

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

Львівський національний університет ветеринарної медицини
та біотехнологій імені С.З. Гжицького



Ромашко І.С., Паска М.З., Галух Б.І.,
Драчук У.Р., Басараб І.М., Кринська Н.В.

**НАВЧАЛЬНО-МЕТОДИЧНИЙ
ПОСІБНИК**

з дисципліни

«ТЕХНОХІМІЧНИЙ КОНТРОЛЬ ВИРОБНИЦТВА»

Львів – 2016

Укладачі:

Ромашко І.С. – к.т.н., доцент;

Паска М.З. – д.в.н., професор;

Галух Б.І. – к.т.н., старший викладач;

Драчук У.Р. – к.т.н., доцент;

Басараб І.М. – к.с.-г.н., старший викладач;

Кринська Н.В. – асистент.

@ Ромашко І.С.	2016
@ Паска М.З.	2016
@ Галух Б.І.	2016
@ Драчук У.Р.	2016
@ Басараб І.М.	2016
@ Кринська Н.В.	2016

Вступ

Основною проблемою контролю якості є проблема вивчення чинників, що її зумовлюють, способів і засобів її вимірювання та оцінки. Водночас, оцінка якості не є самоціллю, а виступає як дієвий шлях забезпечення, прогнозування і підвищення якості продукції, що випускається, зокрема в олійно-жировій галузі.

Засоби державної дії – закони, укази, ухвали уряду, стандарти та інші нормативні документи – покликані створити умови для забезпечення споживача якісною продукцією, яка характеризується сукупністю властивостей, що зумовлюють здатність задовольняти потреби відповідно до призначення. Необхідно лише сумлінно дотримуватись «букви закону».

Тому при підготовці майбутніх технологів потрібно сформулювати у студентів теоретичні та практичні навички проведення технохімічного контролю виробництв олійно-жирової галузі, навчити застосовувати отримані знання при визначенні якісних і кількісних показників сировини, матеріалів, напівфабрикатів та готової продукції, передбачених стандартами і технічними умовами, для забезпечення правильного проведення технологічного процесу.

Технохімічний контроль охоплює всі етапи виробництва на харчових підприємствах і має важливе значення для контролю якості продукції харчування. Основна мета предмету «Технохімічний контроль» полягає в тому, щоб навчити майбутніх фахівців оцінювати якість сировини, напівфабрикатів, готової продукції, а також вирішувати питання щодо реалізації змін технологічного процесу. У зв'язку з цим в ході вивчення курсу метою є наступне:

- ознайомлення студентів з організацією контролю якості продукції на підприємствах олійно-жирової галузі;
- оволодіння студентами органолептичними і фізико-хімічними методами, що використовуються для контролю якості жирової продукції;
- вивчення особливостей проведення контролю якості продукції на олійно-жирових підприємствах;
- аналіз правильності проведення контролю технологічного процесу.

Вивчення дисципліни «Технохімічний контроль виробництва» допоможе майбутнім технологам у прийнятті виважених рішень для забезпечення ефективної роботи підприємств олійно-жирової галузі, вирішенні питань раціонального використання матеріальних, енергетичних

та трудових ресурсів, а також підвищенні рівня конкурентоспроможності продукції на вітчизняному та закордонному споживчому ринку.

Навчально-методичний посібник містить теоретичні відомості про основні схеми і контрольні заходи технологічного та хімічного спрямування для процесів переробки олійно-жирової сировини і виробництва продукції на її основі, а також зміни якості олійно-жирової сировини під час досягання, підготовки, зберігання і переробки.

У посібнику висвітлено основні питання практичного використання знань фізичних і хімічних основ забезпечення грамотного проведення технологічних процесів олійно-жирової промисловості; розкрито суть та зміст технохімічного контролю на прикладі конкретних виробництв. Представлено характеристику основних методів та методик досліджень і контролю якості сировини, матеріалів, продукції та процесів загалом.

Матеріали посібника ґрунтуються на базових та сучасних наукових і технологічних досягненнях олійно-жирової промисловості, фундаментальних розробках наукових досліджень та узагальнюють знання, отримані студентами у процесі опанування загальнотеоретичних та спеціальних дисциплін, а саме «Технологія галузі», «Хімія сировини», «Методи контролю», «Аналітична хімія», «Органічна хімія», «Фізика», «Мікробіологія», «Біохімія».

Важливим сегментом у вивченні дисципліни є самостійна робота студентів, яку необхідно систематично контролювати шляхом перевірки рівня підготовки до лабораторних занять, проведення письмових тестувань та усних бесід.

Навчально-методичний посібник узгоджено з робочою програмою відповідної дисципліни та містить матеріали, що допомагають студентам опанувати основи дослідження і контролю якості олійної сировини і продуктів на її основі.

1. ТЕХНОХІМІЧНИЙ КОНТРОЛЬ ВИРОБНИЦТВА РОСЛИННИХ ОЛІЙ

- 1.1. Загальна схема технологічного процесу.
- 1.2. Підготовка до зберігання та зберігання насіння.
- 1.3. Методи аналізу якості олійного насіння.
- 1.4. Методи аналізу проміжних продуктів переробки олійного насіння.
- 1.5. Методи аналізу макухи і шроту.
- 1.6. Методи аналізу рослинних олій.
- 1.7. Визначення очікуваних виходів олії, шроту та відходів виробництва.

1.1. ЗАГАЛЬНА СХЕМА ТЕХНОЛОГІЧНОГО ПРОЦЕСУ

Сучасна технологія виробництва рослинних олій передбачає операції підготовки насіння до зберігання і зберігання насіння, операції пов'язані з підготовкою насіння до вилучення олії, операції пресування та екстракції, первинного та комплексного очищення олії, переробки шроту (рис. 1).

Етап підготовки насіння до зберігання і його зберігання включає:

- надходження насіння транспортом від постачальників;
- очищення від домішок;
- зменшення вмісту вологи шляхом сушіння;
- безпосередньо зберігання насіння;
- передача насіння у виробництво.

Етап підготовки насіння до вилучення олії включає:

- очищення насіння від домішок;
- кондиціонування насіння за вмістом вологи та розмірами;
- обрушення насіння і відділення оболонки;
- подрібнення насіння.

Етап вилучення олії пресуванням включає:

- інактивацію і волого-теплову обробку;
- випресовування олії;
- отримання пелюсткової структури екстракційного матеріалу;
- первинне очищення пресової олії.

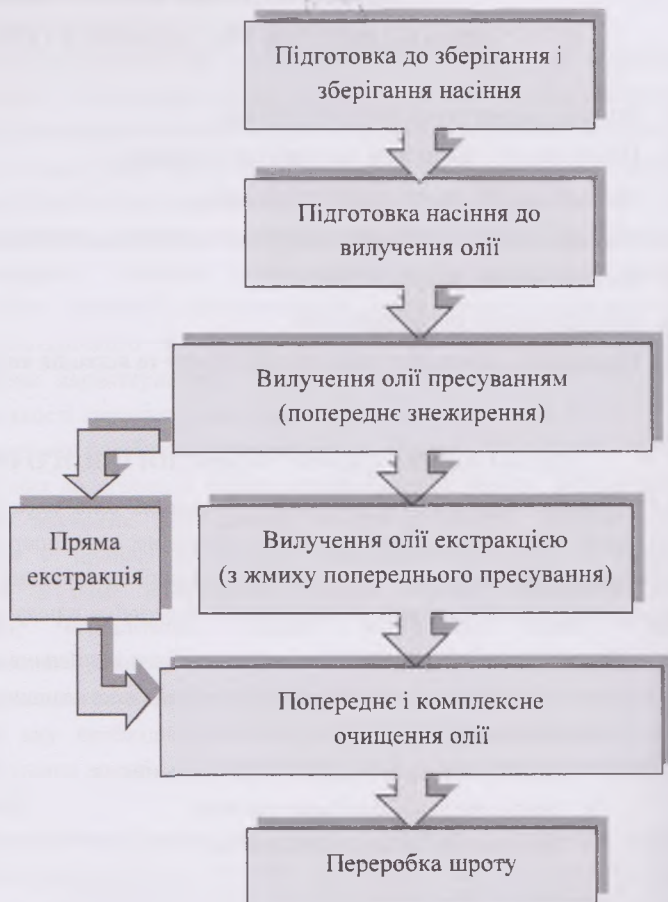


Рис. 1. Основні процеси виробництва рослинної олії.

Етап вилучення олії екстракцією включає:

- власне екстракцію олії;
- переробку місцели;
- обробку шроту.

Етап первинного і комплексного очищення олії включає:

- очистку олії в гущевловлювачі;
- фільтрацію олії;
- отримання фосфатидного концентрату.

Етап переробки шроту включає:

- вилучення білків і отримання білкових продуктів;
- збагачення шроту.

Сьогодні для вилучення олії з насіння застосовують два способи:

послідовне вилучення олії – спочатку пресовим методом, при якому отримують приблизно 3/4 всієї олії, а потім екстракційним, за допомогою якого вилучають решту олії;

однократне вилучення олії екстракцією, що отримало назву методу прямої екстракції.

Технологічна схема отримання рослинних олій спрощується при переході до схеми прямої екстракції, при якій олію вилучають тільки методом екстракції. У цьому випадку відсутні операції попереднього пресування і очищення пресової олії. При переробці олійної сировини, що не потребує відділення насінневої (або плодової) оболонки від ядра, не потрібні операції обрушення та відділення оболонки.

Вилучення білків зі шроту та отримання білкових продуктів здійснюються не на всіх олієдобувних підприємствах. Найчастіше це стосується великих виробництв, метою роботи яких є дотримання принципів безвідходності та екологічності.

1.2. ПІДГОТОВКА ДО ЗБЕРІГАННЯ ТА ЗБЕРІГАННЯ НАСІННЯ

Підготовка насіння до зберігання передбачає проведення наступних операцій:

- приймання олійної сировини,
- зважування олійної сировини,
- очищення олійної сировини від сторонніх домішок,
- здійснення теплової сушки для зниження вологості насіння до значень нижче критичної,

- фракціонування насіння за розміром і аеродинамічними властивостями для відділення нестійкого при зберіганні малого (недозрілого) насіння.

Залежно від фізико-механічних властивостей насіння зберігають у сховищах різного типу. Заключною операцією зберігання є передача насіння після зберігання в основне виробництво. Обсяги та основні операції технохімконтролю виробництва на етапі приймання і підготовки насіння до зберігання і переробки зведено в таблицю 1.

Таблиця 1

Технохімконтроль приймання і підготовки насіння до зберігання та переробки

Об'єкт контролю	Метод відбору проб або спосіб контролю	Періодичність контролю	Показник що визначається
1	2	3	4
Прийом та вивантаження насіння з транспорту постачальника	3 машин – конусний щуп, пневматичний або механічний пробовідбірник, з залізничних вагонів або барж – конусний щуп або пересічення потоку, автоматичний пробовідбірник	У міру постачання для кожного окремого здавальника (партія насіння)	Вміст вологи, домішок, кислотне число, олії в насінні соняшника, опушеність, бавовняність насіння
Перша очистка насіння	Автоматичний пробовідбірник	Систематично	Вміст вологи та сміттєвих домішок
Теплове сушіння	Те саме	1 раз за зміну або для кожної партії насіння	Температура насіння, вологість, кількість сміттєвих домішок

1	2	3	4
Зберігання насіння	Дистанційний термометр або термошланг (через кожні 3-5 м насипу насіння у шахматному порядку на трьох глибинах)	Систематично: впродовж першого місяця після прибирання – 1 раз на 5 днів; в осінньо-зимовий період при температурі насіння 10°C і вище – 3 рази на місяць, від 0-10°C – 2 рази, нижче 0°C – 1 раз на місяць; в весняно-літній період при 0°C – 2 рази на місяць, вище 0°C – 1 раз на тиждень	Температура зберігання насіння
Передача насіння у виробництво	Автоматичний пробовідбірник	1 раз за зміну в середньомісячних пробах 1 раз на добу в добовій пробі, сформованій з середньозмінних проб 1 раз на 15 днів в пробі, сформованій з середньозмінних проб 1 раз на 10 днів в пробі з добових зразків	Вміст вологи Вміст олії (екстракційним або рефрактометричним методом), вміст сміттєвих домішок) Вміст лузги в чистому насінні Вміст фосфоліпідів і неомилюваних ліпідів

1.3. МЕТОДИ АНАЛІЗУ ЯКОСТІ ОЛІЙНОГО НАСІННЯ

Найважливішими показниками якості олійного насіння є:

- вміст вологи в олійній сировині;
- засміченість насіння;
- вміст ліпідів в олії.

1.3.1. Вміст вологи в олійній сировині

Вміст вологи в олійній сировині – один з найважливіших показників оцінки її якості, оскільки добре зберігатися може тільки сухе насіння. При підвищенні вмісту вологи в насінній масі відбувається активізація розвитку присутніх в ній мікроорганізмів, посилюється дихання насіння, зменшується кількість запасних речовин насіння, перш за все ліпідів, різко зростає швидкість гідролітичних та окисних процесів і, як результат, знижується якість насіння.

Вологість насіння також суттєво впливає на умови його технологічної переробки.

Методи визначення вологи поділяються на:

- прями (з досліджуваного продукту вилучають воду у вигляді пари і встановлюють її кількість);
- непрямі (дозволяють визначити не кількість води, а вміст сухих речовин, або оцінити показник, функціонально пов'язаний з вологістю матеріалу).

Більш прості і доступні – непрямі методи, до яких відносяться:

- методи висушування (термогравіметричні);
- рефрактометричні методи;
- методи, засновані на вимірюванні відносної олійності матеріалу;
- електричні методи; методи, засновані на вимірюванні діелектричної проникності матеріалу або його теплової провідності.

В олійно-жировій промисловості при визначенні вмісту вологи найчастіше використовується метод висушування матеріалу. При цьому

вологу, що знаходиться в наважці, переводять в пароподібний стан, а потім видаляють її в навколишнє середовище. Для багатьох матеріалів перехід вологи в пару досягається їх нагріванням за атмосферного тиску.

Для термонестійких продуктів (нагрівання яких неприпустиме) застосовують висушування при зниженій чи кімнатній температурі або висушування під вакуумом.

Вміст вологи у продукті визначають за різницею маси наважок до видалення вологи і після.

***Важливо!** Разом з парою води при висушуванні продукту з нього видаляються і деякі леткі речовини (низькомолекулярні органічні кислоти, ефірні олії та ін.), а кисень приєднується до ненасичених жирних кислот. Особливо активно відбуваються і окисні процеси в олієвмісних матеріалах, що висушуються при підвищених температурах повітря в сушильних шафах.*

Таким чином, одночасно з видаленням вологи під дією теплоти виникають втрати сухої речовини продукту, за рахунок чого знижується його первісна вага, і приєднується кисень, що збільшує масу матеріалу, який висушується. Внаслідок цього, методи визначення вологи носять відносний характер, а їх величини, що визначаються різними методами, як правило, відрізняються одна від одної.

Для уникнення окисних процесів, висушування можна проводити в атмосфері інертного газу. Знівелювати вплив гідролітичних процесів при висушуванні досліджуваного матеріалу можна, використовуючи ліофільне сушіння, при якому висушування матеріалу ведуть у вакуумі з попереднім заморожуванням взятого для аналізу продукту. У той же час навіть ліофільна сушка не виключає неточностей визначення вологи, що зумовлено видаленням з матеріалу разом з парою води інших летких речовин.

Тому дотримання методично строгого визначення вмісту вологи в липьому насінні, як і в продуктах його переробки, у готовій продукції липьно-жирового виробництва та відходах, є складною задачею. Це зумовлено різноманіттям форм зв'язку води з гідрофільними і гідрофобними компонентами в біологічній системі клітин насіння.

Для отримання порівняльних результатів аналізу необхідно чітко з'ясуватися однакових умов висушування, тобто таких параметрів як:

- температура сушіння,
- величина наважки,
- тривалість сушіння,
- ступінь подрібнення продукту,
- розміри і форми склянок (або бюкс) для зважування, в які поміщено дослідний зразок,
- швидкість руху повітря в сушильній шафі,
- тип і розміри сушильної шафи чи установки.

Всі ці характеристики та умови регламентовані відповідними державними стандартами.

Методи, засновані на висушуванні, поділяються на:

- методи на основі висушування матеріалів впродовж певного (стандартизованого) проміжку часу,
- методи, в основі яких – висушування матеріалу до постійної маси.

Прискорений метод. Основний метод визначення вмісту вологи в насінні передбачає висушування наважок насіння в електричній сушильній шафі з закритим обігрівом за температури $130 \pm 2^\circ\text{C}$ впродовж 40 хв.

Насіння арахісу, ріцини та сої рекомендується попередньо розрізати на частини товщиною близько 2 мм, бавовняне насіння розрізати в ступці, насіння інших культур висушити цілими.

Маса наважки насіння $5 \pm 0,01$ г.

Висушування проводять в алюмінієвих бюксах діаметром 45 мм висотою 20 мм, у шафах СЕШ-1, СЕШ-3 або їх аналогах.

Допустимі розбіжності між двома паралельними визначеннями не повинні перевищувати 0,25 %.

Це швидкий метод сушіння, але він не запобігає перебігу зразку згаданих вище деструктивних процесів. Незважаючи на високу точність методу, його широко застосовують в лабораторіях підприємств, зокрема, як експрес-метод визначення вологості матеріалу.

Метод висушування до постійної маси. Більш точний метод висушування не регламентується у часі, як при описаному вище прискореному методі. Процес триває до повного видалення летких речовин, але і летких речовин, тобто до стабілізації маси наважки.

Основна відмінність цього способу – висушування при температурі 100-105 °С, а також продовження висушування до тих пір, поки два наступних зважування наважок на вагах 2-го класу точності з записом результату до четвертого десяткового знаку покажуть практично однакову масу. Перше зважування проводять зазвичай через 2 год. сушіння, наступні – через годину.

За кінцевий результат приймають той, що відрізняється від попереднього результату на величину не більше 0,001 г. Для вологого насіння перше зважування проводять через 4-6 години після початку сушіння, а для насіння сої – через 10-12 год.

Для продуктів, що легко окиснюються, застосовується метод висушування до постійної маси у вакуумі з використанням, або без використання інертного газу при температурі 68-70 °С і нижче.

Метод висушування в приладі ULTRAx-70. Висушування наважки насіння проводять впродовж певного контрольованого періоду при одночасному зважуванні. Спад маси наважки за рахунок втрати вологи знаходять за шкалою ваги приладу, проградуєваною у відсотках масової частки вологи.

Перед визначенням вологості насіння соняшнику, сої, ріцини ріжуть на шматочки розміром 1-3 мм і поміщають тонким шаром на робочу (вагову) тарілку приладу. Потім переводять в робочий стан інфрачервоний випромінювач, встановлюють залежно від передбачуваної вологості наважку, тривалість сушіння за таймером і температуру сушіння за вольтметром і включають випромінювач. Після закінчення заданого часу сушіння таймер приладу подає акустичний сигнал і відключає інфрачервоний випромінювач.

Значення показників вологості насіння знаходять за шкалою ваги. Вимірювання масової частки вологи в кожному зразку повторюють не менше 2-3 разів, розбіжність між паралельними визначеннями не повинна перевищувати 0,5 %.

Перевага цього методу – менші витрати часу на проведення аналізу в порівнянні зі стандартними методами, але його точності достатньо тільки при визначенні вологості матеріалів однорідної структури і складу. При аналізі матеріалів іншого складу необхідно попередньо побудувати калібрувальні криві (діаграми випаровування), за допомогою яких знаходять параметри сушіння – температуру і рекомендовану тривалість висушування, хоча витрати часу на аналіз виявляються все ж меншими, ніж при визначенні вологи за способом висушування до постійної маси.

Метод прямої відгонки вологи на апараті Діна і Старка (рис.2). Рекомендується для визначення вологи насіння і матеріалів з високим вмістом жирних та ефірних олій, а також інших летких сполук.

Наважку досліджуваної речовини поміщають в колбу, додають гідрофобну рідину, що не змішується з водою, та кип'ятять допоки вся вода випарується і разом з парами рідини сконденсується в мірній бюретці. Кількість відігнаної води в бюретці визначають безпосередньо за показами.

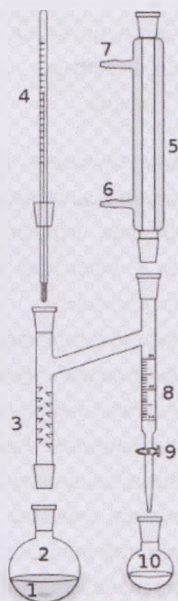


Рис. 2. Апарат Діна-Старка:

- 1 – розчин зразка з частинками «кипілоку»,
- 2 – термостійка колба,
- 3,8,9 – насадка Діна-Старка, що складається з фракціонуваної колонки (3), мірної бюретки (8) та краника (9),
- 4 – термометр,
- 5 – холодильник-конденсатор з штоками для циркулювання охолоджуючої води,
- 10 – колба-приймач.

Методи, засновані на вимірюванні електричних і оптичних характеристик досліджуваних матеріалів. У лабораторних і виробничих умовах широке застосування знайшли вологоміри, робота яких базується на вимірюванні діелектричної проникності досліджуваних матеріалів. Їх використовують при масовому прийманні насіння в період збирання заготовівлі олійної сировини нового врожаю.

В лабораторіях старшого покоління все ще поширені вологоміри ПВЗ-10 Д. Вони мають невелику масу (3,5 кг), їх легко переносити з місця на місце. Особливістю вологомірів цього типу є можливість дозування наважок насіння за масою, а також введення температурної поправки, що дозволяє підвищити точність визначення. Загальний час визначення вологи, включаючи настроювання вологоміра, відбирання і засипання наважки та саме вимірювання, не перевищує 2 хв. проти 60 хв. при визначенні вологи насіння за основним стандартним методом.

