المملكة العربية السعودية
المؤسسة العامة للتدريب التقني والمهني
الإدارة العامة لتصميم وتطوير المناهج

تخصص تقنية التصنيع الغذائي

تحليل الأغذية

(عملي)

١٥٢ صنع

طبعة ١٤٢٩ هـ

مقدمة

الحمد لله وحده، والصلاة والسلام على من لا نبي بعده، محمد وعلى آله وصحبه، وبعد:

تسعى المؤسسة العامة للتدريب التقني والمهني لتأهيل الكوادر الوطنية المدربة القادرة على شغل الوظائف التقنية والفنية والمهنية المتوفرة في سوق العمل، ويأتي هذا الاهتمام نتيجة للتوجهات السديدة من لدن قادة هذا الوطن التي تصب في مجملها نحو إيجاد وطن متكامل يعتمد ذاتياً على موارده وعلى قوة شبابه المسلح بالعلم والإيمان من أجل الاستمرار قدماً في دفع عجلة التقدم التنموي، لتصل بعون الله تعالى لمصاف الدول المتقدمة صناعياً.

وقد خطت الإدارة العامة لتصميم وتطوير المناهج خطوة إيجابية تتفق مع التجارب الدولية المتقدمة في بناء البرامج التدريبية، وفق أساليب علمية حديثة تحاكي متطلبات سوق العمل بكافة تخصصاته لتلبي متطلباته، وقد تمثلت هذه الخطوة في مشروع إعداد المعايير المهنية الوطنية الذي يمثل الركيزة الأساسية في بناء البرامج التدريبية، إذ تعتمد المعايير في بنائها على تشكيل لجان تخصصية تمثل سوق العمل و المؤسسة العامة للتدريب التقني والمهني بحيث تتوافق الرؤية العلمية مع الواقع العملي الذي تفرضه متطلبات سوق العمل، لتخرج هذه اللجان في النهاية بنظرة متكاملة لبرنامج تدريبي أكثر التصاقاً بسوق العمل، وأكثر واقعية في تحقيق متطلباته الأساسية.

وتتناول هذه الحقيبة التدريبية " تحليل الأغذية - عملي " لمتدربي قسم" تقنية التصنيع الغذائي " للكليات التقنية موضوعات حيوية تتناول كيفية اكتساب المهارات اللازمة لهذا التخصص.

والإدارة العامة لتصميم وتطوير المناهج وهي تضع بين يديك هذه الحقيبة التدريبية تأمل من الله عز وجل أن تسهم بشكل مباشر في تأصيل المهارات الضرورية اللازمة، بأسلوب مبسط يخلو من التعقيد، وبالاستعانة بالتطبيقات والأشكال التي تدعم عملية اكتساب هذه المهارات.

والله نسأل أن يوفق القائمين على إعدادها والمستفيدين منها لما يحبه ويرضاه، إنه سميع مجيب الدعاء.

الإدارة العامة لتصميم وتطوير المناهج

تمهيد

الحمد لله رب العالمين، والصلاة والسلام على أشرف المرسلين، نبينا محمد النبي الأمين، ومن اتبع هديه إلى يوم الدين.

هذه الحقيبة في تحليل الأغذية (الجزء العملي)، نقدمه لمتدربي قسم شعبة تقنية التصنيع الغذائي، وقد راعينا فيها تنقيح وتحديث وتبسيط المعلومات بما يتناسب مع المتدربين وفقا للمنهج الدراسي المعتمد.

يلعب تحليل الأغذية دورا كبيرا لتحقيق رغبة المستهلك في الحصول على غذاء يتمناه، حيث يعلم المستهلك علم اليقين علاقة الغذاء بالصحة، ولذلك فهو لا يتناول الغذاء إلا إذا توفرت لديه معلومات كافية عن تركيبه العام، وبطبيعة الحال فإن تلك المعلومات لا تتوفر إلا بالتحليل الكيميائي الدقيق للغذاء.

ولكي تستطيع شركات إنتاج الأغذية المنافسَة في الأسواق يجب أن تفي منتجاتها بمتطلبات المستهلكين، ولتحقيق ذلك يجب أن يسود مفهوم توكيد الجودة وعندئذ تخضع كل خطوات إنتاج الغذاء حتى وصوله إلى المستهلك لتحليل دقيق للتأكد من سلامتها.

ويتولى الرقابة على الغذاء في الدولة هيئات حكومية تضع نصب أعينها محاور الرقابة الثلاثة من إعداد التشريعات والمواصفات القياسية، ثم سبل تحليل الأغذية في المختبرات المتخصصة، مع إجراء عمليات التفتيش الفعالة على مصادر إنتاج الغذاء بغية تحقيق الهدف المنشود من توفير غذاء آمن وصحي للمستهلكين بكافة أنماطهم ومستوياتهم المعيشية.

ويتم في هذه الحقيبة نتناول طرق تقدير مكونات الغذاء من الماء- الأحماض العضوية ورقم الحموضة- الرماد (الأملاح المعدنية)- الفيتامينات (فيتامين ج)- الصبغات (الكلوروفيل والكاروتين)- البروتين الكلي- النتروجين اللابروتيني- الكربوهيدرات (السكريات المختزلة والنشا)- الألياف الخام- الدهون الكلية وثوابتها، وهذا يفيد في تفسير التغيرات التي تحدث بالأغذية بعد الحصاد وأثناء خطوات التصنيع المختلفة.

ومعظم الطرق المستخدمة في تحليل الأغذية لمعرفة التركيب الكيميائي. تعتبر طرقاً رسمية ومعروفة عالميا من لدى هيئة المحللين الكيميائيين الرسمية AOAC والهيئة الأمريكية لكيميائيي الحبوب AACC والهيئة الأميركية لكيميائيي الزيوت AOCS.

والله نسأل أن يجعل هذا العمل خالصا لوجهة الكريم، وأن ينتفع به المتدربون ويكون خير عون لهم على التقدم في هذا المجال الحيوي الهام، وهو الهادي إلى سواء السبيل.

تحليل الأغذية - عملي

المحاليل والأدلة المستخدمة في تحليل الأغذية والإلمام بقواعد السلامة في معامل تحليل الأغذية

الوحدة الأولى: المحاليل والأدلة المستخدمة في تحليل الأغذية والإلمام بقواعد السلامة في معامل تحليل الأغذية

الجدارة: القيام بعملية المعايرة واستخدام الأدلة والإلمام بقواعد السلامة.

الأهداف:

١- أن يتعرف المتدرب على قواعد وإجراءات السلامة في المختبر.

٢- أن يقوم المتدرب بإجراء المعايرة بين حمض وقاعدة ويلاحظ نقطة التعادل.

مستوى الأداء المطلوب: أن يصل المتدرب إلى إتقان الجدارة بنسبة ٩٨٪.

الوقت المتوقع للتدريب على الجدارة: ٤ ساعات.

الوسائل المساعدة: سحاحة - دورق مخروطي سعة ١٠٠ مل- حمض قياسي عياريته ٠,١ عياري، وقاعدة قياسية عياريتها ٠,١ عياري- دليل الفينول فيثالين- دليل Methyl orange.

متطلبات الجدارة: أن يكون المتدرب قادرا على تقدير وملاحظة نقطة التعادل وتطبيق قواعد السلامة أثناء التجربة في المختبر.

قواعد السلامة في مختبر تحليل الأغذية وفحص الأجهزة والأدوات المستخدمة

أولا : قواعد السلامة في المختبر

يراعى عند بدء العمل في المختبر أن يكون المتدرب ملما بقواعد السلامة وحريصا في عمله حتى لا يعرض نفسه إلى بعض الأخطار التي تنتج عن الإهمال في العمل وأن يحافظ على الأدوات والأجهزة الموجودة في المختبر وأن يكون دقيقا في تجاربه حتى يحصل على نتائج صحيحة.

ولكي يتم ذلك عليه مراعاة ما يأتي:

١- على المتدرب أن ينفذ تعليمات المدرب بكل دقة داخل المختبر.

٢- لا تلمس المواد الكيماوية بيديك وعليك استخدام الأدوات المخصصة لذلك.

٣- لا تشم الأبخرة المتصاعدة من المواد الكيميائية أو تفاعلاتها ولا تتذوقها إلا إذا طلب منك ذلك.حيث إن بعض الأبخرة المتصاعدة سامة.

٤- التجارب التي ينتج عنها أبخرة أو غازات ضارة تجرى في غرفة الغازات المعدة لذلك.

٥- تأكد أنك تستعمل المادة الصحيحة وذلك بقراءة الورقة الملصقة عليها أكثر من مرة وأعد الوعاء جيدا بعد أخذ حاجتك. ولا تفتح عدة زجاجات في وقت واحد بل أعد غطاء كل زجاجة فور أخذ حاجتك منها.

٦- عند تسخين محلول في أنبوبة اختبار اجعل اللهب هادئا وابدأ بالتسخين من أعلى إلى أسفل مع تحريك الأنبوبة باستمرار مع جعل فوهتها بعيدا عن وجهك ووجوه زملائك.

٧- عند تخفيف حمض الكبريتيك المركز لا يضاف الماء إلى الحمض بل يضاف الحمض إلى الماء ببطء شديد وعلى جدار الإناء مع التقليب المستمر حيث تنطلق كمية كبيرة من الحرارة قد تؤدي إلى كسر الإناء المستخدم وإلى أضرار أخرى.

٨- لاتسخن الأدوات الزجاجية وهي مبللة بالماء من الخارج ولا تضعها على شيء مبلل أو بارد جدا بعد تسخينها حتى لا تعرضها للكسر.

٩- عند الانتهاء من التجارب نظف الأدوات التي استعملتها بالماء جيدا ثم بالماء المقطر حتى تكون نظيفة عند استعمالها في المرات القادمة وضعها في مكانها المخصص لذلك.

ويمكنك التأكد من نظافة الأواني والأدوات الزجاجية بوضع قليل من الماء المقطر فيها، ويرج ثم يسكب منها، فإذا شاهدت الماء المتخلف بالإناء كغشاء متصل فالإناء يعتبر نظيفا. وعلى العكس إذا تجمع الماء المتخلف في قطرات منفصلة فإن الإناء غير نظيف.

١٠- دون مشاهداتك وملحوظاتك عن التجارب أولا بأول بكل دقة ولا تعتمد على الذاكرة.

١١- عند استعمال الميزان الحساس يراعى ما يأتي:

(أ) أن يكون الميزان موضوعا على سطح أفقي وأن يضبط باستخدام المسامير المحواة (القلاووظ) لجعله أفقيا. ويمكن معرفة ذلك بقاعدة الهواء الموجود بالقاعدة على أن تكون في منتصف الدائرة.

(ب) أن يكون الميزان بعيدا عن تيارات الهواء.

(ج) أن تكون الكفة نظيفة جدا وموضوعة في مكانها الصحيح.

(د) أن يكون تدريج الميزان مضبوطا على الصفر.

(هـ) أن يعاد ضبط الميزان قبل كل عملية وزن.

(و) أن تبرد الأجسام المراد وزنها إذا كانت ساخنة قبل الوزن.

(ز) يجب تدوين الأوزان التي تحصل عليها بعد الوزن مباشرة.

التعامل مع المواد الكيماوية الخطرة

١- المواد الكيميائية السريعة الاشتعال

إن كثيرا من المواد الكيميائية السائلة والمذيبات العضوية مثل الأثير والأسيتون وثاني كبريتيد الكربون والبنزين وغيرها تشتعل بسرعة، لذا يجب وضعها على مناضد وأماكن خاصة في المختبر، وبعيدا عن أي مصدر حراري. ومن الخطر والخطأ الشائع عند المبتدئين تسخين هذه المواد في إناء مفتوح مباشرة على لهب بنزن.

فالطريقة الصحيحة والمسموح بها هي تسخين مثل هذه المواد على حمام بخاري أو مائي وأحيانا تحتاج إلى أن توضع هذه المواد في وعاء مجهز بمكثف إذا تطلب ذلك سلامة العمل في تجربة ما.

٢- المواد الكيميائية المتلفة

هناك أخطار جسيمة ناجمة عن سوء استعمال بعض المواد الكيميائية في المختبر مثل الأحماض والقواعد القوية والبروم والصوديوم وكبريتات الميثيل والمواد الفوسفورية. وعندما تحتاج التجارب المختبرية استعمال هذه المواد فمن الضروري مراعاة التعليمات المختبرية الخاصة بذلك. .فلا يجوز إضافة الماء مثلا إلى حامض الكبريتيك المركز لأنه يكون مصحوبا بانبعاث حرارة مع غليان وتطاير رذاذ الحامض مسببا

حروقا للأجسام التي يقع عليها مع كسر الإناء المستخدم. ولذلك يجب إضافة الحامض تدريجيا وبهدوء إلى الماء على جدار الإناء مع الرج المستمر. ويفضل اتباع هذه الطريقة عند تخفيف كل الأحماض القوية المركزة. وتعالج الحروق الناجمة عن الحوامض القوية بأن تعادل بمحلول بيكربونات الصوديوم، أما الحروق الناجمة عن القواعد القوية مثل هيدروكسيد الصوديوم فتعالج بمحلول مخفف من حامض الخليك. وتعالج الحروق الناجمة عن سوء استعمال الصوديوم بسكب الماء على المكان المتأثر ثم غسله بمحلول ١٪ من حامض الخليك.

وأما الحروق الناجمة عن استعمال ماء البروم فتعامل بالبنزين ولكن الحروق التي تسببها المواد الفوسفورية فيستعمل محلول نيترات الفضة لتقليل تأثيرها ، وأما كبريتات الميثيل فتأثيراتها تعامل بمحلول الأمونيا المخفف.

٣- المواد الكيميائية السامة

يحدث التسمم نتيجة لسوء استعمال بعض المواد الكيميائية السامة سواء كانت صلبة أم سائلة أم غازية مثل السيانيد والزئبق وبخار الزئبق وغاز كبريتيد الهيدروجين وغيرها من المواد العضوية.فبخار الزئبق سام جدا ويجب استعماله بحذر داخل غرفة الغازات المعدة بساحبات هوائية. ويجب إزالة قطرات الزئبق بمعدن الفضة لأنه يكون معه سبيكة ذات صفات غير سامة.

إن تذوق أو استنشاق أي مادة كيميائية تعتبر طريقة غير صحيحة لأن ذلك قد يؤدي إلى التسمم. ولا يجوز الأكل أو التدخين داخل المختبر. ويمكن أن يحدث التسمم نتيجة لامتصاص بعض المواد السامة عن طريق الجلد ، لذا يجب غسل اليدين جيدا بالماء بعد الانتهاء من استعمال هذه المواد مباشرة. وفى حالة دخول مادة كيميائية إلى العين أو الفم يجب غسلها عدة مرات بكمية وافرة من الماء مباشرة.

وعندما يراد سحب حجوم معينة من محاليل كيميائية أو حارقة لا يجوز إطلاقا استعمال الفم. بل تستعمل نفاخات مطاطية خاصة.

٤- مخاطر النار داخل المختبر

هناك أسباب عديدة لحدوث الحرائق أثناء العمل المختبرى. فعند حدوث حريق ناتج من تسخين محاليل موضوعة في بعض الأواني الزجاجية ، مثل الكأس أو الدورق المخروطي. فأول خطوة يجب اتباعها للسيطرة على الحريق هي أن يقفل مصدر الحرارة(غاز أو كهرباء) ثم تغطى فوهة الإناء بقطعة من الزجاج فتخمد النار حالا نتيجة لنقص الأكسجين. وفى حالة التهام النار ملابس الشخص يلف حالا بالبطانية المخصصة للحريق ويستلقي في مكان مناسب فتخمد النار.

أما في حالة الحرائق الكبيرة فتستعمل الأواني المعدة للحرائق الحاوية على رمل جاف. وفى حالات معينة قد يسبب استعمال الرمل تحطيم أجهزة ثمينة مجاورة لمكان الحريق. فيفضل استعمال رابع كلوريد الكربون حيث يسكب بكميات وافرة على النار. وتجدر الإشارة هنا بأنه لا يجوز أبدا استعمال هذا السائل في حالة حرائق فلزات الصوديوم أو البوتاسيوم إذ يؤدي إلى حدوث انفجارات قوية وخطيرة. ويمكن أيضا استخدام طفايات الحريق المحتوية على بيكربونات الصوديوم،البودرة أو الطفايات الغروية فيما يناسبها من حريق.

ثانيا: بعض أدوات المختبر

في الشكل (١) بعض أدوات المختبر الهامة وموجز لاستخدام كل منها وهي كما يلي:

١- **أنبوبة اختبار**: تستعمل لتسخين المواد التي يراد الكشف عن محتوياتها وكذلك إجراء التجارب المعملية البسيطة على نطاق ضيق.

٢- **كأس**: يستعمل لتسخين المحاليل وإجراء بعض عمليات التفاعل فيه ولنقل المحاليل ويوجد منه أحجام مختلفة كثيرة.

٣- **قمع**: يستعمل في الترشيح لفصل المواد الصلبة عن المواد السائلة، باستعمال ورق الترشيح. وأيضا لنقل المحاليل من إناء متسع إلى آخر ضيق.

٤- **مخبار مدرج**: يستعمل في قياس حجوم السوائل والمحاليل ويوجد منه أحجام مختلفة كثيرة .

٥- **بوتقة**: تكون عادة مصنوعة من الخزف أو السليكا،وتستعمل لحرق بعض المواد الصلبة وإجراء بعض العمليات الكيميائية بها.

٦- **حفنة**: تصنع من الزجاج أو الخزف أو السليكا ومن أهم استعمالاتها فصل المواد الصلبة عن السائل بالتبخير.

٧- **زجاجة ساعة**: تصنع من الزجاج وتستعمل في فصل المواد بعملية البخر وبعض العمليات الكيميائية الأخرى.

٨- **هاون ومدق**: يستعمل في سحق المواد الكيميائية الصلبة.

٩- **قنينة تقدير الكثافة النوعية**: لتقدير كثافة الحبيبات الدقيقة والمساحيق والسوائل المختلفة.

١٠- **شبكة سلك**: توضع فوق حامل مصباح بنزن لتوزيع الحرارة.

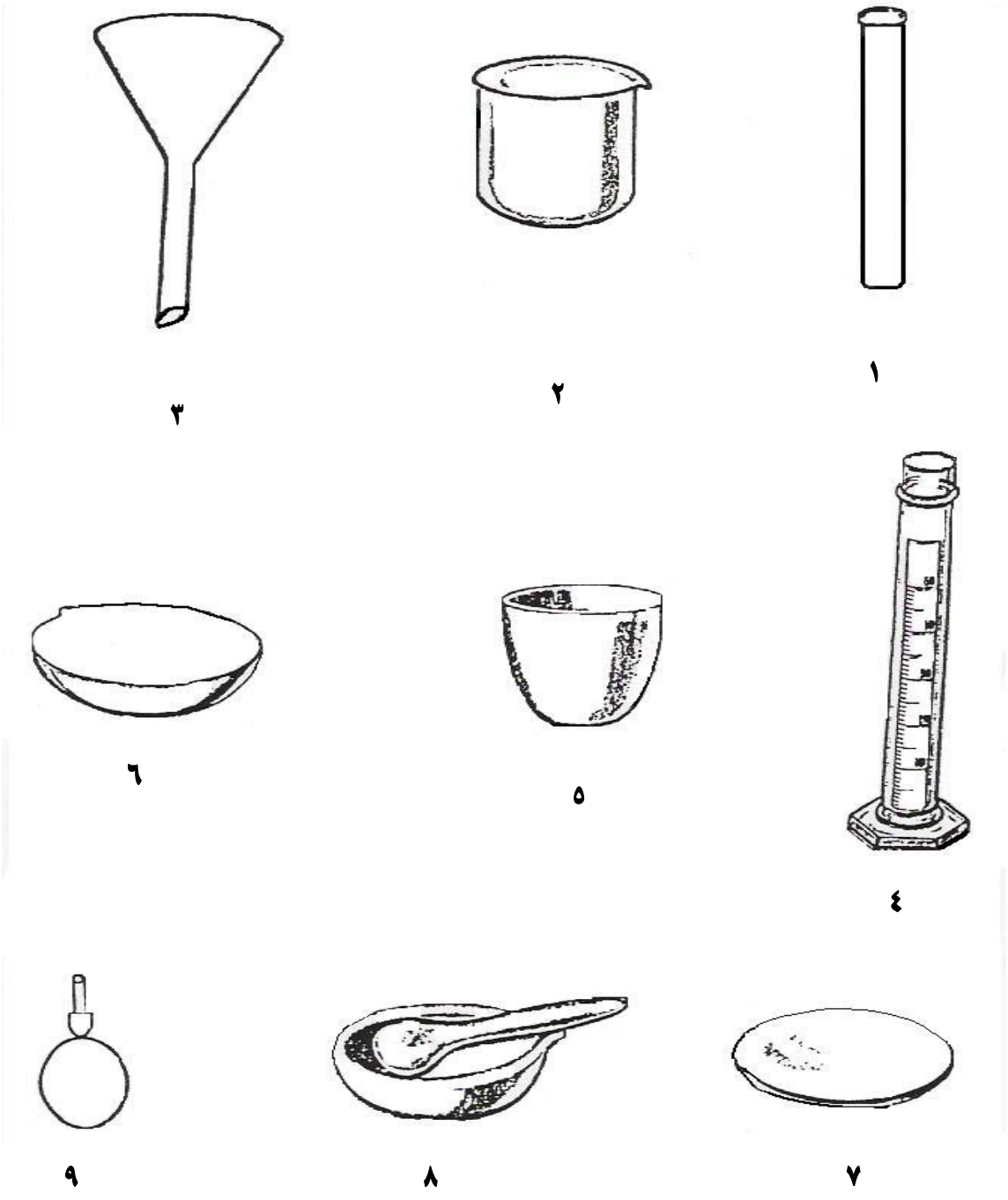
١١- **دورق**: يستعمل في تحضير المحاليل وحفظها.

