الفصل السادس

الاختبارات الكيميائية

- مقدمة .
- الرطوبة .
- البروتين الخام .
- الدهن الخام .
- دهن ولحم الخنزير .
- السكروز .
- ملح الطعام .
- الألياف الخام .
- النترات والنيتريت .
- الفوسفات .
- ثانى أكسيد الكبريت .
- الكافيين .
- الرماد .
- المواد الصلبة الكلية .
- الـ pH – والحموضة الكلية .
- حمض الأسكوربيك .
- الزرنيخ .
- الرصاص .

الاختبارات الكيميائية

مقدمة :

تعتبر التحاليل الكيميائية التى تجرى في معامل مراقبة الجودة من الأهمية بمكان وبحيث تعطى صورة واضحة عن أهم المواد الأساسية الموجودة في الغذاء وخاصة المواد البروتينية – والدهنية – وكذلك المواد الكربوهيدراتية بما تضمنه من مواد سكرية في معظمها من السكروز وبعض من السكريات الأخرى .

ونتائج المعمل الكيميائى تعطى فكرة عن رطوبة الغذاء ومدى ملاءمتها للإنتاج أو التخزين أو التصنيع – وكما أن تقدير الرماد الكلى – والألياف الخام الموجودة تعطى أيضا فكرة من التركيب البنائى لمعظم الحبوب والبقوليات والخضروات والفاكهة .

ويقدم هذا الفصل **أهم هذه الاختبارات الكيميائية** والتى ينص على ضرورة تطبيقها فى معظم المواصفات القياسية المرتبطة بمراقبة الجودة .

ومع تطبيق الإحتياطات التامة بشأن طرق التحليل المستخدمة وما تحتاجه من كيماويات نقية وأدوات وأوراق ترشيح وأجهزة يتم ضبطها ومعايرتها فإنه من المتوقع أن تكون نتائج التحاليل الكيميائية هى الفيصل النهائي في مدى قبول أو رفض أي منتج غذائي .

وتوجد معظم طرق التحليل هذه في المواصفات الصادرة من الهيئة العامة للمواصفات والمقاييس – وتوجد أيضا في بعض طرق التحليل الرسمية والمعتمدة من الجهات الدولية المتخصصة ، والتى يمكن الرجوع إليها للتأكيد على معلومة أو طريقة محددة تستخدم في هذه التحاليل .

اختبار رقم (١٨)

تقدير الرطوبة Moisture

يعتبر تقدير الرطوبة هو الأساس في تقدير بقية الاختبارات والتحليلات الكيميائية حيث من الضروري تقدير الرطوبة أولا في الأغذية قبل إجراء بقية التقديرات الأخرى .

أ- الطرق غير الرسمية :

ويستخدم لذلك مجموعة من الطرق الحديثة السريعة وهى تلك الطرق التى يمكنها تقدير الرطوبة في الأغذية في وقت قصير بين ٣-٧ دقائق وذلك كما يحدث في أجهزة برابندر لتقدير الرطوبة وهى الموجودة في بعض معامل المطاحن أو مصانع البسكويت لتقدير الرطوبة في الدقيق - أو الردة - أو السميد وخلافه من منتجات المطاحن الثانوية ، ولكن يجب أن يلاحظ أن هذه الطرق تعتبر طرق غير رسمية ولا يعترف بها في نتائج التحاليل على المستوى الرسمى أو الحكومى - وكل مميزاتها سرعة الإجراء والزمن الأقل لإجراء التقدير مقارنة بالطرق الرسمية لتقدير الرطوبة وهو ما يفيد المصانع للعمل اليومي الروتينى .

ب- الطريقة الرسمية :

تعتمد طريقة تقدير الرطوبة الرسمية Official على إستخدام أفران تقدير الرطوبة التى تضبط درجة حراراتها عند ١٠٥ °م ولمدة ثلاث ساعات أو مع ضبط الحرارة عند ١٣٥ °م ولمدة ساعة واحدة مع وضع العينة (٣ - ٥ جم) في وعاء معدني (طبق رطوبة - طبق له غطاء) ويرفع الغطاء أثناء التقدير - وتغطى العينة بعد انتهاء فترة التجربة ويترك الطبق يبرد في مجفف زجاجي حتى يصل إلى درجة الحرارة العادية حيث يتم الوزن ، ويعاد وضع الطبق في الفرن ثم يبرَّد ويوزن وهكذا حتى ثبات الوزن وعادة ما يجرى التقدير مع ثلاث مكررات لكل عينة - ومع ملاحظة مجموعة من الاحتياطات ترتبط بتجهيز العينة قبل الاختبار بطريقة تمنع فقد جزء من رطوبة الأغذية .

ج - تقدير الرطوبة تحت تفريغ (بصل مجفف) :

تجهيز العينة :

تؤخذ العينة بحيث لا تتعرض للهواء بقدر الإمكان .

- وفي حالة العينات التى على هيئة حلقات أو شرائح أو المجزأة فتكسر إلى قطع صغيرة ثم يؤخذ منها ٥٠ جم تقريبا وتمرر سريعا في طاحونة لا تؤثر في درجة الرطوبة للمادة المختبرة في وقت لا يزيد على دقيقتين – أما العينات التى هى على هيئة مسحوق فتقلب جيدا حتى التجانس وفى كلتا الحالتين تنقل العينات المجهزة إلى وعاء محكم القفل لمنع تسرب الرطوبة منها أو إليها .

الطريقة :

١- يوزن بدقة من ٤ – ٥ جم وذلك في طبق معدنى له غطاء ومعلوم الوزن ونصف قطره حوالى ٨,٥ سم .

٢- تجفف العينة في فرن تحت تفريغ على درجة حرارة ٧٠ °م وضغط لا يزيد على ١٠٠مم زئبق لمدة ٦ ساعات .

٣- يسمح أثناء التجفيف بمرور هواء مجفف بإمراره في حمض كبريتيك مركز بمعدل فقاعتين في الثانية.

٤- يوضع الغطاء على الطبق المعدني وينقل إلى مجفف ليبرد .

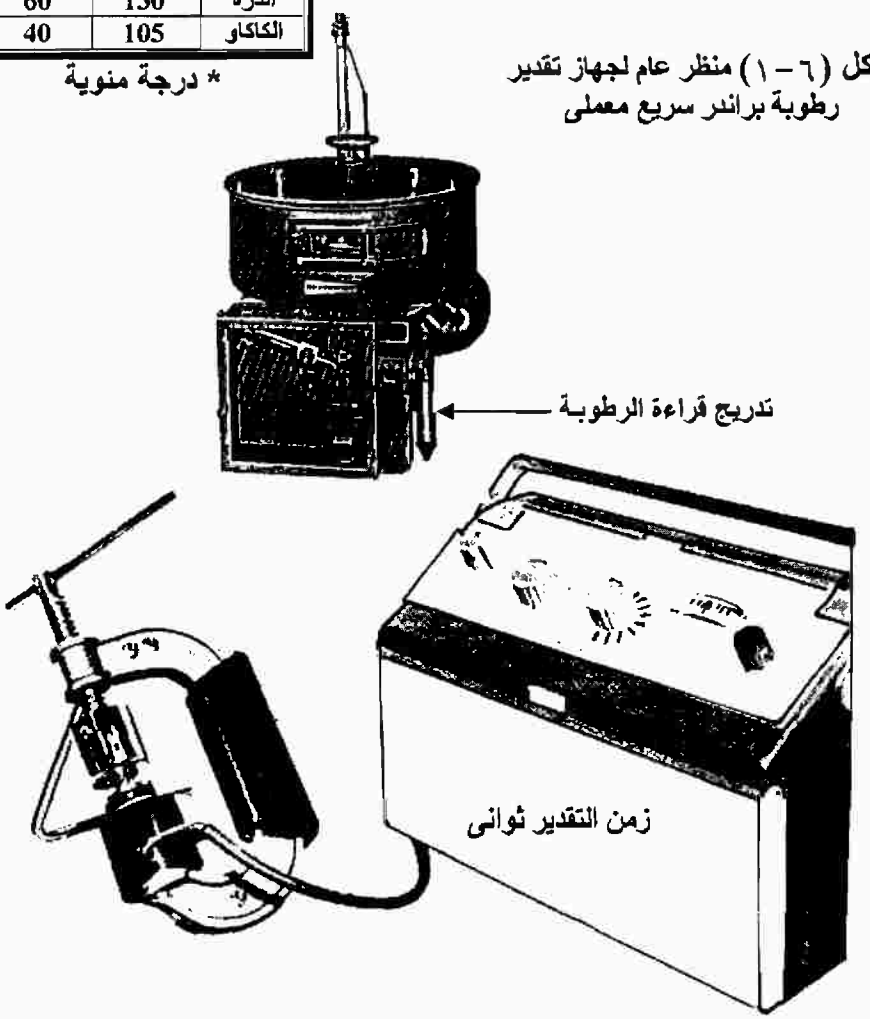
٥- يوزن الطبق والغطاء ثم يكرر التجفيف والتبريد والوزن لحين ثبات الوزن ومن الفرق بين الوزنتين تحسب نسبة الرطوبة .

تعليمات التشغيل

الغذاء	درجة الحرارة *	الزمن دقيقة
الشوفان	130	60
النشا	130	60
الخبز	130	90
الدقيق	130	60
الذرة	130	60
الكاكاو	105	40

* درجة منوية

شكل (٦-١) منظر عام لجهاز تقدير رطوبة براندر سريع معملى



شكل رقم(٦-٢)تقدير رطوبة سريع متنقل يصلح للاستخدام فى الحقل والمخازن يعمل بالبطارية

أهمية تقدير الرطوبة :

١- الحبوب ومنتجاتها :

يفيد تقدير الرطوبة في الحبوب ومنتجاتها حيث أن زيادة الرطوبة في الحبوب عن ١٤% يؤدى إلى سرعة تلف الحبوب أثناء تخزينها في الشونة والمخازن ويعرضها إلى ظهور الفطريات على الأجزاء السطحية من أجولة القمح أو الدقيق ويؤدى أيضا زيادة الرطوبة إلى تحجر الدقيق أثناء تخزينه بالإضافة ظهور النموات الفطرية وهو ما يكون له تأثير سلبى ويؤدى إلى تغير ملحوظ في رائحة هذه المنتجات .

وحرصا من الدولة على ذلك فإنها تحدد في مواصفاتها الخاصة بإنتاج منتجات المطاحن (دقيق فاخر – دقيق بلدى – سن – ردة) بان تكون رطوبة هذه المنتجات لا تزيد عن ١٤% وفى حالة زيادة الرطوبة عن هذه الحدود فإنها تعتبر مخالفة للمواصفات القياسية وبما يعرض المدير المسئول في هذه المنشآت للعقاب والمساءلة الجنائية .

٢- الخبز البلدى – والإفرنجي :

تنص القوانين الصادرة بشأن مراقبة إنتاج **الخبز البلدى** على أن لا تزيد الرطوبة عن ٣٩% – ٤٠ % تبعا للمحافظة التى ينتج بها الخبز – وتعتبر الزيادة في رطوبة الخبز عن هذه الحدود من عوامل الغش للمستهلك – ودليلا على عدم جودة تصنيع الخبز البلدى .

