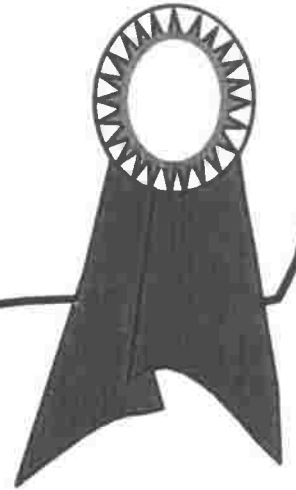


# الباب الثالث

تحاليل الجلسرين





الباب الثالثتحاليل الجلسرين

كيفية الحصول على مياه الجلسرين من عملية تصبين الزيوت والدهون أو من عملية التشقق في وحدة تشقق الزيوت للحصول على شقي الجلسريدات ( الأحماض الدهنية والجلسرين )

أولاً : ننوه أننا تكلمنا عن كيفية الحصول على مياه الجلسرين من وحدة تشقق الأحماض الدهنية والتي سيأتي ذكرها فيما بعد

ثانياً : الحصول على مياه الجلسرين من عملية التصبين للزيوت والشحوم :

توضع خلطة المواد الدهنية في الحلة بحالة سائلة بكمية معلومة إما على دفعة واحدة أو على دفعات وفي الوقت نفسه يبدأ بتسخين الحلة بما فيها من المواد الدهنية بالبخار الغير مباشر وعندما ترتفع درجة حرارة المواد الدهنية في الحلة إلى ٧٠ - ٨٠ م يضاف تدريجياً ( ربع ) كمية محلول الصودا الكاوية اللازمة لكمية الدهن بالدرجة التي تتطلبها نوع الخلطة إذ أن بعض الدهون لا تتصبن إلا في محلول خفيف كدرجة ١٥ بومية والبعض في درجة ٢٠ بومية وأخرى في درجة ٢٥ بومية وهكذا والشائع لمعظم الشحوم تركيز ٣٧ - ٤٠ بومية وبعض الصناع يفضلون وضع كمية الدهن كلها دفعة واحدة والبعض يفضل إضافتها على دفعات وعلى كل حال فلا ضرر مطلقاً من الابتداء في العمل عند وجود كمية كافية من الدهن في الحلة تسمح بابتداء العملية بعد مدة قصيرة من إضافة الصودا يتكون مستحلب فيصبن محتوى الحلة على شكل سائل لبنى فإذا ما وصلت الحلة لهذه المرحلة فإن هذا

يدل على ابتداء التفاعل بين الدهن والصودا أو بعبارة أخرى ابتداء عملية التصبن وإذا كان بالحلة صابون على أي شكل فهذا سهل ويسرع في تكوين المستحلب لأن هذا الصابون يذوب فيه الدهن أيضاً بالتدريج ويندمج معه وبذلك يتعرض لمحلول الصودا بسهولة فيتصبن الدهن بسرعة وإذا كانت المواد الدهنية ( الخلطة ) تحتوي على كمية من الأحماض الدهنية المطلقة أو المضافة فهذه الأحماض تتحد بمجرد وجودها مع محلول الصودا ويتكون المستحلب فالغراء بخلاف الدهن المتعادل الذي يحتاج أولاً إلى عملية التشقق ( فصل الجلسرين ) ثم الاتحاد بالصودا والغلي المتواصل يفتح الدهن الموجود على سطح الحلة ويتكون منه حبيبات صغيرة تكون قابلة لمقابلة القلوي والتعرض له بسهولة فيحصل تكوين المستحلب بأسرع مما لو كان الغلي هادئاً وبعض الصناع يرون أن شدة الغلي يمكن أن تسبب عدم التفاعل لأن أجزاء الصودا والدهن تتحرك بسرعة وبشدة فلا تسنح الفرصة للمساحات بعضها ببعض وبذلك يتأخر التفاعل كما يجوز أن شدة الغلي تسبب فصل ما أتحد أو عزل في المستحلب بعد أن يكون قد تكون ومن الواجب أن نقول أن لكل حالة ما يبررها وهي تتوقف لحد كبير على قوة نظر الصانع وتكييفه للموقف من حيث نوع الدهن وقوة محلول الصودا ودرجة التسخين . وعامة يضاف محلول الصودا الكاوية عند الابتداء في العملية بكميات قليلة وعلى دفعات ولا تضاف كمية أخرى من محلول الصودا حتى يتم التحقق من أن الكمية التي سبقتها قد اتحدت مع الزيت وتحولت إلى مستحلب ثم إلى غراء بالتالي لأن الصابون لا يذوب في محلول الصودا الكاوية بأكثر مما يحتاج أو بعبارة أخرى أن

الصابون يذوب في كمية معلومة من الصودا الكاوية فإذا زادت عن هذا الحد سواء كان في الكمية أو في درجة التركيز انفصل أو انعزل عن المحلول ويلتف هذا الصابون المعزول الحبيبات حول الزيت الذي لم يتصبن بعد ويعوقه من الاتصال والاختلاط بمحلول الصودا ويبقى غير متصبناً ويتسبب عن ذلك تعطيل تكوين الغراء واصلاح هذه الحالة اضافة كمية من الملح تدريجياً بالرش فهذا الماء سيذيب الصابون الملتف حول الصابون المتحبب أولاً ثم يخفف تركيز محلول الصودا الموجود بالحلة فيذوب فيه الصابون وبذلك يعود الاتحاد ثانية وقد يحدث أن يكون التفاعل بطيئاً في أول العملية أو اثنائها وتتكون كمية زائدة من الصودا الكاوية لا تلبث أن تبدأ بالتفاعل بغتة ويتكون الصابون بسرعة فتحدث حرارة داخلية ( ذاتية ) نتيجة هذا التفاعل السريع وهذا يسبب تجمع البخار على شكل فقائيع وسط أكوام الصابون وهذه الفقائيع الصغيرة لا يمكنها أن تنفذ وسط الصابون الكثيف فتسبب انتفاخ هذه الأكوام وتنفور ويرتفع كل ما في الحلة وربما أدى الفوران أن لم يعالج في الحال إلى خروج الصابون من الحلة وينسكب على الأرض ويتسبب عنه خسارة مادية ويتم التغلب على ذلك بإيقاف البخار وعدم اضافة صودا ثم تهوية سطح الحلة برش ماء بارد عليه وتمويجه بالكوريك . ويجب أن يكون الصابون ( الغراء ) محتوياً على ٤ : ٦ ، % صودا كاوية لمدة ساعة على الأقل دون أن تتغير نسبته ولا يجب أن تزيد كمية الصودا المطلقة عن هذه النسبة في الغراء والا فإنها تسبب صعوبات عند التمليح فإذا ما وصلت العملية إلى هذا الحد تؤخذ عينة من الغراء ( الصابون ) المخفف في وعاء صغير ثم يضاف إليه كمية

من الملح فينعزل الصابون عن الماء والجلسرين ويختبر هذا السائل فإذا كانت قلويته متعادلة تضاف كمية قليلة من الصودا وتغلى لمدة نصف ساعة ثم يجرى الاختبار مرة ثانية فإذا كانت قلويه يستمر في الغلي ثانية ثم يختبر فإذا بقيت القلوية كما هي يكون هذا دليلاً على أن كل الدهن الموجود في الحلة قد تصبن ثم يعقب هذه العملية عملية التمليح أو عزل الماء والصودا والجلسرين عن هذا الغراء حيث يتم بعد عملية العزل سحب المحلول السفلى المحتوى على مياة الجلسرين الى وحدات الجلسرين لانتاج الجلسرين الخام .

أولاً :- تحاليل مياة الجلسرين الناتجة من تصبن الزيوت والشحوم .

هناك عدة تحاليل تجرى على مياة الجلسرين المعدة لانتاج الجلسرين الخام للوقوف على مواصفات هذه المياة من حيث نسبة الجلسرين والقلوية والملح والاحماض الدهنية لامكان حساب معدل الجلسرين الناتج وحساب معدل استهلاك حامض الايدروكلوريك والكبريتيك وبقدر انخفاض نسبة القلوية والاحماض الدهنية تنخفض معدلات الاستهلاك من الحامض . كذلك تتحسن مواصفات الجلسرين الناتج طالما انخفض محتوى هذه المياة من الصابون الذى يتحول الى احماض دهنية بعد المعادلة بإضافة الحامض المعدنى ايدروكلوريك أو كبريتيك.