١٢- **قارورة ايرلنماير**: وتسمى أحيانا بالدورق المخروطي وتستعمل في تحضير بعض المحاليل وإجراء بعض العمليات الكيميائية المختلفة بها.

١٣- **دورق معياري**: يستعمل في المحاليل العيارية والقياسية. ويوجد منه أحجام مختلفة كثيرة.

١٤- **قلم للكتابة على الزجاج**: حيث يستعمل في الكتابة على الزجاج والصيني والأواني الملساء.

١٥- **سلك بلاتين**: يتركب من سلك بلاتين مثبت في قضيب زجاجي ويستعمل في تقليب المساحيق والمواد الصلبة عند تسخينها ويستعمل كذلك في الكشف النوعي على بعض العناصر باستخدام اللهب.



شكل (١) بعض أدوات المختبر الهامة.

١٦- **ماصة مدرجة:** يوجد منها أحجام كثيرة وتستعمل في قياس حجم السوائل والمحاليل.

١٧- **ماصة:** عبارة عن أنبوبة محدودة السعة في وسطها انتفاخ مبين عليه هذه السعة ودرجة الحرارة التي يكون فيها حجم السائل الذي يملؤها إلى العلامة المنقوشة قرب نهايتها مساويا لسعتها المبينة عليها. وقد يوجد فوق الانتفاخ انتفاخ آخر أصغر منه لضمان عدم وصول السائل الذي تملأ به الماصة بواسطة المص للفم.

١٨- **سحاحة:** يوجد منها أحجام مختلفة وهي عبارة عن أنبوبة زجاجية مدرجة من أعلى إلى أسفل أي إن الصفر يكون أعلى وتنتهي من أسفل بصنبور من الزجاج ويوجد نوع آخر ينتهي بأنبوبة من المطاط مركب عليها محبس وتنتهي بقطارة. وعادة تستعمل السحاحات ذات الصنبور الزجاجي للمحاليل الحمضية مثل حامض الهيدروكلوريك والسحاحات ذات الصنبور المطاط للمحاليل القلوية مثل هيدروكسيد الصوديوم.

١٩- **مقبض:** يستعمل أساسا كماسك لأنابيب الاختبار.

٢٠- **ملقاط:** يستعمل أساسا كماسك للبواتق.

٢١- **مصباح بنزن:** وحامل ثلاثي القوائم.

٢٢- **حامل أنابيب الاختبار.**

٢٣- **حامل فخاري ثلاثي:** يوضع على الحامل الثلاثي القوائم لتسخين البواتق وغيرها.

٢٤- **مجفف:** يوضع في الجزء الأسفل منه مادة تمتص الرطوبة ليجفف جوه الداخلي ويستخدم لتبريد البواتق الساخنة وتجفيفها.

٢٥- **قمع فصل:** يستعمل لفصل السوائل التي لا تمتزج مع بعضها.

٢٦- **حامل**

٢٧- **ترمومتر:** توجد منه أنواع كثيرة حسب الغرض الذي يستعمل من أجله.

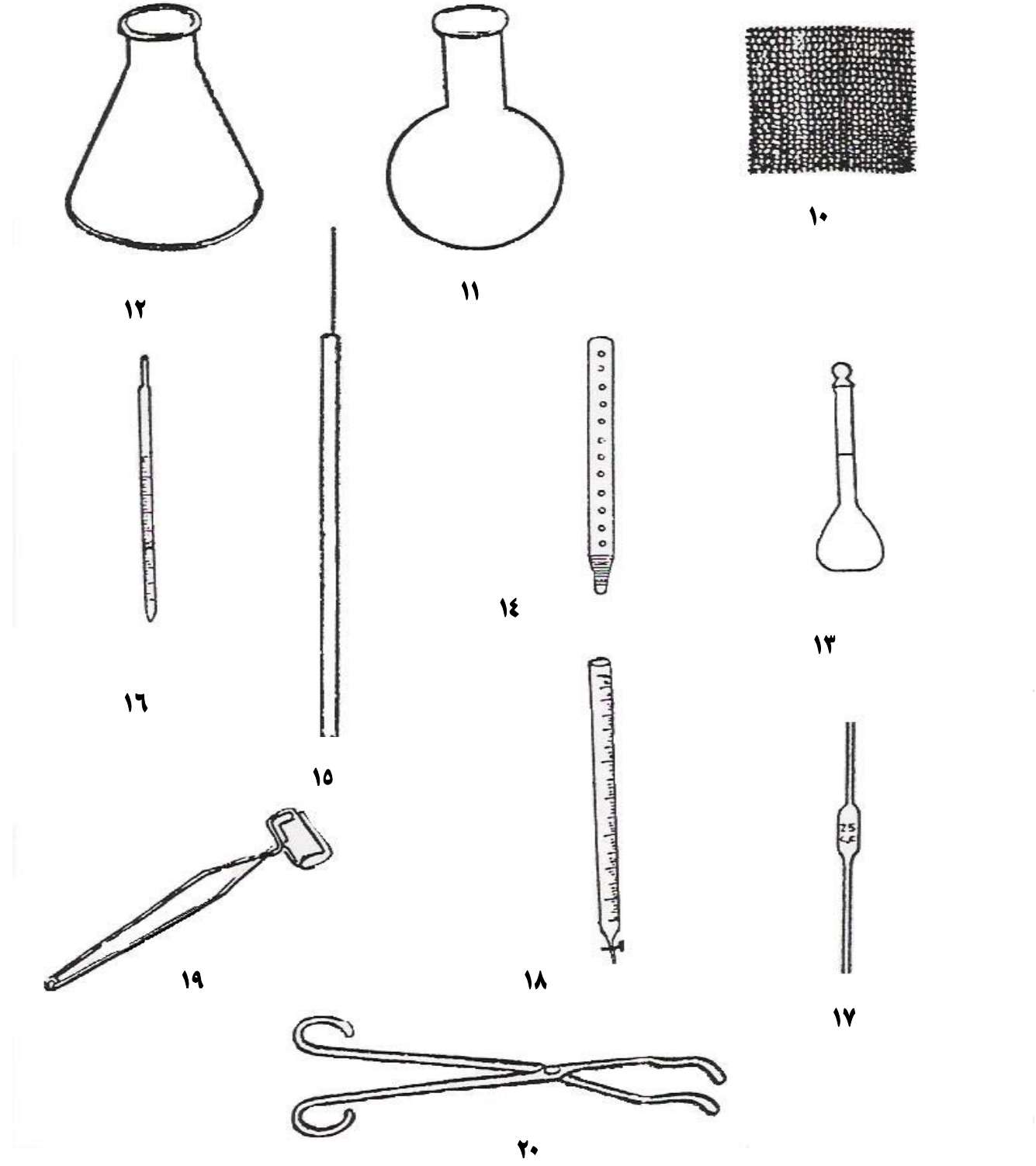
٢٨- **زجاجة وزن:** وتستخدم لتقدير بعض المواد الكيميائية.

٢٩- جهاز **تقطير:** ويتركب من:

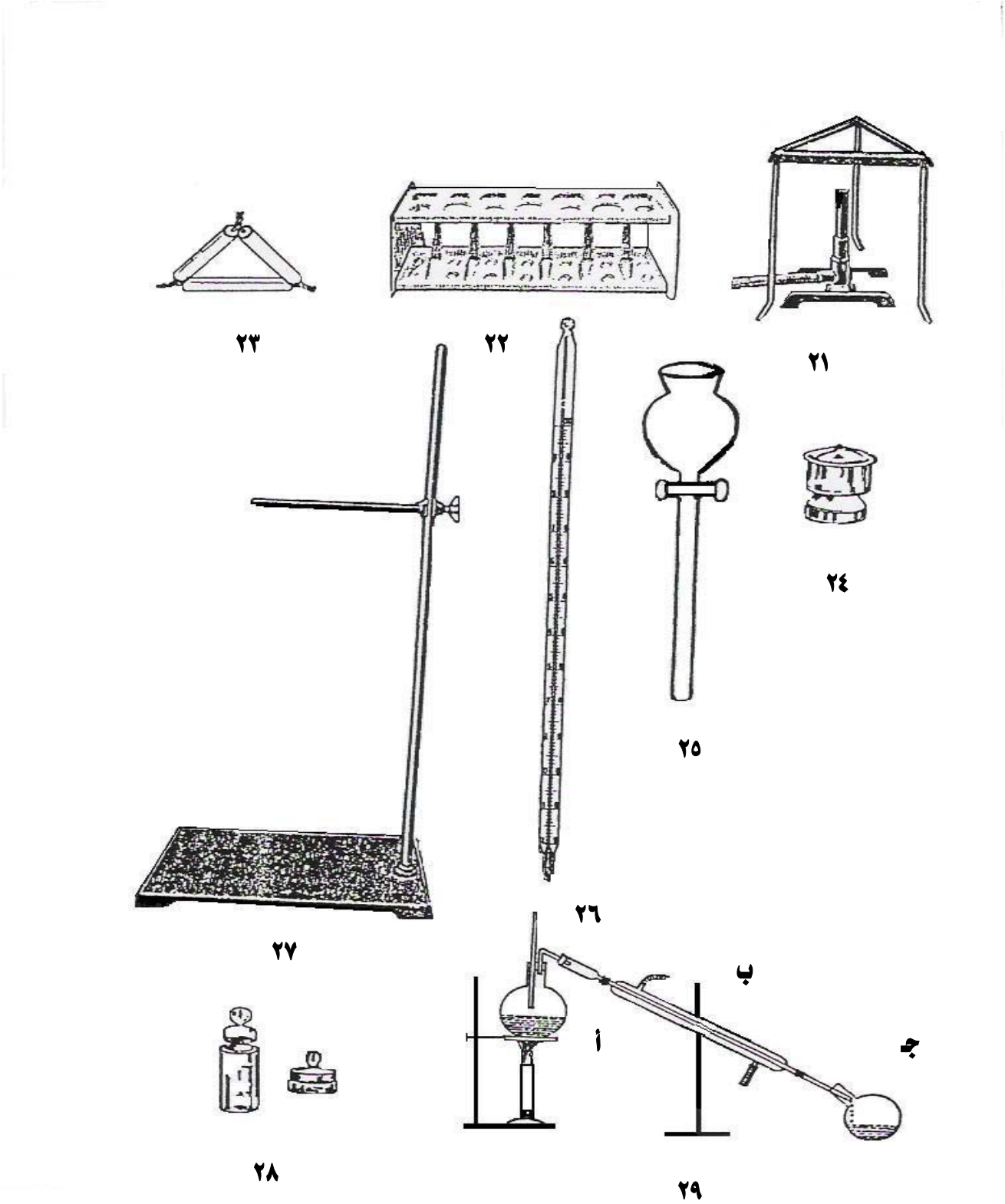
(ا) **دورق تقطير:** يوضع فيه السائل المراد تقطيره.

(ب) **مكثف:** يتصل بدورق التقطير وهو عبارة عن أنبوبة رفيعة مفتوحة الطرفين مستقيمة أو حلزونية تحيط بها أنبوبة أخرى أوسع منها ذات أنبوبتين إحداهما في الجزء الأعلى لخروج ماء التبريد في الحوض والأخرى في الجزء الأسفل وتتصل بالصنبور لدخول ماء التبريد.

(جـ) **دورق استقبال:** يستقبل نواتج التقطير.



تابع شكل (١) بعض أدوات المختبر الهامة.



تابع شكل (١) بعض أدوات المختبر الهامة.

تحضير المحاليل العيارية والمولارية والأدلة

١- المحلول العياري Normal solution

يعرف المحلول العياري بأنه المحلول الذي يحتوي اللتر منه على الوزن المكافئ معبرا عنه بالجرام ويرمز لهذا المحلول بالرمز (N).

$$\text{حيث إن الوزن المكافئ} = \frac{\text{الوزن المكافئ}}{\text{هـ}}$$

حيث (هـ) تعبر عن التكافؤ.

ولمعرفة وزن المادة بالجرام المذابة في حجم معلوم وتركيز معلوم يمكن اتباع المعادلة الآتية:

وزن المذاب بالجرام = الحجم (لتر) X التركيز العياري X الوزن المكافئ

٢- المحلول المولر Molar solution

يعرف المحلول المولر بأنه المحلول الذي يحتوي اللتر منه على وزن جزيئي واحد من المادة معبرا عنه بالجرامات ويرمز له بالرمز (M).

المول Mol: هو عبارة عن الوزن الجزيئي للمادة بالجرام.

مثلا: عند إذابة ٥٨,٥ جرام من كلوريد الصوديوم في الماء وتكملة الحجم إلى لتر فإن المحلول الناتج يحتوي على ١ مول مذاب في اللتر أي ١ مولر، بينما إذا أذيبت نفس الكمية من كلوريد الصوديوم وأكمل الحجم إلى نصف لتر بالماء فيمكن القول أن المحلول الناتج يحتوي على ١ مول كلوريد صوديوم في نصف لتر من الماء أو أن تركيزه ٢ مول.

العلاقة بين التركيز المولر و العياري

إن العلاقة العددية بين التركيز المولر والعياري هي نفس العلاقة بين المول والمكافئ من مادة ما، وتتلخص العلاقة بين المول والمكافئ في المعادلة الآتية:

١ مول = هـ مكافئ

حيث إن: هـ هي عدد ذرات الهيدروجين التي يتم تفاعلها أو استبدالها.

مما سبق يمكن معرفة وزن المادة المذابة بالجرام إذا علم التركيز وكذلك حجم المحلول كما يلي من المعادلة التالية:

وزن المذاب بالجرام = الحجم (لتر) X التركيز (المولر) X الوزن الجزيئي

٣- التركيز المولل Molal solution

هو المحلول الناتج من إضافة واحد مول من المادة (وزن جزيئي واحد من المادة بالجرام) إلى ١٠٠٠ جرام من المذيب، بمعنى عدد المولات بالجرام التي تضاف إلى ١ كيلوجرام من المذيب.

العلاقة بين المولر والمولل:

يمكن توضيح العلاقة بين المولر والمولل من المثال التالي:

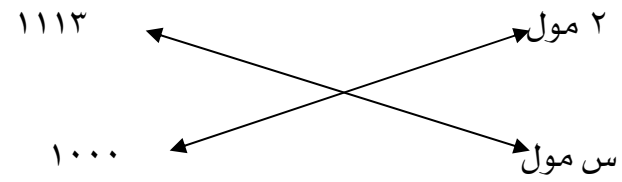
محلول من كلوريد الصوديوم تركيزه ٢ مولر- احسب تركيزه بالمولل علما بأن كثافة المحلول ١,٢٥ جم/ سم٣.

الحل:

وزن المحلول = ١٠٠٠ X ١,٢٥ = ١٢٥٠ جرام

وزن كلوريد الصوديوم = ٥٨,٥X ٢ = ١١٧ جرام

وزن المذيب = ١٢٥٠ – ١١٧ = ١١١٣ جرام



$$\text{س (تركيز المحلول بالمولل)} = \frac{١٠٠٠ \times ٢}{١١١٣} = ١,٧٦ \text{ مولل}$$

٤- المحلول القياسي Standard solution

هو المحلول الذي يحتوى على وزن معلوم من المذاب في حجم معلوم من المذيب، (أي هو المحلول المعروف قوة تركيزه بالضبط) ويستخدم في معرفة تركيز محلول آخر مجهول التركيز.

الشروط الواجب توافرها في المواد القياسية:

١- أن تكون على درجة عالية من النقاوة بحيث لا تزيد نسبة الشوائب عن ٠,٠١– ٠,٠٢ ٪.

٢- لابد أن تكون ذات تركيب كيميائي ثابت ومعروف بحيث لا يتأثر تركيبها بالاختلاف في درجات الحرارة أو الرطوبة أو التجفيف كذلك لا تمتص الرطوبة أو ثاني أكسيد الكربون من الجو.

٣- يجب أن تكون سهلة الذوبان تحت الظروف التي تستعمل فيها.

٤- يجب أن يكون وزنها المكافئ عاليا حتى تصبح أخطاء الوزن صغيرة بدرجة يمكن إهمالها.

٥- سهولة الحصول عليها وتنقيتها وتجفيفها وحفظها في حالة نقية.

٦- من أشهر المواد القياسية المستخدمة: حمض الاكساليك- حمض البنزويك- كربونات الصوديوم- اكسالات الصوديوم و فثالات البوتاسيوم الهيدروجينية.

٥- المحلول المئوي (حجمي- وزني) Percent solution

هو محلول يحتوى على عدد معين من الجرامات للمادة المذابة في ١٠٠ جرام من المحلول.

٦- المحلول المئوي الحجمي (حجمي- حجمي) Volume percent solution

يعبر عن التركيز المحاليل التي فيها المذاب والمذيب سوائل وتحسب على أساس حجم من المذاب في حجم معين من المذيب على درجة حرارة معينة.

٧- اختيار الدليل المناسب

هناك عوامل تؤثر على اختيار الدليل المناسب وهى:

١- نوع التعادل Type of neutralization

أ- إذا كان الحامض قوي والقاعدة قوية أو الحمض والقلوي ضعيفيه فإن pH يكون (٧) عند نقطة التكافؤ Stochiometric point معنى ذلك تكون ملح متعادل وعلى ذلك يختار دليل يتغير لونه عند هذا الـ pH وأفضل الأدلة المستخدمة التي يتغير لونها بين pH ٤- ٩ هي أحمر الميثيل- بروموكريزول بربل- بروموثيمول بلو- كريزول رد وثيمول بلو.

ب- التفاعل بين حمض قوي وقاعدة ضعيفة أو العكس يتوقف ذلك على ناتج التفاعل:

- قاعدة ضعيفة وحامض قوي:

$$HCl + NH_4Cl \rightleftharpoons NH_4Cl + H_2O$$

يلاحظ أن المحلول له تأثير حامض نتيجة تحلل الملح المتكون فيفضل في هذه الحالة دليل الـ Methyl orange مدى pH له ٢,٩- ٤.

- قاعدة قوية مع حامض ضعيف:

$$CH_3COOH + NaOH \rightleftharpoons CH_3COONa + H_2O$$

تأثير المحلول الناتج يكون قلوياً نتيجة لتحلل الملح المتكون فأفضل الأدلة المستخدمة هي دليل الفينول فيثالين.

٢- اللون المتكون عند نقطة التعادل:

وإمكانية تمييزه بالعين المجردة ولذلك في بعض الأحيان يستخدم دليل مختلط كما هو الحال عند تقدير البروتين (أخضر البروموكريزول + أحمر الميثايل).

تحضير بعض الأدلة الشائعة الاستخدام:

أ- دليل الفينول فيثالين: تتم إذابة ١ جرام من الفينول فيثالين في ٥٠ مل كحول إيثايل ٩٥٪ ثم يضاف ٥٠ مل ماء مقطر (مدى pH له ٨,٣- ١٠).

ب- دليل Methyl red: يذاب ٠,٢ جرام من الدليل في ٦٠ مل كحول إيثايل ٩٥٪ وتخفف إلى ١٠٠٠ مل بالماء المقطر (مدى pH له ٤,٢- ٦,٢).