ويوضع نفس المعيار بالنسبة للخبز الإفرنجي حيث تشير المواصفات إلى نسب رطوبة بين ٢٦% – ٣١% وزيادة نسبة الرطوبة عن هذه الحدود يعتبر نوعا من أنواع الغش .

٣- أنواع النشا المختلفة :

ينتج النشا في مصر في الأساس أما من **نشا حبة الذرة** أو نشا كسر الأرز حيث يحدد لإنتاجهم نسبة رطوبة **لا تتجاوز ١٤%** بينما في حالة استيراد نشا بطاطس من الخارج فان نسبة الرطوبة تحدد لها نسبة **لا تتجاوز ١٨%** ــ وهذا

الاختلاف والتباين مرجعه فى الأصل إلى نسبة الرطوبة الموجودة أصلاً في المادة الخام – وطبقا لتكنولوجيا الإنتاج ، وكذلك اقتصاديات عملية التجفيف في المصانع.

٤- مسحوق البسبوسة :

يحدد مسحوق البسبوسة نسبة رطوبة **لا تزيد عن ٩,٥%** ، وحيث إن مسحوق البسبوسة هو في الأساس من السميد (السيمولينا Semolina) وهى أحد نواتج الطحن الرئيسية فانه يمكن الوصول إلى نسبة الرطوبة هذه باستخدام السميد المستورد منخفض الرطوبة بالإضافة إلى نسبة من السكريات في صورة سكروز في حدود ٥-١٠ % بما يساهم في خفض نسبة رطوبة خليط البسبوسة (سميد + سكر + فانيليا + مسحوق خبيز) .

٥- البصل المجفف :

تنخفض نسبة الرطوبة الموجودة في هذا المنتج لتصل **ما بين ٦-٧%** طبقا للدرجة القياسية – وكذلك الدرجة الحجمية من الإنتاج – ويعتبر زيادة الرطوبة عن هذه الحدود مؤثرا على كفاءة التخزين وعلى مدة الصلاحية لهذا المنتج .

٦- البن :

تحدد المواصفات رطوبة **البن المطحون** أو المجروش في ما **لا يزيد عن ٨%** بينما البن قابل للذوبان (**نيسكافيه**) فان رطوبته تكون **في حدود ٤%** .

التدريب العملى :

أمامك عدد من عينات الأغذية – والمطلوب تقدير الرطوبة بها مع تسجيلها في الجدول التالي :

رقم العينة	وزن العينة الأولى أ	وزن العينة بعد تمام الجفاف ب	الفرق في الوزن ج	النسبة المئوية للرطوبة $\frac{ج}{أ} \times ١٠٠$	متوسط الرطوبة
	المكررات	المكررات	المكررات	المكررات	%
١					
٢					
٣					
٤					
٥					

اختبار رقم (١٩)

تقدير البروتين الخام Crude Protein

يعتبر تقدير النيتروجين من الاختبارات الهامة التى على أساسها يتمحساب نسبة البروتين الموجودة في الأغذية .

ويتم حساب نسبة البروتين في الأغذية من خلال ضرب النيتروجين في معامل خاص بالنسبة لكل غذاء وعلى أساس أن الأغذية البروتينية تتميز بوجود عنصر النيتروجين كأساس لتكوين الأحماض الأمينية وبالتالي جزيئ البروتين .

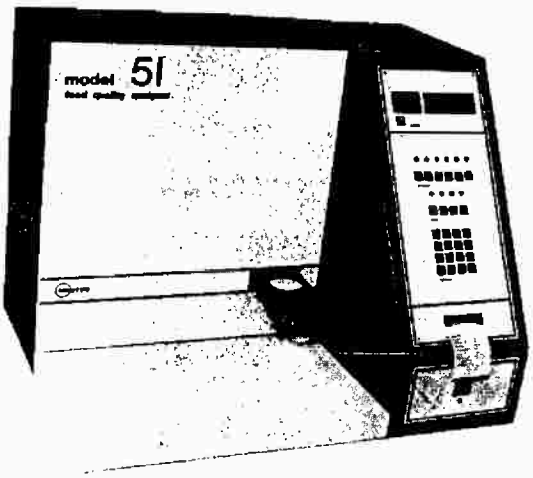
الحبوب ومنتجاتها	٥,٧
الألبان ومنتجاتها	٦,٣٨
بقية الأغذية	٦,٢٥

أ- الطرق غير الرسمية :

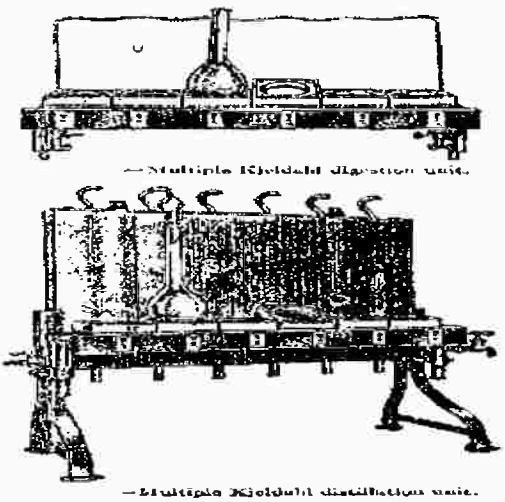
هناك طرق سريعة يمكن استخدامها لتقدير البروتين من خلال عينة صغيرة بين ٢-٥ جم حيث توضع العينة فى كستبان الجهاز ومن خلال الضغط على مجموعة من المفاتيح يتم الحصول على تقديرات كثيرة للعينة ومن ضمنها نسبة البروتين في العينة .

إلا أن **هذه الطريقة غير رسمية** وتفيد فقط في حالة تقديرات معامل الشركات للأعمال السريعة الخاصة بمقارنة العينات ومن أمثلة هذه الأجهزة ما هو موضح في الأجهزة الواردة فيما بعد ، وهى تعطى النتيجة مطبوعة على شريحة ورقية تخرج من الجهاز .

وتفيد هذه الأجهزة في إجراء العديد من التجارب في اليوم ولكن لا يعتمد عليها في نتائج الاختبارات إذا ما كان هناك رغبة في تحكيم أو منازعات خاصة بأعمال مراقبة الجودة – وهى أيضا تحتاج إلى إجراء عمليات معايرة مع الطرق الرسمية المعترف بها من جميع الدول .



شكل رقم (٦ ــ ٣) نموذج لأجهزة تقدير البروتين السريعة غير الرسمية



شكل رقم (٦ ــ ٤) وحدة تقدير النيتروجين (كلداهل)

ب- طرق تقدير النتروجين الرسمية Official :

الجهاز المستخدم " جهاز كلداهل " :

الكواشف :

- أكسيد زئبق نقى وخالى من النيتروجين أو زئبق .
- مسحوق كبريتات بوتاسيوم أو كبريتات صوديوم لا مائية .
- حبيبات زنك نقى .
- محلول أيدروكسيد صوديوم تركيزه ٤٥٠ جرام في اللتر ووزنه النوعى ١,٣٦ أو أكثر .
- محلول كبريتيد صوديوم أو بوتاسيوم ٤٠ جرام في اللتر أو محلول كبريتات صوديوم ٨٠ جرام في اللتر أو محلول ثيوكبريتات صوديوم ٨٠ جرام في اللتر.
- حمض ايدروكلوريك أو كبريتيك (٠,٥ ع أو ٠,١ ع) .
- محلول أيدروكسيد صوديوم (٠,١ ع) .
- أحمر ميثيل .

(أ) في حالة العينات الخالية من النترات (طريقة كلداهل المنقحة)

طريقة العمل :

يوزن بدقة حوالى ١ جرام من العينة في دورق هضم تتراوح سعته من ٥٠٠ إلى ٨٠٠ مل . يضاف ٠,٧ جرام أكسيد زئبق أو ٠,٦٥ جرام من الزئبق مع ١٠ جرام مسحوق كبريتات البوتاسيوم أو كبريتات الصوديوم اللامائية ، ٢٥ مل من حمض الكبريتيك المركز وفي حالة أخذ عينة يزيد وزنها عن ٢,٢ جرام يضاف ١٠مل من حمض الكبريتيك لكل ١ جرام من العينة .

يوضع دورق للهضم في وضع مائل بعض الشيء ومرتكزا على لوح من الأسبستوس به فتحة مناسبة تتسع فقط لقاع الدورق ، بحيث لا يصل اللهب فوق مستوى سطح السائل ، ويسخن الخليط تسخينا هينا مع الرج من حين لآخر حتى يبدأ فوران السائل . (تضاف نقطة صغيرة من شمع البرافين لتقليل حدة الفوران إذا لزم الأمر) ثم يزداد التسخين حتى يأخذ السائل في الغليان .

وتبدأ عملية الأكسدة ويصير المحلول رائقا . يستمر في التسخين بعد ذلك لمدة نصف ساعة حتى يتم التفاعل .

يترك السائل ليبرد ويخفف بحوالى ٢٠٠ مل ماء مقطر ، ثم يبرد إلى تحت درجة حرارة ٢٥ °م . يضاف ٢٥ مل من محلول كبريتيد الصوديوم أو البوتاسيوم أو محلول ثيوكبريتات الصوديوم المخلوط بمحلول أيدروكسيد الصوديوم ، ويخلط المزيج في دورق الهضم جيدا حتى يترسب الزئبق يضاف قليل من حبيبات الزنك لتنظيم الغليان . يمال الدورق وتضاف باحتراس وبدون رج كمية من محلول أيدروكسيد الصوديوم تكفى لجعل السائل شديد القلوية .

يوصل الدورق في الحال بمكثف عن طريق فقاعة أمان ومع مراعاة غمس نهاية أنبوبة المكثف تحت سطح كمية معلومة (من ٥٠ إلى ١٠٠ مل حمض الأيدروكلوريك أو الكبريتيك ١و٠ ع موضوعة في دورق الاستقبال) .

تمزج السوائل جيدا في دورق الهضم بتحريكه باحتراس حركة دورانية **ثم يبدأ في عملية التقطير بالتسخين** حتى يتم تقطير النشادر ، وعادة تحتوى الـــ ١٥٠ مل الأولى من السائل المتقطر على جميع النشادر الناتج مع مراعاة الاحتفاظ بالسائل يغلى في دورق الهضم طوال مدة إجراء العملية .

يعاير الزائد من الحمض في المتقطر بواسطة محلول ١و٠ع أيدروكسيد الصوديوم ، مع استعمال أحمر الميثيل كدليل . ويجب إجراء الاختبار الخالي باستعمال نفس الكميات من الكواشف المختلفة ، مع عدم إضافة العينة موضوع الإختبار ، ويجب أن تكون نتيجة الاختبار الخالي ضئيلة جدا .

الحساب :

- بما أن كل ١ مل حمض ١ر ٠ ع = ٠,٠٠١٤ جم من النتروجين .

- إذاً النسبة المئوية للنتروجين في العينة = ٠,٠٠١٤ ×(ح١ – ح٢) ×١٠٠/ك
باعتبار أن :

ح١ = حجم أيدروكسيد الصوديوم ٠,١ ع اللازمة لمعايرة الحامض ٠,١ ع المستخدم في التجربة الضابطة .

ح٢ = حجم أيدروكسيد الصوديوم ٠,١ ع اللازمة لمعايرة الحامض ٠,١ ع الزائد في التجربة مع العينة .

ك = وزن العينة المستخدمة بالجرامات .

