

الفهرس

الصفحات	العنوان
١	كيفية إعداد التقرير عن التجارب العملية
٤-٢	العلاقة بين الوزن الجزيئي والوزن المكافئ
٩-٥	تحضير المحاليل القياسية
١٢-١٠	تقدير الحموضة الكلية وتركيز أيون الهيدروجين
١٣	تحضير العينات وطرق حفظها
١٨-١٤	تقدير الرطوبة والجوامد الكلية في الأغذية
٢٣-١٩	تقدير الدهن الخام + تقدير الرماد
٢٧-٢٤	تقدير البروتين الخام (هضم) + الفسفور في الحليب (هضم)
٢٩-٢٨	تقدير البروتين (تقطير ومعايرة) + الفسفور في الحليب (تقدير)
٣١-٣٠	تقدير الألياف الخام
٣٥-٣٢	تقدير السكريات الكلية - طريقة لين وإينون
٣٦	تقدير النيتريت في اللحوم المقددة
٣٨-٣٧	تقدير الكربوهيدرات - طريقة لونية
٤٢-٣٩	تقدير حمض الاسكوريك - طريقة لونية
٤٤-٤٣	تقدير المعادن - الامتصاص الذرى
٥٤-٤٥	طرق الحسابات المستخدمة في تحليل الاغذية

كيفية إعداد التقرير عن التجارب العملية

عند قيام الطالب بتجربة ما في المختبر يطلب منه كتابة تقرير عن تلك التجربة ويشمل هذا

التقرير الذي ينبغي أن يكون نظيفاً ومرتباً ما يلي :

التاريخ : تاريخ اليوم الذي تم فيه إجراء التجربة.

عنوان التجربة : تقدير البروتين في الدقيق كمثال :

المرجع : مرجع الطريقة الذي اعتمد عليه في تلك التجربة.

اسم الجهاز : يذكر اسم الجهاز المستخدم في إجراء التجربة مع ذكر أهم مواصفاته.

أساس التجربة : ويتضمن ذلك ملخص عن فكرة التجربة والتفاعلات الكيماوية وأهم المشاكل المتوقعة

وكيفية التعامل معها إن وجدت أو بمعنى آخر شرح الهدف من كل خطوة مهمة في التجربة.

النتائج والحسابات : لابد من تدوين النتائج في جدول خاص حسب طبيعة التجربة وعند عمل

القياسات لابد من تكرار كل قياس ثلاث مرات وتدوين النتائج عادة حسب طبيعة العينة فمثلاً بالنسبة

للعينات الصلبة تستخدم عدد الأوزان لكل وحدة وزن W/W للتعبير عن التركيز، بينما تستخدم غالباً

بالنسبة للعينات السائلة عدد الأوزان لكل وحدة حجم W/V.

ومن نتائج التحليل يمكن حساب كمية المادة الموجودة في العينة المحللة كنسبة مئوية أو جزء

في المليون أو ملجم في ١٠٠ جم الخ.

مناقشة النتائج : ويتضمن ذلك تعليق على طريقة التحليل، هل هي سهلة أم معقدة؟ هل نتائجها

دقيقة أم لا؟ وهل يلزمها وقت طويل أم أنها سريعة؟ هل التداخلات المحتملة كثيرة؟ وهل يمكن

تلافيها بسهولة؟ وهل الطريقة حساسة أم متوسطة الحساسية؟ وهل يلزمها مواد كثيرة؟ أو بمعنى آخر

هل الطريقة مكلفة أم رخيصة؟ هل هي أفضل طريقة أم أن هناك طرق أخرى أفضل منها؟ قارنها بتلك

الطرق. هل لديك اقتراح بتطوير هذه الطريقة .. الخ.

١- العلاقة بين الوزن الجزيئي والوزن المكافئ

ينقسم التحليل الكمي بالحجم إلى ثلاثة أنواع من التفاعلات والتي يتحدد على ضوءها العلاقة

بين الوزن الجزيئي والوزن المكافئ وهذه التفاعلات هي:

أ- تفاعلات الحموضة والقلوية:

مثل تفاعل الأحماض مع القواعد ويكون الوزن المكافئ (جم.مكافئ) للحمض أو القاعدة

كالآتي:

$$\frac{\text{الوزن الجزيئي (جم.جزيئي)}}{\text{عدد أيونات الهيدروجين المتفاعلة}} = \text{الوزن المكافئ للحمض}$$

$$\frac{\text{الوزن الجزيئي}}{\text{عدد أيونات الهيدروكسيل المتفاعلة}} = \text{الوزن المكافئ للقاعدة}$$

أمثلة: أوجد الوزن المكافئ للأحماض والقواعد التالية:



$$36,5 = \frac{36,5}{1} = \frac{\text{الوزن الجزيئي}}{1} = \text{الوزن المكافئ لحمض HCl}$$

$$49 = \frac{98}{2} = \frac{\text{الوزن الجزيئي}}{2} = \text{الوزن المكافئ لحمض H}_2\text{SO}_4$$

$$40 = \frac{40}{1} = \frac{\text{الوزن الجزيئي}}{1} = \text{الوزن المكافئ للقاعدة NaOH}$$

$$37 = \frac{74}{2} = \frac{\text{الوزن الجزيئي}}{2} = \text{الوزن المكافئ للقاعدة Ca (OH)}_2$$

حساب الوزن المكافئ للأملاح البسيطة:

$$\frac{\text{الوزن الجزيئي}}{\text{مجموع رقم التأكسد للشق المراد تقديره في الملح}} = \text{الوزن المكافئ للملح}$$

مثال: أحسب الوزن المكافئ للملح فوسفات أحادي الصوديوم NaH_2PO_4 في حالة تقدير الصوديوم، الحموضة أو الفوسفات.

١- في حالة تقدير الصوديوم:

$$\frac{\text{الوزن الجزيئي للملح}}{١} = \text{الوزن المكافئ}$$

٢- في حالة تقدير الهيدروجين:

$$\frac{\text{الوزن الجزيئي للملح}}{٢} = \text{الوزن المكافئ}$$

٣- في حالة تقدير الفوسفات:

$$\frac{\text{الوزن الجزيئي للملح}}{٣} = \text{الوزن المكافئ}$$

ب- تفاعلات الأكسدة والاختزال:

في هذه التفاعلات لابد أن يصاحب عملية الأكسدة عملية اختزال ويتغير فيها رقم تأكسد العنصر Oxidation Number في المادة المؤكسدة أو المختزلة ويحسب كالاتي:

الوزن الجزيئي

الوزن المكافئ لمادة مؤكسدة أو مختزلة =

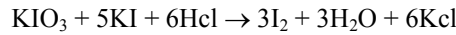
مجموع التغير في رقم التأكسد (التكافؤ) قبل وبعد التفاعل \times عدد الذرات المؤكسدة أو المختزلة

مثال:

أحسب الوزن المكافئ لمادة أيودات البوتاسيوم KIO_3 كمادة مؤكسدة عند تفاعلها مع مادة مختزلة مثل ثيوكبريتات الصوديوم $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.
أ- حساب الوزن المكافئ لأيودات KIO_3 :

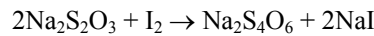
١- تتفاعل أيودات البوتاسيوم مع يوديد البوتاسيوم KI في الوسط الحمضي وينطلق جزيئ

اليود:



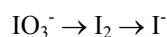
٢- يتفاعل جزيئ اليود المطلق مع ثيوكبريتات الصوديوم $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ويتحول إلى يوديد الصوديوم

وتتأكسد الثيوكبريتات إلى تتراثيوكبريتات الصوديوم $\text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$



أي أن التفاعل الذي يحدث يمكن تلخيصه في تحول اليودات إلى يوديد وتغير رقم تأكسد اليود من +٥

إلى -١



$$\text{I} + 3\text{O} = 1$$

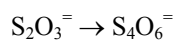
$$\text{I} + (-6) = -1$$

$$\therefore \text{I} = +5 \rightarrow \text{O} \rightarrow -1$$

أي أن مجموع التغير في رقم تأكسد اليود = $5 - (-1) = 6$

$$\therefore \text{الوزن المكافئ لأبيودات البوتاسيوم KIO}_3 = \frac{\text{الوزن الجزيئي}}{6} = \frac{214,6}{6} = 35,77$$

ب- وبنفس الطريقة يمكن حساب الوزن المكافئ للمادة المختزلة وهي $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ حيث يتأكسد أيون الثيركبريتات إلى تتراتيوكبريتات ويتغير رقم التأكسد لذرة الكبريت من $+2$ إلى $+2,5$ للذرة الواحدة. ويتلخص التفاعل كآآتي:



$$2\text{S} + 3\text{O} = -2$$

$$2\text{S} + (-6) = -2$$

$$2\text{S} = +4$$

$$\text{S} = +2$$

$$4\text{S} + 6\text{O} = -2$$

$$4\text{S} + (-12) = -2$$

$$4\text{S} = 10$$

$$\text{S} = +2,5$$

∴

التغير في رقم التأكسد = $2,5 - 2 = 0,5$ للذرة الواحدة

وبما أنه توجد ذرتان من الكبريت في الأيون ∴ رقم التأكسد = $1 = 2 \times 0,5$

$$\therefore \text{الوزن المكافئ لثيوكبريتات الصوديوم} = \frac{\text{الوزن الجزيئي}}{2} = \frac{248,5}{2} = 124,25$$

أو بمعنى آخر فإن الوزن المكافئ لـ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ يساوي الوزن الجزيئي لها.

وهناك بعض القواعد العامة لمعرفة رقم تأكسد المواد الكيماوية مثل:

١- رقم تأكسد العنصر في الحالة النقية = صفر

٢- رقم تأكسد الأيون = شحنته

٣- رقم تأكسد جزيئي المركب المتعادل = صفر

٤- رقم تأكسد الهالوجينات = -1

٥- رقم تأكسد الصوديوم والبوتاسيوم = $+1$

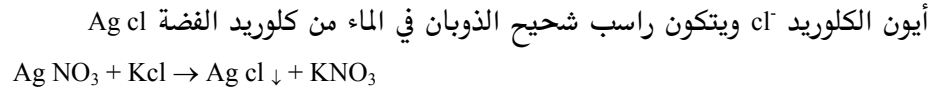
٦- في جميع الكبريتوزات رقم تأكسد الكبريت = -2

٧- رقم تأكسد الهيدروجين = $+1$ (عدا في الهيدرات = -1)

٨- رقم تأكسد الأكسجين = -2 (عدا في حالة فوق الأكاسيد = -1)

ج- تفاعلات الترسيب :

في مثل هذه التفاعلات لا يحدث تغيير في رقم تأكسد العنصر وإنما يحدث اتحاد للأيونات المتفاعلة مثل تفاعل نترات الفضة $AgNO_3$ مع كلوريد البوتاسيوم KCl حيث يتحد أيون الفضة Ag^+ مع



$$169,89 = \frac{\text{الوزن الجزيئي}}{\text{عدد الأيونات المتفاعلة}} = \frac{169,89}{1} = \text{أي أن الوزن المكافئ لنترات الفضة}$$

تحضير المحاليل القياسية

Preparation of Standard Solutions

يعرف المحلول القياسي أو العياري standard solution بأنه المحلول معلوم التركيز. والطرق

المختلفة التي تستعمل للتعبير عن تركيز المحاليل هي كما يلي :-

١- المحاليل المئوية: يعبر عن تركيز المادة على أساس أنها تؤخذ وزناً أو حجماً ثم تذاب في المحلول ويستكمل إلى العلامة "١٠٠" وزناً أو حجماً :-

أ- و/ و (w/w) مثال: ٣ جم / ١٠٠ جم محلول (٣٪)

ب- و/ ح (v/w) مثال: ٣ جم / ١٠٠ مل محلول (٣٪)

ج- ح/ ح (v/v) مثال: ٣ مل / ١٠٠ مل محلول (٣٪)

ويتبع المحاليل المئوية: جزء من المليون (ppm) أو ملجم / كيلوجرام وجزء من البليون (ppb) أو ميكروجرام / كيلوجرام.

ويتبعها أيضاً التركيز (التخفيف) (٣+١): حجم واحد من الحامض + ٣ أحجام مساوية من الماء.

٢- المحلول المولالي Molal solution

عبارة عن الوزن الجزيئي للمادة بالجرامات مذاباً في ١٠٠٠ جم مذيب . أي أنه و/ و.

٣- المحلول المولاري Molar solution :-

عبارة عن الوزن الجزيئي للمادة بالجرامات مذاباً في ١٠٠٠ مل محلول أي أنه و/ ح.

٤- المحلول العياري Normal solution :-

عبارة عن الوزن المكافئ للمادة بالجرامات مذاباً في ١٠٠٠ مل محلول أي أنه محلول و/ ح.

والنظام الشائع الاستخدام في تحليل الأغذية هو نظام العيارية ولكن المحلول العياري (ع) قليل الاستخدام بسبب قوة تركيزه ويفضل عليه استخدام محاليل قياسية أقل قوة مثل (ع٠,١) أو

(ع٠,٠٥) أو (ع٠,٠١).

أ- المحاليل الحامضية والقاعدية Acid and Basic Solutions :

بينما تستخدم مجموعة مختلفة من المحاليل القياسية بواسطة المحللين الكيميائيين، يجد العاملون في مجال تحليل الأغذية Food analysts أن أكثر المحاليل استخداماً عندهم هي المحاليل الحامضية والقاعدية لأنها تعطي المعيار الحقيقي لقياس حموضة أو قلوية منتجات المواد الغذائية السائلة وما يشابهها.

إن أفضل الطرق لتحضير محلول قياسي هي إذابة وزن معلوم من مادة أولية نقية وتخفيف المحلول لحجم معلوم وبهذه الطريقة يمكن حساب التركيز بدقة متناهية. ومع هذا فهناك مواد يصعب وزنها بدقة، مثل هيدروكسيد الصوديوم والبوتاسيوم، نظراً لسرعة امتصاصها لرطوبة الجو زيادة على أن معظم الأحماض المعروفة توجد في شكل سائل وفي مثل هذه الحالات فإن الطريقة العملية لضبط عيارية مثل هذه المواد هي الطريقة الغير مباشرة، حيث يحضر محلول منها بعيارية تقريبية وتضبط عياريته بواسطة محلول قياسي أولي Primary standard معلوم النقاوة. والشروط التي يجب توفرها في المحلول القياسي الأولي هي:-

- سهولة الحصول عليه وسهولة تنقيته دون حدوث تغيير في تركيبته.
- سهولة اختبار وجود الشوائب به.
- لا يتغير وزنه عند تعرضه للجو أثناء وزنه أو تخزينه.
- أن يكون له وزن مكافئ عالي لتقليل الخطأ في الوزن.
- أن يتفاعل مع المحلول القياسي بالكامل في تفاعل مباشر ومحدد.

الكيمائيات والمحاليل : Reagents

- كلوريد الكالسيوم المجفف أو السليكا (للمجففات).
- فثالات البوتاسيوم الحامضية القياسية الأولية.
- كربونات الصوديوم القياسية الأولية.
- حمض الهيدروكلوريك المركز.
- محلول هيدروكسيد الصوديوم المركز (يضاف جزء من الماء المقطر إلى جزء مساوي من هيدروكسيد الصوديوم NaOH ويرج حتى تمام الذوبان. يقفل الدورق بقفل مطاطي ويترك جانباً حتى تترسب كربونات الصوديوم في قاع الدورق).

