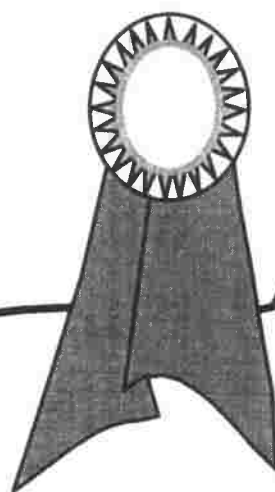


الباب الأولى

تحليل الزيوت والدهون



يد ٢ - ك - أيد - يبدأ ك - (ك يد ٢) ك يد - ك يد (ك يد ٢) ك يد - ك يد (ك يد ٢) ك يد ٣
 يد - ك - أيد + يد أ ك - (ك يد ٢) ك يد ٣ ← ك - ك - أ ك - (ك يد ٢) ك يد ٣
 يد ٢ - ك - أيد - يد أ ك - (ك يد ٢) ك يد ٣ ك - ك - أ ك - (ك يد ٢) ك يد ٣

جليسرول (٣جزىء حامض دهنى) ألفا أوليو ثنائى البالميتين aoleodipalmitin

[جزىء حامض أولييك]

+ [٢جزىء حامض بالميتيك]

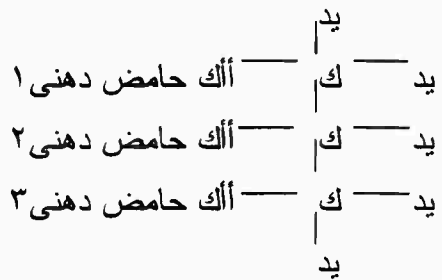
ويتكون الدهن فى الطبيعة من مزيج من جليسيرات متباينة بنسب مختلفة ومن أمثلة الجليسيريدات الشائعة البيوتيرين والكبروين والكبريلين والمرستين والبالمتين والإستيارين، ويعتبر الأوليين من أهم الجليسيريدات التى توجد بكمية وفيرة فى زيت الزيتون فيكسبه صفة السيولة علاوه على إحتوائه على جزء من كل من البالمتين والإستيارين بينما يحتوى الدهن الحيوانى على زيادة من البالمتين والإستيارين وقلة من الأوليين.

ويحتوى دهن اللبن على مزيج من مجموعة الدهون التى تبدأ بالبيوتيرين وتنتهى بالإستيارين علاوة على إحتوائه على الأوليين واللينولين.

ويتكون جزىء الدهن من اتحاد الحامض الدهنى مع الجليسيرول ويتكون الماء نتيجة لهذا التفاعل، وعلى ذلك فإن جزىء الدهن عند انحلاله مائيا بفعل الأحماض أو الإنزيمات يؤدى إلى إنفراد الحمض الدهنى المناظر وكذلك الجليسيرول. ولما كانت الدهون فى الطبيعة مزيجا من الجليسيريدات فإن الإنحلال المائى لها يؤدى إلى تكوين عدد كبير من الأحماض الدهنية إلى جانب الجليسيرول.

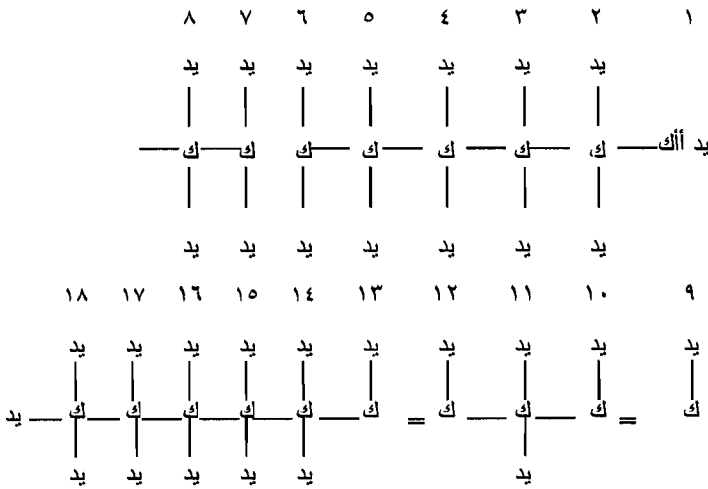
الأحماض الدهنية

ويبلغ الوزن الجزيئي لجزء الجليسيرول فى ثلاثى الجليسيريد ٤١ ويختلف وزن الجزء الباقى من الجزء المكون من الأحماض الدهنية باختلاف الزيوت فيتراوح بين ٦٥٠ إلى ٩٧٠، أى تبلغ نسبة وزن الأحماض الدهنية فى الجليسيريد من ٩٤ إلى ٩٦% من الوزن الجزيئى للجليسيريد.



ونظرا لأن الأحماض الدهنية هى الجزء النشط بجانب أنها تكون معظم وزن الجليسيريد فإنها تؤثر على صفات الجليسيريدات، ويمكن فهم خواص الدهون والزيوت من دراسة الأحماض الدهنية الموجودة التى تدخل فى تركيبها والأحماض الدهنية الموجودة فى الطبيعة عموما مركبات أليفاتية أحادية القاعدية تحتوى بدون استثناء على مجموعة كربونيل (ك = ١) توجد فى نهاية السلسلة الأيدروكربونية غير المتفرعة. والحامض الذى يشذ عن ذلك هو حامض الأيسوفاليرك. والأحماض الدهنية الموجودة فى الطبيعة تحتوى على عدد زوجى من ذرات الكربون وتختلف هذه الأحماض عن بعضها فى عدد ذرات الكربون فى سلسلها وفى عدد ومواقع الروابط المزدوجة بينها وتضع تسمية جنيف Geneve non enclature الأسس ليدل اسم الحامض على تركيبه الكيميائى وتبعا لذلك فإن عدد ذرات الكربون يمكن الدلالة عليه بواسطة مقدم كلمة يونانى Greek Prefix فمثلا الأحماض التى تحتوى على ١٢

١٤، ١٦، ١٨ ذرة كربون تأخذ مقدمات الكلمات الآتية Dodec للعدد ١٢، Tetradec للعدد ١٤ Hexalec للعدد ١٦، Octadec للعدد ١٨، ويمكن معرفة أن الأحماض الدهنية مشبعة بواسطة وضع المقطع anoic فى نهاية الاسم أما بالنسبة للأحماض الغير مشبعة فيوضع المقطع enoic فى نهاية الاسم ويسمى حامض البالميتيك تبعاً لذلك باسم حامض هكساديسانويك Hexadecanoic acid كما يمكن معرفة عدد الروابط المزدوجة فى الأحماض الدهنية بواسطة مقطع يوضع قبل الاسم فيصبح حامض اللينولييك Linoleic acid وبه رابطتان مزدوجتان باسم dienoic acid بينما يصبح حامض الينوليك Linoleic acid وبه ثلاث روابط مزدوجة Trienoic acid ويستدل على موضع الرابطة المزدوجة بكتابة رقمى ذرتى الكربون التى تقع بينهما الرابطة المزدوجة. أو تكتب أرقام ذرات الكربون التى تسبق الروابط المزدوجة وعند ترقيم ذرات الكربون تعتبر ذرة الكربون فى مجموعة الكربوكسيل هى ذرة الكربون رقم واحد ثم ترقم ذرات الكربون المسلسلة بعد ذلك بالترتيب.

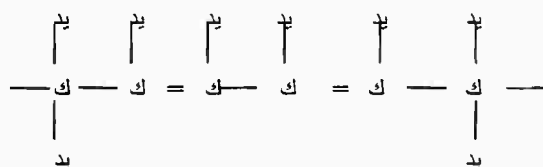


٩ : ١٠ ، ١٢ : ١٣ حامض أكتاديسادايونيك (لينولييك) .

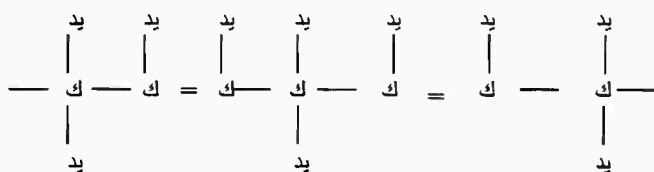
octa deca dienoic 9 : 10 . 12 : 13 حامض أوكتاديسادايونيك

(لينولييك)

والأحماض الدهنية التي تحتوى على أكثر من رابطتين مزدوجتين ويطلق عليها اسم nonconjugated تكون فيها الروابط المزدوجة فى سلسلة الكربون منفصلة بواسطة رابطتين أحاديتين على الأقل، وهذه تفترق عن الأحماض ال conjugated التي تتبادل فيها الروابط المزدوجة الأحادية بين ذرات كربون معينة.



سلسلة حامض دهني Conjugated (الروابط المزدوجة متبادلة مع روابط أحادية)



سلسلة حامض دهني noncoujngated (الروابط المزدوجة منفصلة بواسطة رابطتين أحاديتين).

ويقدر نشاط الحامض غير المشبع بموضع وعدد الروابط المزدوجة فوجود رابطتين مزدوجتين تفصلهما مجموعة مثيلين واحد (ك يد ٢) يسبب نشاطا

فى التفاعلات عن وجود رابطتين مزدوجتين على مسافة بعيدة من بعضهما
والأحماض الدهنية التى تتبادل فيها

الروابط المزدوجة مع رابطة أحادية (conjugated) وأستراتها تكون سريعة
فى تفاعلات خاصة مثل تفاعلات التجمع Polymerization.

والأحماض الدهنية ذات الرابطة المزدوجة الواحدة يمكن أن توجد فى
الصورة السس cis أو فى الصورة الترانس trans وتسبب الرابطة الترانس
عدم انتظام شكل السلسلة المستقيم كما أنها تسبب ارتفاع درجة الذوبان
وتسبب تقليل النشاط فى التفاعلات.

وتزداد احتمالات عدد المتشابهات من trans cis بزيادة عدد الروابط
المزدوجة. فالحامض ذو الرابطتين المزدوجتين يمكن أن يوجد فى أربع
صور ، فى حين أن الحامض ذى الثلاث روابط المزدوجة يمكن أن يوجد
فى ثمانى صور: وعلى العموم يمكن تحويل الأحماض السس CIS إلى
المتشابهة الترانس Trans خلال بعض المعاملات الصناعية.

ويقاس مقدار عدم التشبع للدهن أو الخليط الأحماض الدهنية بواسطة اختبار
الرقم اليودى Iodine Value. كما يقدر متوسط الوزن الجزيئى بواسطة
اختبار التصبن Saponification أو بما يتممه من اجراء اختبار التعادل
Neutralization Value وتوجد أحماض دهنية أخرى بها روابط ثلاثية أو
حلقات كربون مقفولة.

وتنقسم الأحماض إلى مجموعتين:-

(أ) الأحماض الدهنية المشبعة وهى الأحماض التى يحتوى الجزىء منها على كل ما يلزم من الأيدروجين الذى يستطيع الاتحاد به والرمز العام لها:
ك ن يدين أ

(ب) الأحماض الدهنية غير المشبعة وهى التى يحتوى الجزىء منها على أقل مما يلزمه من الأيدروجين وفيه تتصل ذرات من الكربون ببعضها برابطة مزدوجة أو أكثر. وتسمى مجموعة الأحماض الدهنية غير المشبعة والتى تحتوى على رابطة واحدة مزدوجة بمجموعة الأولييك لأن حمض الأولييك هو أهم أحماض تلك المجموعة والرمز العام لها:
ك ن يدين — أ٢

أما مجموعة الأحماض الدهنية غير المشبعة التى تحتوى على رابطتين مزدوجتين فتسمى بمجموعة اللينولييك ورمزها العام:
ك ن يد — أ٤

أما المجموعة الأحماض الدهنية غير المشبعة التى تحتوى على ثلاث روابط مزدوجة فتسمى اللوليونيك ورمزها العام:
ك ن يدين — أ٦

ونقطة الإنصهار للأحماض الدهنية المشبعة أعلى منها لغير المشبعة التى تحتوى على نفس العدد من ذرات الكربون، فحمض الإستياريك مشبع (يحتوى على ١٨ ذرة كربون) ويوجد فى حالة صلابة ودرجة انصهاره ٦٩,٤م ، بينما حمض الأولييك وهو غير مشبع (يحتوى على ١٨ ذرة

كربون أيضاً) يوجد فى حالة سائلة ودرجة انصهاره ١٤٠م. وهذه الصفات تنتقل إلى الجليسيريدات المناظره والدهون فى الطبيعة تجمع بين جليسيريدات مشبعة وغير مشبعة، وتتفاوت نسب كل منها فى الدهون فتؤثر على صفاته العامه. فالدهون الصلبة هى التى تحتوى على نسبة عالية من الجليسيريدات المشبعة ونسبة منخفضة من غير المشبعة. أما الدهون اللينه أو الزيت فتحتوى على نسبة عالية من الجليسيريدات غير المشبعة وتحتوى الدهون والزيوت الخام على مواد ضئيلة أخرى غير الجليسيريدات قد تزال تماماً خلال عملية التكرير وبذلك تختفى من المنتج النهائى.

الصفات الطبيعية للدهون والأحماض الدهنية:

١- الصفات الزيتية واللزوجة oiliness & Viscosity.

تعتبر مقدرة الزيوت والدهون على تكوين طبقات رقيقة للتزييت من أهم صفاتها وهى تشبه فى ذلك الأيدروكربونات الطويلة السلسلة وبالرغم من استخدام منتجات البترول فى تشحيم الماكينات بدلا من الزيوت إلا أن أهمية بعض الزيوت الغذائية فى عملية التزييت لازالت تحتل مكانا مرموقا وعموما تقل لزوجة الزيوت قليلا بزيادة درجة عدم التشبع وانخفاض الوزن الجزئى لأحماضها والعكس صحيح.

