**Лабораторная работа № 1**

Определение качества растительного и животного жира

***Этап 1 Определение кислотного числа***

Описанный ниже титриметрический метод применяют для установления кислотности растительных и животных жиров, но не используют для восков. Под кислотным числом (к.ч.) понимают количество миллиграммов гидроксида калия, требуемое для нейтрализации свободных жирных кислот, которые содержаться в 1 г жира или масла.

*Используемые реактивы:*

1. Смесь толуола и изопропилового спирта объемном в соотношении 1: 1.
2. Водный раствор гидроокиси калия [KOH] = 0.01 моль/ л.
3. Раствор фенолфталеина в 96 % этиловом спирте.

По жирно-кислотному составу растительные масла и животные жиры значительно различаются. Поэтому кислотность жира или масла приводится с учетом какой-то основной (в количественном отношении) высшей жирной кислотой, например как показано в табл. 1.

*Таблица 1*

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Вид жира или масла | В пересчете на кислоту | Молярная масса, г/моль |
| Кокосовое масло, пальмоядровое масло или подобные масла;  Пальмовое масло  Масло из некоторых крестоцветных\*  Все другие жиры и масла | Лауриновую  Пальмитиновую  Эруковую  Олеиновую | 200  256  338  282 |
| Для рапсового масла с низким содержанием эруковой кислоты кислотность должна пересчитываться на олеиновую кислоту. | | |

Если в образце имеются минеральные кислоты, то они повышают общую кислотность биоматериала, но с помощью данной методики обнаружить их отдельно от органических кислот невозможно.

*Ход работы*

Для установления к.ч. отбираем 2 мл масла. Но, для расчета к.ч. необходимо знать массу отбираемого биоматериала, поэтому предварительно определяем плотность масла. Для этого отбираем 5 мл соответствующего масла и взвешиваем его с точностью до 2-го знака после запятой. Из соотношения массы к объему находим плотность. Примерные значения к.ч. в зависимости от массы отбираемой пробы приведены в табл. 2.

Помещаем пробу масла в коническую колбу вместимостью 100-200 мл. Растворяем ее в 25 мл смеси толуола с изопропиловым спиртом. Полученный раствор титруем при постоянном перемешивании раствором гидроокиси калия 0.01 моль/л до точки эквивалентности, определяемую по индикатору (розовый цвет фенолфталеина, устойчивый в течении 30 с). Описанную процедуру выполняем 2 раза для опытной пробы, если результаты по контрольной уже известны, либо титруем опытную и контрольную пробы. Контрольная проба – это смесь толуола с изопропиловым спиртом.

*Таблица 2*

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Ожидаемое кислотное число | Масса навески , г. | Точность взвешивания навески, г. |
| <1  1-4  4-15  15-75  >75 | 20  10  2,5  0,5  0,1 | 0,05  0,02  0,01  0,001  0,0002 |

Кислотное число вычисляется по формуле:

,

где, V-объем стандартного раствора гидроокиси калия, мл, пошедшего на титрование;

с- точная концентрация использованного стандартного титрованного раствора гидроокиси калия, моль/ л;

56,1 - молярная масса гидроокиси калия;

m- масса навески, г.

В случае проведения нескольких параллельных опытов за результаты определения принимают среднеарифметическое значение нескольких измерений.

***Этап 2 Определение йодного числа***

Метод основан на способности непредельных жирных кислот молочного и растительного жира присоединять йод. В триацилглицеридах молочного жира обнаружено более 140 жирных кислот с числом атомов углерода от 4 до 26. Однако только 10-12 кислот с четным числом атомов углерода от 4 до 18 встречаются в количестве от 1 до 5% каждая. Их называют главными. Остальные кислоты получили названия минорных. Из главных кислот в составе молочного жира преобладают предельные, на их долю в среднем приходится 65% всей массы жирных кислот, а в составе растительного жира – непредельные. Среди непредельных примерно 30% составляет олеиновая кислота. Количество биологически важных полиненасыщенных кислот — линолевой, линоленовой и арахидоновой, невелико и составляет 3…5 % всей массы жирных кислот.

Для характеристики степени непредельности жирных кислот в животном и растительном жире используют йодное число. Количественно йодное число выражается в граммах йода, присоединяющегося к 100 граммам жира.

Реактивы и материалы:

1. Колба коническая с притертой пробкой вместимостью 400 см3;
2. Весы лабораторные
3. Бюретки вместимостью 25мл. и ценой деления 0,1 мл.;
4. Баня водяная для колб;
5. Электроплитка;
6. Цилиндр вместимостью 200 мл;
7. Секундомер;
8. Биоматериал для исследования
9. Спиртовой раствор йода (С э = 0,2 моль/дм3)
10. 1%-ный раствор крахмала
11. Раствор тиосульфата натрия
12. Дистиллированная вода

*Методика проведения анализа.*

Берут две конические колбы вместимостью по 400 мл. с притертыми пробками. В одну отвешивают 0,20-0,30 г ± 0,01г масла (опытная проба), другую оставляют пустой (контрольная проба). В обе колбы из бюретки добавляют по 20 мл 96%-ного этанола. Опытную пробу нагревают на водяной бане с температурой 50-60 °С до получения однородной эмульсии.

Затем в обе колбы из бюретки вносят по 25 мл. спиртового раствора йода (Сэ = 0,2 моль/л) и цилиндром - по 200 мл. дис­тиллированной воды, содержимое перемешивают. Колбы закрывают пробками и выдерживают при комнатной температуре в темном месте в течение 15 мин. Далее реакционную смесь в каждой колбе быстро (чтобы максимально связать избыток йода) титруют из бюретки раствором тиосульфата натрия (Сэ = 0,1 моль/дм3) до желтого окрашивания, после чего добавляют 1 см3 1%-ного раствора крахмала*.*Смесь приобретает буро-фиолетовое окрашивание. Содержимое колбы вновь титруют раствором тиосульфата натрия, добавляя его по каплям до обесцвечивания. В расчете используют весь объем раствора тиосульфата натрия, из­расходованного на титрование каждой пробы.

Йодное число (в единицах, ед.) вычисляют по формуле:

*К* = ((Vk-Vo) · 0.01269 ·100)/ m, где

*К—*йодное число, ед. (1 ед, соответствует 1 г йода, присоединяющегося к 100 г жира);

*V*к— объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование контрольной пробы, мл;

*V*o — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование опытной пробы,мл;

0,01269 — масса йода, соответствующая 1 мл раствора тиосульфата натрия с эквивалентной концентрацией 0,1 моль/л, г;

*т —*масса жира, г;

100 — коэффициент пересчета на 100 г жира.