كما ان انخفاض نسبة الملح فى المياة المسلمة من شأنه ان يسرع فى عملية التبخير وتركيز مرتفع لنسبة الجلسرين الناتج بالاضافة لتوفير مجهود العاملين بوحدات تبخير الجلسرين من حيث قلة عدد صناديق الملح التى تترسب نتيجة عملية التبخير وقلة الفاقد من الجلسرين فى

الملح الامر الذى يعود فى النهاية لصالح إرتفاع معدلات الانتاج نتيجة لقلة الفاقد .

ومن التحاليل التى سنتعرض لها فى مياة الجلسرين الاتى:-

- ١- تقدير نسبة الجلسرين فى المياة .
- ٢- تقدير القلوية الكلية كأكسيد صوديوم .
- ٣- تقدير نسبة كلوريد الصوديوم .
- ٤- تقدير نسبة الاحماض الدهنية

#### ١-تقدير نسبة الجلسرين فى مياة الجلسرين

باستخدام محلول صوديوم ميتايرايوديت

١-قلب العينة جيداً ثم اوزن فى كأس سعة ٥٠ سم معلوم الوزن ١٠ جم بالضبط من العينة ثم انقل محتويات الكأس الى ورق معيارى سعة ١٠٠ سم واغسل الكأس بالماء المقطر وانقل ناتج الغسيل الى الدورق المعيارى ثم اكمل الدورق للعلامة بالماء المقطر ثم غطى الدورق بغطائه ورج جيداً حتى تمتزج محتوياته .

٢-رشح محتويات الدورق المعيارى خلال ورقة ترشيح مبللة بالماء واستقبل الرشيع داخل كاس نظيف وجاف ثم اشطف الكاس بأول كمية تسقط فيه بعد الترشيح واستبعدهما ثم استمر فى الترشيح وخذ بواسطة ماصة مدرجة ١٠ سم من الرشيع بعد غسيل الماصة بكمية من المرشح

٣- انقل محتويات الماصة (١٠سم ) الى ورق مخروطى سعة ٣٠٠ أو ٥٠٠ سم ذو غطاء مصنفر ثم أضف ١٠٠ سم ماء مقطر وجهاز دورق آخر يستخدم كبلانك يوضع به ١٠٠ سم ماء مقطر ثم يضاف

لكل دورق على حدة ٧ نقط من دليل فينول رد حيث يتحول اللون فى الدورق المحتوى على العينة إلى احمر إذا كانت العينة قلوية .

٤- اضع محلول حامض الايدروكلوريك او الكبريتيك المخفف الى الدورق المحتوى على العينة حتى يتحول اللون إلى أصفر ثم اضع محلول ص أ يد باحتراس حتى يتغير اللون الى احمر مره أخرى بنقطة واحدة ويعامل الدورق المحتوى على البلاك بإضافة محلول ص أ يد حتى يتحول الى لون احمر ثابت بنقطة واحدة أيضاً .

٥- أضف ٥٠ سم من محلول صوديوم ميتايرايوديت تركيزة (٦ % ) لكل من العينة والبلاك وقلب ثم ضع العينة والبلاك فى الظلام لمدة نصف ساعة .

٦- أخرج العينة وأضف لها ١٠ سم من محلول ايثلين جليكول بنسبة ١:١ وقلب ثم اضع للبلاك أيضا ١٠ سم من نفس المحلول ثم ضع العينة والبلاك فى الظلام مرة أخرى لمدة ٢٠ دقيقة .

٧- اخرج العينة وأضف لها ١١٠ سم ماء مقطر يستخدم جزء منها لغسيل الغطاء وجدران الدورق ثم عاير العينة باستخدام محلول ص أ يد ٠,١ عيارى ودون القراءة عندما يتحول اللون الى أحمر ثابت كرر العملية مع البلاك بعد إضافة ١١٠ سم ماء مقطروعاير بمحلول ص أ يد ١,١ عيارى حتى يتحول اللون إلى احمر ثابت ودون القراءة ثم احسب نسبة الجلسرين .

$$\text{نسبة الجلسرين} = \frac{\text{ع} - \text{ب} \times 92,09 \times 100 \times 100 \times 10}{100000}$$

حيث أن ع = عدد سم محلول ص أ يد المستخدم في معايرة العينة

ب = عدد سم محلول ص أ يد المستخدم في البلائك

ن = عيارية محلول ص أ يد

و = وزن العينة .

تقدير نسبة الجلسرين باستخدام بيكرومات البوتاسيوم (بو ٢ كر ٢ أ v)

١- يتم مزج العينة جيداً ثم يوزن منها ١٠ جم بالضبط في كأس ثم ينقل محتوياته الى دروق معيارى سعته ٢٥٠ سم ويغسل الكأس عدة مرات بالماء المقطر وينقل ناتج الغسيل الى الدورق المعيارى ويضاف ١٠ سم من محلول خلات الرصاص ١٠ % ويكمل بالماء المقطر حتى العلامة ثم يقفل بالغطاء ويرج جيداً حتى تمتزج محتويات الدورق .

٢- يرشح المحلول خلال ورقة ترشيح مبللة بالماء ويستقبل الرشيع في كأس سعة ٥٠ سم ويغسل الكأس بأول كمية مرشحة تسقط به ثم يؤخذ ٢٥ سم من المحلول المرشح باستخدام ماصة بعد غسيلها بالمحلول ثم تنتقل محتويات الماصة الى دورق مخروطى سعة ٥٠٠ سم يحتوى على ٥٠ سم<sup>٣</sup> ماء مقطر + ٣٠ سم من محلول حامض الكبريتيك ١ : ١ ثم يضاف ١٥ سم من محلول بيكرومات البوتاسيوم (  $K_2Cr_2O_7$  ) وبعد ذلك توضع على حمام مائى يغلى لمدة ساعتين ثم تبرد العينة وتعاير باستخدام محلول حديدو كبريتات الامونيوم حيث يستخدم خلال المعايرة قصاصات من ورق الترشيح مبللة بدليل فرى سيانيد البوتاسيوم ويكون ذلك بغمس ورقه الترشيح من جزئها السفلى فى العينة لارتفاع اسم

ثم يوضع عليها باستخدام ساق زجاجي دليل فري سيانيد البوتاسيوم نقطة التعادل هي ظهور لون ازرق بروسيا على هيئة خط يفصل بين العينة والدليل على ورقة الترشيح ثم تؤخذ قراءة السحاحة وتحسب النسبة .

الحساب = ١٥ - ( و × ف ) .

حيث أن و = عدد سم محلول حديدو كبريتات الأمونيوم المستخدم في المعايرة .

ف = رقم ثابت ناتج من معايرة ١٠ سم بيكرومات البوتاسيوم ÷ ما يعادلها من سنتيمترات حديدو وكبريتات الأمونيوم .

#### ملاحظات :

١- عند وضع العينة في الدورق المحتوي على ٣٠ سم حامض مخفف + ٥٠ سم ماء يجب أن يظهر راسب أبيض على الفور دليل على زيادة خلات الرصاص . وإذا لم يظهر الراسب تعاد التجربة بأخذ وزنة جديدة وتزداد فيها كمية خلات الرصاص . حيث يؤخذ ٢٠ سم بدل ١٠ سم من محلول خلات الرصاص .