- دليل الفينولفتالين (١ جم فينولفتالين مذاباً في ١٠٠ مل كحول ميثيلي).
- دليل الميثيل البرتقالي (١,٠ جم مذاباً في ١٠٠ مل ماء مقطر).
- ثيوكبريتات الصوديوم المائية ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).
- أيودات البوتاسيوم (KIO_3).
- يوديد البوتاسيوم (KI).
- نترات الفضة (AgNO_3).
- كلوريد البوتاسيوم (KCl).
- كرومات البوتاسيوم (K_2CrO_4).

١- تفاعلات الحموضة / القلوية :

الطريقة Procedure :-

أ- تحضير محلول قاعدي قياسي 0.1N NaOH

- توضع كمية قليلة (٣-٤ جم) من المادة القياسية الأولية ، فثالات البوتاسيوم الحامضية "potassium acid phthalate" ، في زجاجة وزن نظيفة ومجففة. تترك الزجاجة التي تحتوى المادة القياسية غير محكمة القفل في فرن تجفيف (100°C) لمدة ٢٤ ساعة. يحكم بعدها قفل الزجاجة وتنقل إلى مجفف Dessicator لتبرد في درجة حرارة الغرفة.
- يحضر حوالي ١,٥ لتر من الماء المقطر الخالي من ثاني أكسيد الكربون CO_2 وذلك بغلي الماء المقطر لمدة ٢٠ دقيقة.
- يبرد الماء المقطر الخالي من ثاني أكسيد الكربون بسرعة إلى درجة حرارة الغرفة وانقل ١٠٠٠ مل إلى زجاجة بلاستيك ذات غطاء بقلووز ويحتفظ ببقية الماء لعينات المعايرة.
- يعمل محلول مركز من هيدروكسيد الصوديوم بإضافة كمية متساوية من الهيدروكسيدات والماء.
- تضاف كمية من محلول هيدروكسيد الصوديوم المركز لتعطي محلول عياريته ٠,١ ع تقريباً كما هو موضح في الجدول التالي (يلاحظ عدم رج أو نقل طبقة كربونات الصوديوم المترسبة) :-

جدول: تخفيفات هيدروكسيد الصوديوم المركز

كمية NaOH (مل) المركز التي تخفف إلى لتر واحد	العيارية التقريبية "N" N
١,١ مل	٠,٠٢
٥,٤ مل	٠,١٠
٢٧ مل	٠,٥٠
٥٤ مل	١,٠٠

- توزن بدقة كمية من فثالات البوتاسيوم الحامضية المجففة تكفى للتفاعل مع حوالي ٤٠ مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم القياسي (٠,١ع) (حوالي ٥٠٠ ملجم). تنقل المادة القياسية الأولية بعد وزنها مباشرة إلى دورق مخروطي (٢٥٠ مل) نظيف ومجفف. توزن على الأقل ٤ ورنات من المادة القياسية الأولية وتوضع كل وزنة في دورق مخروطي منفصل. تعاد الكمية المتبقية من المادة القياسية الأولية إلى المجفف.
- تنقل ٥٠ مل من الماء المقطر الخالي من الكربونات (انظر ٣ أعلاه) إلى كل من الدوارق أعلاه التي تحوي المادة القياسية الأولية مباشرة قبل بدء المعايرة. يقفل الدورق ويرج بهدوء حتى ذوبان المادة القياسية.
- تملأ سحاحة (سعة ٥٠ مل) بمحلول هيدروكسيد الصوديوم القياسي (٠,١ع). تضاف ٣ نقط من دليل الفينولفثالين إلى الدورق الذي يحوي المادة القياسية الأولية وتعابير مع محلول هيدروكسيد الصوديوم القياسي (٠,١ع) إلى نقطة النهاية End point والتميز بظهور اللون الوردي (Pink) الناتج والمستمر لمدة ١٥ ثانية بعد الرج (سوف يختفي اللون بعد أن يمتص المحلول ثاني أكسيد الكربون (CO₂) من الهواء).
- يسجل حجم محلول هيدروكسيد الصوديوم المطلوب لمعايرة محلول فثالات البوتاسيوم الحامضية (إلى ثاني رقم عشري). تكرر عملية التسحيح ثلاث مرات أخري ويؤخذ المعدل.

ب- تحضير محلول حامض قياسي - 0.1N HCl :

- يحضر محلول الحامض القياسي بنفس طريقة تحضير المحلول القاعدي القياسي إلا أن المادة القياسية الأولية هنا هي كربونات الصوديوم والتي يجب تجفيفها على درجة حرارة ١٥٠ - ١٦٠ م لمدة ساعتين قبل بدء المعايرة.
- يضاف الحامض المركز إلى الكمية المطلوبة من الماء المقطر وليس ضرورياً هنا أن تغلى الماء المقطر للحامض. والجدول التالي يعطي كميات تقريبية من حمض HCl (35-37%) والتي تضاف إلى ماء مقطر وتكمل إلى اللتر.

جدول تخفيفات حمض الـ HCl المركز

الكمية التقريبية "N" ^٠	كمية HCl (مل) المركز التي تخفف إلى لتر واحد
٠,٠٢ ع	١,٨ مل
٠,١٠ ع	٨,٩ مل
٠,٥٠ ع	٤٤,٥ مل
١,٠٠ ع	٨٩,٠ مل

- طريقة المعايرة مشابهة للطريقة المستخدمة في ضبط عيارية هيدروكسيد الصوديوم القياسي. توزن كمية من كربونات الصوديوم المجففة (حوالي ٢٠٠ ملجم) تكفي لمعايرة حوالي ٤٠ مل من الحامض القياسي في دورق سعة ٢٥٠ مل. تذاب الكربونات في ٤٠ مل ماء مقطر وتضاف ٣ نقط من دليل الميثيل البرتقالي Methyl orange وتجرى المعايرة حتى ظهور لون يختلف عن لون محلول مرجع Reference solution (مكون من ٨٠ مل ماء مقطر خالي من الـ CO₂ مضافاً إليه ٣-٤ نقط من دليل الميثيل البرتقالي).

- تكرر عملية التسحيح ثلاث مرات أخرى ويؤخذ المعدل.

- ج- يجب أن تحفظ المحاليل المحضرة في زجاجات محكمة القفل وعليها بطاقات بالاسم والتاريخ والعيارية لأنها سوف تستخدم في تجارب لاحقة.

٢- محاليل الأكسدة والاختزال Redox Solutions

تحضير محلول قياسي من مادة ثيوكبريتات الصوديوم (٠.١ ع $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) وضبط عبارته

بمادة قياسية أولية وهي أيودات البوتاسيوم KIO_3 :

- يوزن حوالي ١٢,٥ جم من الثيوكبريتات وتنقل إلى دورق معياري (سعة ٥٠٠ مل) وتذاب في ماء مقطر ويكمل الحجم حتى العلامة ويضاف حوالي ٠,٣ جم من كربونات الصوديوم لحفظ المحلول من الفساد وترسيب بعض المعادن مثل النحاس وتحلل الثيوكبريتات من امتصاص CO_2 من الجو.
- توزن كمية مناسبة من اليودات تكفي لمعادلة ٣٠ مل من الثيوكبريتات (حوالي ١٠٠-١٢٠ ملجم) وتنقل إلى دورق مخروطي وتذاب في حوالي ٣٠ مل ماء فقط.
- يضاف لمحتوى الدورق المخروطي ٢-٣ جم من يوديد البوتاسيوم KI مع ١٠ مل حامض HCl (٤٢).
- ينقط بمحلول الثيوكبريتات من السحاحة.
- عند قرب نقطة النهاية end point يكون لون المحلول أصفر، يضاف ١ مل من دليل النشا وتكمل عملية التنقيط حتى يختفي اللون الأزرق.
- تعاد عملية التنقيط ٣ مرات ويؤخذ المعدل.

٣- تفاعلات الترسيب Precipitation Reactions:

تحضير محلول قياسي من نترات الفضة 0.1N AgNO_3 وضبط عبارته بمحلول كلوريد

البوتاسيوم القياسي الأولي KCl:

- توزن ٨,٥ جم من نترات الفضة وتنقل إلى دورق معياري نظيف ومجفف (سعة ٥٠٠ مل) وتذاب في ماء مقطر ويكمل الحجم حتى العلامة وبعد تمام الإذابة بالرج ينقل المحلول إلى زجاجة ملونة لتجنب تأثير الضوء على المحلول.
- توزن كمية مناسبة من المادة القياسية الأولية وهي كلوريد البوتاسيوم تكفي لمعايرة ٣٠ مل من محلول نترات الفضة (٢٠٠ ملجم توزن بالضبط وتنقل إلى دورق مخروطي سعة ٢٥٠ مل).

- تذاب الوزنة من كلوريد البوتاسيوم في حوالي ٣٠ مل ماء مقطر ثم تضاف ٢-٣ نقط من دليل كرومات البوتاسيوم K_2CrO_4 (محلول مشبع).
- ينقط بمحلول نترات الفضة من السحاحة حتى ظهور لون أحمر برتقالي ناتج من راسب كرومات الفضة ولا بد من رج المحلول أثناء عملية التنقيط حتى يتكون لون ثابت عند نقطة النهاية.

تقدير الحموضة الكلية وتركيز أيون الهيدروجين

Total Acidity and Hydrogen Ion Concentration Measurement

إن الحموضة الكلية للمواد الغذائية، والتي يتم تقديرها بواسطة التسحيح، لهي الأساس في معرفة مدى مطابقة منتجات بعض الأغذية مثل الخل وعصائر الفاكهة ومنتجات الألبان للتشريعات الغذائية كما أن اختبار الحموضة يستخدم أيضاً في متابعة تطور الحموضة أثناء عمليات التخمر وفي السيطرة على سرعة تكون الجلتن بين السكر والحامض والبكتين في عمليات إنتاج جلي الفواكه وفي السرعة التي يترسب بها الكازاين من منتجات الحليب.

تقدر حموضة المواد الغذائية بواسطة تركيز، أو بمعنى أدق نشاط، أيونات الهيدروجين

المفككة، ويعبر عن تركيز أيون الهيدروجين عادة بمصطلح "الرقم الهيدروجين (pH)":

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+] = \log \left[\frac{1}{\text{H}} \right]$$

حيث $(\text{H}^+) =$ تركيز أيون الهيدروجين بالمولات لكل لتر.

يمكن قياس الرقم الهيدروجيني (pH) للمحلول بواسطة دليل لوني "Colored indicator" حيث يختلف لون جزيء الدليل في حالة التفكك "dissociation" عنه في حالة الارتباط "undissociation" وبما أن تركيز أيون الهيدروجين أثر مباشر على درجة التفكك لبعض الأدلة فيمكن معرفة "الرقم الهيدروجيني" للمحلول من تغير لون الدليل.

يفضل قياس الرقم الهيدروجيني في المعمل بواسطة جهاز قياس الرقم الهيدروجيني (pH-Meter)

والذي يتكون من جهاز قياس الجهد (Potentiometer) وقطب مرجع "كالومل" وقطب القياس "القطب الزجاجي". ويساوي الرقم الهيدروجيني فرق الجهد الكهربائي بين القطب المرجع والقطب الزجاجي حينما يكون القطبان مغمورين في المحلول المطلوب قياس الرقم الهيدروجيني له.

تحذير:

يجب على الطالب الذي سوف يستخدم جهاز قياس الرقم الهيدروجيني مراعاة المحاذير

التالية:

- يجب أن تكون نهاية القطب مغمورة تماماً في المحلول المراد قياس الـ pH خاصته.
- عقب عملية القياس يجب غسل القطبين بالماء المقطر وتجفيفهما بورق ناعم قبل عملية القياس التالية.

- يجب تحويل مفتاح التحكم إلى وضع الـ Stand by قبل رفع القطبين من المحلول.
- عند وضع القطبين في المحلول يجب الحرص على عدم لمس أو خبط جسم القطب لجدار الكأس أو قاعه.
- يجب ترك القطبين مغمورين في محلول الحفظ أو ماء مقطر بعد انتهاء عملية القياس.

معايرة جهاز كورننج لقياس الرقم الهيدروجيني

- بعد وصل الجهاز بالتيار الكهربائي دعه يدفأ لمدة خمس دقائق مع مراعاة أن يكون مفتاح التحكم في وضع الـ Stand by.
- اضبط مفتاح درجة الحرارة على درجة حرارة الغرفة (أو درجة الحرارة المطلوبة).
- ضع محلول منظم (Buffer solution) [pH 7.0] في كأس سعة ٥٠ مل. أغسل القطبين بماء مقطر وجففهما بورق ناعم قبل إدخالهما بحرص في المحلول المنظم. حول مفتاح التحكم إلى وضع الـ pH ودع القطبين في المحلول لمدة دقائق قبل أخذ القراءة.
- بعد ثبات المؤشر، اضبط بواسطة مفتاح المعايرة، إذا كان ذلك ضرورياً، حتى يقرأ الجهاز "pH 7.0". أرجع مفتاح التحكم إلى وضع الـ Stand by. أرفع القطبين وأغسلهما بماء مقطر وجففهما.
- ضع القطبين في المحلول المنظم الثاني "pH 4.0" وحول مفتاح التحكم إلى وضع الـ pH. إذا لم يثبت المؤشر على pH 4.0 اضبط بواسطة مفتاح التحكم في الحرارة حتى ثبات المؤشر على pH 4.0. أعد قراءة المحلول المنظم pH 7.0 للتأكد بأن الجهاز يعطي القراءة الصحيحة.

قياس الحموضة الكلية للخل وعصائر الفاكهة والزيادي

الطريقة:

- ١- تحدد التشريعات الغذائية بأن لا يقل محتوى الخل من حمض الخليك "Acetic acid" عن ٤ جم لكل ١٠٠ مل خل في درجة حرارة ٢٠°م.

- أنقل بالماصة ٥ مل من عينة الخل إلى كأس سعة ١٥٠ مل أضف ٣ نقط من دليل الفينول فتالين مع وضع قطعة مغناطيسية صغيرة في الكأس. ضع الكأس على مقلب مغناطيسي. أغمر القطبين في محلول الخل. أبداً بتحريك القطعة المغناطيسية ببطء وبدون أن تلامس جسم القطبين. أضف ماء مقطر لتغطية القطبين إذا لزم الأمر. ضع سحاحة تحوي محلول الصودا الكاوية القياسي (0.1N) فوق الكأس.
- سجل الرقم الهيدروجيني pH الابتدائي لعينة الخل ثم أبدأ بإضافة محلول الصودا القياسي من السحاحة بحذر وبتدرج.
- لاحظ قراءة الرقم الهيدروجيني pH بعد كل إضافة للقلوي يجب أن تكون إضافة القلوي بكميات صغيرة (٠.١-١ مل) عندما يكون التغير في الـ pH سريعاً والعكس صحيح.
- بعد كل إضافة للقلوي، يجب ترك المحلول لبعض الوقت ليتم الخلط ومن ثم يتم تسجيل حجم القلوي من السحاحة والرقم الهيدروجيني المقابل.
- هـ- يجب الاستمرار في عملية التسحيح حتى ظهور اللون الوردي الفاتح. يسجل حجم القلوي من السحاحة والرقم الهيدروجيني عند نقطة النهاية.
- و- أغسل الكأس وقطعة المغناطيس وأعد التجربة السابقة مع سرعة التسحيح لتحصل على قراءة ثانية لحجم القلوي والرقم الهيدروجيني الابتدائي وعند نقطة النهاية.
- ٢- أعد التجربة باستخدام عصير فاكهة بدلاً من الخل. خذ ١٠ جم من العصير في كأس (سعة ٤٠٠ مل). أضف ٢٤٠ مل ماء مقطر وسحح كما سبق.
- أعد التجربة مرة ثالثة باستخدام عينة زبادي. أضف ١٠ مل ماء مقطر إلى ٢٥ جم زبادي وسحح كما سبق.