جـ- دليل Methyl orange: يذاب ٠,١٠ جرام من الدليل في ١٠٠ مل ماء مقطر ساخن ويترك لبضعة ساعات ويتم الترشيح إذا لزم الأمر (مدى pH له ٣,١- ٤,٤).

د- دليل Bromothymol blue: يذاب ١و٠ جرام من الدليل في ١٠٠ مل كحول إيثايل ٥٠٪ (مدى pH له ٦- ٧,٦).

هـ- دليل النشا Starch indicator: يستخدم نشا قابل للذوبان ويحضر بإذابة حوالي ١- ١,٥ جرام نشا في كمية من الماء المقطر (٩٨- ٩٩ مل) مع الغليان ثم التبريد والترشيح إذا لزم الأمر، هذا الدليل لابد وأن يحضر طازجا قبل الاستخدام وعادة يستخدم في المعايرات التي يستخدم فيها اليود.

أمثلة لتحضير بعض المحاليل الهامة:

١- تحضير لتر من محلول٠,١٠ عياري تقريبا من هيدروكسيد الصوديوم.

٢- تحضير لتر من محلول٠,١٠عياري تقريبا من حمض الهيدروكلوريك.

٣- تحضير لتر من محلول٠,١٠عياري بالضبط من كربونات الصوديوم.

٤- تحضير لتر من محلول ٠,١ عياري بالضبط من حمض الأكساليك.

تقدير عيارية بعض المحاليل الهامة

١- تقدير عيارية محلول ٠,١ عياري من هيدروكسيد الصوديوم:

من المعروف أن هيدروكسيد الصوديوم يمتص رطوبة من الجو بسهولة وتحتوي على شوائب من كربونات الصوديوم نتيجة تفاعلها مع ثاني أكسيد الكربون من الجو وعلى ذلك فلا يمكن تحضير محلول قياسا بوزنة معلومة من هيدروكسيد الصوديوم وإذابتها في حجم معين كما وأن محاليل هيدروكسيد الصوديوم غالبا ما تتأثر عياريتها إثناء التخزين. ولذلك عند تحضير محلول ٠,١٠ عياري يحضر محلول ذو تركيز أعلى من ذلك قليلا ثم تقدير عياريته بالضبط، كذلك عند استعمال محلول هيدروكسيد الصوديوم معلوم التركيز ومخزن لمدة يجب تقدير قوته قبل استعماله لاحتمال تغير العيارية أثناء التخزين.

خطوات التجربة:

١- يؤخذ ١٠ مل من محلول حامض الأكساليك ٠,١ عياري في دورق مخروطي سعة ١٠٠ مل (حمض الأكساليك محضر بالضبط أي يعتبر محلولاً قياسياً).

٢- تضاف ٢- ٣ نقط من دليل الفينول فيثالين .

٣- يتم الضبط بواسطة هيدروكسيد الصوديوم، ما لون الدليل عند نهاية المعايرة؟

٤- بعد نهاية التجربة وظهور اللون نسجل قراءة السحاحة وتعتبر هي حجم هيدروكسيد الصوديوم المجهول العيارية.

٥- لحساب عيارية هيدروكسيد الصوديوم نطبق في القانون التالي:

$$N_1 \ X \ V_1 = N_2 \ X \ V_2$$

حيث أن:

N_1 هي عيارية حمض الأكساليك وتساوي ٠,١ عياري.

V1 هي حجم حمض الأكساليك ويساوي ١٠ مل.

N_2 هي عيارية هيدروكسيد الصوديوم المطلوب حسابها.

V_2 حجم هيدروكسيد الصوديوم وتم معرفتها بعد نهاية التجربة وتساوي

ملحوظات:

١- يمكن استخدام نفس الخطوات لتقدير عيارية أي قلوي مجهول التركيز وذلك باستعمال المادة القياسية مع الدليل.

٢- يلاحظ عند الوصول للنقطة النهائية أن يبقى اللون ثابتاً لمدة لا تقل عن ١٥- ٢٠ ثانية ثم نجد أن اللون يأخذ في الاختفاء تدريجيا بسب امتصاص ثاني أكسيد الكربون من الجو.

٣- يلاحظ عند ترك محلول هيدروكسيد الصوديوم مخزنا في الزجاجات أن العيارية تتغير باستمرار ويعزز ذلك بأن القلويات تتفاعل مع الزجاجات وينتج ثاني أكسيد السليكون وهيدروكسيد كالسيوم و هيدروكسيد الصوديوم وبذلك تحدث زيادة بسيطة في العياريه، كذلك هناك احتمال لامتصاص كمية من غاز ثاني أكسيد الكربون من الجو وهذه تسبب نقصاً طفيفاً في العياريه.

٢- خطوات تقدير عياريه محلول ٠,١ من حمض الهيدروكلوريك

يستخدم مواد قياسية مثل كربونات الصوديوم و بيكربونات الصوديوم والبور اكس و يودات البوتاسيوم.

خطوات التجربة:

١- يؤخذ ١٠ مل من محلول كربونات الصوديوم ٠,١ عياري وتوضع في دورق مخروطي سعة ١٠٠ مل.

٢- يوضع٢- ٣ نقط دليل Methyl orange، ما هو لون المحلول بعد إضافة الدليل؟

٣- يتم التنقيط بالحامض المجهول مع مراعاة التقليب عند كل إضافة حتى نصل إلى النقطة النهائية، وضح لون الدليل النهائي

٤- بعد نهاية التجربة وظهور اللون نسجل قراءة السحاحة وتعتبر هي حجم حمض الهيدروكلوريك المجهول العياريه.

٥- نقوم بحساب عياريه حمض الهيدروكلوريك من القانون:

$N_1 X V_1 = N_2 X V_2$

حيث إن:

N_1 هي عياريه كربونات الصوديوم وتساوى ٠,١ عياري.

V_1 هي حجم كربونات الصوديوم وتساوى ١٠ مل.

N_2 عياريه حمض الهيدروكلوريك وهو المطلوب حسابه.

V_2 حجم حمض الهيدروكلوريك ويتم معرفته بعد المعايرة.

٦- تحسب العياريه من العلاقة:

$N X V (HCl) = \overline{N} X \overline{V} (Na_2CO_3)$

ملحوظات:

١- يجب المحافظة على كربونات الصوديوم من التعرض للجو مدة طويلة حيث إنها تمتص الرطوبة من الجو وتتكون كربونات صوديوم مونوهيدرات.

٢- تجفف كربونات الصوديوم بتسخينها في فرن كهربائي على درجة ١٣٠- ١٥٠ °م لمدة ٢- ٢,٥ ساعة ثم تبرد في مجفف زجاجي قبل استخدامها في تحضير المحلول القياسي.

تدريب

اسم التجربة: تقدير عياريه محلول هيدروكسيد الصوديوم باستخدام حمض الأكساليك المعلوم العياريه

أدوات التجربة:

- -
- -
- -
- -
- -

النتائج:

يجب على المتدرب إجراء المعايرة ثلاث مرات وأخذ المتوسط

	المعايرة الأولى	المعايرة الثانية	المعايرة الثالثة	المتوسط
حجم حمض الأكساليك	١٠	١٠	١٠	١٠
حجم هيدروكسيد الصوديوم				

القانون المستخدم: -
- -
- -

الحسابات:

- -
- -
- -
- -
- -
- -

تدريب

اسم التجربة: تقدير عياريه محلول حمض الهيدروكلوريك باستخدام كربونات الصوديوم المعلومة العياريه

أدوات التجربة:

- -
- -
- -
- -
- -

النتائج:

يجب على المتدرب إجراء المعايرة ثلاث مرات وأخذ المتوسط:

	المعايرة الأولى	المعايرة الثانية	المعايرة الثالثة	المتوسط
حجم كربونات الصوديوم	١٠	١٠	١٠	١٠
حجم حمض الهيدروكلوريك				

القانون المستخدم: -
- -
- -

الحسابات:

- -
- -
- -
- -
- -
- -

تحليل الأغذية - عملي

تقدير الرطوبة في الأغذية

الوحدة الثانية : تقدير الرطوبة في الأغذية

الجدارة: القيام بتقدير الرطوبة باستخدام الفرن الكهربائي.

الأهداف :

١- أن يقوم المتدرب بتقدير الرطوبة باستخدام الفرن الكهربائي.

٢- أن يحسب المتدرب النسبة المئوية للرطوبة.

مستوى الأداء المطلوب : أن يصل المتدرب إلى إتقان الجدارة بنسبة ٩٨٪.

الوقت المتوقع للتدريب على الجدارة : ساعتان.

الوسائل المساعدة: فرن تجفيف كهربائي- ميزان كهربائي حساس- أطباق زجاجية أو من الألومونيوم لتقدير الرطوبة- مجفف زجاجي- ماسك معدني.

متطلبات الجدارة: أن يكون المتدرب قادرا على تطبيق قواعد السلامة عند استخدام فرن التجفيف الكهربائي.

تقدير الرطوبة في الأغذية

Estimation of moisture content in foods

مقدمة

تقدير الرطوبة في حد ذاته ليس له قيمة كبيرة، ولكنه يجرى بغرض حساب نتائج التحليل الكيميائي على أساس الوزن الجاف وفى بعض الأحيان بغرض معرفة وكشف الغش في بعض الأغذية وهناك العديد من الطرق المستخدمة لهذا التقدير تختلف باختلاف نسبة الرطوبة في العينة ونوع المادة الغذائية والدقة في النتائج المتحصل عليها والوقت اللازم لإجراء التقدير وكذلك تكاليف الأجهزة وكل ذلك سوف يتم تناولة بالتفصيل في المقرر النظري لتحليل الأغذية وسوف نقصر المناقشة هنا على طريقة تقدير الرطوبة بالفرن الكهربائي.

تقدير الرطوبة بالفرن الكهربائي

أساس الطريقة:

هو تعريض العينة المتجانسة والموضوعة في صورة طبقة رقيقة داخل علب تقدير الرطوبة المصنوعة من الألمنيوم أو الزجاج لدرجة حرارة ١٠٥م ± ٣م لمدة كافية حتى تتبخر كل الرطوبة من العينة أو يثبت الوزن. والفاقد أو النقص في الوزن يتم حسابه على أنه نسبة الرطوبة في العينة، وقد تستخدم أفران تحت تفريغ بغرض خفض درجة الحرارة اللازمة لتطاير الرطوبة كما هو الحال في الأغذية المحتوية على نسبة عالية من السكر أو البروتين.

الأدوات المطلوبة:

١- فرن تجفيف كهربائي يمكن التحكم في درجة حرارته (شكل ٢).
٢- ميزان كهربائي حساس.
٣- أطباق تقدير الرطوبة.
٤- مجفف زجاجي.
٥- ماسك معدني.

خطوات تقدير الرطوبة:

١- توزن أطباق الرطوبة الجافة والنظيفة والمثبت وزنها من قبل.
٢- تصفير الميزان.
٣- وزن العينة ويفضل أن تكون مابين ٤- ٥ جم.
٤- يوضع الطبق مع العينة داخل الفرن الكهربائي ويضبط على درجة حرارة ١٠٥م لمدة ٣ ساعات.

٥- يؤخذ الطبق مع العينة من الفرن ويوضع داخل المجفف الزجاجي حتى يبرد.

٦- نقوم بحساب وزن الطبق مع العينة بعد التجفيف.

٧- النقص في الوزن يعتبر هو النسبة المئوية للرطوبة في العينة.

٨- يتم حساب النسبة المئوية للرطوبة باستخدام القانون التالي:

$$\text{النسبة المئوية للرطوبة} = \frac{\text{وزن العينة قبل التجفيف} - \text{وزن العينة بعد التجفيف}}{\text{وزن العينة قبل التجفيف}} \times ١٠٠$$

وزن العينة بعد التجفيف = وزن العينة بعد التجفيف – وزن الطبق فارغاً

شكل (٢) فرن كهربي لتقدير الرطوبة في الأغذية.

تدريب وأسئلة

اسم التجربة:تقدير الرطوبة في الأغذية.

أدوات التجربة:- -

- -

النتائج: وزن الطبق فارغاً ( ).

وزن العينة المستخدمة ( ).

وزن الطبق مع العينة بعد التسخين ( ).

القانون المستخدم :

- -

الحسابات:

- -

- -

- -

أسئلة:

س١ : علل: يجب عدم زيادة درجة حرارة تجفيف الطحين عن ١٠٥ ^{o}م.

- -

- -

س٢ : اذكر فائدة استخدام المجفف الزجاجي

- -

- -

س٣: اذكر الغرض من تقدير الرطوبة في الأغذية

- -

- -

تحليل الأغذية - عملي

تقدير الأحماض العضوية ورقم الحموضة (pH) في الأغذية

الوحدة الثالثة : تقدير الأحماض العضوية ورقم الحموضة (pH) في الأغذية

الجدارة: القيام بتقدير الأحماض العضوية ورقم الحموضة في الأغذية.

الأهداف:

١- أن يتعرف المتدرب على كيفية تقدير الأحماض العضوية ورقم الحموضة في الأغذية.

٢- أن يقوم المتدرب بإجراء الحسابات الخاصة بالتقدير وأن يتعلم الحكم عليها.

مستوى الأداء المطلوب: أن يصل المتدرب إلى إتقان الجدارة بنسبة ٩٨٪.

الوقت المتوقع للتدريب على الجدارة: ساعتان.

الوسائل المساعدة: سحاحة- دورق مخروطي سعة ١٠٠ مل- محلول هيدروكسيد صوديوم ٠,١ عياري- دليل الفينول فيثالين- جهاز الـ pH meter.

متطلبات الجدارة: أن يكون المتدرب قادرا على تقدير وملاحظة نقطة التعادل وتطبيق قواعد السلامة أثناء التجربة في المختبر.

تقدير الأحماض العضوية ورقم الحموضة (pH) في الأغذية

Determination of organic acids and the pH value in foods

أولا : تقدير الأحماض العضوية

الأساس العلمي :

يعتمد هذا التقدير على معايرة الحموضة الكلية في عينة المادة الغذائية بمحلول قلوي معلوم العيارية (هيدروكسيد الصوديوم NaOH) وتحسب الحموضة الكلية على أساس النسبة المئوية للحامض العضوي السائد في العينة.

المحاليل والأجهزة المطلوبة :

١- محلول هيدروكسيد صوديوم ٠,١ عياري.

٢- دليل الفينول فثالين.

٣- ماء مقطر سبق غليه ومبرد لدرجة حرارة الغرفة.

٤- سحاحة مدرجة ٥٠ مل وماصة ١٠ مل.

٥- دورق مخروطي سعة ١٠٠ مل أو ٢٥٠ مل.

خطوات التجربة :

١- زن ٥ جم من عينة صلصة الطماطم أو خذ ٥ مل من عصير البرتقال في دورق مخروطي.

٢- أضف حوالي ٥٠ مل من الماء المقطر الذي سبق غليه وتبريده إلى العينة.

٣- رج محتويات الدورق جيدا لضمان تجانس المخلوط.

٤- أضف نقطتين من دليل الفينول فيثالين إلى الدورق المخروطي ورج جيدا.

٥- عاير المخلوط بواسطة إضافة الصودا الكاوية (هيدروكسيد الصوديوم) من السحاحة مع الرج حتى نقطة انتهاء المعايرة (ظهور لون أحمر وردي خفيف إلى عديم اللون).

٦- بعد ظهور اللون نقفل السحاحة ونسجل قراءتها وتعتبر هي حجم هيدروكسيد الصوديوم الذي لزم لمعايرة الحموضة بالعينة.

٧- احسب النسبة المئوية للحموضة الكلية من المعادلة التالية:

$$\text{النسبة المئوية للحموضة} = \frac{V \times N \times E.W}{W \times 1000} \times 100$$

حيث إن:

V حجم الصودا الكاوية المستخدم في المعايرة.

N عياريه الصودا الكاوية

E.W الوزن المكافئ للحامض السائد بالعينة (الجدول التالي يوضح فيه الوزن المكافئ والوزن الجزيئي لبعض الأحماض العضوية السائدة في بعض الأغذية).

W وزن العينة بالجرام .

جدول (١) الوزن الجزيئي والمكافئ لبعض الأحماض العضوية السائدة في بعض الأغذية.

الحامض	الوزن الجزيئي	الوزن المكافئ
الخليك	٦٠,٠٥	٦٠,٠٥
البيوتريك	٨٨,١٠	٨٨,١٠
الستريك	١٩٢,١٢	٦٤,٠٤
اللاكتيك	٩٠,٠٨	٩٠,٠٨
الماليك	١٣٤,٠٩	٦٧,٠٥
الأوليك	٢٨٢,٤٦	٢٨٢,٤٦
الأكساليك	٩٠,٠٤	٤٥,٠٢
السكسنيك	١١٨,٠٩	٥٩,٠٥
الإستياريك	٢٨٤,٤٧	٢٨٤,٤٧
الطرطريك	١٥٠,٠٨	٧٥,٠٤

ثانيا: تقدير رقم حموضة (pH) العينة

المحاليل والأجهزة اللازمة:

١- كأس زجاجي سعة ٢٥٠ مل.

٢- قضيب زجاجي للتقليب.

٣- جهاز الـ pH meter (شكل ٣).

٤- ماء مقطر.

طريقة التقدير

١- ضع العينة المستخدمة سابقا في تقدير الأحماض العضوية في كأس سعة ٢٥٠ مل.

٢- قم بضبط جهاز الـ pH باستخدام محلول منظم معروف رقم الـ pH (ويفضل استخدام أكثر من محلول منظم لزيادة الدقة) ويفضل أن يكون الـ pH = ٧ و pH = ٤.

٣- اغسل قطب الجهاز بالماء المقطر وجففه برفق (زجاج قطب الجهاز رقيق جدا).

٤- ضع قطب الجهاز في محلول أو مستخلص العينة برفق ثم اتركه حوالي دقيقة بالمحلول.

٥- سجل رقم حموضة العينة من الجهاز.

٦- ارفع قطب الجهاز من العينة واغسله جيدا بالماء المقطر وجففه ثم اغمر القطب في الماء المقطر كما كان قبل الاستعمال.

٧- دون النتائج في صورة جدول موضحا ٪ للحموضة ورقم الـ pH لكل عينة.

ملحوظة:

الحموضة الناتجة من المعايرة مع الصودا الكاوية تسمى بالحموضة الكلية أو Total titratable acidity.

شكل (٣) جهاز الـ pH meter

تدريب وأسئلة

اسم التجربة: تقدير الحموضة الكلية في عينة عصير البرتقال.

أدوات التجربة:- -
- -
- -

النتائج:

١- حجم هيدروكسيد الصوديوم المستخدمة في المعايرة =- - - - - - - - - - - - - - -

٢- عيارية هيدروكسيد الصوديوم تساوي=- - - - - - - - - - - - - - - - - - - -

٣- وزن العينة المستخدمة (عصير البرتقال) =- - - - - - - - - - - - - - - - -

القانون المستخدم:

- -
- -

الحسابات:

- -
- -
- -
- -

أسئلة:

س١: ما هو اللون المتكون عند الوصول لنقطة التعادل؟

- -
- -

س٢: لماذا تمت القسمة على ١٠٠٠ عند حساب النسبة المئوية للحموضة ؟

- -
- -
- -
- -

تدريب وأسئلة

اسم التجربة : تقدير رقم الحموضة(pH).

أدوات التجربة :- -
- -
- -
- -
- -

أسئلة :

س١ : اشرح باختصار جهاز الـ pH
- -
- -
- -
- -
- -

تحليل الأغذية - عملي

تقدير الرماد و الأملاح المعدنية

الوحدة الرابعة : تقدير الرماد و الأملاح المعدنية

الجدارة: القيام بعملية تقدير الرماد في عينة مادة غذائية وحساب النسبة المئوية للأملاح.

الأهداف: أن يتمكن المتدرب من تقدير الرماد في الأغذية وحساب النسبة المئوية لها.

مستوى الأداء المطلوب: أن يصل المتدرب إلى إتقان الجدارة بنسبة ٩٧٪.

الوقت المتوقع للتدريب على الجدارة: ساعتان

الوسائل المساعدة: فرن احتراق- بواتق من الصيني- ميزان حساس- لهب بنزن- مجفف زجاجي- ماسك معدني.

متطلبات الجدارة:

١- أن يكون المتدرب قادرا على حساب النسبة المئوية للرماد في عينة مادة غذائية.
٢- أن يراعي المتدرب قواعد السلامة عند استخدام فرن الاحتراق.

