержані в процесі нейтралізації соапстоки в залежності від способу лужної нейтралізації відрізняються за складом жирової фази, тому в них визначають вміст нейтрального жиру НЖ (у %). Якість соапстоку оцінюють і за співвідношенням нейтрального жиру (НЖ) і жирних кислот (ЖК), для чого визначають загальну жирність соапстоку $Ж_{с.з.}$ (у % до маси соапстоку).

Мета роботи: визначити жирність соапстоку, масову частку жирних кислот і нейтрального жиру в ньому. Розрахувати рафінаційний коефіцієнт і відходи при нейтралізації.

Визначення жирності соапстоку

Хімічний посуд, прилади і реактиви: круглодонна колба об'ємом 250 см^3 , термостійкий стакан об'ємом $100\text{-}250\text{ см}^3$, конічна колба об'ємом 250 см^3 , воронка, піпетка об'ємом 5 см^3 , груша для піпеток, мірний циліндр об'ємом $50\text{-}100\text{ см}^3$, ділильна воронка, насадка Вюрца, алонж, холодильник Лібіха, колба-приймач об'ємом $100\text{-}250\text{ см}^3$, ексікатор з CaCl_2 , плита електрична, водяна баня, азбест пресований, сушильна шафа, терези аналітичні, шпатель, штатив, затискач, тримач, паперовий фільтр, 0,1 %-ний водний розчин метилового оранжевого; 10 %-ова сульфатна кислота, гексан, безводний сульфат натрію, дистильована вода, соапсток.

Техніка виконання

Роботу виконують під витяжною шафою!

В колбу зважують на аналітичних терезах зразок попередньо перемішаного соапстоку (мильно-лужного розчину) в кількості 5-10 г, приливають $50\text{-}60\text{ см}^3$ гарячої дистильованої води, 2-3 краплі метилового оранжевого і додають 10 %-ову сульфатну кислоту до кислої реакції. Вміст колби нагрівають на кип'ячій водяній бані до одержання прозорого шару виділених жирних кислот, нейтрального жиру (соапсточні ліпіди) і кислої води. Після охолодження в колбу додають 25 см^3 гексану і перемішують до повного розчинення всіх жирних кислот і нейтрального жиру. Вміст колби переносять в ділильну воронку і відстоюють впродовж 10-20 хв.

Водний шар зливають в ту ж колбу, в якій проводили розкладання соапстоку сульфатною кислотою. Першу витяжку з ділильної воронки

зливають в чисту колбу. До водного шару додають таку ж кількість гексану, інтенсивно перемішують і переносять в ту ж ділильну воронку. Операцію вилучення жиру з водного шару проводять 3 – 4 рази. Всі витяжки переносять з колби у ділильну воронку і промивають водою (10-15% від маси олії) без інтенсивного перемішування до нейтральної реакції за метиловим оранжевим.

Промиті витяжки невеликими порціями з ділильної воронки пропускають через воронку з паперовим фільтром і шаром безводного прожареного сульфату натрію в зважену круглодонну колбу. Це необхідно для зв'язування заемульгованої гексаном води. Після проходження витяжок через шар сульфату натрію його промивають гексаном для змивання залишків витяжок, щоб запобігти втратам соапсточних ліпідів (по 10-15 мл на кожне промивання). З одержаних витяжок відганяють розчинник на установці, яку зображено на рис. 2.2. Залишок соапсточних ліпідів висушують у сушильній шафі до постійної маси при температурі 75-80°C. Після закінчення висушування колбу з висушеними соапсточними ліпідами охолоджують в ексікаторі і зважують.

Загальну жирність соапстоку $J_{c.з.}$ (у % до маси соапстоку) розраховують за формулою

$$J_{c.з.} = (m_1 \cdot 100) / m, \quad (2.14)$$

де m_1 – маса виділених соапсточних ліпідів, г; m – маса соапстоку, взятого для дослідження, г.

Жирність соапстоку J_c (у % до маси олії) розраховують за формулою

$$J_c = J_{c.з.} \cdot m_c / m_o, \quad (2.15)$$

де $J_{c.з.}$ – загальна жирність соапстоку, %; m_c – загальна маса соапстоку, що утворилася в процесі нейтралізації вказаним методом, г; m_o – маса гідратованої олії, взята для нейтралізації вказаним методом, г.

Визначення масової частки жирних кислот

Хімічний посуд, прилади і реактиви: мірний циліндр об'ємом 50-100 см³, бюретка для титрування і воронка, секундомір, ізопропіловий спирт; 0,5 н водний розчин КОН; 1%-вий спиртовий розчин фенолфталеїну.