والنسبة المئوية للبروتين = ٦,٢٥ × النسبة المئوية للنتروجين .

ب- في حالة العينات المحتوية على نترات (طريقة كلداهل المنقحة)

الاحتياجات :

١- حمض ساليسيليك نقى خال من النتروجين .

٢- ثيو كبريتات صوديوم أو مسحوق زنك .

٣- أكسيد زئبق نقى أو زئبق .

٤- مسحوق كبريتات بوتاسيوم أو صوديوم لا مائية .

الجهاز المستخدم (جهاز كلداهل):

طريقة العمل :

يوزن بدقة حوالي ٢ جرام من العينة في دورق الهضم . يضاف إليها ٤٠ مل من حمض الكبريتيك مع ٢ جرام من حمض الساليسيلك . يرج الخليط حتى تمام المزج ، ويترك جانبا لمدة نصف ساعة أو اكثر مع الرج من حين إلى آخر . ثم يضاف إلى الناتج ٥ جرام من ثيو كبريتات الصوديوم أو ٢ جرام من مسحوق الزنك – يرج المحلول ويترك جانبا لمدة ٥ دقائق . ثم يسخن على لهب صغير حتى يبدأ الفوران .

يطفأ اللهب ثم يضاف ٠,٧ جرام من أكسيد الزئبق (أو ٠,٦٥ جرام من الزئبق) و ١٠ جرام من مسحوق كبريتات البوتاسيوم أو الصوديوم اللامائية . يغلى

المحلول بشدة حتى يصير رائقا ، ثم يستمر في التسخين بعد ذلك لمدة ٣٠ دقيقة على الأقل . وتكمل التجربة كما جاء في (أ) .

أهمية تقدير البروتين :

١- الحبوب ومنتجاتها :

تعتبر نسبة البروتين في الحبوب ومنتجاتها مثال الدقيق والمخبوزات عاملا مؤثرا على القيمة الغذائية لهذه المنتجات – وعلى ذلك فإن ارتفاع نسبة البروتين في بعض منتجات المخابز يدخل تحت مسمى **التدعيم بهدف رفع القيمة الغذائية** بإضافة مصادر بروتينيات أثناء تصنيع معظم منتجات المخابز ومثالها ما يحدث عند استخدام :

- دقيق فول الصويا .
- مركز فول الصويا .
- الألبان المجففة والطازجة .
- البيض المجفف والطازج .
- مركز بروتين السمك .
- البقوليات (ترمس – حمص) في صورة دقيق .
- أحماض أمينية نقية أساسية Essential A.A. .
- استخدام الحشو أو التغطية ببعض منتجات اللحوم والأسماك وهو ما يلاحظ في تصنيع البيتسا – والفطائر المحشوة .

وترتفع جودة مثل هذه المنتجات طالما ارتفعت نسبة البروتينيات مع المحافظة على الطعم للمنتج أو تحسينه .

٢- اللحوم ومنتجات اللحوم المصنعة :

٢-١- اللحوم الطازجة :

تقدير البروتين في اللحوم الطازجة يبين بالنسبة للحوم الحمراء إرتباط ذلك بعمر الحيوان – وكما يعطى فكرة عن انخفاض نسبة الدهن في اللحم مع زيادة نسبة البروتين .

٢- ٢- اللحوم المصنعة :

اللحوم المصنعة مثال :

١- الهامبرجر ٢- لحم مفروم

٣- الكفتة ٤- السجق

٥- اللانشون ٦- البسطرمة

٧- الكورندبيف

فان تقدير البروتين بهذه المنتجات يعطى أيضا فكرة قوية عن المواد الأخرى المستخدمة مع اللحوم – ولذلك **ينص في معظم المواصفات القياسية** لهذه المنتجات على ضرورة تواجد اللحوم (البروتين) بنسبة معينة لا يقل عنها خوفا من غش المستهلك عندما تستخدم إضافات أخرى في صورة مواد مالئة – أو صورة مواد تغطية (كما في البسطرمة) .

ولذلك نجد ضمن مواصفات الكورندبيف أن لا تقل نسبة البروتين عن ٢٣% ، وفى حالة البسطرمة ينص على أن لا تزيد الطبقة المحيطة المغلفة عن ٢٠ % – وفى حالة اللانشون لا يقل نسبة البروتين عن ٢٠% – وان لا تقل نسبة اللحوم عن ٧٥% من وزن اللانشون .

التدريب العملي :

أمامك عينات من منتجات اللحوم المختلفة والمطلوب تقدير النيتروجين في هذه العينات تمهيدا لمعرفة نسبة البروتين الموجودة بها وهذه العينات من :

(البسطرمة – اللانشون – السجق)

ضع النتائج في الجدول التالي :

رقم العينة	نسبة النيتروجين			العامل المستخدم	نسبة البروتين			متوسط البروتين %
	المكررات				المكررات			المتوسط
١								
٢								
٣								
٤								
٥								

اختبار رقم (٢٠)

الدهن الخام Crude Fat

٣-١- طريقة التقدير الرسمية :

الاحتياجات :

أ ــ أثير البترول Petroleume Ether ٠

ب ــ أو أسيتون نقى Acetone pure ٠

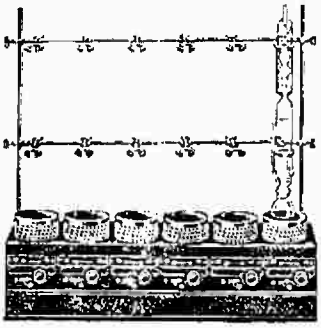
جـ- **جهاز سوكسلت** لتقدير الدهن ٠

د- مجموعة من الكستبان الورقى ذو المسام الواسعة .

طريقة الاستخلاص بالأثير :

تؤخذ وزنة معلومة من العينة تامة الجفاف من العينات التى استخدمت في تقدير الرطوبة من ٣ إلى ٤ جرام من العينة ، وذلك ببسطها على هيئة طبقة رقيقة على جدران وقاع طبق معدني قطره حوالي ٥٠ ملليمتر ، لمدة ٦ ساعات عند درجة حرارة تتراوح من١٠٠ إلى ١٠٢ °م أو لمدة ١,٥ ساعة عند درجة حوالي ١٣٥ °م .

- تصحن العينة المجففة مع الاسبستوس أو الرمل النقي الجاف ، ثم يقدر الدهن بواسطة الاستخلاص بالأثير النقي اللامائى ويتم استخلاص الدهن بواسطة جهاز الاستخلاص وباستعمال كستبان ذى مسامية تسمح بسرعة نفاذ الأثير .
- وتقدر مدة الاستخلاص على أساس ٤ ساعات ، إذا كانت سرعة تكثيف الأثير تتراوح من ٥ إلى ٦ نقط في الثانية ، أو ١٦ ساعة إذا كانت السرعة تتراوح من ٢ إلى ٣ نقط في الثانية ، ويكون لون وقوام الأثير طبيعيا في نهاية العملية بعد تكثيفه يجفف المستخلص لمدة ٣٠ دقيقة عند درجة ١٠٠ °م ثم يترك ليبرد في مجفف ويوزن .



شكل (٦ ــ ٥) جهاز سوكسلت لتقدير الدهن الخام

٣-٢- طرق التقدير غير الرسمية السريعة :

توجد طرق تقدير باستخدام الأجهزة السريعة والسابقة الإشارة عنها في تقدير الرطوبة والبروتين – حيث تعطى هذه الأجهزة القراءة مباشرة على بيان مدرج في الجهاز (لوحة) أو تطبع النتيجة على شيت يخرج من الجهاز .

وهى لا تستخدم إلا في حالات المقارنات وتقدير الدهن في مجموعة كبيرة من العينات .

أهمية تقدير الدهن :

يفيد في معرفة نسبة الدهن في كثير من المنتجات المرتبطة بتصنيع اللحوم مثال **اللانشون – والبيف برجر – والكورندبيف** والسجق واللحم المفروم حيث يعتبر زيادة نسبة الدهن عن حدود معينة نوع من الغش لهذا الإنتاج .

التدريب العملى :

تقدر نسبة الدهن فى العينات المقدمة إليك باستخدام جهاز سوكسلت ؟

اختبار رقم (٢١)

الكشف عن لحم ودهن الخنزير

Meat Fat Detection & Lard

تحضير بللورات المادة الدهنية :

بعد استخلاص الدهن **بالأثير** تحضر البللورات النقية منه بالطريقة الآتية:

يؤخذ من ٢ إلى ٢,٥ جرام من الدهن المنصهر في درجة منخفضة ويذاب في ٧,٥ ملليلتر من **الكحول الإثيرى** (١حجم أثير + ٢ حجم كحول مطلق) ثم يبرد المحلول في ماء مثلج إلى أن يترسب معظم الدهن ، يرشح ويغسل الراسب بالكحول الايثيرى . ويجفف الدهن في درجة حرارة الغرفة وينقل الراسب إلى أنبوبة إختبار جافة ويذاب في ١٥ ملليلتر من الأثير الجاف توضع الأنبوبة في كاس به ماء في درجة حرارة الغرفة ويترك بعض الوقت حتى يركز المحلول (نتيجة استمرار تبخر الأيثير) وتتكون بللورات الدهن ، **تؤخذ البللورات مع قليل من السائل لفحصها ميكروسكوبيا** (يفضل الكحول المطلق أو الزيت النقي مثل زيت القرنفل لتحضير الشريحة الميكروسكوبية) .

وصف بللورات دهن الخنزير :

تكون البللورات عادة عبارة عن **رقائق مسطحة معينة الشكل** مقطوعة بميل عند أحد طرفيها ومرتبة على شكل ريشة أو وريقات متبادلة ، ولا توجد البللورات متشعبة من نقطة واحدة . وهذه البللورات تكون دائما مستقيمة ، وإذا ظهر بها أي انحناء يكون سببه تصادف ترتيب عدة بللورات متشابكة بزوايا مكونة شكلا منحنيا كما أنه قد يظهر أن طرف البللورات ليس مقطوعا بميل ، بل مدببا وذلك يرجع إلى مصادفة رؤية البللورة من حافتها المدببة .

فوائد التقدير :

الكشف عن عدم وجود لحم ودهن الخنزير في المنتجات المصنعة من اللحوم: وكذلك الشحوم الحيوانية ــ لكونها تحرم على المسلمين .

التدريب العملي :

أمامك عينات من **الكورندبيف** – **والسجق** والمطلوب معرفة مدى تواجد لحم ودهن الخنزير بها من عدمه .

اختبار رقم (٢٢)

تقدير السكروز Sucrose

تجهيز العينة :

يقدر السكروز إما بطريقة مانسون ووكر أو بطريقة لين واينون .

- تنقل عينة تمثل ١,٥ جرام من المواد الصلبة إلى دورق قياسي سعة ٢٠٠ مل وتخفف بالماء إلى ١٠٠ ملليلتر ثم يضاف إليها مقدار زائد من محلول خلات الرصاص المشبع المتعادل (حوالي ٢ مل) ويكمل السائل إلى العلامة (٢٠٠ مل) ويرج ثم يرشح المزيج مع إهمال بضع النقط الأولى من الترشيح.
- يضاف إلى الراشح كمية من أكسالات الصوديوم أو البوتاسيوم لترسيب الزائد من أملاح الرصاص ويرج المزيج ثم يرشح مع إهمال المليلترات الأولى من الراشح – يؤخذ ٥٠ مل من الراشح أو كمية تحتوى٥٠ ــ ٢٠٠ ميلليجرام سكريات مختزلة .