٢- لتوضيح كيفية الحصول على المعامل ( ف ) تؤخذ ١٠ سم من محلول بيكرومات البوتاسيوم وتوضع في كأس سعة ٢٥٠ سم ويضاف إليها ٩٠ سم ماء مقطر ثم تعاير بمحلول حديدو كبريتات الأمونيوم ويستخدم للوصول إلى نقطة النهاية دليل فري سيانيد البوتاسيوم بتركيز

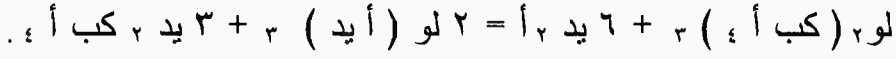
١,٠% وقصاصات ورق الترشيح حيث تؤخذ القراءة عند ظهور ( خط أزرق بروسيا ) بين المنطقة الفاصلة بين بقعة المحلول والدليل المضاف للورقة باستخدام ساق زجاجي ولنفرض أن ١٠ سم من بيكرومات البوتاسيوم تعادلت مع ٢٥ سم من حديدو كبريتات الأمونيوم فيكون قيمة ( ف ) أو المعامل  $10 \div 25 = 0,4$  أي أن قيمة ( ف )  $= 0,4$  بمعنى أن كل ١ سم من محلول حديد وكبريتات الأمونيوم تكافئ أو تتعادل مع ٠,٤ سم من محلول بيكرومات البوتاسيوم .

### القلوية الكلية وكيفية تقديرها

سبق أن ذكرنا بأن المحلول السفلى الذى يتم سحبه لوحدها تبخير الجليسرين تحتوى بالاضافة لمياه الجليسرين على القلوى الزائد الذى يتم عزله بعد عملية التمثيح وكذلك كلوريد الصوديوم وبعض من آثار صابون معلقة فى المحلول .

وكذلك الشوائب التي كانت عالقة بالمواد الدهنية التي تم تصبئها هذا القلوي الزائد يتم معادلته في حلل التعادل الخشبية بوحدها التبخير حيث يتم تقدير القلوية الكلية كأكسيد صوديوم لمعرفة كمية الحامض المعدني سواء كان حامض أيروكلوريك أو كبريتيك اللازمة لمعادلة هذا القلوي وحتى رقم  $Ph 3,5 - 4$  وبعد الوصول إلى هذا الرقم يتم إضافة سلفات الألمونيوم ( الشبة ) لتحويل الصابون الذائب في المياه إلى صابون ألمونيوم يترسب في قاع الحلل فضلاً على أن عملية التعادل ينتج عنها أيضاً تكسير جزيئات الصابون الذائبة وتحويلها إلى أحماض دهنية

تتجمع على سطح الحلل الخشبية يتم كشطها بعد ذلك حيث يصل رقم Ph بعد إضافة الشبة إلى ٣ نظراً لأن محلول الشبة في الماء حامض حسب المعادلة الآتية :



وهيدروكسيد الألمونيوم راسب جيلاتيني وينتج من تميؤ كبريتات الألمونيوم أو تفاعل الشبة مع الماء حسب المعادلة السابقة ويستخدم في تنقية المياه من الشوائب المذابة والعالقة فيها إذا تمتص هذه الشوائب على سطحها وتأخذها معها إلى قاع حلل المعالجة أو المعادلة المصنوعة من الخشب ما سبق يعتبر بداية لمعالجة المياه الخاصة بالجليسرين قبل عملية الترشيح والمعالجة القلوية أما كيفية تقدير القلوية فسوف نوضحها كما يلي :

## ٢- تقدير القلوية الكلية كأكسيد صوديوم .

### الطريقة :

١- تمزج العينة جيداً ثم يوزن منها ١ جم بالضبط داخل دورق مخروطي سعة ٢٥٠ سم معلوم الوزن .

٢- تغسل جدران الدورق بحوالي ٥٠ سم ماء مقطر ثم تضاف ٢ نقطة من دليل ميثيل أورانج .

٣- تعابر العينة باستخدام حامض يد كل أو كبريتيك ١ و عياري ويستمر في المعايرة حتى ظهور لون بصلي ( تغير اللون من الأصفر للأحمر ) ثم تدون القراءة وتحسب القلوية الكلية كأكسيد صوديوم =

$$\frac{١٠٠ \times ٣١ \times \text{ع} \times ١٠٠٠}{١٠٠}$$

حيث أن ع = عدد سم الحامض المستخدم في معايرة العينة .

ن = عيارية محلول يد كل .

و = وزن العينة

**ملاحظات :**

- ١- قد يستدعي الأمر ترشيح العينة إذا كانت نسبة الصابون بالمياه مرتفعة .
- ٢- يجب أن تكون المياه متعادلة حتى لا تكون حامضية فتؤثر على التقدير

**كلوريد الصوديوم وكيفية تقديره**

المياه التي يتم سحبها من المصابين إلى وحدات تبخير الجلسرين تحتوي على نسبة من كلوريد الصوديوم الذائب والمتخلف عن عملية العزل في قيزانات التصبن وهذه النسبة تصل عادة إلى حوالي ٧ % ويتوقف على نسبتها عدد صناديق الملح التي تنتج عند عملية التبخير وتركيز الجلسرين فعندما تقل هذه النسبة يكون ذلك أحسن حيث يقل فاقد الجلسرين في الملح الناتج ويؤثر على ذلك أيضاً كفاءة عملية تجفيف الملح فكلما تمت عملية التجفيف بكفاءة قل تشرب الملح للجلسرين وبالتالي يقل الفاقد ويقدر كلوريد الصوديوم كما يلي :

**٣- تقدير نسبة كلوريد الصوديوم**

**الطريقة :**

- ١- بعد خلط العينة جيداً يوزن كأس فارغ سعة ١٠٠ سم ثم يوزن به ٢ جم بالضبط من العينة ويضاف إليها ٢٥ سم<sup>٣</sup> ماء مقطر وتسخن على سخان كهربائي وتضاف إلى العينة ٢ - ٣ نقطة من دليل ميثيل أورانج حتى ظهور لون أحمر وتترك العينة لتتفصل طبقة الأحماض الدهنية إذا كان بالعينة صابون .

٢- ترشيح العينة داخل ورق مخروطي سعة ٢٥٠ سم<sup>٢</sup> باستخدام قمع مخروطي وورقة ترشيح مبللة بالماء ويغسل الكأس وورقة الترشيح عدة مرات باستخدام ١٠ سم<sup>٣</sup> ماء مقطر في كل مرة ويستقبل ناتج الغسيل بعد ترشيحه داخل الدورق المخروطي .

٣- تعابير العينة باستخدام محلول ص أ يد مخفف حتى يكون الوسط حمض خفيف ويعرف ذلك بتحويل لون العينة إلى لون أصفر بعد إضافة محلول ص أ يد وعند هذا الحد تضاف نقطة من حامض النيتريك المخفف حتى يتغير اللون إلى أحمر خفيف أو بصلي عند هذا الوضع يضاف دليل كرومات البوتاسيوم ( ١ سم لكل ٥٠ سم<sup>٣</sup> من المحلول الموجود بالدورق ) .

٤- تعابير العينة باستخدام محلول نترات الفضة ٠,١ عياري حتى يتغير اللون من الأصفر إلى الأحمر الطوبي عند هذا تدون القراءة ويجرى بلانك على كمية مياه مقطرة تعادل الكمية المستخدمة في العينة .

$$\text{الحساب} = \frac{(ع - ب) \times ن \times ٥٨,٥ \times ١٠٠}{١٠٠٠ \times و}$$

حيث أن ع = عدد سم نترات الفضة المستخدم في معايرة العينة .

ب= عدد سم نترات الفضة المستخدمة في معايرة البلانك .

ن = عيارية محلول نترات الفضة .

و = وزن العينة .

## الأحماض الدهنية المتخلفة من معاملة المياه وكيفية تقديرها في مياه

### الجليسرين كصابون ذائب

أثناء عملية المعادلة الحامضية للمياه يحدث تكسير للصابون الذائب عند إضافة الحامض المعدني وتتكون أحماض دهنية تصعد إلى سطح حلل التعادل وهذه الأحماض إذا لم يتم كشطها والتخلص منها بكفاءة فإن المتبقي مع المياه يتم تركيزه مع الجليسرين الخام مما يزيد من الأحماض الدهنية ويؤثر ذلك على نقاوة الجليسرين المنتج حيث تزيد نسبة المواد العضوية التي تعتبر من أهم المواصفات الناتجة بعد درجة التركيز التي يتم الحصول عليها بعد التبخير وتؤثر فيما بعد على مواصفات الجليسرين المقطر وكمية الناتج منه حيث يزيد الفاقد ويجرى تقدير الأحماض الدهنية كما هو في الاختبار التالي :

### ٤ - تقدير نسبة الأحماض الدهنية

#### الطريقة :

١- تؤخذ وزنة من العينة المخلوطة جيداً تعادل ١٠ جم بالضبط داخل كأس معلوم الوزن سعة ٢٥٠ سم ثم يضاف إليها ٥٠ سم ماء مقطر ونسخن على سخان حتى تمام روقان المحلول ثم يضاف ٢- ٣ نقطة من دليل الميثيل أورانج و ٢٥ سم من حامض الكبريتيك ١ : ٤ ويستمر في التسخين حتى انفصال الأحماض الدهنية .