Принцип роботи приладу ґрунтується на вимірюванні приросту ємності перетворювача, в який поміщається певна маса контрольованого насіння. Збільшення вологості насіння призводить до зростання їх діелектричної проникності і викликає відповідне зростання ємності перетворювача, яке вимірюється електричною схемою приладу. Для переведення умовних одиниць шкали приладу у відсотки вологості використовують таблиці перерахунку.

Перед визначенням вологи з проби насіння необхідно видалити великі домішки, потім за допомогою наявних в комплекті приладу ваг взяти наважку (при вимірюванні вмісту вологи в насінні сої – 100 г, насінні соняшнику – 60 г). Потім насіння рівномірно розрівняти по платформі ваг і акуратно зсипати всю зважену партію в перетворювач приладу. Насіння слід засипати повільно і рівномірно. Тривалість засипання повинна бути не менше 15 с. Потім встановлюють перемикач роду робіт приладу в положення зміни, ручкою розрахунку виставляють нульову позначку вимірювального приладу і читають показники пристрою відліку. Вміст вологи насіння визначають за допоміжними таблицями.

При повторному визначенні вологості розбіжність між паралельними визначеннями не повинна перевищувати 0,2 %. При вимірюванні вмісту вологи насіння бавовни застосовують вологомір ПВЗ-10 Д (М). Для цього наважку насіння масою 80 г зважують на терезах 4-го класу з записом результату до першого десяткового знаку. Насипання насіння в перетворювач приладу здійснюють за допомогою платформи приладу. Після засипання наважки 7-10 г насіння їх слід злегка ущільнити дерев'яним товкачем, що входить в комплект приладу. Інші операції виконують аналогічно роботі з визначенням сої та соняшнику.

Відомі також вологоміри інших типів, наприклад вологомір «Нива-1», призначений для визначення вмісту вологи зерна і насіння.

Автоматичне визначення вмісту вологи продуктів переробки соняшникового насіння – м'ятки, макухи, шроту – може бути здійснено методом інфрачервоної спектроскопії вологоміром ПВІС. Вологомір розрахований на вимірювання вологості від 2 до 15 %; похибки вимірювань при визначенні вологи для м'ятки – 0,6 %, макухи – 0,4 % і шроту – 0,2 %. Тривалість вимірювань 1-2 хв.

Принцип роботи вологоміра базується на використанні методу інфрачервоної спектроскопії дифузійного відбивання. Інфрачервоне випромінювання з довжиною хвиль 1,82 і 1,93 мкм потрапляє на аналізований продукт, потім на детектор, звідки сигнал, пройшовши підсилювач, поступає на вимірювальний прилад або виконавчий механізм автоматизованої системи управління виробництвом. Вологомір стаціонарний, маса 30 кг. Для роботи його необхідно підключати до електромережі напругою 220 В, а також до лінії стисненого повітря під тиском від 0,4 до 1,4 МПа.

Сучасні методи визначення вологості насіння. Сучасні розробки компактних високоточних і зручних у використанні вологомірів (наприклад, як зображені на рис. 3 і 4) знайшли широке застосування у всіх галузях агропромислового комплексу, зокрема для вимірювання вологості зерна. Застосування класичних вагових методів визначення вологості висушування зерна потребує значних витрат часу і ресурсів, і не можна приймати оперативні рішення.



Рис. 3. Вологомір зерна шуповий
WALCOM MD-7822.



Рис. 4. Вологомір зерна (8-5%)
AGROLINE FARMPOINT.

Портативні вологоміри зерна прекрасно зарекомендували себе і в польових умовах, і в складських приміщеннях, на токах і в лабораторних умовах. Контролювати вологість зерна необхідно як під час збору врожаю, так і в процесі його подальшого зберігання та транспортування, а також перед помолом.

Безумовно, діапазон вимірювання є важливою характеристикою вологоміра. Однак він цілком визначається потребами та завданнями споживача. Вологість зернових і бобових культур як правило знаходиться в межах від 5 до 50 %, і приладу з такими параметрами цілком достатньо.

Набагато важливіше використовувати вологомір зерна з високою точністю вимірювання. Як правило точність має різні значення для різних діапазонів вимірювання і лежить в межах від 1-2 % до 0,5-0,2 %. Не варто плутати цей параметр з роздільною здатністю, оскільки це всього лише крок, з яким проводиться вимірювання. Зазвичай роздільна здатність має значення порядку 0,1 %.

Вологомір зерна *кондуктометричного* типу проводить вимірювання електричного опору середовища між двома голкоподібними електродами. Залежно від вмісту вологи, цей показник змінюється. Мікропроцесор приладу проводить необхідні обчислення, і користувач отримує значення вологості у відсотках. Безумовна перевага таких вологомірів зерна – ціна. За рахунок простоти конструкції ці прилади недорогі. Серед інших переваг – швидкість вимірювання. Недолік – поганий контакт з досліджуваною речовиною і як результат – невисока точність вимірювань (порядку 1 %). Такі прилади доречно застосовувати в польових умовах, на етапі зберігання та транспортування для швидкого експрес-аналізу.

Вологомір зерна *діелектричного* типу аналізує зміну діелектричної проникності середовища, яка залежить від вологості. Для цього використовується високочастотний генератор, який є конструктивним елементом вологоміра, генерує сигнал 3-30 МГц. Цей сигнал проникає в середовище на глибину близько 20-30 мм, а прилад оцінює його затухання. Вологоміри зерна такого типу обладнані спеціальною герметичною камерою, куди поміщається досліджувана проба. Це високоточні (точність порядку 0,5-0,25 %) швидкодіючі прилади, придатні для роботи і в польових, і в лабораторних умовах. Ще однією перевагою є простота перевірки роботи приладу. Якщо виникнуть сумніви в правильності показів приладу, досить виміряти вологість тестового зразка. Як правило, це шматочок оргскла, або іншого

твердого матеріалу, діелектричні показники якого не залежать від температури і вологості навколишнього середовища.

Найбільш точними, але відповідно, і найбільш дорогими, є гравіметричні вологоміри зерна. Ціна їх стартує від десятків тисяч гривень. Принцип роботи ґрунтується на високоточному вимірюванні маси досліджуваного зразка до і після виділення з нього вологи. Гравіметричний метод застосовується у фармацевтичній та хімічній промисловості не тільки для визначення вологості, але і для кількісного аналізу. Основна перевага – висока точність аж до 0,005 %, недолік – тривалість вимірювань і ціна.

Оскільки всі сучасні вологоміри зерна є мікропроцесорними приладами, це відкриває широкі можливості для введення додаткових функцій і можливостей. Зокрема, розрахунок середнього значення максимального і мінімального значення, запам'ятовування останніх результатів вимірювань. Крім вимірювання вологості власне зерна, сучасні вологоміри можуть використовуватися і для інших культур, таких як бобові, кукурудза, соняшник, рис, гречка і т.д. В сучасному асортименті вологоміри проградуйовані до 36 різних зернових і бобових культур.

Дуже важливою функцією є автоматична температурна компенсація – поправка, що залежить від температури досліджуваного зразка і може впливати на результати вимірювань вологомірів зерна. Ціна приладів з такою функцією трохи вища, однак це цілком виправдано.

1.3.2. Засміченість насіння та вміст насіннєвих і плодових оболонок

У насінні, що надходить на зберігання і технологічну переробку, містяться сміттєві і олійні домішки.

Сміттєва (бур'яниста) домішка поділяється на:

- мінеральну (земля, пісок і т.п.),
- органічну (порожнє насіння, стебла, листя, плоди і насіння оболонок, насіння інших рослин тощо).

До олійних домішок відносять:

- пошкоджене олійне насіння, зіпсоване при неадекватному зберіганні або сушінні,
- насіння інших рослин, перелік яких встановлено в міжнародному стандарті на кожен вид промислової олійної сировини.

У пошкодженому та зіпсованому насінні розрізняють зовнішню і внутрішню дефектність.

Зовнішня дефектність. До зовнішніх дефектів насіння відносять: насіння, що зіпсувалося при самозігріванні, запліснявіле, горіле, пріле, пошкоджене шкідниками тощо. Всі вони належать до олійної домішки. Тому для визначення зовнішньої дефектності (визначається за зовнішнім виглядом насіння) з фракції олійної домішки необхідно виділити вручну (за допомогою розбірної дошки) механічно пошкоджені і зіпсовані насінини, а решту олійних домішок зважують і розраховують її масову частку (%) відносно маси наважки насіння. Ця частка і становитиме зовнішню дефектність.

Внутрішня дефектність. Крім явно зіпсованого насіння, що визначають за зовнішньою дефектністю, в масі може бути насіння з неушкодженою, нормальною за зовнішнім виглядом оболонкою, але з зіпсованим ядром. Такі пошкодження можна виявити тільки при розтині оболонки. Це так звана внутрішня дефектність насіння. Для її визначення зі зваженого чистого насіння, яке залишилося після відділення бур'янистих олійних домішок, виділяють наважку близько 10 г. Усе насіння розрізають ножем і відбирають насіння з зіпсованим (потемнілим) ядром. Виділене насіння зважують і потім перераховують їх масу на всю наважку чистого насіння. Отримана маса і становитиме внутрішню дефектність насіння.

Порожнє насіння. При визначенні масової частки (%) порожнього насіння вчиняють так само, як і при визначенні внутрішньої дефектності. Для цього з насіння, що залишилися після виділення сміттевої і олійної домішок, беруть наважку масою близько 10 г. Усе насіння в наважці розкривають, виділяють порожні і зважують, масову частку порожнього насіння розраховують у відсотках. У насінні рицини вміст порожнього насіння і визначення внутрішньої дефектності насіння ведуть одночасно. Для цього часті насінини після виділення з них сміттевої і олійної домішок поміщають у склянку і заливають бензином так, щоб насіння знаходилося під його шаром висотою 2-3 см. Усе насіння, яке сплило на поверхню, збирають і розкривають ножем. Порожні насінини і насінини з потемнілим ядром відбирають і зважують.

Зваживши всі фракції (бур'янисту і олійну домішки, порожні насіння і насіння з потемнілим ядром, виділені після обробки бензином), зважують масову частку (%) загальної засміченості насіння.

Якщо насіння безлузгове (льон, конопля, ~~рапс~~), то внутрішню дефектність не визначають; сміттєва домішка буде одночасно і загальною засміченістю.

1.3.3. Олійність насіння та плодів

За вмістом ліпідів (олійністю) в олійній сировині визначається якість олійної сировини, а також способи її технологічної переробки. Кількість визначення вмісту ліпідів базується на їх фізичних властивостях – здатності добре розчинятися у специфічних органічних розчинниках.

Ліпідами називають сполуки, практично не розчинні у воді, але добре розчинні в неполярних або малополярних органічних розчинниках, таких як гексан, бензин, нефрас, діетиловий етер і петролейний ефір, хлороформ, чотирихлористий вуглець, бензол (бензен) тощо.

Це дозволяє легко відокремлювати їх від інших органічних речовин у подрібнених олієвісних матеріалах. У той же час в олійному насінні продуктах їх переробки (м'ятка, мезга, макуха, шрот) деяка частина ліпідів сполучена з неліпідною частиною матеріалу (білками, вуглеводами) хімічними зв'язками різної енергії (міцності).

За ступенем зв'язаності з неліпідною частиною насіння та продуктів їх переробки ліпіди поділяють на:

- легко доступні (вільні),
- важко доступні (зв'язані),
- міцно зв'язані.

Для вилучення вільних ліпідів досить подрібнити матеріал і обробити його неполярним розчинником при помірній (кімнатній) температурі.

Для вилучення зв'язаних і міцно зв'язаних ліпідів необхідно зруйнувати хімічні зв'язки між ліпідами і неподільною частиною матеріалу. Цього можна досягнути шляхом обробки подрібненого насіння і продуктів більш полярними розчинниками – етиловим спиртом, хлороформом, ацетоном або їх сумішшю.

Частково зруйнувати зв'язки ліпідів з неліпідними речовинами можна шляхом теплової або волого-теплової обробки (парової обробка). Глибоке вилучення ліпідів, аж до руйнування хімічних зв'язків ліпідів, досягається обробкою матеріалу спиртовим розчинником при високій температурі.

підвищених температурах. У цьому випадку відбувається гідроліз зв'язаних ліпідів лугом і в екстракт переходять продукти гідролізу – вільні жирні кислоти у вигляді солей лужних металів.

Таким чином, склад і кількість ліпідів, що вилучають з олієвмісних матеріалів, змінюються, залежно від:

- способів підготовки до знежирення,
- прийомів і умов знежирення,
- виду використаного розчинника.

Основна маса ліпідів насіння – це запасні, або легкодоступні (вільні), ліпіди, представлені триацилгліцеридами. Вони найменш міцно утримуються в олієвмісному матеріалі.

Крім запасних, у олійній сировині присутні різноманітні за фізіологічною роллю, хімічною будовою і властивостями групи структурних ліпідів: це важко доступні (зв'язані) і сильно зв'язані ліпіди, вони значно тісніше пов'язані з неліпідною частиною насіння. Серед них багато біологічно важливих сполук: фосфоліпідів, жиророзчинних вітамінів (токоферолі, вітамін К), провітамінів (каротиноїдів, стеролів), жиророзчинних пігментів.

Залишкова олійність. Під впливом технологічних чинників при переробці насіння, зменшується енергія зв'язку структурних ліпідів з неліпідною частиною олієвмісного матеріалу. Тепловий вплив на насіння спричиняє ослаблення зв'язку структурних ліпідів і переходу їх в важкодобувну форму. Аналогічну дію чинять інтенсивне подрібнення матеріалу, високий тиск при пресуванні, а також застосування органічних розчинників в олійно-екстракційному виробництві. Запасні ліпіди, які особливо зазнали окиснення і часткового гідролізу, під впливом технологічних чинників можуть перетворюватися на важкодобувні: це зв'язані ліпіди, які утворюють так звану залишкову олійність продуктів переробки насіння (макухи і шроту).

Загальна олійність. У виробничій практиці під олійністю розуміють суму видобутих ліпідів (триацилгліцеролів і супутніх їм фосфоліпідів, каротиноїдів, стеролів, токоферолів та ін.), які переходять в ефірну витяжку з неліпідного матеріалу. Екстракція сумарних ліпідів найчастіше проводиться діетиловим етером, так як у нього низька температура кипіння

(35,6 °C), він легко очищається від домішок і регенерується. Речовини, які вилучаються розчинником, є сумішшю запасних і структурних ліпідів непостійного складу, що залежить від чистоти розчинника.

Вміст води в розчиннику, а також у самому олієвмісному матеріалі сприяє значному завищенню результатів визначення олійності за рахунок переходу в екстракт як структурних ліпідів, так і пов'язаних з ліпідами білків, вуглеводів, мінеральних елементів та інших сполук, здатних частково розчинятися в заводненому розчиннику.

Внаслідок цього перед визначенням олійності матеріал, що екстрагується, необхідно висушити, а розчинник – зневоднити (зазвичай додаванням в нього водопоглинаючих сполук). Іноді замість висушування матеріалу перед екстракцією його розтирають з водопоглинаючими сполуками, наприклад з безводними солями: мідним купоросом – сульфатом міді ($CuSO_4$), алебастром (гіпсом) – сульфатом кальцію ($CaSO_4$) та ін.

Методи визначення кількості ліпідів, засновані на вилученні їх за допомогою розчинників, поділяються на наступні групи:

- методи вичерпної екстракції ліпідів,
- методи, засновані на отриманні постійної концентрації розчинника ліпідів,
- метод настоювання.

Методи вичерпної екстракції ліпідів. Засновані на максимальному можливому вилученні ліпідів з аналізованого матеріалу шляхом багаторазової обробки розчинником, поки вміст ліпідів в матеріалі не стане мізерно малим. Потім з отриманої витяжки відганяють розчинник, в який містять ліпіди, висушують в умовах, які виключають його окиснення, і зважують. На цьому принципі базуються поширені в олійно-жировій промисловості методи Сокслета (рис. 5), Зайченко та ін.

Одним з варіантів методу, є метод визначення вмісту ліпідів у різниці маси сухого досліджуваного продукту до і після екстракції. Цей метод (найбільш відомий в модифікації С. В. Рубцова) відрізняється економічністю. Він придатний для масових аналізів, оскільки дозволяє висушувати знежирену наважку в звичайних умовах, без ризику окиснення ліпідів.

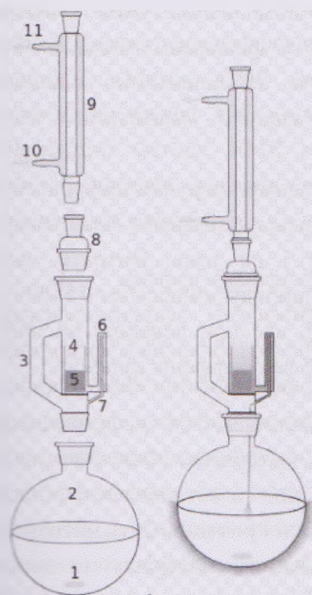


Рис. 5. Апарат Сокслета:

- 1 – розчинник з частинками «кипілоку»,
- 2 – термостійка колба,
- 3-4, 6-7 – насадка Сокслета, що складається з сполучених трубних порожнин (3, 4) і переливної трубки (6, 7),
- 5 – олевмісний зразок,
- 8 – шліф-перехідник,
- 9 – холодильник-конденсатор з штоками (10, 11) для циркулювання охолоджуючої води.

Методи, засновані на отриманні постійної концентрації розчину ліпідів. Відносно прості у виконанні, вимагають менших витрат часу, але результати аналізів повинні бути скоректовані за результатами, отриманими методом вичерпної екстракції.

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

Одним з найбільш відомих приладів «вчорашнього дня» для визначення масової частки ліпідів в насінні є апарат «Фосс-Лет-15300», робота якого ґрунтується на встановленні відносної густини розчину ліпідів у трихлоретилені, отриманому в строго заданих умовах.

Процес полягає в обробці насіння трихлоретиленом, а потім визначенні густини розчину ліпідів місцели, отриманої за певних умов: температури, маси наважки, часу та умов екстракції і фільтрації місцели. Густина отриманої місцели в приладі визначають за допомогою спеціального обладнаного магнітом поплавка, пов'язаного магнітним полем з потенціометром.

Визначення полягає у встановленні положення ручки цифрового давача потенціометра, при якому поплавок знаходиться в місцелі у плавучому стані, тобто не спливає на поверхню місцели і не тоне. Витрати часу при визначенні вмісту ліпідів за допомогою приладу «Фосс-Лет-15300» менше порівняно з методом вичерпної екстракції, але при переході на інші види олійної сировини необхідно проводити нове калібрування приладу.

Достатньо поширеними сьогодні залишаються *рефрактометричні методи* визначення вмісту ліпідів в різних матеріалах. Фактично, це один з варіантів методів, заснованих на настоюванні та встановленні рівноважної концентрації ліпідів в аналізованому матеріалі і розчині. Суть методу полягає у вилученні ліпідів з наважки досліджуваного матеріалу за допомогою розчинника з високим коефіцієнтом заломлення і визначенні вмісту ліпідів в досліджуваному матеріалі за різницею коефіцієнтів заломлення досліджуваного розчинника і розчину ліпідів у цьому розчиннику.

Для того, щоб визначення ліпідів рефрактометричним методом було достатньо точним, необхідно дотримуватись однакових умов не тільки в час самого визначення, але й при підготовці досліджуваного матеріалу до аналізу. Часу для проведення таких вимірювань потрібно значно менше, ніж при екстрагуванні, проте аналіз також вимагає ретельної підготовки, точного зважування і розрахунку, дотримання технології. І у тому, і в іншому випадку присутня вірогідність помилки лаборанта.

1.3.4. Одночасне визначення кількох характеристик якості олійного насіння

В останні роки все більш перспективними стають методи технокімічного контролю, які не потребують застосування дорогих реактивів, а також позбавлені недоліків стандартних хімічних методів. Це методи інфрачервоної спектроскопії (ІЧС) і методи, засновані на ядерному магнітному резонансі (ЯМР).

Безсумнівною перевагою цих методів є висока швидкість виконання аналізів (від 1 до 2 хв.), можливість одночасного визначення декількох характеристик досліджуваного матеріалу, а також простота роботи на приладах. Метод ЯМР дозволяє визначити вміст вологи і олійність одночасно, метод ІЧС – олійність, вологість, вміст білка і целюлози. Перевагою методу ЯМР є також неруйнівний характер контролю, що при проведенні аналізів насіння на олійність має істотне значення в селекційній роботі.

В експрес-аналізаторі для насіння соняшнику АМВ-1002 використовується імпульсний метод ЯМР. Аналізатор призначений для одночасного визначення олійності і вологи насіння соняшнику в нормальних лабораторних приміщеннях на підприємствах олійно-жирової промисловості, а також на селекційних станціях. При використанні аналізатора потрібне попереднє градування приладу на підставі результатів визначення олійності і вологи насіння стандартними методами вичерпної екстракції. Аналізатор АМВ-1002 дозволяє аналізувати проби насіння об'ємом $25 \pm 3 \text{ см}^3$ (для насіння соняшнику – маса близько 10 г). Межі вимірювань: олійності від 35 до 65 %; вологості від 4 до 20 %.