٢- التوتر السطحى Surface Tension:

يزداد التوتر السطحى للأحماض الدهنية بزيادة طول السلسلة ويبلغ التوتر السطحى على درجة ٧٠م للأحماض التى عدد ذرات الكربون لها ٤

$$١٢ك، ٢٥,٢ = ١٠ك \quad ٢٣,٧ = ٨ك \quad ٢٣,٤ = ٦ك, \quad ٢٢,٣ =$$

$26,6 = 14$ ك، $27,6 = 14$ ك، $28,2 = 16$ ك، $28,9 = 18$ ك داین /سم

كما يقل التوتر السطحي بزيادة درجة الحرارة.

٣-الكثافة و التمدد Density & Expansibility.

تزداد كثافة كل من الأحماض الدهنية والدهون كلما قل وزنها الجزيئي وكلما ازدادت درجة عدم تشبعها.

٤-درجة الإنصهار Melting Point.

تزداد درجة الإنصهار بازدياد طول السلسلة للحامض الدهنى وتقل كلما زادت درجة عدم التشبع.

٥- درجات التدخين والإشتعال والإحتراق Smoke ,Flash and fire point تعتبر درجات التدخين والإشتعال والإحتراق مقاييس لدرجة ثبات المواد الدهنية عند تسخينها فى وجود الهواء ودرجة التدخين Smoke Point هى درجة الحرارة التى تظهر عندها نواتج الهدم بكمية كافية للعين المجردة. ودرجة الإشتعال Flash Point هى درجة الحرارة التى تتصاعد معها نواتج الهدم بدرجة تجعلها تحترق ولكن بدون أن تساعد على الإحتراق. ودرجة الإحتراق Fire Point هى درجة الحرارة التى عندها تساعد المواد السائلة الذكر على حدوث احتراق مستمر والأحماض الدهنية أقل ثباتا من الجليسيريدات ولذلك فإن درجات التدخين والإشتعال والإحتراق للزيوت العادية تتوقف على محتوياتها من الأحماض الدهنية المنفردة وتختلف درجة التدخين لزيت بذرة القطن أو الفول السودانى من ٢٠٠ف عندما تحتوى على

أحماض دهنية منفردة ١٠٠% إلى ٤٥٠ف إذا كانت نسبة الأحماض المنفردة بها ٠,٠١% وتختلف درجة الإشتعال لهذين الزيتين من ٣٨٠ إلى ٦٥٠ف كما تختلف درجة الإحتراق من ٤٣٠ - ٦٨٥ف والزيوت المحتوية على أحماض دهنية ذات أوزان جزيئية صغيرة تنخفض درجات تدخينها واشتعالها واحتراقها مثل أحماض زيت جوز الهند.

٦- الذوبان والإمتزاج Solubility and miscibility.

تمتزج الدهون والأحماض الدهنية على درجات حرارة أعلى من انصهارها مع مجموعة مختلفة من الأيدروكربونات و الأسترات والكيونات بينما يتميز حامض ريسينولييك في زيت الخروع والذي يحتوى على مجموعة أيدروكسيل حره بإمتزاجه بالمذيبات العضوية مثل الأيدروكربونات ذات السلسلة المستقيمة امتزاجا غير تام على درجات الحرارة العادية ولكن يزداد امتزاجه كلما ارتفعت درجة الحرارة.

٧- الصفات الضوئية Optical properties.

ويعتبر قياس معامل الإنكسار الضوئى من الإختبارات الهامة السريعة فى تصنيف الزيوت غير المعروفة المصدر وكذلك فى ملاحظة درجة الهدرجة.

" أهم الزيوت المستخدمة فى الغذاء "

١- زيت بذرة القطن: له رائحة وطعم قويين ومميزين ولونه بنى محمر لوجود مواد ملونه استخلصت من البذور وبعد تكرير الزيت الخام بالاصودا الكاوية والتبييض وإزالة الرائحة نحصل على زيت مواصفاته جيدة من حيث الحموضة واللون ورقم البيروكسيد.

٢-زيت الفول السوداني: لونه أصفر فاتح وله طعم ورائحة مميزين للفول السوداني.

٣-زيت الزيتون: ويتميز بلونه الأصفر المخضر ورائحته وطعمه المقبولين ويستهلك بخلاف الزيوت الأخرى بدون تكرير أو إزالة رائحة أو أى معاملات أخرى.

٤-زيت النخيل: وهو الزيت المستخرج من لب ثمرة نخيل الزيت حيث يحتوى اللب على ٥٠% زيت ذو رائحة مقبولة ومتميزة.

٥-استيارين النخيل.

٦-أولين النخيل وهناك خلطات بنسب متفاوتة قد تم خلطها للوصول إلى درجات انصهار متباينة تستخدم فى صناعة المسلى والشورتج وذلك من استيارين النخيل وأولين النخيل وكذلك استيارين النخيل وزيت النخيل وقد تم توقيع هذه الخلطات على منحنى رقم ١ ، رقم ٢.

٧-زيت عباد الشمس ولون الزيت الخام كهربانى فاتح يتحول إلى أصفر باهت بعد التكرير.

٨-زيت السمسم لونه يختلف من الكهربانى إلى الأصفر ويتحول بعد التكرير إلى لون أصفر باهت.

٩-زيت الذرة لونه كهربانى محمر وبعد تكريره يكون لونه أغمق من الخضروات الأخرى.

١٠-زيت بذرة الكتان والزيت الخام لونه أصفر غامق وله رائحة قوية مميزة.

١١- زيت فول الصويا لونه أصفر كهرمانى ويتحول إلى أصفر فاتح بعد التكرير ، وكل هذه الزيوت التى تم ذكرها يتم عليها وهى فى حالتها الخام بعد العصير أو الإستخلاص عمليات صناعية حتى تجعلها صالحة للإستهلاك الغذائى وهذه العمليات هى التكرير والغسيل للتخلص من الصابون المتكون والتجفيف والتبييض وإزالة الرائحة باستثناء زيت الزيتون لايعامل هذه المعاملات.

وفيما يلى نسبة الخلطات المتباينه من زيت النخيل واستيارين النخيل وكذلك استيارين وأولين النخيل .

١- يلاحظ أن درجة انصهار استيارين النخيل المستخدم ٥٣ م فى المنحنى رقم (١)

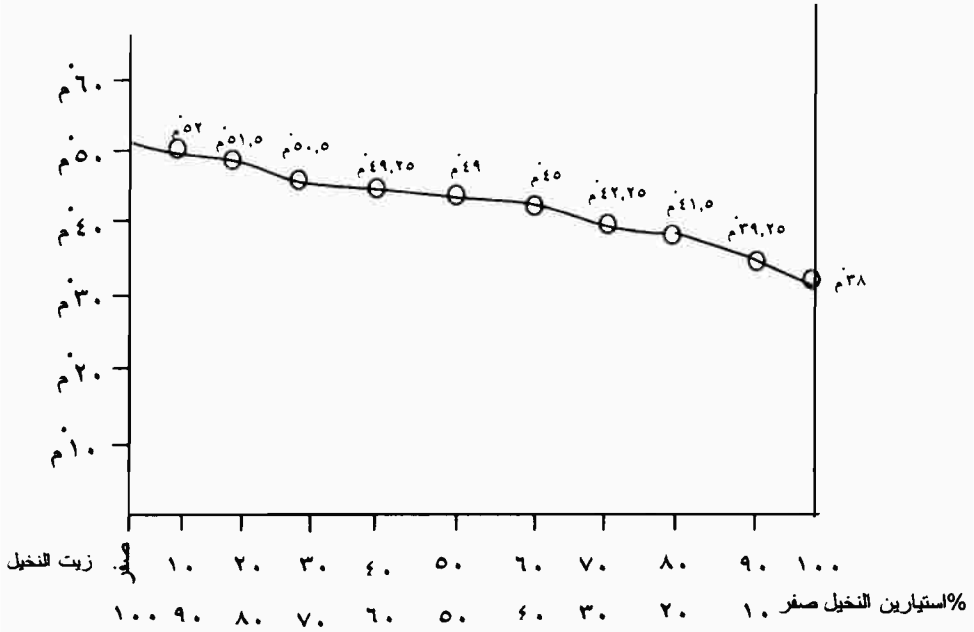
٢- يلاحظ أن درجة انصهار زيت النخيل المستخدم ٣٨ م وأولين النخيل انصهاره ١٩ م

٣- العينات مجففة قبل العمل ودرجة الحرارة عند سحب العينة المخلوطة تزيد ١٠ درجات عن درجة الانصهار المتوقعة .

نسب الخلط ودرجة الانصهار :

استيارين نخيل	زيت نخيل	درجة الانصهار
٩٠	١٠	٥٢ م
٨٠	٢٠	٥١,٥ م
٧٠	٣٠	٥٠,٥ م
٦٠	٤٠	٤٩,٢٥ م
٥٠	٥٠	٤٩ م
٤٠	٦٠	٤٥ م
٣٠	٧٠	٤٢,٢٥ م
٢٠	٨٠	٤١,٥ م
١٠	٩٠	٣٩,٢٥ م

نسبه الخلطات المتباينه من زيت النخيل واستيارين النخيل
من ١٠ الى ٩٠ % والعكس



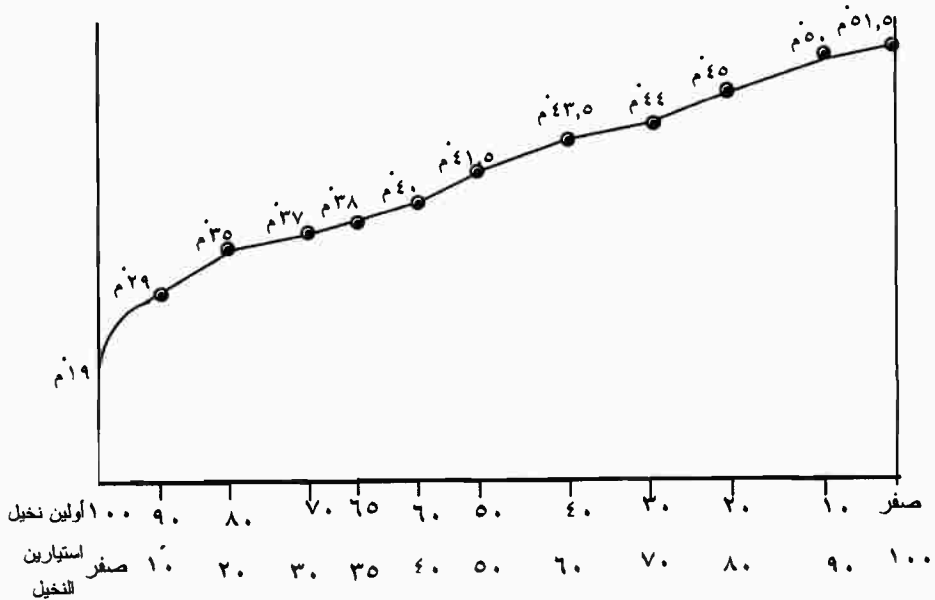
١- يلاحظ أن درجة إنصهار استيارين النخيل المستخدم ... ٥٣ م.

٢- يلاحظ أن درجة انصهار زيت النخيل المستخدم ... ٣٨ م .

٣- العينات مجففة قبل العمل ودرجات الحرارة عند سحب العينة المخلوطة
تزيد ١٠ درجات عن درجة الإنصهار المتوقعة.