٢- تنقل العينة لقمع فصل سعته ٢٥٠ سم يحتوي على ٢٥ سم من البتروليم أثير وتترك للراحة بعد الرج ثم تفصل طبقة المياه وتكرر عملية الغسيل مرة أخرى وتفصل طبقة المياه بعد الراحة .

ينقل محتويات القمع من المذيب المحتوي على الأحماض الدهنية إلى دورق مخروطي بسعة ٢٥٠ سم معلوم الوزن ويبخر المذيب على حمام

مائي ويوضع الدورق في فرن كهربائي لمدة ربع ساعة على درجة ١٠٥ م ثم يوضع في مجفف ليبرد ثم يوزن .

$$\text{الحساب} = \frac{\text{ع} - \text{ب} \times 100}{\text{ب}}$$

حيث ان ع = وزن الدورق المخروطي ومحتوياته من الأحماض الدهنية بعد التجفيف .

ب = وزن الدورق المخروطي فارغ

و = وزن العينة .

### ثانياً : تحاليل الجلسرين الخام

١- تقدير النسبة المئوية للجلسرين بطريقة الصوديوم ميتاير أيودات

#### طريقة التقدير :-

١- تمزج العينة جيداً ثم يوزن في كأس سعة ٥٠ سم معلوم الوزن ١٠ جم من الجلسرين ثم تذاب في ١٠ سم ماء مقطر وتنقل الى دورق معيارى سعة ٥٠٠ سم ويغسل الكأس عدة مرات بالماء المقطر وينقل محتوياته بالكامل الى الدورق المعيارى ثم يكمل بالماء المقطر حتى العلامة ويغطى الدورق ويرج جيداً بمحتوياته حتى تمام الذوبان .

٢- يجهز عدد ٢ دورق مخروطى بغطاء مصنف سعة الدورق ٥٠٠ سم وينقل للدورق الاول ٢٥ سم من محلول الجلسرين الموجود بالدورق المعيارى باستخدام ماصة سعة ٢٥ سم ويغسل جدران الدورق بـ ٥٠ سم ماء مقطر ثم يضاف ٧-١٠ نقط من دليل فينول رد ويعاير بمحلول حامض كبريتيك ٠,١ عيارى حتى يتحول اللون الى اصفر ثم يضاف نقطة واحدة أو أكثر من محلول ص أ يد ٠,٠٥ عيارى حتى يتحول لون المحلول بالدورق من اصفر الى أحمر ثابت بنقطة واحدة أما الدورق

الثانى فيستعمل كبلانك حيث يضاف له ٥٠ سم ماء مقطر و ٧-١٠ نقطة من دليل فينول رد وتضاف نقطة من حامض كبريتيك ٠,١ عيارى ونقطة او أكثر من محلول ص أ يد ٠,٥٥ عيارى حتى يتحول لون المحلول إلى احمر ثابت بنقطه واحدة .

٣- باستخدام ماصة سعة ٥٠ سم يؤخذ ٥٠ سم من محلول بيرأيودات الصوديوم وتوضع فى الدورق المحتوى على العينه ويغطى الدورق ويرج برفق وتكرر العملية مع الدورق المستخدم كبلانك حيث يضاف له ٥٠ سم من محلول بيرأيودات الصوديوم ثم يوضع الدورق المحتوى على العينه والبلانك فى الظلام لمدة نصف ساعة.

٤- يخرج الدورق المحتوى على العينه ويضاف له ١٠ سم من محلول إيتلين جليكول ١ : ١ ويرج الدورق بهدوء ويعاد لمكانة ثم يخرج دورق البلانك ويضاف له ١٠ سم أيضا من محلول إيتلين جليكول ويعاد لمكانة أيضا حيث يترك كلاهما فى الظلام لمدة ٢٠ دقيقة .

٥- بعد انتهاء فترة الـ ٢٠ دقيقة يخرج الدورق المحتوى على العينه ويضاف له ١٥٠ سم ماء مقطر ثم يعاير بمحلول ص أ يد ٠,١٢٥ عيارى حتى ظهور لون أحمر وتدون قراءة السحاحة . ثم يخرج دورق البلانك ويضاف له ١٥٠ سم ماء مقطر حيث يستخدم جزء من هذا الماء لغسيل جدران الدورق والغطاء ويحدث هذا أيضا فى دورق العينه عند إضافة الماء له . ثم تعاير محتويات دورق البلانك حتى ظهور لون أحمر وتدون قراءة السحاحة .

$$\text{طريقة الحساب} = \frac{(\text{سم} - ١) \times ٤ \times ٩٢,٠٩ \times ١٠٠ \times ٥٠٠}{٢٥ \times ١٠٠٠}$$

حيث ان س = عدد سم محلول ص أ يد المستخدم فى معايرة العينة

س ١ = عدد سم محلول ص أ يد المستخدم فى معايرة البلائك  
ع = عيارية محلول ص.أ يد المستخدم فى المعايرة .  
و = وزن العينة

### ملحوظة

يحضر محلول الصوديوم ميتايرايودات بإذابة ٦٠ جم من الملح فى ٥٠٠ سم<sup>٣</sup> ماء مقطر وبعد تمام الذوبان ويكون ذلك فى دورق معيارى سعة واحد لتر يضاف للمحلول ١٢٠ سم<sup>٣</sup> حامض كبريتيك ٠,١ عيارى ثم يكمل الدورق بالماء المقطر حتى العلامة ويرج جيدا ثم يستخدم المحلول بعد ذلك فى العمل حيث يحفظ فى زجاجات بنية اللون وفى الظلام .

تقدير النسبة المئوية للجلسرين بطريقة بيكرومات البوتاسيوم ( $k_2 cr_2 o_7$ )

### الطريقة :-

- ١- وزن ٢٠ جم جلسرين وتوضع فى دورق معيارى ٢٥٠ سم<sup>٣</sup> وتكمل للعلامة بالماء المقطر وترج جيدا .
  - ٢- نأخذ ٢٥ سم<sup>٣</sup> بماصة وتنقل لدورق معيارى سعة ١٠٠ سم<sup>٣</sup> ثم تضاف إليهم كربونات الفضة تحضر كما يلي :
- ( ٠,٧ جم كبريتات فضة + ١٤٠ سم<sup>٣</sup> ماء مقطر + ٤,٩ سم<sup>٣</sup> كربونات صوديوم ( ١ عيارى ) تترك هذه الكمية المحضرة حتى ترسب كربونات الفضة ويفصل منها الماء بعد ذلك حيث ينقل الراسب بواسطة قليل من الماء المقطر ثم يرج الدورق لمدة ١٠ دقائق ثم يضاف

١٠ سم<sup>٢</sup> خلات رصاص تركيز ١٠ % وترج لمدة ٥ دقائق أخرى ثم يكمل الدورق للعلامة .

٣- يؤخذ ٢٥ سم<sup>٢</sup> بعد ترشيح محتويات الدورق خلال ورقة ترشيح مبللة بالماء حيث يستقبل الرشيق في كأس سعة ١٠٠ سم<sup>٢</sup> وتنقل الـ ٢٥ سم<sup>٢</sup> إلى دورق مخروطي بغطاء سعة ٥٠٠ سم<sup>٢</sup> + ١٢ نقطة حامض كبريتيك مخفف ١ : ٤ + ٣,٧٢٧٢ جرام من بيكرومات البوتاسيوم حيث تنقل هذه الوزنة من البيكرومات .