Найбільш сучасними є інфрачервоні (ІЧ) аналізатори, які дають можливість проведення експрес-аналізу для кількісної оцінки вмісту жиру в пробі. При цьому в аналізаторах, що працюють на пропускання, не потрібно проводити розмелювання проби і вимірювання займає всього декілька хвилин. Жир, що знаходиться в насінні, впливає на їх спектр в інфрачервоній області, формуючи смуги поглинання з інтенсивністю, залежною від його концентрації. Отриманий спектр аналізується за допомогою програмного забезпечення на основі даних, зібраних в лабораторіях розробників, і на екрані приладу відображаються готові чисельні значення концентрації, що не вимагають перерахунку, як в хімічних методах аналізу.

Функцію визначення жирових компонентів у насінні олійних та інших культур (сої, кукурудзи, соняшнику, рапсу) мають аналізатори Спектран, Спектран-ІТ, Інфраскан, Cropscan та інші.

Переваги, інфрачервоної спектроскопії перед іншими методами визначення олійності наступні:

- висока швидкість і продуктивність (для визначення параметрів олійності ІЧ-аналізатору потрібно всього кілька хвилин);

- немає необхідності в реактивах або інших витратних матеріалах. підготовці проби і створенні спеціальних умов для аналізу;
- при постійному користуванні приладом собівартість одного вимірювання суттєво зменшується;
- отримання кінцевих даних (немає необхідності в аналізі і перерахунку результатів вимірювань).

1.4. МЕТОДИ АНАЛІЗУ ПРОМІЖНИХ ПРОДУКТІВ ПЕРЕРОБКИ ОЛІЙНОГО НАСІННЯ

Основне завдання технохімічного контролю проміжних продуктів переробки олійного насіння – контроль за дотриманням технологічних параметрів операцій:

- підготовки насіння до вилучення олії,
- власне операція вилучення олії з олійної сировини попереду пресуванням і екстракцією органічним розчинником (з попередньо пресованої макухи),
- операцій первинного очищення олії.

1.4.1. Підготовка насіння до добування олії, попереднє пресування та екстракція

Підготовка насіння до вилучення олії (схема рис. 6) складається з наступних операцій:

- виробничого очищення насіння, що надходить з сировинного відділу,
- кондиціонування насіння за розмірами (калібрування) перед переробкою соняшникового насіння або кондиціонування насіння за вмістом вологи (зволоження) для бавовняного насіння,
- обрушення насіння (руйнування плодової або оболонки) та відділення оболонок,
- подрібнення насіння або їх ядра.

Обсяг і зміст аналізів, які виконуються при підготовці насіння до вилучення олії, зведено в таблицю 2.

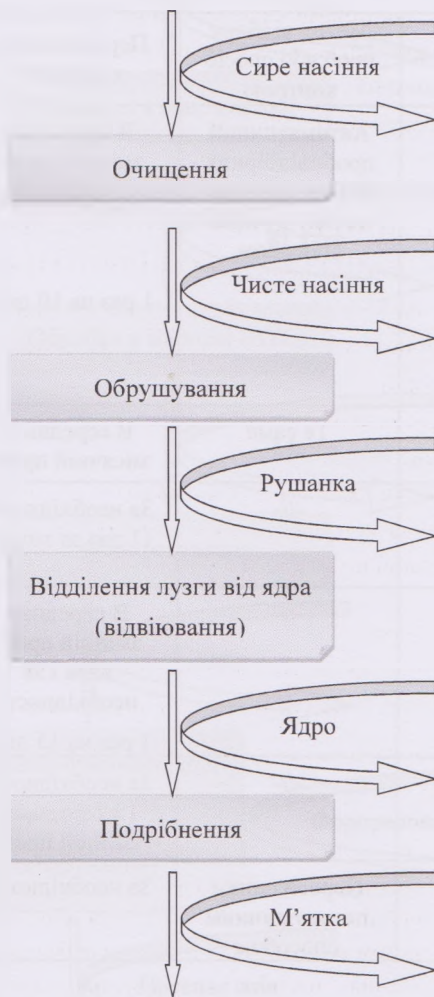


Рис. 6. Схема технохімічного контролю підготовки соняшнику до вилучення олії (↪ – точки контролю).

Технохімконтроль підготовки насіння до вилучення олії

Об'єкт контролю	Метод відбору проб або спосіб контролю	Періодичність контролю	Показник, що визначається
Насіння, яке поступає у виробництво	Автоматичний пробовідбірник або пересічення потоку ручним способом	В середньо-змінній пробі В добовій пробі 1 раз на 10 днів	Вміст вологи Вміст олії, сміттевої і олійної домішок Вміст в насінні фосфоліпідів і неомілованих ліпідів (речовин)
Насіння після очистки	Те саме	В середньо-місячній пробі	Вміст сміттевої домішки
Рушанка	-//-	За необхідності (1 раз за зміну)	Вміст цілого насіння, січки і олійного пилу
Ядро	-//-	В середньо змінній пробі ядра і за необхідності 1 раз на 15 днів	Вміст вологи Вміст лузги
Лузга	-//-	За необхідності і в середньо-змінній пробі	Вміст вологи ядра і олії (ліпідів)
Мятка	Пересіченням потоку ручним способом	За необхідності	Якість подрібнення

Технологічний процес підготовки м'ятки до пресування і отримання олії пресуванням включає наступні операції (схема рис. 7):

- інактивацію ферментів в інактиваторі і волого-теплову обробку м'ятки в жаровнях,
- пресування мезги на пресах попереднього пресування (форпресах),
- первинне очищення олії.

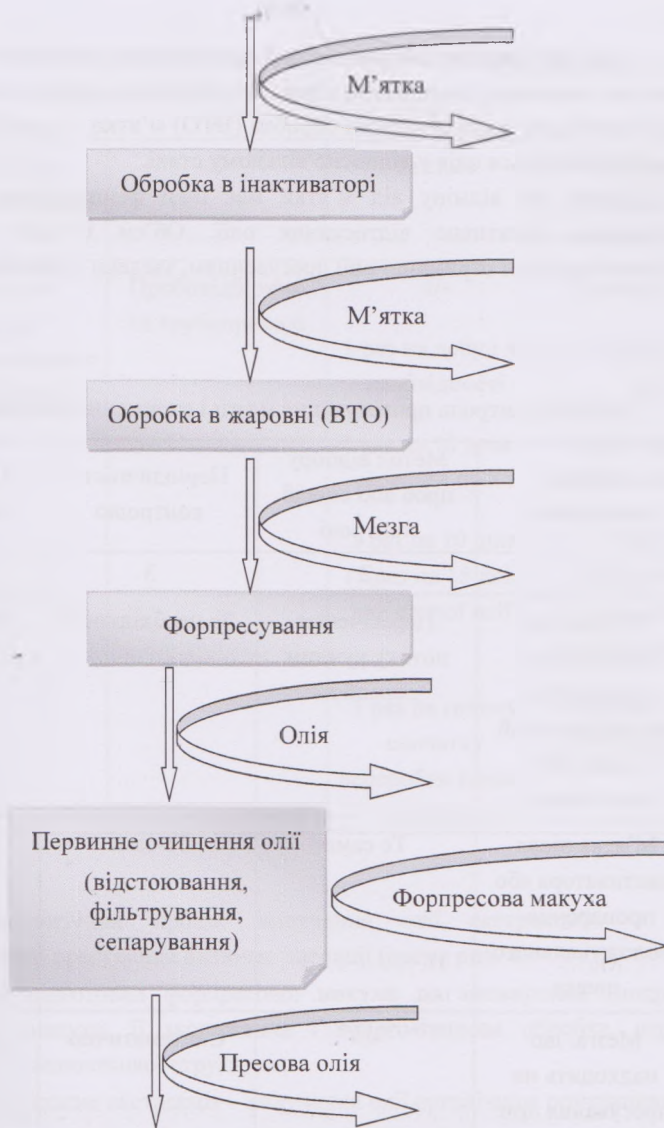


Рис. 7. Схема технохімічного контролю отримання олії пресуванням (↩ – точки контролю).

Для ефективного вилучення олії пресуванням необхідно подолати або помітно зменшити (послабити) сили, що утримують олію в м'ятці. Для цієї мети необхідна волого-теплова обробка (ВТО) м'ятки – приготування мезги, в якій знаходиться олія у відносно вільному стані.

Мезга на відміну від м'ятки має інші фізико-хімічні властивості, забезпечує ефективне відтискання олії. Об'єм і зміст аналізів, які виконуються при отриманні олії пресуванням, зведено в таблицю 3.

Таблиця 3

Технохімконтроль приготування мезги і отримання олії пресуванням

Об'єкт контролю	Метод відбору проб або спосіб контролю	Періодичність контролю	Показник, що визначається
1	2	3	4
М'ятка, що надходить в пропарочно-зволожувальний шнек або інактиватор	Пересічення потоку ручним способом	За необхідності	Вміст вологи
М'ятка після інактиватора або пропарочно-зволожувального шнека	Те саме	Те саме	Те саме
Мезга, що надходить на пресування при виході з жаровні (з останнього чану)	-//-	Систематично	Температура мезги

Продовження таблиці 3.

1	2	3	4
Макуха при виході з форпреса	-//-	Те саме	Вміст олії в макусі, товщина макухи
Олія після очистки (фільтрування або сепарування)	Пробовідбірник на трубопроводі	-//- 1 раз на добу і за необхідності 1 раз на 10 днів в середній пробі 1 раз на 10 днів (1 раз на 15 днів для лляної олії) 1 раз на годину спочатку переробки нового врожаю	Прозорість олії Кислотне число олії Вміст вологи і відстою за масою Вміст фосфоліпідів, неомилюваних ліпідів (речовин) Показник для олії (згідно ДСТУ)

Технологічний процес вилучення олії екстракцією з макухи попереднього пресування включає операції (схема рис. 8):

- підготовки форпресової макухи до знежирення (подрібнення макухи, її зволоження і волого-теплова обробка, отримання пелюсткової структури,
- власне екстракція – вилучення олії органічним розчинником),
- переробка місцели (фільтрація, відгонка розчинника з місцели),
- обробка шроту – знежирення залишку.

Повнота і зміст заходів технохімічного контролю процесу екстракції, представлено в таблиці 4.

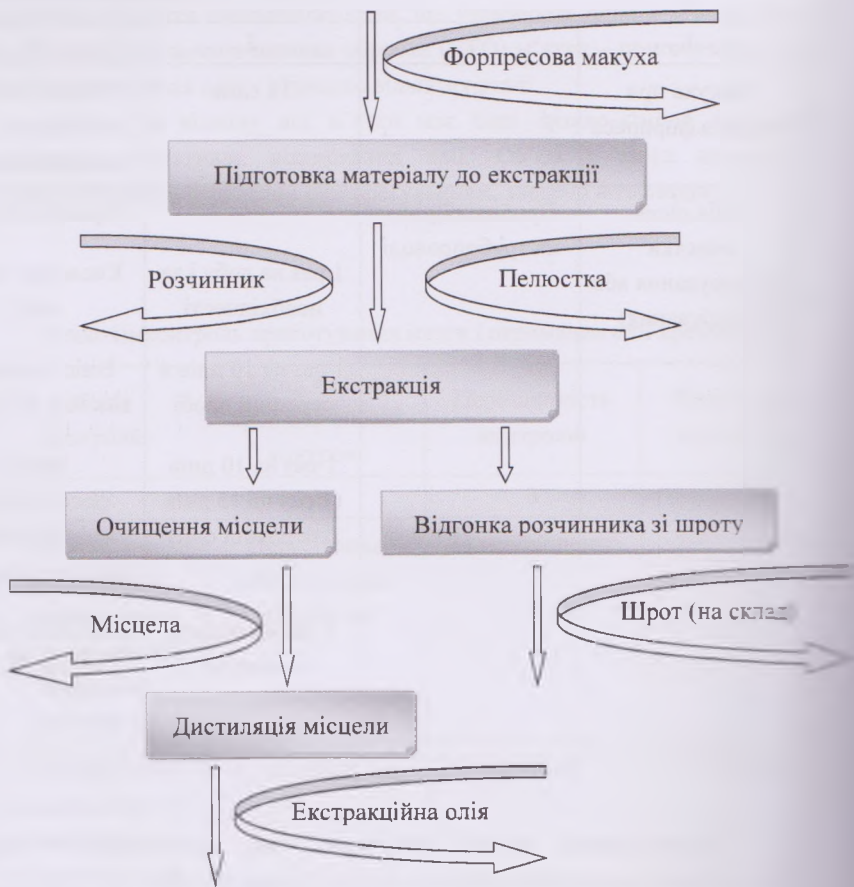



Рис. 8. Схема технохімічного контролю вилучення олії з макухи переднього пресування екстракцією ( точки контролю).

Технохiмконтроль вилучення олії екстракцією

Об'єкт контролю	Метод відбору проб або спосiб контролю	Періодичність контролю	Показник, що визначається
Розчинник, що постачається на завод	Пробовідбірник на трубопроводі або зональний пробовідбірник при відборі проб з цистерн	За необхідності	Фракційний вміст методом розгону
Матеріал, який подається на екстракцію	Пересічення потоку вручну	Систематично	Товщина пелюстки; вміст дрібної фракції (прохід через сито діаметром 1мм); вміст вологи
Розчинник, що надходить в екстрактор	Пробовідбірник на трубопроводі	Те саме	Вміст олії в розчиннику
Місцела після фільтрації	Те саме	-//-	Вміст твердих часточок в місцелі; прозорість; вміст олії
Олія при виході з екстракційного цеху	-//-	-//- 1 раз за добу 1 раз на 10 днів	Температура загорання олії Вміст вологи; кислотне число Вміст відстою за масою, фосфоліпідів, неомильованих ліпідів (речовин)
Пар при виході з шинкового чи паровувача	Пересічення потоку вручну	1 раз за зміну Систематично з записом показів через 2 год	Вміст розчинника Вміст олії, вологи

1.4.2. Вміст насіннєвих і плодових оболонок в ядрі, яке надходить на подрібнення

Внаслідок неоднакової міцності оболонок насіння через їх різну якість, а також недосконалість конструкції обрушувальних машин в рушанці поряд з цілим ядром і лущинням завжди міститься деяка кількість січки і недоруша. Роботу рушанок вважають нормальною, якщо в рушанці соняшникового насіння міститься не більше 15 % січки, не повністю обрушеного насіння (недоруша) і цілого насіння (ціляка) – до 25 % та олійного пилу – до 15 %.

Аналіз якості рушанки дозволяє визначити масову частку (%) цих компонентів і отже, своєчасно відрегулювати режим обрушення при негативних показниках аналізу. Для цього з середньої проби рушанки виділяють методом діагонального поділу наважку масою близько 25 г і зважують на терезах 4-го класу точності. Наважку просівають через набір сит з круглими отворами діаметром 2 і 3 мм. Прохід через сито з отворами 2 мм – олійний пил, схід з цього сита – січка, а схід з сита з отворами діаметром 3 мм – недоруш і ціляк. Потім на вагах 4-го класу зважують окремо недоруш, січку і олійний пил і розраховують їх масову частку (%) в рушанці.

Важливо! Підвищений вміст оболонок в ядрі погіршує роботу обладнання, знижує вихід олії і збільшує вихід шроту нижчої якості. Для контролю роботи насіневійок і характеристики матеріалу, що йде на подрібнення, визначають відсотковий вміст лущиння в ядрі.

1.4.3. Вміст вологи в м'ятці та ступінь її подрібнення

Визначення вмісту вологи в м'ятці необхідне при виборі технологічних параметрів волого-теплової обробки м'ятки – приготування мезги.

Основним методом визначення вологості м'ятки є метод висушування наважки при температурі 130 °C впродовж 20 хв. Рідше застосовується метод висушування до постійної маси.

1.4.4. Вміст механічних домішок у місцелі та її концентрація

Основна причина появи механічних домішок у місцелі – наявність дрібних частинок макухи місцелою, що виходить з екстрактора. Кількість механічних домішок у місцелі залежить від умов підготовки матеріалу до екстракції і зумовлює набір технологічних операцій, необхідних для очищення місцели перед дистиляцією.

Важливо! Від концентрації місцели, що виходить з екстрактора, і вмісту в місцелі механічних домішок залежить ефективність роботи екстрактора. Чим вища концентрація місцели, і чим менше в її складі механічних домішок, тим досконаліший екстрактор.

1.5. МЕТОДИ АНАЛІЗУ МАКУХИ І ШРОТУ

Методи аналізу макухи і шроту дозволяють оцінювати важливі технологічні параметри роботи підприємства і окремих виробництв, а також виявити рівень досконалості проведення попередніх процесів. Вміст вологи в макусі і в шроті має велике значення при зберіганні цих продуктів та їх транспортуванні. Зокрема, **важливо!**, при дуже низькій вологості шроту, росте його пожежо-небезпечність та втрати через розпилення.

Визначення олійності проводять як для кількісної оцінки продуктів так і для обліку втрат олії у виробництві, що є показником технічного рівня підприємства.

Кількість протеїну дозволяє оцінити харчові і кормові цінності шроту чи макухи як білкового продукту. Присутність в макусі чи шроті великої кількості плодкових оболонок значно знижує вміст протеїнів і вказує на неякісну роботу підготовчих виробництв підприємства.

Вміст золи в шроті чи макухи є показником їх цінності як білкового продукту і вказує на ступінь досконалості операцій та стан обладнання для очищення насіння від сміттєвих домішок перед переробкою.

Вищезгадані якісні характеристики в повному обсязі визначають для шроту, який відвантажується споживачеві. Для макухи визначення вмісту протеїнів та золи проводять тільки в тому випадку, якщо він є кінцевою продукцією заводу і спрямовується споживачам або для екстракції на інший завод.

1.5.1. Вміст вологи в макусі і шроті

Вміст вологи в макусі і шроті визначають при оперативному контролі якості продукції і при відвантаженні з заводу чи складу згідно вимог діючої нормативної документації державного стандарту (за відповідними стандартами).

1.5.2. Олійність макухи та шроту

Методи визначення олійності макухи та шроту аналогічні методам визначення олійності насіння і поділяються на методи на основі вичерпної екстракції та непрямі (найбільш поширений – рефрактометричний метод). При визначенні олійності макухи та шроту застосовують модифікацію методу вичерпної екстракції – визначення олійності прискореним методом в апараті Зайченко.

1.5.3. Вміст протеїну в макусі та шроті

Основним методом встановлення вмісту протеїну в макусі і шроті є метод К'ельдаля, відомий у кількох модифікаціях (макро-, напівмакро- та мікрометодів).

1.5.4. Вміст золи в макусі та шроті.

Важливо! Елементи, оксиди яких залишаються в залишку після спалювання досліджуваного рослинного матеріалу в присутності кисню, об'єднують під назвою зольних, або мінеральних, а сам залишок називають золою. Розрізняють сирю та чисту золу. **Сира зола** – це весь рослинного матеріалу після спалювання – масова частка мінеральних речовин, що залишилися після повного згоряння наважки. **Чиста зола** – це масова частка сирової золи, розчинена в 10 %-му розчині соляної кислоти. Зола складається з оксидів, хлориди яких розчиняються у воді. Кількість чистої золи знаходять за різницею між вмістом сирової золи і золи, нерозчиненої в 10 %-му розчині соляної кислоти. Визначення вмісту золи в шроті та макусі проводять згідно стандартних методик.

1.6. МЕТОДИ АНАЛІЗУ РОСЛИННИХ ОЛІЙ

Показники якості рослинних олій регламентуються державними та міжнародними стандартами, а також іншими нормативними документами.

Показники якості враховують:

органолептичні характеристики:

- прозорість олії,
- запах олії,
- смак олії,

а також фізико-хімічні характеристики:

- відстій за масою або вміст нежирових (неліпідних) домішок,
- кислотне число олії (вміст вільних жирних кислот),
- колірне число олії – ступінь забарвленості олії,
- вміст фосфоровмісних речовин (фосфоліпідів),
- вміст вологи,
- вміст летких речовин,
- вміст мила (в рафінованих оліях),
- вміст неомілюваних речовини (неомілюваних ліпідів),
- йодне число (ступінь ненасиченості жирних кислот, які входять до складу мила),
- температуру спалаху екстракційної олії,
- температуру кипіння олії (визначають для підтвердження повноти відгонки розчинника з олії – *при цій температурі в олії містяться леткі продукти, які утворюють з навколишнім повітрям суміш, що спалахує, при першому піднесенні до неї полум'я*).

Для визначення температури спалаху в закритому тиглі тривалий час використовують прилад Пенськи-Мартенса та його модифікації (рис. 9).

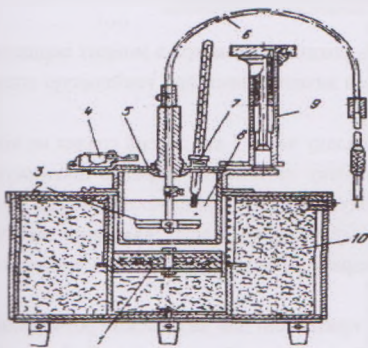


Рис. 9. Прилад Пенськи-Мартенса для визначення температури спалаху олії в закритому тиглі.

Металева ємність 1 приладу є чавунною посудиною, яка безпосередньо нагрівається електричною спіраллю. Ємність обладнана кожухом 10, для забезпечення теплоізоляції. Резервуар 8 для досліджуваної олії циліндричної форми з відміткою рівня всередині. Кришка апарату 3 щільно притиснута до резервуару. Вона оснащена заслінкою 5, тубусом 7 для термометра, запалювальним пристосуванням 4 і мішалкою 2 з гнучким приводом 6. Термометр проградуєований в діапазоні 170-330 °С через 1 °С.

Перед визначенням температури спалаху резервуар приладу промивають бензином або етиловим етером і ретельно висушують. Досліджувану олію наливають у резервуар до позначки та закривають кришкою, встановлюють термометр та вмикають нагрівач. Запалюють ґнотову лампу, заправлену рафінованою бавовняною або соняшниковою олією, і регулюють полум'я так, щоб форма полум'я була близька до кулі діаметром 3-4 мм (прилад необхідно встановлювати в місці, де нема активного руху повітря і спалах добре видно).