Підготовка до аналізу

Підготовка розчинника. До ізопропілового спирту додають декілька крапель розчину фенолфталеїну (0,5 см³ на кожні 50 см³ спирту) і нейтралізують 0,1 н водним розчином КОН до ледве помітного рожевого кольору.

Техніка виконання

Одержану під час визначення жирності соапстоку суміш жирних кислот і нейтрального жиру розчиняють в 50 см³ попередньо нейтралізованого ізопропілового спирту і титрують 0,5 н водним розчином КОН у присутності фенолфталеїну до появи рожевого забарвлення, яке не зникає впродовж 1 хв.

Масову частку жирних кислот ЖК, у %, розраховують за формулою

$$\text{ЖК} = (0,141 \cdot V \cdot k \cdot 100) / m, \quad (2.16)$$

де 0,141 – титр 0,5 м розчину гідроксиду калію по олеїновій кислоті, г/см³; V – кількість 0,5 м розчину КОН, витраченого на титрування, см³; k – поправка до титру 0,5 м розчину КОН; m – маса досліджуваного зразка соапстоку, г.

Масову частку нейтрального жиру НЖ, у %, розраховують за формулою

$$\text{НЖ} = \text{Ж}_{\text{с.з.}} - \text{ЖК}, \quad (2.17)$$

де $\text{Ж}_{\text{с.з.}}$ – загальна жирність соапстоку, %; ЖК – масова частка жирних кислот, %.

Результати лабораторної роботи оформляють у вигляді наступної таблиці:

Спосіб нейтралізації	Рафінаційний коефіцієнт R_k	Співвідношення НЖ:ЖК
Класичний з розділенням відстоюванням		
З гідротропними добавками		
В мильно-лужному середовищі		

Контрольні запитання до захисту лабораторних робіт за темою «Нейтралізація»

1. Способи вилучення вільних жирних кислот з жирів і олій.
2. Хімізм процесу нейтралізації.
3. Розрахунок потрібної кількості лужного розчину робочої концентрації для проведення нейтралізації жирів різної якості і різними методами.
4. Вплив різних чинників на процес утворення мильних плівок в процесі нейтралізації.
5. Порівняльна характеристика основних способів лужної рафінації жирів.
6. Характеристика соапстоків, способи розкладення.
7. Визначення ефективності процесу лужної рафінації.

2.4 АДСОРБЦІЙНА РАФІНАЦІЯ

До складу рослинних олій входять забарвлюючі речовини різного складу і з різними хімічними властивостями. Каротиноїди надають оліям від жовтого до червоного відтінку, хлорофіли – зеленого, а госипол в бавовняній олії – темнокоричневого.

Каротиноїди достатньо стійкі до дії лугів, тому зберігаються в нейтралізованій олії. Незначне освітлення олії може відбуватися в результаті сорбції каротиноїдів соапстоком (при нейтралізації концентрованим розчином лугу). Хлорофіли, навпаки, взаємодіють з лугами, омилуються з утворенням низки сполук, однак лужною рафінацією неможливо повністю видалити хлорофіли з олії.

Крім того до складу олій входять ще і хромогенні сполуки, які самі по собі прозорі, але при дії кисню повітря або при взаємодії з деякими реагентами можуть інтенсивно забарвлюватись. Цю властивість хромогенів використовують для аналітичного визначення природи жиру. Необхідність вилучення забарвлюючих речовин виникає у разі подальшої гідрогенізації олій та використання у виробництві майонезу і маргаринової продукції.

Процес вилучення забарвлюючих речовин називають адсорбційною рафінацією або відбілюванням.

Для відбілювання олій використовують активовані відбільні глини, які одержують в результаті термічної та кислотної обробки природних бентонітових глин (алюмосилікатів). У зв'язку з тим, що процес адсорбції проходить на поверхні глини, необхідно щоб вони мали максимально розгалуджену і активну поверхню. Здатність сорбенту поглинати та утримувати олію визначається показником оліємісткості.

Оліємисткість – це кількість олії, яка утримується в 100 грамах сорбенту. Вона визначається у відсотках і коливається від 40 до 100% і вище, розраховують за формулою

$$O = m_o \cdot 100 / m_c, \quad (2.18)$$

де m_c – маса сорбенту, г; m_o – маса олії, яку утримує сорбент, г.