تحضير العينات وطرق حفظها

بالرغم من أن هناك تقدماً سريعاً ودقة في تحليل المواد الغذائية إلا أن تحضير العينة وطرق أخذها وحفظها حفظاً جيداً قبل إجراء التحليل يبقى أمراً بالغ الأهمية. وحيث أنه قد توجد اختلافات في أو بين مكونات المنتج الواحد يصبح تحضير العينة وتجانسها أمراً أساسياً للحصول على عينة ممثلة للمنتج، ويجب أن يبقى التباين Variance بين العينات وبين طرق التحليل إلى أقل حد ممكن. أكثر من ذلك يجب أن يضع الفرد في اعتباره أن طريقة تحضير العينة الغذائية ربما يؤثر على ثبات مكوناتها لذلك فإن تحضير العينة وطريقة أخذها أصبح جزءاً هاماً في خطة التحليل إذا كان الهدف هو الحصول على المكونات الغذائية الحقيقية في المادة الغذائية.

الأدوات المطلوبة:

- خلاط وارنج Waring Blender (بغطاء ثلجي أو بدون) أو جهاز لتحضير العينة Food Processor.
- ميزان حساس Top-loading Balance.
- أكياس لحفظ العينات.

الطريقة:

- قدر وزن أو حجم العينة المقدمة لك قبل تجهيز العينة بغرض التحليل وذلك بتفريغها في وعاء وزن ثم ورنها. إذا كانت العينة تحتوي على سوائل، أفصل السوائل وأعد الوزن، كرر العملية مرتين Duplicate.
- أخلط العينات قبل التحليل (٣ عبوات أو أكثر). أوقف الخلاط بعد كل دقيقتين للتأكد من عدم وجود قطع كبيرة واخلط بواسطة ملعقة أو قلاب للحصول على عينة متجانسة.
- خذ عينة مناسبة لتقدير محتوى الرطوبة (ثم خذ عينة أخرى لتقدير الرطوبة للتأكد). أحكم الغطاء وضعها في الثلاجة إلى وقت التحليل.
- يوزع الجزء المتبقي من العينة المخلوطة في أكياس:
 - أ- ٥ أكياس بواقع ٢٥ جم لكل كيس.
 - ب- ٥ أكياس بواقع ١٠ جم لكل كيس.
 - ج- ٦ أكياس بواقع ٥ جم لكل كيس.

أحكم قفل الكيس وأكتب البطاقة (الاسم والوزن التقريبي والتاريخ) وأحفظها على الثلج حتى الانتهاء
من عملية وزن جميع العينات. أحفظ الأكياس في الفريزر.

تقدير الرطوبة والجوامد الكلية في الأغذية

يعتبر الماء أكبر المكونات في معظم الأغذية وخاصة في الخضروات والفواكه. إذا كانت العينة تحتوي على نسبة عالية من المواد السكرية فيفضل استخدام فرن التفريغ (٦٠-٧٠م° و <١٠٠ملم زئبق) عند تجفيفها لتجنب تحلل المكونات وهدمها. أما إذا كانت العينة منتجات لحوم أو ما شابهها فيمكن استخدام الفرن العادي (١٠٠-١٠٥م°).

المعدات والأجهزة:

أطباق معدنية، كستبانات، ملاعق وزن، ماسكات، فرامات، خلاطات، أفران تفريغ وأفران عادية، مجففات وموازين.

I فرن التفريغ: (الحبوب، منتجات الحليب، الفواكه والخضر):

الطريقة: (يجب عمل ثلاث مكررات للعينة الواحدة)

- تجفف الأطباق المعدنية على درجة حرارة ٩٨-١٠٠م° لمدة ٣٠ دقيقة، ثم تبرد في المجفف ثم توزن.
- ترجع الأطباق للفرن لمدة ٣٠ دقيقة أخرى وتبرد ثم توزن. إذا لم يكن الوزن في الخطوة (١) والخطوة (٢) متطابقاً يجب إعادة عملية التجفيف والتبريد والوزن حتى تتطابق وزنتان متتاليتين (وزن الطبق وهو فارغ).
- يوزن بالضبط حوالي ٣ جم من العينة في كل طبق (وزن الطبق + وزن العينة).
- توضع الأطباق في فرن التفريغ وتجفف على درجة ٦٠-٧٠م° وتفرغ >١٠٠ملم زئبق لمدة ١٦ ساعة.
- تنقل الأطباق إلى المجفف وتترك لتبرد.
- يوزن الطبق مع العينة الجافة (وزن الطبق + وزن العينة الجافة).
- يحسب الفرق في الوزن (أنظر طريقة الحسابات في الورقة المرفقة).
- تحفظ العينات الجافة لعمل التقديرات الأخرى.

II التجفيف في الفرن العادي (اللحوم ومنتجاتها):

الطريقة: (ثلاث مكررات لكل عينة)

- تجفف الأطباق المعدنية على ٩٨-١٠٠م لمدة ٣٠ دقيقة، تبرد في المجفف ثم توزن.
- تعاد الأطباق إلى الفرن وتجفف لمدة ٣٠ دقيقة أخرى ثم تبرد وتوزن. إذا لم يكن الوزن متطابقاً في الخطوة (١) والخطوة (٢) تعاد عملية التجفيف والتبريد والوزن حتى تتطابق وزنتان متتاليتين (وزن الطبق فارغاً).
- توزن بالضبط حوالي ٣ جم من العينة في كل طبق (وزن الطبق + وزن العينة).
- توضع الأطباق في فرن (١٠٠-١٠٥م) لمدة ١٦-١٨ ساعة (أو ٦ ساعات على درجة ١٢٥م، إذا كان الفرن مزوداً بتيار هواء مضغوط).
- تنقل الأطباق إلى المجفف لتبرد وتوزن (وزن الطبق + وزن العينة الجافة).
- تعاد الأطباق للفرن وتجفف لمدة ساعة واحدة أخرى.
- تنقل الأطباق للمجفف وتبرد وتوزن.
- تكرر عملية التجفيف والتبريد والوزن حتى يكون الفرق بين وزنتين متتاليتين أقل من ٣ ملجم.
- تحسب نسبة الرطوبة وتحفظ العينات الجافة لعمل التقديرات الأخرى.

III التجفيف في الكستبان:

الطريقة:

- يجفف الكستبان مع كأس صغير على درجة حرارة ٩٨-١٠٠م ويبرد في المجفف.
- يوزن الكأس + الكستبان.
- توضع العينة في الكستبان ويعاد الوزن لمعرفة وزن العينة + الكأس + الكستبان.
- توضع العينات مع الكاسات في فرن (١٠٠-١٠٥م) لمدة ١٠ ساعات على النحو التالي:
 - أ- بعد ساعتين من بداية التجفيف ينقل الكستبان مع الكأس إلى المجفف وتبرد لمدة ١٥ دقيقة ثم توزن (وزن العينة + الكستبان + الكأس).
 - ب- تعاد العينة مع الكأس مرة أخرى إلى الفرن وتجفف لمدة ساعتين.
 - ج- تنقل العينة في الكستبان مع الكأس إلى المجفف وتبرد وتوزن.
 - د- تكرر عملية التجفيف والتبريد والوزن ثلاث مرات أخرى أو حتى يثبت الوزن.

هـ- تحسب نسبة الفاقد في الوزن ويرسم منحني قياسي بنسبة الفاقد في الوزن والزمن بالساعات، ومن ثم تحسب نسبة الرطوبة.

IV نسبة الجوامد الكلية = ١٠٠ - نسبة الرطوبة

الحسابات:

مثال لتجفيف الأطباق:

- 1- weight = وزن
- 2- dish = طبق
- 3- sample = عينة
- 4- moisture = رطوبة
- 5- grams lost = الفاقد في الوزن بالجرامات

OBSERVATION NEEDED:

1. Weight¹ of dish²
2. Weight of dish + sample³
3. Weight of dish + dried sample

CALCULATIONS:

$$\% \text{Moisture}^4 = \frac{(\text{grams lost}^5)}{-(\text{grams sample})}$$

$$\text{wt of dish A} = 12.5619 \text{ g}$$

$$\text{wt of dish B} = 12.7199 \text{ g}$$

$$\text{wt of dish C} = 12.8562 \text{ g}$$

$$\text{wt of dish A + sample} = 14.5630 \text{ g}$$

$$\text{wt of dish B + sample} = 14.7190 \text{ g}$$

$$\text{wt of dish C + sample} = 14.9663 \text{ g}$$

$$\text{wt of sample in dish A} = 14.5630 - 12.5619 = 2.0011 \text{ g}$$

$$\text{wt of sample in dish B} = 14.7190 - 12.7199 = 1.9991 \text{ g}$$

$$\text{wt of sample in dish C} = 14.9663 - 12.8562 = 2.1101 \text{ g}$$

AFTER DRYING: (بعد التجفيف)

$$\text{Wt of dish A + dried sample} = 14.4377 \text{ g}$$

$$\text{Wt of dish B + dried sample} = 14.5842 \text{ g}$$

Wt of dish C + dried sample = 14.8287 g

wt loss of sample in dish A = 14.5630 – 14.4377 = 0.1253 g

wt loss of sample in dish B = 14.7190 – 14.5842 = 0.1348 g

wt loss of sample in dish C = 14.9663 – 14.8287 = 0.1376 g

$$\% \text{ Moisture of sample in dish A} = \frac{0.1253 \times 100\%}{2.0011} = 6.26\%$$

$$\% \text{ Moisture of sample in dish B} = \frac{0.1348 \times 100\%}{1.9991} = 6.74\%$$

$$\% \text{ Moisture of sample in dish C} = \frac{0.1376 \times 100\%}{2.1101} = 6.52\%$$

$$\text{Mean (X) moisture} = \frac{6.26 + 6.74 + 6.52}{3} = 6.51\%$$

Mean = المتوسط

$$\text{Standard Deviation (S or SD)} = \sqrt{\left| \frac{\sum (x_1 - x)^2}{n-1} \right|} = \sqrt{\left| \frac{0.1155}{2} \right|}$$

Standard Deviation = الانحراف المعياري

Where $\sum (x_1 - x)^2$ = sum of deviations of samples from the mean, squared
n-1 = sample number minus one

For this example SD = ±0.240

Coefficient of Variation (CV)

CV = معامل الاختلاف

$$CV = \frac{SD}{\text{Mean (x)}} \times 100\%$$

OR

$$CV = \frac{0.240}{6.51} \times 100\% = 3.69\%$$

Generally in analytical work CV's below 5.0% are considered very good. The analysis of moisture example above would be acceptable due a low CV.

تقدير الرطوبة بالتقطير مع التولوين Moisture by Toluene Distillation :

يمكن تقدير رطوبة المواد الغذائية بالتقطير المباشر للماء. يتم فصل الماء عن المادة الغذائية وتقاس كميتها. والطريقة الشائعة الاستعمال هي التقطير مع مذيب لا يمتزج بالماء Immiscible solvent بواسطة مكثف رجوح Refluxing condenser. ولكن هذه الطريقة لا تصلح للتحليل الروتيني ولكن تستخدم عادة لتقدير الرطوبة في المواد المجففة والجافة مثل الأعلاف، لذلك لا يلجأ إليها إلا في حالة عدم توفر أدوات طرق التجفيف بالفرن.

الطريقة:

[ملحوظة قبل البدء في التحليل من المهم جداً التأكد من أن المكثف وأنبوبة

التجميع ودورق التقطير جميعها نظيفة ومجففة جيداً]

- تخلط المادة جيداً ثم يؤخذ منها عينة وتفرم ثلاث مرات مع مزج العينة ببعضها بعد كل مرة.
- يوزن بعد ذلك ٢٥ جم من العينة مع مراعاة دقة الوزن إلى ٠,١ من الجرام وتفرش على سطح ورقة ترشيح ثم تشكل على هيئة أسطوانة رفيعة وتقطع إلى أجزاء لا يزيد طول كل منها عن ١ سم بواسطة مقص، ويفضل إجراء ذلك فوق فوهة الدورق مباشرة.
- يضاف ٢٠٠ مل من التولوين إلى محتويات الدورق وتثبت أجزاء الجهاز إلى بعضها مع استخدام صمامات من المطاط منعاً لتسرب الأبخرة للخارج.
- يمرر تيار من الماء البارد بسرعة كبيرة في المكثف ثم يسخن بعد ذلك لدرجة الغليان (١١٤ م°) ثم يترك التولوين ليغلي لمدة نصف ساعة بالضبط من بداية الغليان مع حفظ درجة الحرارة ثابتة خلال فترة الغليان.
- يوقف التسخين ويترك الجهاز ليبرد عدة دقائق حتى يتجمع السائل المتكثف داخل أنبوبة التجميع، وتسمح الجدران الداخلية لأنبوبة المكثف بسلك رفيع ينتهي طرفه بقطعة صغيرة من المطاط حتى يتم جمع بقايا السائل العالق بها.
- يقرأ حجم الماء المتكثف تحت سطح انفصال السائلين المتكثفين (الماء والتولوين) بواسطة التدرج المبين على مجمع التقطير وتضرب قيمة الناتج $\times 4$ وحاصل الضرب هو النسبة المئوية للرطوبة في العينة مباشرة (على أساس أن الوزن المستعمل من العينة هو ٢٥ جم).

[تحذير: كن حذراً مع التولوين! لا تقربه من اللهب المفتوح، لسرعة

اشتعاله، ولا تستنشق أبخرته، لأنها سامة].

تقدير الدهن الخام

يقدر الدهن الخام في المواد الغذائية كمواد دهنية تم استخلاصها بواسطة ثنائي ايثيل الايثر أو إيثر البترول (Diethyl ether or Petroleum ether) ومع استخدام هذين المذيبين كثيراً في عمليات استخلاص الدهن الخام إلا أن لإيثر البترول ميزات عدة على المذيب الآخر. هناك عدة طرق تستخدم هذه المذيبات ولكن طريقة الاستخلاص بواسطة جهاز السوكسلت Soxhlet Extraction هي الأكثر استخداماً في المعامل.

طريقة سوكسلت:

المعدات والمحاليل:

- جهاز سوكسلت ودوارق سعة ٢٥٠ مل.
- كستبانات (من السليولوز) [٣٣×٩٤مم].
- كورات من القطن.
- حجر خفاف وماسكات.

الطريقة:

- ينقل ١-٢ جم من العينة الجافة (من تقدير الرطوبة) إلى كستبان نظيف وتغطي بكرة قطنية.
- يوزن دورق استقبال (٢٥٠ مل) يحتوي على حجر خفاف.
- يركب جهاز سوكسلت على السخان وتضاف ١٢٥ مل من إيثر البترول إلى الدورق.
- يبدأ بتسخين الدورق ببطء (تدرج ٢) ويفتح صنبور ماء التبريد للمكثف.
- تستمر عملية الاستخلاص لمدة ١٦ ساعة وينظم التسخين حتى يعطي ٥-٦ نقط من المذيب المكثف في الثانية (٣٠٠-٣٦٠ نقطة في الدقيقة).

[تحذير: إيثر البترول سريع الاشتعال].

- بعد انتهاء مدة الاستخلاص يوقف التسخين ويترك الجهاز ليبرد ومن ثم يوضع دورق الاستقبال في جهاز التبخير الدوار لتبخير الإيثر.
- يوضع الدورق في فرن (١٠٠م) ليتم تبخير المذيب المتبقي.
- زينقل الدورق إلى المجفف ليبرد ثم يوزن.
- الحسابات: (أنظر مذكرة الحسابات).