Впродовж всього періоду нагрівання олію ретельно перемішують мішалкою (швидкість – 69 хв.⁻¹), лише в момент спалаху перемішування припиняють. Спеціальне нагрівання проводять з таким розрахунком, щоб температура досягла 170 °С за 15-20 хв. Коли олія нагріється до температури на 30 °С нижче передбачуваної температури спалаху, нагрівання сповільнюють та ведуть його так, щоб температура олії підвищувалася з швидкістю приблизно 2 °С за хвилину.

При температурі на 10 °С нижче очікуваної температури спалаху, проводять дослідження на спалах, повертаючи головку пружинного ричага 9, відкриваючи отвір кришки і тим самим нахиляючи полум'я лампочки до поверхні досліджуваної олії.

Моментом спалаху вважається поява першого синього полум'я над поверхнею олії. Якщо спалах не відбувся, продукт знову перемішують та повторюють запалювання через 1 хв. Після отримання першого спалаху продовжують перемішування, знову повторюють точно через 1 хв.

За температуру спалаху приймають покази термометра в момент першого спалаху. Допустиме розходження між паралельними визначеннями при температурі спалаху 200 °С не повинно перевищувати ± 3 °С.

Якщо після отриманого першого спалаху через 1 хв. другий спалах не відбувся, то дослідження повторюють з самого початку та з новою порцією досліджуваної олії. Якщо в новому досліді температура спалаху, отримана при першому досліді, а наступний спалах через 1 хв. також не відбудеться, дослід вважають некорисним. Температуру спалаху приймають ту температуру, яка була досягнута в момент першого спалаху.

Більш досконалішими є аналізатори, призначені для визначення розчинника в олії також в шроті та стічних водах олійно-екстракційного цеху. Робота аналізатора АРМ-М заснована на видаленні парів розчинника з проби олії через неї повітря з наступним перетворенням енергії термохімічної реакції суміші в електричний сигнал постійного струму, пропорційний масовій частці розчинника в олії. Межі визначення масової частки розчинника в олії 0-0,1 % при абсолютній похибці $\pm 0,017$ %.

Первинна обробка рослинних олій на пресових та екстракційних заводах складається з (схема рис.10):

- первинної (грубої) очистки олії та механічних домішок відстоюванням в гущевловлювачах,
- фільтрації через фільтрпрес або центрифугування.

Існують технологічні схеми, в яких первинна очистка олії на олієдобувних заводах включає операції:

- виморожування олії,
- гідратацію олії,
- отримання фосфатидного концентрату.

Олія після первинної обробки подається на склад або в рафінаційний цех для наступної обробки.

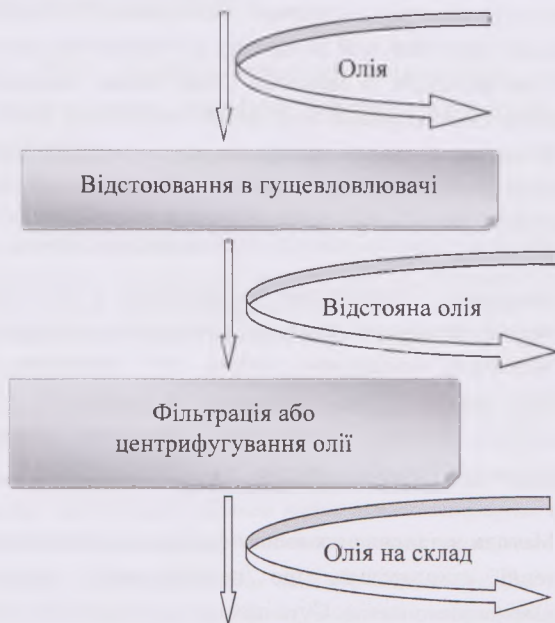


Рис. 10. Схема технохімічного контролю очищення олії
(\leftarrow - точки контролю)

1.6.1. Вміст відстою в олії

Відстій за масою – це масова частка в олії речовин, нерозчинних в петролейному ефірі, чи в бензині. Величина відстою за масою виражається у відсотках.

1.6.2. Вміст вологи і летких речовин в олії

Визначення вологи в олії може проводитись методом висушування до постійної маси, при температурі 102-105°C, методом Діна і Старка, а також інтерферометричним і рефрактометричним методом.

1.6.3. Вміст фосфоліпідів в олії

Кількість фосфоліпідів в оліях коливається у широких межах і залежить від вмісту їх в сировині, інтенсивності та характеру технологічних впливів при вилученні олії та ступеня її очистки від супутніх речовин. Рівень вмісту фосфоліпідів в пресових оліях може досягати значних величин. Рафіновані та дезодоровані олії містять мінімальну кількість фосфоліпідів.

Визначаючи вміст фосфоліпідів в нерафінованій олії, вибирають параметри її технологічної обробки; в рафінованій олії величина вмісту фосфоліпідів дозволяє встановити ступінь її очищення.

***Важливо!** Присутність фосфоліпідів в олії підвищує її біологічну цінність, але при цьому спричиняє утворення осаду при зберіганні олії, який легко псується, погіршуючи якість олії. Наявність фосфоліпідів в олії небажана також і при подальшій її рафінації, а також в процесі гідрогенізації, оскільки фосфоліпіди знижують активність використаних при гідрогенізації каталізаторів.*

Методи встановлення вмісту фосфоровмісних речовин в рослинній олії визначенні стандартами, що передбачають застосування зазвичай колориметричного метод. Суть цих методів полягає в сухому спаленні олії з оксидом магнію і подальшому розрахунку кількості фосфору.

1.6.4. Кислотне число олії

Кислотне число – це кількість мг гідроксиду калію (KOH), необхідного для нейтралізації вільних жирних кислот, що містяться в 1 г жиру.

Кількість вільних жирних кислот в жирах залежить від якості сировини, способу отримання олії чи жиру, умов їх зберігання тощо.

Кислотне число є одним з основних показників якості жирів та олій. Визначення кислотного числа проводиться за стандартними методиками.

1.7. ВИЗНАЧЕННЯ ОЧІКУВАНИХ ВИХОДІВ ОЛІЇ, ШРОТУ ТА ВІДХОДІВ ВИРОБНИЦТВА

На підставі результатів аналізу середніх проб насіння, олії, шроту, лузги, що виходить з виробництва, сміття, видаленого під час виробничої очистки насіння, лабораторія розраховує матеріальні баланси виробництва – очікувані виходи продукції та відходів.

Важливо! Між виходами продукції, отриманими реально, та очікуваними (теоретичними) виходами існують розбіжності, зумовлені наступними причинами:

1. При відборі проб насіння, олії, шроту та відходів для контролю завжди виникають похибки за рахунок різної якості перероблюваного насіння і випадковими відхиленнями технологічних параметрів виробництва. На лабораторний аналіз може бути направлена лише частина скерованого на переробку насіння, яка не абсолютно ідентична всій перероблюваній масі насіння. Аналогічно цьому якість олії, шроту, лузги, які оцінюються за результатами аналізів відібраних лабораторією точкових проб, також не абсолютно відповідає їх реальній якості.

2. Похибками лабораторних аналізів при дослідженні олійної сировини, готової продукції та відходів.

3. Втратами сухих речовин насіння в результаті утворення і видалення летких продуктів, наприклад, при відгонці з водяною парою низькомолекулярних продуктів при залого-тепловій обробці мятки та деяких інших технологічних операціях.

4. Різною глибиною вилучення зв'язаних ліпідів з олійної сировини і продуктів її переробки у виробничих умовах та у випадку вилучення олії в лабораторії при визначенні вмісту ліпідів насіння. При переробці насіння під дією різних технологічних чинників підвищення температури під час приготування мезги, тиск пресування, вплив органічного розчинника при екстракції) все більше руйнуються зв'язки ліпідів з неліпідною частиною насіння. Це веде до безперервного підвищення вилучення разом з

триацилгліцеридами структурних ліпідів – фосфоліпідів і неомілованих ліпідів. При визначенні олійності насіння в лабораторії навіть методом вичерпної екстракції діетиловим чи петролейним ефіром насіння таким впливам не піддається, зв'язки структурних ліпідів з неліпідною частиною насіння (білками та вуглеводами) здебільшого залишаються незруйнованими і структурні ліпіди вилучаються у меншій кількості. Тому олійність насіння є нижче реального виходу олії у виробництві в сумі з втратами. Одnocześnie під впливом технологічних чинників відбувається окислення ліпідів і утворення міцних сполук ліпідів з неліпідною частиною насіння, зменшуючи сумарний вихід олії).

5. У виробничих умовах вилучення сміттєвих домішок з олійного насіння неможливо – очищення насіння від домішок ніколи не досягає 100%. Ці домішки можуть характеризуватись досить високою олійністю (наприклад, при переробці соняшника – до 30 %). При визначенні олійності насіння в лабораторії відокремлення засмічених домішок є обов'язковим, що знижує реальну олійність знежиреного матеріалу.

6. Маса продуктів переробленого насіння, які знаходяться в просторі технологічного обладнання і враховуються як незавершене виробництво, визначається умовно. Це пов'язано з тим, що об'єм (маса) незавершеного виробництва в робочому просторі обладнання не може бути визначено з великою точністю, крім того, всі маси враховують тільки за основним продуктом (олією), що міститься в м'ятці, меззі, шкарлупі та ін.

Якщо якість перероблюваного олійного насіння під час роботи заводу зміниться мало, а технологічні параметри виробництва залишаються постійними, то відхилення між даними в теоретичному та фактичному матеріальному балансі виявляються практично стабільними. Величина відхилення залежить від виду переробленої рослинної сировини, від технологічної схеми, за якою здійснюється переробка насіння (форпресування – екстракція, пряма екстракція), і від застосованих технологічних режимів.

Розбіжність між теоретично розрахованим і фактичним виходом олії зумовлене зазначеними вище причинами, називається **неврахованими втратами олії у виробництві**. Ця величина встановлюється підприємству відповідними інструкціями та фіксованою нормативній документації.

Метод розрахунку теоретичного балансу виробництва (формування виходів продукції та відходів) при переробці насіння за даними лабораторного аналізу, значною мірою визначається олійністю сировини і технологічною схемою переробки.

2. ТЕХНОХІМІЧНИЙ КОНТРОЛЬ ЖИРОПЕРЕРОБНИХ ВИРОБНИЦТВ

2.1. Контроль рафінації жирів та олій.

2.2. Контроль гідратованих жирів.

2.3. Активність каталізатора.

2.1. КОНТРОЛЬ РАФІНАЦІЇ ЖИРІВ ТА ОЛІЙ

Основною сировиною жиропереробних підприємств є жири і олії, що розрізняються за:

- походженням,
- здатністю до висихання на повітрі,
- консистенцією при кімнатній температурі,
- способом отримання,
- складом і деякими ін. властивостями.

2.1.1. Види жирової сировини і показники її якості

За походженням розрізняють:

- рослинні олії (соняшникова, соєва, ріпакова, інші),
- тваринні жири (свинячий, яловичий тощо),
- рослинні жири (рослинні олії тверді і мазеподібні при кімнатній температурі (20° С) – кокосова і пальмоядрова олія, а також деякі інші олії, отримані з насіння тропічних і субтропічних рослин).

Тваринні жири поділяють на:

- жири наземних тварин – яловичий, баранячий, свинячий, жири молока, птиці (наприклад гусячий, курячий),
- жири морських тварин і риб – китовий, кашалотовий, трісковий і т. ін.

За здатністю до висихання (здатністю утворювати тверді плівки при нанесенні тонким шаром на яку-небудь поверхню у присутності кисню атмосферного повітря) рідкі олії поділяють на:

- висихаючі,
- напіввисихаючі,
- невисихаючі.

Важливе значення має поділ природних олій і жирів, зумовлений специфічними особливостями жирнокислотного складу та їх триацилгліцеролів:

- харчові,
- нехарчові.

Наприклад, ріцинова і тунгова олія за будь-якого ступеня очистки не можуть бути харчовими на відміну, від технічної соняшникової, соєвої, бавовняної олії, які після глибокої очистки (рафінації) можна використовувати для харчових цілей.

За способом отримання і складом харчові олії і жири поділяють на декілька груп:

- група так званих умовно незмінних жирів включає *нерафіновані* олії або жири, що розрізняються за способом вилучення з сировини і *рафіновані* олії і жирів, оброблені за різними рафінації.
- група змінених жирів включає фракції жирів, отриманих з незмінних жирів без хімічного впливу і без зміни їх триацилгліцеролів, шляхом термічного фракціонування для видалення фракцій, що відрізняються за температурою топлення і застигання від основної частини жиру (змнені жири можуть бути отримані також шляхом переетерифікації триацилгліцеролів і поєднання переетерифікації з фракціонуванням, тобто до цієї групи відносять гідрогенізовані жири, жири отримані переетерифікацією, фракціонуванням або поєднанням цих способів).
- група складних жирів, що є неемульсійними та сумісними системами змінених і незмінених жирів – комбіновані кондитерські жири, а також маргарини та інші жирові добавки з добавками різного призначення; крім того, в групу складних жирів включають порошкоподібні жири.

Поряд з жирами і оліями жиропереробні виробництва для отримання продукції нехарчового призначення – миючих засобів, різних засобів тощо – використовують замітники жирів – синтетичні і натуральні.

Синтетичні жирозамінники – це жирні кислоти, виділенні з вуглеводнів нафти в результаті каталітичного окислення, що відбувається з розривом вуглецевого ланцюга, а також нафтових кислот, отриманих при обробці лугом висококиплячих фракцій нафти.

Натуральні жирозамінники – каніфоль і талові жирні кислоти («талова олія»), що утворилися у вигляді відходів при хімічній переробці деревини, і дріжджові жири, отримані мікробіологічним синтезом з парафінових вуглеводнів нафти, природного газу та інших продуктів.

Доцільність застосування жирозамінників зумовлена не лише прагненням заощадити дорогі харчові жири, але і отримати за допомогою жирозамінників продукцію, що у певних випадках, найбільш повно відповідає вимогам споживача. Для технічних цілей використовують також нехарчові рослинні олії (рицинова, тунгова, ріпакова, лляна і деякі інші).

Показники якості рослинних і тваринних олій та жирів, а також жирозамінників регламентуються міждержавними і національними стандартами, а також галузевими стандартами, стандартами підприємств і технічними умовами.

Якість нерафінованих олій і жирів характеризується:

- смаком, запахом, кольором, прозорістю,
- присутністю твердих домішок (відстоєм),
- а також так званими числами (кислотним, пероксидним, йодним),
- масовою часткою в олії фосфоліпідів і неомильованих ліпідів, вологи та деякими іншими.

При оцінюванні якості твердих і мазеподібних олій і жирів додатково визначають:

- температуру топлення і застигання,
- титр жирних кислот (температуру топлення жирних кислот, виділених з олій після гідролізу триацилгліцеролів),
- твердість жиру і деякі інші показники, передбачені нормативними документами.

В оліях і жирах, залежно від їх природи, способу виділення з вихідної сировини та умов зберігання крім основної групи – запасних ліпідів (триацилгліцеролів) – містяться також інші групи ліпідів – вільні жирні кислоти, окислені сполуки і структурні ліпіди, що визначають колір, смак,

запах, які властиві цьому виду олії. В залежності від призначення олії або жиру деякі з тих цих ліпідів можуть стати небажаними.

Процес звільнення олії від небажаних груп ліпідів називається **рафінацією**, кінцевою метою якого є отримання з природних олій і жирів триацилгліцеролів. Не у всіх випадках рафінацію проводять до повного видалення інших груп ліпідів.

Внаслідок різноманітності фізичних і хімічних властивостей ліпідів, що входять до складу природних олій і жирів, рафінація стає комплексним процесом, що передбачає послідовну мету технологічних операцій. Як відрізняються одна від одної характером хімічних і фізичних впливів на групи ліпідів, що вилучаються.

***Важливо!** Обов'язковою умовою застосованих технологічних операцій є зберігання гліцеролової частини жирів і олій в непошкодженому стані.*

Сучасна технологія повної рафінації (схема рис. 11) передбачає видалення з олій:

- фосфоліпідів (операція гідратації олій),
- восків і воскоподібних речовин (операція виморожування олій),
- вільних жирних кислот (операція лужної нейтралізації),
- забарвлюючих речовин (операція відбілювання олій),
- речовин, відповідальних за смак і запах олій та жирів (операція дезодорації).

Повна рафінація необхідна не завжди і проводиться для отримання олій, що поступає для безпосереднього вживання в їжу, олій та жирів для виробництва маргаринів, кондитерських, кулінарних жирів і майонеза.

В інших випадках, наприклад при виробництві жирів, що гідролізуються, можна не проводити операції відбілювання і дезодорації.

Для жирів і олій з низьким кислотним числом рекомендовано вести дистильційної рафінації, що включає лужну нейтралізацію. В такому випадку проходить одночасне видалення з олій вільних жирних кислот і речовин, що відповідають за смак і запах – одоруючих речовин.

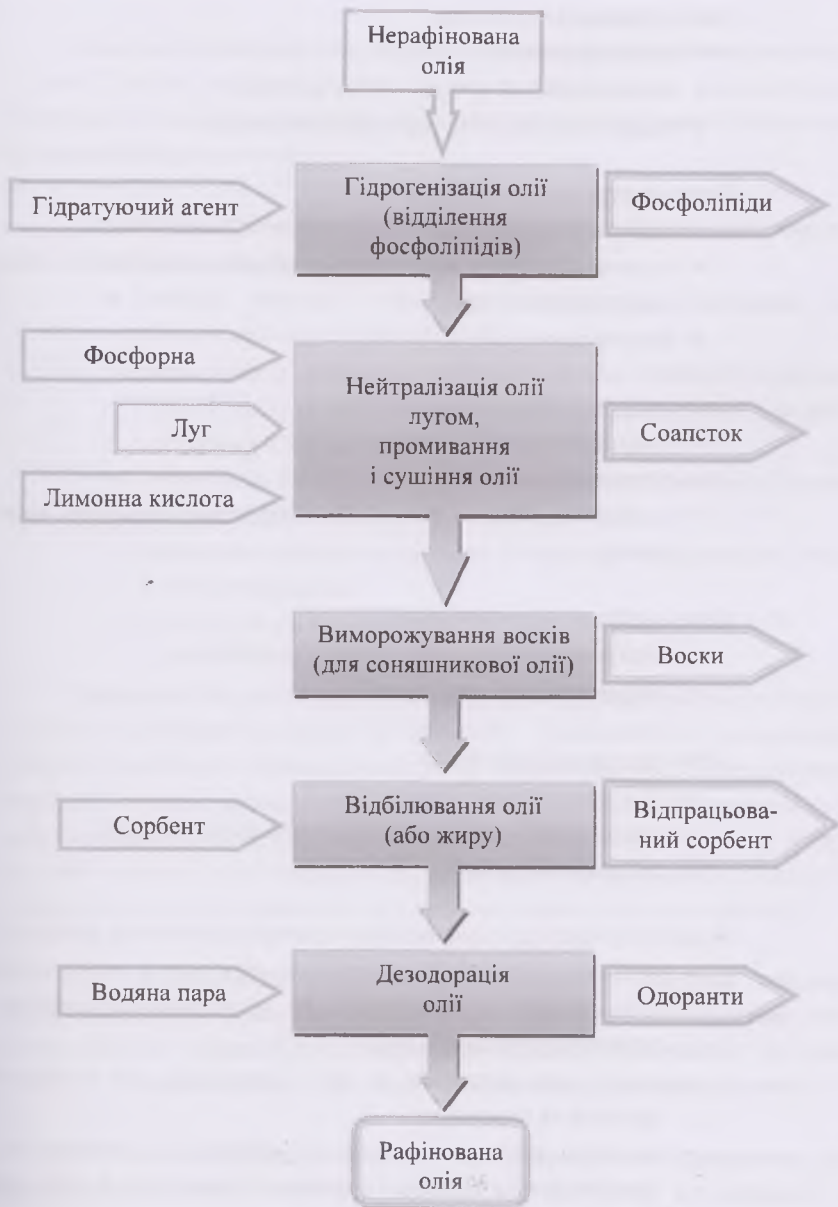


Рис. 11. Схема повної рафінації олій та жирів.

Етап гідратації передбачає:

- підігрівання олії,
- змішування олії з гідратуючим агентом,
- відділення і обробка гідратаційного осаду.

Етап нейтралізації передбачає:

- нейтралізацію вільних жирних кислот лугом,
- промивання олії з попередньою обробкою лимонною кислотою для видалення мила,
- висушування олії.

Етап виморожування передбачає:

- охолодження олії,
- витримка в експозиторі,
- слабе нагрівання і фільтрація олії з метою відділення кристалів восків.

Етап відбілювання передбачає:

- підігрівання олії і змішування її із сорбентом,
- відділення сорбенту від олії.

Етап дезодорації передбачає:

- підігрівання олії і її деаерації,
- підігрівання і дезодорація гострою парою у вакуумі,
- охолодження олії.

В процесі рафінації з олій видаляють також різноманітні домішки:

- механічні включення твердих частинок мезги, які потрапили в олію під час її отримання і не відокремилися повністю при первинному очищенні олії,
- вологу, що потрапила в олії і жири під час технологічних процесів та перевезенні,
- сторонні речовини (залишки гербіцидів і пестицидів) накопичуються в олійній сировині і переходять в олію, а також поліциклічних ароматичних вуглеводнів, які потрапили в олію з навколишнього середовища, продукти життєдіяльності мікрофлори, що розвиваються на олійній сировині і т. д.

