**«АКТУАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ ПИТАНИЯ**

**СОВРЕМЕННОГО ЧЕЛОВЕКА»**

**ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ №4.**

**ОКИСЛИТЕЛЬНАЯ ПОРЧА ЖИРОВ. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА В ПИЩЕВЫХ ЖИРАХ.**

**Практическая работа**

**Отбор проб растительного масла и подготовка к исследованию**

**Методы отбора проб**

В зависимости от физического состояния масел, видов транспортной и потребительской тары, транспортных средств и видов хранилищ должны применяться различные методы отбора проб, обеспечивающие представительность пробы.

# При отборе проб должны соблюдаться условия, изложенные в ГОСТ 32190-2013 «Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб».

# Средства для отбора проб и емкости для хранения проб должны быть чистыми, сухими и не иметь постороннего запаха.

Место отбора проб, средства отбора проб и отобранные пробы должны быть защищены от загрязнения и атмосферных осадков.

Допускается проводить отбор проб масел одного наименования, предъявленных к единовременной приемке или поставке, в однородных транспортных средствах или в однородной транспортной таре, одним пробоотборником, обеспечивая каждый раз достаточную его промывку порцией масла, предназначенного для отбора. Порцию масла, используемую для промывки, отбрасывают.

Отбор проб масел, находящихся при температуре окружающей среды в твердом состоянии, проводят без разогрева в том случае, если партия представлена на контроль в мелкой транспортной таре.

При поставке твердых и застывших масел в крупной транспортной таре проводят разогрев масел методами, не допускающими изменения качественных показателей масла.

Рекомендуемые способы разогрева масел: метод «горячего размыва», метод «сухого разогрева». Разогрев масел "острым паром" не допускается.

Если для достижения однородности состава масла разогрева недостаточно, используют дополнительные способы перемешивания, не допускающие выработку воздуха (пропускание инертного газа или механическое перемешивание в среде инертного газа).

Температура масла, предварительно разогретого для отбора проб, должна находиться в интервалах, приведенных в ГОСТ 32190-2013 «Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб».

*Отбор проб из танков наливных судов, баков маслохранилищ (вертикальных цилиндрических баков), цистерн (железнодорожных цистерн, автоцистерн и горизонтальных цилиндрических баков*)

Отбор проб масла из трубопровода.

При наполнении или разгрузке танков наливных судов, баков маслохранилищ, цистерн отбор проб проводят при перекачке масла по трубопроводу. Объединенную пробу отбирают непрерывно и равномерно штуцерным пробоотборником в течение всего времени перекачки масла в накопительный сосуд. Пробу в накопительном сосуде тщательно перемешивают.

Объем отобранной пробы указан в таблице 1.

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| Вместимость танка, бака, цистерны, т | Объем объединенной пробы, см |
| До 70 включ. | 2500-4000 |
| Св. 70 до 500 включ. | 5000-10000 |
| Св. 500 | 20000 |

Отбор проб масла из танков наливных судов (до их разгрузки), баков маслохранилищ (при контроле в них качества масла) проводят по всей высоте слоя зональным пробоотборником вместимостью 500 см. Первую мгновенную пробу отбирают на глубине 10 см от поверхности, последующие - через каждые 30-100 см (в зависимости от вместимости танка или бака и уровня его заполнения) и так до уровня слива масла.

Отбор проб масла из баков маслохранилищ, предназначенных для длительного хранения, проводят зональным пробоотборником. Одну мгновенную пробу отбирают из верхнего слоя масла на уровне 50 см от поверхности масла, три - из среднего слоя на уровне половины высоты налива и одну - из нижнего слоя на уровне 20 см от дна бака. Пробы из баков маслохранилищ при длительном хранении твердых масел отбирают после разогрева масла.

Отбор проб рафинированных масел из цистерн до их разгрузки проводят пробоотборником для отбора проб масла из железнодорожных цистерн вместимостью около 4000 см или зональным пробоотборником.   
 Отбор проб нерафинированных масел проводят пробоотборником для отбора проб из железнодорожных цистерн. Разрешается использовать другие виды пробоотборников по договоренности сторон.

При использовании зонального пробоотборника отбирают одну мгновенную пробу из верхнего слоя масла на расстоянии 10 см от поверхности, три - из среднего слоя и одну - со дна цистерны.

Допускается использовать другие схемы отбора проб по договоренности сторон.

Объединенную пробу масла составляют в накопительном сосуде путем смешивания мгновенных проб, равных по массе.

*Отбор проб из бочек, фляг и контейнеров*

Из каждой отобранной единицы тары отбирают одну мгновенную пробу.

Для отбора проб из бочек, фляг и контейнеров используют трубчатый пробоотборник.  
 Объединенную пробу масла составляют путем смешивания мгновенных проб в накопительном сосуде.