تقدير الرماد والأملاح المعدنية

تقدير الرماد الكلي في الأغذية Estimation of total ash in foods

تُطلق كلمة الرماد الكلي على الجزء المعدني المتبقي بعد حرق المادة العضوية بالغذاء- ويشتمل الرماد الكلى على كلٍ من:

١- **الرماد الذائب في الماء** Water soluble ash

ويحتوي على عنصر الصوديوم والبوتاسيوم أو معادن الأراضي القلوية وإليه يتعزى قلوية الماء Alkalinity of ash .

٢- **الرماد الذائب في الحامض** Acid soluble ash

وقد يُسمى أحياناً بالرماد غير الذائب في الماء Water insoluble ash ويرجع إلى وجود الرمال و السليكا في الأغذية وأهميته أنه يُوضح تلوث المادة الغذائية بالسليكا.

أساس التقدير:

هو أكسدة الجزء العضوي من المادة الغذائية على درجات حرارة عالية ٥٥٠- ٦٠٠°م، في صورة ثاني أكسيد الكربون والماء ويتبقى الجزء المعدني وتُسمى هذه العملية بالترميد Ashing وتتم في أفران خاصة تُسمى فرن الاحتراق Muffle furnace.

الأدوات والأجهزة اللازمة:

١- فرن احتراق (شكل ٤).
٢- بوتقة احتراق من البلاتين أو الصيني أو السليكا.
٣- ميزان.
٤- لهب بنزين.
٥- مجفف زجاجي.

طريقة التقدير:

١- تُغسل بوتقة الاحتراق جيداً ثم تُجفف في الفرن حتى ثبات وزنها ويُسجل وزن البوتقة وهي فارغة.
٢- خُذ ٥ جم من العينة وسجل وزن البوتقة وبها العينة.
٣- ضع البوتقة وبها العينة على لهب بنزين واستمر في الحرق حتى يتوقف تصاعد الدخان من العينة وتتكسر العينة بصورة كاملة تُسمى هذه العملية بـ Ignition.
٤- انقل البوتقة والعينة إلى فرن الاحتراق على درجة ٥٥٠°م واستمر في التسخين حتى تُصبح العينة بيضاء اللون أو رمادية (لون الرماد يتوقف على حسب تركيبه المعدني) حوالي ٢- ٣ ساعة.

٥- بعد أن يبرد الفرن تماماً انقل البوتقة إلى مجفف زجاجي مع الحذر الشديد من تطاير الرماد لأنه هش وخفيف جداً واتركه حتى يأخذ درجة حرارة الغرفة.

٦- زن البوتقة وبها الرماد.

٧- أحسب النسبة المئوية للرماد من المعادلة:

$$\text{٪ للرماد الكلى} = \frac{\text{وزن البوتقة بالعينة قبل الترميد} - \text{وزن البوتقة بالرماد}}{\text{وزن العينة}} \times ١٠٠$$

شكل (٤) فرن الاحتراق Muffle furnace المستخدم في تقدير الرماد.

تقدير الرماد غير الذائب في الماء Determination of water insoluble ash

أساس التقدير:

أساس هذا التقدير هو فصل الرماد غير الذائب في الماء على ورقة ترشيح خالية من الرماد Whatman No 42 بعد إذابة الرماد الكلى في الماء الساخن لفصل الرماد الذائب في الماء ويتم الحساب كما يلي:

٪ الرماد الذائب في الماء = الرماد الكلى – الرماد غير الذائب في الماء

المحاليل والأجهزة المطلوبة:

١- زجاجة ساعة.

٢- دورق ترشيح خال من الرماد.

٣- ماء مقطر ساخن.

٤- لهب بنزين.

٥- بوتقة السليكا المحتوية على الرماد الكلى.

طريقة التقدير:

١- خذ البوتقة المحتوية على الرماد الكلى بحذر وأضف إليها ٢٠ مل من الماء المقطر الساخن (بحيث تكون الإضافة بجانب البوتقة منعاً لفقد الرماد أو تطايره).

٢- ضع زجاجة الساعة على البوتقة لتغطيتها وسخن على لهب هادئ حتى الغليان وتجنب تبخير المحلول.

٣- رشح محتويات البوتقة باستخدام ورق ترشيح رقم ٤٢ ثم اغسل البوتقة والورقة بواسطة ٥٠ مل من الماء الساخن واحفظ بالمرشح لتقدير قلوية الرماد (Alkalinity of ash).

٤- خذ ورقة الترشيح وما عليها من رماد وانقلها إلى البوتقة وأجر عملية الحرق في فرن الاحتراق لمدة ساعة على درجة ٥٥٠°م.

٥- احسب وزن الرماد غير الذائب في الماء بعد أن تبرد البوتقة وإعادة وزنها وما بها من رماد.

٦- من نسبة الرماد الكلى والرماد الذائب في الحامض يُمكن معرفة نسبة الرماد الذائب في الماء.

ملحوظة: الرماد غير الذائب في الماء يشمل كلاً من الرماد الذائب وغير الذائب في الحامض معاً.

تقدير الفوسفور

يُوجد العديد من الطرق التي تُستخدم في تقدير الفوسفور ولكن سوف نقتصر في دراستنا على طريقة Taussky وآخرين عام ١٩٥٣ وهي تعتمد أساساً على تكون لون أزرق بين الفوسفور ومولبيدات الأمونيوم وهذا اللون يُقاس على طول موجي ٦٦٠ ملليميكرون ويُحسب التركيز من منحنى قياس للفوسفور.

المحاليل :

١- حامض كبريتيك ١٠ مولر: ٧٠ مل من حمض الكبريتيك ويُضاف إليها ١٨٠ مل ماء مقطر.

٢- محلول أمونيوم مولبيدات ١٠٪: يوزن ٥ جرام من الأمونيوم مولبيدات وتُذاب في ١٠ مل من حمض الكبريتيك ١٠ مولر ثم تُنقل المحتويات بعد تمام الذوبان إلى دورق معياري سعة ٥٠ مل ويُكمل الحجم إلى العلامة بالماء المقطر.

٣- محلول كبريتات الحديدوز: يُذاب ٢,٥ جرام من كبريتات الحديدوز ($FeSO_4 - 7\ H_2O$) في ٥ مل من محلول مولبيدات الأمونيوم ويُنقل إلى دورق معياري سعة ٥٠ مل ثم يُكمل الحجم إلى العلامة بالماء المقطر (هذا المحلول يُحضر مباشرة قبل الاستخدام ويسمى بـ FSAM).

٤- محلول الفوسفور القياسي: يُستخدم فوسفات أحادى البوتاسيوم KH_2PO_4 ووزنه الجزيئي ١٣٦,٠٩ فيذاب ١٣٦ ملليجرام من KH_2PO_4 في ١٠٠ مل من الماء المقطر وذلك في دورق معياري سعة ١٠٠ مل.

٥- يُؤخذ ١ مل من المحلول الفوسفور القياسي وهو يحتوى على ٣٢٠ ميكروجرام فوسفور ويُخفف بالماء المقطر في دورق معياري سعة ١٠ مل ويُعتبر هذا الأخير هو المحلول القياسي.

تحضير المنحنى القياسي:

١- تُحضر مجموعة من أنابيب الاختبار المحتوية على ٠,١ ، ٠,٢ ، ٠,٣، ٠,٤ ، ٠,٥ ، ٠,٦ ، ٠,٧ ، ٠,٨ مل من المحلول القياسي كي يُصبح التركيز ٣,٢ ، ٦,٤، ٩,٦ ، ١٢,٨ ، ١٦,٠ ، ١٩,٢ ، ٢٢,٤ ، ٢٥,٦ ميكروجرام.

٢- يُكمّل الحجم إلى ٢ مل بالماء المقطر (البلانك عبارة عن ٢ مل من الماء المقطر).

٣- يُضاف ٢ مل من المحلول الطازجFerrous sulfate ammonium molebdate ثم الرج جيداً

٤- تُترك الأنابيب لمدة ساعتين على درجة حرارة الغرفة.

٥- تُقرأ الكثافة الضوئية Optical density (OD) على طول موجي ٦٦٠ ملليميكرون وتُرسم العلاقة بين التركيز والكثافة الضوئية (يُمكن توضيح الخطوات السابقة في الجدول التالي).

جدول (٢) المنحنى القياسي المستخدم في حساب نسبة الفوسفور.

Tube No.	ml. of standard solution	ml. of water added	ml. of FSAM. added	Concentration µg	O.D. at 660 nm.
1	0.1	1.9	2	3.2	
2	0.2	1.8	2	6.4	
3	0.3	1.7	2	9.6	
4	0.4	1.6	2	12.8	
5	0.5	1.5	2	16.0	
6	0.6	1.4	2	19.2	
7	0.7	1.3	2	22.4	
8	0.8	1.2	2	25.6	
9	0.0	2.00	2	Blank 0.0	

تقدير الفوسفور الكلى في عينة مادة غذائية:

١- يُوزن نصف جرام عينة وتُوضع في دورق هضم البروتين.

٢- تُبلل العينة بقليل من الماء المقطر.

٣- يُضاف إلى الدورق ٥ مل من حمض النتريك المركز و ٥ مل من حامض البيروكلوريك.

٤- تُجرى عملية الهضم على لهب هادئ حتى تُصبح العينة عديمة اللون (حوالي ساعتين).

٥- تُبرد العينة وتُنقل نقلاً كمياً إلى دورق معياري سعة ٥٠ مل.

٦- يُؤخذ ٢ مل من العينة المخففة (السابقة) في أنبوبة اختبار ويُضاف إليها ٢ مل محلول Ferrous sulfate-Ammonium molebdate (FSAM) المحضر حديثا.

٧- تُرج الأنبوبة وتُترك لمدة ساعتين على حرارة الغرفة ثم تُقاس الكثافة الضوئية (OD) على طول موجي ٦٦٠ ملليميكرون.

٨- من المنحنى القياسي احسب نسبة الفوسفور الكلى في العينة.

تدريب وأسئلة

اسم التجربة: تقدير الرماد الكلى في الأغذية.

النتائج:

وزن البوتقة فارغة =

وزن البوتقة وبها العينة قبل الترميد =

وزن البوتقة وبها الرماد =

القانون المستخدم:

- -

- -

الحسابات:

- -

- -

- -

- -

أسئلة:

س١ : على ماذا تطلق كلمة الرماد؟

- -

س٢ : اذكر أقسام الرماد في الأغذية

(١) -

(٢) -

س٣: اذكر فائدة استخدام المجفف الزجاجي

- -

- -

- -

- -

تحليل الأغذية - عملي

تقدير الفيتامينات

الوحدة الخامسة : تقدير الفيتامينات

الجدارة: القدرة على قياس وحساب نسبة فيتامين ج (C) في الأغذية

الأهداف:

١- أن يتعرف المتدرب على فوائد فيتامين C .

٢- أن يعدد المتدرب بعض أنواع الأغذية المحتوية على فيتامين C .

٣- أن يتمكن المتدرب من حساب النسبة المئوية لفيتامين C في عينة عصير ليمون

مستوى الأداء المطلوب: أن يصل المتدرب إلى إتقان الجدارة بنسبة ٩٧٪

الوقت المتوقع للتدريب على الجدارة: ساعتان

الوسائل المساعدة: سحاحة- دورق معياري سعة ١٠٠ مل- حمض اسكوربيك قياسي- صبغة٢- ٦ ثنائي كلوروفينول أندوفينول- حمض اكساليك ٢٪- عينة عصير ليمون

متطلبات الجدارة:

١- أن يكون المتدرب قادرا على حساب النسبة المئوية لفيتامين C .

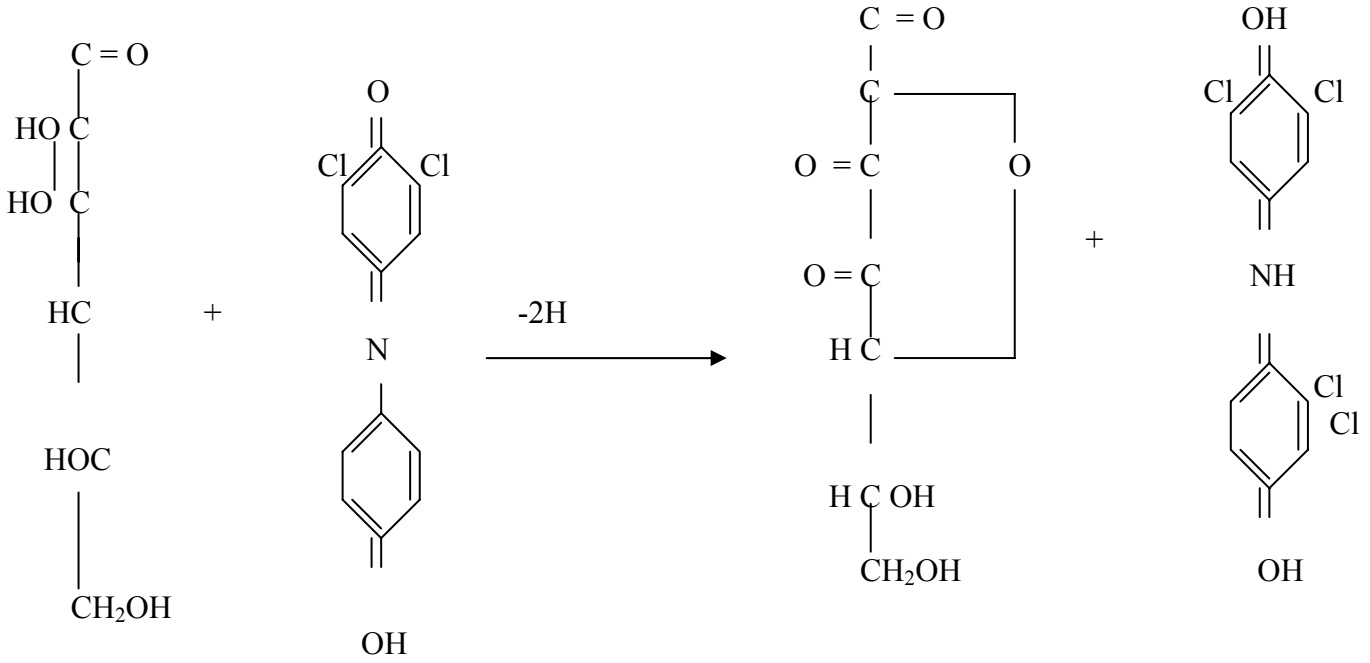
٢- أن يكون المتدرب قادرا على معرفة أهمية الفيتامين بالنسبة للإنسان.

تقدير الفيتامينات

تقدير فيتامين ج في الأغذية بالمعايرة بصبغة ٢- ٦ ثنائي كلورو فينول اندوفينول

أساس التقدير:

يحتوى فيتامين C أو L-Ascorbic acid على التركيب الاينولى بين ذرتي الكربون رقم ٢ ، ٣ وهذا يجعله عاملاً مختزلاً قوياً وتستغل هذه الصفة في تقدير الفيتامين كميا حيث يختزل الصبغة التي تعتبر في هذه الحالة عاملاً مؤكسداً لأنها تستقبل ذرتي الأيدروجين من ذرتي كربون التركيب الاينولي وتختزل الصبغة طبقا للتفاعل التالي:



L-Ascorbic acid (Reduced form)	2,6DCPI (Oxidized form)	Dehydro Ascorbic acid (Oxidized form)	2,6 DCPI (Blue color) (Reduced form)

القانون المستخدم:

$$\text{النسبة المئوية لفيتامين ج (C) لكل ١٠٠ جم عينة} = \frac{V \times T}{W} \times 100$$

حيث إن V هي حجم الصبغة.

T قوة الصبغة.

W وزن العينة.

المحاليل:

١- حامض اكساليك ٢٪ أو قد يستخدم حامض الميتالوفوسفوريك ٣٪ أو حامض الخليك ١٠٪.

٢- تحضير محلول صبغة 2.6 Dichlorophenolendophenol **ويتم تحضير الصبغة كالآتي:**

أ) يضاف إلى ٢٥٠ ملليلتر ماء مقطر ٢١٠ ملليجرام بيكربونات صوديوم في كاس ثم يغلى وتبرد المحتويات.

ب) أضف ٢٥٠ ملليجرام من صبغة 2.6 Dichlorophenolendophenol وقلب المحلول بشدة لإتمام ذوبان الصبغة.

ج) أكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر ثم رشح واستقبل الراشح في زجاجة ذات لون داكن ومحكمة القفل.

د) احتفظ بمحلول الصبغة في الثلاجة.

هـ) تقدر قوة محلول الصبغة يوميا قبل الاستعمال.

٣- محلول حامض الأسكوربيك القياسي:

أ) يذاب ٥٠٠ ملليجرام من حامض الأسكوربيك في ٥٠٠ ملليلتر من حامض الأكساليك ٢٪.

ب) يكمل الحجم إلى لتر بواسطة حامض الأكساليك ٢٪.

يحتوى المللليلتر الواحد على ٠,٥٪ ملليجرام حامض أسكوربيك.

تعريف قوة الصبغة

تعرف قوة الصبغة على أنها عدد ملليجرامات حامض الأسكوربيك التي تكافئ ١ ملليلتر من محلول صبغة 2.6 Dichlorophenolendophenoi ويتم تقديرها كالآتي:

طريقة التقدير

أ) يؤخذ ٥ ملليلتر من حامض الأسكوربيك العياري في دورق مخروطي.

ب) يضاف ٥ مل من حامض الأكساليك ٢٪.

ج) عادل بواسطة الصبغة الموجودة في السحاحة.

د) تعرف على نقطة انتهاء التفاعل بظهور لون وردي لمدة ١٥ ثانية.

١- استخلاص العينة:

يتم الاستخلاص للعينة بحامض (أكساليك- ميتافوسفوريك) حيث يكون pH بين ٣- ٤ في هذا النطاق يكون لون الصبغة ثابتاً وكذلك يحدث تثبيط لإنزيم Ascorbic acid oxidase وعند ارتفاع

الـ pH عن المدى السابق يزداد فعل العوامل الأخرى المختزلة وعند انخفاض الـ pH نجد أن لون الصبغة يتلاشى.

ويتم الاستخلاص كالآتي:

أ) العينات الطازجة: تستخلص بواسطة حامض الميتافوسفوريك أو الأكساليك باستخدام خلاط كهربائي.

ب) **العينات المجففة**: تحتوى على ثاني أكسيد الكبريت (SO_2) نتيجة عملية الكبرتة ووجوده يعمل على اختزال الصبغة والتداخل في التقدير ويتم التخلص منه بإضافة أسيتون حيث يرتبط مع الكبريت ويصبح في صورة غير حرة ولا يدخل في التفاعل.

ج) **العينات المعلبة**: تتواجد فيها أيونات الحديد والنحاس وتسبب اختزال الصبغة ويتم التغلب عليها باستخدام حامض خليك (٠,٨٪).

وعادة تتم عملية الاستخلاص في الخطوات الآتية:

١- يؤخذ ٢٠٠ جرام عينة ويضاف إليها ٢٠٠ جرام محلول حامض الأكساليك ٢٪ وتخلط جيدا في الخلاط لمدة دقيقتين .

٢- يؤخذ ٢٠ مل من هذا المستخلص وتوضع في دورق معياري سعة ١٠٠ ملليلتر ويكمل للعلامة.

٣- يؤخذ ١٠ مل من المحلول الأخير ونعاير بالصبغة.

وعليه يكون وزن العينة في ١٠ ملليلتر التي دخلت في الفاعل أو المعايرة النهائية كالآتي:

$$\text{١ جرام / ١٠ مل مستخلص} = \frac{\text{١٠ X ٢٠ X ٢٠٠}}{\text{١٠٠ X ٤٠٠}}$$

ثم تحسب كمية Vitamin C بالملليجرام لكل ١٠٠ جرام عين كالآتي:

$$\text{Vitamin C mg/ 100 gm sample} = \frac{V \text{ X } T}{W} \text{ X } 100$$

مثال:

احسب كمية فيتامين C في عينة مقدارها ١ جم ثم استخلاصها ومعادلتها بواسطة محلول الصبغة وكانت النتائج كالآتي:

١- حجم الصبغة لمعادلة ١٠ مل مستخلص العينة = ٩و١٠ مل.

٢- حجم الصبغة لمعادلة ١٠ مل فيتامين C نقي (٢ ملليجرام) = ٤و٣٧ مل.

الحل

من تعريف قوة الصبغة وهو عدد ملليجرامات فيتامين C النقي التي تكافئ ١ مل صبغة يمكن حساب قوة الصبغة كالآتي:

٤ و٣٧ مل صبغة = ٢ ملليجرام فيتامين C نقي.