بواسطة ٢٥ سم ماء مقطر + ٥٠ سم حامض كبريتيك ١ : ١ ثم يوضع الدورق بمحتوياته على حمام مائي لمدة ساعتين .

٤- تبرد العينة ويضاف إليها ٦ جرام حديد وكبريتات الأمونيوم وتُوج حتى تذوب ثم يختبر زيادة هذه المادة بواسطة قصاصة ورق ترشيح مبللة بالكاشف ( فري سيانيد البوتاسيوم ) فيتكون خط أزرق وإذا لم يتكون يضاف ١ جرام أخرى من حديد وكبريتات الأمونيوم حتى يتكون لون أزرق .

٥- يعاير المحلول مع بيكرومات البوتاسيوم ويختبر كل مرة حتى يختفي اللون الأزرق دليل على تعادل كل الزيادة من حديد وكبريتات الأمونيوم .

طريقة الحساب = ( ٣,٧٢٧٢ ) + س × ٠,٠٧٤٥٤ = عدد جرامات بيكرومات البوتاسيوم المستخدم س × ١,٢٤ = عدد جرامات حديد و كبريتات الأمونيوم المضافة .

الفرق بين عدد جرامات البيكرومات وحديد وكبريتات الأمونيوم هي كمية البيكرومات المستخدم في معادلة الجليسرين الموجود بالعينة .

الرقم الناتج من الطرح يضرب  $\times 2$

ثم يضرب الناتج من الضرب السابق  $\times 13,415$  حيث أن س = عدد سم البيكرومات المستخدم في العينة .

$0.074543$  = الكمية المذابة في ١ سم من محلول بيكرومات البوتاسيوم بالجرام .

س ١ = عدد جرامات حديد وكبريتات الأمونيوم .

رقم ٢ = هي وزن الجليسرين الموجود في ٢٥ سم من المحلول المأخوذ .

١٢٤ = معامل تحويل حديد وكبريتات الأمونيوم إلى بيكرومات البوتاسيوم .

١٣٤١٥ = وزن الجليسرين الذي يكافئ ١ جرام بيكرومات البوتاسيوم

**ملاحظات على طريقة تقدير الجليسرين بالبيكرومات البوتاسيوم**

١- زيادة كمية الكربونات عن ٤,٩ سم تؤدي إلى بطئ عملية الترسيب

٢- لايجاد معامل تحويل حديد وكبريتات الأمونيوم إلى بيكرومات البوتاسيوم يجرى الآتي .

أذب ٣,٧٢٧٢ بيكرومات بوتاسيوم في ٥٠ سم ماء مقطر + ٥٠ سم حامض كبريتيك ١ : ١ + ٣٠ جم حديد وكبريتات الأمونيوم ثم عاير

الزيادة من حديد وكبريتات الأمونيوم ببيكرومات البوتاسيوم .

$(0.074543 \times \text{س}) + 3,7272$

وتحسب كما يلي

عدد جرامات حديد وكبريتات الأمونيوم المستخدم

حيث أن س = عدد سم بيكرومات البوتاسيوم المستخدمة في المعايرة .

٣- يمكن تحضير بيكرومات البوتاسيوم المستخدمة في المعايرة عن طريق إذابة ٧,٤٥٤٣ جرام من بيكرومات البوتاسيوم في ١٠٠٠ سم ماء مقطر .

وهناك طريقة أخرى لتقدير الجليسرين عن طريق حامض بيرايوديك إلا أن التحليل باستخدام هذه المادة يحتاج إلى دقة وحرص شديد في التقدير لأن مجال الخطأ فيها يكون كبير بحيث يصل إلى ١ % وقد يزيد . لذلك سنكتفي بما تم ذكره وذلك لتوافر الكيماويات السابقة في التحليل بالطريقتين التي تم ذكرهما فضلا عن أن طريقة التحليل باستخدام البيرايودات الصوديوم هي الشائعة على مستوى معامل شركات الجمهورية.

## ٢- تقدير النسبة النووية للرماد

### طريقة التقدير :-

- ١- يتم حرق طبق بلاتين على درجة ٦٥٠ م ثم يوضع في مجفف ليبرد ويوزن .
- ٢- بعد وزن الطبق فارغ يوزن به ٢ جم من الجليسرين بالضبط بعد خلط العينة جيدا .
- ٣- تحرق العينة على لهب أو سخان عادي حتى تمام التخلص من الرطوبة وتحول العينة الى لون اسود متفحم .
- ٤- ينقل الطبق بمحتوياته من العينة المتفحمة الى فرن احتراق مضبوط على درجة ٦٥٠ - ٧٠٠ م وهذه الدرجة تكافئ وجود منطقة مضيئة وأخرى مظلمة داخل فرن الاحتراق وتترك العينة داخل الفرن لمدة ساعة حيث يتم إخراجها وتبريدها في مجفف ووزنها .

$$\text{طريقة الحساب} = \frac{ع - ع^{-100 \times}}{ع}$$

حيث أن ع = وزن الطبق فارغ + العينة بعد الاحتراق .

ع = وزن الطبق فارغ .

و = وزن العينة .

### ملاحظات :

١- تعرض العينة لدرجة حرارة ٦٠٠ - ٧٠٠ م دون تفحم يؤدي إلى حدوث غليان وفوران وتفقد العينة .

٢- يستدل على استواء العينة بتحويلها إلى لون أبيض بالكامل .

٣- تقدير النسبة المئوية للقلوية والملح في

الرماد الناتج بعد تقديره في الجليسرين .

### الطريقة :

تذاب عينة الرماد إذابة تامة في ٢٥ سم ماء مقطر ثم يضاف دليل ميثيل

أورانج بمعدل ٢ - ٣ نقطة فيتحول اللون إلى أصفر يعاير المذاب

بحامض كبريتيك ٠,١ عياري حتى ظهور اللون البرتقالي طريقة

حساب القلوية كأكسيد صوديوم

$$= \frac{س \times ن \times ٣١ \times ١٠٠}{١٠٠}$$

حيث أن س = عدد سم محلول حامض الكبريتيك المستخدم في

المعايرة .

ن = عيارية محلول حامض الكبريتيك .

و = وزن عينة الجليسرين ( ٢ جم ) .

التقدير السابق لحساب القلوية . أما تقدير الملح ( كلوريد صوديوم )

فيتم كما يلي على نفس العينة يضاف ١ سم من دليل كرومات

البوتاسيوم طبعاً بعد تقدير القلوية ثم تتم المعايرة بمحلول نترات الفضة  
١، عياري حتى ظهور اللون الأحمر الطوبي وهذا اللون هو بداية تغير  
العينة للون الأحمر .

$$\text{طريقة الحساب} = \frac{\text{س} \times \text{ن} \times ٥٨,٥ \times ١٠٠}{١٠٠٠ \times \text{و}}$$

حيث أن س = عدد سم محلول نترات الفضة المستخدم في المعايرة  
ن = عيارية محلول نترات الفضة  
و = وزن العينة ( ٢ جم )

٤- تقدير الحموضة والقلوية كأكسيد صوديوم

الطريقة :-

١- نزن ١٠٠ جم من عينة الجلسرين المخلوطة جيداً والمتجانسة وذلك  
في ورق مخروطي سعة ٥٠٠ سم ثم يضاف ١٥٠ سم ماء مقطر  
متعادل ثم تعادل الحموضة بواسطة محلول ص أ يد ٠,١ عياري وإذا  
كان المفروض تقدير القلوية تقدر بنفس الطريقة مع استخدام محلول  
حامض الايدروكلوريك ٠,١ ويستخدم دليل الفينول فتالين للوصول  
لنقطه التعادل.

$$\text{طريقة الحساب بالنسبة للحموضة كأكسيد صوديوم} = \frac{٣١ \times ١٠٠ \times \text{س} \times \text{ن}}{١٠٠٠ \times \text{و}}$$

$$\text{طريقة الحساب بالنسبة للقلوية كأكسيد صوديوم} = \frac{٣١ \times ١٠٠ \times \text{س} \times ١ \text{ن}}{١٠٠٠ \times \text{و}}$$

حيث أن س = عدد سم محلول ص أ يد المستخدم في المعايرة  
ن = عيارية محلول ص أ يد المستخدم في المعايرة .