١- طريقة مانسون ووكر :

١-١ : طريقة تقدير السكريات قبل التحويل :

- نحضر **بوتقة جوتش** باستعمال اسبستوس معامل كما في طريقة مانسون ووكر. ينقل ٢٥ ملليلتر من كل من محلول **كبريتات النحاس** (المكون من ٣٤,٦٣٩ مجم) كبريتات نحاس في كل ٥٠٠ ملليلتر ماء) ومحلول الطرطرات القلوى (المكون من ١٧٣ جرام **ملح روشيل** + ٥٠ جرام **هيدروكسيد صوديوم** المذابين في الماء والمخفف إلى ٥٠٠ مل والمتروك لمدة يومين ثم يرشح) إلى كاس سعة ٤٠٠ مل ثم يضاف ٥٠ مل من محلول السكريات المختزلة . يسخن الكأس بمحتوياته فوق شبكة من الاسبستوس على **مصباح بنزن** مع ملاحظة ضبط اللهب حتى يبدأ غليان محتويات الكأس بعد ٤ دقائق مع الاستمرار في الغليان لمدة دقيقتين (نراعى هذه التعليمات بدقة) ولضبط اللهب لهذا الغرض ينصح بإجراء اختبار أولى باستعمال ٥٠ مل من الكواشف و ٥٠ مل من الماء قبل إجراء التقدير الفعلي حتى يمكن ضبط اللهب – ويجب أن يغطى الكأس بزجاجة ساعة أثناء الغليان . يرشح المحلول الساخن

مباشرة خلال طبقة من الاسبستوس في بوتقه جوتش مع استعمال **مضخة تفريغ**.

- يغسل راسب أكسيد النحاسوز (نح$_{2}$أ) جيدا بالماء على درجة ٦٠ °م بمقدار ١٠ مل من الكحول ثم بمقدار ١٠ مل من الأثير – تجفف البوتقة لمدة ٣٠ دقيقة في فرن على درجة ١٠٠ °م ثم تنقل إلى **المجفف** لتبرد ثم توزن – ويمكن عن طريق **جداول مانسون ووكر** إيجاد وزن السكريات المحولة المكافئة لوزن أكسيد النحاسوز (نح$_{2}$أ) المتحصل عليه ومنها تحسب النسبة المئوية للسكريات المختزلة في العينة قبل التحويل .

١-٢ : طريقة السكريات بعد التحويل :

- يجرى التحويل على درجة حرارة الغرفة باستعمال ٥٠ ملليلتر من المحلول الذى سبق تجهيزه وتنقيته وتقدير السكريات المختزلة في جزء منه – يوضع المحلول في دورق سعة ١٠٠ ملليلتر ثم يضاف إليه ١٠ مل من حمض **الهيدروكلوريك** (١ : ١) كثافة ١,١٠٢٩ على درجة ٢٠ °م) .
- ثم يحفظ المحلول على درجة حرارة الغرفة في حدود ٢٠ °م لمدة ٢٤ ساعة يعادل المحلول مع محلول مركز من الصودا الكاوية ثم يكمل بالماء المقطر إلى العلامة ١٠٠مل) .
- يؤخذ ٥٠ مل من العينة ويجرى اختبار السكريات المختزلة كما سبق – ومنها يحسب السكريات المختزلة الكلية في العينة بعد التحويل .

∴ نسبة السكروز = ١ نسبة السكر المختزل بعد التحويل – نسبة السكر المختزل قبل التحويل) × ٠,٩٥

٢- طريقة لين واينون :

- يؤخذ ١٠ مل من مزيج **محلول فهلنج** بواسطة ماصة في دورق مخروطي سعته ٣٠٠ مل ويضاف حجما من راشح العينة (السابق تجهيزة كما في طريقة مانسون ووكر) الموجود بالسحاحة ثم يسخن الدورق على شبكة معدنية على لهب بنزن حتى الغليان . ويستمر الغليان لمدة نصف دقيقة فإذا تحول

المحلول إلى لون أحمر فاتح يترك المحلول يغلى لمدة نصف دقيقة أخرى . ثم يضاف إليه من ٣ – ٥ قطرات من محلول **أزرق الميثلين ١%** .

- **تكمل عملية المعايرة** لتحديد نقطة النهاية وذلك بمعايرته بالمحلول السكرى حتى أول نقطة من المحلول تسبب اختفاء لون أزرق الميثلين وتؤخذ قراءة السحاحة . تعاد عملية المعايرة مع إضافة كمية من الراشح على البارد تقل بمقدار حوالي ١مل عن قراءة السحاحة السابقة . ويراعى أن تنتهى عملية المعايرة في حدود أربعة دقائق من بداية الغليان يترك المحلول يغلى دقيقتين ثم يضاف دليل أزرق المثلين على أن تستمر المعايرة لمدة دقيقتين فقط .
- يستخرج **معامل لين واينون** المقابل لقراءة السحاحة من **الجداول الخاصة** بذلك ثم تحسب الكمية الموجودة في المحلول وبالتالي النسبة المئوية للسكريات المختزلة قبل وبعد التحويل كما سبق .

فوائد تقدير السكروز :

يعتبر السكروز هو الأساس في إنتاج معظم **العصائر والمربى والحلاوة** الطحينية ويفيد تقديره في معرفة الكمية المستخدمة منه في مختلف هذه الصناعات .

التدريب العملي :

أمامك عينات من المنتجات السكرية المختلفة والمطلوب معرفة نسبة السكروز في كل منها .

اختبار رقم (٢٣)

تقدير ملح الطعام Salt

كلوريد الصوديوم

الاحتياجات :

- محلول ا و٠ ع نترات الفضة .
- حمض نيتريك .
- محلول مركز من برمنجنات البوتاسيوم .
- أثير .
- محلول ٠,١ ع من ثيوسيانات امونيوم .
- دليل كبريتات حديديك نشادرية .

طريقة العمل : (**مع منتجات اللحوم**) :

- توضع عينة تزن من ٢,٥ – ٣ جرام في دورق مخروطى سعة ٣٠٠ ملليلتر ، ثم يضاف إليها ٢٥ ملليلتر أو أكثر من محلول نترات الفضة ٠,١ ع تكفى لترسيب الكلوريد على شكل كلوريد فضة . ويضاف إلى الناتج ١٥ ملليلتر حمض نيتريك ويسخن الدورق تدريجيا إلى أن يذوب اللحم (حوالي ١٠ دقائق) .
- يضاف بكميات صغيرة إلى الناتج محلول برمنجنات البوتاسيوم المركز يغلى المحلول بعد كل إضافة حتى يختفى لون البرمنجنات ، ويصبح المحلول عديم اللون تقريبا ثم يضاف ٢٥ ملليلتر من الماء ويغلى لمدة ٥ دقائق ثم يبرد ويخفف بالماء المقطر إلى حوالي ١٥٠ ملليتر ويضاف بعد ذلك ٢٥ ملليلتر أيثير ويرج المحلول ويقدر الكلور كما يلي :

- يضاف حوالي ٥ ملليلتر من حمض النيتريك ويبرد المحلول ثم يضاف حوالي ٥ ملليلتر من دليل كبريتات الحديديك النشادرية ويعاير المحلول مع محلول ثيوسيانات الأمونيوم حتى بدء ظهور لون بنى خفيف ثابت .

الحساب :

يطرح عدد الملليلترات المستعملة من محلول ثيوسيانات الأمونيوم من عدد الملليلترات المضافة من محلول نترات الفضة وبمعرفة الفرق تحسب كمية كلوريد الصوديوم حسب المعادلة التالية :

١ ملليلتر نترات فضة ٠,١ ع = ٠,٠٠٥٨٤ جرام ص كل (ملح طعام) ٠

التدريب العملى :

أمامك عينات من مصنعات اللحوم المختلفة والمطلوب تقدير كمية ملح الطعام الموجودة بها .

اختبار رقم (٢٤)

تقدير الألياف الخام

Crude Fiber

١- الاحتياجات :

١ / ١ **حمض كبريتيك** ١,٢٥ % .

١ / ٢ محلول **هيدروكسيد صوديوم** ١,٢٥ % .

٣/١ **أسبستوس مهضوم:** يهضم على حمام مائي لمدة ساعتين على الأقل بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم ٥% تقريبا ثم يغسل جيدا بواسطة الماء ويهضم لمدة ٨ ساعات بواسطة الماء ويجفف على درجة ٥٠ °م .

٢ – الأجهزة والأدوات :

١/٢ مكثفات . ٢/٢ دوارق هضم سعتها ٧٠٠ – ٧٥٠ مل .

٣/٢ ورق ترشيح رقم ٥٤ واتمان أو بواتق جوش .

٤/٢ أقماع بوخنر . ٥/٢ مضخة تفريغ.

٣- الطريقة :

- يوزن ٢جم من العينة ويضاف إليها ٠,٥ جم من الأسبستوس ويوضعان في دورق الهضم ثم يضاف إليها ٢٠٠ مل من محلول حمض الكبريتيك ويبدأ في الغليان مع إستعمال المكثفات (يجب أن تغلى جميع محتويات الدورق في مدة لا تزيد عن دقيقة واحدة) ويستمر بعد ذلك في غليان الدورق لمدة ٣٠ دقيقة وفى أثناء الهضم يرج الدورق بين آن و آخر لضمان اختلاط جميع العينة بالمحلول مع ملاحظة عدم ترك أجزاء من العينة على جوانب الدورق بعيدا عن الاتصال بالمحلول (ارتفاع المحلول في الدورق يكون ٢,٥ – ٣,٥ سم).

- يبعد الدورق عن اللهب ويرشح سريعا بإستخدام مضخة التفريغ ويغسل المتبقى فوق ورق الترشيح بماء ساخن للتخلص من آثار الحمض .

- تغلى كمية من محلول هيدروكسيد الصوديوم ويستخدم مقدار ٢٠٠ مل منها في نقل المتبقي على ورقة الترشيح إلى دورق الهضم الأصلي ويوصل الدورق بالمكثف ويغلى مع القلوي لمدة ٣٠ دقيقة مع ملاحظة أن يصل المحلول إلى درجة الغليان في مدة أقصاها ٣ دقائق .

- يرشح المحلول خلال بوتقة جوش مثقبة بها طبقة من الصوف الزجاجي والاسبستوس لحين تمام خلو الراشح من القلوى .

- تنقل بوتقة جوش إلى فرن تجفيف على درجة حرارة ١١٠ °م لمدة ٣ ساعات ثم تبرد وتوزن ولتكن (س) جم. تنقل البوتقة بما فيها إلى فرن الاحتراق على درجة حرارة ٥٥٠ °م لمدة ٣٠ دقيقة ثم تبرد وتوزن ولتكن (ص) جم .

س – ص = مقدار الألياف الخام في العينة ولتكن (و) جم

$$\text{النسبة المئوية للألياف الخام} = \frac{\text{و} \times ١٠٠}{\text{وزن العينة}}$$

فوائد التقدير :

الكشف عن نسبة الألياف الخام يفيد في مدى وجود عناصر نباتية في المنتج المصنع – وتنخفض القيمة الغذائية مع زيادة نسبة الألياف الخام في الأغذية المصنعة .