١ مل صبغة = ملليجرام فيتامين C نقي

$$\frac{٢ \times ١}{٣٧و٤} = ٠و٠٥٣٤٧ \text{ ملليجرام فيتامين}$$

عدد ملليجرامات الفيتامين بالعينة= قوة الصبغة **X** حجم الصبغة المستخدم للعينة.

عدد ملليجرامات الفيتامين في العينة = ٩و١٠ **X** ٠و٠٥٣٤٧ = ٠و٥٨٢٨٢ ملليجرام

عدد ملليجرامات الفيتامين في ١٠٠ جم = $\frac{٠و٥٨٢٨٢ \times ١٠٠}{١}$ = ٥٨و٢٨٢

= ٥٨و٢٨٢ ملليجرام فيتامين / ١٠٠ جم عينة.

هذا ويمكن تطبيق القانون في خطوة واحدة كالآتي:

ملليجرام فيتامين / ١٠٠ جم = $\frac{٩و١٠ \times ٠و٠٥٣٤٧ \times ١٠٠}{١}$ = ٥٨و٢٨٢ ملليجرام فيتامين

تقدير النسبة المئوية لفيتامين C في الأغذية

أدوات التجربة

سحاحة- دورق معياري سعة ١٠٠ مل – محلول صبغة٢- ٦ ثنائي كلوروفينول أندوفينول – عينة عصير

طريقة التجربة

١- نأخذ ٥ مل من عينة العصير ونضعها في دورق .

٢- نضيف عليها ٥ مل من حامض الاكساليك ٢٪.

٣- المعايرة من السحاحة المحتوية على الصبغة حتى ظهور لون وردي.

٤- بعد ظهور اللون نقفل السحاحة ونسجل القراءة ثم نحسب نسبة فيتامين C باستخدام القانون .

ملاحظة: لحساب قوة الصبغة يجب ملاحظة الآتي:

نحن قمنا بتحضير ١٠٠٠ ملليلتر من حامض الأسكوربيك القياسي والتي تحتوى على ٥٠٠ ملليجرام فيتامين C كمادة صلبة.

إذن:

كل ٥ مل من محلول حمض الأسكوربيك القياسي يحتوى على ٢,٥ جم من فيتامين C.

وعندما قمنا بإجراء المعايرة لإيجاد قوة الصبغة قمنا بأخذ ٥ مل من محلول حمض الأسكوربيك

فلاحظنا الآتي:

أن ٥ مل من حامض الأسكوربيك تعادل (- - -) مل من محلول الصبغة.

نقوم بالتعويض عن ٥ مل بـــ ٢,٥ ملليجرام من فيتامين C وتكتب بالشكل التالي:

٢,٥ ملليجرام من فيتامين (C) تعادل (- - -) مل من محلول الصبغة

إذن:

(T) ملليجرام من فيتامين (C) تعادل ١ مل من محلول الصبغة

بضرب الطرفين في الوسطين

$$(- - - -) \times T = ١ \times ٢,٥$$

$$T = \frac{١ \times ٢,٥}{(- - - -)}$$

ثم تحسب النسبة المئوية بعد إيجاد T

تدريب وأسئلة

اسم التجربة: تقدير فيتامين C في الأغذية.

أدوات التجربة : -
- -
- -

القانون لمستخدم :

- -
- -
- -

الحسابات :

- -
- -
- -
- -

أجب عن الأسئلة التالية :

س١ : نقص فيتامين C يسبب مرض -
- -

س٢ : اذكر ثلاة أغذية تحتوى على فيتامين(C)

- -
- -
- -

س٣: اكتب الصيغة البنائية لفيتامين (C)

- -
- -
- -
- -
- -

تحليل الأغذية - عملي

تقدير الصبغات

الوحدة السادسة : تقدير الصبغات

الجدارة: المقدرة على تقدير صبغتي الكلوروفيل والكاروتين في الأغذية.

الأهداف: أن يتمكن المتدرب من تقدير صبغتي الكلوروفيل والكاروتين في الأغذية.

مستوى الأداء المطلوب: أن يصل المتدرب إلى إتقان الجدارة بنسبة ٩٤ ٪.

الوقت المتوقع للتدريب على الجدارة: ساعتان

الوسائل المساعدة: أسيتون- اثير بترولي- كبريتات الصوديوم اللامائية- كلوروفورم- أكسيد المونيوم أو ماغنسيوم- محلول الاستخلاص (٣ ٪ أسيتون/ اثير بترولي)- عمود زجاج.

متطلبات الجدارة: أن يكون المتدرب قادرا على تقدير صبغتي الكلوروفيل والكاروتين في الأغذية.

تقدير الصبغات

أولا : تقدير الكلوروفيل

يمكن بهذه الطريقة قياس محتوى المواد الغذائية من الكلوروفيل أ ،ب.

الكيماويات المطلوبة :

١- أسيتون ٨٠ ٪ (يتم تحضيره بإضافة ٢٠ سم^3 ماء مقطر إلى ٨٠ سم^3 أسيتون).

٢- هيدروكينون.

٣- رمل ناعم نقي (يجب غسيل الرمل عدة مرات بحمض الأيدروكلوريك قبل الاستعمال).

طريقة الاستخلاص والتقدير :

١- يتم أخذ ٠,٥ جم من العينة النباتية المراد قياس الكلوروفيل بها.

٢- توضع العينة في هون صيني ويوضع عليها القليل جدا من الرمل الناعم وكمية صغيرة جدا من الهيدروكينون ثم يوضع عليها ٢٠ سم^3 أسيتون ٨٠ ٪.

٣- يتم الطحن جيدا ثم تنقل إلى كأس صغير (٨٠ مل) ثم تغطى وتترك لمدة ١- ٢ يوم (يفضل ٤٨ ساعة).

٤- يتم الترشيح وأخذ جزء من الرائق وتقاس الكثافة الضوئية (OD) على الأطوال الموجية التي تظهر في المعادلات التالية باستخدام جهاز الأسبكتروفوتوميتر.

طريقة الحساب :

١- كلوروفيل أ

يحسب من المعادلة التالية :

Chlorophyll A, mg/ litter = (9.93 X OD at 660 nm) – (0.777 X OD at 642.5nm)

٢- كلوروفيل ب

يحسب من المعادلة التالية :

Chlorophyll B, mg/ litter = (17.6 X OD at 642.5 nm) – (2.81 X OD at 660 nm)

٣- كلوروفيل أ + ب

يحسب من المعادلة التالية :

Total chlorophyll, mg/ litter = (7.12 X OD at 660 nm) + (16.8 X OD at 642.5 nm)

ثانيا : تقدير صبغة الكاروتين في الأغذية

Determination of carotene pigments in foods

يتم استخلاص هذه الصبغات في أحد المذيبات العضوية ثم إمرارها على عمود محتوى على الألومينا أو أكسيد الماغنسيوم ويتم بعد ذلك قراءة الكثافة الضوئية للعينة ويُمكن حساب التركيز من منحنى قياس تُستخدم فيه صبغة الـ β-carotene النقية وفى بعض الأحيان يتم تقدير الكثافة الضوئية لمستخلص الصبغة مباشرةً ويُمكن الحساب من المنحنى القياسي.

المحاليل والأدوات اللازمة :

١- أسيتون.

٢- إثير بترولي.

٣- صوديوم كبريتات اللامائية.

٤- كلوروفورم.

٥- أكسيد ألومنيوم أو ماغنسيوم.

٦- محلول الاستخلاص (٣٪ أسيتون / الإثير البترولي.

٧- عمود زجاجي

خطوات العمل :

أ- عمل المنحنى القياسي :

١- زن بدقة ٢٥ مليجراماً من صبغة β-carotene النقية وتُذاب في ٢,٥ مل كلوروفورم م ويُكمل الحجم إلى ٢٥٠ مل بواسطة الإثير البترولي (١ مل = مليجرام صبغة).

٢- خفف ٢٥ مل من هذا المحلول الأساسي إلى ٢٥٠ مل بواسطة الإثير البترولي في دورق معياري (١ مل=١٠ ميكروجرام صبغة).

٣- خذ من هذا الدورق الأحجام التالية ٥، ١٠، ١٥، ٢٠، ٢٥، ٣٠ مل وذلك إلى دوارق معيارية منفصلة سعة ١٠٠ مل يحتوي كل منهما على ٣ مل أسيتون وأكمل الحجم بالإثير البترولي.

٤- تركيز هذه التخفيفات يكون٠,٥٠، ١، ١,٥، ٢، ٢,٥، ٣ ميكروجرام صبغة الكاروتين/ مل.

٥- بواسطة جهاز Spectorphotometer سجل الكثافة الضوئية المقابلة لكل تركيز وذلك على طول موجي مقداره ٤٥٢ ملليمكرون.

٦- ارسم العلاقة بين الكثافة الضوئية على المحور الرأسي والتركيز على المحور الأفقي بمقياس رسم مناسب

ب- استخلاص الصبغة من العينة:

١- خذ وزنة مناسبة من العينة (٥- ١٠ جم) بحيث تحتوى على ١٠ إلى ٥٠٠ ميكروجرام صبغة واطحن العينة في هون صيني في وجود الأسيتون واستخدم رملاً للمساعدة على الاستخلاص إذا لزم الأمر.

٢- استمر في عملية الاستخلاص مرتين أو ثلاثاً حتى يُصبح الأسيتون عديم اللون.

٣- رشح المستخلص الكلى خلال طبقة من القطن أو الصوف الزجاجي وخذ الراشح إلى قمع فصل.

٤- أضف إلى مستخلص الصبغة في الأسيتون حوالي ١٠ إلى ١٥ مل إثير بترولي ثم انقل الصبغة إلى طبقة الإثير البترولي عن طريق إضافة جزء من الماء المقطر أو المحتوي على ٥٪ كبريتات صوديوم.

٥- رج محتويات الدورق ثم افصل الطبقة المحتوية على صبغة الكاروتين.

٦- كرر الاستخلاص من الطبقة المائية والأسيتون عدة مرات عن طريق استعمال الإثير البترولي إلى أن تُصبح طبقة الإثير البترولي عديمة اللون.

٧- رشح مستخلص البترول الإثيري خلال طبقة من كبريتات الصوديوم اللامائية وأكمل الحجم في دورق معياري باستخدام الإثير البترولي (٢٥ إلى ٥٠ مل).

٨- يتم تقدير الكاروتينات الكلية بتقدير الكثافة الضوئية للمستخلص على موجة مقدارها ٤٥٢ ملليمكرون وذلك بأخذ حجم معين في دورق معياري سعة ١٠٠ مل يحتوى على ٣ مل أسيتون وتُحسب النسبة من المنحنى القياسي السابق إعداده أما في حالة تقدير صبغة البيتا كاروتين يتم عمل ما يلي.

جـ- الفصل الكروماتوجرافي:

١- يتم تعبئة عمود الفصل الزجاجي بواسطة مسحوق أكسيد الماغنسيوم (MgO) بطول حوالي ١٠ سم يوضع قطعة من القطن في أسفل العمود أيضاً يتم تعبئة طبقة من كبريتات الصوديوم اللامائية بعمق ١ سم تقريباً فوق طبقة أكسيد الماغنسيوم.

٢- يتم تبليل مادة الادمصاص بواسطة إضافة الإثير البترولي إلى العمود.

٣- يتم تحميل من (٥ إلى ١٠ مل) من مستخلص العينة على العمود ويتم الاستخلاص حيث تخرج صبغة الـ β-carotene قبل جميع الصبغات الأخرى.

٤- يتم تجميع الصبغة الخارجة من العمود ويُكمل الحجم في دورق معياري ذي سعة مناسبة بواسطة الإثير البترولي.

٥- يتم تقدير الكثافة الضوئية لصبغة بيتا كاروتين على موجة ضوئية طولها ٤٥٢ ملليمكرون ويُستخدم البلانك ٣٪ أسيتون في الإثير البترولي.

٦- يتم حساب ٪ لصبغة البيتا كاروتين من المنحنى القياسي السابق إعداده وذلك تبعاً للمعادلة التالية:

ميكروجرام بيتا كاروتين / ١٠٠ جم عينة

$$= \frac{\text{تركيز الصبغة في المستخلص (ميكروجرام } X \text{ الحجم النهائي } X \text{ معامل التخفيف × ١٠٠)}}{\text{وزن العينة}}$$

تدريب

اسم التجربة: تقدير الكلوروفيل.

القانون المستخدم:

- -
- -
- -

الحسابات:

- -
- -
- -
- -
- -
- -
- -
- -
- -

تدريب

اسم التجربة: تقدير صبغة الكاروتين في الأغذية.

القانون المستخدم:

- -
- -
- -

الحسابات:

- -
- -
- -
- -
- -
- -
- -
- -
- -

تحليل الأغذية - عملي

الكربوهيدرات في الأغذية

الوحدة السابعة : الكربوهيدرات في الأغذية

الجدارة: القيام بتقدير السكريات المختزلة والنشا والألياف الخام (طريقة ويندي).

الأهداف: أن يتمكن المتدرب من تقدير وحساب النسبة المئوية للسكريات المختزلة والنشا والألياف الخام (طريقة ويندي).

مستوى الأداء المطلوب: أن يصل المتدرب إلى إتقان الجدارة بنسبة ٩٧ ٪.

الوقت المتوقع للتدريب على الجدارة: ٤ ساعات

الوسائل المساعدة: محلول سكري (١ مل يحتوى على ٢,٥ ملليجرام جلوكوز)- مستخلص العينة الخالي من الرصاص- محلول فهلنج أ ،ب- ماصة سعة ١٠ مل- دليل أزرق الميثلين- حمض الهيدروكلوريك ٢٠ ٪- محلول هيدروكسيد الصوديوم ٥٠٪- حمض الكبريتيك (٠,٢٥ عياري)- محلول هيدروكسيد البوتاسيوم - جهاز فيوري لاستخلاص الألياف الخام- بواتق زجاجية ذات مسام ٠,٤٥٠ ملليمتر.

متطلبات الجدارة: أن يكون المتدرب قادرا على حساب وتقدير النسبة المئوية للسكريات المختزلة والنشا والألياف الخام.

الكربوهيدرات Carbohydrates

أولا : تقدير السكريات المختزلة كمياً

لكي يتم تقدير المركبات السكرية بالأغذية كمياً يجب استخلاصها أولاً ثم التخلص من المواد التي تتواجد في مستخلص السكر والتي غالباً تتداخل مع طريقة التقدير وتُسمى هذه العملية بالترويق Clarification ومن هذه المواد التي تتواجد في مستخلص السكر الصبغات النباتية الذائبة والأحماض الأمينية والتي تكون نشطة ضوئياً المركبات الفينولية والدهون وبعض المواد الغروية والبروتين ويتم التخلص من الصبغات بواسطة استخدام الفحم أو راتنجات التبادل الأيوني ويُستخدم بعض مواد الترويق الشائعة مثل الألو مينا أو خلات الرصاص بأنواعها . كذلك بعد تمام عملية الترويق يجب التخلص من الرصاص الزائد بالمحلول باستخدام أكسالات البوتاسيوم.

تحضير مستخلص السكر للتقدير الكمي :

يمر ذلك بالخطوات الآتية :

أ- استخلاص السكر Extraction of sugar

١- زن ١٠ جم من العينة (مربى) وضعها في كأس زجاجي سعة ٥٠٠ مل ثم أضف إليها ٤٠٠ مل من الماء المقطر و ٣ جرام كربونات كالسيوم لمعادلة الحموضة بها

٢- اغل لمدة نصف ساعة مع التقليب المستمر لاستخلاص السكر.

٣- انقل محتويات الكأس نقلاً كمياً إلى دورق معياري سعة لتر.

ب- الترويق Clarification

١- أضف كميات متتالية من خلات الرصاص ١٠٪ إلى محتويات الدورق واستمر في الإضافة مع التقليب حتى يتكون راسب حبيبي ينفصل بسرعة إلى القاع ثم أكمل محتويات الدورق إلى العلامة بالماء المقطر.

٢- رشح المحلول خلال دورق ترشيح (قد تُستخدم مواد مساعدة لسرعة الترشيح).

جـ- إزالة الرصاص Deleading

١- أضف إلى الراشح كمية بسيطة من أكسالات البوتاسيوم أو كربونات الصوديوم الجافة حتى يتم ترسيب خلات الرصاص من المحلول.

٢- رشح المحلول لإزالة الرصاص المترسب ثم اختبر الراشح لوجود أيونات الرصاص عن طريق إضافة بلورات بسيطة من أكسالات الرصاص إلى جزء من الراشح في أنبوبة اختبار ولاحظ تكون راسب أبيض دليلاً على وجود أيونات الرصاص بمستخلص السكر.

٣- يستمر في إضافة بلورات أكسالات البوتاسيوم حتى لا يظهر الراسب الأبيض (أكسالات أو كربونات الرصاص) دليل على ترسيب جميع أيونات الرصاص من المستخلص.

٤- يتم الترشيح ويكون هذا المستخلص الخالي من الرصاص جاهزاً لتقدير السكر به.

تقدير السكريات المختزلة بواسطة طريقة Lane-Eynon

أساس التقدير

أساس هذه الطريقة يعتمد على اختزال أيونات النحاس في الوسط القلوي بواسطة السكريات المختزلة ويتم حساب حجم محلول السكر الذي يلزم لاختزال حجم معين من محلول فهلنج أ ، ب (١٠ مل أو ٢٥ مل من المحلولين) ومن جداول خاصة يُمكن حساب نسبة السكر المختزل بالعينة .

المحاليل والأدوات المطلوبة :

١- محلول السكر العياري (١ مل يحتوى على ٢,٥ مليجرام جلوكوز).

٢- دليل أزرق الميثيلين ١٪ في الماء.

٣- مستخلص العينة الخالي من الرصاص.

٤- محلول فهلنج أ : يذاب ٣٥ جم من كبريتات النحاس المائية (نح كب أ٤,٧يد٢أ) في الماء المقطر ويكمل الحجم إلى ٥٠٠ مل.

٥- محلول فهلنج ب: يذاب ١٢٠ جم من هيدروكسيد الصوديوم و ١٧٣ جم من ملح روشل (صوديوم بوتاسيوم طرطرات) في الماء المقطر ويكمل الحجم إلى ٥٠٠ مل.

٦- ماصة سعة ٥ أو ١٠ مل.

٧- سحاحة سعة ٥٠ مل.

٨- لهب بنزن.

طريقة التقدير:

١- في دورق مخروطي سعة ٥٠٠ مل خذ ١٠ مل أو ٢٥ مل من محلول فهلنج (أ ، ب) عادةً يخلط حجمان متساويان من المحلولين ويأخذ منهما الحجم المطلوب (١٠ أو ٢٥ مل) ويتم الخلط قبل الاستعمال مباشرةً ويستبعد المتبقي بعد ذلك.

٢- من السحاحة المحتوية على مستخلص العينة السكري أضف حوالي ١٥ مل دفعة واحدة.

٣- سخن محتويات الدورق على اللهب حتى الغليان لمدة دقيقتين ولاحظ محتويات الدورق إذا استمر اللون الأزرق دليلاً على عدم اختزال جميع أيونات النحاس.

٤- تتم إضافة محلول العينة من السحاحة على دفعات صغيرة مع استمرار الغليان وذلك حتى يُصبح لون محلول فهلنج أزرق خفيف.

٥- أضف ٢- ٥ نقط من دليل أزرق الميثلين إلى الدورق ثم أكمل المعايرة نقطة بنقطة حتى اختفاء لون دليل أزرق الميثلين تُعتبر هذه المعايرة تجريبية أو أولية.

٦- أعد التجربة مرة أخرى مع إضافة كل كمية المستخلص المأخوذ في المعايرة الأولية دفعة واحدة ما عدا ١ مل يُضاف نقطة بنقطة حتى انتهاء الاختزال.

٧- أجر التجربة مرة أخرى مع محلول السكر العياري الذي يحتوى ١ مل منه على ٢,٥ مليجرام جلوكوز.

٨- من جداول Lane-Eynon أوجد قيمة السكر المختزل المقابل للحجم المأخوذ في عملية المعايرة ثم احسب كمية السكر المختزل بعد إدخال عامل التخفيف في الاعتبار.

ملحوظات على التقدير:

١- يجب أن يتم الغليان خلال دقيقتين من بداية التسخين.

٢- في نهاية التنقيط يُضاف مستخلص السكر من السحاحة على دفعات صغيرة ويستمر التسخين لمدة ١٥ ثانية بين كل إضافة وأخرى بحيث تنتهي عملية المعايرة تماماً خلال ٣- ٤ دقائق من بداية التسخين.