س ١ = عدد سم محلول حامض الايدروكلوريك المستخدم فى المعايرة .

ن ١ = عيارية محلول حامض الايدروكلوريك المستخدم فى المعايرة .

و = وزن العينة المستخدمة .

#### ٥-الكشف عن وجود السكريات

##### طريقة التحضير :-

- ١- نحضر ٢ أنبوبة اختبار طولها ١٥ سم وقطرها ١,٥ سم .
- ٢- نضع فى كل انبوبة ٤ نقط من الجلسرين بعد خلطة ومزجه جيدا .
- ٣-نضع فى الانبوبة الأولى ١ سم من الماء المقطر وتستخدم للمقارنة بينها وبين الأنبوبة الثانية التى يضاف لها ١ سم من الكاشف الذى يتكون من الآتى :-

(٤ جم يوريا + ٠,٢ جم من كلوريد القصديروز حيث تذاب بتسخينها مع ١٠ سم من حامض الكبريتيك الذى يحضر بتركيز ٤٠ % بالحجم

٤-بعد تجهيز كل من الأنبوبتين على النظام السابق توضع كلاهما فى حمام مائى يغلى لمدة ربع ساعة حتى ظهور لون أخضر زيتى أو تغير لون أنبوبة العينة التى بها الكاشف عن انبوبة المقارنة يدل على وجود سكريات بالجلسرين بنسبة لا تقل عن ربع % .

#### ٦- تقدير الزرنيخ

##### الطريقة :-

- ١- نزن ٥ جم من الجلسرين الخام وتوضع فى زجاجة الجهاز .

٢-نضع ٥٠ سم من الماء المقطر على العينة ومن نفس الماء ٥٠سم أخرى تستخدم للضابط .

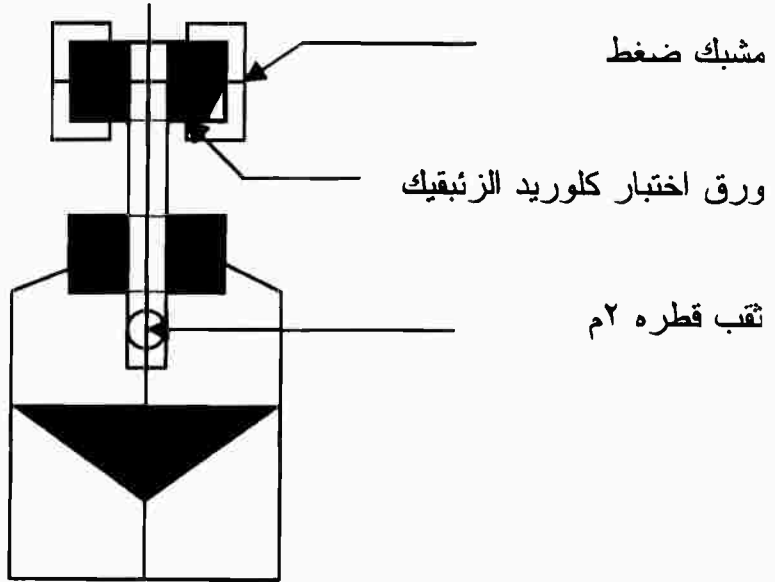
٣-ضع ١ جم من بروميد البوتاسيوم و ١٠ جم من الزنك تضاف هذه الوزنة للعينة ومثلها تضاف للضابط .

٤-نضع ورقة مشبعة بكلوريد الزئبقيك وذلك بغمسها فية وتجفيفها فى الظلام على درجة ٦٠ م .

٥- يضاف ١ سم من محلول الزرنيخ للضابط فى هذه الحالة تكون النسبة الناتجة ٢ جزء فى المليون .

٦-يضاف ١٠ سم من محلول ١٠% كلوريد القصديروز لكل من العينة والضابط ثم يترك لمدة ٤٠ دقيقة على درجة ٤٠ م .

تتلون الورقة باللون الاصفر دليل على وجود الزرنيخ وتقارن بلون ورقة البلاك لتقدير الزرنيخ بالجزء فى المليون .



جهاز تقدير الزرنيخ

شكل رقم (٢)

## ٧- تقدير النسبة المئوية للمواد العضوية غير المتطايرة

من خطوات تقدير المواد العضوية نجد أن هذا التقدير يرتبط مباشرة بتقدير نسبة الرماد في الجلسرين كذلك يرتبط الى حد كبير بتقدير القلوية في الرماد وحتى لا تدخل هذه المقدمة ضمن الخطوات دون ان ندري فسوف نرتب خطوات هذه التجربة فيما يلي :-

١- بعد معرفة نسبة القلوية في الجلسرين يتم تخفيض هذه النسبة إلى ٠,٢ % وذلك بإضافة سنتيمترات معينة من حامض يد كل نصف عيارى وذلك بعد أن نزن ١٠ جم بالضبط من الجلسرين المخلوط والممزوج والمتجانس في كأس سعة ١٠٠ سم ويذاب في ٢٥ سم ماء مقطر ثم يضاف إليه كمية الحامض الناتجة بعد الحساب بحيث لا تزيد القلوية بعد التعديل عن ٠,٢ % ولا تقل أيضا عن هذا الرقم ويكون ذلك بالمعادلة الآتية :-

إذا كانت قلوية الجلسرين أكبر من ٠,٢ % تستخدم المعادلة الآتية :-

$$\text{قانون القلوية} = \frac{س \times ع \times ٣١ \times ١٠٠}{١٠٠ \times ١٠٠٠}$$

عدد سم الحامض الواجب إضافتها للوصول الى قلوية ٠,٢ %

$$= \frac{س \times ع \times ٣١ \times ١٠٠}{١٠٠ \times ١٠٠٠} = \text{سم}$$

حيث أن س = عدد سم الحامض .

ع = عيارية الحامض .

س ١ = القلوية الزائدة عن ٠,٢

و = وزن العينة بالجرام .

مثال ذلك نفرض ان القلوية الزائدة عن ٠,٢ هي ٠,٣ % فتكون عدد

سم الحامض اللازم إضافتها الى ١٠ جم جلسرين كما يلي :-

$$= \frac{1.0 \times 100 \times 0.3}{100 \times 31 \times 0.5} = 1.93 \text{ سم هذا في حالة زيادة القلوية عن } 0.2 \%$$

أما اذا قلت القلوية عن ٠,٢ % فلا بد من تعديل القلوية حتى تصل الى

٠,٢ ويكون ذلك بإضافة كربونات صوديوم ١ عيارى .

ويتبع القانون السابق فى تقدير السنتمرات اللازم إضافتها بوصول

القلوية الى ٠,٢ % مع تغيير عيارية الحامض بعيارية القلوى المستخدم

فى الاضافة والقانون فى حالة نقصان القلوية على افتراض ان القلوية

هى ٠,١٦ % فيكون الفرق فى القلوية للوصول إلى ٠,٢ % هو

(٠,٢ - ٠,١٦) = ٠,٠٤ % وبذلك يكون القانون المستخدم فى حالة

نقصان القلوية للوصول إلى قلوية ٠,٢ %

$$\text{هو} = \frac{\text{فرق القلوية أقل من } 0.2 \times (0.04)}{1.0 \times 100 \times 0.5}$$

عيارية كربونات الصوديوم  $100 \times 31 \times$

أما الحالة الثالثة إذا كانت العينة حامضية فى هذه الحالة تقدر

الحموضة كما سبق فى تقدير الحموضة فى هذا الجزء وتحسب كمية

كربونات الصوديوم الواجب إضافتها للوصول إلى قلوية ٠,٢ % .

بالقانون التالى :  $\frac{\text{الحموضة} + 0.65}{0.31}$

أما إذا كانت العينة متعادلة لا هى حامضية ولا قلوية فيضاف ٠,٦٥ سم

من محلول كربونات الصوديوم ١ عيارى للوصول الى قلوية ٠,٢ % .