منحنى رقم ٢

خليط مكون من استيارين نخيل سيولة ٥١,٥ م
وأولين نخيل سيولة ١٩ م



نسب الخلط ودرجات الانصهار

استيرين النخيل	أولين النخيل	درجة الانصهار
صفر	١٠٠	م ١٩
١٠	٩٠	م ٢٩
٢٠	٨٠	م ٣٥
٣٠	٧٠	م ٣٧
٣٥	٦٥	م ٣٨
٤٠	٦٠	م ٤٠
٥٠	٥٠	م ٤١,٥
٦٠	٤٠	م ٤٣,٥
٧٠	٣٠	م ٤٤
٨٠	٢٠	م ٤٥
٩٠	١٠	م ٥٠
١٠٠	صفر	م ٥١,٥

رقم الحموضة

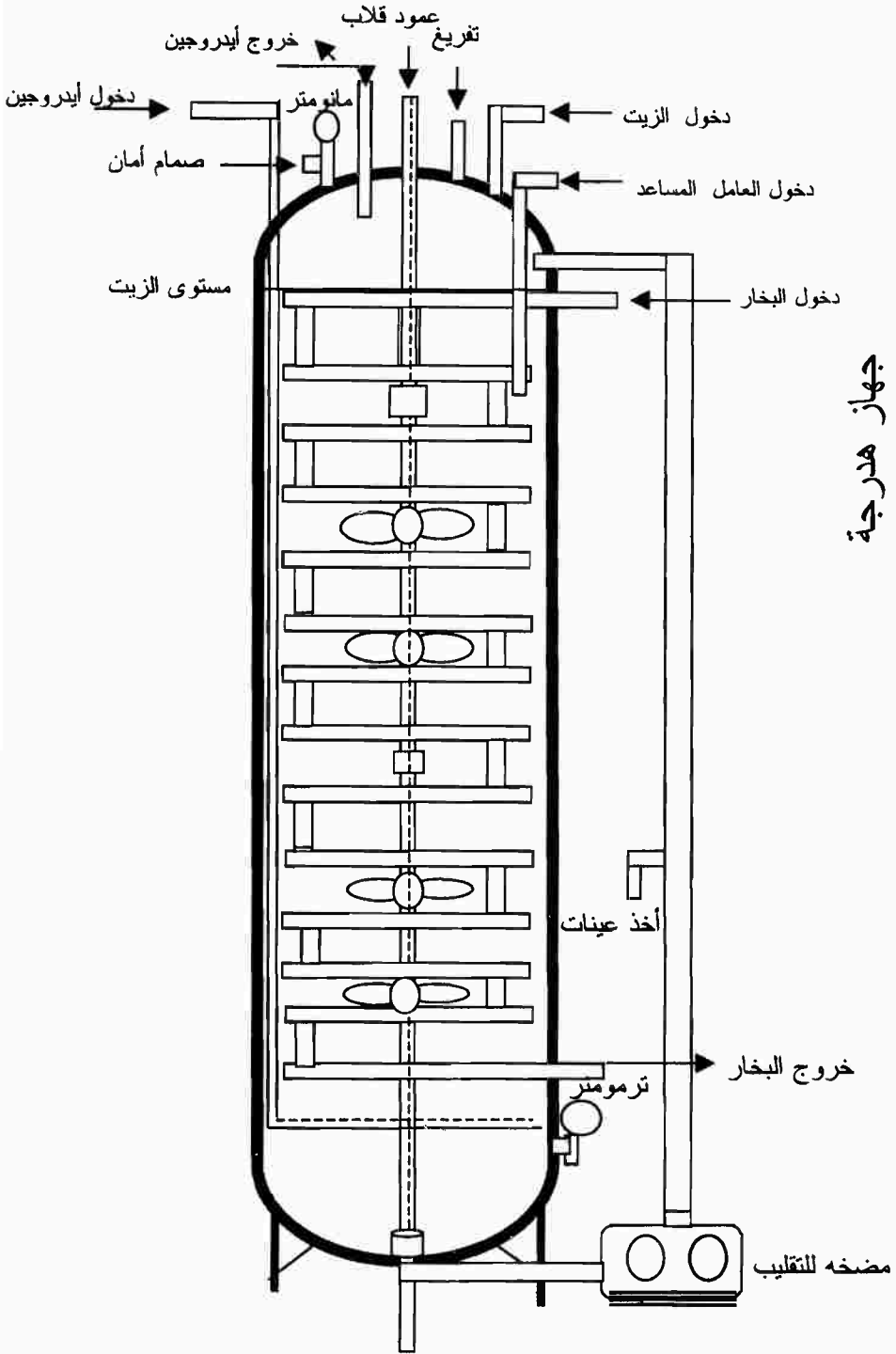
هو عدد المليجرامات من أيديروكسيد البوتاسيوم، المستهلك في معادلة الأحماض الدهنية في وزن معين من الزيت أو الدهن (١ جرام دهن):

الطريقة:

تجرى نفس الخطوات المتبعة في تقدير النسبة المئوية للحموضة.

$$\text{طريقة الحساب} = \frac{\text{عدد سم القلوي} \times \text{عيارية القلوي} \times ٥٦,١}{\text{الوزن}} = \text{درجة الحموضة}$$

جهاز هدرجة



٢- رقم التصبين

وهى عدد ملليجرامات أيدروكسيد البوتاسيوم اللازمة لتصبين جرام واحد من الزيت أو الدهن.
الطريقة:

١- تصهر العينة وترشح ثم أوزن وزنه تختلف باختلاف رقم التصبين للزيوت والدهون حسب الآتى:

- إذا كان رقم التصبين للزيوت والدهون من ١٩٠ - ٢١٠ أوزن ٣,٥ جم.
- من ٢١٠ - ٢٣٠ أوزن ٣,١ جم.
- من ٢٣٠ - ٢٥٠ أوزن ٢,٩ جم.
- من ٢٥٠ - ٢٧٠ أوزن ٢,٧ جم.
- من ٢٧٠ - ٢٩٠ أوزن ٢,٥ جم.

وفى جميع الحالات يجب أن تأخذ العينة ٤٥ - ٥٥% مما يأخذه البلائك ويجب ألا يقل مطلقا عن ٤٥% من محلول يد كل $\frac{1}{4}$ ع.

٢- بعد وزن العينة حسب النظام السابق أضف ١٠ سم كحول ايثايل ساخن ثم أضف ٥٠ سم محلول بوتاسا كحولية $\frac{1}{4}$ عيارى وغطى مباشرة ثم اغلى لمدة ساعة يلاحظ بعد انتهاء المدة أن يكون المحلول النهائى رائق تماما وهذا يدل على اكتمال عملية التصبين.

٣- برد ثم اغسل القمع المستخدم بدل المكثف العاكس واغسل أيضا جدران الدورق بالإيثانول المتعادل وخفف حتى يصل الحجم ٧٥ سم بالإيثانول ثم أضف ١ سم دليل فينولفثالين اعمل بلائك فى نفس الوقت عاير بمحلول الحامض حتى اختفاء اللون القرمزى.

طريقة الحساب = [(ب - ع) × عيارية الحامض × ٥٦,١]

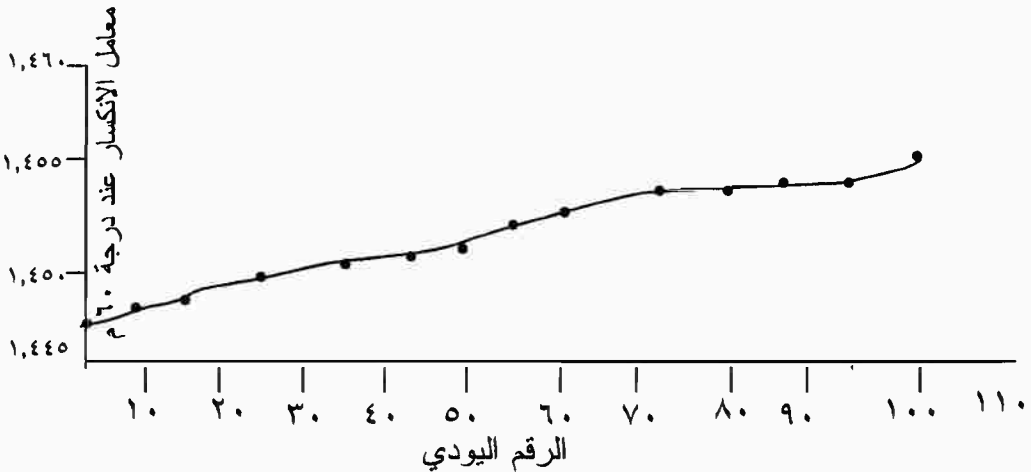
حيث أن ب = عدد سنتيمترات الحامض المستخدم في معايرة البلانك.

ع = عدد سنتيمترات الحامض المستخدم في معايرة العينة.

و = وزن العينة بالجرامات.

الرقم اليودي وكيفية تقديره

يتأثر الرقم اليودي بعملية الهدرجة نظرا لأن إضافة جزيء الأيدروجين تعادل إضافة جزيء من اليود وعامة يقل الرقم اليودي عند درجة الزيوت تبعا لكمية الهيدروجين الممتصة في حين لا تتأثر بعض صفات هذه الزيوت الأخرى التي ليس لها علاقة بعدم التشبع مثل رقم التصبن ورقم الأيدروكسيل وريخارت والمواد الغير متصبنة وتؤدي عملية الهدرجة إلى تقليل معامل الإنكسار وبالرغم من أن الارتباط بين الرقم اليودي ومعامل الإنكسار ليس دقيقا جدا لعينات مختلفة من زيت واحد فإنه يمكننا بمعرفة معامل الإنكسار معرفة الرقم اليودي للزيت المهدرج في حدود خطأ وحدة أو وحدتين. ويستخدم معامل الإنكسار نظرا لسهولة وسرعته في التحكم في درجة هدرجة الزيوت . ويبين الشكل التالي العلاقة بين الرقم اليودي ومعامل الإنكسار لزيت بذرة القطن.



٣-الرقم الیودی

هو عدد جرامات الیود التي تمتصها مائة جرام من الزيت أو الدهن.

الطريقة:

١- اصهر العينة لدرجة ٥٠م ورشح ثم استبعد أول كمية فى الترشيح وخذ الكمية

التالية لها ثم اوزن وزنه تتناسب والرقم الیودی كما هو موضح فيما یلى:

إذا كان الرقم الیودی من ١ - ١٥ تكون الوزنه ٢جم $\pm 0,0005$ جرام

إذا كان الرقم الیودی من ١٥ - ٣٠ تكون الوزنه ١جم $\pm 0,0005$ جرام

إذا كان الرقم الیودی من ٣٠ - ٥٥ تكون الوزنه $\frac{1}{3}$ جم $\pm 0,0002$ جرام

إذا كان الرقم الیودی من ٥٥ - ٧٥ تكون الوزنه ٠,٤جم $\pm 0,0002$ جرام

إذا كان الرقم الیودی من ٧٥ - ٩٠ تكون الوزنه ٠,٣٣٣٣ج $\pm 0,0002$ جرام

إذا كان الرقم الیودی من ٩٠ - ١٥٠ تكون الوزنه ٠,٢جم $\pm 0,0002$ جرام

إذا زادت العينة عن ١ جرام يضاف لها بعد الوزن ٢٠-٢٥ سم كلوروفورم

أما فى حالة إذا ما كانت أقل من ١ جرام يضاف لها ٥سم كلوروفورم.

٢- أضف ٥سم كلوروفورم على العينة الموزونه وجهاز دورق للبلانك أيضا

بإضافة ٥سم كلوروفورم.

٣- أضف ٢٥ سم من محلول ويجز لكل من الدورق المحتوى على العينة

والدورق المحتوى على البلانك.

٤- ضع العينة والبلانك فى مكان مظلم لمدة ٣٠ دقيقة.

٥- أخرج العينة ثم أضف ١٠ اسم ماء مقطر يستخدم جزء منها فى غسل الغطاء وجدران الدورق ثم عاير بعد إضافة ١٠ اسم يوديد بوتاسيوم ١٠% واستخدم اسم من دليل النشا ١% واستمر فى المعايرة حتى زوال اللون الأزرق.

كرر نفس طريقة المعايرة مع البلائك ودون القراءة ثم اطرح القرائتين.

طريقة الحساب = [(ب-ع) × عيارية ثيوكبريتات الصوديوم × ١٢,٦٩]

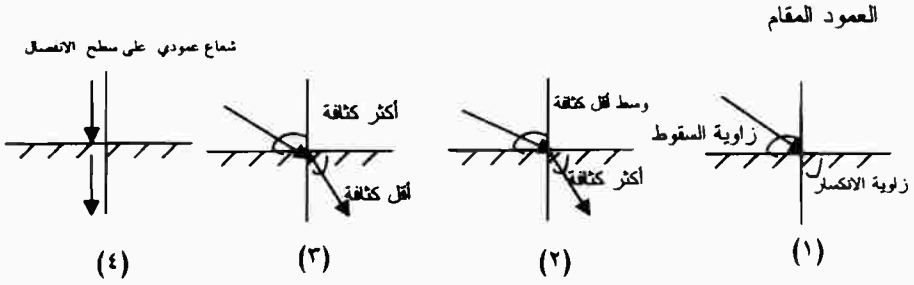
و

حيث أن ب = عدد سم محلول ثيوكبريتات الصوديوم المستخدم فى معايرة البلائك.

ع = عدد سم محلول ثيوكبريتات الصوديوم المستخدم فى معايرة العينة.

و = وزن العينة بالجرامات

(استخدام الرافركتوميترات فى تقدير معامل الإنكسار)



لكل مادة غذائية معامل إنكسار ثابت ومميز لها ويدل تغيره على انحراف هذه المادة عن خواصها الطبيعية والكيمائية المميزة لها ولذلك فإن معامل الإنكسار له أهمية كبيرة فى تحديد درجة نقاوة وجودة هذه المواد. وأيضاً فى معرفة نسبة المواد الصلبة الذائبة بهذه المواد وكذا كثافتها النوعية وتستعمل أجهزة الرافركتوميترات بكثرة فى مجال تحليل الأغذية.

الأساس العلمى لنظرية استخدام الرافركتوميترات

بنى عمل هذا الجهاز على أساس أنه إذا مر شعاع ضوئى من وسط إلى آخر ذو كثافة مختلفة فإن هذا الشعاع يعانى انكسار أى ينحرف عن اتجاهها الأصلى وهذا الانحراف أو الإنكسار يختلف مقداره وإتجاهه باختلاف كثافة الوسطين.

فإذا مر شعاع ضوئى خلال وسطين مختلفى الكثافة فإن الزاوية المحصورة بين الشعاع الساقط والعمود المقام على سطح الانفصال بين الوسطين المختلفى الكثافة تسمى بزاوية السقوط (أ) وهذا خلاف زاوية الإنكسار (ب) التى تعرف بأنها الزاوية المحصورة بين الشعاع المنكسر والعمود المقام على سطح الانفصال شكل (١) كما يبدو فى الرسم .

من الرسوم السابقة يتضح أن هناك أربعة حالات لإنكسار الشعاع المار خلال وسطين وهذه الحالات هى:

١-زاوية السقوط أكبر من زاوية الإنكسار (شكل ٢):

وهذه الحالة تنشأ فى حالة مرور شعاع من وسط أقل كثافة إلى وسط أكثر كثافة مما ينتج عنه أن الشعاع المنكسر يمر مقتربا من العمود المقام على سطح الانفصال.