٣- عند إضافة الدفعة الأولى من مستخلص العينة إلى محلول فهلنج والغليان إذا اختفى اللون الأزرق تماماً (١٠ مل محلول فهلنج أ ، ب) وظهر اللون الأحمر دل ذلك على زيادة تركيز السكر بالمستخلص فيجب استخدام ٢٥ مل محلول فهلنج أ ، ب بدلاً من ١٠ مل.

٤- إذا اختفى اللون أيضاً في حالة ٢٥ مل محلول فهلنج فيجب تخفيف العينة وأخذ ذلك في الاعتبار عند الحساب النهائي.

٥- من الجدول يُمكن الحساب على أساس سكروز أو جلوكوز أو مالتوز.

مثال ١: عند استخدام ١٠ جم من عينة المربى تم استخلاص السكر وقدرت السكريات المختزلة بطريقة Lane-Eynon ولزم لاختزال ١٠ مل من محلول فهلنج ١٧ مل من مستخلص العينة احسب النسبة المئوية للسكريات المختزلة في العينة إذا كان الحجم النهائي هو ٢٥٠ مل.

الحل:

من الجدول نجد أن ١٧ مل مستخلص العينة يُقابله = ٢٩٥ مليجرام سكر مختزل

٢٩٥ مليجرام سكر مختزل توجد في ١٠٠ مل.

X مليجرام سكر مختزل توجد في ٢٥٠ مل (١٠ جم عينة).

٢٩٥ × ٢٥٠

X = ——————— = ٧٣٧,٥ مليجرام سكر مختزل

١٠٠

٧٢٧,٥ × ١٠٠

٪ للسكريات المختزلة = ——————— = ٧,٣٧٥٪

١٠ × ١٠٠٠

مثال ٢: عند تقدير السكريات المختزلة بطريقة Lane-Eynon أجري استخلاص السكر من عينة مقدارها ١٠ جم ونقلت كمياً إلى دورق معياري سعة ٢٥٠ مل وتم الترويق واستخدم ١٠ مل محلول فهلنج وكان حجم مستخلص السكر المأخوذ هو ٢١,٤مل، ٢١,٢ مل وبمتوسط ٢١,٣ مل. احسب السكريات المختزلة بالعينة كنسبة مئوية.

الحل:

من الجداول الخاصة بـ ١٠ مل محلون فهلنج نجد أن:

٢١ مل محلول مستخلص العينة يُقابله ٢٣٩ مليجرام ١٠٠ مل

٢٢ مل محلول مستخلص العينة يُقابله٢٢٨,٢ مليجرام ١٠٠ مل وبالطرح نجد أن:

١ مل محلول مستخلص العينة يُقابله ١٠,٨ مليجرام ١٠٠ مل

٠,٣ مل محلول مستخلص العينة =٠,٣× ١٠,٨ = ٣,٢٤ مليجرام

٢١,٣ مل محلول عينة يُقابله = ٢٣٩ – ٣,٢٤ = ٢٣٥,٧٦ مليجرام ١٠٠ مل

معنى ذلك أن مستخلص العينة يحتوى ١٠٠ مل منه على٢٣٥,٧٦ مليجرام سكر مختزل

٢٥٠ مل يحتوى على٢٣٥,٧٦ مليجرام سكر مختزل

٢٣٥,٧٦ × ٢٥٠

X = ——————— = ٥٨٩,٤ مليجرام = ٠,٥٨٩٤جرام

١٠٠

وهى نفس الكمية الموجودة في العينة الأصلية لأنها نقلت كمياً إلى دورق معياري سعة ٢٥٠ مل

٥٨٩٤ × ١٠٠

٪ للسكر المختزل = ——————— = ٥,٨٩٤ ٪

١٠

جدول (٣) Lane Eynon لتقدير السكريات المختزلة (مليجرام سكر مختزل لكل ١٠٠ مل محلول).

Sugar solution (ml)	Dextrose

	10 ml Fehling	25 ml Fehling
15	327	801.0
16	307	751.0
17	289	707.0
18	274	668.0
19	260	633.0
20	247.4	661.5
21	235.8	572.9
22	225.5	547.3
23	216.1	523.6
24	207.4	501.9
25	199.3	482.0
26	191.8	463.7
27	184.9	446.8
28	178.5	431.1
29	172.5	416.4
30	167.0	402.7
31	161.8	389.7
32	156.9	377.6
33	152.4	366.3
34	148.0	355.6
35	143.9	345.6
36	140.0	336.3
37	136.4	327.4
38	132.9	318.8
39	129.6	310.7
40	126.5	303.1
41	123.6	295.9
42	120.8	289.0
43	118.1	282.4
44	115.5	276.1
45	113.0	270.1
46	110.6	264.3
47	108.4	258.8
48	106.2	253.5
49	104.1	246.4
50	102.2	243.6

ثانيا: تقدير النشا في الأغذية Determination of Starch in Foods

أساس التقدير:

يعتمد هذا التقدير على التخلص من السكريات البسيطة والأحادية من العينة بواسطة الماء ثم يُجرى التحليل بالحامض للسكريات العديدة (النشا) وبعد ذلك يتم تقدير السكريات المختزلة ويُضرب الناتج في المعامل ٠,٩ ويُمكن الحصول على نسبة النشا في العينة.

المحاليل المطلوبة:

١- عينة المادة الغذائية (دقيق فول).

٢- ماء مقطر.

٣- حمض يد كل كثافته ١,٠٢٥ جم/ سم٣

٤- صودا كاوية ٥٠٪.

٥- دورق مخروطي ومكثف عاكس.

٦- لهب أو مصدر تسخين.

٧- جميع محاليل وأدوات تقدير السكريات المختزلة.

خطوات العمل:

١- يُؤخذ ٣ جم من العينة المطحونة جيداً في دورق مخروطي سعة ٢٥٠ مل ويُضاف إليها ٥٠ مل ماء مقطر بارد وتُقلب المحتويات لمدة ساعة.

٢- تُرشح المحتويات وتُغسل جيداً بالماء المقطر (حوالي ٢٥٠ مل).

٣- يتم نقل المادة المتبقية على ورقة الترشيح إلى دورق آخر سعة ٥٠٠ مل وذلك بواسطة ٢٠٠ مل ماء مقطر.

٤- يُضاف إلى الدورق ٢٠ مل حمض يد كل ويُركب المكثف العاكس ويبدأ في الغليان ويستمر في ذلك لمدة ٢,٥ ساعة.

٥- تُبرد محتويات الدورق إلى درجة حرارة الغرفة ثم تُعادل بواسطة ص أ يد ٥٠٪ ثم تُنقل إلى دورق معياري سعة ٢٥٠ مل ويُكمل إلى العلامة بالماء المقطر.

٦- يتم الترشيح ويُؤخذ الراشح لتقدير السكريات المختزلة بواسطة الطريقة السابقة.

٧- يُمكن معرفة ٪ للنشا في العينة من المعادلة التالية:

٪ للنشا = ٪ للجلوكوز بعد التحليل × ٠,٩

ثالثا: تقدير الألياف الخام بطريقة ويندي Weende

الأساس العلمي:

تعتمد هذه الطريقة على إذابة وانحلال المركبات اللاسيلولوزية Non- cellulose بواسطة محلول حمض الكبريتيك المخفف ومحلول هيدروركسيد البوتاسيوم المخفف.

المحاليل:

١- محلول حامض الكبريتيك (١,٢٥ ٪ أو ٠,٢٥٥٠ عياري) = ١٢,٥ جرام من الحمض المركز تخفف إلى ١٠٠٠ مل بالماء المقطر.

٢- محلول هيدروكسيد البوتاسيوم (١,٢٥ ٪ أو ٠,٢٣٣ عياري) = ١٢,٥ جرام من KOH تذاب في الماء المقطر وتخفف إلى ١٠٠٠ مل.

الأجهزة:

١- جهاز فيوري Fiwe لاستخلاص الألياف الخام (شكل ٥).

٢- بواتق زجاجية Jena ذات مسام ٠,٤٥مليميتر.

شكل (٥) جهاز فيوري Fiwe لاستخلاص الألياف الخام.

تحضير العينة:

يجب مراعاة الشروط الآتية في هذه الطريقة عند تحضير العينة:

١- يجب أن تكون العينة مجففة وناعمة حين تمر من منخل فتحته ١ مليمتر (١٨ مش).

٢- تجفف العينة في فرن على ١٠٥- ١١٠° م أو على ٧٠ °م في فرن تحت تفريغ، أما إذا كان التجفيف بالحرارة المرتفعة يغير من طبيعتها فبالإمكان تجفيدها Freeze drying قبل الطحن.

٣- إذا كانت نسبة الدهون في العينة تبلغ أكثر من ٥٠ ٪ فيجب نزع الدهن قبل طحنها.

٤- إذا كانت العينة بالغة النعومة ويخشى أن تسد ذراتها فتحات البوتقة فيمكن إضافة مادة السيلايت Celite إلى البوتقة قبل وزنها.

خطوات التقدير:

١- زن ١ جرام من العينة بدقة في كل من الست بواتق الزجاجية ويرمز لهذا الوزن بـ F0.

٢- ضع البواتق السته في مكانها المخصص بينما تكون اليد الرافعة للجهاز في الوضع العلوي.

٣- أنزل اليد الرافعة وثبتها في الوضع السفلي، ويجب أن تكون البواتق مثبتة بإحكام.

٤- افتح الماء واضبط معدل السريان بحوالي ٢ لتر في الدقيقة.

٥- شغل الجهاز وتأكد من إضاءة لمبة التشغيل.

٦- أضف ١٥٠ مل من الحامض الذي سبق تسخينه حتى الوقت المطلوب لبدء الغليان.

٧- أضف ٣- ٥ نقط من الأوكتانول كمضاد للرغوة.

٨- دع محلول الحامض يغلي لمدة ٣٠ دقيقة بالضبط.

٩- شغل طلمبة التفريغ لصرف محلول الحمض إلى المجاري.

١٠- اغسل ثلاث مرات بحوالي ٣٠ مل من الماء المقطر الساخن وقلب العينة بتشغيل الهواء المضغوط.

١١- بعد نهاية الغسيل أضف ١٥٠ مل من محلول القلوي الذي سبق تسخينه ثم أضف ٣- ٥ نقط من الأوكتانول.

١٢- دع المحلول القاعدي يغلي لمدة ٣٠ دقيقة بالضبط.

١٣- رشح واغسل كما في الخطوة ١٠,

١٤- اغسل بالماء المقطر البارد ثم بالأسيتون ثلاث مرات (٢٥ مل في كل مرة) وقلب العينة بواسطة الهواء المضغوط.

١٥- انقل البواتق إلى فرن التجفيف (١٠٥- ١١٠ °م) لمدة ساعة أو حتى ثبات الوزن، ضعها في المجفف الزجاجي حتى تبرد ثم زن (F1).

١٦- انقل البواتق إلى فرن الحرق (٥٥٠ °م) لمدة ثلاث ساعات ثم زنها بعد التبريد في المجفف الزجاجي (F2).

١٧- احسب النسبة المئوية للألياف الخام من المعادلة الآتية:

$$\text{٪ للألياف الخام} = \frac{F1 - F2}{F0} \times ١٠٠$$

تدريب وأسئلة

اسم التجربة: تقدير السكريات المختزلة بواسطة طريقة Lane &Eynon

النتائج:

وزن العينة بالجرام =

حجم المحلول السكري العياري اللازم لاختزال ١٠ مل من محلول فهلنج =

حجم مستخلص العينة اللازم لاختزال ١٠ مل من محلول فهلنج =

القانون المستخدم:

- -
- -

الحسابات:

- -
- -
- -

أسئلة:

س١: ما هو الأساس العلمي لتقدير السكريات المختزلة بطريقة Lane &Eynon

- -
- -
- -

س٢: ما هو الدليل على نهاية التجربة؟

- -
- -
- -

تدريب

اسم التجربة: تقدير النشا

القانون المستخدم:- -
- -
- -

الحسابات:

- -
- -
- -
- -
- -
- -
- -
- -
- -

تدريب

اسم التجربة: تقدير الألياف الخام بطريقة ويندي.

القانون المستخدم: -
- -
- -

الحسابات:

وزن البوتقة مع العينة قبل التجربة (Fo) = -

وزن البوتقة مع العينة بعد التجفيف (F1) = -

وزن البواتق الزجاجية مع العينة بعد الحرق (F2) = -
- -
- -
- -
- -
- -

تحليل الأغذية - عملي

البروتينات في الأغذية

الوحدة الثامنة : البروتينات في الأغذية

الجدارة: القيام بعملية تقدير البروتين الكلي والنتروجين اللابروتيني في عينة مادة غذائية باستخدام طريقة ميكروكلداهل.

الأهداف :أن يتمكن المتدرب من تقدير البروتين الكلى في الأغذية بواسطة طريقة ميكروكلداهل وحساب النسبة المئوية للبروتين.

مستوى الأداء المطلوب : أن يصل المتدرب إلى إتقان الجدارة بنسبة ٩٥٪.

الوقت المتوقع للتدريب على الجدارة: ٤ ساعات

الوسائل المساعدة: مسحوق هضم- دوارق هضم كلداهل ذات عنق طويل- ماصات سعة ١٠،٥ مل- دوارق مخروطية سعة ١٠٠- ١٥٠ مل- سحاحة سعة ٥٠ مل- وحدة تقطير ميكروكلداهل- وحدة هضم.

متطلبات الجدارة: أن يكون المتدرب قادرا على تقدير وحساب النسبة المئوية للبروتين في عينة مادة غذائية وأن يراعي قواعد السلامة عند استخدام جهاز ميكروكلداهل.

تقدير البروتين والنتروجين اللابروتيني

أولا :تقدير البروتين الكلى في الأغذية Determination of total protein in foods

طريقة ميكروكلداهل Micro Kjeldahl method

أساس التقدير

١- يتم تحويل المركبات النيتروجينية بالعينة إلى كبريتات أمونيوم $(NH_4)_2SO_4$ وذلك عن طريق غليان العينة مع حامض كبريتيك مركز (مرحلة الهضم).

٢- تحطيم أو تكسير كبريتات الأمونيوم السابق تكوينها بواسطة الصودا الكاوية المركز (٤٠٪) وتحرير الأمونيا منها عن طريق التقطير بالبخار في نظام مقفل واستقبالها في محلول ٢٪ من حمض البوريك H_3BO_3 (مرحلة التقطير).

٣- معايرة بورات الأمونيوم $(NH_4)_3BO_3$ المتكونة من حمض HCl معلوم القوة وبمعرفة حجم الحامض يُمكن حساب كمية النيتروجين في العينة (مرحلة المعايرة).

المحاليل والأدوات اللازمة :

١- حمض كبريتيك مركز.

٢- محلول هيدروكسيد صوديوم ٤٠٪.

٣- حمض بوريك ٢٪.

٤- حمض الأيدروكلوريك 70 / N (٢,٨ مل حمض يد كل مركز نقي وتكمل إلى ٢ لتر بالماء المقطر).

٥- دليل مختلط Mixed indicator (٢٠ مليجرام أحمر الميثيل+ ١٠٠٠ مليجرام أخضربروموكريزول تُطحن جيداً في هون زجاجي مع كحول الإيثايل ويُكمل الحجم إلى ١٠٠ مل بالكحول).

٦- أقراص هضم جاهزة أو مسحوق هضم Digestion mixture (يتكون من ٢٠ جزء من كبريتات البوتاسيوم K_2SO_4 + ٥ أجزاء من كبريتات النحاس اللامائية + ٠,٥ جزء ثاني أكسيد السيلينيم SeO_2 وتُخلط جيداً في هون).

٧- دوارق هضم كلداهل ذات عنق طويل

٨- ماصات سعة ٥، ١٠ مل.

٩- دوارق مخروطية سعة ١٠٠ أو ١٥٠ مل.

١٠- سحاحة سعة ٥٠ مل.

١١- وحدة هضم (شكل ٦ أ).

١٢- وحدة تقطير ميكروكلداهل (شكل ٦ ب).

أ

ب

شكل (٦) وحدة هضم البروتين (أ). ووحدة تقطير ميكروكلداهل (ب).

طريقة التقدير:

١- خذ وزنة مناسبة من العينة (٠,٥- ١,٥ جم) في أنبوبة هضم كلداهل.

٢- أضف إليها قرص هضم أو حوالي ٠,٥ جم من مسحوق الهضم.

٣- إذا كانت العينة جافة بللها بقليل من الماء المقطر.

٤- أضف إلى الأنبوبة بحذر حوالي ١٠- ١٥ مل حمض كبريتيك مركز وذلك تبعا لنسبة البروتين في العينة.

٥- ضع أنبوبة الهضم على وحدة الهضم ثم شغل مصيدة الغازات وابدأ التسخين البطيء (درجة منخفضة من مفتاح وحدة التسخين) حتى يتوقف الفوران وتتحول محتويات الدورق من اللون الأسود إلى البني.

٦- ارفع درجة حرارة التسخين (زيادة مفتاح وحدة التسخين) واستمر في الغليان حتى تصير المكونات عديمة اللون (عادةً من ٣- ٤ ساعات حسب نسبة البروتين والألياف بالعينة).

٧- ارفع الأنابيب من وحدة الهضم واتركها حتى تبرد تماماً (نهاية مرحلة الهضم).

٨- أكمل أنبوبة الهضم المحتوية على العينة المهضومة كمياً بالماء المقطر إلى ١٠٠ مل وضعها في مكانها المخصص على وحدة التقطير.

٩- تأكد من وصلات جهاز التقطير أنها سليمة.

١٠- يضبط برنامج جهاز التقطير من حيث مدة التقطير (١٠ دقائق) كذلك تضبط كمية القلوي المضافة أوتوماتيكيا للأنبوبة (١٠- ٢٥ مل) أيضا تضبط كمية حامض البوريك (٥- ١٠ مل) المحتوي على الدليل المختلط والتي تضخ في الجهة الأخرى لجهاز التقطير في الدورق المخروطي

١١- ابدأ في التقطير لمدة ١٠ دقائق.

١٢- أوقف دفع البخار واغسل نهاية المكثف بالماء المقطر وارفع الدورق المخروطي (نهاية مرحلة التقطير).

١٣- عاير محتويات الدورق المخروطي بواسطة حمض يد كل N/70 من السحاحة حتى نقطة التعادل (تحول لون محتويات الدورق المخروطي من الأخضر إلى الأحمر).

١٤- لابد من عمل تجربة صفرية (Blank) وذلك بإجراء كل الخطوات السابقة على عينة خالية من البروتين.

١٥- احسب ٪ للبروتين في العينة من المعادلة التالية:

$$\%\ \text{Protein} = \frac{(TV\ Sample - TV\ Blank) \times N \times 14 \times 6.25 \times 100}{W \times 1000}$$

حيث إن:

TV sample = حجم يد كل المأخوذ للمعايرة (مل)

N = عياريه حمض يد كل (N/70)

W = وزن العينة بالجرام

6.25 = معامل تحويل النيتروجين إلى بروتين (يختلف من بروتين لآخر)

TV Blank = حجم يد كل المأخوذ لمعايرة التجربة الصفرية (مل)

ملحوظات:

١- الأبخرة والغازات الناتجة في مرحلة الهضم ضارة بالجهاز التنفسي ولذلك يجب إجراء الهضم داخل خزانة الغازات أو استخدام المصيدة الموجودة بالعمل.

٢- يجب اتباع الإرشادات والتعليمات التي تلقى عليك بالمعمل بكل دقة.

٣- استخدم المعامل التالي لتحويل النيتروجين إلى بروتين حسب نوع العينة:

N × ٦,٢٥ في حالة معظم الأغذية (١٦٪ نيتروجين).

N × ٦,٣٨ في حالة منتجات الألبان (١٥,٦٧٪ نيتروجين).

N × ٥,٧ في حالة منتجات الحبوب (١٧,٥٤٪ نيتروجين).

ثانيا: تقدير النيتروجين اللابروتيني بالأغذية Determination of non-protein nitrogen in foods

أساس التقدير:

يعتمد هذا التقدير على ترسيب بروتين المادة الغذائية بواسطة حامض الخليك ثلاثي الكلور TCA ثم تقدير النيتروجين في الراشح كما سبق.

المحاليل والأدوات المستخدمة :

١- محلول حمض الخليك ثلاثي الكلور ٣٠٪

٢- جهاز رج ميكانيكي.

٣- جميع الكيماويات والأجهزة المستخدمة في تقدير البروتين.

طريقة العمل:

١- خذ ١٠ جم بالضبط من العينة الناعمة أو المفرومة جيداً في دورق معياري سعة ١٠٠ مل وأضف إليها ٣٠ مل من حمض الخليك ثلاثي الكلور ورج جيداً.