التدريب العملي :

أمامك مجموعة من **عينات الدقيق مختلفة** في نسبة الاستخراج ــ وكذلك السن والنشا – والمطلوب ترتيبها تنازليا من حيث محتواها من الألياف الخام .

اختبار رقم (٢٥)

تقدير النترات والنيتريت

Nitrate & Nitrite

الإحتياجات :

أ ــ **ميتازيلينول** .

ب ــ **محلول أيدروكسيد فضة أمنيومى** : يذاب ٥ جرام من كبريتات فضة خالية من النترات في ٦٠ ملليلتر من أيدر وكسيد أمونيوم .

يسخن حتى الغليان ويركز المحلول إلى حوالي ٣٠ ملليلتر ثم يبرد ويخفف إلى ١٠٠ ملليلتر بالماء المقطر .

جـ ــ **محلول النترات القياسي** : يذاب ٠,١٨٠٤ جرام نترات بوتاسيوم نقية في ماء مقطر ويخفف إلى لتر أو يخفف ١٧,٨٥ ملليلتر من حمض النتريك ٠,١ ع إلى لتر (١٠ ملليلتر من أي من هذين المحلولين تحتوى ٠,٢٥ ملليجرام من النتروجين الموجودة على شكل نترات) .

د- **حمض كبريتيك نقى** (١+١) .

هـ- **حمض كبريتيك نقى** (٣+١) .

و- **محلول برمنجنات بوتاسيوم** ٠,٢ ع .

ز- **محلول حمض فوسفو تنجستيك** ٢٠جم / ١٠٠ ملليلتر .

ح ــ **محلول أيدروكسيد صوديوم** (١٠جم / لتر) .

ط- **دليل برموكريزول أخضر** : يذاب ٠,١ جرام برموكريزول أخضر في ١,٥ ملليلتر أيدر وكسيد صوديوم ٠,١ ع ويخفف بالماء المقطر حتى ١٠٠ ملليلتر.

طريقة العمل :

- يمزج من ٥ إلى ١٠ جرام من العينة المخلوطة جيدا مع ٨٠ مل ماء مقطر دافئ في كأس سعة ١٥٠ مل ويسخن على حمام مائي لمدة ساعة مع تفتيت أي كتل تتكون مع التقليب من حين لآخر ينقل المزيج إلى دورق قياسي سعة ١٠٠ ملليلتر ويبرد ويخفف إلى العلامة ويخلط جيدا. يرشح المزيج أو يترك جانبا ليترسب ، ثم يؤخذ بالماصة ٤٠ ملليلتر من الراشح او المحلول الرائق في دورق قياسي سعة ٥٠ ملليلتر(لا ضرورة من تصحيح الخطأ عن حجم العينة) يضاف إلى المحلول ثلاث نقط من بروموكريزل أخضر ويضاف حمض الكبريتيك (الكاشف د) بالتنقيط حتى يبدأ لون المحلول **في الإصفرار** ثم يضاف محلول برمنجنات البوتاسيوم بالتنقيط مع الرج لأكسدة النتريت إلى نترات وحتى يبدأ ظهور لون وردى باهت يثبت حوالي دقيقة .

- يضاف ١ ملليلتر حمض كبريتيك (الكاشف د) ، ١ ملليلتر محلول حمض الفوسفوتنجستيك ، ويخفف الناتج إلى العلامة ويرج ويرشح .

- يؤخذ في دورق مخروطى سعة ٥٠٠ ملليلتر حجم معلوم من هذا الرشيح لا يزيد على ٢٠ ملليلتر يحوى ٠,٠٢٥ ملليجرام من النتروجين الموجود على شكل نترات (في حالة الإحتياج إلى اكثر من ٢٠ ملليلتر يجعل المحلول قلويا تقريبا ثم يركز المحلول (بالتبخير) يضاف إلى الرشيح كمية من محلول أيدروكسيد الفضة الأمونيومى (من ١ إلى ٢ ملليلتر) تكفى لترسيب كل من الكلوريدات ومعظم الزائد من حمض الفوسفوتنجستيك .

- يضاف حجم من حمض الكبريتيك (الكاشف هـ) يبلغ ثلاثة أمثال حجم السائل في الدورق .

- يحكم غلق الدورق بالسدادة ويرج ثم يبرد إلى حوالي ٣٥ °م ويضاف ٠,٠٥ ملليلتر (من ١ إلى ٢ نقطة) من الميتازيلينول . يحكم الغلق بالسدادة ويرج المحلول . ويترك حوالي نصف ساعة عند درجة حرارة تتراوح من ٣٠ إلى ٥٠ °م .

- (ظهور لون أصفر بنى يدل على وجود نترات ، وقد يظهر أيضاً راسب أحمر ساطع نتيجة عدم تمام ترسيب حمض الفوسفوتنجستيك علماً بأن وجود زيادة خفيفة من هذا الحمض لا تغير من نتيجة التجربة .

- بعد تمام النترتة يضاف ١٥٠ مل ماء مقطر مع مراعاة غسل السدادة ، ثم يقطر من ٤٠ إلى ٥٠ مل من المحلول إلى دورق استقبال يحتوى على ٥٠ مل من محلول أيدر وكسيد الصوديوم (محلول ح) .
- ينقل المتقطر إلى دورق قياسي سعة ١٠٠ مل ويخفف بالماء المقطر إلى العلامة ، ويقدر النتروجين بمقارنة اللون الناتج بلون أحد المحاليل القياسية بواسطة جهاز قياس اللون أو باستخدام المنحنى القياسي ويحضر اللون القياسي الثابت بأخذ ١٠ مل من محلول النترات القياسي ويضاف إليه ٠,٠٥ مل من الميتازيلينول و ٣٠ مل حمض الكبريتيك (الكاشف رقم هـ) ويخفف المتقطر إلى ٥٠٠ مل (تتبع نفس الطريقة السابقة) .

أهمية التقدير :

تعتبر النترات والنيتريت من المواد الحافظة الضارة بصحة الإنسان ومن هنا يجب تقديرها خاصة مع منتجات اللحوم المحفوظة والمصنعة وعدم السماح بوجودها إلا بنسب قليلة جدا (أجزاء في المليون) .

التدريب العملي :

أمامك عينات من **البسطرمة** من مختلف المصانع – وضح نسبة النترات والنيتريت الموجود بها .

اختبار رقم (٢٦)

تقدير الفوسفات

Phosphate

الاحتياجات :

أ- محلول الموليبدات :

يذاب ١٠٠ جم من حمض المولبديك مو أ٣ في مزيج من ١٤٤ مل من أيدروكسيد النشادر و ٢٧١ مل من الماء ثم يصب ببطء مع التقليب المستمر في مزيج بارد من ٤٨٩ مل من حمض النيتريك ، ١١٤٨ مل من الماء ثم يحفظ المزيج النهائي في مكان دافئ لعدة أيام ثم يفصل المحلول الرائق من أي رواسب في إناء ذي غطاء زجاجي .

ب- محلول نترات النشادر :

يذاب ١٠٠ جم من نترات النشادر الخالي من الفوسفات في الماء ويخفف إلى لتر واحد .

ج- مزيج الماغنسيوم :

يحضر بإذابة ٥٥ جم من بللورات كلوريد الماغنسيوم(مغ كل٢ يد٢ أ) في الماء ثم يضاف ١٤٠ جم من كلوريد النشادر و ١٣٠,٥ مل من النشادر ويخفف إلى لتر واحد .

د- محلول أيدروكسيد النشادر للغسيل :

(١+٩) يجب أن يحتوى على الأقل ٢,٥ % من (ن يد٣) بالوزن.

هـ - محلول نترات الماغنسيوم :

يذاب ١٥٠ جم من أكسيد الماغنسيوم في حمض نيتريك (١ + ١) مع تجنب زيادة الحامض ثم يغلى ويرشح الزيادة من أكسيد الماغنسيوم وأكسيد الحديد ثم يخفف إلى لتر واحد .

تجهيز العينة للإختبار :

يوزن حوالي ٢ جرام من العينة في دورق كلداهل سعة ٢٠٠ مل ويعامل بحمض الكبريتيك المركز (من ٢٠ – ٣٠ مل) ويضاف حمض النيتريك من آن لآخر لأكسدة المادة العضوية ويستمر في عملية هضم المادة إلى أن تصير عديمة اللون تقريبا ثم يترك الدورق يبرد ثم يضاف حجم من الماء ويغلى مدة من الزمن . ثم يبرد ويوضع في زجاجة قياسية سعة ٢٠٠ مل وتكمل للعلامة .

طريقة التحضير :

يقاس حجم معين من محلول العينة المجهزة يعادل ٠,٢٥ ــ ٠,٥٠ جم من العينة ويوضع في كاس سعة ٢٥٠ مل ويضاف محلول أيدروكسيد النشادر إلى أن يصير قلويا خفيفا (ويذاب الراسب المتكون بنقط قليلة من حمض النيتريك) ثم يضاف للمحلول الساخن بالكأس كمية كافية من محلول موليبدات النشادر (٧٠ مل لكل ١٠٠ ملليجرام من فو٢أ٥) ويستمر في التسخين على حمام مائى درجة حرارته ٦٥ °م لمدة ساعة ثم يرشح ويغسل الراسب الأصفر بالماء البارد أو بمحلول نترات النشادر ثم يذاب الراسب على ورقة الترشيح بواسطة محلول النشادر (١+١) وماء ساخن حتى يصير المحلول حوالي ١٠٠ مل . يعادل المحلول بحمض كلوريدريك مع استعمال ورقة عباد شمس ككاشف ويبرد ثم يضاف من سحاحة ببطء حوالي ١٥ مل مزيج الماغنسيوم (لكل ١٠٠ ملليجرام من فو٢أ٥) مع التقليب المستمر ثم بعد حوالي ١٥ دقيقة يضاف ١٢ مل من النشادر ثم يترك الراسب المتكون لمدة ساعتين أو إلى أن يروق المحلول ويرشح الراسب ويغسل الراسب على ورقة الترشيح بمحلول مخفف من أيدروكسيد النشادر(١+٩) حتى يصير الراشح خالياً من الكلوريدات تجفف ورقة الترشيح المحتوية على الراسب في بوتقة موزونة ثم تحرق حرقا بطيئا ثم يستكمل الحرق في فرن حريق عند درجة ٩٥٠ إلى ١٠٠٠ °م ويبرد في مجفف وتوزن كمية بيروفوسفات الماغنسيوم ثم تحسب كمية الفوسفات الموجودة على هيئة فو٢أ٥ وذلك بضرب كمية بيروفوسفات الماغنسيوم في ٠,٨٥٥٨

التدريب العملى :

أمامك عينات من أغذية منتجات اللحوم (**برجر لحم ، ولانشون**) **والمطلوب تقدير الفوسفات لها**) .

اختبار رقم (٢٧)

تقدير ثاني أكسيد الكبريت

Sulphur Dioxide

الإحتياجات :

الجهاز: جهاز مونيير وليامز :

- دورق من الزجاج المقاوم للحرارة سعة ٧٥٠ مل (ب) .
- مكثف مائل ذو نهاية مقطعها مائل (د) .
- سدادات من الفللين (جـ) .
- زجاجة بها محلول كربونات الصوديوم (ا) .
- أنبوبة توصيل تصل إلى قاع الدورق المخروطي (ر) .
- قمع تنقيط (ك) .
- دورق مخروطي سعة ٢٠٠ ملليمتر به محلول ٣% ماء أكسجين متعادل نقي مقداره ١٥ مل (س) .
- أنبوبة بلليجوت بها ٣٠% ماء أكسجين متعادل نقي مقداره ٥ مل (ص) .