Важливо! Ефективність рафінації визначається повнотою видалення з олій і жиру небажаних груп ліпідів і домішок при максимальному збереженні в ньому в незмінному вигляді гліцеролової частини і мінімальних втратах нейтрального жиру.

Основними задачами технохімічного контролю рафінації олій і жирів є:

- оцінка якості складу жирової сировини,
- ступінь очистки і активності допоміжних матеріалів, що використовуються при рафінації,
- встановлення режимів процесів шляхом пробної гідратації, лужної нейтралізації, відбілювання рафінованих олій (жирів) і гідрування в лабораторних умовах,
- контроль за спостереженням технологічних параметрів в умовах виробництва,
- визначення відповідності готової продукції – рафінованої олії – діючим стандартам,
- аналіз відходів виробництва.

Важливо! Все, що утворюється при рафінації жировмісних продуктів (воски і воскоподібні речовини, фосфоліпіди – фосфатидний концентрат), відходи (сапстоки і промивні води після промивання олії), відпрацьований сорбент, а також погони летких речовин (одоранти), які видаляються з олій при дезодорації, повинні проходити перевірку на вміст загального жиру і жирних кислот. Це потрібно для складання матеріального балансу – розрахунку виходу рафінованої олії і величини втрати олії при рафінації.

При відвантаженні готової олії лабораторія повторно перевіряє відповідність його вимогам стандартів на рафіновані (дезодоровані) олії і жири. Процес рафінації олії і переробки відходів представлено на схемі (рис. 12). Контроль процесу рафінації і переробки відходів зведено в табл. 5.

Об'єм і послідовність технологічних операцій, що проводяться при рафінації олії, конкретизуються залежно від виду олії, яка поступає на обробку. Так, операцію гідратації проводять переважно при рафінації соняшникової олії, хоча гідратуватися можуть соєва, арахісова, кукурудзяна, бавовняна олія.

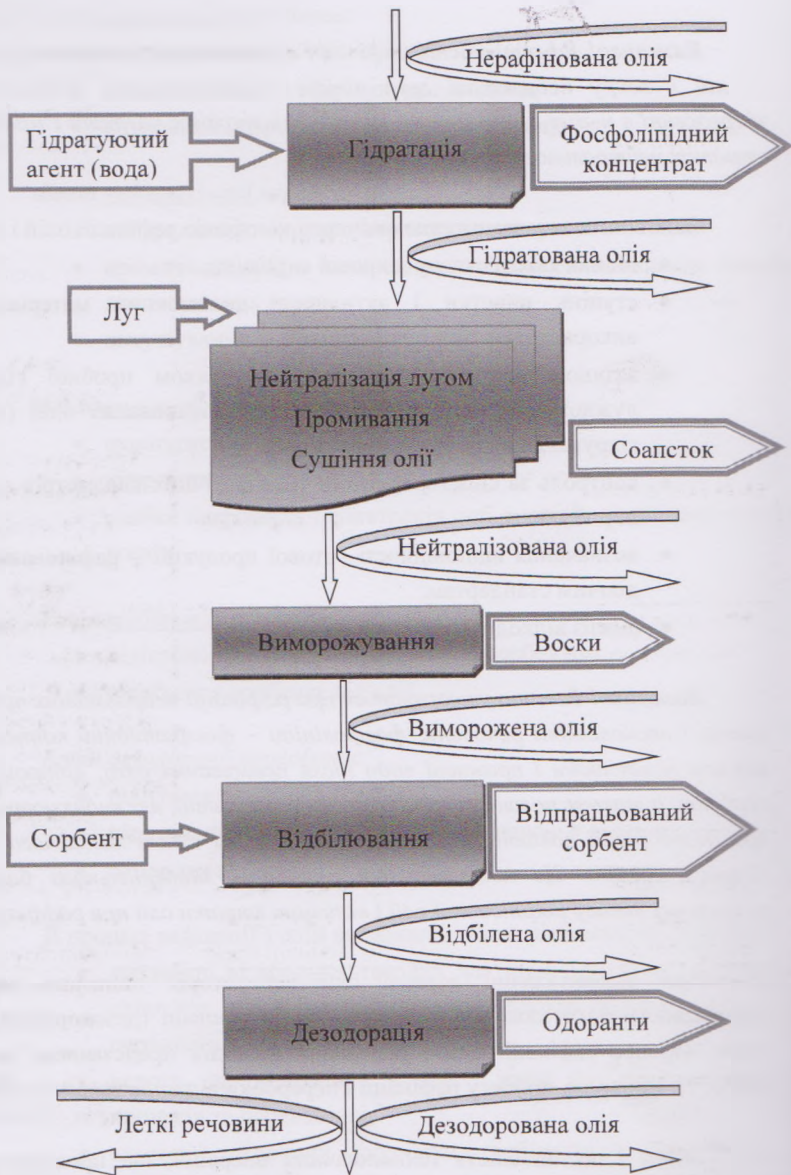


Рис. 12. Схема технохімічного контролю рафінації олії та переробки відходів (↔ – точки контролю)

Технохімконтроль контролю процесу рафінації олії

Об'єкт контролю	Метод відбору проб або спосіб контролю	Періодичність контролю	Показник, що визначається
1	2	3	4
Гідратація			
Олія, що надходить в цех	Штуцерний пробовідбірник	В середньодобовій пробі 1 раз на 10 днів і за необхідності За необхідності	Вміст вологи і відстою Вміст фосфоліпідів Пробна гідратація
Олія гідратована	Те ж	В середньодобовій пробі	Вміст вологи і фосфоліпідів, кислотне і колірне числа
Фосфатидний концентрат	-//-	Для кожної партії	Вміст вологи, фосфоліпідів, речовин, нерозчинних в діетиловому етері, колірне і кислотне числа, органолептичні показники
Лужна нейтралізація			
Жири і олія перед нейтралізацією	-//-	За необхідності і в середньодобовій пробі	Кислотне число, вміст вологи, відстою, пробна нейтралізація
Жири і олія після нейтралізації	-//-	За необхідності	Кислотне число, вміст мила
Нейтралізовані і засушені жири після нейтралізації	-//-	В середньодобовій пробі	Вміст вологи, мила, кислотне і колірне числа, прозорість
Соапсток	-//-	За необхідності	Загальний вміст жиру, вміст жирних кислот, нейтралізованого жиру

1	2	3	4
Виморожування			
Соняшна олія	-//-	Систематичний	Вміст вологи, мила, кислотне і колірне числа, прозорість
Відбілювання			
Олія до відбілювання	-//-	Те ж	Колірне число
Вибілена олія	-//-	-//-	-//-
Відпрацьований сорбент	Ручний пробовідбірник	За необхідності	Спільний вміст жиру
Дезодорація			
Олія до дезодорації	Штуцерний пробовідбірник	Систематичний	Вміст вологи, колірне число, прозорість
Олія після дезодорації	Те ж	Для кожної партії	Колірне число, смак, запах, прозорість

Операцію виморожування восків використовують тільки при рафінації соняшникової олії, тоді як операція відбілювання рекомендується для всіх олій, крім соняшникової. Недоліками операції виморожування восків є тривалість процесу і відносно високі енергетичні затрати.

Процес нейтралізації олії базується на обробці рафінованої олії водними розчинами лугів, в процесі чого вільні жирні кислоти взаємодіють з лугом, утворюючи водні розчини мил – **соапстоки**. Вони є нерозчинними в олії, оскільки їх відносна щільність вища ніж олії, при цьому утворюються осади (відстої), що надалі видаляються з олії.

В присутності води, при недостатній кількості лугу можуть утворюватися кислі мила, які погано розчинні у воді. Тому луги для реакції нейтралізації беруть з деяким надлишком відносно розрахованої (за рівнянням хімічної реакції) кількості. Надлишок лугу пригнічує утворення кислого мила, але збільшує кількість омиленого нейтрального жиру.

Отже, ефективність лужної рафінації визначається як якістю отриманого жиру, так і величиною відходів при нейтралізації.

Вихід рафінованої олії залежить не тільки від надлишку лугу, але і від концентрації його розчину, температури, тривалості процесу. Перевагою способу нейтралізації олій порівнянню з способом виморожування є більш висока продуктивність.

2.1.2. Вміст гідроксиду натрію (NaOH) і карбонату натрію (Na₂CO₃) в каустичній соді, що використовується для нейтралізації

При зберіганні і транспортуванні відбувається зниження хімічної активності лугів – гідроксиду натрію і карбонату натрію за рахунок контакту їх з атмосферним повітрям. Тому при поступленні на завод гідроксид натрію і карбонат натрію піддають перевірці на вміст основної речовини.

Гідроксид натрію технічний поступає в твердому і рідкому вигляді. Точкові проби гідроксиду натрію відбирають з 10% барабанів (при малих партіях – не менше ніж з трьох барабанів). Щуп занурюють на $\frac{1}{4}$ глибини барабана, якщо натрій поступає у вигляді дускоподібної маси, або з середини і торця маси після розкриття барабана по поздовжньому шву, якщо натрій поступає у вигляді твердої сплавної маси.

Точкові проби рідкого гідроксиду натрію відбирають з кожної цистерни або контейнера за допомогою трубчастого пробовідбірника (скляної трубки) діаметром 15-18 мм, опускаючи його до дна. Вміст контейнера повинен бути заздалегідь перемішаний (шляхом перекочування). З проби твердого гідроксиду натрію зшкрібують звітрений верхній шар, зважують приблизно 20 г продукту в склянці на вагах 4-го класу з записом результату до другого десяткового знаку і кількісно переносять наважку в склянку ємкістю 600 мл, де розчиняють в 250 мл свіжопротип'яченої дистильованої воді. Розчин охолоджують до температури 20°C і кількісно переносять в мірну колбу ємкістю 500 мл, доводячи об'єм до мітки.

При аналізі рідкого гідроксиду натрію 40 мл гідроксиду натрію в склянці зважують на вагах 4-го класу з записом результатів до другого десяткового знаку потім вміст кількісно переносять в мірну колбу місткістю 500 мл і доводять дистильованою водою до мітки.

2.1.3. Розрахунок кількості лугу, необхідного для рафінації олії

Оптимальні умови процесу нейтралізації для кожної олії (температуру, концентрацію розчину лугу, його надлишок і інші параметри) визначають шляхом пробної лабораторної нейтралізації після виконання наступних розрахунків.

Розрахунок теоретично необхідної кількості лугу.

Кількість лугу, необхідного для нейтралізації вільних жирних кислот в олії, визначають за формулою:

$$L_T = 0,714 \cdot KЧ \cdot H_0,$$

де L_T – теоретично необхідна кількість лугу, мг;

$KЧ$ – кислотне число олії, мг КОН/г;

0,714 – коефіцієнт перерахунку лугу КОН на NaOH, який дорівнює відношенню їх молекулярних мас 40/56;

H_0 – кількість (наважка) олії, г.

Розрахунок кількості лугу з надлишком (реальна кількість).

Кількість лугу з надлишком визначають як суму теоретично необхідної кількості і надлишку, взятого у відсотках від теоретично необхідної:

$$L_H = L_T + L_T \cdot L_{\text{таб}} / 100,$$

де L_H – кількість лугу з надлишком;

$L_{\text{таб}}$ – надлишок лугу, визначений за табл.6.

Таблиця 6

Надлишок і концентрація розчинів лугу в залежності від виду олії, її кислотного числа і способу нейтралізації

Спосіб нейтралізації і вид олії	Кислотне число олії, мг КОН/г	Концентрація розчинів лугу, г/л	Надлишок лугу від теоретичного (розрахункового), %
1	2	3	4
Періодичний метод			
Олія соняшникова і інші світлі олії	До 5	40-45	5-10
	5-7	85-105	10-20
	понад 7	125-145	10-20
Соєва олія	понад 7	70-120	до 100
Кукурудзяна олія	понад 5	180-200	»100
Безперервні методи			
<i>Метод сепарації</i>			
Олія соняшникова і інші світлі олії	до 2	70-90	10-20
	2-5	100-50	10-20
	5-10	до 150	5-10
	понад 10	150-170	10-30
Льняна олія	до 6	90-130	10-30
<i>Метод нейтралізації в мильно-лужному середовищі</i>			
Олія соняшникова і інші світлі олії	до 5	10-15	5-10
<i>Емульсійний метод</i>			
Бавовняна олія:			
• попередньо пресована	4-14	125-140	0,3-1,2
• екстракційна	4-14	150-350	0,6-1,8

Розрахунок кількості лугу робочої концентрації і приготування розчину.

Робочу концентрацію розчину лугу C (г/л), виходячи з прийнятого методу лужної рафінації і звіряють по табл.6. Необхідна кількість лугу ($J_{роб}$) робочої концентрації (мл)

$$J_{роб} = J_n \cdot 1000 / C .$$

Для приготування лугу робочої концентрації з більш концентрованого необхідно визначити кількість концентрованого розчину лугу і води для розбавлення. Кількість концентрованого (J_k) розчину лугу (мл)

$$J_k = J_n \cdot 1000 / C_k ,$$

де C_k – концентрація початкового розчину лугу, г/л.

Маса концентрованого (H_k) розчину лугу (г)

$$H_k = J_k \cdot \rho_k ,$$

де ρ_k – густина концентрованого розчину лугу, г/см³.

Маса розчину лугу ($H_{роб}$) робочої концентрації (г)

$$H_{роб} = J_{роб} \cdot \rho_{роб} ,$$

де $\rho_{роб}$ – густина розчину лугу робочої концентрації, г/см³.

Кількість води (V) для розбавлення (г або мл)

$$V = J_{роб} - J_k .$$

Для приготування розчину лугу робочої концентрації необхідно відміряти розрахункові об'єми води та концентрованого розчину лугу і злити разом. Концентрацію розчину лугу перевіряють титруванням. Для цього 5-10 мл розчину гідроксиду натрію поміщають в мірну колбу ємністю 250 мл і заливають до мітки дистильованою водою. Вибірають 25 мл розчину в колбу ємністю 250 мл, розбавляють водою до об'єму 100 мл і титрують 0,5 н. розчином соляної чи сірчаної кислоти в присутності фенолфталеїну до знебарвлення розчину (безбарвність тримається впродовж більше однієї хвилини).

Вміст (X) гідроксиду натрію (г/л)

$$X = V \cdot K \cdot 0,02 \cdot 250 \cdot 1000 / (V_a \cdot 25),$$

де V – кількість 0,5 н. розчину кислоти, витраченої на титрування проби, мл;

K – поправка до титру 0,5 н. розчину кислоти;

V_a – кількість розчину гідроксиду натрію, взятого для аналізу, мл.

2.1.4. Пробна гідратація. Вихід гідратованої олії

Пробна гідратація проводиться для визначення необхідної кількості води або іншого гідратуючого агента, температури процесу, а також для уточнення інших важливих параметрів процесу.

2.1.5. Пробна лужна нейтралізація

Пробна нейтралізація проводиться для визначення необхідної кількості лугу і інших технологічних параметрів процесу.

2.1.6. Аналіз soapстоку світлих олій

Аналіз soapстоку складається з визначення жирності – масова частка ліпідів, включаючи жирні кислоти, нейтральний жир і інші групи ліпідів, що містяться в soapстоці. На основі результатів аналізу soapстоку розраховують величину відходів при лужній нейтралізації олії, що необхідно для складання балансу.

2.2. КОНТРОЛЬ ГІДРАТОВАНИХ ЖИРІВ

Для приготування таких продуктів, як маргарин, кондитерські і кулінарні жири, а також продуктів для отримання мила, стеаринів, технологічних мастил потрібні пластичні або високоплавкі, тверді при кімнатній температурі жири. Вони можуть бути отримані з рідких рослинних олій і жирів в результаті часткового або повного насичення воднем подвійних зв'язків жирнокислотних залишків, які входять до складу триацилгліцеролів олій і жирів.

Сировиною для виробництва гідрованих жирів – **саломасів** – може бути соняшникова, бавовняна, соєва, пальмова, ріпакова олія, а також тваринні жири.

Олійно-жирова промисловість виробляє саломаси:

- харчові (використовуються при виробництві маргаринів),
- технічні (використовуються при виробництві мила, косметики та інших технічних продуктів).

Більшість гідрогенізаційних заводів застосовують готові каталізаторами. Після використання відпрацьовані каталізатори направляють на спеціалізовані підприємства для відновлення їх активності. Це дозволяє виключити з схеми технологічного контролю на гідрогенізаційних заводах операції, пов'язані з виробництвом каталізатора.

В сучасному гідрогенізаційному виробництві використовують:

- дисперсні каталізатори,
- стаціонарні (або сплавні) нікелеві і нікель-мідні каталізатори.

Дисперсні каталізатори забезпечують стабільність процесу гідрування. У них висока селективність. Їх недолік – складність відділення від готового саломасу. Стаціонарні каталізатори дозволяють виключити операцію фільтрування саломасу.

Якісні показники саломасів встановлені нормативними документами і відповідними стандартами підприємств.

Виробництво гідрожирів складається з таких операцій (схема рис. 13):

- приготування суспензії каталізатора,
- отримання водню,
- гідрування олії,
- відділення каталізатора.

Етап приготування суспензії каталізатора:

- змішування рослинної олії з необхідною кількістю каталізатора.

Етап приготування водню:

- отримання водню (електролітичним способом, методом конверсії природного газу, залізопаровим способом),
- змішування свіжого водню і водню, що виходить з автоклава,
- очищення суміші.

Етап гідрування:

- **гідрування (гідрогенізація)** – насичення воднем подвійних зв'язків жирних кислот олії.

Етап відділення каталізатора:

- фільтрація саломасу,
- відділення каталізатора для повторного використання і частково на регенерацію.

Основною задачею технологічного контролю гідрогенізаційного виробництва є (схема рис. 14):

- оцінка якості каталізатора,
- оцінка якості водню,
- контроль за дотриманням технологічних параметрів процесів,
- визначення відповідності готового саломасу технічним умовам і нормам,
- аналіз відходів виробництва.

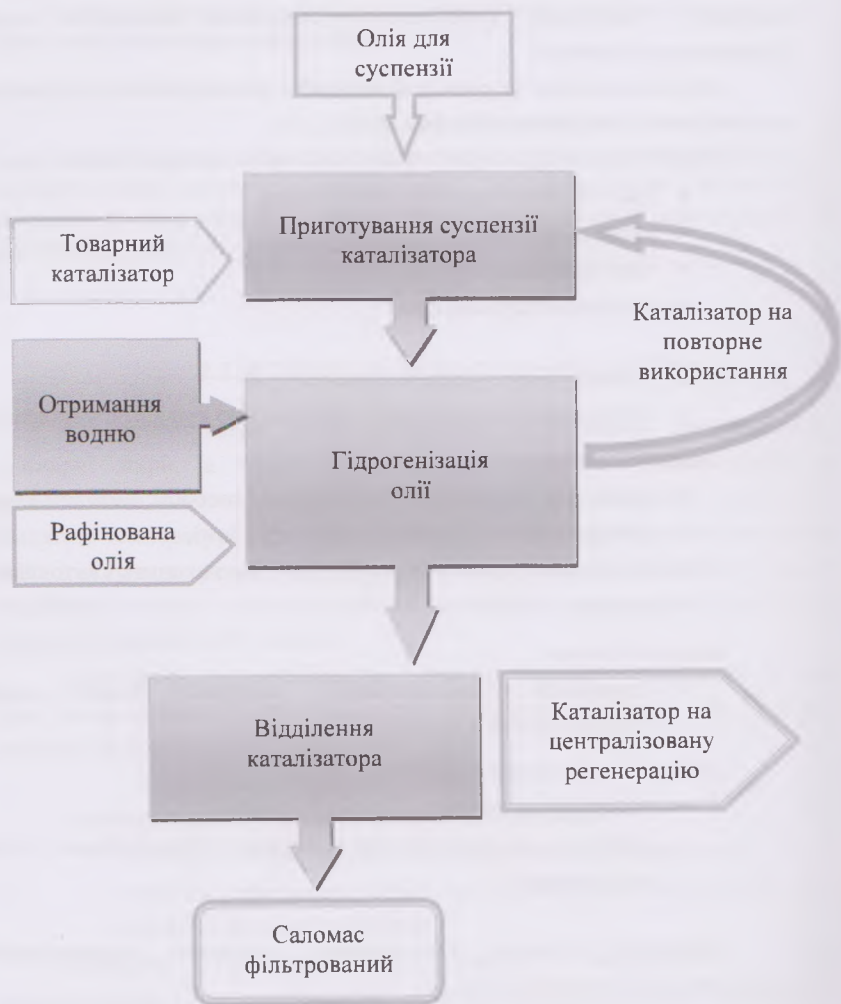


Рис. 13. Схема виробництва гідрованих жирів.