٢- أكمل إلى العلامة بالماء المقطر ورج من وقتٍ لآخر على مدى ساعة على درجة حرارة الغرفة.

٣- رشح محتويات الدورق ثم خذ ١٠ مل من الراشح وضعها في أنبوبة الهضم.

٤- أجر عملية الهضم والتقطير كما سبق عند تقدير البروتين.

٥- أجر تجربة بلانك ودوّن حجم يد كل المستخدم واطرحه من الحجم المستخدم في معايرة العينة.

٦- احسب النيتروجين في العينة من المعادلة التالية:

$$\% \text{ Nitrogen} = \frac{(TV\ Sample - TV\ Blank) \times N \times 14 \times 100 \times 100}{W \times 1000 \times 10}$$

حيث إن:

TV Sample = حجم حمض الأيدروكلوريك المستخدم في المعايرة (مل)

100 = الحجم الكلى للعينة بعد إضافة حمض الخليك ثلاثي الكلور والماء

10 =حجم العينة المأخوذة من الحجم الكلي (١٠٠ مل) للهضم

W = وزن العينة بالجرام (١٠ جم)

TV Blank = حجم يد كل المأخوذ للمعايرة التجربة الصفرية (مل)

تدريب

اسم التجربة: تقدير البروتين الكلى في الأغذية باستخدام طريقة ميكروكلداهل.

القانون المستخدم:

- -
- -

الحسابات:

- -
- -
- -
- -
- -

النتائج:

حجم حمض الأيدروكلوريك المأخوذة للمعايرة =

عياريه حمض الأيدروكلوريك =

وزن العينة بالجرام =

تدريب

اسم التجربة: تقدير النتروجين اللابروتيني بالأغذية.

القانون المستخدم:

- -

- -

الحسابات:

حجم حمض الأيدروكلوريك المستخدم في المعايرة =- -

عياريه حمض الأيدروكلوريك المستخدم =- -

الحجم المخففة إليه العينة =- -

حجم العينة المأخوذ للهضم = -

وزن العينة بالجرام =- -

تحليل الأغذية - عملي

الزيوت والدهون

الوحدة التاسعة : الزيوت والدهون

الجدارة: القيام بتقدير النسبة الكلية للزيت في الأغذية وتقدير ثوابت الزيت.

الأهداف: أن يتمكن المتدرب من تقدير النسبة المئوية للزيت في بعض الأغذية وأيضا تقدير الثوابت الخاصة بالزيت (الحامض- البيروكسيد- اليودي- التصبن- معامل الانكسار) وأهمية تقديرها.

مستوى الأداء المطلوب: أن يصل المتدرب إلى إتقان الجدارة بنسبة ٩٥٪.

الوقت المتوقع للتدريب على الجدارة: ٦ ساعات.

الوسائل المساعدة: سحاحة- ماصة- دورق مخروطي سعة ١٠٠ مل- حمام مائي- دليل فينول فيثالين- هيدروكسيد بوتاسيوم ٠,١ عياري- إيثانول- جهاز سوكسيليت- كستبان ورقي- إثير بترولي- ميزان حساس- فرن كهربائي.

متطلبات الجدارة: أن يكون المتدرب قادرا على تقدير النسبة المئوية للزيت في الأغذية وكذلك الثوابت الخاصة بالزيت والفائدة من تقديرها وهي الحموضة- البيروكسيد- الرقم اليودي- رقم التصبن- معامل الانكسار.

الزيوت و الدهون في الأغذية

أولا : تقدير نسبة الزيت Oil content

يعتمد هذا التقدير على أساس استخلاص الزيت من العينة بواسطة أحد مذيبات الدهن وهو عادةً الإثير البترولي (٤٠- ٦٠°م) وذلك في جهاز سوكسليت ثم بتبخير المذيب وما به من رطوبة ثم وزن الزيت المتبقي وحساب نسبته للعينة المستخدمة في التقدير.

الأدوات والمحاليل اللازمة :

١- جهاز سوكسليت بجميع أجزائه (شكل ٧)
٢- كستبان ورقي أو ورق ترشيح Whatman No. 1
٣- إثير بترولي درجة غليانه من ٤٠ إلى ٦٠°م.
٤- حمام مائي.
٥- ميزان حساس.
٦- فرن كهربائي.

شكل (٧) جهاز سوكسلت لاستخلاص الزيوت والدهون.

طريقة التقدير :

١- زن قابلة سوكسليت وهي فارغة وجافة ونظيفة.
٢- خذ ٥ جم من العينة المراد تقدير نسبة الدهن بها وضعها في الكستبان وغطى فتحة الكستبان بالقطن لمنع وصول أجزاء من العينة إلى القابلة.
٣- ضع الكستبان وبه العينة في جزء الاستخلاص من جهاز سوكسليت.

٤- أضف الإيثير البترولي إلى العينة بحيث يكفي لعمل ٣ مرات سيفون على الأقل.

٥- شغل المكثف المائي واستمر في التسخين لمدة ١ ساعة.

٦- ارفع الكستبان وبه العينة واستمر في التسخين لإزالة المذيب.

٧- بخّر المذيب المتبقي مع الزيت في قابلة جهاز سوكسليت على الحمام المائي (حتى لا تظهر رائحة المذيب في الدورق).

٨- ضع الدورق في فرن كهربائي على درجة ١١٠°م حتى يثبت الوزن.

٩- أحسب وزن الزيت بالدورق و ٪ للزيت بالعينة من المعادلة التالية.

$$\text{٪ للزيت} = \frac{\text{وزن الدورق وبه الزيت} - \text{وزن الدورق فارغ}}{\text{وزن العينة (جم)}} \times ١٠٠$$

ثانيا: تقدير رقم الحامض وحموضة الزيت Determination of acid value and acidity of oils

تعريف رقم الحامض:

هو عدد ملليجرامات البوتاسا الكاوية اللازمة لمعادلة الأحماض الدهنية الحرة في واحد جرام من الزيت أو الدهن، وهو يتخذ كمقياس للتحلل المائي الذي يحدث للدهن.

أهمية تقدير رقم الحامض:

١- عن طريقه يمكن معرفة مدة صلاحية الزيت للاستهلاك الآدمي.

٢- معرفة مدى التزنخ الحادث للزيوت.

٣- تدرج الزيوت على أساس رقم الحامض ،أكبر من الواحد الصحيح يعني أن هذا الزيت رديء الجودة.

٤- يتخذ كمقياس لظروف التخزين السابقة قبل عملية إنتاج الزيت، حيث إنه تزداد كمية الأحماض الدهنية الحرة في الزيت أو الدهن بفعل الإنزيمات والحرارة والهواء وبعض أنواع البكتريا أثناء التخزين غير الجيد للبذور.

أساس التقدير:

تنقيط الأحماض الدهنية الحرة في وزنة معلومة من الزيت بواسطة البوتاسا الكاوية معلومة العيارية في وجود دليل الفينول فيثالين والكحول كعامل مساعد وترجع أهمية الكحول إلى أنه يساعد على إذابة الزيت وبالتالي يساعد على تفاعل القلوي مع الأحماض الدهنية، والمعادلة التالية توضح كيفية التفاعل:

$$R\text{-}COOH + KOH \longrightarrow RCOOK + H_2O$$

المحاليل والأدوات المستخدمة:

كحول إيثايل- دليل الفينول فيثالين- بوتاسا كاوية ٠,١٠ عياري- سحاحة- دورق مخروطي سعة ١٠٠ مل- حمام مائي- ماصة مدرجة.

خطوات التقدير:

١- ضع حوالي ٥ جرام من الزيت أو الدهن المسال في دورق مخروطي.

٢- أضف ٢٥ مل من الكحول المتعادل ورج بلطف.

٣- سخن الدورق على حمام مائي لمدة ١٠ دقائق حتى يمتزج الزيت بالكحول (تعتبر كتدفئة).

٤- أضف إلى الدورق ٣- ٤ نقاط من دليل الفينول فيثالين وعادل الكمية المستخدمة بواسطة البوتاسا الكاوية معلومة العيارية.

٥- احسب النسبة المئوية للحموضة وكذلك رقم الحامض من المعادلات الآتية:.

$$\text{النسبة المئوية للحموضة} = \frac{100 \times TV \times N \times M}{W \times 1000}$$

$$\text{رقم الحامض} = \frac{TV \times N}{W}$$

حيث إن TV = حجم البوتاسا الكاوية المستخدمة.

N = عياريه البوتاسا الكاوية.

M = الوزن الجزيئي للحمض الدهني السائد.

W = وزن العينة بالجرام.

الوزن المكافئ لـــ KOH يساوى ٥٦,١.

مثال: عينة زيت غذائي لزم لمعادلة الحموضة الكلية في ١٠ جم منها ٣٠ مل بو ا يد عياريتها ٠٨و٠ عياري. احسب ٪ للحموضة مقدرة كحامض أوليك ثم احسب رقم الحامض لها.

الحل:

$$٢٨٢ \times ٠.٠٨ \times ٣٠$$

النسبة المئوية للحموضة = $\frac{\text{١٠٠ X}}{\text{١٠٠ X ١٠}}$ X ١٠٠ = ٦.٧٦٨

رقم الحامض = $\frac{\text{٥٦.١ X ٠.٠٨ X٣٠}}{\text{١٠}}$ = ١٣.٤٦٤

ثالثا: تقدير رقم البيروكسيد للزيت Determination of peroxide value of oils

تعريف رقم البيروكسيد:

هو عبارة عن عدد ملليمكافئات البيروكسيد الموجودة في كل كيلوجرام من الزيت.

أهمية تقدير رقم البيروكسيد:

يُجرى هذا التقدير لمعرفة كمية البيروكسيدات الموجودة في الزيت والناتجة من تزنخه وتدهور صفاته أثناء التخزين.

أساس التقدير:

التفاعل مبني على أن البيروكسيدات المتكونة في الزيت المتزنخ لها القدرة على أكسدة اليوديدات (I) إلى يود (I_2) والذي يُجرى تنقيطه بالثيوكبريتات العيارية ومن ذلك حساب كمية الأكسجين الممتص، والمعادلات الآتية تُوضح ميكانيكية التفاعل :

$$HI + CH_3COOK \longrightarrow KI + CH_3\,COOH$$

$$CH_3\,(CH_2)_6 - CH - CH = CH - (CH_2)_7 - COOH + 2\,HI$$
$$\longrightarrow$$
$$CH_3\,(CH_2)_6 - CH(OH) - CH = CH - (CH_2)_7 - COOH + I_2 + H_2O$$

واليود المنفرد يتم تنقيطه بواسطة الثيوكبريتات

$$I_2 + 2\,Na_2S_2O_3 \longrightarrow 2\,NaI + Na_2S_4O_6$$

خطوات التقدير:

١- أذب ٥ جم من الزيت في دورق بغطاء مصنفر في ٣٠ مل مذيب مكون من حامض خليك ثلجي وكلوروفورم بنسبة ٢ : ١ على الترتيب.

٢- أضف ٠,٥ مل من محلول يوديد البوتاسيوم المشبع.

٣- رج الدورق بحركة دائرية حتى يُلاحظ أن المخلوط الموجود داخل الدورق أصبح رائقاً.

٤- بعد ٢ دقيقتين بالضبط من إضافة يوديد البوتاسيوم أضف ٣٠ مل من الماء المقطر.

٥- نقط اليود المنفرد بواسطة ثيوكبريتات الصوديوم ٠,٠١ عياري مع الرج بشدة عند قرب نقطة النهاية لإزالة كل آثار اليود الموجودة.

٦- أحسب رقم البيروكسيد من المعادلة الآتية:

$$\text{رقم البيروكسيد} = \frac{1000 \times N \times V}{W}$$

حيث إن :

N = قوة (عيارية) ثيوكبريتات الصوديوم.

V = حجم ثيوكبريتات الصوديوم

W = وزن العينة من الزيت بالجرامات

ملحوظات:

١- يجب إجراء تجربة Blank على المحاليل المستخدمة يومياً وهذه التجربة يجب ألا تستهلك أكثر من ٠,١ مل من محلول ثيوكبريتات الصوديوم وإلا تم استبدال المحاليل بمحاليل أخرى حديثة التحضير.

٢- يجب إجراء التقدير مرتين In duplicates مع توحيد عدد مرات الرج وضبط الوقت بقدر الإمكان (أي يجب تماثل ظروف التقدير تماماً).

٣- إضافة الماء المقطر يمنع التفاعلات التي تحدث ويُساعد في انفراد اليود.

٤- يُمكن الاستغناء عن دليل النشا لأن الكلوروفورم يُعتبر دليلاً في القياسات الأيودومترية والتي يُوجد بها اليود بكمية بسيطة.

٥- يجب إجراء جميع عمليات الرج والدورق مقفل الفوهة بإحكام.

٦- حيث إن رقم البيروكسيد يُعبر عن الأكسجين النشط المتكون في العينة فيجب أن تكون جميع المحاليل خالية منه وذلك بإمرار غاز خامل خلالها.

مثال: عينة زيت وزنها ٥,٤٢ جم تم تقدير رقم البيروكسيد لها فلزم لمعادلة اليود المنفرد منها ١٧,٥ مل من ثيوكبريتات الصوديوم ٠,٠١٢ ع فما هو رقم البيروكسيد لهذه العينة ؟

$$\text{رقم البيروكسيد} = \frac{17.5 \times 0.012 \times 1000}{5} = 38.74533$$

رابعا :تقدير الرقم اليودي للزيوت Determination of iodine value of oils

تعريف الرقم اليودي:

هو عبارة عن عدد جرامات اليود التي يمتصها ١٠٠ جرام من الزيت أو الدهن وهو يُتخذ كمقياس لمعرفة درجة عدم تشبع الزيت أو الدهن.

أهمية الرقم اليودي:

١- تُقسّم الزيوت على أساس الرقم اليودي إلى ثلاثة أقسام هي:

أ- زيوت جافة: وهي الزيوت التي تجف بسرعة وبسهولة عند تعرضها للجو مثل زيت الكتان والرقم اليودي لها يزيد عن ١٣٠ ويُستخدم هذا النوع من الزيوت في الطلاء والبويات والورنيش.

ب- زيوت نصف جافة: وهي الزيوت التي تجف ببطء عند تعرضها للهواء ومن أمثلتها زيت تَبَّاع الشمس والرقم اليودي لها يتراوح ما بين ١٠٠- ١٣٠.

جـ- زيوت غير جافة: وهي التي لا تجف بسهولة عند تعرضها للجو فترة طويلة ومن أمثلتها زيت الزيتون وزيت اللوز والرقم اليودي لها يقل عن ١٠٠

٢- حساب كمية الأيدروجين اللازمة لتشبع الروابط الزوجية خلال عملية الهدرجة، في عملية الهدرجة يستلزم خفض الرقم اليودي $(IV - IV_1)$ حيث إن (IV) الرقم اليودي للزيت المراد هدرجته و (IV_1) الرقم اليودي للزيت المهدرج ، النسبة الوزنية للهيدروجين (X) اللازمة لتشبع الروابط المزدوجة يُمكن إيجادها من المعادلة الآتية:

$$2.016 \text{ gm } H_2 \equiv 253.8 \text{ gm } I_2$$
$$X \equiv IV - IV_1$$

$$X = \frac{(IV - IV_1)\ 2.016}{253.8} \quad \text{gm } H_2 / 100 \text{ gm oil}$$

أساس التقدير:

الأحماض الدهنية غير المشبعة يُمكنها الارتباط باليود في أماكن الرابطة الزوجية

$$CH_3 (CH_2)_7 - CH = CH - (CH_2)_7 - COOH + I_2 \longrightarrow CH_3 (CH_2)_7 - CHI - CHI (CH_2)_7 COOH$$

أي ان كل رابطة زوجية يدخل في التفاعل معها جزئ واحد من الهالوجينات مثل الكلور أو البروم أو اليود.

يُفضل استخدام اليود عن البروم والكلور لأن كلاً من البروم والكلور يرتبطان بسرعة بالروابط غير المشبعة وبعد ذلك يحدث إحلال للهيدروجين في السلسلة الكربونية المشبعة، ولتجنب تفاعلات الإحلال تُستخدم مركبات Br I أو Cl I أو حمض البيروأيوديت $H IO_4$.

طرق تقدير الرقم اليودي:

١- طريقة ويج Wijs method

٢- طريقة هانس Hanus method . وسوف نقوم بشرح هذه الطريقة بالتفصيل:

وأساس هذه الطريقة هو استخدام Iodine monobromide (IBr) الناتج من خلط البروم مع اليود والذي يُضاف في مخلوط حمض الخليك ورابع كلوريد الكربون إلى عينة الزيت وبعد الوقت المحدد للتفاعل (نصف ساعة) يتم تقدير اليود الزائدة المنفرد بواسطة إضافة محلول يوديد البوتاسيوم والمعايرة باستخدام ثيوكبريتات الصوديوم في وجود دليل النشا والمعادلات الآتية تُوضح ميكانيكية التفاعل .

$$Br_2 + I_2 \longleftarrow 2\,BrI$$

$$-CHBr - CHI-- CH = CH- + BrI \longleftarrow$$

$$BrI + KI \longleftarrow KBr + I_2$$

$$2\,NaI + Na_2S_4O_6 \xleftarrow{\text{starch}} I_2 + 2\,Na_2S_2O_3$$

تقدير الرقم اليودي بطريقة هانس :

المحاليل المستخدمة :

١- محلول هانس: يُذاب ١٣,٢ جم من اليود في ١٠٠٠ مل من حامض خليك ثلجي (٩٩,٥٪) ويُذاب اليود بواسطة الحرارة ثم يُبرد المحلول وتُضاف كمية كافية من البروم لتُضاعف كمية الهالوجينات الموجودة ويكون في حدود ٣ مل ويجب مراعاة إضافة البروم على البارد.

٢- محلول ثيوكبريتات الصوديوم ٠,١ عياري: يُذاب ٢٤,٨ جم من ثيوكبريتات الصوديوم النقية (مسحوق حديث) ويُجفف في ورق ترشيح أو ورق نشّاف ويُكمل إلى ١ لتر بالماء على درجة الحرارة التي ستُستعمل في التنقيط.

٣- دليل النشا: يُغلى ١ جم من النشا في ٢٠٠ مل من الماء المقطر لمدة ١٠ دقائق وتُبرد لدرجة حرارة الغرفة.

٤- محلول بوي (يوديد بوتاسيوم): يُذاب ١٥٠ جم من يوديد البوتاسيوم في ماء ويُكمل الحجم إلى لتر

٥- بترواليم إيثير أو كلوروفورم.

خطوات العمل :

١- ضع ٠,٢ جم من عينة زيت في دورق مخروطي سعة ٢٥٠ مل.

٢- أضف ٥ مل بترواليم أثير أو كلوروفورم ورج بلطف.

٣- أضف إلى محتويات الدورق ٢٥ مل من محلول هانس وغط الدورق ورج جيداً رحوياً وضع الدورق في الظلام لمدة نصف ساعة (يُراعى الرج الرحوي من وقتٍ لآخر أثناء هذه المدة).

٤- في نهاية المدة يُضاف ١٠ مل من محلول يوديد البوتاسيوم مع الرج ثم ١٠٠ مل ماء مقطر.

٥- عاير محتويات الدورق باستخدام ثيوكبريتات الصوديوم في وجود دليل النشا (٣ نقط) وذلك حتى اختفاء اللون الأزرق مع الرج الشديد وسجل حجم الثيوكبريتات A مل.

٦- أجر تجربة بلانك كما سبق وأحسب منها حجم الثيوكبريتات B مل.

٧- الفرق في حجم الثيوكبريتات بين B - A يُمثل الداخل في التفاعل.

٨- أحسب رقم اليود للعينة من المعادلة الآتية:

$$\text{الرقم اليودي} = \frac{(B - A) \times N \times 127 \times 100}{W \times 1000}$$

حيث إن:

A = حجم ثيوكبريتات الصوديوم المستخدمة في العينة (مل)

B =حجم ثيوكبريتات الصوديوم المستخدمة في البلانك (مل)

N = عيارية ثيوكبريتات الصوديوم

127 = الوزن المكافئ لليود (١٢٦,٩)

ملحوظات:

١- يُفضل وزن العينة بطريقة الفرق لضمان الوزن بدقة.

٢- يجب عدم تلوث جدار الدورق المخروطي بالعينة.

٣- يجب أن يكون الدورق المخروطي جافاً تماماً لأن آثار الماء تُعطل سير التفاعل.

٤- الزيوت أو الدهون الصلبة عادةً لها رقم يودي أقل من الزيوت السائلة.