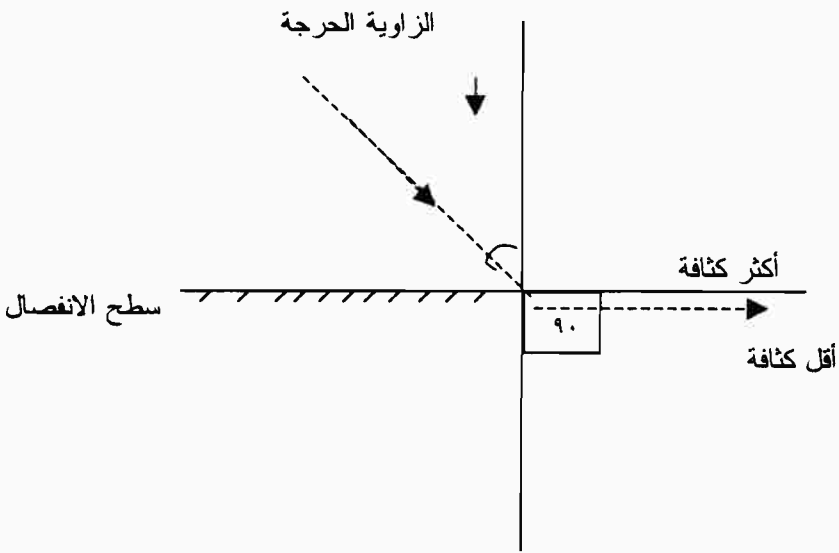
٢-زاوية السقوط أقل من زاوية الإنكسار (شكل ٣):

وينشأ ذلك نتيجة مرور شعاع من وسط أكثر كثافة إلى وسط أقل كثافة مما يؤدى إلى أن ينكسر الشعاع المار بعيدا عن العمود المقام على سطح الانفصال.

٣-يمر الشعاع الساقط عموديا على سطح الانفصال دون أن يعانى إنكسارا خلال الوسطين (شكل ٤).

٤- الزاوية الحرجة Critical angle:

وهي زاوية السقوط التي يقابلها زاوية انكسار مقدارها ٩٠ م درجة (شكل ٥).



(شكل ٥)

وتنتج هذه الحالة عند مرور شعاع من وسط أكثر كثافة إلى وسط أقل كثافة وعلى ذلك تكون زاوية الانكسار أكبر من زاوية السقوط ويزداد زاوية السقوط تزداد تبعا لذلك زاوية الانكسار حتى يصل مقدارها إلى ٩٠ . وفى هذه الحالة ينطبق الشعاع المنكسر على سطح الانفصال.

أما إذا زادت زاوية السقوط عن هذه الدرجة (أى زادت عن الزاوية الحرجة) فإن الشعاع ينعكس كلية ولا ينكسر. وفى حالة الزاوية الحرجة فإن :

معامل الانكسار = جيب زاوية السقوط / جيب زاوية الانكسار = جا زاوية السقوط / جا زاوية الانكسار = جا زاوية السقوط / جا زاوية ٩٠ .
وبما أن جيب الزاوية التى مقدارها ٩٠ = واحد صحيح = فعلى ذلك يكون معامل الانكسار فى حالة الزاوية الحرجة = جا زاوية السقوط / ١
إذن معامل الانكسار = جا زاوية السقوط.

وعلى هذا الأساس يتم بناء تصميم أجهزة الرفركتومترا وذلك بإستخدام الزاوية الحرجة فى تقدير معامل الانكسار.

ومعامل الانكسار يكون دائما ذو قيمة ثابتة بالنسبة لأى وسطين عند نفس درجة الحرارة ونفس طول موجة الضوء - حيث يقل معامل الانكسار للسوائل والمواد الصلبة كلما ارتفعت درجة الحرارة ويزداد بإنخفاضها. كما يزداد الانكسار فى اتجاه اللون البنفسجى من ألوان الطيف أى يختلف باختلاف طول الموجة الضوئية ويزداد معامل الانكسار كلما قل طول الموجة الضوئية.

وعادة ينسب معامل الإنكسار لأى مادة إلى الهواء فإن لم يكن الهواء هو أحد الوسيطين (كما فى حالة الرفركتومتر والذى يمر به الضوء من خلال الزجاج إلى السائل) فإنه فى هذه الحالة يجب أن تحول هذه القيمة لمعامل الإنكسار بحيث تعطى معامل الإنكسار منسوباً للهواء وذلك عن طريق استخدام المعادلة التالية.

معامل الإنكسار السائل منسوباً للهواء = معامل إنكسار الزجاج بالنسبة للهواء $\times$ معامل إنكسار السائل بالنسبة للزجاج.

إلا أنه يلاحظ أن التدرج الموجود بالرفركتومتر يوفر هذه العملية الحسابية حيث من خلالها يتم قراءة معامل الإنكسار للسائل منسوباً للهواء مباشرة. وأهم أنواع الرفركتومترات المستخدمة فى تحليل الأغذية ومجال الصناعات الغذائية عموماً رفاكتومتر أبى Abbe ورفراكتومتر زايس Zeiss.

مجال استخدام الرافركتومترات فى الزيوت والدهون:

يعتبر معامل الإنكسار للمواد النقية من الصفات الطبيعية المميزة لها كما أنه يتميز بالثبات وعلى ذلك فهو يستخدم بكثرة فى مجالات عديدة منها التعرف على المادة نفسها وكذا تركيزها بالإضافة إلى الكشف عن مدى نقاوتها وجودتها وعموماً تستخدم الرفركتومترات فى المجالات التالية وذلك فيما يخصنا فى صناعة الزيوت والدهون:

(أ) فى مجال الزيوت والدهون: حيث تتميز الزيوت والدهون بمعامل إنكسار لكل منها ذو قيمة ثابتة لا تتغير -وعلى ذلك فلكل زيت نقى معامل انكسار

خاص به وتغيره يدل على انحراف هذا الزيت عن خواصه الطبيعية والكيميائية نتيجة تعرضه للفساد أو غشه بزيت آخر.

(ب) كما يستخدم معامل الإنكسار كمقياس سريع لتتبع عملية هدرجة الزيوت الغذائية وتحديد وقت انتهاء عملية الهدرجة حيث يزداد معامل الإنكسار للزيوت بزيادة الرقم اليودى أى بزيادة عدم التشبع، كما يقل الإنكسار بزيادة تشبع الزيت بالهيدروجين أى أن الرقم اليودى ينخفض نتيجة التشبع- ويمكن من جداول خاصة معرفة الرقم اليودى المقابل لمعامل الإنكسار وعادة يجرى قياس الإنكسار للزيوت على درجة ٢٠ أو ٢٥ أو فى حالة الدهون على ٤٠ وذلك بإمرار تيار من الماء على الدرجة المرغوبة حول المنشورين الزجاجين أثناء إجراء الإختبار فمثلا معامل إنكسار زيت بذرة القطن عند ٢٥م يتراوح بين ١,٤٦٨ إلى ١,٤٧٢ .

٤-معامل الإنكسار

الطريقة: نظف الشريحة الزجاجية الخاصة بالجهاز ثم أضف عليها نقطة من الشحم وارفع درجة الحرارة حتى ٤٠م ثم حرك بريمة الجهاز حتى تقع المنطقة المظلمة والمضيئة فى المنتصف عند ذلك تؤخذ القراءة وتدل على معامل الإنكسار وتدون، وفى حالة إنخفاض درجة الحرارة عن الدرجة المعيارية يطرح الفرق بين الدرجة المعيارية والدرجة التى تم عليها القياس ثم يضرب فى ٠,٠٠٠٣٦٥ ويطرح من القراءة الناتجة على الجهاز وفى حالة إرتفاع درجة الحرارة عن المعيارية يضرب فرق درجة الحرارة فى ٠,٠٠٠٣٦٥ ثم يضاف إلى القراءة الناتجة على الجهاز وتكون هى معامل

الإنكسار والأرقام الناتجة من إضافة وطرح ما هي إلا معامل تصحيح للقراءة ولكل نوع من الزيوت والشحوم معامل إنكسار معين يختلف باختلاف درجة تشبع الزيوت والدهون ويلاحظ قياس معامل انكسار الزيوت السائلة على درجة ٢٥ م.

ملاحظات:

- ١- يضبط الجهاز على الماء المقطر على درجة ٢٠ م.
- ٢- معامل الإنكسار = القراءة $\pm$ (معامل التصحيح) $\times$ الفرق في درجة الحرارة.

٥- نقطة تحب الزيوت

وهي الدرجة الباردة القصوى الثابتة (وذلك لفترة قصيرة).

الطريقة:

- ١- نضع عشرة سنتيمترات مكعبة من العينة السائلة داخل أنبوبة اختبار جافة يتراوح قطرها الداخلي ما بين ١٨ - ٢٠ ملليمترات ثم يوضع به ترمومتر مقسم لأقرب ٠,٢ م.
- ٢- تبرّد العينة بالماء أو بمخلوط مجمد تتناسب درجة حرارته مع درجة تجمد السائل المختبر بحيث تقل درجة تجمد الأخير عن الأول بنحو خمسة درجات مئوية.
- ٣- تسجل درجة الحرارة عندما يتم تحبب السائل فتكون هي نقطة التحبب للزيوت.

ملاحظات:-

- ١- للإسراع فى عملية التحبيب تقلب العينة باستخدام الترمومتر أو ترمى حبيبة من سائل سبق تجمده.
- ٢- يجرى اختبار أولى لمعرفة درجة تجمد الزيت أولا حتى يمكن تبريد الماء إلى أقل من درجة تجمد الزيت بخمس درجات مئوية.

٦- تقدير نسبة الجلسرين

يتم وزن ٢ جرام شحم بالضبط ثم يجرى تصبينها بمحلول بوتاسا كحولية ٥,٠ عيارى ثم ييخر الكحول بعد تمام التصبين وتذاب فى ١٠٠ سم ماء مقطر وتجري عملية تكسير الأحماض الدهنية بحامض كبريتيك ١:٤ أو يد كل ١ : ١ وذلك بعد إضافة ٢-٣ نقطة ميثل أورانج حيث يضاف الحامض حتى يتحول اللون إلى أحمر وتضاف زيادة من الحامض ١ سم وبعد تمام انفصال الأحماض الدهنية يرشح المحلول خلال ورقة ترشيح مبتلة بالماء ويستقبل الترشيح فى دورق مخروطى سعة ٥٠٠ سم ثم يبرد المحلول ويعادل بواسطة محلول صودا تركيز ٥٠% حتى إصفرار اللون ويحضر دورق آخر لإستخدامه كبلاנק حيث يضاف إليه ١٠٠ سم ماء مقطر و ٢ : ٣ نقطة ميثل أورانج ويحمض بحامض كبريتيك ثم تضاف صودا حتى لون التعادل عند ذلك يكون البلاנק والعينة جاهز لتقدير نسبة الجلسرين.

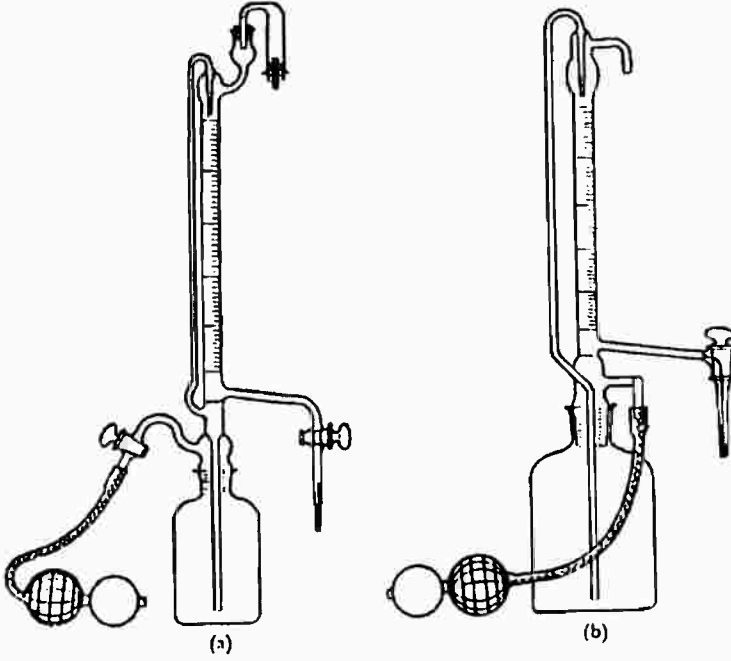


FIG. II, 25, 4.

حسب الخطوات التالية:

- ١- يضاف ٥٠ سم من محلول بيرايوديك لكل من العينة والبلانك.
 - ٢- توضع العينة والبلانك في الظلام لمدة نصف ساعة.
 - ٣- يضاف ١٠ سم من محلول يوديد البوتاسيوم ١٠% للعينة ثم اتبعهم بحوالى ١١٠ ماء مقطر تستخدم لغسيل جدران الدورق والغطاء وتعابير بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم ٠,١ عيارى مع استخدام اسم من محلول النشا ١% كدليل وتستمر فى المعايرة حتى اختفاء اللون الأزرق.
 - ٤- تجرى الخطوات السابقة بالنسبة للبلانك وتؤخذ القراءة.
- يجب أن تأخذ العينة ٨٠% أو أكثر مما يأخذه البلانك وإذا قلت عن ذلك تعاد العينة بأخذ وزنه أقل.

الحساب = (ب-ع) × عيارية ثيوكبريتات الصوديوم × ٠,٠٢٣٠٢ × ١٠٠ ×

و

حيث أن ب = عدد سم ثيوكبريتات الصوديوم المستخدمة فى معايرة البلاנק.