Про активність відбільної глини свідчить фактор відбілювання F_v , який визначають за формулою

$$F_v = H_n / H_g \quad (2.19)$$

де H_n – колірне число олії до відбілювання, мг $J_2/100$ г; H_g – колірне число олії після відбілювання, мг $J_2/100$ г.

За допомогою процесу адсорбційної рафінації крім забарвлюючих речовин вилучають також фосфоліпіди, мила, продукти первинного та вторинного окислення. Присутність в олії значної кількості фосфоліпідів і білків є небажаною, оскільки вони завдяки своїм полярним властивостям затягують пори адсорбенту і тим самим знижують ефективність відбілювання.

Ефективність відбілювання олії залежить від активності відбільної глини та її кількості. Про активність відбільної глини свідчить зміна забарвленості олії в процесі адсорбційної рафінації. Якість відбільної глини обумовлена її вологістю, ступенем подрібнення і оліємисткістю. Чим нижче оліємисткість, тим менше втрат і відходів при відбілюванні.

Лабораторна робота №12 **Оліємисткість відбільних глин**

Мета роботи: визначення оліємисткості відбільних глин.

Хімічний посуд, прилади і реактиви: воронка Бюхнера; колба Бунзена; водоструминний насос, шпатель, паперовий фільтр, відбільна глина, олія соняшникова нейтралізована

Техніка виконання

У воронку Бюхнера поміщають фільтрувальний папір таким чином, щоб повністю були покриті всі отвори. Фільтрувальний папір змочують олією. Надлишок якої відсмоктують водоструминним насосом (див. рис. 2.3). Підготовлену таким чином воронку зважують на технічних терезах, всю поверхню просоченого олією фільтрувального паперу покривають рівним

шаром відбільної глини (10 г), і змочують її олією. Надлишок олії відсмоктують під вакуумом до досягнення постійної маси воронки з фільтрувальним папером і глиною. Зважування виконують на технічних терезах з точністю до 0,01 г.

Оліємiсткiсть вiдбiльної глини, у %, розраховують за формулою

$$O = [m_1 - (m_2 + m)] \cdot 100 / m \quad (2.20)$$

де m_1 – маса воронки з фільтром, відбільною глиною і поглиненою олією, г; m_2 – маса воронки з фільтром, змоченим олією, г; m – маса відбільної глини, г.

Лабораторна робота №13

Визначення впливу природи відбільної глини на ефективність процесу адсорбційної рафінації

Мета роботи: визначити тип найбільш ефективної відбільної глини і її кількість для одержання високого ступеня відбілювання олії.

Хімічний посуд, прилади і реактиви: термостійкий стакан об'ємом 100 см³, термометр ртутний з діапазоном температури 0-100°C, колба Бунзена, воронка Бюхнера, водоструминний насос, терези технічні, шпатель, фільтрувальний папір, відбільна глина, соняшникова олія.

Техніка виконання

У хімічний стакан об'ємом 100 см³ зважують на технічних терезах 75 г соняшникової олії. Олію нагрівають на електромагнітній мішалці до 90°C і вносять при перемішуванні необхідну кількість відбільної глини (0,2-2% від маси олії). Олію з відбільною глиною перемішують впродовж 5-20 хв (при 90°C) і фільтрують через паперовий фільтр на воронці Бюхнера в зважену колбу Бунзена за допомогою водоструминного насосу (див. рис. 2.3).

Визначають колірне число олії до і після відбілювання та вихід відбіленої олії.

Результати лабораторної роботи оформляють у вигляді наступної таблиці:

Тип відбільної глини	Оліємiсткiсть вiдбiльної глини, %	Кiлькiсть вiдбiльної глини, %	Колірне число, мг J ₂ /100 г		Фактор відбілювання
			невідбіленої олії	відбіленої олії	

Контрольні запитання до захисту лабораторних робіт за темою «Адсорбційна рафінація»

1. Характеристика речовин, що забарвлюють олію.
2. Основні характеристики відбільних глин, способи їх активації.
3. Суть процесу адсорбційної рафінації, вплив різних чинників на його ефективність.

2.5 ДЕЗОДОРАЦІЯ

В жирах містяться речовини, які обумовлюють їх запах і смак. Це – леткі низькомолекулярні жирні кислоти, альдегіди, кетони, ефіри та інші сполуки, які характеризуються низькими граничними концентраціями смаку і запаху. Процес вилучення з жирів цих речовин називається дезодорацією.