٢- بعد ذلك يتم نقل الـ ١٠ جم الذى أضيف لهم حامض نصف

عيارى أو قلوى لتعديل القلوية إلى ٠,٢ كما سبق فى جميع الحالات

السابقة حسب حالة الجلسرين . من حيث الحموضة أو القلوية أو جودة

فى حالة متعادلة يتم نقل الـ ١٠ جرام إلى دورق معيارى سعة ١٠٠

سم ويكمل للعلامة بالماء المقطر ثم ترج العينة بالدورق جيدا .

٣- يسحب بالماصة ١٠ سم من المحلول في جفتين لكل جفنة ١٠ سم من المحلول على أن تكون الجفنة معلومة الوزن .

٤- توضع الجفتان على حمام مائي حتى جفاف الماء وبقاء الجليسرين ثم توضع بعد ذلك في الفرن العادي على درجة حرارة ١٤٠ م لمدة ربع ساعة ثم ترفع الحرارة إلى ١٥٠ لمدة ربع ساعة أخرى ثم ترفع الحرارة إلى ١٦٠ م ومن حين لآخر تخرج الجفنة وتحرك دائريا لتعريض الجليسرين لأكبر مساحة على سطح الجفنة وتكرر هذه الحركة بالنسبة للجفنة الأخرى . ومن حين لآخر يضاف للعينة بالجفنة قليل من الماء ونفس الحركة تكرر ثم توضع في الفرن والغرض من ذلك تبخير الماء ومعه الجليسرين وتبقى المواد العضوية فقط .

٥- بعد تكرار هذه العملية أكثر من مرة تترك في الفرن لمدة نصف ساعة على درجة ١٦٠ م بعد ذلك تبرد وتوزن وتوضع في الفرن مرة أخرى لمدة ٥ دقائق ثم تخرج ويضاف إليها الماء بنفس الطريقة السابقة عدة مرات مع نفس الحركة إلى أن تثبت الوزنة بعد ثبات الوزن تكون المواد العضوية قد كونت فيلم على جوانب الجفنة ويطلق عليها اصطلاح ( استوت ) .

طريقة الحساب = وزن الجفنة بالمواد العضوية - وزنها فارغ = الرقم الناتج  $\times 100$  - الرماد .

## تابع تقدير المواد العضوية

ملاحظات :

١- قد تجرى عملية تقدير للجليسرين للمواد العضوية المتبقية عند درجة حرارة ١٦٠ م باذابتها في الماء المقطر وتقدر بالطريقة العادية عن طريق مادة الصوديوم ميتاير ايودات وتقسم النسبة  $\div ١$  .

٢- إذا قلت القلوية عن ٢, % فإن ذلك يسبب تطاير الأحماض الدهنية المتطايرة ذات الوزن الجزيئي الصغير فتقل نسبة المواد العضوية عن الواقع وهذا هو السبب في إضافة كربونات صوديوم لرفع القلوية إلى ٢, % .

٣- إذا زادت القلوية عن ٢, % تحدث عملية بلمرة للجليسرين مع المواد العضوية فلا يحدث تبخير للجليسرين فتؤدي إلى زيادة المواد العضوية عن الواقع . وهذا هو السبب في إضافة حامض نصف عياري للجليسرين للوصول إلى قلوية ٢, % وعدم زيادتها .

(( الجليسرين المقطر ))

قبل الحديث عن تحاليل الجليسرين المقطر نبدأ بنبذة عن عملية التقطير نعلم وتمام العلم لمن علم الانسان ما لم يعلم بأن عملية التقطير تجرى على الجليسرين الخام والذي يتكون من ( جليسرين خام تركيز ٨٥/٧٥ % + كلوريد صوديوم + ماء + أحماض دهنية + شوائب أخرى ) ولإجراء عملية التقطير على الجليسرين الخام يتم سحب كمية معلومة في تنك خاص ثم يضاف إلى هذه الكمية محلول صودا بنسبة تركيز ٤٠ - ٥٠ % وذلك للتخلص من الأحماض مع التقليب ثم تغذية جهاز التقطير بالجليسرين وتجهيزه في السخان الأولى للتخلص من

الماء حيث تصل درجة الحرارة به إلى ١٠٥-١١٠ م وينزل الجليسرين الخالي تقريبا من المياه إلى برج التقطير الذي يعمل تحت تفريغ هواء كامل لا يزيد الضغط الجوي عن ٥ مم زئبق ورفع درجة الحرارة بطريقة غير مباشرة عن طريق مواسير البخار المارة خلال الجليسرين لرفع درجة الحرارة إلى ما بين ١٥٠-١٧٠ م فيتبخّر الجليسرين ويتم اعتراض البخار بمكثفات خاصة ذات دورة تبريد مغلقة يتكثف عليها الجليسرول ويتم تجميعه في صناديق خاصة بذلك للحصول على الجليسرين النقي وتجميع الجليسرين بعد ذلك في تنك خاص حتى امتلاؤه ويتم نقله إلى تنك الفحم وحساب كمية الفحم المنشط المطلوبة له بدون زيادة أو نقص وتكون في العادة ١,٥-٢ ك للطن مع إضافة تراب تبييض بمعدل نصف كجم للطن أيضا ويقلب لمدة نصف ساعة وذلك للتخلص من الرائحة الغير مرغوبة وتحسين درجة اللون . ثم يتم الترشيح على فلتر خاص للتخلص من الفحم وتراب التبييض فيتم الحصول على الجليسرين النقي ويكون بعد ذلك معد للتعبئة في عبوات خاصة بعد إجراء الاختبارات التأكيديّة لمطابقته على المواصفات الخاصة بالجليسرين المقطر وتوجيهه للغرض المطلوب له حيث يتم تصنيفه إلى الجليسرين الطبي والصناعي والحربي والجليسرين المقطر عامة شرابي القوام خاليا من الشوائب الظاهرة ويمتزج بالماء بأي نسبة ولا يذوب في الاثير والكلوروفورم . وتتم تعبئته في عبوات خاصة مع مراعاة أن تكون جميع العبوات نظيفة تماما وخالية من آثار الروائح وتكون البراميل معزولة بطبقة من الورنيش أو مجلفنة أو براميل بلاستيك .

### ثالثا : التحاليل التي تجرى على الجلسرين المقطر

١- تقدير النسبة المئوية للجلسرول فى الجلسرين المقطر باستخدام  
محلول الصوديوم ميتاير أ يودات .

#### طريقة التقدير :-

لا تختلف هذه الطريقة فى التقدير عن الجلسرين الخام سوى فى  
الوزنة المأخوذة حيث يتم خلط الجلسرين ومزجة جيدا ثم تؤخذ وزنة  
فى كأس معلوم الوزنة سعة ٥٠ سم<sup>٣</sup> ومقدار الوزنة ٨ جم بالضبط تنقل  
الى دورق معيارى سعة ٥٠٠ سم<sup>٣</sup> ويغسل الكأس المحتوى على العينة  
بالماء المقطر عدة مرات وينقل ناتج الغسيل الى الدورق المعيارى  
حتى تمام التأكد من غسيل كل محتويات الكأس ونقل كل ما به من  
جلسرين الى الدورق المعيارى ثم يكمل الدورق بالماء المقطر حتى  
العلامة ويغطى الدورق بغطائه ويرج محتوياته جيدا ثم يؤخذ من  
المحلول ٢٥ سم<sup>٣</sup> بماصة تنقل الى دورق مخروطى سعة ٥٠٠ سم<sup>٣</sup>  
بغطاء وتكمل نفس الخطوات كما فى الجلسرين الخام .

### ٢- تقدير الكثافة

#### خطوات التقدير :-

- ١- تبرد العينه حتى درجة حرارة ٢٠ م ثم توضع فى مخبر مدرج مع  
ملاحظة عدم وجود فقاعات هواء.
- ٢- يوضع ميزان الكثافة فى المخبر لمدة ١٥ دقيقة بعيدا عن الجدران وذلك  
حتى ثبات التدرج ثم تقرأ درجة الحرارة .
- ٣- فى حالة زيادة درجة الحرارة عن ٢٠ م أو نقصانها عن ٢٠ م يتم  
ضرب فرق درجة الحرارة  $\times (0,00064)$  ثم يضاف الناتج على قراءة

الايديرومتر فى حالة زيادة درجة الحرارة ويطرح فى حالة نقصان الحرارة  
عن ٢٠ م .