الطريقة :

- تركيب الجهاز ويوضع ٣٠٠ مل من الماء المقطر و ٢٠ مل من حمض الهيدروكلوريك في الدورق (ب) ويغلي الحمض لفترة قصيرة في تيار من غاز ثاني أكسيد الكربون الذي سبق أمراره في محلول كربونات الصوديوم في الزجاجة (أ) .
- يبرد الدورق (ب) ثم تنزع السدادة (جـ) ويوضع ١٠٠ – ٢٥٠ جرام من العينة وتعاد السدادة سريعا .
- يغلي الخليط لمدة ساعة من استمرار مرور تيار ثاني أكسيد الكربون .

- قرب نهاية التقطير يمنع مرور الماء في المكثف حيث أن ذلك يجعل الأخير ساخنا ويساعد على طرد آثار ثاني أكسيد الكبريت المحجوزة به وعندما تصير أنبوبة التوصيل (ر) ساخنة تنزع السدادة التي بأعلى المكثف وتغسل الأنبوبة أو أنبوبة بلليجوت (ص) بعد أفراغ محتوياتها في الدورق المخروطي. يعاير المحلول المتجمع في الدورق المخروطي (س) على درجة حرارة الغرفة بمحلول ٠,١ ع هيدروكسيد الصوديوم باستعمال دليل محلول بروموفينول الأزرق .

الحساب :

١ مل ٠,١ ع هيدوركسيد صوديوم = ٣,٢ مجم ثانى أكسيد الكبريت .

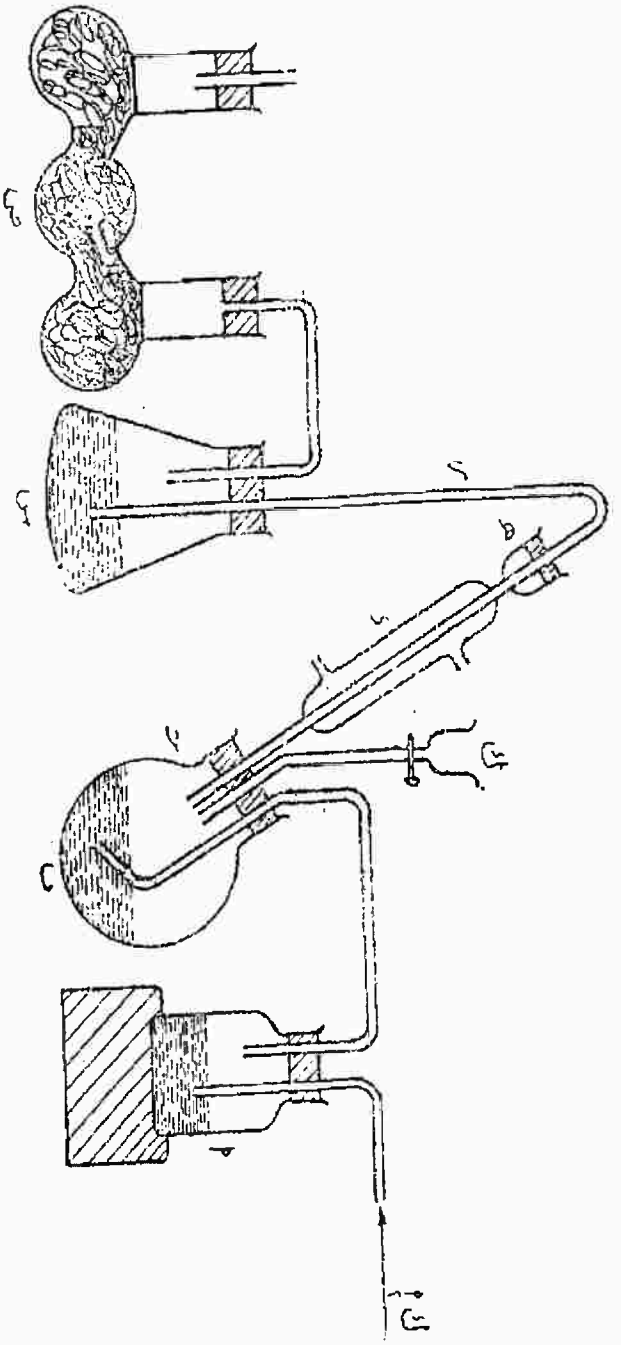
فوائد التقدير :

- يفيد لمعرفة مدى إستخدام بعض المواد الحافظة التي يدخل الكبريت في تركيبها خاصة بالنسبة للفواكه المجففة – مثال (الزبيب – قمر الدين – المشمشية .. وخلافه) .

- وإرتفاع نسبة ثاني أكسيد الكبريت SO_2 في الناتج عن حدود معينة قد يتسبب في رفض هذه السلعة وعدم صلاحيتها للاستخدام الأدمي .

التدريب العملي :

أمامك عينات من الفاكهة المجففة. والمطلوب تقدير نسبة ثاني أكسيد الكبريت في هذه الأغذية .



شكل رقم (٦ – ٦) جهاز تقدير ثاني أكسيد الكربون

اختبار رقم (٢٨)

تقدير نسبة الكافيين Caffiene

الطريقة :

- ترطب ١٠ جم من عينة البن المطحون بالكحول تنقل إلى كستبان جهاز سوكسلت وتستخلص بالكحول لمدة ثماني ساعات وإلى التأكد من الاستخلاص التام. ينقل ذلك المستخلص الكحولي إلى طبق صيني يحتوي على معلق من أكسيد المانيزيا الثقيلة في الماء (١٠ جم في ٣٠ ملليمتر ماء) يبخر ببطء على حمام مائى مع التقليب الجاف وتكوين مسحوق

- يضاف بعض الماء الساخن ويسحق بيد هاون لتكوين عجينة ثم ينقل تماما بواسطة الماء الساخن أيضا إلى ورقة ترشيح ناعمة يجمع الرا شح في زجاجة سعة لتر عليها علامةعند الحجم ٢٥٠ ملليمتر ويستمر في الغسيل بالماء إلى أن تصل إلى العلامة ٢٥٠ مل ويضاف إلى الراشح ٢٠ مل من حمض الكبريتيك (١+٩) ويغلي باحتراس لمدة ٣٠ دقيقة مع مراعاة وضع قمع على فتحة الزجاجة ثم يبرد. ويرشح على ورقة ترشيح مبللة في قمع فصل ثم يغسل بكميات صغيرة من محلول حمض الكبريتيك (١+١٩٩)

- يستخلص الراشح ستة مرات بالكلوروفورم مستعملا ٢٥ ملليلتر منه في كل مرة ويغسل الكلورفورم المتجمع في قمع فصل بمقدار ٥ ملليمتر من محلول هيدروكسيد البوتاسيوم ١% - يرشح الكلوروفورم في زجاجة مخروطية ويغسل محلول هيدروكسيد البوتاسيوم والكلوروفورم " ١٠ ملليلتر " ويضاف ذلك الكلوروفورم أيضا إلى مستخلص الكلوروفورم في الزجاجة المخروطية ويبخر بعناية أو يقطر إلى حجم صغير (١٠ - ١٥ ملليمتر) ثم ينقل إلى كأس موزون بواسطة حجم صغير أيضا من الكلوروفورم ويبخر بعناية ثم يجفف لمدة ٣٠ دقيقة عند درجة حرارة ١٠٠°م ويوزن الكافيين ومن وزن ذلك الكافيين يتم حساب نسبته المئوية .

فوائد تقدير الكافيين :

تظهر هذه في معرفة النسبة في البن – والشـــاي – والنيســـكافيه وكـــذلك النيسكافية منزوع الكافيين

التدريب العملي :

أمامك عينات من البن المطحون ، **والمطلوب تقدير نسبة الكافيين بها .**

اختبار رقم (٢٩)

تقدير الرماد Ash

١- تقدير الرماد الكلي :

يوزن بدقة حوالي ٢جم من العينة في طبق من البلاتين معلوم الوزن ، ثم يوضع الطبق في مدخل فرن الاحتراق حتى تتفحم العينة دون أن تلتهب ، ثم تزج في فرن الإحتراق لمدة ٣٠ دقيقة على درجة ٥٥٠°م ± ٢٠°م يترك الطبق ليبرد ، ثم تضاف إليه بعض قطرات من الماء المقطر لتكسير كتلة الرماد المتخلف ، ثم يبخر باحتراس إلى الجفاف ويعاد التسخين في فرن الإحتراق لمدة ٣٠ دقيقة وفي حالة ظهور بقايا كربونية بالرماد عند معاملته بالماء كما سبق تكرر مرة أخرى فإذا ما استمرت مقاومة الكربون للاحتراق بعد ذلك ، يذاب الرماد بالماء الساخن ثم يرشح خلال ورقة ترشيح عديمة الرماد ويغسل جيدا بالماء الساخن وتنقل الورقة بعد ذلك إلى طبق الترميد حيث تجفف ثم تحرق في فرن الاحتراق على درجة ٥٥٠°م ± ٢٠°م إلى أن يصبح الرماد أبيضا .

يبرد الطبق ويضاف إليه الراشح ويبخر إلى الجفاف على حمام البخار ، ثم ينقل إلى فرن الاحتراق لمدة ٣٠ دقيقة ، ثم ينقل بعد ذلك إلى المجفف حتى يبرد ويوزن .

٢- تقدير الرماد غير الذائب في الحمض :

يضاف ٢٥ مل من حمض الهيدروكلوريك المخفف (١+٢,٥) إلى الرماد المتحصل عليه بالطريقة السابقة ثم يغطي الطبق بزجاجة ساعة ، ويسخن باحتراس إلى الغليان لمدة ٥ دقائق ويرشح خلال ورقة ترشيح عديمة الرماد ثم يغسل جيدا بالماء المقطر الساخن إلى أن يصبح ماء الغسيل خاليا من الحمض .

تنقل الورقة وما عليها إلى طبق الاحتراق ، وتجفف ثم تحرق حتى يصبح المتخلف خاليا تماما من البقايا الكربونية ثم ينقل الطبق إلى المجفف حتى يبرد ثم يوزن .

فوائد تقدير الرماد :

يعتبر تقدير الرماد في حالة الحبوب ومنتجاتها مؤشراً على ارتفاع نسبة الألياف في المنتج – ويؤخذ في صناعة الطحن على أنه دليل على ارتفاع نسبة الاستخراج في الدقيق الناتج – وخاصة في حالة الدقيق البلدي ، وكذلك يعتبر مؤشرا على نقاوة النشا الجاف ، وكذلك منتج السميد Semolina الذى يستخدم في إنتاج المكرونة الفاخرة .

التدريب العملي :

أمامك عينتان من السميد والمكرونة الجافة ، والمطلوب تقدير نسبة الرماد الكلي فيهما .