ع = عدد سم ثيوكبريتات الصوديوم المستخدمة فى معايرة العينة.

و = وزن العينة.

طريقة أخرى لتقدير الجلسرين

ترن ٥ جم من الشحم أو الزيت ويتم تصبينها بمحلول أيدروكسيد البوتاسيوم الكحولى ٠,٥ عيارى بإضافة كمية كافية للتصبين وأعلى لمدة ساعة على حمام مائى ثم بخر الكحول وأذب فى ١٠٠ سم ماء مقطر ثم أضف حامض كبريتيك ١ : ٤ بزيادة ١ سم فى وجود دليل فينول رد للتكسير رشح المحلول واستقبل الماء فى دورق معيارى سعة ٢٥٠ سم واغسل الكأس وورقة الترشيح عدة مرات واستقبل الترشيح فى الدورق المعيارى وأكمل للعلامة بالماء المقطر. خذ من الترشيح ٢٥ سم بماصة وانقلها لدورق مخروطى سعة ٥٠٠ سم وعابر بمحلول ص أيد مركز ٥٠% حتى ظهور لون أحمر.

استخدم دورق آخر به ٥٠ سم ماء مقطر وأضف ٧ نقط دليل فينول رد وعابر بالصودا حتى ظهور لون أحمر ويستخدم هذا الدورق كبلانك.

أضف محلول صوديوم ميتايرايوديت بمقدار ٢٥ سم (تركيز المحلول ٦%) واستخدم نفس الكمية مع البلاנק.

ضع العينة والبلاנק فى الظلام لمدة نصف ساعة.

أخرج العينة والبلاستيك وأضف ١٠ اسم إيثيلين جليكول مخفف بنسبة ١ : ١ ثم ضعها في الظلام مره أخرى لمدة ٢٠ دقيقة.

أخرج العينة وأضف إليها ٢٥٠ سم ماء مقطر وعابر بمحلول ص أ يد ٠,١ عيارى بعد إضافة ٥ نقطة من دليل فينول رد (نقطة النهاية اللون الأحمر) وعند الوصول إلى نقطة النهاية دون القراءة كرر العملية في الدورق المستخدم كبلاستيك ودون القراءة.

$$\text{الحساب} = (\text{ب-ع}) \times \text{عيارية ص أ يد} \times ٩٢,٠٩ \times ٢٥٠ \times ١٠٠$$

$$\text{—————}$$

$$(١٠٠٠ \times ٢٥)$$

حيث أن ب = عدد سم ص أ يد المستخدم في معايرة البلاستيك.

ع = عدد سم ص أ يد المستخدم في معايرة العينة.

و = وزن عينة الشحم أو الزيت المستخدم في التصبين في بداية التجربة.

(النسبة المئوية للحموضة وكيفية تقديرها)

يعصر الزيت أو يستخلص وبه نسبة من الحموضة المنفردة قد تقل أو تزيد حسب عوامل كثيرة منها نوع المحصول - العوامل الجوية - مدة تخزين البذور - التفاعلات التي تنتج من التحليل المائي للبذور - التحلل الإنزيمى ولما كانت البذور تستخدم في إنتاج الزيت سواء بالعصر أو الإستخلاص بالمذيبات حيث يعد الزيت بعد ذلك إعدادا يستخدمه الإنسان في الغذاء فقد نصت مواصفات الزيوت والدهون المستخدمة في الإستهلاك الغذائى على ألا تزيد نسبة الحموضة به عن حد معين عادة ٠,٢ % كحد أقصى لذلك تعامل

الزيوت معاملة كيميائية باستخدام محاليل قلوية ذات تركيز معين لمعادلة الزائد من هذه الحموضة ويطلق على عملية معادلة الحموضة الزائدة بعملية التكرير وفي هذه العملية تزال أيضا الفوسفاتيدات والمواد الصمغية اللزجة وفي عملية التكرير تزال الأحماض الدهنية المنفردة التي تتحول إلى صابون يتم التخلص منه بعملية الغسيل بالماء الساخن والشطف أكثر من مره للتخلص منه بالفصل عقب كل غسلة على أن يعقب كل عملية غسيل راحة لفترة من الوقت قبل الفصل لتقليل فاقد الزيت في مياه الفصل وانتهاء الغسيل يتم تقدير الحموضة حتى إذا وصلنا للحدود المسموحة يتم الانتقال للخطوة التالية وهي التجفيف وتبييض الزيت ويتم تقدير النسبة المئوية للحموضة كما في الإختبار رقم ٧ والخاص بذلك. كما أن الحموضة الزائدة يمكن التخلص منها بالتكرير الطبيعي عن طريق التقطير بالبخار وهذه الطريقة تقلل الفقد في الزيت بنسبة كبيرة.

٧-الحموضة

وهي عدد ملليترات محلول أيديروكسيد الصوديوم ٠,١ عيارى اللازمة لمعادلة الأحماض الدهنية الحرة الموجودة في وزن معين من الزيت أو الدهن.

الطريقة :

اصهر ورشح العينة ثم اوزن حسب ما يأتي:

إذا كانت الحموضة من ٠,٢ - ١% تكون الوزن ٢٨,٢ جم + ٥٠ سم إيثانول.

إذا كانت الحموضة من ١ - ٥% تكون الوزن ١٤,١ جم + ٧٥ سم إيثانول.

ثم يضاف ٣ نقط دليل فينولفتالين ويغلى الخليط ثم تعالير بمحلول أيديروكسيد الصوديوم ويجب أن يستمر اللون الوردي وهو لون التعادل لمدة ٣٠ ثانية مع الرج المستمر ثم تحسب النسبة المئوية للحموضة مقدرة كحامض أوليك ويجب أن يكون الكحول متعادل قبل بداية التجربة.

$$\text{طريقة الحساب} = \frac{\text{عدد سم ص أيد} \times \text{عيارية ص أيد} \times ٢٨,٢}{\text{وزن العينة}}$$

وتختلف المعادلة باختلاف الوزن المكافىء.

٨ - قياس اللون

تصهر العينة إلى درجة حرارة تزيد عن درجة الانصهار بـ ١٠ درجات وتملاء الخلية الخاصة بجهاز الليفوبوند بالعينة ثم تقاس العينة بتحريك ألوان الجهاز الأحمر والأزرق مع ملاحظة تثبيت اللون الأصفر على ٣٥ ثم يقرأ اللون ويسجل.
ويجب أن يراعى ما يلى عند قياس اللون بالخلية مقاس $\frac{1}{4}$ ٥

١- إذا كان اللون الأحمر أقل من ٣,٥ تكون نسبة الأصفر للأحمر ١٠ أصفر ١: أحمر.

٢- إذا كان اللون الأحمر أقل من ٣,٥ - ٥ يكون الأصفر ثابت على ٣٥.

٣- إذا كان اللون الأحمر فوق ٥ يكون الأصفر ثابت على ٧٠

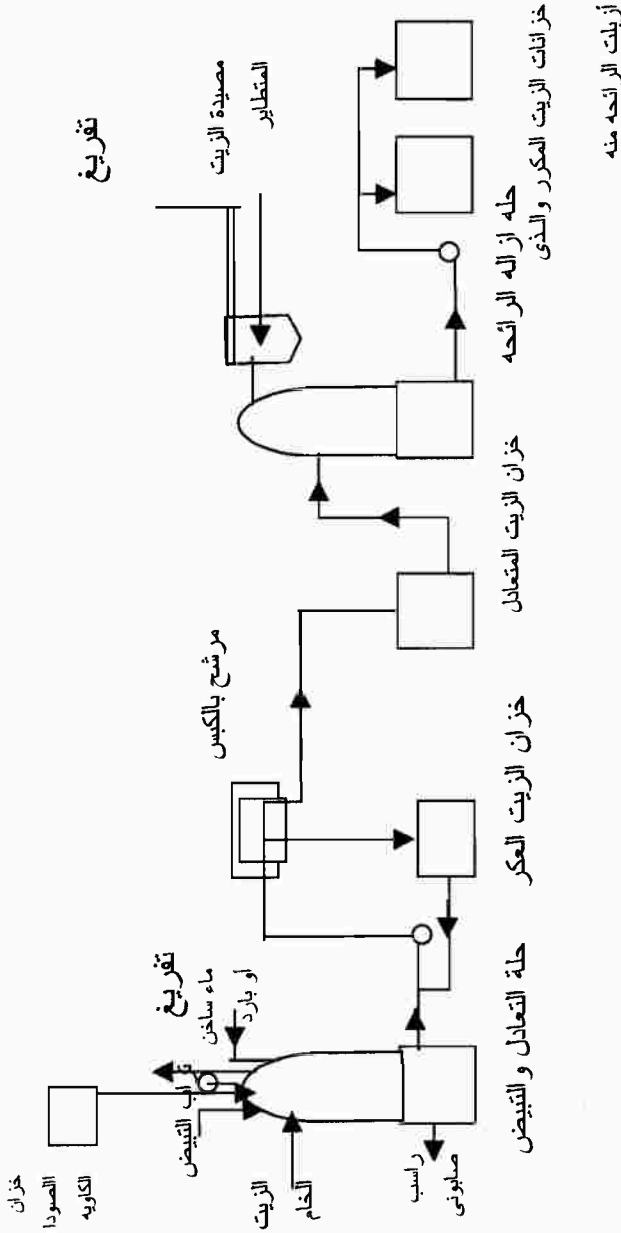
٩ - اختبار تبيض الشحم

يجرى هذا الاختبار على الشحم الخام لمعرفة مدى قابليته وتأثير التبييض عليه للحصول على منتج جيد من الصابون يرتقى إلى مرتبة الجودة.

الطريقة:

١- تزن ١٠٠ جم من الشحم ثم يسخن حتى درجة ٩٠/٨٥ م .

يضاف ٥ جم من تراب التبييض ويستمر فى التقليب تحت تفريغ وفى جو من ثانى أكسيد الكربون لمدة ١٥ دقيقة بحيث لاتزيد الحرارة عن ١٠٥ م.



تخطيط لخطوات التكسير والتبييض وإزالة الرائحة

٣- يبرد الشحم ويرشح ثم يقاس اللون ويقارن بلون الشحم الخام قبل بداية التجربة.

١٠ - تقدير المواد الغير قابلة للتصبن

على الرغم من كثرة الطرق التى تتبع فى هذا الإختبار فإن أدق وأنسب هذه الطرق جميعها هى التى سيتم شرحها فيما يلى:

المحاليل المستخدمة: محلول أيدروكسيد بوتاسيوم ٤٨ - ٥٠ يومية - كحول إيثايل - محلول كحولى للغسيل ١٠% بالحجم (كحول + ماء) مع إضافة اسم من دليل فينولفتالين لكل لتر من محلول الغسيل الكحولى - أيدروكسيد صوديوم ٠,٠٢ عيارى - دليل فينولفتالين ٠,٥% - بتروليم إيثير.

الأدوات المستخدمة: قمع فصل ٥٠٠ سم - قابلة سوكلت ٢٥٠ سم - أقماع مخروطية ٥ سم ذات ساق طولها ٤ سم تستخدم كمكثف.
الطريقة :

- ١- زن ٥ جم $\pm$ ٠,١ جم من العينة المنصهرة فى ورق ٢٥٠ سم.
- ٢- أضف ٢٥ - ٣٠ سم كحول ساخن + ٥ سم أيدروكسيد بوتاسيوم مائية ٤٨ - ٥٠ يومية.

٣- اخلط العينة جيدا وضع قمع على الفلاسكة وضع العينة على حمام مائى وأغلى لمدة ساعة بالضبط مع إضافة كحول للمحافظة على نفس الحجم.

٤- انقل العينة إلى قمع فصل أو مخبر باستخدام ١٠ سم كحول ساخن ثم أضف ماء مقطر وكحول للمخبر ليصل الحجم الكلى ٨٠ سم ٥٠% منهم كحول وعندما تبرد المحتويات اغسل الفلاسكة بالبتروليم إيثير وانقل لقمع

الفصل مع ملاحظة استخدام أقل من ٥٠ سم بتروليم اثير فى العملية ويرد المحتويات لحرارة الغرفة ورج بشدة واستمرار لمدة دقيقة ثم ارفع الغطاء بإحتراس واغسله بالبتروليم اثير واترك الخليط حتى تتكون طبقتين بوضوح. ٥- إذا تكون املشن يمكن كسره بالجلسرين أو الكحول واسحب طبقة المذيب بواسطة سيفون إلى قمع فصل آخر يحتوى على ٢٥ سم كحول ١٠% وإضافة بضع قطرات من الدليل.

٦- كرر عملية الإستخلاص ٤ مرات مستخدما فى كل مرة ٥٠ سم مذيب. ٧- جمع مرات الإستخلاص الأربعة وضعهم فى قمع فصل ثم رج لمدة ٣٠ ثانية وارفع الغطاء واغسل داخل القمع بالمذيب ثم اترك الطبقات لتتفصل واسحب طبقة الكحول لوعاء آخر وترمى.

٨- استمر فى الغسيل باستخدام ٢٥ سم كحول ١٠% حتى تكون آخر غسلة متعادلة عند استخدام دليل فينولفتالين وانقل المستخلص المغسول الذى يمكن ترشيحه إلى فلاسكة موزونة واغسل القمع وورقة الترشيح عدة مرات بالبتروليم اثير ثم يبخر المذيب فى تيار هواء جاف على حمام مائى وجفف الفلاسكة على درجة ١٠٥ م لمدة ربع ساعة فى الفرن وبرد فى مجفف واوزن وكرر العملية حتى ثبات الوزن.