٥- يتراوح الرقم اليودي للزيوت والدهون النباتية والحيوانية بين ٦٥- ١٣٠ وفى زبدة جوز الهند يكون منخفضاً ويتراوح بين ٧- ١٠ أما زبدة اللبن فيكون بين ٢٨- ٤٠

مثال: احسب ٢٥ مل محلول هانس Hanus لعينة من الزيت وزنها ٠,٢١٣٥ جم وبعد نصف ساعة عودل الزيادة من اليود بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم ٠,١١٢٥٠ عياري فلزم حجم مقداره ٢٢ مل وأجريت تجربة Blank وفيها لزم حجم ٣٧,٢ مل من ثيوكبريتات الصوديوم لمعادلة ٢٥ مل من محلول هانس، احسب الرقم اليودي للعينة

الحل:

$$\text{الرقم اليودي} = \frac{١٠٠X\ ١٢٦,٩\ X\ ٠,١١٢٥\ X\ (٢٢\ -\ ٣٧,٢)}{} = ١٠١,٥$$

١٠٠٠ X ٠,٢١٣٥٠

خامسا : تقدير رقم التصبن للزيت Determination of saponification value of oils

تعريف رقم التصبن

هو عبارة عن عدد ملليجرامات البوتاسا الكاوية الكحولية اللازمة لتصبن واحد جرام من الزيت أو الدهن.

أهمية تقدير رقم التصبن:

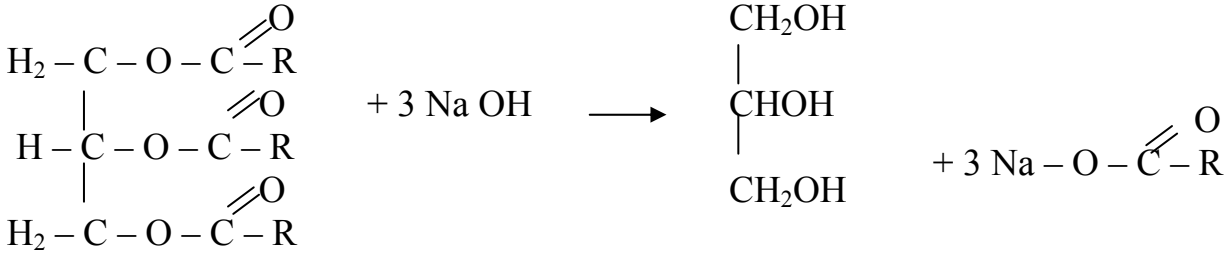
١- التفرقة بين الزيوت والدهون الصالحة للأكل أو الزيوت والدهون من أصل معدني.

٢- يُمكن معرفة الوزن الجزيئي.

٣- حساب كمية القلوي اللازمة لتصبن كمية معينة من الزيت أو الدهن.

أساس التقدير:

يتم تصبن الزيت بإضافة زيادة من البوتاسا الكاوية الكحولية ٠,٥ عياري حتى تمام تصبن الجليسريدات والأحماض الدهنية والزيادة من القلوي تنقط بحامض. ويُنصح عند التقدير استخدام الكحول بدلاً من الماء وذلك لأن الكحول مذيب جيد كما أنه يمنع تحلل ملح الحامض (الصابون)، والمعادلة التالية تُوضح كيفية التفاعل:



Triglyceride Sodium hydroxide Glycerol Sodium fatty acid salt

خطوات التقدير:

المحاليل المستخدمة:

هيدروكسيد بوتاسيوم كحولية ٠,٥عياري (تُذاب في كحول ٩٥٪)- HCl عياري- دليل الفينول فيثالين.

خطوات العمل:

١- خذ ٥ جرام من عينة الزيت أو الدهن المنصهر في دورق مخروطي سعة ٢٥٠ مل.

٢- أضف إلى الدورق ٥٠ مل هيدروكسيد بوتاسيوم (بو أ يد) كحولية ٥و٠ عياري.

٣- ركب مكثفاً هوائياً عاكساً على الدورق المخروطي وضعه في حمام مائي يغلي لمدة نصف ساعة حتى يتم التصبن (حيث يُصبح المحلول في الدورق متجانساً تماماً فلا يحدث انفصال لطبقة زيتية بعد وقف الغليان).

٤- ضع ٥ نقط من دليل الفينول فيثالين. وعادل المتبقي بواسطة حامض يد كل العياري.

٥- أجر تقدير Blank مُكرراً نفس الخطوات السابقة.

٦- أحسب رقم التصبن للعينة من المعادلة الآتية:

$$\text{رقم التصبن} = \frac{(V_2 - V_1) \times N \times 56.1}{W}$$

حيث إن:

V_1 = حجم حمض الأيدروكلوريك في حالة العينة (مل)

V_2 = حجم حمض الأيدروكلوريك في حالة البلانك (مل)

N = عيارية حمض الأيدروكلوريك المستخدم

W = وزن العينة بالجرام.

56.1 = الوزن المكافئ لـ KOH

ملحوظات:

١- يجب وضع عينة الزيت في الدورق المخروطي دون أن تلوث الجدران.

٢- يُستخدم مكثف هوائي عاكس أثناء التسخين لمنع تطاير الكحول ويجب ألا تقل نسبة الكحول عن ٥٠٪ وذلك لمنع تحلل صابون البوتاسيوم المتكون.

٣- يُفضل استخدام هيدروكسيد البوتاسيوم (بو أ يد) عن هيدروكسيد الصوديوم (ص أ يد) وذلك لأن الصابون الناتج عن البوتاسا الكاوية يتميز بأنه صابون رخو قابل للامتزاج بالماء بسهولة بعكس الناتج من الصودا الكاوية.

٤- يُعرف انتهاء التصبن عند اختفاء حبيبات الدهن أو الزيت من قاع الدورق.

٥- تُجرى عملية التصبن والتنقيط بعيداً عن الهواء بقدر الإمكان حيث إن المحلول الكحولي للقاعدة يمتص ثاني أكسيد الكربون ($ك أ_٢$) من الهواء بسهولة كما يجب التقدير الصفري Blank تحت نفس الظروف.

مثال: احسب رقم التصبن لعينة من الزيت وزنها ٤٫١ جرام إذا علم أن حجم بو أ يد المستخدمة ٥٠ مل عياريتها ٠٫٤٤٦ ع وبعد تمام التصبن لزم ٢٢ مل حامض HCl ٠٫٤٥٠٥ ع لمعادلة المتبقي من القلوي.

الحل:

عدد ملليمكافئ هيدروكسيد البوتاسيوم المستخدمة = ٥٠ × ٠,٤٤٦ = ٢٢,٣ ملليمكافئ

عدد ملليمكافئ الحامض اللازم لمعادلة الزيادة من هيدروكسيد البوتاسيوم.=

٢٢ × ٠,٤٥٠٥ = ٩,٩١١ ملليمكافئ

عدد ملليمكافئ هيدروكسيد البوتاسيوم الداخل في التصبن = ٢٢,٣ - ٩,٩١١ = ١٢,٣٨٩

$$\text{رقم التصبن} = \frac{١٢,٣٨٩ \times ٥٦,١}{٤,١} = ١٦٨,٥$$

سادسا : معامل الانكسار Refractive index

يُعتبر معامل الانكسار من أكثر الثوابت في الزيوت سهولة في التقدير ويُعطي فكرة سريعة ودقيقة عن مدى نقاء عينة الزيت أو الدهن المختبر كذلك معرفة نوعية الزيت.

العوامل التي تُؤثر على معامل الانكسار:

١- **كثافة الزيت:** بزيادة كثافة الزيت يزيد معامل الانكسار له.

٢- **الحرارة:** يقل معامل الانكسار بزيادة حرارة الزيت.

٣- **درجة عدم التشبع:** يزداد معامل الانكسار بزيادة درجة عدم التشبع.

٤- **الوزن الجزيئي:** يزداد معامل الانكسار بزيادة الوزن الجزيئي للأحماض الدهنية.

خطوات التقدير:

١- يُستخدم في التقدير رفراكتوميتر آبي حيث يُنظف المنشور الثلاثي قبل إجراء التجربة بواسطة قطعة من القماش أو أي مذيب للدهون.

٢- تُصهر العينة في حالة الشحم وتُرشح للتخلص من المواد الغريبة وآثار الرطوبة.

٣- تُنظم حرارة الجهاز على ٢٠°م للزيوت و ٤٠°م للدهون.

٤- بعد التأكد من نظافة المنشور وجفافه تماماً تُوضع بضع نقط من العينة على المنشور ويُقفل ويُترك لمدة حوالي دقيقتين لتأخذ العينة درجة حرارة الجهاز.

٥- يُضبط الضوء في الجهاز ثم يُقرأ معامل الانكسار ويُؤخذ متوسط عدة قراءات.

٦- يُجرى التعديل في معامل الانكسار في حالة اختلاف حرارة العينة عن حرارة الجهاز كالآتي:

للزيوت	± ٢٠°م	± ٠,٠٠٠٣٦٥
للدهون	± ٤٠°م	± ٠,٠٠٠٣٦٥

مع الوضع في الاعتبار أن معامل الانكسار يزيد كلما انخفضت درجة الحرارة، ويقل كلما ارتفعت الحرارة، لذلك يُضاف الفرق عند ارتفاع حرارة العينة عن حرارة الجهاز ويُطرح الفرق عند انخفاض حرارة العينة عن حرارة الجهاز.

تدريب وأسئلة

اسم التجربة: تقدير نسبة الزيت.

أدوات التجربـــة:- -

- -

- -

النتائج:

وزن الدورق فارغ ( ).

وزن الدورق وبه الزيت ( ).

وزن العينة ( ).

القانون المستخدم:

- -

- -

الحسابات:

- -

- -

أسئلة:

س١: ما الفرق بين الزيت والدهن؟

- -

- -

س٢: اذكر اسم أهم المذيبات التي تستخدم في استخلاص الزيوت

- -

تدريب وأسئلة

اسم التجربة: تقدير رقم الحامض وحموضة الزيت.

النتائج :

حجم البوتاسا الكاوية =- - - - - - - - - - - - - -

عياريه البوتاسا الكاوية =- - - - - - - - - - - - - - -

وزن العينة بالجرام يساوى =- - - - - - - - - - - - - -

الوزن الجزيئي للحمض الدهني السائد =- - - - - - - - - - -

الوزن المكافئ لــ KOH =- - - - - - - - - - - - - - -

النسبة المئوية لحموضة الزيت:

القانون المستخدم: -

الحسابات:

- -

رقم الحامض:

القانون المستخدم: -

الحسابات:

- -

أسئلة :

س١ : عرف رقم الحامض

- -

س٢ : اذكر ثلاثة فوائد تقدير رقم الحامض

- -
- -
- -

س٣ : علل أفضلية استخدام KOH في عملية المعايرة بدلا من NaOH

- -

س٤ : اذكر فائدة استخدام الكحول في هذه التجربة

- -
- -

تدريب وأسئلة

اسم التجربة: تقدير رقم البيروكسيد.

النتائج:

عيارية ثيوكبريتات الصوديوم.=- - - - - - - - - - - - -

حجم ثيوكبريتات الصوديوم. =- - - - - - - - - - - - -

وزن عينة الزيت بالجرام.=- - - - - - - - - - - - - -

القانون المستخدم:

- -
- -

الحسابات:

- -
- -
- -
- -
- -

أسئلة:

س١ : عرف رقم البيروكسيد

- -
- -
- -

س٢ : اذكر أهمية تقدير رقم البيروكسيد

- -
- -
- -
- -

تدريب وأسئلة

اسم التجربة: تقدير الرقم اليودي.

النتائج:

حجم ثيوكبريتات الصوديوم المستخدمة في العينة.=- - - - - - - - -

حجم ثيوكبريتات الصوديوم المستخدمة في البلانك.=- - - - - - - -

عيارية ثيوكبريتات الصوديوم =- - - - - - - - - - - - - - -

الوزن المكافئ لليود المستخدم يساوى ١٢٧.

القانون المستخدم:

- -
- -
- -

الحسابات:

- -
- -
- -
- -

أسئلة:

س١: عرف الرقم اليودي للزيوت

- -
- -
- -

س٢: ما هي أقسام الزيوت تبعا للرقم اليودي .مع ذكر مثال لكل نوع؟

- -
- -
- -
- -

تدريب وأسئلة

اسم التجربة: تقدير رقم التصبن للزيت.

النتائج:

حجم حمض الأيدروكلوريك في حالة العينة.=- - - مل.

حجم حمض الأيدروكلوريك في حالة البلانك.=- - - مل.

عيارية حمض الأيدروكلوريك المستخدم =- - - - - .

وزن العينة بالجرام.=- - - - - - - - - - - - - -

الوزن المكافئ لهيدروكسيد البوتاسيوم = ٥٦,١

القانون المستخدم:

- -
- -

الحسابات:

- -
- -
- -

أسئلة:

س١ : عرف رقم التصبن

- -
- -

س٢ : اذكر أهمية تقدير رقم التصبن

- -
- -
- -

س٣: كيف يمكن التعرف على انتهاء عملية التصبن؟

- -
- -
- -

تدريب وأسئلة

اسم التجربة: معامل الانكسار.

أمامك عينات مختلفة من الزيوت والدهون والمطلوب قياس معامل الانكسار لها وتسجيل النتائج في الجدول التالي.

رقم العينة	معامل الانكسار	درجة حرارة العينة	معامل الانكسار بعد التعديل
١			
٢			
٣			

أسئلة:

س١: اذكر أهمية تقدير معامل الانكسار للزيوت والدهون

- -
- -
- -

س٢: اذكر اسم الجهاز المستخدم في تقدير معامل الانكسار- ثم وضح كيفية استخدامه

- -
- -
- -

س٣: تكلم عن العوامل التي تؤثر على معامل الانكسار.

- -
- -
- -
- -
- -
- -
- -
- -
- -

المراجع

أولا: المراجع العربية

١- أساسيات كيمياء الأغذية- ترجمة د. حنفي عبدالعزيز هاشم، د. أحمد عبدالمنعم عسكر- الدار العربية للنشر والتوزيع- القاهرة- جمهورية مصر العربية- ١٩٩٦.

٢- تحليل الأغذية- د. إبراهيم محمد حسن، د. عاطف أنور أبوعرب- دار الفجر للنشر والتوزيع- القاهرة- جمهورية مصر العربية- ٢٠٠٣.

٣- صناعة الزيوت والدهون- كيميائي فؤاد عبدالعزيز أحمد الشيخ- دار النشر للجامعات المصرية- مكتبة الوفاء- القاهرة- جمهورية مصر العربية- ١٩٩٣.

٤- الكيمياء الحيوية الزراعية- د. محمد عبدالمنعم كمال- دار النهضة العربية للنشر- القاهرة- جمهورية مصر العربية- ١٩٦٨.

٥- كيمياء وتحليل الأغذية- الطبعة الأولى- د. محمد أمان، د. محمد يوسف- مكتبة المعارف الحديثة- الإسكندرية- جمهورية مصر العربية- ١٩٩٦.

٦- كيمياء وتحليل الأغذية- د. مصطفى صفوت محمد، د. محمد حسيب حافظ رجب، د. محمد البسيوني زويل- دار نشر الثقافة- الإسكندرية- جمهورية مصر العربية- ١٩٦٣.

ثانيا: المراجع الأجنبية

1- Akoh, C. C. and Min, D. B. (1997). Food Lipids: Chemistry, Nutrition and Biotechnology. Marcell Dekker, Inc., New York, Basel, Hong Kong.

2- AOAC (1995). Official Methods of Analysis, 16th ed. AOAC International, Gaithersburg, MD.

3- AOCS (1980). American Oil Chemistry Society. Official Methods of Food Analysis. Am. Oil Chemiste Soc., Chicago.

4- Berette, R., Kochan, S. J. and Plenkoweski, J. J. (1984). Karl Fisher determination of water in oils and fats: International Collaboration Study. J. AOAC 67, 299-301.

5- Fennema, O. R. (1995). Food Chemistry. 3rd ed. O. R. Fennema (Ed), Marcell Dekker, Inc., USA.

6- Harris, D. C. (1995). Quantitative Chemical Analysis, 4th ed. W. Freeman (Ed), Champan and Hall, New York.

7- Hoffmann, G. (1986). Quality Control in the Food Industry. Vol. 1 and 2, 2nd ed. Academic Press Inc. London. Ltd.

8- IUPAC (1979). Standard Methods for the Analysis of Oil, Fats and Derivatives 6th ed.C. Paquot (Ed) Pergaman Press, New York.

9- Kosikowski, R. V. (1986). In membrane separations in Biotechnology, W. C. Mc Gregor (Ed). Pp. 201- 254. Marcell Dekker, Inc., New York.

10- Nilson, S. S. (1998). Food Analysis. 2nd ed. An Aspen Publication, Aspen Publishers, Inc. Gaithersburg, Maryland, USA.
11- Pomeranz, Y. and Meloan, C. (1994). Food Analysis: Theory and Practice. 3rd Champan and Hall, New York.
12- Wong, D. W. S. (1989). Mechanism and Theory in Food Chemistry. AVI., Van Nostrand Reinhold. New York.

المحتويات

مقدمة .....
تمهيد .....
قواعد السلامة في مختبر تحليل الأغذية وفحص الأجهزة والأدوات المستخدمة ٢
أولا : قواعد السلامة في المختبر ٢
ثانيا : بعض أدوات المختبر ٥
تحضير المحاليل العياريه والمولارية والأدلة ١١
تقدير عياريه بعض المحاليل الهامة ١٥
تدريب ١٨
تدريب ١٩
الوحدة الثانية : تقدير الرطوبة في الأغذية ٢٠
Estimation of moisture content in foods ٢١
مقدمة ٢١
تقدير الرطوبة بالفرن الكهربائي ٢١
أساس الطريقة ٢١
الأدوات المطلوبة ٢١
خطوات تقدير الرطوبة : ٢١
تدريب وأسئلة ٢٣
الوحدة الثالثة : تقدير الأحماض العضوية ورقم الحموضة (pH) في الأغذية ٢٤
أولا : تقدير الأحماض العضوية ٢٥
ثانيا : تقدير رقم حموضة (pH) العينة ٢٦
تدريب وأسئلة ٢٨
الوحدة الرابعة : تقدير الرماد و الأملاح المعدنية ٣٠
تقدير الرماد الكلى في الأغذيةEstimation of total ash in foods ٣١
تقدير الرماد غير الذائب في الماء Determination of water insoluble ash ٣٢
تدريب وأسئلة ٣٦
الوحدة الخامسة : تقدير الفيتامينات ٣٧
تقدير فيتامين ج في الأغذية بالمعايرة بصبغة ٢- ٦ ثنائي كلورو فينول اندوفينول ٣٨
تقدير النسبة المئوية لفيتامين C في الأغذية ٤٢
تدريب وأسئلة ٤٣
الوحدة السادسة : تقدير الصبغات ٤٤
أولا : تقدير الكلوروفيل ٤٥
ثانيا : تقدير صبغة الكاروتين في الأغذية ٤٦
تدريب ٤٩

تدريب ٥٠
الوحدة السابعة : الكربوهيدرات في الأغذية ٥١
أولا : تقدير السكريات المختزلة كمياً ٥٢
تحضير مستخلص السكر للتقدير الكمي ٥٢
تقدير السكريات المختزلة بواسطة طريقة Lane-Eynon ٥٣
ثانيا : تقدير النشا في الأغذية Determination of Starch in Foods ٥٧
ثالثا : تقدير الألياف الخام بطريقة ويندي Weende ٥٨
تدريب وأسئلة ٦٠
الوحدة الثامنة : البروتينات في الأغذية ٦٣
أولا :تقدير البروتين الكلى في الأغذية Determination of total protein in foods ٦٤
ثانيا :تقدير النيتروجين اللابروتيني بالأغذية Determination of non-protein nitrogen in foods ٦٧
تدريب ٦٨
الوحدة التاسعة : الزيوت والدهون ٧٠
أولا : تقدير نسبة الزيت Oil content ٧١
ثانيا : تقدير رقم الحامض وحموضة الزيت Determination of acid value and acidity of oils ٧٢
ثالثا : تقدير رقم البيروكسيد للزيت Determination of peroxide value of oils ٧٤
رابعا :تقدير الرقم اليودي للزيوت Determination of iodine value of oils ٧٥
تقدير الرقم اليودي بطريقة هانس : ٧٧
خامسا : تقدير رقم التصبن للزيت Determination of saponification value of oils ٧٩
تدريب وأسئلة ٨٣
المراجع ٨٩