Процес дезодорації полягає в обробці жирів гострою парою при високій температурі під вакуумом і складається з трьох основних стадій:

- дифузії молекул летких речовин з шару жиру до поверхні випаровування;

- випаровування молекул летких речовин;

- вилучення речовин, які випаровувалися з зони випаровування.

Ефективність процесу дезодорації залежить від:

- складу і пружності парів летких одоруючих речовин;

- параметрів процесу (температури, тиску, тривалості);

- кількості гострої пари та інтенсивності процесу змішування пари з жиром;

- конструкції і характеристики основного обладнання.

У відповідності до діючих стандартів для дезодорованих жирів і олій визначають: кислотне число, масову частку вологи і летких речовин, колірність, органолептичні властивості і деякі інші показники; для харчових саломасів – органолептичне оцінювання, температуру плавлення, твердість.

Оцінювання дезодорованої олії і саломасу за органолептичними показниками виконують за бальною шкалою (табл. 2.2).

Таблиця 2.2 – Бальна шкала оцінювання органолептичних показників дезодорованих олій і саломасів

Показники	Кількість балів
Без смаку і запаху	47 – 50
Смак дезодорованого жиру з незначними відхиленнями	43 – 46
Смак дезодорованого жиру зі слабо вираженим присмаком	41 – 42
Нечистий смак	30 – 40

Лабораторна робота №14

Дослідження процесу дезодорації олії

Мета роботи: визначення зміни кислотного числа олії в залежності від тривалості процесу дезодорації.

Хімічний посуд, прилади і реактиви: установка для дезодорації (рис. 2.6), вакуум-насос; вентилятор; дистильована вода, олія соняшникова.

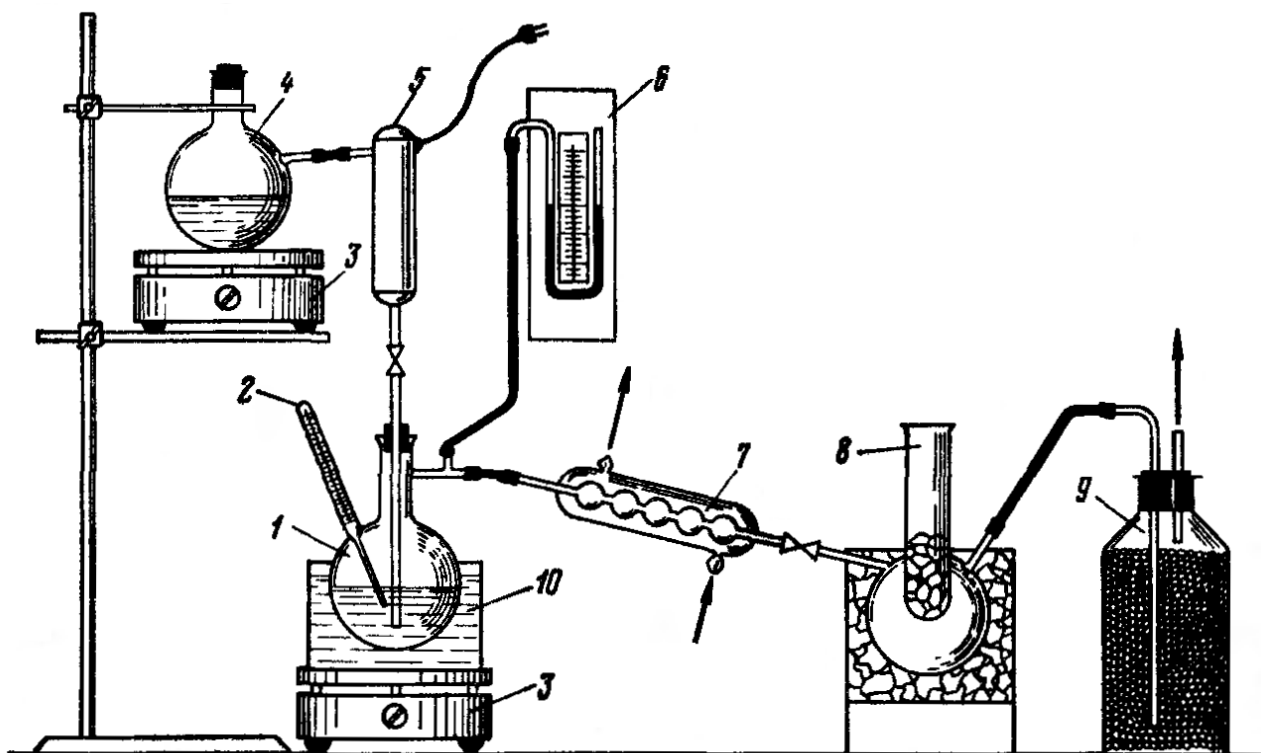


Рисунок 2.6 – Лабораторна установка для дезодорації:

1 – колба; 2 – термометр; 3 – електронагрівач; 4 – пароутворювач; 5 – пароперегрівач; 6 – вакуумметр; 7 – холодильник; 8 – збірник погонів; 9 – склянка з селікагелем; 10 – баня

Техніка виконання

На технічних терезах відважують 150-200 г олії і поміщають в колбу 1 з термометром 2, до якої приєднують через холодильник 7 збірник погонів 8, який охолоджується. В колбу 1 вводять трубку для подачі гострої пари з пароутворювача 4 через пароперегрівач 5. В системі за допомогою вакуум-насоса, холодильника 7, збірника погонів 8 і склянки з селікагелем 9 створюють вакуум (залишковий тиск 1,33-2,60 кПа). Включають електронагрівач 3 і нагрівають гліцеринову баню до температури 180-190°C. Дистильовану воду в колбі (пароутворювачі) 4 доводять до кипіння. Барботаж гострою парою триває впродовж 30 хв. Пара, що відходить, конденсується в холодильник 7 і збірнику погонів 8.

Потім баню 10 прибирають, дезодоровану олію охолоджують за допомогою вентилятора, не знімаючи вакууму. При зниженні температури до

35-40°C вакуум знімають (відкриваючи кран на вакуумній лінії) і відбирають пробу дезодорованої олії для визначення кислотного числа. Потім установку знову збирають і продовжують процес дезодорації. Проби дезодорованої олії відбирають кожні 30 хв.

За результатами дослідження будують графік в координатах: по осі абсцис – тривалість процесу (в хвиликах), по осі ординат – кислотне число (в мг КОН/г)

Контрольні запитання до захисту лабораторних робіт за темою «Дезодорація»

1. Характеристика речовин, що надають смак і запах оліям.
2. Макрокінетика процесу дезодорації. Технологічний режим і апаратурне оформлення процесу.
3. Вплив різних чинників на ефективність процесу.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Технология переработки жиров /Н.С. Арутюнян, Е.П. Корнена, А.И. Янова и др. Под ред. проф. Н.С. Арутюняна. – 3-е изд. – М.: Пищепромиздат, 1999. – 452 с.
2. М.П. Азнаурьян, Н.А. Калашева. Современные технологии очистки жиров, производства маргарина и майонеза. – М.: Сампо-Принт, 1999. – 493 с.
3. Щербаков В.Г. Технохимический контроль производства жиров и жирозаменителей. – М.: Колос, 1996. – 207 с.
4. Файнберг Е.Е., Товбин И.М., Луговой А.В. Технологическое проектирование жировперерабатывающих предприятий. – М.: Легкая и пищевая промышленность, 1983. – 41 с.
5. Тютюнников Б.Н., Науменко П.В., Товбин И.М., Фаниев Г.Г. Технология переработки жиров. – М.: Пищевая промышленность, 1970. – 652 с.
6. Тютюнников Б.Н., Юхновский Г.Л., Маркман А.Л. Технология переработки жиров. – М.: Пищепромиздат, 1950. – 770с.
7. Васильев Г.Ф. Дезодорация масел и жиров. – СПб: ГИОРД, 2000. – 192 с.

ДОДАТКИ

Додаток А

За ДСТУ 4492:2005 олію соняшникову залежно від технології і показників якості, поділяють на види, гатунки та марки (табл. А.1).

Таблиця А.1 – Класифікація олії соняшnikової

Вид соняшникової олії	Гатунок	Марка
Олія соняшnikова нерафінована холодного пресування першого віджиму	Вищий Перший	-
Олія соняшnikова нерафінована не виморожена (пресова, екстракційна або суміш пресової з екстракційною)	Вищий Перший Другий	-
Олія соняшnikова нерафінована виморожена (пресова)	Вищий Перший	-
Олія соняшnikова гідратована не виморожена (пресова, екстракційна або суміш пресової з екстракційною)	Перший Другий	-
Олія соняшnikова гідратована виморожена (пресова)	Вищий Перший	-
Олія соняшnikова рафінована не виморожена (одержана з пресової, екстракційної або суміші пресової з екстракційною)	-	-
Олія соняшnikова рафінована виморожена (одержана з пресової, екстракційної або суміші пресової з екстракційною)	-	-
Олія соняшnikова рафінована дезодорована невиморожена (одержана з пресової, екстракційної або суміші пресової з екстракційною)	-	П
Олія соняшnikова рафінована дезодорована невиморожена (одержана з пресової)	-	Д
Олія соняшnikова рафінована дезодорована виморожена (одержана з пресової, екстракційної або суміші пресової з екстракційною)	-	П
Олія соняшnikова рафінована дезодорована виморожена (одержана з пресової)	-	Д

