

## تقدير النترات والنتريت

### Determination of Nitrates and Nitrites

(١٥، ١) تقدير النترات والنتريت في منتجات اللحوم والمحاليل الملحية بالقياس اللوني

Colorimetric Determination of Nitrates and Nitrites in Meat Products and Brine

مقدمة

تحتزل النترات سواء أكانت في المحلول المحلي أو في مستخلصات عينات اللحوم إلى نترت بوجود الكادميوم يقدر النترت المتكون لونها بعد تحويلها إلى صبغة أزرق والناتج من تفاعل ملح الديازونيوم مع أمين عطري أو فينول ويتولد مركب الديازو من تفاعل سلفانيل أميد مع 1-N - نافتيل إثيلين ثنائي أمين (NED). ويعطى الفرق في تحديد النترت قبل وبعد اختزال النترات كمية النترات الموجودة.

الهدف: تقدير النترات والنترت بقياس اللون.

الكواشف

- ١- أذب ١٠,٦ جرام فرو سبايد البوتاسيوم ثلاثي التميؤ في الماء وخفف حتى ١٠٠ مل (كاشف كاريز رقم ١ - جرام).
- ٢- أذب ٢١,٩ جرام خلاص الزنك ثنائي التميؤ في الماء، وأضف ٢ مل حمض خليك ثلجي وخفف إلى ١٠٠ مل بالماء (كاشف كاريز رقم ٢).

- ٣- أذب ٥٠ جرام رباعي بورات ثنائي الصوديوم عشاري التميؤ في ١ لتر ماء.
- ٤- أذب ٢ جرام سلفانيل أميد في ٨٠٠ مل ماء ساخن، ورشح. وأضف ١٠٠ مل حمض الهيدروكلوريك المركز مع التحريك المستمر وخفف إلى ١ لتر بالماء.
- ٥- أذب ٠,٢٥ جرام  $\pi$ -1-نافتيل إثيلين ثنائي أمين ثنائي هيدروكلوريد في الماء وخفف إلى ٢٥٠ مل بالماء. احفظ في زجاجه بنية محكمة الإغلاق في الثلاجة أعد تحضير الكاشف أسبوعياً.
- ٦- خفف ٤٤٥ مل حمض هيدروكلوريك المركز إلى ١ لتر بالماء.
- ٧- محلول ٢٠٪ كبريتات الزنك.
- ٨- محلول عياري رئيسي من نترات الصوديوم. أذب ١ جرام نترات الصوديوم في الماء وخفف إلى ١٠٠ مل.
- ٩- محلول عياري من نترات الصوديوم، (محضر يومياً) ومحضر بتخفيف ٥ مل من المحلول الرئيسي (في الرقم ٨) إلى لتر بالماء.
- ١٠- خفف ٢٠ مل حمض الهيدروكلوريك المركز إلى ٥٠٠ مل ماء مقطر وأضف ١٠ جرام صوديوم ثنائي هيدروجين إثيلين ثنائي أمين  $N, N, N, N$  رباعي خلاص ثنائي هيدرات  $N, N, N, N$ -tetra-acetate - disodium dihydrogen ethylene diamine dihydrate مع ٥٥ مل محلول أمونيا مركز خفف إلى لتر بالماء لتعطي pH من ٧,٩ - ٦,٩.
- ١١- معدن الكاديوم.

### الأجهزة

- فرامه لحم.
- كؤوس زجاجية.
- دوارق حجمية.
- مطياف ضوئي ذو موجة ٥٢٨ نانومتر أو مقياس لوني مع مرشح أخضر.
- هزاز ميكانيكي.

## (أ) استخلاص النترات والنترت من منتجات اللحوم

- خذ عينة ممثلة ٢٠٠ جرام من المنتج وجانسها بإمرارها بفرامة اللحم.
- زن بدقة ٩-١٠ جرام من العينة المتجانسة في كأس زجاجي واعجنها مع ٥ مل محلول بوراكس (الكاشف ٣) و ١٥٠ مل ماء مقطر ساخن (أعلى من ٧٠°م).
- سخن على حمام مائي بدرجة الغليان مدة ٣٠ دقيقة وبرد.
- انقل إلى دورق حجمي ٢٥٠ مل.
- أضف بالتتابع مع المزج ٢ مل كاشف ١ و ٢ مل من كاشف ٢، وأكمل إلى العلامة بالماء المقطر انتظر لمدة ٣٠ دقيقة.
- أزل الطبقة السائلة العلوية خلال ورق ترشيح خالية النترات للحصول على راشاح رائق.

## (ب) استخلاص النترات والنترت من المحلول الملحي

- المحاليل خالية البروتين (محاليل الضخ والغمر الملحية) خفف ٢ مل من المحلول الملحي إلى ١٠٠ مل بالماء المقطر في دورق حجمي .
- المحاليل الملحية المحتوية على بروتين . ضع ١٠ مل محلول ملحي في دورق حجمي ١٠٠ مل. وأضف ٥ مل محلول بوراكس (كاشف ٣) و ١ مل محلول كبريتات الزنك ٢٠٪ (كاشف ٧) خفف إلى ١٠٠ مل بالماء المقطر في دورق حجمي.