٩- أضف ٥٠ سم كحول متعادل ساخن للباقي بعد الوزن ثم يترك حتى الذوبان ثم أضف فينولفتالين كدليل وعاير بمحلول أيدروكسيد صوديوم ٠,٠٢ عيارى.

الحساب:-

- أ-وزن الأحماض الدهنية فى المستخلص = عدد سم ص أيد ٠,٠٢ ع $0,0006 \times$
- ب-النسبة المئوية للمواد الغير قابلة للتصبن = ٢٠ (وزن الباقي فى القابلة - وزن الأحماض الدهنية فى المستخلص أ).

ملاحظات:-

- ١-لمنع أى تحليل مائى يجب أن يكون حجم الكحول والماء متساويين ١ : ١
- ٢-البتروليم اثير يذيب الصابون إلى حد معين لذلك يغسل جيداً بمحلول الغسيل الكحولى للتخلص من الصابون.
- ٣-يمكن كسر طبقة الإملش المتكونة بإضافة الكحول أو الجلسرين أو الصودا الكاوية.
- ٤-الإزالة الكاملة للمواد الغير قابلة للتصبن تعتمد على الرج وأحسن طريقة هى الرأسية لفترة تزيد عن دقيقة.
- ٥-المعلق الموجود بالمستخلص لايدخل فى الحساب فهى أحماض دهنية وزنها الجزئى عالى.

١١-تقدير نسبة الشوائب

- ١-وزن ٥ - ١٠ جرام من العينة فى كأس سعة ٢٥٠ سم ثم أذب العينة فى الهكسان أو البتروليم اثير.
- ٢-جفف ورقة ترشيح على درجة ١٠٥ م ثم برد الورقة وإوزنها فارغة رشح العينة خلال ورقة الترشيح واستقبل الرشيح الذى يمكن التخلص منه.
- ٣-اغسل الكأس بالمذيب وسخن ثم انقل إلى ورقة الترشيح واغسلها أيضا ثم كرر عملية الغسيل بالمذيب لورقة الترشيح حتى يتم التخلص من آثار الدهون ثم ضع

ورقة الترشيح فى الفرن لمدة نصف ساعة على درجة ١٠٥ م. ثم أخرجها من الفرن وضعها فى المجفف لتبرد ثم إوزنها دون الوزن.

$$\text{الحساب} = (ع - ب) \times ١٠٠$$

و

حيث أن ع = وزن ورقة الترشيح + المتبقى عليها

ب = وزن ورقة الترشيح فارغة

و = وزن العينة.

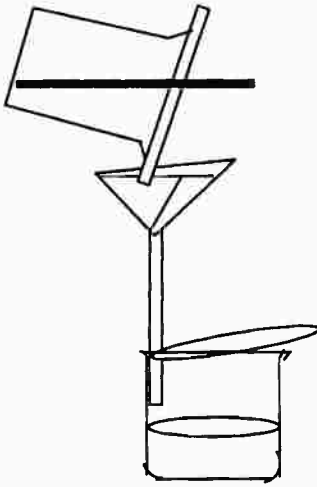


Fig.II, 35,1 .

١٢ - اختبار كرايس للكشف عن التزنخ

الطريقة:

- ١-أوزن ١٠ جرام من العينة ثم سخن لدرجة الدفيان.
- ٢-أضف ١٠ سم من محلول الفلوروجليسينول ٠,١ % فى الأثير الإيثيلى.
- ٣-انقل الجميع إلى قمع فصل سعة ١٠٠ سم.
- ٤-أضف لقمع الفصل ١٠ سم حامض أيروكلوريك (كثافة ١,١٨) ورج باحتراس ثم اترك العينة للراحة حتى تتفصل لطبقتين.

٥- خذ الطيقة السفلية ورشحها واستقبل الراشح فى خلية مقاسها بوصة ثم قس اللون فى جهاز الليفوبوند.

التعبير عن النتيجة

(معامل الزناخة = وحدات حمراء بتدريج الليفوبوند)

- ١- بالنسبة للون الأحمر الشاحب جدا لايشير بالضرورة إلى زناخة.
- ٢- إذا زاد اللون الأحمر على ٣ وحدات يشير ذلك إلى زناخة أولية.
- ٣- إذا كان اللون الأحمر بين ٣-٨ وحدات يشير إلى نهاية مرحلة التحضين Induction stage وتكون الزناخة بسرعة خصوصا أن فترة التحضين Induction period قد بدأت.
- ٤- إذا كان اللون الأحمر فوق ٨ وحدات يشير ذلك إلى زناخة محددة واضحة.

ملاحظات

- يجب توخى الحذر عند استخدام ورج الإيثير الساخن.
- عند إجراء الزناخة على الصابون يتم الحصول على الأحماض الدهنية من الصابون وتكملة التجربة بنفس الأسلوب الموضح عاليه.
- إجراء عملية المعالجة بحامض الفوسفوريك لكل من الزيوت الخام والشحوم يؤدي إلى تحسين صفات هذه الزيوت وزيادة مقاومتها للترنخ كذلك عمليات التكرير بالقلوى والتبييض لها تأثير جيد نحو تثبيط عملية الترنخ.
- تخزين الزيوت والشحوم فى تنكات من الحديد الغير معزول من الأسباب المؤثرة على الترنخ كذلك استخدام صودا كاوية معبأة فى براميل حديد

واستخدام هذه الصودا فى تصنيع الصابون بعد تسييحها وإذابتها من العوامل المؤدية إلى حدوث ترنخ ولتلافى ذلك يجب استعمال تتكات تخزين الشحوم والزيوت المصنوعة من الأستلستيل أو الحديد المغطى بطبقة عازلة لاتتفاعل مع الأحماض الدهنية واستخدام صودا سائلة أو قشور معبأة فى شكاير.

• عمليات المعالجة بحامض الفوسفوريك والتكرير بمحلول صودا كاوية يتركز ٤ - ٥% للشحوم والزيوت الخام وكذلك التبييض بعد عمليات المعالجة السابقة يعطى نتائج جيدة بالنسبة لتقليل الزناخة.

ولمعرفة تأثير هذه العمليات الصناعية أجريت بعض التجارب على الشحم الحيوانى وزيت نوى النخيل وكانت النتائج كما هى موضحة بالجدول التالى:

المواصفة	الشحم الحيوانى				زيت نوى النخيل		
	شحم خام	شحم معالج	شحم معادل	شحم	زيت نوى	زيت معالج	زيت
		بحامض الفوسفوريك	بالصودا	مبيض	نخيل خام	بحامض الفوسفوريك	مبيض
الحموضه	٢,٤٨%	٢,٦٩%	٠,٣%	٠,٣٥%	٨,٤٤%	٨,٥%	٧,٥%
اللون مقاس بخليه ٥	٤,٢ احمر	٣ احمر	١,٥ احمر	٠,٨ احمر	٧ احمر	٣,٣ احمر	٣,٣ احمر
رقم البيروكسيد	٤,١٢	٢,٤٨	٢	٠,٢	١,١ ملليمكافى	٠,٦ ملليمكافى	١,١ ملليمكافى
الزناخة بخليه ١	٣,٤ احمر	٣,٢ احمر	٢ احمر	١,٦ احمر	١٠,١ احمر	٧ احمر	٥,٣ احمر

تعتمد كل الاختبارات الكيماوية لكشف التزنخ على وجود الالدهايد فمثلا هذا الاختبار Kreis test يعتمد على وجود ابيهيدرن الدهايد

epihydrin aldehyde

١٣-تقدير الرطوبة

١-تقلب العينة جيدا.

٢-يوزن طبق من الألمونيوم نو غطاء سبق تجفيفه وتبريده فى مجفف وتكون الوزن.

٣-نزن بالطبق ٥ جرام من العينة ثم توضع فى فرن على درجة حرارة ١٠٥ لمدة ثلاث ساعات.

٤-تخرج العينة ثم توضع فى مجفف لتبرد ويدون الوزن.

٥-تكرر عملية التجفيف والتبريد والوزن حتى ثبات الوزن.

طريقة الحساب = (ع - ب) $\times 100$

حيث أن ع = وزن الطبق + العينة قبل التجفيف.

ب = وزن الطبق + العينة بعد التجفيف.

و = وزن العينة.

١٤-تقدير رقم البيروكسيد

وهو مقياس للبيروكسيدات المحتواه فى الزيت أو الدهن ويعبر عنه بعدد

المليترات من محلول ٠,٠٠٢ عيارى من ثيوكبريتات الصوديوم لكل جرام

من الزيت أو الدهن.

الطريقة:

- ١- نزن ٥ جرام من الزيت أو الدهن.
- ٢- نضع ٣٠ سم من مخلوط الإذابة المكون من حامض الخليك الثلجى + الكلوروفورم بنسبة ٣ : ٢ بالحجم.
- ٣- نضع $\frac{1}{2}$ سم من محلول مشبع من يوديد البوتاسيوم.
- ٤- نرج العينة لمدة دقيقة بعد ذلك نصف ٣٠ سم ماء مقطر.
- ٥- تعابر العينة بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم ٠,٠٠٢ عيارى حتى قـرب اختفاء اللون الأصفر فيضاف اسم من دليل النشا ١% ويستمر فى المعايرة حتى اختفاء اللون الأزرق.
- ٦- يجرى اختبار بلانك للتأكد من سلامة المحاليل والكواشف.

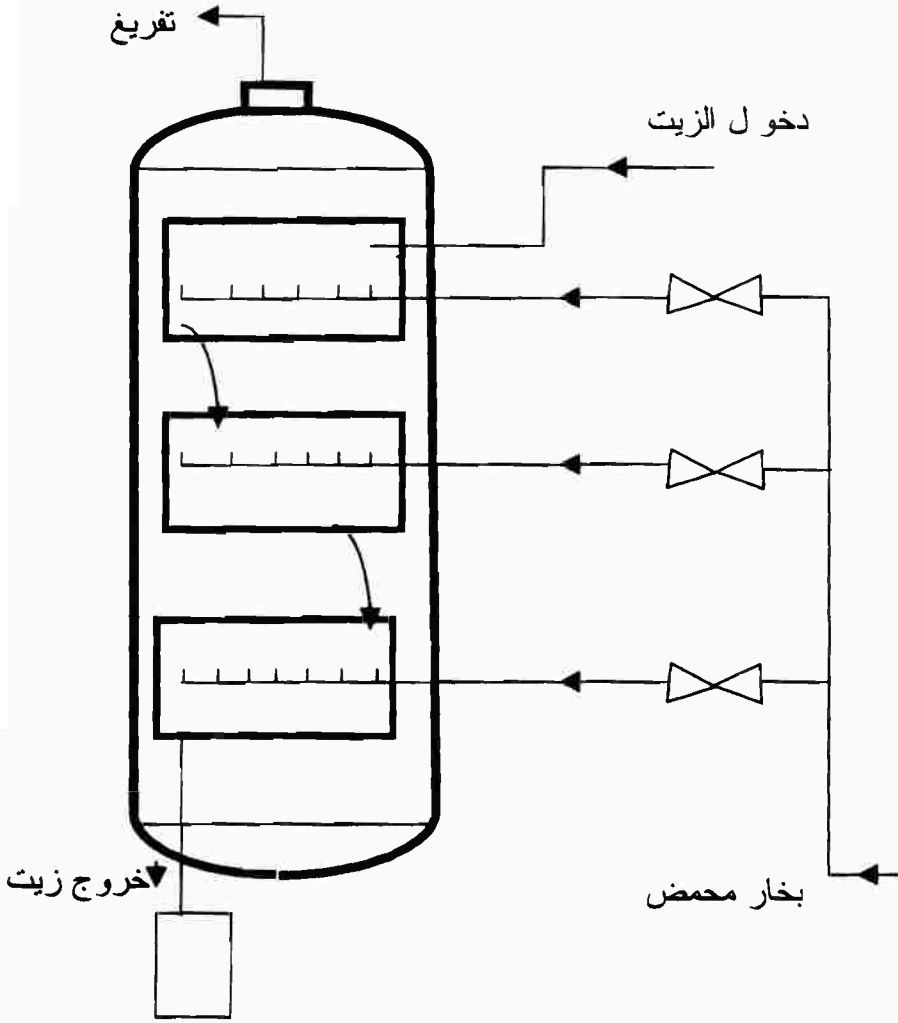
$$\text{طريقة الحساب} = \frac{(ع - ب) \times ٢}{و}$$

حيث أن ع = عدد سم ثيوكبريتات الصوديوم ٠,٠٠٢ عيارى المستخدم فى العينة.

ب = عدد سم ثيوكبريتات الصوديوم ٠,٠٠٢ عيارى المستخدم "البلانك".

و = وزن العينة.

ومن العمليات الأساسية فى صناعة الزيوت والدهون المؤثرة على رقم البيروكسيد هى عملية التبييض حيث يقوم تراب التبييض بادمصاص منتجات الأكسدة الثانوية بعد تكسير البيروكسيدات وفى عملية إزالة الرائحة وعند تعريض الزيت لدرجة حرارة أعلى من ١٧٠م يحدث هدم لباقى



تخطيط لحظة إزالة الرائحة بالطريقة المستمرة

البيروكسيدات والألدهيدات لدرجة يصل معها رقم البيروكسيد إلى صفريكون معدل الزيادة ببطء نسبيا إذا توافرت عمليات التبريد بعد إزالة الرائحة لدرجة ٥٠ م والتعبئة بعد تمريره في أجهزة التبريد ثم التغطية والتعبئة في جو خامل من غاز النتروجين.