Примітки:

- 1) Олія соняшnikова нерафінована холодного пресування першого віджиму призначена для безпосереднього вживання в їжу;
- 2) Олія соняшnikова пресова, екстракційна та суміш пресової з екстракційною призначена для промислового перероблення на харчові продукти;
- 3) Для безпосереднього вживання в їжу, поставки в торгівельну мережу та на підприємства ресторанного господарства призначена олія соняшnikова тільки пресова нерафінована та гідратована вищого та першого гатунків виморожена, а також виморожена та невиморожена рафінована та рафінована дезодорована марки П.

За органолептичними та фізико-хімічними показниками олія соняшnikова нерафінована (табл. А.2), гідратована, рафінована та рафінована дезодорована (табл. А.3) повинна відповідати вимогам за ДСТУ 4492:2005.

Таблиця А.2 – Органолептичні та фізико-хімічні показники олії соняшникової нерафінованої

Назва показника	Характеристика показників олії						
	олія соняшникова нерафінована						
	холодного пресування першого віджиму		невиморожена			виморожена пресою	
	вищого гатунку	першого гатунку	вищого гатунку	першого гатунку	другого гатунку	вищого гатунку	першого гатунку
Прозорість	прозора без осаду		допустимо наявність «сітки» під осадом		допустимо легке помутніння над осадом	прозора без осаду	
Смак та запах	притаманні олії соняшниковій без стороннього запаху, присмаку та гіркоти		притаманні олії соняшниковій без стороннього запаху, присмаку та гіркоти		притаманні олії соняшниковій, допустимо присмак легкої гіркоти та злегка затхлого запаху	притаманні олії соняшниковій без стороннього запаху, присмаку та гіркоти	притаманні олії соняшниковій із присмаком легкої гіркоти
Колірне число, мг йоду, не більше ніж	10,0	15,0	15,0	25,0	35,0	15,0	25,0
Кислотне число, мг КОН/г, не більше ніж	1,0	1,5	1,5	4,0	6,0	1,5	4,0
Йодне число, г J ₂ /100 г	125-145						
Пероксидне число, ½ О ммоль/кг, не більше ніж	3,0	6,0	7,0		8,0	7,0	
– під час випуску з підприємства	10,0	10,0	10,0		10,0	10,0	
Масова частка фосфоровмісних речовин, %, не більше ніж	0,10	0,2	0,40	0,60	0,80	0,30	0,40
– у перерахунку на стеароолеолецитин	0,009	0,016	0,03	0,05	0,07	0,02	0,03
Масова частка нежирових домішок, %, не більше ніж	0,01	0,03	0,05	0,10	0,20	відсутність	
Масова частка неомильних речовин, %, не більше ніж	1,2		1,2		1,3	1,2	
Масова частка води та летких речовин, %, не більше ніж	0,10	0,15	0,20		0,30	0,15	
Віск та воскоподібні речовини	відсутність		не визначають			відсутність	
Ступінь прозорості, фем, не більше ніж	25,0		40,0		не визначають	25,0	
Масова частка вітаміну Е, мг %, не менше ніж	80,0		не нормують			не нормують	
Масова частка вітаміну А, м.е., не менше ніж	15,0		не нормують			не нормують	

Примітки: олію нерафіновану другого гатунку направляють тільки для промислового перероблення; олія нерафінована з підвищеними кислотним і (або) пероксидним числами призначена на технічні цілі або може бути реалізована для промислового перероблення за узгодженням із замовником.