## (ج) التعبير Calibration

- خفف صفر، ٥، ١٥، ٢٠ مل من الكاشف رقم ٩ إلى ١٠٠ مل بالماء المقطر في دوارق حجمية حيث تعطي محاليل تحتوي على صفر، ٢,٥، ٥، ٧,٥، ١٠ ملجم/لتر نترت الصوديوم.
- استعمل المحاليل السابقة في إنشاء منحنى عياري على الشكل التالي.

- انقل ١٠ مل من كل محلول سابق إلى دوارق حجمية سعة ١٠٠ مل منفصلة وأضف إلى كل منها نحو ٥٠ مل ماء مقطر و ١٠ مل من كاشف ٤ و ٦ مل من كاشف ٦.
- دع المحاليل في الظلام لمدة ٥ دقائق وأضف ٢ مل من كاشف ٥ ودعها في الظلام لمدة ٣ دقائق.

- خفف إلى العلامة بالماء المقطر وامزج جيدا وقدر الامتصاصية عند طول الموجة ٥٣٨ نامومتر.

## (د) تقدير النتريت

- انقل ١٠ مل من الراشح الناتج من منتجات اللحوم أو ١٠ مل من المحلول الملحي المخفف إلى دورق حجمي سعة ١٠٠ مل.
- أضف نحو ٥٠ مل ماء مقطر و ١٠ مل من كاشف ٤ و ٦ مل من كاشف ٦.
- دع المحلول واتركه في الظلام لمدة ٣ دقائق.
- خفف إلى العلامة بالماء وامزج جيدا ثم قدر الامتصاصية عند طول الموجة ٥٣٨ نامومتر.

## (هـ) احتزال النترات وتقديرها

- ضع ٥ مل من كاشف ١٠ مع القليل من الكادميوم الرطب (نحو ١ جرام) في دورق حجمي سعة ١٠٠ مل.
- ادخل الكادميوم إلى الدورق عبر قمع مع قليل من الماء وأضف ٢٥ مل من الراشح الناتج من منتجات اللحوم أو من مستخلص اللحوم الملحي في الفقرة (ب).
- أحكم الإغلاق وامزج لمدة ١٠ دقائق في الهزاز الميكانيكي.
- خفف بالماء المقطر إلى العلامة وامزج جيدا وانتظر حتى يرسو الكادميوم.
- خذ ٢٠ مل من هذا المحلول إلى دورق حجمي سعة ١٠٠ مل واتبع خطوات الحصول على لون كما في حالة تقدير النتريت قي الفقرة د.

## الحسابات

ارسم المنحنى المعياري يرسم الامتصاصية مقابل تركيز النترت (ملجم/١٠٠ مل) المبين بالجدول التالي :

اقرأ من هذا المنحنى المعياري كمية النترت المقابلة لامتصاصية العينة المختبرة إذا تجاوزت قراءة العينة امتصاصية المحلول المعياري الأعلى تركيزا استعمل حجما أصغر من محلول النترت وأعد القياس (وعدّل الحسابات وفق التخفيف).

احسب محتوى النترت في منتجات اللحوم أو المحلول الملحي باستعمال المعادلات التالية وبافتراض أن :

= التركيز الحاصل عليه من المنحنى المعياري مقدرا ملجرام نترت في ١٠٠ مل

= وزن العينة المستخلصة بالجرام

( أ ) النترت في اللحوم

$$\frac{25000 \times A}{W} = \text{جزء بالمليون نترت في اللحوم}$$

(ب) النترت في المحاليل الملحية الخالية من البروتين

$$\frac{5000 \times A}{2} = \text{جزء بالمليون نترت في المحلول الملحي}$$

(ج) النترت في المحاليل الملحية الحاوية على البروتين

$$1000 \times A = \text{جزء بالمليون نترت في المحلول الملحي}$$

(د) النترات في اللحوم

$$\frac{50000 \times A}{W} = \text{النترت الكلي ( جزء بالمليون) في اللحوم بعد اختزال النترات}$$

النترات في اللحوم (جزء بالمليون) = [النترت الكلي (جزء بالمليون) بعد اختزال النترات]

• (النترت قبل اختزال النترات (جزء بالمليون)

## (هـ) التترات في المحاليل الملحية الخالية من البروتين

$$\frac{20000 \times A}{2} = \text{التترت الكلي (جزء بالمليون) في المحلول الملحي بعد اختزال التترات}$$

التترات (جزء بالمليون) في المحلول الملحي = (التترت الكلي (جزء بالمليون) بعد اختزال

التترات) = (التترت (جزء بالمليون) قبل الاختزال)

جدول العلاقات بين عدد الملترات من محاليل التترت المعيارية وتركيزها في

المحاليل النهائية وذلك لتقدير التترت والتترات بالطريقة اللونية :

عدد ملترات المحلول المخففة إلى ١٠٠ مل	عدد مليجرامات التترت في ١٠٠ مل
(استخدام ١٠ مل من كل محلول)	
0	0
0.01	2
0.025	5
10	10
0.05	15
0.075	25
0.10	

## (و) التترات في المحاليل الملحية المحتوية على البروتين

$$10000 \times A = \text{التترت الكلي (جزء بالمليون) في المحلول الملحي بعد اختزال التترات}$$

التترات (جزء بالمليون) في المحلول الملحي = (التترت الكلي (جزء بالمليون) بعد

اختزال التترات) - (التترت (جزء بالمليون) قبل الاختزال)