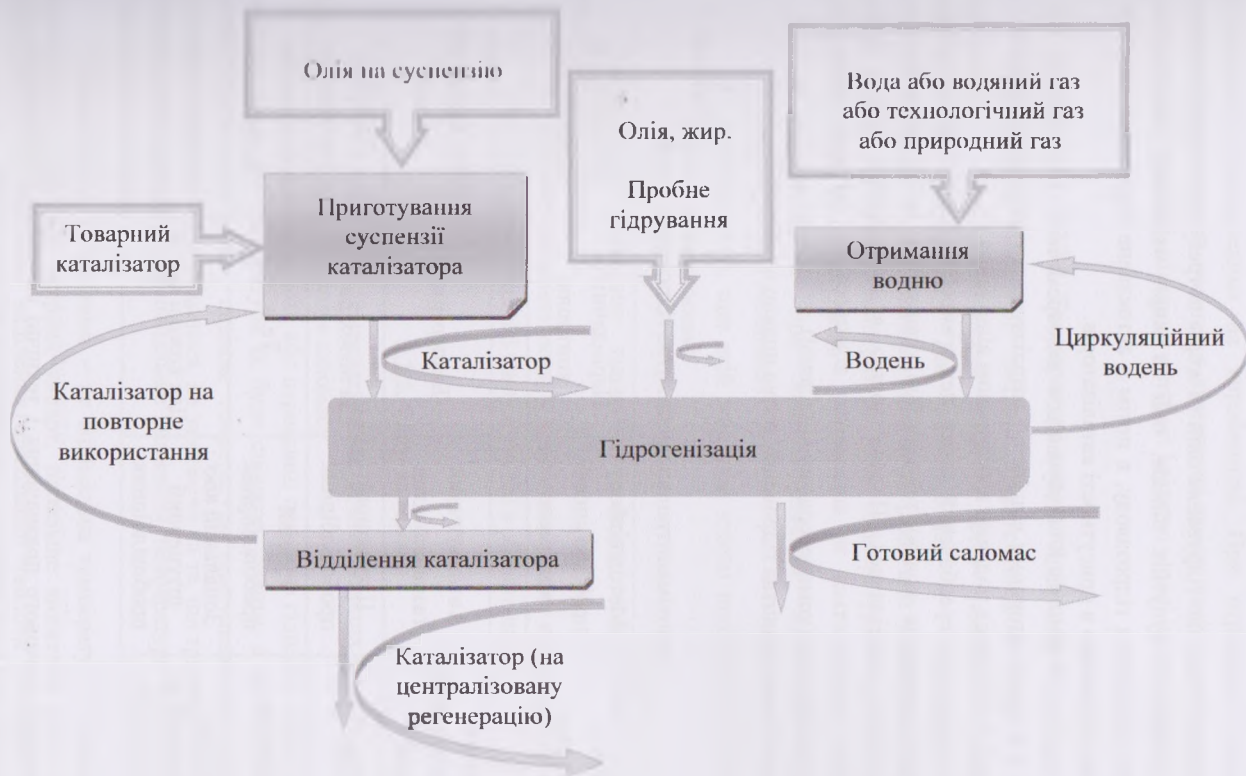


Рис. 14. Схема технімічного контролю процесу гідрогенізації

(↻ – точки контролю).

У зв'язку з тим, що гідрування олій та жирів потребує ретельної очистки олії від домішок і супутніх ліпідів, олії та жири надходять спочатку в рафінаційне відділення гідрозаводу, а потім в автоклавне відділення, де вони піддаються гідруванню в присутності каталізаторів.

У відділенні фільтрації відбувається відокремлення каталізатора від саломасу, а в каталізаторному відділенні каталізатор готують, подрібнюють і суспендують в олії перед подачею в автоклавне відділення.

На гідрозаводі передбачений також цех з виробництва водню. Залежно від способу отримання водню технологічні операції в цехах виробництва можуть суттєво відрізнятися. Подача водню в автоклавний цех і його рециркуляція здійснюється за допомогою компресорів, які монтуються в окремому приміщенні (компресорному відділенні).

Контроль виробництва гідрованих жирів подано в таблиці 7.

Таблиця 7.

Техноіміконтроль виробництва гідрованих жирів

Об'єкт контролю	Метод відбору проб або спосіб контролю	Періодичність контролю	Показник, що визначається
1	2	3	4
Водень (електролітичний спосіб)	Автоматичний газоаналізатор	Безперервно	Вміст водню або кисню
Олія	Штуцерний пробовідбірник	За необхідності	Пробне гідрування
Каталізатор	Ручний пробовідбірник	Те ж	Вміст нікелю, активність
Саломас, підготовлений до відвантаження	Зональний або штуцерний пробовідбірник	Для кожної партії	Показники якості згідно стандартів

Саломаси харчового призначення і технічні саломаси класифікують на види або марки, які відрізняються за якісними характеристиками.

На гідрогенізаційних заводах, де діяли каталізаторні відділи (цехи), які виготовляли мідно-нікелевий каталізатор з сульфатів цих металів, проводили їх

регенерацію безпосередньо на виробництві. При отриманні каталізатора техніхімічний контроль полягає у визначенні вмісту заліза у водному розчині сульфатів нікелю і міді, нікелю в сульфаті і нікелю в ряді інших аналізів.

2.2.1. Температура топлення саломасів.

Температура, при якій твердий гідрогенізований жир – саломас переходить в краплинно-рідкий стан і стає прозорим, називається **температурою топлення**. Так як саломас є сумішшю окремих триацилгліцеролів, точки топлення яких дещо різні, цей перехід відбувається в межах деякого інтервалу температур. Тому температура топлення саломасу обумовлюється двома температурами:

- температурою, при якій гідрований жир стає рухливим (*температура топлення*),
- температурою, при якій жир стає зовсім прозорий (*температура повного розтоплення*).

Температура топлення гідрованого жиру може бути визначена наступними методами:

- за підняттям краплі жиру у відкритому з двох кінців капілярі,
- за сповзанням краплі жиру в трубі з розширенням.

2.2.2. Титр саломасу

Титр саломасу – це температура застигання жирних кислот, отриманих при гідролізі триацилгліцеролів саломасу.

Якщо розплавлений жир або отриманні при його гідролізі жирні кислоти охолоджувати, то температура їх буде спочатку падати, а потім, коли вони почнуть кристалізуватися, падіння температури призупиниться, а в деяких випадках навіть почне підніматися, не зважаючи на те, що триває охолодження. Після повної кристалізації подальше зниження температури охолоджуваного саломасу продовжиться.

Температура застигання – це мінімальна температура, отримана при охолодженні жиру або жирних кислот, подальше зниження якої частково призупиняється внаслідок виділення прихованої теплоти топлення, або та мінімальна температура, до котрої розігрівається жир після призупинення зниження температури (рис. 15).

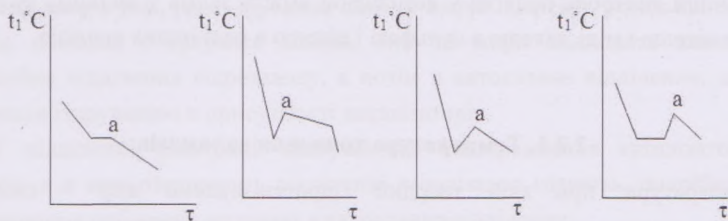


Рис. 15. Криві застигання розплавленого саломасу або виділених з нього жирних кислот (а – температура застигання).

2.3. АКТИВНІСТЬ КАТАЛІЗАТОРА

Один з найбільш поширених методів визначення активності каталізатора гідрогенізації – пробне гідрування олії з використанням досліджуваного каталізатора. Активність каталізатора оцінюють за температурою топлення саломасу, отриманого в точно визначених умовах гідрування.

3. КОНТРОЛЬ ГІДРОЛІЗУ ЖИРІВ, ВИРОБНИЦТВА ГЛІЦЕРОЛУ І ЖИРНИХ КИСЛОТ

- 3.1. Технологічні особливості гідролізу жирів та супутніх процесів.
- 3.2. Глибина гідролізу жирів і концентрація гліцеролової води.
- 3.3. Аналіз гліцеролу.

3.1. ТЕХНОЛОГІЧНІ ОСОБЛИВОСТІ ГІДРОЛІЗУ ЖИРІВ ТА СУПУТНІХ ПРОЦЕСІВ

При гідролізі триацилгліцеролів – основного компоненту олій і жирів – утворюються гліцерол і жирні кислоти. Технологічна операція отримання гліцеролу і жирних кислот гідролізом триацилгліцеролів називається розщепленням. Сировиною для отримання гліцеролу і жирних кислот є натуральні та гідровані рослинні олії і тваринні жири.

В промисловості використовують три способи гідролітичного розщеплення жирової сировини:

- безреактивне розщеплення (є основним способом отримання гліцеролу),
- контактний спосіб гідролізу триацилгліцеролів (заснований на застосуванні каталізатора гідролізу – контакту Петрова),
- кислотний гідроліз (омилення жирів кислотами).

Внаслідок гідролізу можливе отримання гліцеролу двох марок, що відрізняються ступенем очистки і, відповідно, напрямом використання:

- технічний,
- дистильований.

Технічний гліцерол в залежності від показника якості виготовляють I, II, III сортів. Технічний гліцерол I сорту отримують з гліцеролових вод при безреактивному способі, II сорту – при контактному і III сорту – при омиленні кислотами (соапстоків, утворених при рафінації жирів та олій).

Дистильований гліцерол в залежності від показника якості поділяють на технічний, вищого, I і II сортів, що дає змогу визначити його подальше використання.

Процес безреактивного розщеплення здійснюється в послідовності, зображеній на схемі рис. 16. Основні етапи процесу наступні:

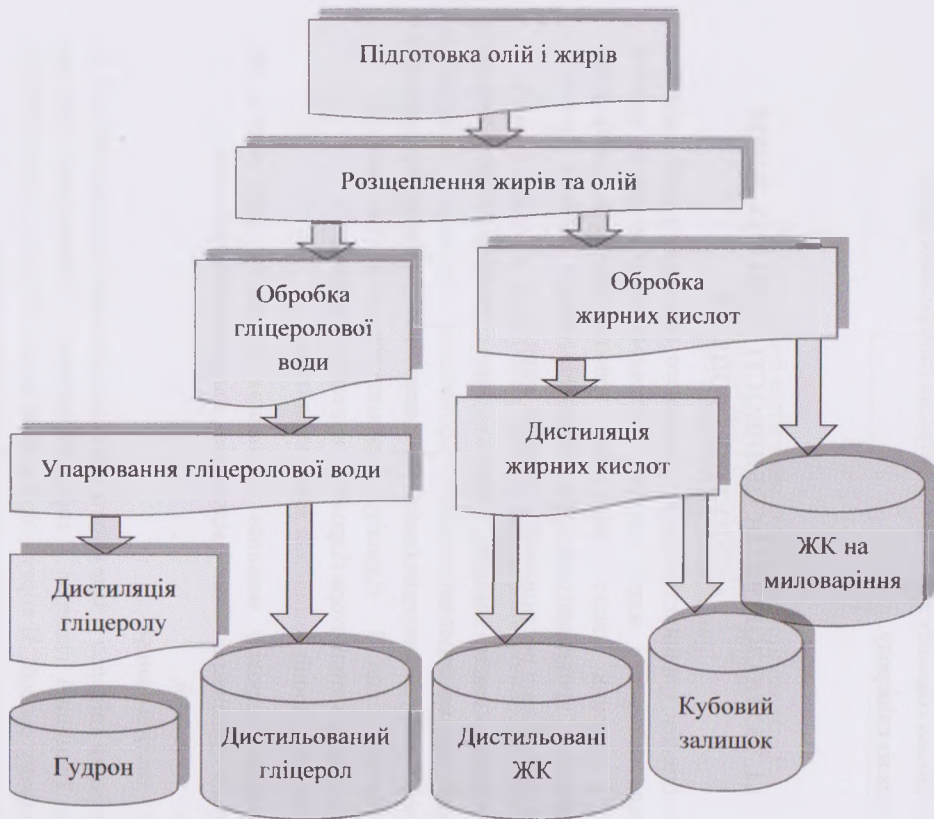


Рис. 16. Отримання гліцеролу методом безреактивного розщеплення.

Підготовка олій і жирів:

- рафінація,
- деаерація,
- нагрівання.

Розщеплення олій і жирів:

- утворення гліцеролової води,
- утворення жирних кислот (ЖК).

Обробка жирних кислот:

- промивання ЖК водою,
- відстоювання ЖК, відділення їх і передача на миловаріння.
- *дистиляція ЖК* з утворенням дистильованих ЖК і кубового залишку, що повертається на повторне розщеплення і дистиляцію:
 - нагрівання,
 - деаерація,
 - перегонка,
 - очистка ЖК,
 - конденсація парів ЖК.

Упарювання гліцеролової води:

- знежирення,
- нейтралізація,
- фільтрування,
- іонообмінне очищення,
- *дистиляція гліцеролу* з отриманням дистильованого і технічного гліцеролу, а також гудрону:
 - нагрівання,
 - відбілювання адсорбентами,
 - фільтрування,
 - відгонка гліцеролу.

Дистильовані жирні кислоти можуть бути отриманні також із соапстоків. Вони утворюються при кислотній рафінації олій і жирів. Технологічний процес складається з етапу очистки соапстоків, що полягає в доомилюванні соапстоку кислотою і наступному розкладанні миль сірчаною кислотою. Отримані при цьому жирні кислоти піддають дистиляції (схема рис. 17).

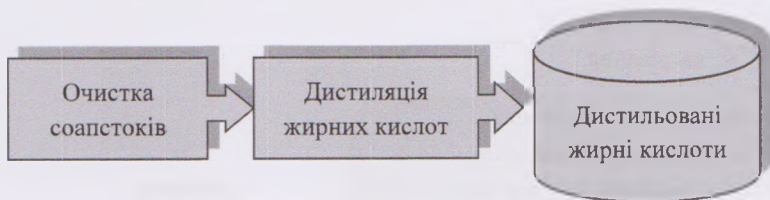


Рис. 17. Отримання дистильованих ЖК з соапстоку.

Основні етапи процесу отримання дистильованих ЖК з соапстоку:

Очистка соапстоків:

- концентрування шляхом висолювання,
- обробка каустичною содою та відстоювання,
- висолювання підмильного луѓу,
- розщеплення сірчаною кислотою та відстоювання,
- промивання жирних кислот водою.

Дистиляція жирних кислот:

- нагрівання,
- деаерація,
- упарювання,
- відгонка жирних кислот.

Дистильовані жирні кислоти за необхідності можуть скеровувати на гідрогенізацію для підвищення температури топлення. При гідролізі олій і жирів контролюють якість сировини, що надходить на розщеплення, технологічні параметри процесу (температуру, тиск в апаратах та глибину гідролізу триацилгліцеролів).

Технохімічний контроль виготовлення гліцеролу і жирних кислот подано в табл.8 і на схемі рис. 18.

У відповідності з технічними нормами недистильовані жирні кислоти рослинних олій (соняшникової, соєвої, бавовняної, ріпакової, лляної), отримані розщепленням цих олій, повинні відповідати якісним характеристикам, що необхідні для застосування їх в миловарінні та інших галузях промисловості.

Для виробництва технічної олеїнової кислоти використовують жирні кислоти, отримані розщепленням рідких рослинних олій; для виробництва технічної стеаринової кислоти – гідрогенізовану бавовняну, соняшникову, кориандрову олію (саломаси), а також гідрогенізовані жирні кислоти бавовняного соапстоку.

Таблиця 8.

Технохімконтроль виробництва гліцеролу і жирних кислот

Об'єкт контролю	Методи відбору проб або способи контролю	Періодичність контролю	Показник, що визначається
Жири і олії, що входять на розщеплення	Штуцерний пробовідбірник	Для кожної партії	Вміст вологи, омилених ліпідів, кислотне число, запах, колір
Соапсток	Зональний пробовідбірник	Те саме	Вміст вільної сірчаної кислоти, глибина розпаду
Гліцеринова вода	Штуцерний пробовідбірник	За необхідності	Вміст гліцеролу
Жирні кислоти	Зональний пробовідбірник	Те саме	Глибина розщеплення, колір, титр, вміст вологи
Технічний гліцерол	Те саме	Для кожної партії	Вміст гліцеролу, золи, органічного нелеткого залишку, жирних кислот, реакція середовища
Дистильований гліцерол	-//-	Те саме	Показник якості у відповідності до ДСТУ
Дистильовані жирні кислоти	-//-	За необхідності	Глибина розщеплення, титр, колір, прозорість, вміст вологи, неомиленних речовин і речовин, нерозчинних в діетиловому ефірі, мінеральні кислоти
Вільний залишок	-//-	1 раз за зміну	Кислотне число



Рис. 18. Технохімічний контроль виробництва гліцеролу і жирних кислот (☞ точки контролю).

3.2. ГЛИБИНА ГІДРОЛІЗУ ЖИРІВ І КОНЦЕНТРАЦІЯ ГЛІЦЕРОЛОВОЇ ВОДИ

Гідроліз триацилгліцеролів під дією води відбувається поступово з отриманням проміжних продуктів реакції. Тому повноту гідролізу триацилгліцеролів оцінюють за кількістю вільних жирних кислот, що з'явилися в складі розщепленого жиру.

Показник глибини гідролізу жирів необхідний для здійснення контролю за процесом розщеплення жирів і отримання гліцеролу. Глибину гідролізу триацилгліцеролів олій і жирів оцінюють, визначаючи масову частку вільних жирних кислот в гліцеролі.

3.3. АНАЛІЗ ГЛІЦЕРОЛУ

Аналіз гліцеролу полягає у визначенні показників його якості,

- реакції середовища (рН),
- масової частки гліцеролу,
- масової частки золи,
- масової частки нелеткого органічного залишку,
- коефіцієнта омилення жиру.

4. КОНТРОЛЬ ВИРОБНИЦТВА МИЛА

- 4.1. Технологічні особливості миловарного виробництва.
- 4.2. Вміст жирних, смоляних, нафтових кислот в милі. Якісне число мила.
- 4.3. Масова частка вільного лугу і вільної вуглекислої соди в милі.

4.1. ТЕХНОЛОГІЧНІ ОСОБЛИВОСТІ МИЛОВАРНОГО ВИРОБНИЦТВА

Олієпереробна промисловість виробляє наступні сорти мила:

- туалетне,
- господарське,
- спеціальне.

За структурою мило може бути:

- шматкове,
- порошкоподібне,
- кремоподібне,
- рідке.

Сировиною для виробництва мила служать рослинні і тваринні жири та олії, а також отримані з них саломаси. Переважно триацилгліцероли, що входять до складу жирової сировини, попередньо розщеплюються шляхом гідролізу до вільних жирних кислот, а жирні кислоти, взаємодіючи з лугами, утворюють солі жирних кислот – **мила**. Необхідність зменшення витрат харчових жирів на технічні потреби стала причиною використання для виробництва мила іншої сировини: технічних тваринних жирів, саломасів з нехарчових олій, синтетичних жирних кислот, каніфолі, соапстоків.

Технологічний процес приготування мила складається з двох основних стадій (схема рис. 19).

- приготування солей жирних кислот під дією кислоти,
- приготування і обробка мильної основи для надання мила товарного вигляду.



Рис. 19. Технологічний процес виробництва мила.

Приготування мильної основи:

- нагрівання компонентів жирової суміші (сировини),
- дозування компонентів і нагрівання,
- карбонатне омилення,
- відділення оксиду вуглецю,
- каустичне омилення,
- коректування готової мильної основи.

Обробка мила:

- фільтрування,
- нагрівання, сушіння у вакуум-установці і охолодження,
- пілірування мила,
- приготування мильної «вермішелі»,
- внесення добавок і друге пілірування (для туалетних мил),
- формування бруска мила,
- розрізання та пакування мила.

Технологічний контроль виготовлення мила передбачає (табл. 9, схема рис. 20):

- визначення якості вхідних, проміжних і кінцевих продуктів,
- визначення і регулювання технологічних режимів виробництва (температури, тиску, вологості і концентрації компонентів).

Таблиця 9.

Технохімконтроль виробництва мила

Об'єкт контролю	Метод відбору проб	Періодичність контролю	Показник, що визначають
Гідровані жири, натуральні і синтетичні жирні кислоти, рослинні олії	Штуцерний пробовідбірник	За необхідності	Показники якості відповідно до нормативних вимог
Гідроксид натрію, кальцинована сода	Щуп	Те ж	Те ж
Жирова композиція	Штуцерний пробовідбірник	-//-	Число омилення, вміст вологи і вільного луку та вільної вуглекислої соди, титр
Проби мила: Господарського	Вручну по 10 шматків	1-2 рази за зміну	Вміст жирних кислот та вільного луку, середня маса шматка, якісне число, зовнішній вигляд, консистенція, запах, колір
Туалетного	Те ж	Те ж	Вміст жирних кислот, середня маса шматка, показники якості відповідно до нормативних вимог

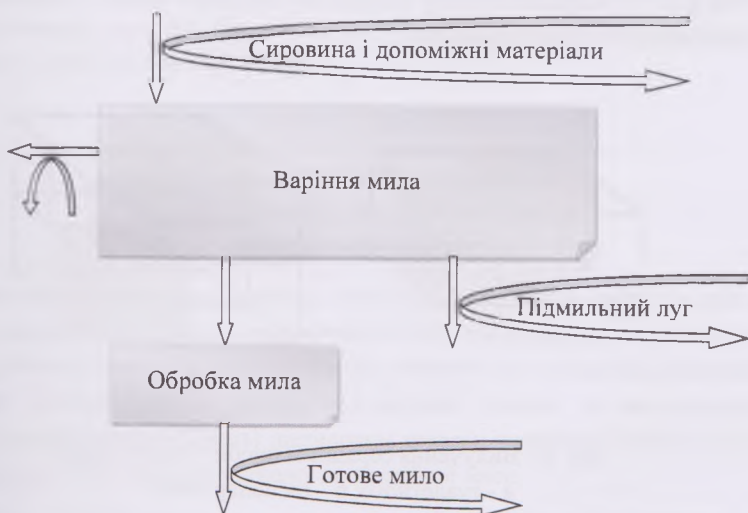


Рис. 20. Схема технохімконтролю виробництва мила
 (↔ – точки контролю).

Товарне мило поділяють на групи: екстра, група Д (дитяче), I, II і III. Мило повинно бути твердим на дотик, однорідним на розрізі. Не допускаються тріщини, прошарки, наліт, плями, нечіткий та нерівний зріз. Допускаються окремі точкові крапління для групи: екстра, Д і I – не більше 10; II і III – не більше 15. Поверхня мила повинна бути гладенька, без деформації шматків. Запах повинен відповідати назві мила.