Таблиця А.3 – Органолептичні та фізико-хімічні показники олії соняшникової гідратованої, рафінованої та рафінованої дезодорованої

Назва показника	Характеристика показників олії									
	олія соняшникова гідратована				олія соняшникова рафінована		олія соняшникова рафінована дезодорована			
	невиморожена		виморожена пресова		невиморожена	виморожена	невиморожена		виморожена	
	першого гатунку	другого гатунку	вищого гатунку	першого гатунку			Д	П	Д	П
Прозорість	прозора без осаду									
Смак та запах	притаманні олії соняшниковій гідратованій без стороннього запаху, присмаку та гіркоти	притаманні олії соняшниковій гідратованій, допустимо присмак легкої гіркоти та злегка затхлого запаху	притаманні олії соняшниковій гідратованій без стороннього запаху, присмаку та гіркоти		притаманні олії соняшниковій рафінованій без стороннього запаху, присмаку та гіркоти		смак знеособленої олії, без запаху			
Колірне число, мг йоду, не більше ніж	20,0	30,0	15,0	20,0	12,0		10,0			
Кислотне число, мг КОН/г, не більше ніж	4,0	6,0	1,5	4,0	0,25 (свіжовироблена) 0,60 (наприкінці терміну зберігання)		0,25 (свіжовироблена) 0,60 (наприкінці терміну зберігання)			
Йодне число, г J ₂ /100 г	125-145									
Пероксидне число, ½ О ммоль/кг, не більше ніж – під час випуску з підприємства – наприкінці терміну зберігання	8,0 10,0		7,0 10,0		6,0 10,0	6,0 10,0	2,0 10,0	2,0 10,0		
Масова частка фосфоровмісних речовин, %, не більше ніж – у перерахунку на стеароолеолецитин – у перерахунку на Р ₂ О ₅	0,20 0,016	0,25 0,022	0,10 0,009	0,15 0,012	відсутність відсутність					
Масова частка нежирових домішок, %, не більше ніж	відсутність									
Масова частка неомильних речовин, %, не більше ніж	1,2				1,2		1,0			
Масова частка вологи та летких речовин, %, не більше ніж	0,15	0,30	0,10							
Віск та воскоподібні речовини	не визначають		відсутність		не визначають	відсутність	не визначають		відсутність	
Ступінь прозорості, фем, не більше ніж	40		25		15		15			
Температура спалаху олії екстракційної, °С, не нижче ніж	225		не визначають		225		234			
Мило (якісна проба)	-		-		відсутність					

Примітки: олія гідратована другого гатунку призначена тільки для промислового перероблення; олія гідратована з підвищеними кислотним і (або) пероксидним числами призначена на технічні цілі або може бути реалізована для промислового перероблення за узгодженням із замовником

Додаток Б

Відходи і втрати жирів на різних стадіях рафінації

Стадія процесу рафінації	Відходи (В), %	Втрати (П), %	Співвідношення НЖ : ЖК
ГІДРАТАЦІЯ	$(1,7 - 2) \cdot \Phi$	-	-
НЕЙТРАЛІЗАЦІЯ: Періодичні методи з водно- сольовою підкладкою:			
– олія гідратована	$1,5 \cdot X$	0,1	1:4
– саломас харчовий	$1,5 \cdot X$	0,1	1:4
– олія бавовняна рафінована	$1,5 \cdot X$	0,1	1:4
харчова (КЧ до 5 мг КОН/г)			
Класичний спосіб:			
– олія бавовняна сира харчова	$5,8 \cdot X$	1,7	1:1
(КЧ до 4 мг КОН/г)			
– олія бавовняна сира технічна	$4 \cdot X$	1,7	1:1
(КЧ до 7 мг КОН/г)			
– олія бавовняна сира технічна	$5 \cdot X$	1,7	1:1
(КЧ більше 7 мг КОН/г)			
Безперервні методи:			
– в мильно-лужному середовищі	$1,25 \cdot X$	0,1	1:10
для всіх олій і саломасів			
– сепараційний метод для всіх олій			
і саломасів	$1,5 \cdot X$	0,1	1:4
Промивання:			
– жири тваринні	0,15	0,20	-
– інші жири і олії	0,20	0,20	-
Висушування	-	0,05	-
ВІДБІЛЮВАННЯ			
Періодичний метод з фільтруванням			
на рамних фільтр-пресах	$0,4 \cdot A$	$0,1 \cdot A$	
Безперервний метод з фільтруванням			
на фільтрах з механічним			
вивантажуванням осаду	$(0,4 \cdot A)/2$	0,1	
ДЕЗОДОРАЦІЯ			
Олія кокосова	0,05	0,30	
Інші жири і олії	0,15	0,05	

Примітки: Φ – масова частка фосфоліпідів, %; X – кислотність олії, %;
 A – кількість відбільної глини у % до маси олії; НЖ – нейтральний жир;
ЖК – жирні кислоти