طريقة سريعة لتقدير الدهن في اللحوم والأسماك

الأساس العلمي:

في هذه الطريقة يفصل الدهن من العينة بعد هضمها بواسطة مخلوط حامض البيروكلوريك والخليك في حمام مائي يغلي ويقاس الدهن الناتج بعد عملية الطرد المركزي في أنبوب فان قوليك.

المعدات Apparatus:

- أنبوب فان قوليك Van Gulic Meat Butyrometer (يشبه أنبوب جربن).
- حمام مائي Water Bath.
- جهاز الطرد المركزي Centrifuge.

المحاليل Reagents:

مخلوط ١:١ من حامض البيروكلوريك (٦٠٪) Perchloric Acid وحامض الخليك Acetic Acid ويسمى هذا المخلوط محلول سالوين الحمضي Salwin Acid Reagent.

طريقة العمل Procedure:

- يوزن ٥ جم من اللحم المفروم في الكوب الزجاجي لأنبوب فان قوليك المثبت على القفل المطاطي. ويثبت الكوب والقفل بإحكام داخل أنبوبة فان قوليك.
- يوضع الأنبوب على حامل أنابيب جربن ويضاف له ١٢-١٣ مل من محلول سالوين الحمضي ببطة عن طريق الذراع الضيقة حتى يصل مستوى المحلول إلى تحت علامة الصفرة.
- تخلط المكونات بحركة دائرية هادئة ثم يوضع الأنبوب في حمام مائي يغلي لمدة ٦٠ دقيقة (مع رج الأنبوب من حين لآخر بعد وضع القفل المطاطي الصغير والذي يجب إبعاده أثناء التسخين).
- عند تمام الهضم، يرفع الأنبوب ويوضع القفل المطاطي الصغير. يرج الأنبوب ويوضع في حمام مائي على درجة حرارة ٦٥-٧٠ م لمدة ٥ دقائق.
- تجرى عملية الطرد المركزي (١١٠٠ دورة في الدقيقة) لمدة ٣ دقائق.
- يرجع الأنبوب إلى الحمام المائي (٦٥-٧٠ م) لمدة ٤ دقائق.
- يضاف، بحذر، مزيد من محلول سالوين الحمضي عن طريق الذراع الضيق بحيث يكون السطح الأعلى للطبقة السفلى تحت علامة الصفرة.

- يرجع الأنبوب إلى الحمام المائي (٦٥-٧٠م) لمدة دقيقتين وتعاد عملية الطرد المركزي لمدة ٥ دقائق.
- يرجع الأنبوب للحمام المائي لمدة دقيقتين على الأقل، وتقرأ نسبة الدهن مباشرة من المقياس المدرج للأنبوب، أضبط المستوى الأسفل من عمود الدهن على علامة الصفر بواسطة تحريك القفل المطاطي الكبير.

[تحذير: حمض البيروكلوريك محلول خطر، لا تدعه يلامس جسمك. أيضاً لا

تدع محلول سالوين يلامس القفل المطاطي].

تقدير الرماد Ash Determination

يطلق مصطلح الرماد ويراد به المواد غير العضوية Inorganic المتبقية بعد حرق المادة العضوية Organic في الغذاء على درجة حرارة عالية تتراوح بين ٥٠٠ و ٦٠٠°م. أما المعادن المكونة لهذه البقايا غير العضوية فهي موجودة في شكل أوكسيدات وسلفات وفوسفات وسيليكات وكلوريدات (وتسمى الرماد الأيوني) وهي تتوقف على تركيب الغذاء وظروف الحرق. وأما المركبات المعدنية للرماد فتشتمل على البوتاسيوم والصوديوم والكالسيوم والماغنسيوم وقليل من الألمونيوم والحديد والنحاس والزنك وآثار من الرصاص والزرنيق توجد تحت ظروف خاصة (وكل هذه تسمى الرماد الكاتيوني).

تقدير الرماد الكلي : Determination of Total Ash

يعد الرماد الكلي مؤشراً جيداً لدرجة نقاوة بعض المنتجات الغذائية (مثل البكتين والنشا) ودليلاً على جودة بعضها (الطحين) ومميزاً بين بعض المنتجات الطبيعية من الصناعية (الخل) زيادة على المساعدة في التعرف بالمنتج Identification.

المعدات والأجهزة Apparatus:

- فرن ترميد Muffle Furnace
- بواتق من الصيني أو السيليكا أو البلاتين Porcelain, Silica or Platinum Crucible

خطوات العمل Procedure:

- يوزن بدقة اثنان من بواتق الصيني سبق تسخينها على درجة حرارة الترميد وتبريدها في المجفف.
- توزن بدقة عينة من المادة الغذائية متجانسة ومخلوطة جيداً (أنظر الملحوظة ١).
- كثير من المواد الغذائية تحوي نسبة من الرطوبة يجب نزعها قبل عملية الترميد: بعد وزن العينة تجفف على درجة حرارة ١٠٠-١٠٤°م في فرن تجفيف أو على حمام مائي. يمكن الجمع بين طرق تقدير الرطوبة والمواد الصلبة مع طرق تقدير الرماد على نفس العينة.

- المواد الغذائية الغنية بالدهون تتطلب خطوة إضافية: بعد نزع الرطوبة على درجة حرارة ١٠٠°م تسخن محتويات البوتقة بحذر على موقد بنسن Bunsen Burner حتى يشتعل الدهن ويحترق تماماً.
- تنقل العينة (في بوتقتها) إلى فرن الترميد على درجة حرارة لا تزيد عن ٤٢٥°م ثم ترفع درجة الحرارة إلى الدرجة المطلوبة لكل مادة غذائية:

المادة الغذائية	درجة حرارة الترميد
الزبد والمرجرين	٥٠٠°م
منتجات الفواكه	٥٢٥°م
منتجات اللحوم	٥٢٥°م
منتجات السكر	٥٢٥°م
منتجات الألبان	٥٥٠°م
منتجات الأسماك	٥٥٠°م
الحبوب	٦٠٠°م

- إذا لم تعط درجة الحرارة فيمكن ضبط فرن الترميد على ٥٢٥-٥٥٠°م.
- تترك العينة في فرن الترميد حتى يصير لون الرماد المتكون أبيضاً White أو رمادياً فاتحاً Light Gray (في حالة الفصل الحالي تترك العينات في الفرن طوال الليل overnight ثم تخرج البواتق في الصباح التالي).
 - تخرج البوتقة من الفرن بحذر (لأن البواتق تكون على درجة عالية من الحرارة ويكون الرماد خفيفاً جداً fluffy) وتنقل إلى المجفف لتبرد إلى درجة حرارة الغرفة ثم توزن.
 - تحفظ العينات في بواتقها في المجفف لاستخدامها في تقديرات الرماد الذائب بالماء أو الرماد غير الذائب بالحامض وتقديرات بعض العناصر المعدنية (العملي التالي).

ملحوظات:

- إذا لم تكن درجة الرطوبة معروفة ومطلوب فقط تقدير الرماد الكلي، يمكن استخدام الأوزان التالية للعينة:

المادة الغذائية	وزن العينة
الأسماك	٢ جم
الحبوب/منتجات الألبان	٣-٥ جم
منتجات السكر	٥-١٠ جم
اللحوم	٥-١٠ جم

الرماد الذائب بالماء : water soluble ash

يعد الرماد الذائب بالماء مؤشراً لتقدير كميات الفاكهة الداخلة في تصنيع الشراب والجلي والمرملاذ.

خطوات العمل procedure

- يضاف ٢٥ مل من الماء المقطر إلى الرماد وتغطى البوتقة بغطاء زجاجة الساعة watch glass وتغلى المكونات لمدة خمس دقائق.
- ترشح المكونات خلال ورقة ترشيح خالية من الرماد Ashless filter- paper .
- يغسل المتبقي على ورقة الترشيح بواسطة كمية من الماء الساخن.
- ترجع ورقة الترشيح مع محتوياتها إلى البوتقة وتوضع في فرن الترميد ثانية لحرق المحتويات ثم تبرد في المجفف وتوزن للحصول على الرماد غير الذائب بالماء
- تحسب كمية الرماد الذائب بالماء من الفرق بين الوزنتين :

$$\text{الرماد الذائب} = \text{الرماد الكلي} - \text{الرماد غير الذائب بالماء.}$$

الرماد غير الذائب بالحامض : acid insoluble ash

بعد الرماد غير الذائب بالحامض مقياساً لكمية الرمل sand والأوساخ dirt المتواجدة في المواد الغذائية مثل الأعشاب والتوابل.

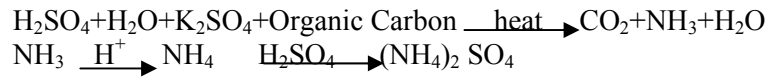
طريقة العمل : procedure

- يرطب الرماد المتحصل عليه في (I) أو (II) بحامض الهيدروكلوريك المركز وتغطي البوتقة بزجاجة الساعة ثم تسخن على لهب منخفض حتى جفاف العينة.
- يستخلص الرمل (عدة مرات) بواسطة حامض الهيدروكلوريك الساخن المخفف (٢٥٪).
- يرشح المخلوط على ورقة ترشيح خالية من الرماد ashless
- تغسل محتويات ورقة الترشيح بماء ساخن ثم تحرق في فرن الترميد ثم تبرد في المجفف وتوزن.
- يحسب المتبقي في البوتقة كنسبة مئوية من العينة الأصلية وتسجل النتيجة "كرماد غير ذائب بالحامض" أو "كرمل ومواد سيليكونية أخرى sand and other silicious matter"

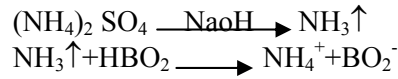
تقدير البروتين الخام – بطريقة كدال

تشتمل طريقة كدال على أكسدة المواد العضوية وهضمها بواسطة الحامض وتحويل النيتروجين إلى أمونيا. تتفاعل الأمونيا مع الزائد من الحامض لتكون كبريتات الأمونيوم. يحول الوسط إلى قلوي بإضافة هيدروكسيد الصوديوم وتمتص الأمونيا المتحررة في حمض بوريك وتعاير مع حمض الهيدروكلوريك القياسي.

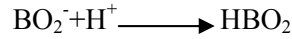
١- خطوة الهضم:



٢- التقطير:



٣- المعايرة:



المعدات والمحاليل:

- وحدة هضم وتقطير.
- دوارق كدال.
- كبريتات الصوديوم أو البوتاسيوم اللامائية.
- كبريتات النحاس.
- مخلوط الهضم المؤكسد = ٩ جم من كبريتات الصوديوم أو البوتاسيوم اللامائية + ١ جم من كبريتات النحاس.
- حمض الكبريتيك المركز.
- محلول هيدروكسيد الصوديوم (٤٦٪).
- محلول حمض البوريك (٢٪).
- حمض الهيدروكلوريك القياسي (١٠،١ع).

- مخلوط الدليل: أزرق الميثيلين مع أحمر الميثيل (٠,٢٥ جم أزرق الميثيلين + ٠,٣٧٥ جم أحمر الميثيل مذابة في ٣٠٠ مل كحول إثيلي ٩٥٪).

الطريقة:

- أوزن العينة (١-٢ جم) على ورقة ترشيح (وطمان) صغيرة وتلف وتنقل إلى دورق الهضم. أضف حجر الخفاف و ١٠ جم من مخلوط الهضم المؤكسد ثم أضف ٢٥ مل من حامض الكبريتيك المركز وأخلط جيداً.
- أجري التسخين ببطء في البداية حتى يقف الفوران ثم يجرى الغليان حتى يتم الهضم - تمام الهضم هو تحول المحلول إلى عديم اللون أو أزرق مخضر، ثم يوقف التسخين ويبرد المحلول (أحذر من تكون بلورات الملح).
- يضاف حوالي ٢٠٠ مل ماء إلى دورق الهضم.
- تنقل حوالي ٤٠-٥٠ مل من حمض البوريك (٢٪) إلى دورق مخروطي لاستقبال الأمونيا وتضاف له ٤-٥ نقط من الدليل.
- تنقل حوالي ٦٠-٩٠ مل من محلول الصودا NaoH (٦٤٪) وتصب برفق واحتراس على جدار دورق الهضم لتتجمع في القاع.
- يثبت دورق الهضم على جهاز التقطير ويوصل بالكثف عن طريق الوصلة الزجاجية ذات المصيدة (Trap).
- يقلب دورق الهضم بهدوء لخلط محتوياته ثم يبدأ التسخين إلى الغليان (بهدوء في البداية).
- تجمع حوالي ١٥٠ مل في دورق الاستقبال.
- تعادل محتويات دورق الاستقبال بمعابرتها بمحلول حمض الهيدروكلوريك (١٠,١ ع) القياسي ويحسب الحجم بالضبط من السحاحة.
- تجرى تجربة ضابطة (Blank) وذلك بوضع ورقة ترشيح فارغة في دورق الهضم بدل الورقة المحتوية على العينة.
- تحسب نسبة النتروجين ومن ثم نسبة البروتين.
- عامل البروتين:

يوفر تقدير البروتين العضوي الأساس لحسابات نسبة البروتين في المواد الغذائية، فيضرب كمية النتروجين في عامل معين Protein Factor نحصل على كمية البروتين. وتعتمد هذه العوامل على محتوى البروتينات المختلفة من النتروجين. والعامل ٦,٢٥ يستخدم لحساب البروتين لمعظم المواد الغذائية (لحوم، فاكهة، خض) وذلك لأن معظم البروتينات في هذه المواد تحتوي على ١٦٪ نتروجين (١٠٠ ÷ ٦,٢٥ = ١٦). وتستثنى بعض المواد الأخرى مثل الألبان (العامل = ٦,٣٨) والحبوب (٥,٧) والجيلاتين (٥,٥٥).

- الحسابات:

$$\text{كمية النتروجين (\%)} = \frac{(\text{مل العينة} - \text{مل البلانك}) \times \text{العيارية} \times \text{مليمكافى النتروجين}}{\text{وزن العينة (جم)}} \times 100$$

كمية البروتين = كمية النتروجين (%) × معامل البروتين للغذاء

تقدير البروتين بطريقة لونية

طريقة برادفورد

الأساس العلمي:

تعتمد هذه الطريقة على حقيقة أن صبغة الكوماسي بريلينت بلو Coomassie Brilliant Blue 250 توجد بلون أحمر ولكن عند ارتباطها بجزء البروتين تتحول إلى اللون الأزرق.