*Отбор проб из бутылок и пакетов*

Отбор проб масла, расфасованного в бутылки или пакеты, проводят после тщательного перемешивания масла, содержащегося во всех бутылках или пакетах.

Отбор проб масла из бутылок и пакетов проводят с помощью металлической трубки диаметром 10 мм. При отборе проб металлическую трубку опускают до дна бутылки или пакета с маслом, верхнее отверстие трубки закрывают пальцем и поднимают трубку. Пробы из бутылок и пакетов отбирают также путем отливания из них равных количеств масла.

Мгновенные пробы сливают в накопительный сосуд для составления объединенной пробы. Объединенную пробу тщательно перемешивают.

Объединенную пробу масла объемом не менее 2500 см после тщательного перемешивания в накопительном сосуде, переливают в переносной сосуд, плотно закрывают и доставляют в лабораторию для сокращения и приготовления лабораторных проб. Переносной сосуд снабжают этикеткой с указанием:

- наименования отправителя;

- наименования предприятия-изготовителя;

- наименования и марки (сорта) продукта;

- обозначения настоящего стандарта;

- места отбора;

- ссылки на акт отбора, фамилий лиц, отобравших пробу;

- дата отбора пробы;

- размер партии, от которой отобраны пробы;

- номер железнодорожной или автомобильной цистерны.

*Отбор проб твердых масел*

Пробы твердых масел отбирают щупом.

Мгновенную пробу масла из бочек, фляг, барабанов отбирают погружением щупа на всю длину, наклонно от края тары к центру.

Отбор проб из круглых пластиковых барабанов небольшой высоты проводят путем вырезания сектора жира в направлении от центра к стенке барабана.

Щуп с пробой вынимают винтообразным движением и, вставив шпатель в прорезь щупа, срезают не охватываемую стенками щупа часть мгновенной пробы по всей длине. Оставшееся в щупе масло возвращают на прежнее место и поверхность заделывают.

Для составления объединенной пробы мгновенные пробы масла после тщательного перемешивания помещают в банку с плотно закрывающейся крышкой.

**Приготовление лабораторных проб**

Хорошо перемешанную объединенную пробу жидкого масла, полученную при отборе проб из танков наливных судов, железнодорожных цистерн, автоцистерн и контейнеров, сокращают до такого объема, одна четверть которого была бы достаточна для выполнения всех необходимых анализов. Сокращенную пробу делят на четыре части, разливая в емкости для хранения вместимостью не менее 250 см каждая.

Объединенную пробу твердого масла разогревают на водяной бане до температуры 40 °С - 50 °С (пробу пальмового стеарина - до 70 °С) и перемешивают шпателем. Далее сокращают пробу и делят ее на четыре части.

Емкости с пробами герметично укупоривают и опечатывают.

**Акт отбора проб**

После отбора объединенной пробы составляют акт отбора проб с указанием:

- наименования отправителя;

- предприятия-изготовителя;

- наименования и марки (сорта) продукта;

- обозначения настоящего стандарта;

- номера партии;

- даты изготовления (даты розлива - для масла растительного в потребительской упаковке);  
- даты налива - для масла растительного в транспортной таре (бочках, флягах, цистернах, баках, контейнерах);

- даты изготовления и даты розлива (для продукта в потребительской таре);

- даты изготовления и даты налива (для продукта в бочках, флягах, цистернах, баках, контейнерах, барабанах);

- даты отбора пробы;

- фамилий лиц, отобравших пробу;

- массы нетто или объема партии, от которой отобрана проба;

- вида и номера транспортного средства;

- наименования и номера документа, удостоверяющего его качество и безопасность;

- цели отбора пробы.

Акт отбора проб передают одновременно с пробами в лабораторию и хранят на случай возникновения разногласий по качеству вместе с  частью сокращенной объединенной пробы (контрольной пробой).

Пробы масла после определения показателей качества подлежат утилизации (списанию) в соответствии с порядком, установленным организацией (лабораторией), проводившей проверку.

**Маркировка**

Каждую емкость с пробой снабжают этикеткой с указанием:

- наименования продукта;

- наименования и адреса изготовителя, упаковщика, экспортера, импортера, наименования страны и места происхождения;

- массы нетто или объема партии, от которой отобрана проба;

- вида и номера транспортного средства;

- наименования и номера документа, удостоверяющего его качество и безопасность;

- даты изготовления (даты розлива - для масла растительного в потребительской упаковке);

- даты налива - для масла растительного в транспортной таре (бочках, флягах, цистернах, баках, контейнерах).

- даты отбора пробы.

Этикетка должна быть подписана лицами, отобравшими пробу.

Надписи на этикетке наносят любым способом, обеспечивающим четкость и стойкость маркировки.