اختبار رقم (٣٠)

تقدير المواد الصلبة Total Solids

١ ـ تقدير المواد الصلبة الذائبة في الماء :

١ ـ ١ ـ بطريقة الكثافة :

١ ــ ١ ــ أ ــ **استعمال مقياس الكثافة المغزلي أو الهيدروميتر** حيث يستعمل مقياس بريكس ومن الجداول الخاصة التي تبين درجات البريكس المقابلة لأرقام الكثافة على درجة ١٥,٥°م يمكن حساب النسبة المئوية للمواد الصلبة حيث إنها تتفق إلى حد كبير مع تدريجات مقياس البريكس وينتخب المقياس المناسب ومخبار ذو قطر مناسب بحيث لا يلامس المقياس جدار المخبار عند وضع الثبات. ترشح العينة باستعمال ورق ترشيح سريع أو بقمع بخنر ويوضع الراشح في المخبار عند وضع الثبات ، ويترك حتى تتعادل درجة حرارته مع حرارة الجو – ويراعي تصحيح قراءة التدريج إذا إختلفت درجة الحرارة بأكثر من درجة واحدة مئوية عن الدرجة التي يقرأ عليها المقياس (درجة ١٥,٥°م) ويكون التصحيح من الجداول الخاصة بذلك ويراعي أن تكون العينة المرشحة خالية تماما من فقاعات الهواء – وفي حالة العصير المركز تخفف العينة بإضافة مثل وزنها ماء ثم تضرب درجات بريكس المحلول المخفف × ٢ .

– باستعمال قنينة الكثافة يمكن تقدير كثافة العينة على درجة ٢٠°م في الهواء ــ وتحسب النسبة المئوية المقابل للكثافة من الجداول الخاصة وفي العصير المركز تخفف العينة كما سبق .

١ ـ ٢ ـ بطريقة تقدير معامل الانكسار :

ترشح العينة ويقرأ معامل الانكسار لها على درجة ٢٠ °م وتحسب النسبة المئوية للمواد الصلبة أما بالقراءة المباشرة إذا أستعمل جهاز معامل الانكسار الضوئي (الرفراكتومتر) المزود بتدريج لقياس النسبة المئوية لتركيز المواد الصلبة الذائبة أو من الجداول الخاصة التي تبين نسبته المقابلة لدرجات معامل الانكسار على درجة ٢٠°م ، وهناك الآن أجهزة رفراكتومتر ديجيتال تبين نسبة المواد الصلبة الذائبة كنسبة مئوية على مؤشر خارجى فى الجهاز وذلك يقلل من الخطأ العشرى الناجم عن القياس بأجهزة الرفراكتومتر العادية .

(A) رفراكتومتر يدوى عادى

ديجيتال رفراكتومتر *Digital refractometer (B)*

شكل (٦ ــ ٧) أجهزة الرفراكتومتر لقياس المواد الصلبة الذائبة

٢- تقدير المواد الصلبة غير الذائبة في الماء :

تجهيز وسط الترشيح :

يجهز وسط الترشيح لاستعماله في قمع بخنر بغسل قطعة من القطن الماص قطرها ٨٠مم وتزن حوالي ١,٥ جرام بالماء الساخن ثم تجفف طوال الليل في فرن على درجة ١٠٠ – ١١٠ °م في طبق مكشوف من الألومنيوم مسطح القاع وله غطاء يمكن إحكام قفله – يبرد الطبق بعد وضع الغطاء لمدة ساعة في مجفف ثم يوزن بمحتوياته لأقرب ملليجرام .

الطريقة :

يوزن حوالي ٥٠ جرام من العينة المجهزة إلى أقرب ١٠ ملليجرام في كاس سعة ٤٠٠ ميلليلتر ويضاف مثلها من الماء أو أكثر حسب نوع العصير وتزاد كمية الماء للضعف في حالة العصير المركز – ويخلط الجميع جيدا ثم يغلي المحلول لمدة ١٠– ١٥ دقيقة مع تعويض الماء المفقود بالتبخير – يرشح الناتج في قمع بخنر خلال القطن المجهز مع مراعاة عدم التصاق المواد الصلبة غير الذائبة بواسطة الترشيح بالكأس – يغسل القمع بواسطة ٨٠٠ ميلليلتر من الماء الساخن ثم تشغل المضخة للتخلص من بقايا الماء – تنقل جميع المواد غير الذائبة إلى طبق الوزن الأصلي بمساعدة قطعة معروفة الوزن من القطن المجهز إذا لزم ذلك .

يجفف الطبق بمحتوياته طول الليل على درجة ١١٠ °م ويبرد لمدة ساعة في مجفف ثم يوزن وتحسب نسبة المواد الصلبة غير الذائبة في الماء .

٣- تقدير المواد الصلبة الكلية : TS :

يجهز مسحوق حجر الخفاف على درجتين من النعومة بحيث تمر إحدى الدرجتين من منخل مقاس فتحته ١٠٠٠ ميكرون مع التجاوز بنسبة ± ٥% وقطر السلك : ٥٨ ميكرون والثانية تمر في منخل مقاس فتحته ٥,٦٦ ملليمتر مع التجاوز بنسبة ± ٣% وقطر السلك ١,٦٨ ملليمتر ولا تمر من المنخل الأول ويوضع كلاهما لمدة ٨ ساعات في حمض الكبريتيك (١ : ٤) على حمام بخار – ويغسل المسحوقان تماما لتخليصهما من الحمض ثم يسخنان لدرجة الاحمرار وتجهز طبقة سمكها ٣مم من المسحوق الأول في قاع طبق مسطح قطره ٦٠مم ويوضع فوقها

طبقة سمكها ٦ – ١٠ مم من المسحوق الثاني ويجفف الطبق بمحتوياته ثم يوزن في الطبق كمية من العينة المجهزة وفي حالة العصير المركز يخفف بوزن معلوم من الماء بحيث تصبح المواد الصلبة بها من ١٠ – ٣٠% وبحيث تترك حوالي ١ جم من المادة الجافة عقب التجفيف مع مراعاة السرعة في الوزن .

تبخر العينة على حمام مائي ثم يتم التجفيف للعينة في فرن مفرغ على درجة ٧٠ °م وتحت ضغط لا يتجاوز ٥٠مم زئبق ويستمر التجفيف حتى لا يزيد الفرق بين وزنتين بينهما ساعتان عن ٢ مجم مع مراعاة إمرار تيار من الهواء الجاف في الفرن لضمان التخلص من بخار الماء .

ملحوظة :

إذا قلت نسبة المواد الصلبة الكلية المقدرة بهذه الطريقة عن مجموع المواد الصلبة الذائبة في الماء يعتبر مجموعهما هو المواد الصلبة الكلية الملزمة للمنتج .

فوائد تقدير المواد الصلبة الكلية :

يرتبط تقدير المواد الصلبة الكلية والمواد الصلبة القابلة للذوبان في الماء مع ما تحتويه معظم الفاكهة من مكونات أساسية مغذية هي في الأساس من المواد السكرية والبروتينية والي لها قيمة غذائية عالية – وكذلك فإن زيادة نسبة المواد الصلبة الذائبة والذى يمثلها السكريات تعتبر أحد عناصر حفظ عصائر الفاكهة – وكذلك نوعيات المربي المختلفة .

التدريب العملي :

أمامك عينات مختلفة من العصائر. والمطلوب تقدير :

أ- المواد الصلبة الكلية .

ب-المواد الصلبة القابلة للذوبان في الماء .

اختبار رقم (٣١)

تقدير الـ pH ، والحموضة الكلية Total Acidity

قياس الرقم الأيدروجيني pH :

- تحضير المحلول المنظم فثالات البوتاسيوم الحمضي (٠,٢ جزئ) .
- يذاب ٤٠,٨٢٦ جرام من فثالات البوتاسيوم بويد ك٨ يد٤ أ٤ المجففة لمدة ساعتين على درجة ١٢٥ °م في الماء ويكمل المحلول إلي لتر واحد .
- يضاف محلول أيدروكسيد صوديوم ٠,٢ جزىء .
- يحفظ المحلول في زجاجة مقفلة لمنع التبخر مع الإحتياط من التلوث بالفطر .
- يستخدم ٥٠ مل من محلول الفثالات عند درجة ٢٠ °م بالإضافة إلى ٢٣,٦٥ مل من محلول الصودا .
- الرقم الايدروجينى لهذا المحلول هو ٥ pH٠
- يضبط جهاز القياس باستعمال محلول فثالات البوتاسيوم الحمضي قبل وبعد الاستعمال ويمكن استعمال أي محلول منظم أخر معلومة درجة تركيز أيونه الهيدروجيني طبقاً للجداول الموجودة فى الملاحق الخاصة بإعداد المحاليل المنظمة .

ويراعي إستعمال قطبي الزجاج والكالومل ، ترشح العينة وتؤخذ قراءة الرقم الأيدروجيني لها علي الجهاز السابق ضبطه على درجة ٢٠ °م .

تقدير الحموضة :

يخفف ١٠,٠ جرام من العينة إلى حوالي ٢٥٠ ملليمتر بالماء المقطر السابق غليه وتبريده قبيل التجربة ثم يعاير بمحلول عشر عياري من هيدروكسيد الصوديوم وباستعمال ٠,٣ ملليمتر من محلول ١% فينولفثالين في كحول متعادل لكل مائة ميلليلتر من المحلول. وتسجل النتيجة كحمض ستريك أومالياك أو طرطريك لكل مائة جرام من العينة باعتبار أن :

كل ١ ميلليلتر ٠,١ ع ص أ يد :

= ٠,٠٠٨٩ جرام حامض لاكتيك فى الحبوب ومنتجاتها .

= ٠,٠٠٧٠٠٩ جرام حمض ستريك فى حالة الموالح .

= ٠,٠٠٦٧ جرام حمض ماليك فى حالة التفاح والكمثرى والخوخ .

= ٠,٠٠٦٤ جرام حمض طرطريك فى حالة العنب .

وإذا كان لون المحلول يتداخل مع لون درجة تعادل الفينولفثالين تنقل كمية معلومة من المحلول قبل إتمام درجة التعادل (حوالي ٢ – ٣ ملليمتر) وتخفف بماء متعادل سبق غليه وتبريده لحوالي ٢٠ مل ففي هذا المحلول المخفف الأخير ، يكون اللون ضعيفا باهتا للغاية لدرجة تسهل رؤية لون الفينولفثالين .

فإذا ثبت عدم الوصول لدرجة التعادل يعاد المحلول المخفف الأخير للمحلول الأصلي ويضاف مزيد من المحلول القلوي وتكمل المعايرة بنفس الطريقة حتى الوصول لدرجة التعادل .

فوائد تقدير الـ pH :

يعتبر مقياسا هاما عن مدى سلوك السوائل – والعصائر من ناحية درجة الحموضة – وهو أمر يتعلق بطبيعة الفاكهة وكذلك بطبيعة معظم الأغذية – وحيث نجد أن هناك أمثلة على أغذية ومشروبات ذات درجة حموضة منخفضة – وأخرى قرب التعادل عند pH 7.0 وأخرى تتصف بالاتجاه نحو القلوية عندما يزيد الرقم عن pH 7.0 .

فوائد تقدير الحموضة :

تقدير الحموضة على علاقة أيضا بطبيعة الغذاء ومدي تعرضه لتغيـرات غير طبيعية أو تغيرات أنزيمية ساعدت على تحلل المواد المسببة للحموضة مثـال الأحماض الأمينية – أو الأحماض الدهنية المنفردة وخلافه .