Мило господарське випускається наступних видів: 72%, 60%. Воно може бути виготовлене з віддушкою і мати різну назву. Куски мила повинні бути прямокутної форми, з гладкою поверхнею і чітким штампом. Не допускається: деформація шматка, тріщини. Консистенція мила повинна бути тверда, м'яка, колір – від світлого (72%) до світло-коричневого (60%). Запах повинен бути різкий. Не повинно бути прогірклого, рибного запаху або інших неприємних запахів.

На рис. 21 зображено схему вилучення середньої проби з шматка мила: (а - туалетного; б - господарського).

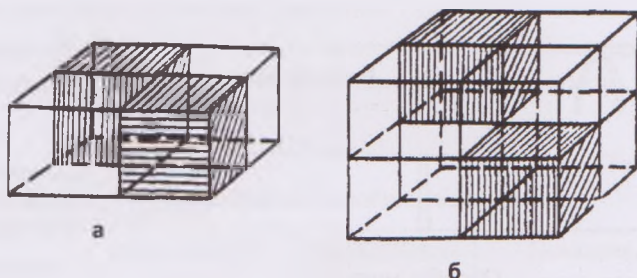


Рис. 21. Вилучення середньої проби з шматка мила: а - туалетного; б - господарського.

Точкові проби мила відразу після відбору поміщають в герметичний посуд. При дослідженні кожний шматок мила з середнього об'єму проби зважують на вагах 2 класу точності (записуючи результат до 2-го десяткового знаку) після чого визначають його середню масу. Відібрані шматки мила розрізають за взаємно перпендикулярними площинами через центр шматка: туалетне мило на 4 частини, господарське – на 8 частин.

Виділяють з 4 або 8 частин два протилежні (за діагоналлю) шматки, як зображено на рис. 21, швидко подрібнюють ножом, чи на тертці, у стружку і поміщають в колбу з корком. При великій кількості шматків, коли отримуємо велику кількість стружки, її змішують і відбирають пробу для аналізу методом діагонального розподілу. Якщо мило сильно висохло, то стружку перед аналізом поміщають в екстрактор для збалансування вологи на 24 год. Пробу для аналізу з мила, яке випускається у вигляді вермішелі, лусок або порошку, виділяють методом діагонального розподілу.

Основним показником якості мила є вміст у ньому жирних, смоляних і нафтових кислот, що характеризується **якісним числом мила**, тобто добутком номінальної маси шматка (г) на відсотковий вміст вказаних кислот в даному шматку мила.

Важливо! Таким чином, якісне число – це фактичний вміст вказаних кислот в шматку мила (г). Для нешматкового мила якісне число розраховують на одиницю упаковки миючого засобу.

4.2. ВМІСТ ЖИРНИХ, СМОЛЯНИХ, НАФТОВИХ КИСЛОТ В МИЛІ. ЯКІСНЕ ЧИСЛО МИЛА

Для визначення вмісту жирних, смоляних та нафтових кислот в милах і інших засобах застосовують стандартний метод, що базується на розкладанні водного розчину мила або миючого засобу мінеральною кислотою; екстракції вільних жирних, смоляних, нафтових кислот та неомілюваних жирів (неомілюваних ліпідів) діетиловим етером; титруванні кислот лугом; екстракції етеру і висушуванні залишку до постійної маси.

Більш якісним вважається метод високочастотного титрування, що забезпечує можливість визначати вміст в милі власне жирних, смоляних і нафтових кислот.

4.3. МАСОВА ЧАСТКА ВІЛЬНОГО ЛУГУ І ВІЛЬНОЇ ВУГЛЕКИСЛОЇ СОДИ В МИЛІ

Приготування мила проводять при невеликому надлишку лугу понад теоретичну необхідність. Тому в готовому милі може бути присутнім вільний луг.

Важливо! Кількість вільного лугу необхідно обмежувати, оскільки луг може розчиняти (руйнувати) тканину під час прання, а також подразнювати та пошкоджувати шкіру людини.

Визначення вмісту вільного лугу і вуглекислої соди проводять для контролю якості як готового мила так і проміжних продуктів на етапах виробництва.

5. КОНРОЛЬ ВОРОБНИЦТВА СИНТЕТИЧНИХ МІЮЧИХ ЗАСОБІВ

5.1. Технологічні особливості виробництва синтетичних миючих засобів.

5.2. Аналіз порошкоподібних СМЗ.

5.1. ТЕХНОЛОГІЧНІ ОСОБЛИВОСТІ ВИРОБНИЦТВА СИНТЕТИЧНИХ МІЮЧИХ ЗАСОБІВ

Синтетичні миючі засоби (СМЗ) за призначенням поділяють на:

- засоби для прання бавовняних і льняних, шовкових та шерстяних тканин;
- засоби універсального типу для прання різних тканин, в тому числі з синтетичних волокон,
- засоби для туалетних цілей (шампунь, гель для душу, піна для ванни, тощо);
- засоби для миття посуду,
- засоби промислового застосування.

СМЗ складаються з трьох головних компонентів:

- поверхнево активних миючих речовин, що володіють змочуючими, емульгуючими, піноутворюючими, миючими властивостями;
- неорганічних добавок – лужних і нейтральних електролітів, застосування яких підвищує дію першого компоненту;
- органічних добавок – карбоксиметилцелюлози (КМЦ), ферментів, дезінфікуючих речовин, необхідних для відбілювання, ароматизації і т. д.

Важливо! Використання концентрованих фосфатів (як неорганічних добавок) при виробництві миючих засобів у більшості країн світу сьогодні заборонено, оскільки вони негативно впливають на стан екологічної безпеки навколишнього середовища.

Технологія отримання порошкоподібних синтетичних миючих засобів передбачає проведення трьох технологічних операцій (схема рис. 22):

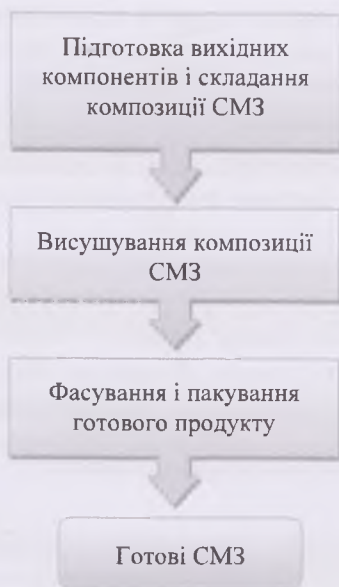


Рис. 22. Схема виробництва порошкових СМЗ.

Підготовка вихідних компонентів і складання композиції СМЗ

- розчинення,
- дозування,
- змішування в відповідності з рецептурою,
- гомогенізація,
- деаерація суспензії.

Висушування композиції СМЗ

- розпилення суспензії,
- висушування і охолодження порошку.

Фасування, пакування готового продукту

- введення термічно нестійких добавок,
- фасування і пакування СМЗ.

Пастоподібні СМЗ, а також рідкі синтетичні миючі засоби – шампуні, миючі засоби для скла, посуду – готують за простішою технологією. Для них операції розпилення і висушування суспензії не передбачаються. Процес приготування пастоподібних і рідких СМЗ полягає у:

- підготовці компонентів,
- ретельному їх змішуванні,
- фільтруванні і фасуванні в поліетиленову чи скляну тару.

Рідкі шампуні, гелі, бальзами тощо фасують в мішечки з поліетилену різної ємкості.

Сучасні засоби для прання дозують у гелеві капсули. Така оболонка розчиняється при контакті з водою. Це приклад СМЗ нового покоління. Об'єм аналізів, виконаних при виготовленні порошкоподібних СМЗ, представлено в таблиці 10, а схему контролю виробництва СМЗ – на рис. 23.

Таблиця 10.

Технохімконтроль виробництва порошкоподібних СМЗ

Об'єкт контролю	Метод відбору проб	Періодичність контролю	Досліджуваний показник
Порошкоподібні, пастоподібні, рідкі миючі засоби	Залежно від упаковки щуп, трубчастий пробовідбірник	За необхідності	Вміст миючого засобу, сульфату натрію, несольфітованих сполук, вологи, молекулярна маса, колір, реакція середовища
Композиція миючих засобів	Зональний пробовідбірник	Те саме	Вміст вологи
Миючий порошок	Перетин потоку	В середній пробі за зміну	Вміст миючих речовин, P_2O_5 , SiO_2 , КМЦ, оптичного відбілювача. вуглекислої соди, вологи. реакція середовища
Готова продукція	Зважування окремих коробок з СМЗ	Не менше 100 коробок за зміну	Маса порошку в коробці

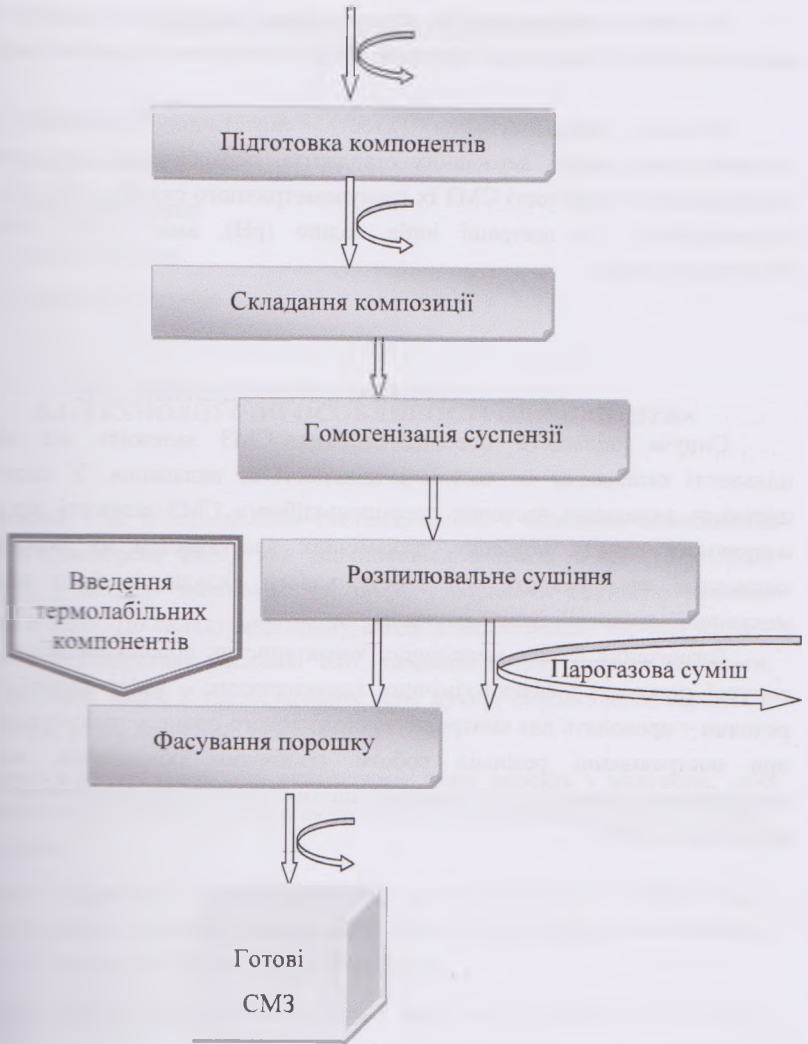


Рис. 23. Схема техноконтролю виробництва СМЗ
(↩ – точки контролю).

До складу миючих засобів входять також алкілбензосульфат натрію, калію, амонію, їх суміші, алкілфеноли, іноді в невеликих кількостях мила.

Методи випробування якості синтетичних миючих засобів регламентовані рядом державних стандартів, передбачених для визначення піноутворюючої здатності СМЗ їх гранулометричного складу, стабільності (для пастоподібних), концентрації іонів водню (рН), вміст ПАВ, карбонат і бікарбонат натрію.

5.2. АНАЛІЗ ПОРОШКОПОДІБНИХ СМЗ

Сипуча щільність порошкоподібних СМЗ залежить від відносної щільності складаючих їх частин і щільності їх вкладання. У свою чергу, щільність вкладання часточок порошкоподібного СМЗ залежить від гранулометричного складу порошку, динамічних властивостей на порошок при заповненні ним ємкості, від вмісту вологи складників його частин, їх механічної стійкості і інших факторів.

Визначення фізико-механічних характеристик порошкоподібних СМЗ – сипучої щільності і фізико-хімічних характеристик – вмісту вологи і летких речовин – проводять для контролю технологічного процесу приготування СМЗ, при налаштуванні режимів роботи технічного обладнання, наприклад пакувальних автоматів для порошкоподібних СМЗ, і при оцінці якості готової продукції в пакеті.

6. КОНТРОЛЬ ВИРОБНИЦТВА МАРГАРИНУ ТА МАЙОНЕЗУ

6.1. Технологічні особливості виробництва маргарину.

6.2. Аналіз молока.

6.3. Аналіз маргарину.

6.4. Аналіз майонезу.

6.5. Звітна документація.

6.1. ТЕХНОЛОГІЧНІ ОСОБЛИВОСТІ ВИРОБНИЦТВА МАРГАРИНУ

Маргарин – це фізико-хімічна система, одним з основних компонентів якої є вода (дисперсна фаза), яка розчиняється в іншій – олії (дисперсне середовище), у вигляді маленьких частинок, утворюючи емульсію прямого типу «вода в олії». До складу маргарину входять високоякісні харчові жири – рафіновані і дезодоровані рослинні олії, тваринні жири, харчові саломаси, гідрогенізовані жири, а також молоко, сіль, цукор, емульгатори, барвники, консерванти, вітаміни та інші компоненти.

Молоко в натуральному чи сквашеному стані вносять у маргарин, щоб надати йому смаку та запаху вершкового масла. З цією метою вносять також і консерванти.

Харчові барвники надають маргарину колір вершкового масла, сіль і цукор – розкривають повноту смаку. Крім цього, солі підвищують стійкість емульсії та продовжують термін його зберігання.

Для одержання стійкої емульсії «вода у жирі» застосовують емульгатори.

Виробництво маргарину передбачає наступні технологічні операції на основних етапах:

Підготовка жирової сировини:

- зберігання рафінованих (дезодорованих) жирів та олій,
- технологічне з'ясування жирової сировини.

Підготовка молока:

- нормалізація (відновлення),
- очищення і пастеризація молока,
- сквашування молока молочнокислими бактеріями,
- охолодження молока.

Підготовка емульгаторів та інших нежирових компонентів:

- розчинення емульгаторів в олії,
- розчинення ароматизаторів в олії або воді,
- пастеризація води та її очищення,
- підготовка лимонної кислоти, цукру, вітамінів, консервантів, барвників.

Приготування емульсії:

- дозування і змішування компонентів,
- ретельне перемішування та емульгування.

Отримання маргарину:

- переохолодження,
- кристалізація,
- механічна (пластична) обробка маргарину.

Схема виробництва маргарину представлена на рис. 24.

Крім маргарину промисловість випускає кондитерські і кулінарні жири, жири для харчоконцентратів, хлібобулочних виробів, а також майонез, що є високодисперсною емульсією дезодорованої рослинної олії у воді та за своїм зовнішнім виглядом нагадує сметану.

Важливо! Кулінарні і кондитерські жири, жири для харчоконцентратів і хлібобулочних виробів на відміну від маргарину практично безводні. Для виготовлення застосовують рафіновані і дезодоровані олії і жири, а також отримані з них саломаси або суміші гідрованих жирів з тваринними жирами і рослинними оліями.

Технологічний процес отримання маргарину методом переохолодження складається з операцій зберігання і темперування дезодорованих жирів, підготовки молока, води, солі, цукру, емульгаторів, барвників, вітамінів, приготування емульсії маргарину спочатку у змішувачі турбінного, гвинтового або пропелерного типу, де утворюється груба емульсія, а після цього в гомогенізаторі, з якого виходить тонко дисперсна емульсія; охолодження

(переохолодження) емульсії у витискувальному охолоджувачі і кристалізаторі; фасування маргарину.

Виробництво маргарину, кондитерських, хлібопекарських і кулінарних жирів та майонезу має багато спільного і складається з операцій, які представлені на схемі рис. 24.

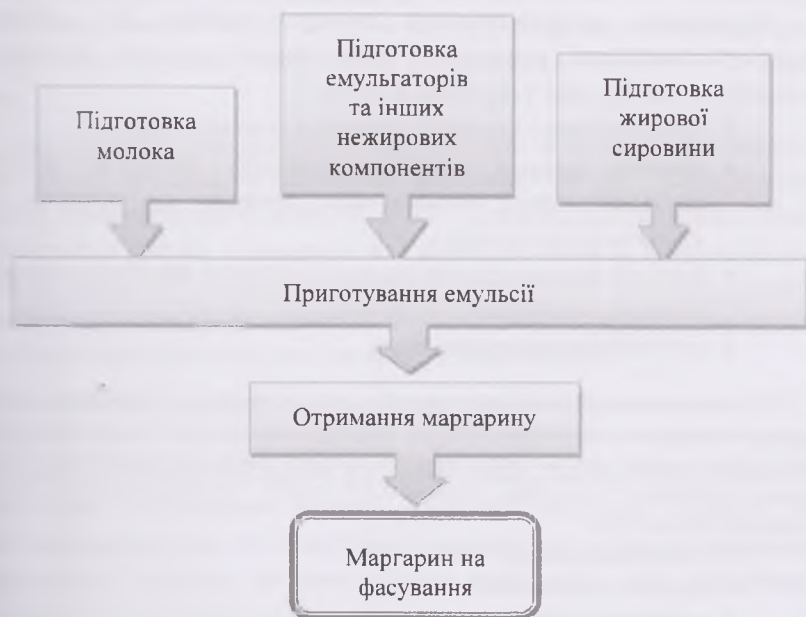


Рис. 24. Схема виробництва маргарину.

За фізико-хімічними показниками маргарин повинен містити не менше 82% жиру, за виключенням шоколадного, у якого, через введення какао-масла, вміст жиру повинен бути не менше 62%, та рідкого жиру – не менше 13%. Вміст вологи і летких речовин для різних видів маргарину становить 16-17%, температура топлення жиру, виділеного з маргарину – 37-38°C, кислотність (в градусах Кеттстофера) не більше 2-2,5°.

Органолептична оцінка, смак і запах – основні показники якості маргарину. Маргарин повинен мати:

- смак і запах вершкового масла;
- однорідну і пластичну консистенцію;
- однорідний у всій масі колір.

Важливо! При обжарюванні маргарин не повинен розбризкуватись.

Проведення органолептичного аналізу потребує від робітників лабораторії необхідної підготовки. Вини повинні володіти підвищеною чутливістю до смаку, запаху, кольору, а також:

- здатністю розрізнити якість чотирьох основних смаків,
- високим порогом смакової чутливості (здатністю визначати достатньо низьку концентрацію речовини, що викликає ледь вловиме відчуття смаку),
- високим порогом смакової різниці (здатністю визначати мінімальну різницю концентрацій речовини),
- достатньою вразливістю нюху.

Для перевірки здібностей дегустаторів щодо тонкощів у розпізнаванні основних смаків застосовують водні розчини сахарози (солодкий смак), розчин винної кислоти (кислий смак) і розчин кофеїну (гіркий смак). Перевірка смакової чутливості проводиться з водним розчином зростаючої концентрації, починаючи від нульової – дистильованої води. Порогова чутливість повинна бути:

- для розчину сахарози – 0,2%,
- розчину хлориду натрію – 0,18,
- розчину винної кислоти – 0,01 н.
- розчину кофеїну – 0,0038%.

Перевірка визначення смакової різниці водних розчинів вказаних речовин за різної концентрації полягає в умінні виявити різницю в смаку двох розчинів, що мінімально відрізняються за концентрацією. Як зразки запахів використовують дезодоровані рослині олії різної якості, коров'яче масло з різним вмістом летких кислот, маргарини з різним вмістом діацетилу і ароматизаторами. Дегустатор повинен вміти правильно визначити 7 з 9 запропонованих проб за основними смаками і запахами.

Оцінку якості маргарину за органолептичними показниками проводять при відборі проб, призначених для хімічного аналізу:

- для нефасованого маргарину – в кожній точковій пробі, відібравши щупом;
- для фасованого маргарину – в кожній одиниці фасовки, відібравши для аналізу.

Відповідно до застосованої технології виробництва органолептичну оцінку маргарину

визначають:

- для нефасованого, виробленого на лінії «холодильний барабан – вакуум-колектор» – не раніше ніж через 24 год після приготування;
- для нефасованого, виробленого на лініях витіснювальними охолоджувачами – при досягненні температури 18°C;
- для фасованого і рідкого маргарину – зразу після виробництва.

Для оцінки смаку і запаху маргарину пробу, взяту при 18°C, тримають у роті достатньо тривалий час (20-30 с), для того щоб добре відчуті смак та запах продукту. Після дегустації кожної проби необхідно прополоскати рот теплою водою.

Колір твердого маргарину визначають оглядом зрізу стовпця маргарину, виготовленого дуном, або оглядом зрізу пачки маргарину при 18°C. Колір рідкого маргарину визначають при температурі 25-32°C оглядом проби не менше 30 мл, яку помістили у склянку з прозорого скла діаметром 40 мм та висотою 60 мм. Для смаку відзначають однорідність забарвлення та його відтінки. Склянку тримають на фоні листка білого паперу і розглядають у розсіяному світлі. Для рідких жирів визначають за температури жиру 20-25°C.

Консистенцію маргарину або твердого жиру визначають при 18°C, оглядаючи стан, форму і поверхню зрізу пачки або точкової проби маргарину. На відміну від запаху і смаку консистенція може бути визначена також і об'єктивним методом – шляхом визначення твердості на термометрі Камінського (рис. 25). Консистенція виражається у відносних одиницях і характеризує величину зусилля (г/см), необхідного для перерізання маргарину у відповідних умовах бруска маргаринової продукції.