**Хранение проб**

Опечатанная контрольная проба должна храниться в холодильнике при температуре 5 °С - 10 °С на случай возникновения разногласий по качеству.

Контрольная проба, оставленная на хранение, не может быть использована для определения перекисного числа.

Срок хранения пробы не должен превышать срока годности масла.

### ИЗМЕРЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА СВЕТЛЫХ И РАФИНИРОВАННЫХ МАСЕЛ

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы: весы лабораторные с пределом допустимой абсолютной погрешности не более ±0,02 г.; шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры (50±2) °С; баня водяная; секундомер; цилиндры 1(3)-50; 1(3)-100 или 1-500; колбы Кн-2-250-34(40, 50) ТХС; бюретки 1-1(2, 3)-1(2)-1(2, 5, 10, 25, 50)-0,01(0,02, 0,05, 0,1); стаканы В(Н)-1(2)-400; термометр жидкостный стеклянный, позволяющий измерять температуру в интервале от 50 °С до 100 °С с ценой деления 1 °С - 2 °С; палочка стеклянная; бумага фильтровальная лабораторная, калия гидроокись, х.ч. или ч.д.а., водный или спиртовой раствор молярной концентрации ГОСТ 31933-2012 Масла растительные. Методы определения кислотного числа0,1 моль/дм (0,1 н.); натрия гидроокись х.ч. или ч.д.а., водный или спиртовой раствор ГОСТ 31933-2012 Масла растительные. Методы определения кислотного числа0,1 моль/дм, спирт этиловый технический (гидролизный) или спирт этиловый ректификованный технический; хлороформ технический; эфир этиловый очищенный или эфир медицинский; фенолфталеин, спиртовой раствор массовой долей 1%; вода дистиллированная; смесь растворителей: спиртоэфирная или спиртохлороформная.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

**Подготовка к измерению**

**Приготовление смеси растворителей**

Спиртоэфирную смесь готовят по объему из двух частей этилового эфира и одной части этилового спирта с добавлением пяти капель раствора фенолфталеина на 50 см смеси. Спиртохлороформную смесь готовят из равных частей хлороформа и этилового спирта с добавлением пяти капель раствора фенолфталеина на 50 см смеси.   
Спиртоэфирную и спиртохлороформную смеси нейтрализуют раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации  (ГОСТ 31933-2012 Масла растительные. Методы определения кислотного числа или ГОСТ 31933-2012 Масла растительные. Методы определения кислотного числа)=0,1 моль/дм до едва заметной розовой окраски.

При использовании спиртоэфирной смеси титрование проводят водным или спиртовым раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия; при использовании спиртохлороформной смеси - спиртовым раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия.

**Подготовка пробы**

Прозрачное незастывшее растительное масло перед взятием навески для анализа хорошо перемешивают. При наличии в жидком масле мути или осадка, а также при анализе застывших масел часть лабораторной пробы (50 г) помещают в сушильный шкаф, в котором поддерживается температура (50±2)°С, и нагревают до той же температуры. Затем масло перемешивают. Если после этого масло не становится прозрачным, его фильтруют в шкафу при температуре 50 °С.

**Проведение измерения**

В коническую колбу вместимостью 250 см взвешивают навеску массой 3-5 г с точностью до 0,01 г. Затем к навеске приливают 50 см спиртоэфирной или спиртохлороформной нейтрализованной смеси. Содержимое колбы перемешивают взбалтыванием. Если при этом масло не растворяется, его нагревают на водяной бане, нагретой до (50±2) °С, затем охлаждают до 15 °С - 20 °С. К раствору добавляют несколько капель фенолфталеина. Полученный раствор масла при постоянном взбалтывании быстро титруют раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации  (ГОСТ 31933-2012 Масла растительные. Методы определения кислотного числа или ГОСТ 31933-2012 Масла растительные. Методы определения кислотного числа)=0,1 моль/дм до получения слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

При титровании водным раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации  (ГОСТ 31933-2012 Масла растительные. Методы определения кислотного числа или ГОСТ 31933-2012 Масла растительные. Методы определения кислотного числа)=0,1 моль/дм  количество спирта, применяемого вместе с эфиром или хлороформом, во избежание гидролиза раствора мыла должно не менее чем в пять раз превышать количество израсходованного раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия.

При кислотном числе масла свыше 6 мг ГОСТ 31933-2012 Масла растительные. Методы определения кислотного числа/г берут навеску масла массой 1-2 г с точностью до 0,01 г и растворяют ее в 40 см нейтрализованной смеси растворителей.

При кислотном числе масла менее 4 мг ГОСТ 31933-2012 Масла растительные. Методы определения кислотного числа/г титрование ведут из микробюретки.