المحالييل:

١- الصبغة:

- أذب ٠,١ جم من صبغة الكوماس بريلينت بلو في ٥٠ مل كحول
- أضف ١٠٠ مل من حمض الفوسفوريك (H_3PO_4) (تركيز ٨٥٪)
- ٢ محلول البروتين القياسي (BSA) بتركيز ١٠٠ ملجم / ١٠٠ مل ماء مقطر.
- ٣ محلول هيدروكسيد الصوديوم (٥,٥ع)

الطريقة:

استخلاص البروتين:

- أوزن حوالي ١ جم من العينة بدقة على ورق جلاسين على ميزان حساس وانقل الوزنة إلى دورق مخروطي سعة ٥٠ مل.
- أضف ٢٠ مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم (٥,٥ع). أخلط العينة (استخدام قلاب مغناطيسي إن كان ذلك ضرورياً)
- سخن محتويات الدورق في حمام مائي يغلى لمدة ١٠ دقائق. إذا لم يتم ذوبان العينة (يجب أخذ الحذر حتى لا يتغير لون العينة إلى أسود أو داكن)
- برد محتويات الدورق في حمام ثلجي مباشر بعد التسخين.
- أنقل محتويات الدورق كميّاً إلى دورق معياري سعة ٥٠ مل واكمل إلى العلامة بالماء المقطر. رشح على ورقة وطمان رقم ٠٢

المنحنى القياسي :

- أنقل صفر، ٦٠، ٥٠، ٤٠، ٣٠، ٢٠، ١٠ ميكرو لتر من محلول البروتين القياسي إلى أنابيب اختبار.
- أكمل الحجم إلى ١ مل بالماء المقطر.
- أضف ٥ مل من محلول الصبغة واخلط جيداً وسريعاً بواسطة الفورتكس
- دع الأنابيب ساكنة لمدة ٢-٥ ق.
- اقرأ الامتصاصية على موجة ٥٩٥ نانومتر.
- ارسم المنحنى القياسي (رسم الامتصاصية على التركيز)

التقدير :

- أنقل ٠,٢٥ ، ٠,٥ مل من العينة إلى أنابيب اختبار
- اتبع الخطوات ٢-٥ كما في عمل المنحنى القياسي.
- احسب محتوى العينة من البروتين مستعيناً بالمنحنى القياسي وامتصاصية العينة.

تقدير الفسفور في الحليب

الأساس العلمي:

تعتمد الطريقة على تفاعل المولبدنم مع الفسفور في وجود حمض الأسكوربيك مع طرطرات الانتيموني والبتوتاسيوم في درجة حرارة الغرفة.

١- المحاليل:

محلول A:

- أذب ١٢ جم من مركب مولبدات الأمونيا في ٢٥٠ مل ماء مقطر.
- أذب ٠,٢٩٠٨ جم من طرطرات الانتيموني والبتوتاسيوم في ١٠٠ مل ماء مقطر.
- أضف محلول (١) ومحلول (٢) إلى ١٠٠٠ مل من محلول حمض الكبريتيك (٥ع). أخلط جيداً وأكمل الحجم إلى ٢٠٠٠ مل بماء مقطر. يجب حفظ هذا المحلول في دورق زجاجي في مكان بارد وبعيداً عن الضوء.

محلول B:

- أذب ١,٠٥٦ جم من حمض الأسكوربيك في ٢٠٠ مل من محلول "A" وأخلط جيداً. يجب تحضير هذا المحلول في نفس وقت التحليل.

٢- محاليل الفوسفات القياسية:

يحضر محلول الفوسفات الأولي بنقل ٤,٣٩ جم من فوسفات البوتاسيوم الحمضية KH_2PO_4 إلى دورق معياري سعة ٥٠ مل وإذابتها ثم إضافة ماء مقطر حتى العلامة. كل ١ مل من هذا المحلول يحتوي على ٢٠ ملجم فسفور.

لعمل المنحنى القياسي تحضر محاليل مخففة من المحلول الأولي بتركيز تبدأ من صفر إلى ٢٠ ميكروجرام لكل ١ مل محلول ويرسم المنحنى القياسي بتنقيط الامتصاصية لكل تركيز.

٣- الهضم الرطب:

يستخدم للهضم الرطب مخلوط من حمض الكبريتيك المركز وحمض النيتريك المركز.

- أنقل ١ مل من الحليب الخام إلى دورق كدال صغير (سعة ٢٥٠ مل).

- أضف ٢ مل من حمض الكبريتيك المركز (sp. gr. 1.84) إلى العينة.
- أضف ٤ مل من حمض النيتريك المركز (sp.gr. 1.42) إلى الدورق.
- رج الدورق جيداً لخلط المكونات.
- أضف حجر الخفاف لتنظيم الغليان أثناء الهضم.
- أبدأ التسخين ببطء ورج الدورق بين الحين والآخر.
- واصل الغليان حتى اختفاء أبخرة بيروكسيد النيتروجين البنية وظهور أبخرة حمض الكبريتيك.
- إذا صار لون العينة داكناً أضف نقط من حمض النيتريك المركز بعد تبريد المكونات، رج جيداً وأكمل عملية الهضم.
- بعد تمام الهضم برد مكونات الدورق وأنقلها نقلاً كميّاً إلى دورق معياري سعة ١٠٠ مل وأكمل إلى العلامة بماء مقطر.

٤- طريقة التقدير:

- أنقل ٤ مل من محلول B إلى أنبوبة اختبار.
- أضف ١٠ مل ماء مقطر، ١ مل عينة مهضومة ثم ١٠ مل ماء مقطر على التوالي، مع رج الأنبوب جيداً بعد كل إضافة.
- دع الأنبوب ساكناً لمدة ١٠ دقائق لإظهار اللون الأزرق.
- قس الامتصاصية على جهاز اسبكتروفوتوميتر بطول موجي ٨٨٣ نانومتر مع محلول ضابط "Blank" يحضر من نفس المحاليل بدون العينة المهضومة.

تقدير الألياف الخام

طريقة ويندي Weende

الأساس العلمي:

تعتمد هذه الطريقة على إذابة وانحلال المركبات اللاسليلوزية non-cellulosic بواسطة محلول حمض الكبريتيك المخفف ومحلول هيدروكسيد البوتاسيوم^{*} المخفف.

المحاليل:

- محلول حمض الكبريتيك (١,٢٥٪ أو ٢٥,٢٥٥ ع) = ١٢,٥ جم من الحمض المركز تخفف إلى ١٠٠٠ مل بالماء المقطر.
- محلول هيدروكسيد البوتاسيوم (١,٢٥٪ أو ٢٣,٢٢٣ ع) = ١٢,٥ جم من KOH تذاب في الماء المقطر وتخفف إلى ١٠٠٠ مل.

الأجهزة:

- جهاز فيوي FIWE لاستخلاص الألياف الخام (شركة Velp).
- بواتق زجاجية Jena ذات مسام ٤٥ ملم^{**}.

تحضير العينة:

يجب أن تكون العينة مجففة ومسحونة ناعماً حتى تمر من منخل فتحته ١ مم (١٨ مش).
تجفف العينة في فرن على ١٠٥-١١٠ م° أو على ٧٠ م° في فرن تفريغ. أما إذا كان التجفيف الحار يغير من طبيعة العينة فبالإمكان تجفيفها Freeze drying قبل الطحن. وإذا كانت نسبة الدهون في العينة تبلغ أكثر من ٥٪ فيجب نزع الدهن قبل طحنها.

* في طريقة الـ AOAC أستبدل محلول هيدروكسيد البوتاسيوم بمحلول هيدروكسيد الصوديوم بنفس التركيز (١,٢٥٪).

** إذا كانت العينة بالغة النعومة (مثل دقيق فول الصويا) وخشي أن تسد ذراتها فتحات البوتقة فيمكن إضافة مادة السيلاييت Celite إلى البوتقة قبل وزنها.

خطوات الاستخلاص:

- أوزن بدقة ١ جم من العينة المطحونة في كل من ستة بواتق زجاجية ويرمز لهذا الوزن بـ F0.
- ضع البواتق الستة في مكانها المخصص بينما تكون اليد الرافعة للجهاز في الوضع العلوي.
- أنزل اليد الرافعة وثبتها في الوضع السفلي. يجب أن تكون البواتق الآن مثبتة بإحكام.
- أفتح الماء وأضبط معدل السريان بحوالي ٢ لتر في الدقيقة.
- شغل الجهاز وتأكد من إضاءة لمبة التشغيل.
- أضف ١٥٠ مل من محلول الحمض الذي سبق تسخينه حتى نقتل من الوقت المطلوب لبدء الغليان.
- أضف ٣-٥ نقط من الاوكتانول (كمضاد للرغوة).
- دع محلول الحامض يغلي لمدة ٣٠ دقيقة بالضبط.
- شغل طلمبة التفريغ لصرف محلول الحمض إلى المجاري.
- أغسل ثلاثة مرات بحوالي ٣٠ مل من الماء المقطر الساخن وقلب العينة بمساعد تشغيل الهواء المضغوط.
- بعد نهاية عملية الغسيل أضف ١٥٠ مل من محلول هيدروكسيد البوتاسيوم (الذي سبق تسخينه) ثم أضف ٣-٥ نقط من الاوكتانول.
- دع المحلول القاعدي يغلي لمدة ٣٠ دقيقة بالضبط.
- رشح وأغسل كما الخطوة (١٠).
- أغسل بالماء المقطر البارد ثم بالأسيتون ثلاثة مرات (٢٥ مل) في كل مرة وقلب العينة بواسطة الهواء المضغوط.
- أنقل البواتق إلى فرن تجفيف (١٠٥-١١٠م) لمدة ساعة (أو حتى ثبات الوزن). ضعها في المجفف حتى تبرد ثم أوزن (F1).
- أنقل البواتق إلى فرن الحرق (٥٥٠م) لمدة ثلاثة ساعات ثم أوزنها بعد التبريد في المجفف (F2).

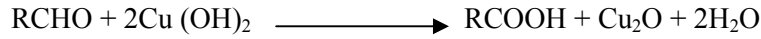
$$\text{نسبة الألياف الخام} = \frac{F1-F2}{F0} \times 100$$

تقدير السكريات الكلية

طريقة لين – إينون (Lane-Eynon method)

الأساس العلمي:

السكريات المختزلة (كالجلكوز والجالاكتوز والفركتوز واللاكتون) تحتوي على مجاميع ألدهيدية أو كيتونية (C-H). وهذه المجاميع الفعالة تختزل أيونات النحاسيك (Cu^{++}) عند التسخين في الوسط القاعدي إلى أيونات النحاسوز (Cu^+) أو إلى الحالة المعدنية (Cu). وهي طريقة حجمية أو تسحيحية (Volumetric Method) تعتمد في أساسها على حساب حجم المحلول السكري المطلوب لاختزال حجم معين من محلول النحاسيك القاعدي وعند الرجوع إلى الجداول المرفقة يمكن معرفة وزن السكريات المختزلة. والسكريات المختزلة زائد السكر تعطي السكريات الكلية.



السكر = RCHO

$2\text{Cu}(\text{OH})_2$ = هيدروكسيد النحاسيك

RCOOH = حامض

Cu_2O = أكسيد النحاسوز (راسب أحمر)

الأجهزة والمواد المطلوبة:

- سحاحة بمحس يتصل بأنبوب مطاقي متصل بأنبوب زجاجي بدل المحبس الزجاجي العادي (وبهذا لا تكون السحاحة مباشرة فوق الدورق الساخن).
- دوارق مخروطية سعة ٢٥٠ مل.
- محلول خلات الرصاص المتعادلة (٤٥٪).
- محلول أوكسالات البوتاسيوم (٢٢٪).
- محلول فهلنج: يتكون هذا المحلول من مزيج متساو من محلول "A" ومحلول "B" ويمزج الاثنان قبل الاستعمال مباشرة.
- محلول "A": أوزن ٦٩,٣٨ جم من مادة كبريتات النحاسيك ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) وأذبها في الماء ثم خفف إلى لتر واحد في دورق حجمي.

- محلول "B": أوزن ٣٤٦ جم من ملح روшил (طرطرات البوتاسيوم والصوديوم $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) و ١٠٠ جم من هيدروكسيد الصوديوم وأذبها في دورق حجمي سعة ١٠٠٠ مل وخفف إلى العلامة ثم رشح خلال صوف زجاجي.
- محلول أزرق الميثيلين: خذ ١ جم من الصبغة وأذبها في ١٠٠ مل ماء.

تقدير مجموع السكريات الكلية Total Sugars:

أ- طريقة لين – إينون (Lane-eynon) التسحيحية أو الحجمية:

- أوزن بصورة مضبوطة ٥٠ جم من النموذج الغذائي ثم ضعه في كأس Beaker ذات حجم ٨٠٠-١٠٠٠ مل.
- أضف إليه ٤٠٠ مل من الماء ثم أغلي لمدة ساعة مع التحريك بين وقت وآخر ثم أضف ماء للتعويض عن المفقود بالتبخر.
- برد المزيج وأنقله إلى دورق حجمي سعة ٥٠٠ مل ثم أضف ماء مقطر للوصول إلى العلامة.
- رشح من خلال ورقة ترشيح.
- استعمل مكثاف بركس أو رفراكتومتر لمعرفة تركيز المحلول بصورة استطلاعية لتحديد على ضوءه التخفيفات اللازمة قبل إجراء التسحيح (يحدد عدد هذه التخفيفات حسب التركيز الأصلي للسكريات بالمادة الأولية).
- خذ ١٠٠ مل من الراشح وضعه في دورق حجمي سعة ٥٠٠ مل، أضف إليه ٢ مل من خلات الرصاص القاعدية كمادة تنقية (Clarifier) مع ٢٠٠ مل ماء من أجل ترويق المحلول. وأترك المحلول لمدة ١٠ دقائق بعدها أضف ٢ مل من أوكسالات البوتاسيوم لترسيب الزائد من أيونات الرصاص. أضف ماء مقطر للوصول إلى العلامة. رج المحلول جيداً بعدها رشح.
- اختبر الراشح لأيونات الرصاص غير المترسبة بواسطة إضافة قطرة من أوكسالات البوتاسيوم فإذا تكون راسب أضف قطرتين من أوكسالات البوتاسيوم. رج ثم رشح ثانية مع إعادة الاختبار إن تطلب ذلك لضمان التخلص تماماً من أيونات الرصاص الزائدة.
- خذ ٥٠ مل من المحلول المرشح وضعه في دورق حجمي سعة ٢٥٠ مل واكمل إلى العلامة بماء مقطر.
- خذ ١٠ مل أو ٢٥ مل من مزيج محلول فهلنج وضعه في دورق ارلنماير (Erlinmyer flask) سعة ٢٥٠ مل. وضع شرطاً لاصقاً على رقبة الدورق لسهولة مسكه باليد عند التسخين.

- أملاً السحاحة حجم ٥٠ مل بالمحلول السكري المحول والمتعادل. لاحظ بأن نهاية السحاحة المدببة يجب أن تربط بأنبوب مطاطي قصير في نهايته يوضع أنبوب زجاجي ذو نهاية مدببة وبعد ذلك ضع قرصاً على الأنبوب المطاطي فعند إجراء التسحيح تكون السحاحة ليست عمودية مباشرة على دورق الارلنماير الموجود به محلول فهلنج وذلك لتجنب الحرارة المباشرة من اللهب إلى السحاحة.
- أفتح السحاحة لنزول المحلول السكري كله تقريباً كدفعة واحدة لاختزال محلول فهلنج بحيث لا يبقى إلا ١٠,٥-١٠ مل لإتمام التسحيح (أعمل تجربة أولية لكي تتمرن على تقدير هذه الكمية وذلك بالتسحيح البطيء للوصول إلى نقطة النهاية).
- أخرج محتويات الدورق جيداً وبعدها سخن إلى الغليان واستمر عند الغليان لمدة دقيقتين. بعدها أضف ٣ قطرات من محلول أزرق الميثيلين على أن لا يلامس جدار الدورق.
- أنجز التسحيح بحدود ثلاثة دقائق بنزول ٢-٣ قطرات فقط من المحلول السكري إلى الدورق كل ٥-١٠ ثواني حتى يختفي لون الكاشف (الدليل) الأزرق ويظهر اللون البرتقالي المحمر (Brick-red) نتيجة تكون راسب أوكسيد النحاسوز (Cu₂O).
- أنظر في جدول (٢) للحصول على المكافئ الجدولي (Factor) بالملليجرامات من السكر المحول (أو أي سكر آخر في الجدول وذلك حسب السكر السائد في المادة الأولية) لما يقابله من حجم المحلول المسحح (Titer).
- الحسابات:

$$\frac{\text{التخفيف} \times \text{المكافئ الجدولي للسكر المحول}}{\text{وزن النموذج} \times \text{الحجم المسحح} \times 1000} = \text{السكريات الكلية} \% (\text{سكر محول}) \times 100$$

$$\frac{500 \times \text{مل} \times 250 \times \text{مل} \times \text{المكافئ الجدولي}}{1000 \times \text{مجم} \times 100 \times \text{مل} \times \text{الحجم المسحح} \times 1000} = \text{السكريات الكلية} \% (\text{سكر محول})$$

$$\frac{\text{السكريات الكلية} (\%)}{100} = \frac{\text{مجموع المواد الصلبة الذائبة} (\%)}{\text{السكريات الكلية} (\%) + \text{نسبة الماء بالغذاء}}$$

تقدير السكروز في الأغذية Sucrose Determination:

- أوزن بصورة مضبوطة ٥٠ جم من النموذج الغذائي كالحلويات والبنجر السكري ثم ضعه في كأس ذات حجم ٨٠٠-١٠٠٠ مل.