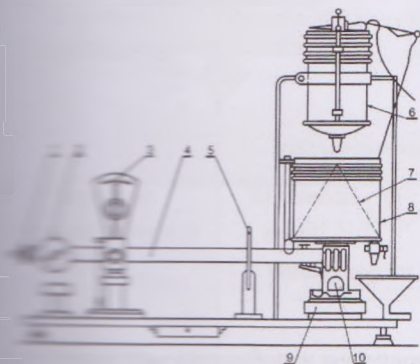


Рис. 25. Твердомір Камінського.

1 – вантаж тонкого регулювання;
2 – противага; 3 – шкала; 4 – коромисло; 5 – аретир; 6 – напірний бачок; 7 – конус; 8 – приймач для води; 9 – камера, що охолоджує; 10 – ріжучий пристрій.

Прозорість кондитерських, кулінарних і хлібопекарських жирів визначають у пробі масою 100 г. для цього пробу поміщають у склянку і розплавляють на водяній бані при 50-70°C. Розтоплений жир переливають у суху чисту пробірку і розглядають у відбитому світлі на фоні листка білого паперу. Якщо у пробі жиру залишились бульбашки повітря, пробірку з жиром на 2-3 хв поміщають у гарячу водяну баню, а після цього повторно перевіряють прозорість.

Контроль виробництва маргарину починають з контролю якості і відповідності сировини згідно державних стандартів і технічних умов на жири та всі інші компоненти рецептури. Висока якість маргаринової продукції забезпечується точним дотриманням технологічних режимів на всіх етапах виробництва, а також станом та рівнем санітарного режиму на підприємстві. Одним з найважливіших є миття і санітарна обробка технологічного та допоміжного обладнання, виробничих приміщень і територій. Це дозволяє уникнути розвитку в маргариновій продукції і майонезі гнильних та маслянокислих бактерій, кишкової палички, дріжджів і плісень.

Важливо! *Тривала практика роботи маргаринових заводів продемонструвала, що основна жирова сировина для маргарину – натуральні та гідровані рослинні олії, порівняно з іншою сировиною, відносно незначно можуть зазнавати мікробіологічного псування. Тому жирова основа для виготовлення маргаринової продукції не піддається санітарно-бактерицидному контролю, а лише технохімічному (схема рис. 26, табл. 11).*

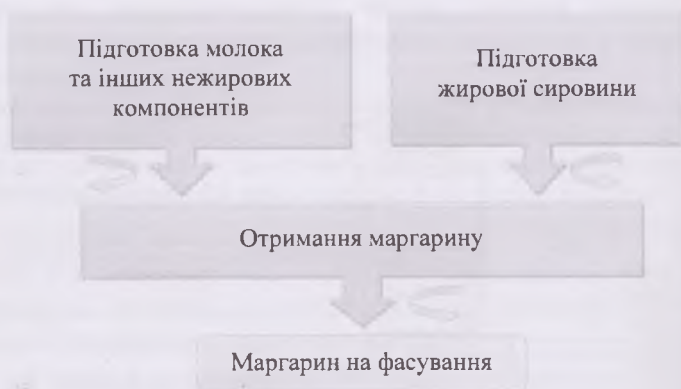


Рис. 26. Схема технохімічного контролю виробництва маргарину (↪ – точки контролю).

Санітарно-бактерицидному контролю підлягають також молоко цільне, стерилізоване, сухе, сквашене і молочнокислі закваски, а також допоміжна сировина: цукор-пісок, сіль, гірчичний та яечний порошки, сухий яечний жовток.

Таблиця 11.

Технохімічний контроль виробництва маргарину

Об'єкт контролю	Метод контролю	Періодичність контролю	Показник, що визначають
Дезодоровані рослинні олії, кокосова олія, пальмова ядрова олія	Зональний пробовідбірник	Для кожної партії	Органолептичні показники; в твердих жирах температура топлення, твердість, вміст твердих триацилгліцеролів
Молоко коров'яче сухе	Щуп для порошкоподібних продуктів	Те ж	Органолептичні показники, вміст вологи, жиру, кислотність, розчинність
Емульгатор твердий	Щуп	3 10% місць від партії, але не менше ніж з 4 місць	Проба на розбризкування, кислотне, ацетильне числа, число омилення
Маргарин в процесі виробництва	Шпателем з бруска або пачки	2 рази у зміну	Органолептичні показники, вміст вологи, летких речовин, температура топлення, твердість
Маргарин (готовий продукт)	Відповідно до вимог НДТ	У середньому об'ємі проби за добу через 24 год після виробництва	Органолептичні показники

Санітарно-бактеріологічному контролю підлягає також готова продукція: маргарин (таблиця 12), кулінарний жир і майонез, а також упаковка і пакувальні матеріали для готової продукції. Такому ж контролю піддається обладнання, повітря виробничих приміщень та руки працівників.

Таблиця 12.

Санітарно-бактеріологічний контроль виробництва маргарину

Об'єкт контролю	Місця контролю і відбору проб	Періодичність контролю	Визначення	
			загальної кількості бактерій, плісені і дріжджів	бродильної проби
Обладнання, через яке проходить молоко	Приймальний танк молока, молокопроводи, танк для пастеризованого молока, пастеризатор	1 раз на день після миття	На чашці Петрі	Тампон у середовище Кесслера
Обладнання, через яке проходить жир та емульсія	Змішувачі, емульгатори, холодильний барабан, лінія отримання маргарину способом переохолодження	1-2 рази на тиждень після миття в залежності від встановленого графіка роботи підприємства	Те ж	Те ж
Повітря виробничих приміщень	Маргариновий цех, молочне відділення, камера визрівання, склад готової продукції	2 рази на місяць, у випадку необхідності частіше	-//-	-//-
Персонал, що працює в цеху і контактує з продукцією	Руки працівників, що безпосередньо приймають участь у виробництві маргарину (і майонезу)	Не рідше 1 разу на 10 днів, 1 раз на квартал	Перевірка на бацилоносійство	-

Ступінь чистоти повітря виробничих приміщень оцінюється за микробальною системою – за кількістю колоній бактерій, цвілі і дріжджів, що розвиваються після 5 хв експозиції чашки Петрі в м'ясопептонному або сировому агарі у виробничому приміщенні маргаринового заводу.

6.2. АНАЛІЗ МОЛОКА

Молоко, яке використовують у виробництві маргарину, повинно відповідати стандартним умовам та вимогам іншої нормативно-технічної документації. За зовнішнім виглядом – однорідна рідина без осаду, біла з легким жовтуватим відтінком; для нежирного молока допускається злегка синюватий відтінок. Смак та запах молока повинні бути чистими, без сторонніх смаків і присмаків.

Кислотність молока зумовлена присутністю фосфорнокислих та сірчаних солей в його складі, білків кислої природи та амінокислот. Крім того, при зберіганні кислотність молока зростає у зв'язку з розвитком молочнокислих бактерій, що продукують кислі продукти.

Кислотність молока виражають в *градусах Тернера ($^{\circ}T$)* – кількість $0,1$ н розчину лугу, необхідного для нейтралізації 100 мл молока.

Щільність молока – це відношення маси молока при $20^{\circ}C$ до маси води при $4^{\circ}C$.

Важливо! Середня щільність цільного молока – $1,03$. Залежно від породи корови, умов годівлі та деяких інших чинників щільність молока може коливатися в межах $1,026-1,034$. Зміна щільності молока залежить від температури. При визначенні щільності температура молока повинно становити $16-25^{\circ}C$.

6.3. АНАЛІЗ МАРГАРИНУ

Дослідження починають з оцінки якості маргарину за органолептичними показниками, які повинні бути доповнені хімічними методами визначення маси у маргарині кухонної солі, вологи і летких речовин, а також визначення його фізичних та фізико-хімічних характеристик: температури плавлення, твердості та ін.

6.4. АНАЛІЗ МАЙОНЕЗУ

Дослідження оцінки якості майонезу починають з визначення органолептичних показників з подальшим визначенням фізико-хімічних показників: вміст жиру, вологи, стійкість емульсії, кислотність.

6.5. ЗВІТНА ДОКУМЕНТАЦІЯ

На підприємствах олійно-жирової промисловості діють сировинні, заводські та центральні лабораторії, які забезпечують контроль якості сировини, допоміжних матеріалів і готової продукції, їх відповідність вимогам ДСТУ та інших нормативних документів.

Лабораторії періодично контролюють дотримання технологічних параметрів виробництва, передбачених діючими нормами, інструкціями, регламентами і рекомендаціями, а також встановленими документами правила зберігання сировини, допоміжних матеріалів і готової продукції.

Робітники лабораторії оформляють різні документи, в яких зберігають результати аналізів якості олійної сировини та готової продукції на всіх стадіях технологічного контролю. В лабораторіях ведуть:

- журнал якості олійної і жирової сировини, яка поступила на підприємство, за даними документів постачальника і результатами аналізів лабораторії підприємства-отримувача;
- журнали контролю технологічних процесів, де реєструються результати технoхімічного контролю за роботою окремого обладнання технологічних стадій і всього технологічного процесу;
- журнали контролю окремих показників якості, важливих для кількісно-якісного обліку сировини і продукції.

Перелік питань для самоконтролю

1. Забезпечення якості продукції в олійно-жировому виробництві. Загальні відомості про техноіміконтроль.
2. Система стандартизації та сертифікації сировини, допоміжних матеріалів і готової продукції олійно-жирової галузі.
3. Основні показники якості та їх використання для організації і проведення техноіміконтролю виробництва рослинних і тваринних жирів.
4. Принципи управління якістю продукції. Система HACCP при виробництві олій та жирів.
5. Функції виробничих лабораторій та правила техніки безпеки при роботі в хімічній лабораторії в олійно-жировому виробництві.
6. Відбір проб сировини, матеріалів, напівфабрикатів, готової продукції і відходів при виробництві олій та жирів.
7. Техноіміконтроль виробництва олій. Загальна схема технологічного процесу.
8. Підготовка і зберігання олійної сировини. Методи аналізу якості олійного насіння та проміжних продуктів його переробки.
9. Аналіз рослинних олій, жмиху і шроту. Техноіміконтроль основних процесів
10. Техноіміконтроль основних рафінаційних процесів олійного виробництва (гідратації, нейтралізації, гідрогенізації, відбілювання, дезодорації).
11. Методи аналізу та визначення вмісту характерних компонентів технологічного процесу рафінації олій.
12. Контроль якості олійного насіння та проміжних продуктів його переробки. Основні методи аналізу.

13. Технохімконтроль виробництва твердих жирів. Загальна схема технологічного процесу.
14. Підготовка і зберігання жирової сировини. Методи аналізу якості сировини, проміжних продуктів та готової продукції.
15. Технохімконтроль виробництва топлених жирів та визначення їх якості.
16. Контроль виробництва і якості жирів для кормових і технічних цілей.
17. Контроль якості рослинних олій, жмиху і шроту. Основні методи аналізу.
18. Технохімічний контроль виробництва маргарину.
19. Методики аналізів у виробництві маргарину.
20. Основні показники якості технологічного процесу виготовлення маргарину та їх визначення.
21. Гідрогенізація та переетерифікація жирів. Технохімконтроль процесів.
22. Методики аналізів та показники якості гідрогенізованих і переетерифікованих жирів.
23. Контроль якості маргарину та саломасу. Основні методи аналізу.
24. Технохімконтроль виробництва майонезу.
25. Технохімічний контроль виробництва майонезної продукції.
26. Методики аналізів у виробництві майонезу.
27. Основні показники якості технологічного процесу виготовлення майонезу та їх визначення.
28. Контроль якості майонезу. Основні методи аналізу.
29. Технохімконтроль миловарного виробництва.
30. Методики аналізів у виробництві мила.

31. Основні показники якості технологічного процесу виготовлення мила та їх визначення.
32. Контроль якості мила. Основні методи аналізу.
33. Технохімконтроль виробництва гліцерину. Методики аналізів та основні показники якості.
34. Технохімічний контроль виробництва жирних кислот. Методики аналізів та основні показники якості.
35. Контроль якості гліцерину і жирних кислот. Основні методи аналізу.

Перелік використаної літератури

1. В.А.Домарецький, М.В.Остапчук, А.І.Українець. Технологія харчових продуктів. Підручник. – Київ: НУХТ, 2003.
2. В.С.Ростовський, А.В.Колісник. Системи технологій харчових виробництв. Навчальний посібник. – Київ: «Кондор», 2008.
3. В.Я.Плахотін, І.С.Тюрікова, Г.П.Хомич. Теоретичні основи технологій харчових виробництв. Навчальний посібник. – Київ: Центр навч. л-ри, 2006.
4. Л.Л.Товажнянський, С.І.Бухкало, П.О.Капустенко та ін. Харчові технології у прикладах та задачах. Підручник. – Київ: «Центр учбової літератури», 2008.
5. С.І. Бухкало. Загальна технологія харчової промисловості у прикладах і задачах. Підручник. – Київ: «Центр учбової літератури», 2014.
6. Г.Ф.Васильєва. Дезодорація масел и жирів. – СПб.: ГИОРД, 2000.
7. Р.Й. Кравців, М.З.Паска, І.М.Ощипок. Довідник технолога олійно-жирового виробництва. Підручник. – Львів, 2004.
8. А.П.Нечаєв, И.С.Шуб, О.М.Аношина и др. Технология пищевых производств. – Москва: КолосС, 2005.
9. В.А.Домарецький, М.В.Остапчук, А.І.Українець. Технологія харчових продуктів. Підручник. – Київ: НУХТ, 2003.
10. О.І.Черевко, Л.М.Крайнюк, Л.О.Касілова та ін. Методи контролю харчових виробництв. Навчальний посібник. – Харків, 2005.
11. А.П.Нечаєв. Пищевая химия. – СПб.: ГИОРД, 2001.
12. Ф.Ф.Гладкий. Хімія жирів. Підручник. – Київ: Вища школа, 2002.
13. Н.С.Арутюнян, Е.П.Корнена, Е.В.Мартовшук и др. Лабораторний практикум по химии жирів. – СПб.: ГИОРД, 2004.
14. А.А.Дубініна, Л.П.Малюк, Г.А. Селютіна та ін. Токсичні речовини у харчових продуктах та методи їх визначення. Підручник. – Київ: Професіонал, 2007.
15. Т.М.Диминь, Т.Г.Мазур. Безпека продовольчої сировини і харчових продуктів. Підручник. – Київ: «Академія», 2011.
16. О.В.Богомолів, Н.В.Верешко, О.М.Сафонова та ін. Зберігання та переробка сільськогосподарської продукції. Підручник. – Харків: «Еспада», 2008.

Тематика індивідуальних завдань

1. Технохімконтроль при виробництві спредів.
2. Технохімконтроль при виробництві шортенінгів.
3. Технохімконтроль при виробництві фритюрних жирів.
4. Технохімконтроль при виробництві кондитерських жирів.
5. Технохімконтроль при виробництві хлібопекарних жирів.
6. Технохімконтроль при виробництві кулінарних жирів.
7. Технохімконтроль при виробництві топлених жирів.
8. Технохімконтроль при виробництві дрессингів.
9. Технохімконтроль при виробництві майонезних соусів.
10. Переробка насіння арахісу. Технохімконтроль виробництва.
11. Переробка насіння кунжуту. Технохімконтроль виробництва.
12. Переробка насіння льону. Технохімконтроль виробництва.
13. Переробка насіння коноплі. Технохімконтроль виробництва.
14. Переробка насіння перили. Технохімконтроль виробництва.
15. Переробка насіння ріпаку. Технохімконтроль виробництва.
16. Переробка насіння гірчиці. Технохімконтроль виробництва.
17. Переробка насіння фруктових кісточок. Технохімконтроль виробництва.
18. Переробка насіння тунгу. Технохімконтроль виробництва.
19. Переробка насіння сої. Технохімконтроль виробництва.
20. Переробка насіння коріандрових відходів. Технохімконтроль виробництва.
21. Переробка насіння рицини. Технохімконтроль виробництва.
22. Переробка насіння виноградних кісточок. Технохімконтроль виробництва.
23. Переробка насіння кедрового горіха. Технохімконтроль виробництва.

Зміст

Вступ	3
1. ТЕХНОХІМІЧНИЙ КОНТРОЛЬ ВИРОБНИЦТВА РОСЛИННИХ ОЛІЙ	5
1.1. ЗАГАЛЬНА СХЕМА ТЕХНОЛОГІЧНОГО ПРОЦЕСУ	5
1.2. ПІДГОТОВКА ДО ЗБЕРІГАННЯ ТА ЗБЕРІГАННЯ НАСІННЯ	7
1.3. МЕТОДИ АНАЛІЗУ ЯКОСТІ ОЛІЙНОГО НАСІННЯ	10
1.3.1. Вміст вологи в олійній сировині	10
1.3.2. Засміченість насіння та вміст насінневих і плодових оболонки	18
1.3.3. Олійність насіння та плодів	20
1.3.4. Одночасне визначення кількох характеристик якості олійного насіння	24
1.4. МЕТОДИ АНАЛІЗУ ПРОМІЖНИХ ПРОДУКТІВ ПЕРЕРОБКИ ОЛІЙНОГО НАСІННЯ	26
1.4.1. Підготовка насіння до добування олії, попереднє пресування та екстракція	26
1.4.2. Вміст насінневих і плодових оболонки в ядрі, яке надходить на подрібнення	34
1.4.3. Вміст вологи в м'ятці та ступінь її подрібнення	34
1.4.4. Вміст механічних домішок у місцелі та її концентрація	34
1.5. МЕТОДИ АНАЛІЗУ МАКУХИ І ШРОТУ	35
1.5.1. Вміст вологи в макусі і шроті	35
1.5.2. Олійність макухи та шроту	36
1.5.3. Вміст протеїну в макусі та шроті	36
1.5.4. Вміст золи в макусі та шроті	36

1.5. МЕТОДИ АНАЛІЗУ РОСЛИННИХ ОЛІЙ	36
1.5.1. Вміст відстою в олії	40
1.5.2. Вміст вологи і летких речовин в олії	40
1.5.3. Вміст фосфоліпідів в олії	40
1.5.4. Кислотне число олії	41
1.6. ВИЗНАЧЕННЯ ОЧІКУВАНИХ ВИХОДІВ ОЛІЙ, ШРОТУ ТА ВИХОДІВ ВИРОБНИЦТВА	41
2. ТЕХНОХІМІЧНИЙ КОНТРОЛЬ ЖИРОПЕРЕРОБНИХ ВИРОБНИЦТВ	42
2.1. КОНТРОЛЬ РАФІНАЦІЇ ЖИРІВ І ОЛІЙ	42
2.1.1. Види жирової сировини і показники її якості	42
2.1.2. Вміст гідроксиду натрію (NaOH) і карбонату натрію (Na_2CO_3) в каустичній соді, що використовується для нейтралізації	53
2.1.3. Розрахунок кількості лугу, необхідного для рафінації олії	53
2.1.4. Пробна гідратація. Вихід гідратованої олії	55
2.1.5. Пробна лужна нейтралізація	56
2.1.6. Аналіз соапстоку світлих олій	56
2.2. КОНТРОЛЬ ГІДРАТОВАНИХ ЖИРІВ	56
2.2.1. Температура топлення саломасів	61
2.2.2. Густр саломасу	61
2.3. АКТИВНІСТЬ КАТАЛІЗАТОРА	62
2.4. КОНТРОЛЬ ГІДРОЛІЗУ ЖИРІВ, ВИРОБНИЦТВА МІЛЮ ТА ЖИРНИХ КИСЛОТ	63
2.5. ТЕХНОЛОГІЧНІ ОСОБЛИВОСТІ ГІДРОЛІЗУ ЖИРІВ ТА МІЛЮ	63

3.2. ГЛИБИНА ГІДРОЛІЗУ ЖИРІВ І КОНЦЕНТРАЦІЯ ГЛІЦЕРОЛОВОЇ ВОДИ	69
3.3. АНАЛІЗ ГЛІЦЕРОЛУ	69
4. КОНТРОЛЬ ВИРОБНИЦТВА МИЛА	70
4.1. ТЕХНОЛОГІЧНІ ОСОБЛИВОСТІ МИЛОВАРНОГО ВИРОБНИЦТВА	70
4.2. ВМІСТ ЖИРНИХ, СМОЛЯНИХ, НАФТОВИХ КИСЛОТ В МИЛІ. ЯКІСНЕ ЧИСЛО МИЛА	75
4.3. МАСОВА ЧАСТКА ВІЛЬНОГО ЛУГУ І ВІЛЬНОЇ ВУГЛЕКИСЛОЇ СОДИ В МИЛІ	75
5. КОНТРОЛЬ ВИРОБНИЦТВА СИНТЕТИЧНИХ МИЮЧИХ ЗАСОБІВ	76
5.1. ТЕХНОЛОГІЧНІ ОСОБЛИВОСТІ ВИРОБНИЦТВА СИНТЕТИЧНИХ МИЮЧИХ ЗАСОБІВ	76
5.2. АНАЛІЗ ПОРОШКОПОДІБНИХ СМЗ	80
6. КОНТРОЛЬ ВИРОБНИЦТВА МАРГАРИНУ ТА МАЙОНЕЗУ	81
6.1. ТЕХНОЛОГІЧНІ ОСОБЛИВОСТІ ВИРОБНИЦТВА МАРГАРИНУ ТА МАЙОНЕЗУ	81
6.2. АНАЛІЗ МОЛОКА	89
6.3. АНАЛІЗ МАРГАРИНУ	89
6.4. АНАЛІЗ МАЙОНЕЗУ	90
6.5. ЗВІТНА ДОКУМЕНТАЦІЯ	90
Перелік використаної літератури	91
Перелік питань для самоконтролю	93
Тематика індивідуальних завдань	95