التدريب العملي :

أمامك عينات من العصائر – والمربي. والمطلوب تقدير درجة الـ pH بها وكذلك الحموضة الكلية .

اختبار رقم (٣٢)

تقدير حمض الأسكوربيك (فيتامين ج) Ascorbic Acid

الكواشف والمحاليل :

١- محلول حمض الميتافوسفوريك والخليك المستخدم للتثبيت والاستخلاص :

يذاب ١٥ جم من كريات حمض الميتافوسفوريك يد فوأ- أو من نفس الحمض في هيئة أصابع بعد طحنها قبيل تحضير المحلول – في ٤٠ مل حمض الخليك و ٢٠٠ مل ماء ثم يكمل المحلول بالماء إلى حوالي ٥٠٠ مل ويرشح بسرعة ويحفظ في زجاجة لها غطاء زجاجي – داخل الثلاجة لمدة لا تزيد على سبعة أيام .

٢- محلول صبغة الإندوفينول :

يذاب ٠,٠٥ جرام من ٢ : ٦ ثاني كلوريد الفينول إندوفينول الصوديومى (ايستمان رقم ٣٤٦٣ المحفوظ في مجفف فوق صودا الجير) – في ٥٠ مل ماء يحتوي ٤٢ ملليجرام بيكربونات الصودا – يرج المحلول بعنف حتى يتم الذوبان للصبغة ثم يكمل المحلول إلى ٢٠٠ مل بالماء ويرشح في زجاجة غامقة اللون لها غطاء زجاجي – تقفل الزجاجة وتحفظ بعيدا عن ضوء الشمس داخل ثلاجة .

ملحوظة :

قد يحدث تحلل في مادة الصبغة وهي جافة أو في المحلول بمضي الوقت ، وللتأكد من سلامة محلول الصبغة قبل إستعماله ، يضاف ٥ مل من محلول الاستخلاص الحمضي (١) تحوي كمية زائدة من حمض الاسكوربيك إلى ١٥ مل من محلول الصبغة (٢) فإذا لم يكن المحلول المختزل عديم اللون تماما ، يهمل محلول الصبغة ويحضر محلول جديد .

٣- محلول حمض الأسكوربيك القياسي :

– يوزن بدقة حوالي ١٠٠ ملليجرام من حمض الاسكوربيك المطابق لدستور الأدوية المصري ± ٠,١ ملليجرام) وينقل إلى دورق عياري سعة ١٠٠ مل ويكمل الدورق للعلامة بمحلول حمضى الميتافوسفوريك والخليك (١) ثم يقدر تركيز محلول الصبغة فورا كما يلي :

- تنقل ثلاثة أحجام من محلول حمض الأسكوربيك القياسي كل منها ٢ مل إلى ثلاثة دوارق مخروطية سعة كل منها ٥٠ مل والتي يحتوي كل منها على ٥ مل من محلول حمض الميتافوسفوريك والخليك .

- تتم المعايرة فورا باستخدام محلول الصبغة الموضوع في سحاحة سعة ٥٠ مل حتى ظهور اللون الرمادي الأرجواني الخفيف الواضح والذى يبقى لمدة خمس ثوان على الأقل – (يلزم حوالي ١٥ مل من محلول الصبغة لكل معايرة ويجب أن ينحصر الفرق بين المعايرات الثلاثة في نطاق ٠,١ مل) .

- وبنفس الطريقة تجري ثلاث اختبارات ضابطة يتكون كل منها من ٧ مل محلول حمض الميتافوسفوريك والخليك بالإضافة إلى حجم من الماء يمثل حجم محلول الصبغة المستعمل في المعايرة – المباشرة وبعد طرح متوسط التجارب الضابطة (حوالي ٠,١ مل) من متوسط المعايرات يحسب تركيز محلول الصبغة كعدد الملليجرامات من حمض الأسكوربيك التي تكافئ ١ مل من محلول الصبغة – ويراعي تقدير تركيز محلول الصبغة يوميا باستعمال محلول جديد من حمض الأسكوربيك القياسى .

الطريقة :

- تمزج عينة العصير وترج جيدا ثم ترشح باستعمال قطن ماص أو ورق ترشيح سريع – يمزج ١٠٠ مل من العينة المجهزة على الأقل مع حجم مماثل من محلول حمضي الميتافوسفوريك والخليك ثم يرشح الجميع بسرعة باستعمال ورق ترشيح مطبق .

- تجرى المعايرة على كميات من المحلول المرشح كل منها ١٠ مل وتصحح نتائج المعايرة بإجراء تجارب ضابطة يستخدم فيها الأحجام المناسبة من المحلول الحمضي والماء .

- تقدر النتيجة كعدد ملليجرامات حمض الأسكوربيك الموجودة في كل ١٠٠ مل من عينة العصير .

فوائد التقدير :

- حمض الأسكوربيك هو أحد الفيتامينات الهامة الموجودة في المـوالح والجوافـة وبعض الخضروات الأخرى وله قيمة غذائية وصحية معروفة .

التدريب العملي :

أمامك عينات من عصائر البرتقال – والجوافة ، والمطلوب تقـدير هـذا الفيتامين في هذه العينات .

اختبار رقم (٣٣)

تقدير الزرنيخ " كثالث أكسيد الزرنيخ " Arsenic

الجهاز المستعمل :

- جهاز جوتزيت لتقدير الزرنيخ – شكل رقم (٦–٨) .
- دورق كلداهل .

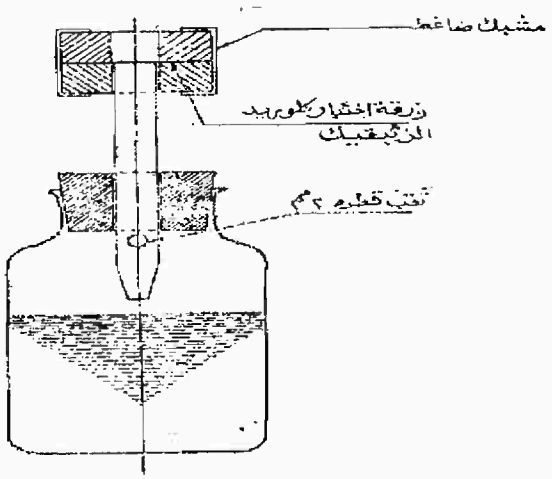
الكيماويات :

- حمض كبريتيك.
- حمض نيتريك.
- إكسالات النشادر.
- محلول هيدروكسيد الصوديوم ٢٥%
- حمض هيدروكلوريك مركز
- محلول يودور البوتاسيوم.
- كلوريد قصديروز (٤٠% في حمض هيدروكلوريك)
- زنك معدني

ويراعي أن تكون جميع هذه الكواشف خالية من الزرنيخ .

طريقة العمل :

١- تجهيز العينة للكشف عن وجود الزرنيخ بأخذ حجم معين منها ووضعه في دورق كلداهل وتجري عليها عملية التحطيم الرطب بواسطة حمض الكبريتيك والنيتريك. يستمر في عملية الأكسدة بواسطة حمض النيتريك إلى أن نحصل على محلول عديم اللون تقريبا وتتصاعد أبخرة ثالث أكسيد الكبريت يضاف بعض الماء وأكسالات النشادر ويسخن لطرد جميع أبخرة النيتروجين تماما .



شكل رقم (٦-٨) جهاز تقدير الزرنيخ

٢- يبرد المحلول ويخفف إلى حجم معين. يؤخذ منه مقدار معين (٢٠ مل) ويوضع في جهاز جوتزيت ويعادل الحمض الموجود (حمض كبريتيك) بمحلول هيدروكسيد الصوديوم ٢٥% ثم يضاف بعد ذلك ٥ مل من حمض الأيدروكلوريك المركز أيضا ثم ٥ مل من محلول يودور البوتاسيوم وبضع نقط من كلوريد القصديروز ، ٥ جم من الزنك المعدني وتغطى زجاجة جوتزيت بغطائها الذى يخترقه أنبوبة زجاجية طويلة تحتوي على ورقة خلات رصاص (لامتصاص غاز كبريتور الهيدروجين إذا تصاعد) وفي طرف الأنبوبة العلوي توجد ورقة كلوريد أوبروميد الزئبقيك المحصورة بين غطائين من الكاوتشوك ممسوكين بماسك خاص .

٣- يترك الجهاز لمدة نصف ساعة على الأقل ثم تقارن البقعة المتكونة على ورقة كلوريد أوبروميد الزئبقيك بالبقع المتكونة من كميات قياسية معلومة من محلول الزرنيخ وبذا يمكن تقدير كميته .

تجرى تجربة ضابطة بإستخدام جميع الكواشف وبدون إضافة العينة للتأكد من خلو تلك الكواشف من الزرنيخ .

اختبار رقم (٣٤)

تقديـــر الرصـــاص Lead

الكواشف :

- حمض كبريتيك مركز .
- حمض نيتريك مركز .
- محلول مركز من خلات النشادر وأيدروكسيد الأمونيوم .
- محلول سيانيد البوتاسيوم ١٠% .
- محلول كبريتيد الصوديوم ١٠% .

ويجب أن تكون جميع هذه الكواشف خالية من الرصاص .

طريقة العمل :

- تجهيز العينة للكشف عن وجود الرصاص بتحطيم المـادة العضـوية بطريقـة التحطيم الرطب كما في الكشف عن الزرنيخ تماما أو بالترميـد مـع حمـض الكبريتيك في درجة حرارة لا تتعدى ٤٥٠°م .
- يستخلص المتبقي بالدورق أو البوتقة في حالة الترميد بمحلول مركز ساخن من خلات النشادر وأيدروكسيد الأمونيوم عدة مرات ويرشح ويجمع الراشـح فـي قارورة قياسية ذات حجم معروف. يؤخذ حجم معلوم في أنبوبة نسلر ثم يضاف إلى المحلول القلوي ١ مل من محلول سيانيد البوتاسيوم ١٠% لمنع تداخل أملاح المعادن الأخرى مثل الحديد والنحاس وغيرها في التفاعل ثم يكمل المحلول إلى ٥٠ مل بالماء ويضاف نقطتان من محلول كبرتيد الصوديوم ١٠% ويقلب جيدا بمرود زجاجي .
- في حالة وجود الرصاص نحصل على لون بني فاتح أو غامق حسـب الكميـة الموجودة ويمكن تقدير كمية الرصاص من مقارنة هذا اللون الناتج مـع اللـون الناتج من معاملة أحجام معلومة من محلول الرصاص القياسي بالطريقة السابقة.

- تجري تجربة ضابطة بإستخدام جميع الكواشف وبدون إضافة العينة للتأكد من خلو تلك الكواشف من الرصاص .

فوائد تقدير الزرنيخ والرصاص :

تعتبر من العناصر السامة للإنسان ويجب أن يخلو غذاء الإنسان المنتجات المصنعة من هذه العناصر – أو إذا تواجدت فإنها توجد بنسب لا تتجاوز أجزاء في المليون ، وهو ما يمكن أن ينص عليه فى مواصفات الأغذية والمنتجات المصنعة والتى تستخدم أثناء تصنيعها بعض الأجهزة أو الأدوات التى يدخل الرصاص فى تركيبها .

التدريب العملى :

أمامك عينات من النشا ــ والدقيق ــ والمطلوب تقدير مدى خلو هذه الأغذية من الرصاص والزرنيخ .