- أضف إليه ٤٠٠ مل من الماء مع إضافة كمية من محلول هيدروكسيد الصوديوم (٠,١ عياري) لمعادلة المزيج للحصول على رقم هيدروجيني pH ما بين ٧,٥-٨ وذلك بقياسه إما بجهاز pH أو بورقة عباد الشمس (لونها أحمر في الحامض وأزرق في القاعدة) من أجل منع تحويل (inversion) السكروز الموجود إلى سكريات محولة بواسطة الحوامض العضوية الطبيعية أو المضافة أثناء غليان المزيج. أغلي لمدة ساعة مع التحريك بين وقت وآخر ثم أضف ماء مقطر للتعويض عن المفقود بالتبخر.
- برد المزيج وأنقله إلى دورق حجمي سعة ٥٠٠ مل. أضف ماء مقطر للوصول إلى العلامة.
- رشح من خلال ورقة ترشيح.
- استعمل مكثاف بركس أو رفراكتومتر لمعرفة تركيز المحلول بصورة استطلاعية لتحديد على ضوءه التخفيفات اللازمة قبل إجراء التسحيح.
- خذ ١٠٠ مل من الراشح وضعه في دورق حجمي سعة ٥٠٠ مل ثم أضف إليه ٢ مل من خلال الرصاص القاعدية كمادة تنقية (Clarifier) مع ٢٠٠ مل ماء مقطر من أجل ترويق المحلول. وأترك المحلول لمدة ١٠ دقائق بعدها أضف ٢ مل من أوكسالات البوتاسيوم لترسيب الزائد من أيونات الرصاص. أضف ماء مقطر للوصول إلى العلامة. رج المحلول جيداً بعدها رشح. اختبر الراشح لأيونات الرصاص غير المترسبة بواسطة إضافة قطرة من أوكسالات البوتاسيوم فإذا تكون راسب أضف قطرتين من الأوكسالات. رج ثم رشح ثانية مع إعادة الاختبار إذا تطلب ذلك لضمان التخلص تماماً من أيونات الرصاص الزائدة.
- خذ ٥٠ مل من المحلول المرشح والمرووق وضعه في دورق حجمي سعة ٢٥٠ مل ثم أضف إليه ماء مقطر للوصول إلى العلامة.
- خذ ١٠ مل أو ٢٥ مل من مزيج فهلنك وضعه في دورق ارلنماير سعة ٢٥٠ مل. ضع شريطاً لاصقاً على رقبة الدورق لسهولة مسكه باليد عند التسخين ثم أملأ السحاحة حجم ٥٠ مل بالمحلول السكري المحول والمرووق أعلاه. أنجز عملية التسحيح كما هو مدون في طريقة لين-إينون والنتائج من الحسابات بعد هذه الخطوة هو كمية السكريات المختزلة الموجودة أصلاً في النموذج (قبل التحويل inversion).
- خذ ٥٠ مل من المحلول المرشح والمرووق (من فقرة ٦ أعلاه) وضعه في كأس سعة ٥٠٠ مل ثم أضف إليه ١٠ جم من حامض الستريك. رج جيداً ثم أغلي المحلول لفترة ١٠ دقائق لتحويل السكروز -

إن وجد - إلى سكر محول بعدها برد المحلول. أُجري له عملية تعادل للحامض (Neutralization)

بعد نقله إلى دورق حجمي سعة ٢٥٠ مل. أضيف دليل الفينولفثالين مع إضافة كمية من ٢٠٪ من محلول هيدروكسيد الصوديوم حتى يظهر اللون الوردي. بعدها أضف بضع قطرات من ٢٠٪ من محلول حامض الهيدروكلوريك لحين اختفاء اللون الوردي ثم خفف محتويات الدورق إلى العلامة ٢٥٠ مل بالماء المقطر.

- خذ ١٠ مل أو ٢٥ مل من مزيج فهلنك وضعه في دورق إرلنماير سعة ٢٥٠ مل. ضع شريط لاصق على رقبة الدورق لسهولة مسكه باليد عند التسخين ثم أملأ السحاحة حجم ٥٠ مل بالمحلول السكري المحول والمتعادل من الحموضة. ثم أنجز عملية التسحيح كما هو مدون في طريقة لين-إينون والنتائج من الحسابات بهذه الخطوة هو كمية السكريات المختزلة الكلية بعد تحول السكروز الموجود في النموذج إلى سكريات محولة.

- الحسابات:

$$\text{السكريات المحولة قبل التحويل (\%)} = \frac{\text{التخفيف} \times \text{المكافئ الجدولي للسكر المحول}}{\text{وزن النموذج} \times \text{الحجم المسح} \times 1000} \times 100 \quad (\text{ق})$$

$$\text{السكريات المحولة بعد التحويل (\%)} = \frac{\text{التخفيف} \times \text{المكافئ الجدولي للسكر المحول}}{\text{وزن النموذج} \times \text{الحجم المسح} \times 1000} \times 100 \quad (\text{ب})$$

$$\text{كمية السكروز (\%)} = (\text{ب} - \text{ق}) \times 0,95$$

$$\text{السكريات الكلية} = \text{كمية السكريات المختزلة} + \text{كمية السكروز.}$$

تقدير النترت في اللحوم المملحة

Nitrites in Cured Meat

طريقة لونية

أ- المواد والمعدات:

- NED: أذب ٠,٢ جم من مادة نافتايل اثيلين داي أمين هيدروكلورايد NED في ١٥٠ مل حمض الخليك (١٥٪ ح/ح). رشح إذا كان ضرورياً وأحفظه في زجاجة ملونة.
- السلفانيلاميد: أذب ٠,٥ جم من هذه المادة في ١٥٠ مل من حمض خليك (١٥٪ ح/ح) رشح، إذا كان ضرورياً، وأحفظ في زجاجة ملونة.
- محلول النترت القياسي:

أ) المحلول الأم (١٠٠٠ جزء في المليون ppm) - أذب ١,٠٠٠ جم من Na NO_2 في ماء مقطر وخفف إلى علامة اللتر.

ب) المحلول الوسط (١٠٠ ppm). خفف ١٠٠ مل من المحلول الأم إلى اللتر بالماء المقطر.

ج) محلول العمل (١ ppm) - خفف ١٠ مل من المحلول الوسط إلى ١ لتر بالماء المقطر.

ب- طريقة التقدير:

أوزن ٥ جم من العينة المسحونة والمخلوطة جيداً في كأس (سعة ٥٠ مل). أضف حوالي ٤٠ مل ماء سبق تسخينه إلى ٨٠°م. أخلط جيداً بواسطة مقلب زجاجي مع تكسير كتل اللحم الصغيرة ومن ثم أنقل إلى دورق معياري (سعة ٥٠٠ مل). أغسل الكأس والمقلب بماء ساخن وأضف الغسيل إلى الدورق وأضف ماء ساخن إلى حجم ٣٠٠ مل تقريباً. أنقل الدورق إلى حمام بخار أتركه لمدة ساعتين مع التقليب من حين لآخر. برد إلى درجة حرارة الغرفة ثم أكمل إلى العلامة بواسطة ماء مقطر وأخلط المكونات جيداً ثم رشح. أنقل ٤٥ مل إلى دورق معياري (سعة ٥٠ مل). أضف ٢,٥ مل من محلول السلفانيلاميد وأخلط جيداً بعد ٥ دقائق أضف ٢,٥ مل من محلول الـ NED وأخلط ثم أترك مكونات الدورق ساكنة لمدة ١٥ دقيقة لتكوين اللون. قس الامتصاصية على طول موجي ٥٤٠ نانومتر بواسطة محلول بلانك محضر من ٤٥ مل ماء مقطر مع ٢,٥ مل من السلفانيلاميد و ٢,٥ مل من محلول الـ NED.

قدر محتوى العينة من النترت مع المقارنة مع منحني قياسي محضر كالاتي:

أضف ١٠ ، ٢٠ ، ٣٠ و ٤٠ مل من محلول النتريت القياسي (محلول العمل 1ppm) إلى دوارق
معيارية سعة ٥٠ مل. أضف ٢,٥ مل محلول السلفانيلاميد لكل دورق ، أخلط جيداً ثم أكمل كما في
الطريقة السابقة مبتدئاً ب بعد ٥ دقائق أضف ٢,٥ مل من محلول الـ NED الخ".

تقدير الكربوهيدرات – طريقة لونية Colorimetric Determination of Carbohydrates

هناك عدة طرق لونية طورت وكلها تعتمد على التفاعل الكيميائي للكربوهيدرات. وطريقة الانثرون Anthrone هي واحدة من أسهل هذه الطرق اللونية وهذه المادة تتفاعل مع كل الكربوهيدرات وتنتج لوناً أخضر يميل للزرقة Blue-green. وهذا الاختبار طريقة سريعة ومفيدة في حالة تقدير الكربوهيدرات الكلية أو عند عدم الحاجة لمعرفة أنواع السكريات المختلفة.

الأجهزة:

جهاز بوش ولومب لتقدير الألوان، أنابيب الجهاز، أنابيب اختبار، حمام مائي يغلي.

المحاليل Reagents:

- محلول الانثرون (٠,١٪ في حامض كبريتيك ٧٢٪): أذب ١,٠ جم من مادة الانثرون في محلول حامض الكبريتيك (٧٢٪) المبرد واكمل إلى ١ لتر. وهذا المحلول يكون ثابتاً لعدة أيام إذا حفظ في درجة حرارة ٤م°، ويجب طرح المحلول إذا تغير لونه إلى الأخضر وعمل محلول جديد.
- محلول الجلوكوز (٠,٠٢٪).
- محلول كالسيوم كلورايد (٥٥ جم كلوريد الكالسيوم في ٧٦ مل ماء فقط وتضبط الـ pH بواسطة حمض الخليك الثلجي إلى ٢).
- محلول حمض الخليك ثلاثي الكلور Trichloroacetic acid (١٠٠ جم من الحمض في ١٠٠ مل ماء مقطر).
- كحول ايثيلي ٨٠٪.

الطريقة Procedure:

- توزن ٤٠٠ ملجم من العينة في أنبوبة اختبار (Duplicate) ويضاف ٢ مل من الكحول إلى العينة إذا كانت جافة.
- تضاف ١٢ مل من محلول كلوريد الكالسيوم إلى العينة وتسخن أنبوبة الاختبار في حمام ماء يغلي لمدة ٣٠ دقيقة، حتى تتم جلتنة gelatinization النشا وذوبان الكربوهيدرات:

- يجب خلط العينة بواسطة قضيب زجاجي من حين لآخر لتفادي جلتنة المادة الغذائية في قاع الأنبوب. تبرد الأنبوبة في ماء بارد إلى درجة حرارة الغرفة.
- تنقل مكونات الأنبوبة كميّاً إلى دورق معياري سعة ١٠٠ مل وتغسل الأنبوبة عدة مرات بماء مقطر ويضاف الغسيل إلى الدورق. تضاف ٥ مل من محلول حمض الخليك ثلاثي الكلور ويخفف بماء مقطر إلى العلامة.
- يقفل الدورق المعياري وتخلط المكونات جيداً بواسطة تقليب الدورق عدة مرات ثم ترشح المكونات على ورقة واطمان رقم ٤٢ للتخلص من أي بروتين مترسب.
- تنقل ٠,١ ، ٠,٢ ، ٠,٥ مل من الدورق إلى أنبوبة اختبار بايركس pyrex. تضاف ٠,٥ مل من الماء المقطر إلى الأنبوبة التي تحوي ٠,٥ مل من الراشح لتصير حجم جميع الأنابيب ١ مل.
- تنقل ٠,٢ ، ٠,٤ ، ٠,٦ ، ٠,٨ و ١ مل من محلول الجلوكوز (٠,٢٪) إلى أنابيب اختبار بايركس. ويضاف الماء المقطر إلى كل أنبوبة ليكمل الحجم إلى ١ مل. أيضاً تحضر أنبوبة ضابطة (بلانك) من ١ مل ماء مقطر وتضع علامة على جميع الأنابيب للتعرف عليها أثناء التسخين والتحليل.
- تغمر جميع الأنابيب في ماء بارد. تضاف ٥ مل من محلول الانثرون وترج الأنبوبة جيداً للتأكد من خلط المكونات كلها حتى قاع الأنبوبة.
- [تحذير: تذكر أن محلول الانثرون محضر من حامض الكبريتيك المركز].
- توضع الأنابيب في حمام ماء يغلي وتسخن لمدة ١٥ دقيقة، ثم تبرد الأنابيب جيداً في ماء بارد.
- تأكد من ظهور اللون بطريقة تدرجية حسب تركيز محلول الجلوكوز ويجب أن تكون التجربة الضابطة أخف الألوان.
- يشغل جهاز تقدير الألوان (Spectronic 20 Colorimeter) ويترك مدة ١٠ دقائق ليهدأ قبل بدء الاستخدام. ويضبط طول الموجة إلى ٦٢٠ نانومتر وتابع التحليل كما هو مبين في مذكرة "الطريقة اللونية لتقدير البروتين".

تقدير حمض الاسكوربيك – طريقة لونية
Determination of Reduced Ascorbic Acid
By Photometric Methods – Not Official

المحاليل Reagents :

- محلول الصبغة الاحتياطي Stock dye solution :

أذب ١٠٠ ملجم من بلورات الصبغة الجافة ٢، ٦ ثنائي كلور فينول إندوفينول في صورة ملح الصوديوم 2, 6 dichlorophenol indophenol sodium salt في ٧٥ مل ماء مقطر سبق غليه في كأس زجاجي ثم رشح المحلول خلال ورقة ترشيح واطمان رقم ٤. أغسل الكأس وورقة الترشيح بـ ٢٥ مل ماء مقطر ويستقبل الراشح في دورق مخروطي سعة ١٢٥ مل ثم يغطى الدورق جيداً ويحفظ في الثلاجة ويكون المحلول ثابتاً لمدة ٢-٣ أسابيع في الثلاجة.

٢- محلول الصبغة للعمل Working dye solution :

أنقل ٧ مل من محلول الصبغة السابق ذكره إلى دورق معايرة سعة ٥٠٠ مل ثم خفف بالماء المقطر إلى العلامة.