١٥- اختبار التتر (للشحم أو الزيت)

ويقصد به تعيين درجة الحرارة التي يبدأ عندها تجمد الأحماض الدهنية أو هي أقصى درجة حرارة يتجمد عندها الحامض الدهنى.

الطريقة

- ١- خذ ١١٠ جم جلسرين بوتاسي فى كأس سعة لتر (ويحضر بإذابة ٢٥٠ جم أيدروكسيد بوتاسيوم فى ١٢٥٠ جرام جلسرين).
- ٢- يتم تسخين ال ١١٠ جم جلسرين بوتاس لدرجة ١٣٠ م.
- ٣- يضاف ٥٠ جم من الشحم أو الزيت بعد التجفيف والترشيح ثم التقليب حتى يتم التصبين بشم رائحة الصابون وظهور طبقة رائقة.
- ٤- بعد تمام التصبين يذاب الصابون فى الماء الساخن ثم يتم فصل الأحماض الدهنية بإضافة حامض يد كل ١ : ١ أو حامض كبريتيك ١ : ٤ ثم يتم الغسيل وسحب الماء عدة مرات حتى تمام التخلص من آثار الحامض.
- ٥- بعد ذلك تجفف عينة الأحماض الدهنية وترشح ثم يقاس لها درجة تجمد الحامض الدهنى.

٦- ارتفاع الحامض الدهنى فى الأنبوبة الخاصة بالجهاز ٥,٧ سم.

- ٧- يوضع ترمومتر مقسم لأقرب ٠,٢ م وتغطى الأنبوبة ويتم التقليب بمقلب خاص من أسفل إلى أعلى فى اتجاه رأسى وتكون درجة حرارة الأحماض الدهنية عند بداية التجربة أعلى من انصهارها بعشر درجات مئوية يستمر فى التقليب حتى ثبوت درجة الحرارة لمدة ٣٠ ثانية أو ارتفاعها عند هذا الحد تؤخذ قراءة الترمومتر أى أن القراءة تؤخذ عند ثبوت درجة الحرارة فإذا

ارتفعت تؤخذ القراءة بعد الإرتفاع أما إذا انخفضت بعد الثبوت فينتظر وتراقب درجة الحرارة التى عندها ترتفع مرة أخرى وتكون هى أقصى درجة حرارة يتجمد عندها الحامض الدهنى.

• هذا وقد تم تصميم جهاز مبسط لإجراء هذا الإختبار بمعامل الشركة.

طريقة تقدير درجة إنصهار الدهون

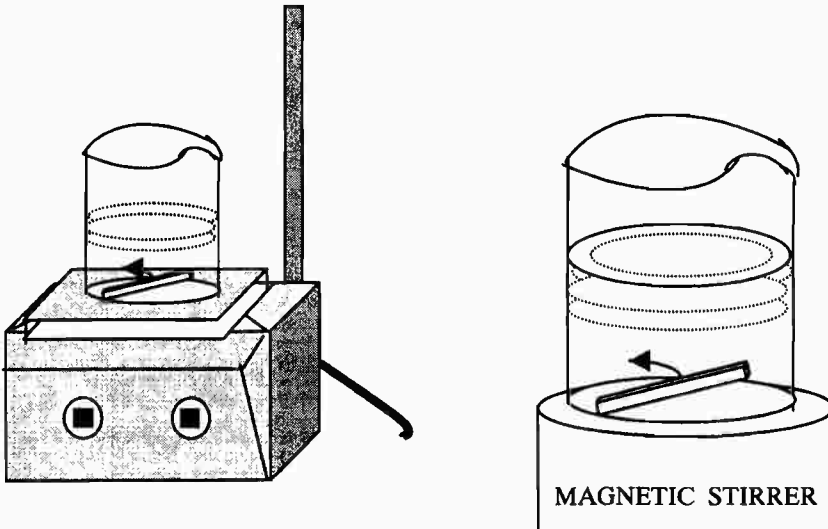
الأجهزة المستخدمة:

- أنابيب شعرية قطرها الداخلى من ١,١-١,٣ ملليمتر والخارجى ١,٤ - ١,٧ ملليمتر وطولها من ٥٠ - ٦٠ ملليمتر.
- ترمومتر مدرج إلى أقسام كل منها ٠,٢ م.
- كأس زجاجى سعة ٥٠٠ ملليمتر.
- قلاب ميكانيكى.

• طريقة العمل:

يصهر الدهن فى أقل وقت ممكن عند درجة حرارة لاتزيد على عشر درجات مئوية فوق نقطة الإنصهار الكلى للدهن ويمزج جيدا بطريق الرج ويبعد الكأس عن مصدر الحرارة قبل وصول الدهن المنصهر إلى الدرجة المشار إليها. وإذا تبين أن الدهن المنصهر غير رائق فيسخن عند درجة حرارة لاتزيد على ١٠ درجات مئوية فوق الإنصهار الكلى للدهن ويرشح وهو لايزال سائلا خلال ورقة ترشيح مفتوح المسام وسبق تجفيفه مع استعمال قمع زجاجى مسخن من الخارج بغلاف بخارى يمكن إضافة كبريتات الصوديوم اللامائية إلى الدهن المسال قبل عملية الترشيح لإزالة آثار للرطوبة منه.

يسخن الدهن وعند وصول درجة حرارته إلى حوالي ١٠ درجات مئوية فوق درجة انصهاره تغمس الأنبوبة الشعرية فيه حتى يصعد عمود طوله $1 \pm$ ٠,٢ سنتيمتر يجمد عمود الدهن في الأنبوبة بخفض درجة حرارته بسرعة إلى درجة الصفر المئوى وتحفظ العينة عند هذه الدرجة لمدة ثلاثين دقيقة مع احتساب الفارق المترتب على ذلك في درجة الإنصهار تلتصق الأنبوبة بالترمومتر بواسطة قطعة رقيقة من المطاط بحيث يكون الدهن في محاذاة زئبق الترمومتر يعلق الترمومتر في وسط كأس يحتوى على ٣٥٠ ملليمتر من الماء ويسخن الكأس برفق مع تقليب الماء جيداً بحيث ترتفع حرارته بمعدل ٢م في الدقيقة وتلاحظ درجة حرارة الماء التى يبدأ عندها الدهن فى الصعود فى الأنبوبة وتسجل هذه الدرجة على أنها درجة انصهار الدهن.



جهاز تقدير درجة الانصهار

١٧- اختبار التعكير وكيفية إزالة الإستياريين

يطلق على عملية إزالة نسبة من الجليسيريدات المشبعة في الزيت ليظل لونه لامعا على درجات الحرارة المنخفضة (درجة حرارة الثلاجة اسم إزالة الإستياريين Winterization "ويتصلب زيت بذرة القطن عند درجات حرارة أقل من ٣٢ف عند إزالة الجليسيريدات المشبعة ويمكن معرفة نسبة الجليسيريدات المشبعة (أو الإستياريين) بعد معرفة الرقم اليودي للزيت. وتوضع أحواض إزالة الإستياريين في حجرات معزولة مجهزة بوسائل التبريد وتملأ هذه الأحواض بالزيت الجاف على درجة حرارة ٩٠ - ٩٥ف وأحيانا تزود أحواض إزالة الإستياريين بمفلات تبريد وعادة تضبط درجات الحرارة بحيث يمكن خفض درجة حرارة حوالى ٢٠طن زيت إلى درجة ٣٧ - ٤٠ف بدرجة متجانسة خلال ثلاثة أيام ويجب ملاحظة إنخفاض درجة الحرارة كل ساعة لأنه عند تبلور الجليسيريدات المشبعة من الزيت تنطلق حرارة كامنة تسبب ارتفاع درجة محتويات الحلة حوالى ٢-٣ف وعند امتصاص هذه الحرارة تبدأ درجة الحرارة فى الإنخفاض ويمكن تحديد ابتداء ترشيح الزيت من الحلة عند ملاحظة ان انخفاض درجات الحرارة لا يكون متبوعا بارتفاع فى درجة الحرارة الناتج عن بلورة الجليسيريدات وعند الترشيح تكون المرشحات فى حجرات مبردة على درجة ٣٦ - ٣٨ف ويكون الضغط خلال المرشحات ثابتا ثم نأتى لكيفية إجراء اختبار التعكير :

الأجهزة المستخدمة:

زجاجة عديمة اللون جافة نظيفة سعة ١٠٠ أو ١٥٠ ملليمتر - حمام به ثلج وماء.

طريقة العمل:-

قبل اجراء هذا الإختبار يراعى أن تكون العينة خالية تماما من الرطوبة وذلك بتجفيفها لمدة $\frac{1}{4}$ ساعة عند درجة حرارة لا تقل عن ١٣٠ م ثم ترشح كمية منها باستخدام ورق ترشيح تام الجفاف ويجب أن يكون الزيت بعد ترشيحه رائقا تماما تملأ الزجاجة بالزيت المرشح وتغلق بسدادة من الفلين ويحكم الغلق بالبرافين ثم تغمر تماما فى حمام يحتوى على ثلج مجروش ويراعى أن يظل الحمام ممتلئا بالثلج بإزالة الماء الزائد وإضافة ثلج جديد حسب الحاجة وبعد مضى ساعتين ترفع الزجاجة من الحمام ويفحص الزيت يدل ظهور أى عكارة (تغيش) فيه على وجود الإستيرين.

١٨- طريقة الكشف عن العامل المساعد (النيكل) فى الزيوت المهدرجة

يوزن بالضبط حوالى ١٠٠ جرام من عينة الزيت المهدرج فى دورق مخروطى سعة ٥٠٠ ملليمتر ويضاف إليها ١٠٠ ملليمتر حامض أيدروكلوريك كثافة ١,١٢ ويوضع على حمام مائى لمدة ٣ ساعات مع التقليب المستمر كل ١٠ دقائق ويترك الخليط ليبرد حتى يتجمد الزيت المهدرج ثم تفصل الطبقة الحمضية وترشح على ورقة ترشيح مبللة ويستقبل الترشيح فى طبق صينى . يبخر الترشيح على حمام مائى إلى حجم حوالى ٥٠ ملليمتر ويضاف إليه ٢ ملليمتر حمض نترك ويستمر فى التبخير حتى الجفاف. يذاب المتبقى

فى ٥ ملليمتر من الماء المقطر ويضاف إليه بضع نقط من أيروكسيد الأمونيوم المخفف ثم يضاف إليه ١ ملليمتر من محلول كحولى من ثنائى ميثيل جلايكوزيم (تركيز ١%) يدل ظهور لون أحمر أو راسب أحمر على وجود النيكل.

ملاحظات:

١- يجرى اختبار ضابط على زيت عادى غير مهرج من نفس فصيلة زيت العينة للتأكد من عدم وجود آثار نيكل فى الكواشف.

٢- ولايفوتنا أن نذكر كيفية تحضير النيكل كعامل مساعد فى الهدرجة حيث يتم خلط نسبة من ملح فورمات النيكل مع وزن معلوم من الزيت وتسخين الخليط تحت تفريغ حيث ترفع الحرارة إلى ١٥٠م لمدة ساعتين حيث يتم التخلص من الماء أولاً وهى ماء التبلور الموجودة بفورمات النيكل ثم ترفع الحرارة إلى درجة ١٥٨م للتخلص من الهيدروجين وذلك لمدة ساعتين أيضاً ثم ترفع الحرارة لدرجة ٢٥٠م فيحدث فوران لمستحلب النيكل والمساعدة على تكبير حبيبات العامل المساعد فيسهل فصله من الزيت وتستغرق هذه العملية حوالى ٢٠ ساعة وتعتبر من أدق العمليات ويلزمها خبرة خاصة وعليها يتوقف نوع الناتج وبالتالي عملية الهدرجة وإختزال فورمات النيكل أى تحويلها إلى معدن النيكل النقي نجد أنه يتركب فورمات النيكل من :
ماء + أيروجين + ثنائى أكسيد الكربون + نيكل = فورمات نيكل.

١٩- اختبار هالفن لزيت القطن

اختبار هالفن للكشف عن زيت بذرة القطن وتتلخص هذه الطريقة فى استخدام محلول هالفن الذى يتركب من محلول الكبريت فى ثانى كبريتيد الكربون تركيز ١% مضاف إليه حجم مساو من الكحول الإملى.

طريقة العمل:

يوضع ٥ ملليمتر من العينة فى أنبوبة اختبار ثم يضاف إليها ٥ ملليمتر من محلول هالفن وتسد الأنبوبة بمكثف هوائى ويغلى الخليط لمدة ساعة على الأقل فى حمام محلول ملهى يدل ظهور لون أحمر على وجود زيت بذرة القطن.

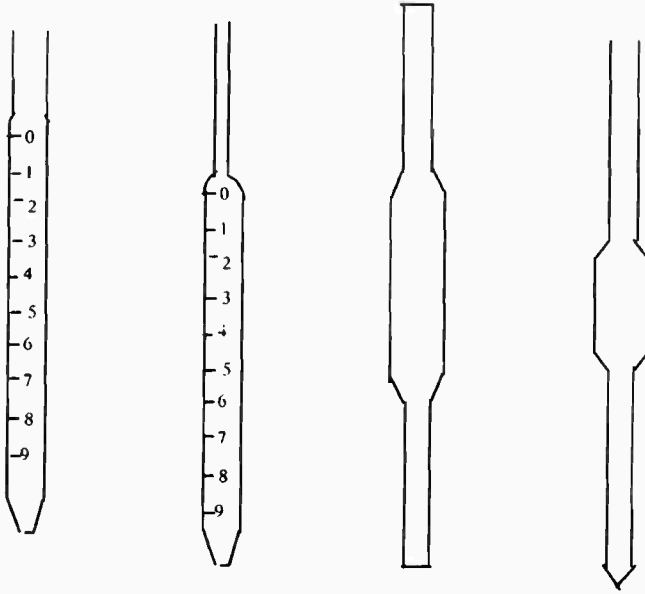
ملاحظات:-

١- لا يستجيب زيت بذرة القطن الذى يكون قد سخن أصلا إلى حوالى ٢٥٠م لمدة ١٠ دقائق لهذا الإختبار.