Додаток В

Надлишок і концентрація лугу, рекомендовані для різних способів нейтралізації

Метод нейтралізації і вид жиру		Кислотне число, мг КОН/г	Концентрація лужного розчину, г/л	Надлишок лугу, %
ПЕРІОДИЧНИЙ СПОСІБ				
Соняшникова олія та інші світлі олії		до 5	40 – 45	5 – 10
Соева олія		5 – 7	85 – 105	10 – 20
Кукурудзяна олія		більше 7	125 – 145	10 – 20
БЕЗПЕРЕРВНИЙ СПОСІБ				
<i>Сепараційний метод</i>				
Соняшникова олія та інші світлі олії		до 2	70 – 90	10 – 20
		2 – 5	100 – 150	10 – 20
		5 – 10	До 150	5 – 10
		більше 10	150 – 170	10 – 30
Льняна олія		до 6	90 – 130	10 – 30
<i>Метод нейтралізації в мильно-лужному середовищі</i>				
Соняшникова олія та інші світлі олії		до 5	10 – 15	5 – 10
<i>Емульсійний метод</i>				
Бавовняна олія	Попереднього пресування	4 – 14	125 – 140	0,3 – 1,2
	Екстракційна	4 – 14	150 – 350	0,6 – 1,0

Додаток Г

Таблиця Г.1 – Густина водних розчинів гідроксиду натрію (NaOH)

Густина при 15°C, кг/м³	Концентрація розчину NaOH		Густина при 15°C, кг/м³	Концентрація розчину NaOH	
	%	г/л		%	г/л
1007	0,59	6,0	1220	19,65	239,7
1014	1,20	12,0	1231	20,60	253,6
1022	1,85	18,9	1241	21,55	267,2
1029	2,50	25,7	1252	23,50	281,8
1036	3,15	32,6	1263	23,60	296,9
1045	3,79	39,6	1274	24,48	311,7
1052	4,50	47,3	1285	25,50	327,7
1060	5,20	55,0	1297	26,58	344,7
1067	5,86	62,5	1308	27,65	361,7
1075	6,58	70,7	1320	28,83	380,6
1083	7,30	79,1	1332	30,00	399,6
1091	8,07	88,0	1345	32,20	419,6
1100	8,78	96,6	1357	32,50	441,0
1108	9,50	105,3	1370	33,73	462,1
1116	10,30	114,9	1383	35,00	484,1
1125	11,06	124,4	1397	36,86	507,9
1134	11,90	134,9	1410	37,65	530,9
1142	12,69	145,0	1424	39,06	556,2
1152	13,50	155,5	1438	40,47	582,0
1162	14,35	166,7	1453	42,02	610,8
1171	15,15	174,4	1468	43,58	639,8
1180	16,00	188,8	1483	45,16	669,7
1190	16,91	201,2	1498	46,73	700,0
1200	17,81	213,7	1514	48,41	732,9
1210	18,71	226,4	1530	50,80	766,5

Таблиця Г.2 – Густина водних розчинів карбонату натрію ($\text{Na}_2(\text{CO})_3$)

Густина при 20°C, г/см ³	Концентрація розчину $\text{Na}_2(\text{CO})_3$ (безв.)		Густина при 15°C, г/см ³	Концентрація розчину $\text{Na}_2(\text{CO})_3$ (безв.)	
	%	моль/л		%	моль/л
1,000	0,19	0,018	1,100	9,75	1,012
1,005	0,67	0,063	1,105	10,22	1,065
1,010	1,14	0,109	1,110	10,68	1,118
1,015	1,62	0,155	1,115	11,14	1,172
1,020	2,10	0,202	1,120	11,60	1,226
1,025	2,57	0,248	1,125	12,05	1,279
1,030	3,05	0,296	1,130	12,52	1,335
1,035	3,54	0,346	1,135	13,00	1,392
1,040	4,03	0,395	1,140	13,45	1,446
1,045	4,50	0,444	1,145	13,90	1,501
1,050	4,98	0,493	1,150	14,35	1,557
1,055	5,47	0,544	1,155	14,75	1,607
1,060	5,95	0,595	1,160	15,20	1,663
1,065	6,43	0,646	1,165	15,60	1,714
1,070	6,90	0,696	1,170	16,03	1,769
1,075	7,38	0,748	1,175	16,45	1,823
1,080	7,85	0,800	1,180	16,87	1,878
1,085	8,33	0,853	1,185	17,30	1,934
1,090	8,80	0,905	1,190	17,70	1,987
1,095	9,27	0,958			