٣- محلول الاستخلاص Extracting solution

وهو عبارة عن محلول أحد الحامضين التاليين: (١) حامض الميتافوسفوريك HPO_3 بتركيز ١٪ أو (٢) حمض الاوكساليك بتركيز ٠,٥٪ وعادة يفضل استخدام حمض الاكساليك نظراً لثباته كما أن حمض الميتافوسفوريك يلزم تحضيره يومياً.

٤- محلول الحمض القياسي :

أذب ١٠٠ ملجم حمض اسكوربيك قياسي إلى ١٠٠ مل محلول استخلاص.

تحضير العينة Sample preparation :

- العصائر: يتم استخراج العصير من الثمرة ثم الترشيح. يؤخذ ٢٠ مل من الراشح في دورق سعة ١٠٠ مل ويكمل إلى الحجم بإضافة حامض الاستخلاص ويخلط جيداً ثم يعاد الترشيح ويكون المحلول جاهزاً للمعايرة.

- الخضر والفاكهة الطازجة والمعلبة: يؤخذ ٢٥-٥٠ جم من العينة وتخلط مع سبعة أضعافها من حامض الاستخلاص (حوالي ٣٥٠ مل) في خلاط كهربائي لمدة ٣ دقائق ثم يجرى الترشيح للتخلص من العكارة والمواد الغروية. إذا لم يتحصل على محلول رائق تماماً تجرى عملية طرد مركزي centrifugation.
- في حالة الأغذية المجففة يجب نقعها في ٢٠٠ مل حامض ميتافوسفوريك ٦٪ أو أوكساليك ٣٪ لمدة ١٥-٣٠ دقيقة على الأقل ثم تعامل كالمعتاد بعد ذلك.

التقدير Determination:

١- معايرة الصبغة Dye standardization:

أسحب بالضبط ١ مل من حامض الاستخلاص وأنقلها إلى أنابيب المطياف Spectronic 20 وأضف إلى الأنبوب الأول ٩ مل ماء مقطر وأضبط الجهاز على طول موجة ٥١٥ نانومتر والقراءة على صفر امتصاص "A" أو ١٠٠٪ نفاذية Transmission أما الأنبوب الثاني فيضاف له ٩ مل من محلول الصبغة ويقرأ الامتصاص أو النفاذية في خلال ١٠ ثواني. ويجب أن تكون القراءة حوالي ٣٠٪ نفاذية أو ما يقابلها من درجة الامتصاص وإذا اختلفت النفاذية عن الـ ٣٠٪ بمعدل ± ١ يجب ضبط تركيز الصبغة بإضافة ماء مقطر أو محلول الصبغة المركز وإعادة القراءة. تؤخذ ٣ قراءات ويحسب المتوسط وهو يمثل T_1 ومنها يمكن الحصول على A_1 من معادلة خاصة وهي ($A_1 = 2 - \log T_1$) أو يمكن قراءة الامتصاص A_1 مباشرة من الجهاز.

٢- تقدير امتصاصية العينة:

أسحب ١ مل من مستخلص العينة وأضفه إلى ٣ أنابيب من أنابيب المطياف. أضف إلى الأنبوب الأول ٩ مل ماء مقطر وأضبط الجهاز ليقرأ ١٠٠٪ نفاذية أو صفر امتصاصية أما الأنبوبين الآخرين فأضف لكل منهما ٩ مل من محلول الصبغة وخذ القراءة خلال ١٠ ثواني واحصل على المتوسط، وهو يمثل T_2 و A_2 .

يلاحظ الفرق بين A_1 و A_2 ناتج من وجود Vit. C أو حمض الاسكوربيك الذي يختزل لون الصبغة من اللون الأحمر في الوسط الحامضي إلى عديم اللون وبالتالي تقل درجة الامتصاص للضوء في الأنابيب المختبرة على راشح العينة بحسب تركيز أو كمية فيتامين C في الراشح بالملليجرام لكل أنبوب (أي لكل ١ مل).

ولحساب التراكيز من حمض الاسكروبيك بالملليجرام لكل ١ مل يجرى عمل منحنى قياسي Standard curve يمثل العلاقة بين تركيزات معلومة من حمض الاسكروبيك بالملليجرام لكل ١ مل ودرجة الامتصاص لكل تركيز. فعلى سبيل المثال، تحضر ٦ دوارق معيارية سعة ١٠٠ مل وينقل للدورق الأول ١ مل (من محلول حمض الاسكروبيك المحضر بإذابة ١٠٠ ملليجرام في ١٠٠ مل حمض استخلاص) ويكمل الحجم إلى العلامة بواسطة حمض الاستخلاص وينقل إلى الدورق الثاني ٢ مل ثم ٣، ٤، ٥، ٦ مل لبقية الدوارق وبالتالي تحتوي الدوارق الستة على تركيزات من حمض الاسكروبيك على النحو التالي: ١، ٢، ٣، ٤، ٥ و ٦ ملجم/١٠٠ مل. كما أن ١ مل من كل دورق يحتوي على ٠,٠٢، ٠,٠٣، ٠,٠٤، ٠,٠٥ و ٠,٠٦ ملليجرام من حمض الاسكروبيك. بعد ذلك يؤخذ ١ مل من كل دورق وينقل إلى ٦ أنابيب من أنابيب المطياف ثم يضاف لكل أنبوب ٩ مل من محلول الصبغة وتؤخذ قراءة الامتصاص في خلال ١٠ ثواني. وبعد ذلك يتم عمل المنحنى القياسي الذي يمثل معدل التغيير للامتصاص مع التركيز.

مثال:

أخذت عينة وزنها ١٠ جم من مسحوق عصير البرتقال الصناعي (Tang) وأذيبت وتم الاستخلاص بحامض الميتافوسفوريك ثم أجري الترشيح وأكمل الحجم إلى ٤٠٠ مل. وعند معايرة الصبغة كانت الامتصاصية $A_1 = 0.535$. أحسب نسبة فيتامين C في العينة كملليجرام لكل ١٠٠ جم عينة.

الحل:

أولاً يتم عمل منحنى قياسي يمثل التركيز بالملليجرام/مل على الإحداثي الأفقي "X" والامتصاصية على الإحداثي الرأسي "Y" ثم تؤخذ القراءات من الجهاز وتوقع النقط لكل تركيز ويتم توصيل النقاط بحيث يشمل الخط معظم النقاط.

ومن معادلة الخط المستقيم يمكن حساب التركيز:

$$Y = ax + b$$

$$A_{\text{sample}} = ax + b \text{ أو بطريقة أخرى}$$

حيث أن:

$$0.175 = A_1 - A_2 = \text{امتصاصية العينة} = A$$

$$-5.5 = \frac{0.22}{0.04} = \text{slope ميل المنحنى}$$

$$x = \text{التركيز بالملليجرام/مل}$$

$$b = \text{تقاطع المنحنى على المحور الرأسي} = 0.565$$

ومن شكل المنحنى المرفق يمكن الحل كالآتي :

$$A = A_1 - A_2 = 0.525 - 0.350 = 0.175$$

$$\therefore 0.175 = -5.5x + 0.565$$

$$-0.390 = -5.5x$$

$$\therefore x = -0.390 \div -5.5 = 0.071$$

$\therefore 0,071$ ملليجرام في ١ مل

$$x \text{ ————— } 400 \text{ مل}$$

$\therefore x = (0,071 \times 400) \div 1 = 28,4$ ملليجرام وهذه الكمية موجودة في ١٠ جم عينة

\therefore نسبة فيتامين C في العينة = $(28,4 \times 100) \div 10 = 284$ ملليجرام / ١٠٠ جم

تقدير المعادن عن طريق الامتصاص الذرى

والانبعاث الطيفي (التحليل باللهب)

Determinations of Minerals by Atomic Absorption and Emission Spectroscopy.

يعتمد التحليل بواسطة الامتصاص الذرى والانبعاث الطيفي على تهيج أو تنشيط Excitation ذرات العنصر المراد تقديره وقياس الطاقة الممتصة Absorbed أو المنبعثة Emitted. إن مقدرة إلكترونيات الذرات المختلفة على امتصاص و/ أو بعث الطاقة بطول موجي معين specific wavelength لهو الأساس العملي في التقدير الكمي للمعادن بواسطة التحليل الطيفي الذرى. وباختصار شديد فإن قياس الأشعة الممتصة أو المنبعثة يتم بعد تبخير أو تطاير العينة بواسطة التسخين باللهب، ويتبع هذا إما امتصاص الأشعة بطول موجي معين أو تهيج Excitation ذرات الحالة المستقرة Ground state atoms والذي يتبعها انبعاث الأشعة بطول موجي معين. وهذا الجهاز Atomic absorption spectrophotometer دقيق جداً وبالغ الحساسية حتى في وجود كميات قليلة جداً من المعادن.

الأجهزة: Apparatus

جهاز الامتصاص الذرى Perkin-elmer. A.A. Spectrophotometer

المحاليل: Regents

- ١- حامض النتريك HNO_3 المركز.
- ٢- حمض نتركيز بتركيز ٥٠٪.
- ٣- حامض الهيدروكلوريك Hcl
- ٤- حمض Hcl بتركيز ٥٠٪.
- ٥- حمض Hcl بعيارية ٤١.
- ٦- ماء ثلاثي التقطير H_2O DDD

خطوات العمل : Procedure

- غسل البواتق والدوارق الحجمية:
- أغسل البواتق والدوارق المعيارية بواسطة حمض نتركيز بتركيز ٥٠٪ (50% HNO₃).
- ثانياً الغسيل بواسطة حمض الهيدروكلوريك بتركيز ٥٠٪ (50% HCl).
- ثم شطفها بواسطة ماء مقطر ثلاثي (DDD H₂O).

تحضير العينة : Sample- preparation

- أ- باستخدام الرماد المتحصل عليه في العملي السابق "تقدير الرماد" يضاف بحذر ٢ مل حمض النيتريك HNO₃ إلى البوتقة التي تحول الرماد مع الخلط بحركة دائرية هادئة.
- ب- تبخر محتويات البوتقة بحذر إلى درجة الجفاف على سخان كهربائي دافئ أو حمام بخار ثم تنقل إلى فرن ترميد وترفع درجة حرارة الفرن إلى ٤٥٠-٥٠٠°م وتترك على هذه الدرجة لمدة ساعة ثم تنقل البوتقة إلى مجفف لتبرد.
- ج- يذاب الرماد في ١٠ مل من حامض الهيدروكلوريك (اع) (ويمكن أن يتم ذلك بالتسخين على سخان كهربائي إذا كان ضرورياً) ثم تنقل المحتويات كميّاً Quantitatively، إلى دورق معياري سعة ٢٥ مل ويخفف حتى العلامة بماء مقطر.
- تحفظ العينات في عبوات بلاستيك وتوضع في الثلاجة، وإذا كانت ستحفظ لمدة طويلة فيفضل إضافة نقطة أو نقطتان من حامض الهيدروكلوريك المركز.
- يتم تحليل العينات بجهاز الامتصاص الذرى بواسطة الفني المسئول.

طرق الحسابات المستخدمة في تحليل الأغذية

$$\% \text{ الحموضة} = \frac{\text{حجم القاعدة بالمل} \times \text{عيارية القاعدة} \times \text{الوزن المليمكافى للحامض} \times 100}{\text{وزن العينة بالجـم}}$$

$$\text{* الوزن المليمكافى لحامض الخليك} = 0,06005$$

$$\text{الوزن المليمكافى لحامض الستريك} = 0,06404$$

مثال: حجم الـ NaOH = 25,2 مل

عيارية الـ NaOH = 0,1000 ع

وزن العينة = 3,000 جم

$$\% \text{ الحموضة (كحمض خليك)} = \frac{100 \times 0,06005 \times 0,1000 \times 25,2}{3,000} = 5,0\%$$

$$\% \text{ الأحماض الدهنية الحرة} = \frac{\text{حجم القاعدة بالمل} \times \text{عيارية القاعدة} \times \text{الوزن المليمكافى للحمض} \times 100}{\text{وزن العينة بالجـم}}$$

$$\text{* الوزن المليمكافى لحمض الأوليك} = 0,282$$

$$\text{الوزن المليمكافى لحمض اللوريك} = 0,200$$

$$\text{الوزن المليمكافى لحمض البالميتيك} = 0,256$$

مثال: حجم الـ NaOH = 10,00 مل، عيارتها = 0,1000 ع، وزن العينة = 28,2 جم

$$\% \text{ حامض الأوليك} = \frac{100 \times 0,282 \times 0,1000 \times 10,00}{28,2} = 10,0\%$$

$$\% \text{ الرطوبة المضافة للسجق} = \frac{(م) - (ب)}{(م-1) + (ب-0,04)}$$

حيث م = % الرطوبة

$$ب = \% \text{ البروتين} (\% \text{ النيتروجين} \times 6,25)$$

مثال: % الرطوبة = 60%

% البروتين = 14%

$$\% ٤,٢ = \frac{(١٤ \times ٤) - (٦٠)}{(١٤ \times ٠,٠٤) + (٦٠ \times ٠,٠١) - ١} = \text{\% الرطوبة المضافة للسجق}$$

$$\% \text{ الرماد} = \frac{\text{وزن الرماد بالجرام} \times ١٠٠}{\text{وزن العينة بالجرام}}$$

مثال : وزن الرماد = ٠,٧٠٠ جم

وزن العينة = ٥,٠٠٠ جم

$$\% ١,٤ = \frac{١٠٠ \times ٠,٧٠٠}{٥,٠٠٠} = \text{\% الرماد}$$

$$\% \text{ الكافئين اللامائي} = \frac{\text{حجم الحمض} \times \text{عيارية الحمض} \times \text{الوزن المليمكافئ للنتروجين} \times ٣,٤٦٤ \times \text{التخفيف} \times ١٠٠}{\text{وزن العينة (جم)} \times \text{الكمية المأخوذة (مل)}}$$

* ٣,٤٦٤ = معامل تحويل النتروجين إلى كافئين

ملاحظة : ٣,٤٦٤ هو عامل تحويل النتروجين إلى كافئين

مثال : حجم الحمض Hcl = ١٥,٢٦ مل

عيارية ال Hcl = ٠,١٠٠ ع

الوزن المليمكافئ للنتروجين = ٠,١٤

وزن العينة = ٥,٠٠٠ جم

الكمية المأخوذة = ٢٠٠ مل

التخفيف = ٥٠٠

$$\% ٣,٧ = \frac{١٠٠ \times ٥٠٠ \times ٣,٤٦٤ \times ٠,١٤ \times ٠,١٠٠ \times ١٥,٢٦}{٢٠٠ \times ٥,٠٠٠} = \text{\% الكافئين اللامائي}$$

السرعات الحرارية:

السرعات الحرارية = (٩ × وزن الدهن جم) + (٤ × وزن البروتين جم) + (٤ × وزن النشويات جم)

مثال: استخدمنا عينة خبز أبيض (١٠٠ جم) مدعومة بـ ٥-٦٪ بدرة حليب منزوعة الدهن وكانت نتيجة تحليل هذه العينة هي: ٣٥,٠٠٪ رطوبة، ٣,٨٪ دهن، ٩,٠٪ بروتين، ٢,٠٪ رماد، و ٥٠,٢٪ نشويات.

∴ السعرات الحرارية لهذه العينة = (٣,٨ × ٩) + (٩,٠ × ٤) + (٥٠,٢ × ٤) = ٢٧١ سعر حراري
ملحوظة:

العوامل ٩، ٤، و ٤ هي عوامل تقريبية. إذا أردت معرفة العوامل المضبوطة فارجع إلى:
Composition of Foods, Agriculture Handbook No 8, USDA (1963), table 6, page 160.