٢- يستعمل اختبار هالفن عادة للكشف عن غش الزبد والشحم باستيارين بذرة القطن ومع ذلك فإن الزبد والشحم الناتجين عن أبقار وخنازير مغذاة بكسب بذرة القطن يعطيان نتيجة ايجابية وعلى ذلك يجب مراعاة الدقة عند تفسير النتائج.

٣- تعتبر الصبغات الموجودة فى زيت بذرة القطن من المكونات التى تؤثر فى تصنيع الزيت ويعتبر الجوسيبيول الصبغة الرئيسية الموجودة فى لب البذرة حوالى ٢% من لب البذرة وتختلف نسبة تبعا لعوامل كثيرة مثل الصنف والمنطقة ودرجة النضج وطول فترة التخزين والجوسيبيول غير ثابت

على درجات الحرارة العالية كما أن الصبغات الأخرى التى تنتمى للجوسيبول أقل منه ثباتا وإن من الأغراض الأساسية لطبخ بذرة القطن هدم أو تثبيت التأثير السام لمثل هذه المركبات الفينولية المعقدة.



٢٠- تقدير الصابون فى الزيت

هو تقدير محتوى الزيوت بعد عملية التعادل والتكرير من أوليات الصوديوم.

المحاليل المستخدمة :

١- أسيتون يصل محتواه من الماء ٢%.

٢- محلول ٠,٠١ عيارى من حامض يد كل.

٣- دليل البروموفينول بلو (ويحضر بإذابة ١ جرام منه فى كحول الإيثايل ٩٥%.

الطريقة:

١- نأخذ ٥٠ سم من الأسيتون (٢% ماء) أى ٤٩ سم أسيتون + ١ سم ماء مقطر ويضاف إليه نصف سم من الدليل ويعاير بالحامض أو القلوى ٠,٠١ عيارى حتى يصير اللون أصفر.

٢- وزن ٤٠ جم من العينة ثم يضاف إليها الأسيتون المتعادل وتسخن على حمام مائى وترج العينة بمحتوياتها حتى ذوبان الصابون ثم تترك لتتفصل إلى طبقتين مع المحافظة على الماء المضاف من فقدانه لتأثير ذلك على التقدير.

٣- تعاير العينة بحامض يد كل ٠,٠١ عيارى حتى زوال اللون الأزرق ثم يسخن المحلول مرة أخرى للتأكد من أن الطبقة العليا صفراء بصفة مستديمة وإذا حدث أى تغيير تستمر فى إضافة الحامض حتى ثبات اللون وعدم تغيره ثم تؤخذ القراءة.

النسبة المئوية للصابون الذائب محسوبة كأولويات صوديوم.

$$\text{الحساب} = \frac{[\text{عدد سم حامض يد كل} \times \text{عيارية يد كل} \times ٣٠,٤ \times ٣٦,٥ \times ١٠٠]}{\text{وزن العينة} \times ٣٦,٥ \times ١٠٠٠}$$

ملاحظات

١- تعطى الوزن المأخوذة فى هذا الإختبار نتيجة إيجابية فى التقدير بسهولة تامة. وتعتبر هذه الطريقة مناسبة إذا كانت نسبة الصابون لاتزيد عن ٠,٠٥%.

٢- يستحسن عند زيادة نسبة الصابون تقليل الوزن إلى عشر (٠,١) المذكورة فى التجربة.

ويجب أن ننوه إلى أننا قد تكلمنا عن عملية التكرير بالقلوى للتخلص من الأحماض الدهنية المنفردة الموجودة بالزيوت والدهون لتصل إلى ٠,٢%

كحد أقصى حتى يمكن استخدام الزيوت والدهون في الإستهلاك الغذائي للإنسان ويترتب على استخدام القلوى تكوين صابون بالزيت يجب التخلص منه بعملية الغسيل بالماء الساخن والشفط أكثر من مرة حتى يصل محتوى الزيت من الصابون إلى ٥٠ جزء / مليون كحد أقصى محسوب كأوليات الصوديوم ويجرى تقدير الصابون كما وضحنا بعالية

٢١- رقم الأسيتيل Acetyl Value

وهو عدد ملليجرامات أيدروكسيد البوتاسيوم اللازمة لمعادلة حامض الخليك الناتج عن تصبن جرام واحد من المواد الدهنية الأسيتيلية. ويدل هذا الرقم عادة على الأحماض الأيدروكسيلية الموجودة غير أن قيمته كثير ما تتأثر بالكحوليات المنفردة كالفيتوسيتروول والكوليسترول وهى مركبات توجد بمقادير ضئيلة بالمواد الدهنية الغذائية وتتراوح قيمة أرقام الأسيتيل للزيوت والدهون الرئيسية ما بين ٣-١٥ ويستثنى من ذلك زيت الخروع الذى تبلغ قيمته ١٥٠، وتتأثر قيمة هذا الرقم بالأحماض العضوية الذائبة ولذلك يجب تقديرها على حده ثم تصحح القيمة.

وتتلخص طريقة الإختبار فيما يلى:

١- يؤخذ ١٠ جم من المادة الدهنية ثم يضاف إليها أكثر من ضعف مقدارها من انهيدريد حامض الخليك وتغلى فى ورق مستدير القاع مزود بمكثف عاكس ويستمر الغليان لمدة ساعتين.

٢- ينقل المخلوط الناتج فى كأس سعة لتر تحتوى على ٥٠٠ سم^٣ ماء مقطر ساخن ويغلى لمدة نصف ساعة ويجب امرار تيار مستمر من غاز ثانى أكسيد الكربون فى المزيج خلال أنبوبة تعلو قاع الكأس بقليل ثم يترك المخلوط حتى ينفصل إلى طبقتين يفصل الماء بالسيفون وتغلى الطبقة الدهنية مع مقادير متجددة من الماء حتى يتم فصل جميع الأحماض المنفردة.

ويختبر الماء فى هذه الحالة بالدليل ويكفى عادة الغليان ثلاث مرات ويجب الحذر دون الغسيل لمدة طويلة من الوقت منعاً لإحلال المادة الأسيتيلية وانخفاض رقم الأسيتيل بالتالى.

٣-بعد أن يتم الفصل (فصل الأحماض الدهنية بالغسيل المتكرر) تفصل المادة الدهنية الأسيتيلية بعناية من الماء بواسطة قمع فصل ثم تجفف المادة الناتجة.

٤-يوزن ٢ -٥ جم من المادة الدهنية الأسيتيلية الجافة وتصبن بواسطة مقدار معروف من البوتاسا الكحولية المعيارية ثم يبخر الكحول فوق حمام مائى ويذاب الصابون فى ماء دافىء ويضاف إليه قدر من حامض الأيدروكلوريك يعادل المقدار المضاف من البوتاسا الكحولية ويسخن المزيج تسخيناً هيناً على الحمام المائى حتى تتكون طبقة من الأحماض الدهنية على السطح.

٥-تثقل الأحماض الدهنية إلى ورقة ترشيح وترشح خلال ورقة مبللة بالماء وتغسل الأحماض الدهنية بالماء الذى سبق غليه ويكرر الغسيل حتى يصبح ماء الغسيل متعادلاً للتأكد من استخلاص المادة الحمضية وتقدر الحموضة فى مجموع السائل المترشح وماء الغسيل بواسطة محلول أيدروكسيد الصوديوم عشر (١٠،١) عيارى فى وجود دليل فينولفثالين.

٦-تؤخذ عينة يتراوح وزنها من ٢ -٥ جم (تعتبر كبلانك) من المادة الدهنية الأصلية وتصبن فقط (بدون معاملة بأنهيديريد الخليك) وتتبع فى ذلك الخطوات (٤، ٥) ثم تطرح عدد السنتمترات المكعبة من المادة القلوية المستعملة فى معادلة الأحماض الدهنية الذائبة فى السائل المترشح وماء الغسيل من العدد المقابل له فى حالة الأحماض الدهنية الأسيتيلية ويضرب الرقم الناتج فى المعامل ٥,٦١ ويقسم على عدد الجرامات من الدهن فيكون الناتج هو الرقم الأسيتيلى .

ملاحظات:

* يجب أن يدرك القارئ أن هذا الإختبار موضع أخطاء كثيرة خصوصاً عند ارتفاع تركيز الأحماض الطيارة والأحماض الذائبة الدهنية.

• نظراً لتطاير حامض الخليك مع بخار الماء فإنه يمكن إتمام فصله بواسطة التقطير وفي هذه الحالة يفضل استعمال حامض الكبريتيك بدلاً من الأيدروكلوريك لإطلاق الأحماض الدهنية.

مواصفات الجودة الواجب توافرها في المنتج النهائي للزيوت والدهن

نوع الزيت أو الدهن / المواصفة	المسلى النباتي	زيت أوليين	زيت بذرة الكتان	زيت بذرة الصويا	زيت فول	زيت عباد الشمس	زيت بذرة القطن	ملاحظات
١- المواصفات العامة	خالى من الرنحة الغريبة والتغير في الطعم وخالى من شحم الحنجر والشوائب ومحتاس القوام مرهمى أو ع	خالى من المواد الغريبة والسترنج وأى ريسوت أخرى	خالى من أى زيوت أو دهون أخرى خالى من الترنج ورائق وقايا المواد الأولية المستخرج منها ويضاف له مضادات أكسدة	خالى من أى زيوت أخرى رائق خالى من السترنج وبقايا المواد الأولية .	خالى من أى زيوت أخرى خالى من الرناخه وبقايا المواد الأولية المستخرج منها ورائق	خالى من أى زيوت أخرى خالى من الرناخه ورائق خالى مع بقايا المواد الأولية المستخرج منها ويعطى نتيجة إيجابية هالفن .	خالى من أى زيوت أخرى خالى من الرناخه ورائق خالى مع بقايا المواد الأولية المستخرج منها ويعطى نتيجة إيجابية هالفن .	بالمواصفات مثل الرقم اليسوى ورقم التصين ومعامل الإنكسار والوزن النوعى وغير ذلك موجودة جدول التوابت الأساسية للزيوت النباتية في هامة الكتاب
٢- نسبة الرطوبة	لا تزيد نسبة الرطوبة والمواد المتطايرة عن ٠,٢ %	لا تزيد عن ٠,٢ % شاملة الشوائب + الرطوبة	لا تزيد عن ٠,٣ %	لا تزيد عن ٠,٢ %	لا تزيد عن ٠,٢ %	لا تزيد عن ٠,٢ %	لا تزيد عن ٠,٢ %	
٣- نسبة الحموضة	لا تزيد عن ٠,٢ % مقدره كحامض أوليك	لا تزيد عن ٠,٢ % مقدره كحامض أوليك	لا تزيد عن ٠,٣ % مقدره كحامض أوليك	لا تزيد عن ٠,٢ % مقدره كحامض أوليك	لا تزيد عن ٠,٢ % مقدره كحامض أوليك	لا تزيد عن ٠,٢ % مقدره كحامض أوليك	لا تزيد عن ٠,٢ % مقدره كحامض أوليك	
٤- درجة الإنصهار	بين ٣٦-٤٠ م	لا تزيد عن ٢٥ م						
٥- رقم البيروكسيد	لا يزيد عن ٥ ملليمكافى من الأكسجين الفعال/كجم	لا يزيد عن ١٠ ملليمكافى من الأكسجين الفعال/كجم	لا يزيد عن ١٠ ملليمكافى من الأكسجين الفعال/كجم	لا يزيد عن ١٠ ملليمكافى من الأكسجين الفعال/كجم	لا يزيد عن ١٠ ملليمكافى من الأكسجين الفعال/كجم	لا يزيد عن ١٠ ملليمكافى من الأكسجين الفعال/كجم	لا يزيد عن ١٠ ملليمكافى من الأكسجين الفعال/كجم	
٦- اللون	٣٥ أصفر، ٧ أحمر مقاس بخلية ١/٤ بوصة	٣٥ أصفر، ٧ أحمر مقاس بخلية ١/٤ بوصة	٣٥ أصفر، ٧ أحمر مقاس بخلية ١/٤ بوصة	٣٥ أصفر، ٧ أحمر مقاس بخلية ١/٤ بوصة	٣٥ أصفر، ٧ أحمر مقاس بخلية ١/٤ بوصة	٣٥ أصفر، ٧ أحمر مقاس بخلية ١/٤ بوصة	٣٥ أصفر، ٧ أحمر مقاس بخلية ١/٤ بوصة	
٧- النيكل	خالى من النيكل							
٨- الشوائب غير الذاتية	لا تزيد عن ٠,٥ % بالوزن	لا تزيد عن ٠,٥ % بالوزن	لا تزيد عن ٠,١ %	لا تزيد عن ٠,٥ %	لا تزيد عن ٠,٥ %	لا تزيد عن ٠,٥ %	لا تزيد عن ٠,٥ %	
٩- الصابون	لا تزيد عن ٠,٥ % بالوزن	لا تزيد عن ٠,٥ % بالوزن		لا تزيد عن ٠,٥ % بالوزن	لا تزيد عن ٠,٥ % بالوزن	لا تزيد عن ٠,٥ % بالوزن	لا تزيد عن ٠,٥ % بالوزن	