تقدير النشويات بالحساب:

حساب النشويات:

$$\% \text{النشويات} = [(\% \text{الرطوبة}) + (\% \text{الدهن}) + (\% \text{البروتين}) + (\% \text{الرماد})] - (\% \text{البروتين})$$

مثال:

$$\% \text{النشويات في عينة الخبز السابقة} = (\% \text{الرطوبة}) - (\% \text{الدهن}) - (\% \text{البروتين}) - (\% \text{الرماد}) = ٥٠,٢ - ٣,٨ - ٩,٠ - ٢,٠ = ٣٥,٠$$

طرق التحليل الضوئي:

$$(\text{ك}^{\text{ع}}) = \frac{(\text{ك}^{\text{ق}}) (\text{أ}^{\text{ع}})}{(\text{أ}^{\text{ق}})}$$

حيث: ك = التركيز

أ = الامتصاصية (= لوق. ١٠٠ - لوق. ١ نفاذية)

ق = القياسي

ع = العينة المجهولة

مثال: تركيز القياسي = ٠,٩٤ جم/١٠٠ مل

امتصاصية القياس = ٠,٤٢٦

امتصاصية المجهول = ٠,٤٤٤

$$\therefore \text{تركيز العينة المجهولة} = \frac{٠,٤٤٤ \times ٠,٩٤}{٠,٤٢٦} = ٠,٩٨ \text{ جم/١٠٠ مل}$$

مكافئ الدكستروز (م.د.):

$$\text{م.د.} = \frac{\text{السكريات المختزلة (دكستروز)} \times 100}{\text{الجوامد الكلية}}$$

مثال: السكريات المختزلة = ٠,٤٠٠٠ جم دكستروز

الجوامد الكلية = ١,٠٠٠ جم

$$\text{م.د.} = \frac{100 \times 0,4000}{1,000} = 40$$

حساب التخفيف:

$$\% \text{ الخاصية المراد تقديرها} = \frac{\text{الكمية الناتجة} \times 100 \times \text{الحجم}}{\text{وزن العينة} \times \text{الكمية المأخوذة}}$$

مثال:

لو أخذنا كمية ١٠ مل من أصل ٢٥٠ مل وخففناها لـ ٢٠٠ مل واستخدمنا في التحليل ٥ مل من الـ ٢٠٠ مل وكانت الكمية الناتجة ٠,٠٠١ جم وكان وزن العينة ١٠ جم فيكون حساب التخفيف كالتالي.

$$10\% \text{ (هي نسبة الخاصية المراد تقديرها)} = \frac{200 \times 250 \times 100 \times 0,001}{5 \times 10 \times 10}$$

الحسابات على أساس الوزن الجاف:

$$\% \text{ الخاصية المقدره على أساس الوزن الجاف} = \frac{\text{النسبة الناتجة} \times 100}{100 - \% \text{ الرطوبة}}$$

مثال:

وزن الرماد الناتج = ٠,٢٩٤ جم

وزن عينة الدقيق = ٥,٠٠٠ جم

نسبة الرطوبة = ١٣,٥%

$$\therefore \text{نسبة الرماد على أساس الوزن الجاف} = \frac{100 \times 100 \times 0,294}{(13,5 - 100) \times (5,000)} = 0,68\%$$

$$\% \text{ الدهن (أو الزيت)} = \frac{\text{وزن الدهن جم}}{\text{وزن العينة جم}} \times 100$$

مثال:

$$\% \text{ الدهن} = 100 \times \frac{0,8000 \text{ جم دهن}}{4,000 \text{ جم لحم}} = 20\%$$

$$\% \text{ الألياف الخام} = \frac{\text{الفقد في الوزن جم}}{\text{وزن العينة جم}} \times 100$$

الفقد في الوزن نتيجة ترميد المادة العضوية الغير مهضومة

$$\% \text{ الألياف الخام} = 100 \times \frac{0,2500 \text{ جم}}{2,500 \text{ جوزة الطيب}} = 10,00\%$$

الرقم اليودي:

مل 0,1 ع $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ للبلانك

– مل 0,1 ع $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ للعينة

مل $\text{N}_2\text{S}_2\text{O}_3$ تكافئ I_2 المضاف من العينة

$$\text{الرقم اليودي} = \frac{(\text{مل}^\circ \text{ ع } (\text{N}_2\text{S}_2\text{O}_3) (0,12691) \text{ مليمكافئ وزن يود})}{\text{وزن الزيت جم}} \times 100$$

مثال:

$$\text{الرقم اليودي} = \frac{(20,49 \text{ مل } (\text{N}_2\text{S}_2\text{O}_3) (0,1000) \text{ ع } (0,12691))}{0,2000 \text{ جم زيت فلفل}} \times 100 = 130$$

طريقة Lane-Eynoen لتقدير السكر:

$$\% \text{ للسكر} = \frac{(\text{معامل}^\circ \text{ (التخفيف)})}{\text{وزن العينة جم} \times \text{مل محلول مسح} \times 10} \times 100$$

* من جدول طرق التحليل الرسمية

* * ناتج ضرب النسبة المئوية/ملجم فيكون $100 \div 1000 = 0,1$

مثال: عينة محلول سكري وزنها ١,٥ جم خففت إلى ٢٠٠ مل أعطت حجم ٢٦,٨ مل عند تسحيحها مع ٢٥ مل محلول سوكلست وكان عامل الدكستروز هو ١٢٠,٦

$$\text{نسبة الدكستروز} = (٢٠٠ \times ١٢٠,٦) \div (١٠ \times ٢٦,٨ \times ١,٥) = ٦٠\% \text{ دكستروز}$$

$$\% \text{ للرطوبة بالتقطير بالتلوين} = \frac{\text{(مل ماء) (الوزن النوعي)}}{\text{وزن العينة جم}} \times ١٠٠$$

مثال: إذا كان حجم الماء ١ مل ووزن عينة السمك المجفف ٥٠,٠٠٠ جم

$$\% \text{ للرطوبة} = ١٠٠ \times \frac{١,٠٠}{٥٠,٠٠٠} = ٢,٠٠\%$$

النسبة المئوية على أساس وزن رطب (١٤%)

$$\% \text{ على أساس ١٤\% رطوبة} = \frac{\text{وزن المكون} \times ٨٦}{(١٠٠ - \text{نسبة الرطوبة في الغذاء})}$$

* رماد أو بروتين الخ.

مثال: إذا كان وزن الرماد ٠,٠٢٩٤ جم لعينة دقيق وزنها ٥,٠٠٠ جم ونسبة الرطوبة بها ١٣,٥%.

$$\% \text{ للرماد (على أساس ١٤\% رطوبة)} = \frac{٨٦ \times ٠,٠٢٩٤}{(١٣,٥ - ١٠٠) \times ٥,٠٠٠} = ٠,٥٨\%$$

% للرطوبة في الخبز:

$$\% \text{ للرطوبة} = ١٠٠ - \text{نسبة الجوامد الصلبة}$$

مثال: إذا كانت نسبة الجوامد الصلبة ٦٥%

$$\% \text{ للرطوبة} = ١٠٠ - ٦٥ = ٣٥\%$$

% للزيت أو الدهن في المايونيز:

$$\% \text{ للزيت النباتي} = \% \text{ للزيت الكلي} - [\% \text{ لصفار البيض (0,256)}]$$

مثال:

$$\% \text{ للزيت النباتي} = 41,3 \text{ زيت كلي} - [\% \text{ صفار بيض (0,256)}] = 40,0\%$$

محتوى اللحم:

$$\% \text{ للحم الأحمر} = \frac{\% \text{ لنيتروجين اللحم}}{\text{معامل}} \times 100$$

* % للنيتروجين مطروحاً منها % لنيتروجين الدقيق أو الحليب أو أي إضافات.

مثال: باستخدام عينة لحم بقري 60% لحم أحمر و 40% دهن و 49,4% رطوبة و 14,9% بروتين =

$$[2,384\% \text{ نيتروجين (6,25)}]$$

$$\% \text{ للحم الأحمر} = \frac{2,384\% \text{ نيتروجين}}{4,0} \times 100$$

* معامل اللحوم المختلفة = % للحم الأحمر % للدهن

$$15/60 = 4,00 \text{ للحم البقري}$$

$$16,5/77 = 4,7 \text{ للحم الغنم}$$

$$19,1/84 = 4,4 \text{ عجل متوسط الدهن}$$

النسبة المئوية للرطوبة (بالتجفيف)

$$\% \text{ الرطوبة} = \frac{\text{الفقد جم}}{\text{العينة جم}} \times 100$$

* محسوبة على أساس جميع المواد المتطايرة خلال التجفيف كرطوبة

مثال: إذا كان الفقد في الوزن خلال التجفيف 0,2700 جم لعينة دقيق وزنها 2,000

$$\% \text{ للرطوبة} = 100 \times \frac{27,00}{2,000} = 13,5$$

$$\text{جزء في المليون (ppm)} = 10 \times \frac{\text{المكون } \text{جم}}{\text{وزن العينة جم}}$$

* للصفات المقدرة

ملاحظة:

$$\text{جزء في المليون أيضاً} = \text{ملجم/كجم} = \text{جم/1000 كجم}$$

مثال:

$$\text{SO}_2 \text{ في المليون} = 10 \times \frac{(\text{25 مل NaOH}) (\text{ع. 0,100}) (\text{0,032 ملليمكاف SO}_2)}{\text{32,00 جم بطاطس مجففة}}$$

$$\% \text{ للوزن} = 100 \times \frac{\text{(الموجود) جم}}{\text{وزن العينة جم}}$$

الوزن بالجسم للصفة المراد تقديرها.

$$\text{US \#40 منخل} = 100 \times \frac{\text{95 جم خلال منخل US \#40}}{\text{100 جم فلفل}}$$

% للوزن باستخدام التخفيفات ووزن ملليمكافئ.

$$\% = 100 \times \frac{\text{(مل) (ع) (وزن ملليمكافئ) (الحجم)}}{\text{(العينة بالجسم) (الكمية)}}$$

* مقلوب التخفيف

$$\% \text{ لحمض الستريك} = \frac{(\text{15,6 مل NaOH}) (\text{ع. 0,100}) (\text{0,06406 وزن ملليمكافئ حامض ستريك}) (\text{200 مل})}{(\text{10 جم عصير صناعي}) (\text{10 مل})} \times 100$$

$$\frac{100 \times (\text{ع}) (\text{مل})}{\text{وزن العينة جم}} = \text{مليمكافى بيروكسيد لكل كجم}$$

مثال :

$$100 = 100 \times \frac{(\text{ع}, 1) (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ مل } 5,00)}{\text{جم } 5} = \text{مليمكافى بيروكسيد/كجم}$$

$$100 \times \frac{(\text{ع}) (\text{مل NaOH}) (0,003086)}{\text{العينة جم}} = \text{P}_2\text{O}_5 \%$$

* مليمكافى P_2O_5 باستخدام طريقة موليبيدات الأمونيوم الحجمية

$$100 \times \frac{(\text{ع}, 1) (\text{مل NaOH } 22,03) (\text{ع}, 1) (\text{مليمكافى } \text{P}_2\text{O}_5) (0,003086)}{\text{جم } 5,00} = \text{P}_2\text{O}_5$$

يوديد البوتاسيوم في الملح.

$$100 \times \frac{(\text{ع}) (\text{مل } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) (0,02776)}{\text{العينة جم}} = \text{KI}$$

* مليمكافى KI بطريقة الأكسدة بالبروميدي

$$100 \times \frac{(\text{ع}, 0,005) (\text{مل } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) (14) (\text{مليمكافى KI}) (0,02776)}{\text{جم عينة ملح } 10} = \text{KI}$$

رطل لكل جالون من الجرامات

$$10000 \times \frac{(\text{جم/مل}) (3,785)}{(16) (28,35)} = \text{رطل (ثقل أفواردوبوا) لكل جالون US}$$

3,785 لتر جالون US

28,35 جم أونس

16,00 رطل أونس

مثال :

$$10000 \times \frac{(\text{جم/مل } 10) (3,785)}{(16) \times (28,35)} = \text{رطل (أفواردوبوا) لكل جالون US}$$

التناسب :

$$\frac{ج}{د} = \frac{أ}{ب}$$

$$\frac{ب ج}{د} = أ \quad \therefore$$

$$\frac{أد}{ج} = ب$$

$$\frac{أد}{ب} = ج$$

$$\frac{ب ج}{أ} = د$$

مثال : إذا وجد ٢ جم دهن في ١٠ جم لحم، كم جم دهن في ١٤٠ جم لحم؟

$$\frac{٢ \text{ جم دهن}}{١٠ \text{ جم لحم}} = \frac{ج \text{ جم دهن}}{١٤٠ \text{ جم لحم}}$$

$$\therefore ج = \frac{١٤٠ \times ٢}{١٠} = ٢٨ \text{ جم دهن}$$

$$\text{نسبة البروتين} = \frac{\text{حجم الحامض بالمل} \times \text{عيارية الحامض} \times ٠,٠١٤ \times \text{العامل} \times ١٠٠}{\text{وزن العينة}}$$

* معامل تحويل النيتروجين للبروتين :

٣,٤٦٤ للكافيين

٥,٥٥ للجلاتين

٥,٧ للقمح ومنتجاته

٦,٢٥ للنباتات والحبوب ومنتجاتها غير القمح، الفواكه، المكسرات، اللحوم ومنتجاتها،

والخميرة.

٦,٣٨ للحليب ومنتجاته

نسبة المواد الصلبة (الخبز):

$$\frac{\text{(ب) (ج)}}{\text{أ}} = \text{نسبة المواد الصلبة}$$

أ = وزن الخبز

ب = وزن الخبز بعد التجفيف

ج = نسبة المواد الصلبة بعد التجفيف في الفرن

مثال: خبز وزنه ١٠٠ جرام عند استلامه، الوزن بعد التجفيف في الهواء ٧٦,٤٧ جرام، نسبة المواد الصلبة بعد التجفيف ٨٥٪، كم هي نسبة المواد الصلبة.

$$\%٦٥ = \frac{٨٥ \times ٧٦,٤٧}{١٠٠} = \text{المواد الصلبة}$$

$$\frac{\text{جزء من المواد الصلبة} \times ١٠٠}{\text{وزن العينة بالجرام}} = \text{نسبة المواد الصلبة (الطريقة المباشرة)}$$

مثال:

$$\%١٦,٥ = \frac{١٠٠ \times ٠,٨٢٥}{٥ \text{ جرام}} = \text{نسبة المواد الصلبة}$$

الطريقة الغير مباشرة:

$$\text{نسبة المواد الصلبة} = \%١٠٠ - \% \text{ الرطوبة}$$

مثال:

$$\%١٠٠ - \%٦ \text{ رطوبة} = \%٩٤ \text{ نسبة المواد الصلبة في البطاطس.}$$

$$\frac{\text{(\% السكر) (١٠٠)}}{\text{TMS} - ١٠٠} = \text{نسبة السكر في الماء (الحليب)}$$

TMS = المواد الصلبة الكلية في الحليب (الدهن + snf)

مثال: من التحليل وجد أن:

$$\text{الطوبة} = 28,1\%$$

$$\text{الدهن} = 8,9\%$$

$$\text{المواد الصلبة الغير دهنية (SNF)} = 18\%$$

$$\text{السكروز} = 45\%$$

$$\text{المعدل} = \frac{100 \times 45}{26,9 - 100} = 61,6\%$$

$$\text{TMS} = 18 + 8,9 = 26,9\%$$