٤- بعد الحصول على الوزن النوعى يمكن استخراج ما يقابلها من  
تركيز % من جداول التركيز بمعلومية الكثافة أو الوزن النوعى .

الوزن النوعى الحقيقى : هى النسبة بين حجم معين من المادة عند  
درجة حرارة معينة وبين نفس الحجم من الماء المقطر عند درجة  
حرارة ٤ م ونظرا لصعوبة التقدير على درجة حرارة ٤ م فإنه يتم  
التقدير على درجة حرارة الغرفة ويعرف الناتج فى هذه الحالة بالوزن  
النوعى النسبى أو الكثافة النسبية الظاهرية

الوزن النوعى الظاهرى : هو النسبة بين وزن حجم معين من المادة  
على درجة حرارة معينة الى وزن نفس الحجم من الماء عند نفس درجة  
الحرارة.

الباب الثالث

| الجرين % | الوزن النوعي عند درجة ٢٠/٢٠ م |          | الكثافة عند ٢٠ م | الجرين % | الوزن النوعي عند درجة ٢٠/٢٠ م |          | الكثافة عند ٢٠ م |
|----------|-------------------------------|----------|------------------|----------|-------------------------------|----------|------------------|
|          | الظاهرية                      | الحقيقية |                  |          | الظاهرية                      | الحقيقية |                  |
| ٧٥       | ١,١٩٧٢٠                       | ١,١٩٧٠٠  | ١,١٩٣٩           | ١٠٠      | ١,٢٦٣٦٢                       | ١,٢٦٣٣١  | ١,٢٦٠١           |
| ٧٤       | ١,١٩٤٥٠                       |          | ١,١٩١٢           | ٩٩       | ١,٢٦١٠٥                       | ١,٢٦٠٧٥  | ١,٢٥٧٦           |
| ٧٣       | ١,١٩١٧٥                       |          | ١,١٨٦٦           | ٩٨       | ١,٢٥٨٤٥                       | ١,٢٥٨١٥  | ١,٢٥٥٠           |
| ٧٢       | ١,١٨٩٠٠                       |          | ١,١٨٥٨           | ٩٧       | ١,٢٥٥٨٥                       | ١,٢٥٥٥٥  | ١,٢٥٢٤           |
| ٧١       | ١,١٨٦٣٠                       |          | ١,١٨٣١           | ٩٦       | ١,٢٥٣٣٠                       | ١,٢٥٣٠٠  | ١,٢٤٩٨           |
| ٧٠       | ١,١٨٣٥٥                       | ١,١٨٣٣٠  | ١,١٨٠٣           | ٩٥       | ١,٢٥٠٧٥                       | ١,٢٥٠٤٥  | ١,٢٤٧٣           |
| ٦٩       | ١,١٨٠٨٠                       |          | ١,١٧٧٦           | ٩٤       | ١,٢٤٨١٠                       | ١,٢٤٧٨٠  | ١,٢٤٤٧           |
| ٦٨       | ١,١٧٨٠٥                       |          | ١,١٧٤٨           | ٩٣       | ١,٢٤٥٤٥                       | ١,٢٤٥١٥  | ١,٢٤٢١           |
| ٦٧       | ١,١٧٥٣٠                       |          | ١,١٧٢٠           | ٩٢       | ١,٢٤٢٨٠                       | ١,٢٤٢٥٠  | ١,٢٣٩٤           |
| ٦٦       | ١,١٧٢٥٥                       |          | ١,١٦٩٣           | ٩١       | ١,٢٤٠٢٠                       | ١,٢٣٩٨٥  | ١,٢٣٦٨           |
| ٦٥       | ١,١٦٩٨٠                       | ١,١٦٩٦٠  | ١,١٦٦٦           | ٩٠       | ١,٢٣٧٥٥                       | ١,٢٣٧٢٥  | ١,٢٣٤١           |
| ٦٤       | ١,١٦٧٠٥                       |          | ١,١٦٣٨           | ٨٩       | ١,٢٣٤٩٠                       | ١,٢٣٤٦٠  | ١,٢٣١٥           |
| ٦٣       | ١,١٦٤٣٠                       |          | ١,١٦١٢           | ٨٨       | ١,٢٣٢٢٠                       | ١,٢٣١٩٥  | ١,٢٢٨٨           |
| ٦٢       | ١,١٦١٥٥                       |          | ١,١٥٨٣           | ٨٧       | ١,٢٢٩٥٥                       | ١,٢٢٩٣٠  | ١,٢٢٦١           |
| ٦١       | ١,١٥٨٧٥                       |          | ١,١٥٥٥           | ٨٦       | ١,٢٢٦٩٠                       | ١,٢٢٦٠٠  | ١,٢٢٣٥           |
| ٦٠       | ١,١٥٦٠                        | ١,١٥٨٥   | ١,١٥٢٨           | ٨٥       | ١,٢٢٤٢٠                       | ١,٢٢٣٩٥  | ١,٢٢٠٨           |
| ٥٩       | ١,١٥٣٢٥                       |          | ١,١٥٠١           | ٨٤       | ١,٢٢١٥٥                       | ١,٢٢١٣٠  | ١,٢١٨١           |
| ٥٨       | ١,١٥٠٥٠                       |          | ١,١٤٧٣           | ٨٣       | ١,٢١٨٩٠                       | ١,٢١٨٦٥  | ١,٢١٥٥           |
| ٥٧       | ١,١٤٧٧٠                       |          | ١,١٤٤٦           | ٨٢       | ١,٢١٦٢٠                       | ١,٢١٥٩٥  | ١,٢١٢٨           |
| ٥٦       | ١,١٤٥٠٠                       |          | ١,١٤١٩           | ٨١       | ١,٢١٣٥٥                       | ١,٢١٣٣٠  | ١,٢٢٠١           |
| ٥٥       | ١,١٤٢٢٠                       | ١,١٤٢٠٥  | ١,١٣٩١           | ٨٠       | ١,٢١٠٩٠                       | ١,٢١٠٦٥  | ١,٢٠٧٥           |
| ٥٤       | ١,١٣٩٤٥                       |          | ١,١٣٦٤           | ٧٩       | ١,٢٠٨١٥                       |          | ١,٢٠٤٧           |
| ٥٣       | ١,١٣٦٧٠                       |          | ١,١٣٣٦           | ٧٨       | ١,٢٠٥٤٠                       |          | ١,٢٠٢١           |
| ٥٢       | ١,١٣٣٩٥                       |          | ١,١٣٠٨           | ٧٧       | ١,٢٠٢٧٠                       |          | ١,١٩٩٤           |
| ٥١       | ١,١٣١٢٠                       |          | ١,١٢٨١           | ٧٦       | ١,١٩٩٩٥                       |          | ١,١٩٦٦           |

### ٣- تقدير نسبة الرماد المكبرت في الجلسرين النقي

#### الطريقة :-

١- يوزن بدقة من ٢٥ - ٥٠ جم من العينة في طبق بلاتيني سبق حرقة وتبريده ووزنة ثم يسخن الطبق تدريجيا وبإحتراس منعا للفوران وذلك على لهب هادئ الحرارة حتى يبدأ الجلسرين في التبخير عند ذلك تشعل الابخرة المتصاعدة وتترك العينة لتحترق ذاتيا دون استمرارية التسخين بعيدا عن أى تيارات هوائية ويترك الطبق ليبرد .

يبقى المتبقى في الطبق بـ نصف سم حامض كبريتيك مركز ثم يسخن موة أخرى على لهب ويوضع في فرن كهربائي ( فرن احتراق ) على درجة ٧٥٠ - ٨٥٠ م حتى يتم التخلص من الحامض وتحترق أى مواد أخرى بالطبق ثم يخرج الطبق ويبرد ويوزن وتكرر عملية إضافة الحامض والحرق حتى ثبات الوزن مع مراعاة تفادى خاصية امتصاص الرماد للرطوبة بسرعه لتبرد في مجفف والوزن في ميزان يحتوي على طبق به مادة كلوريد الكالسيوم أو حامض الكبريتيك لامتصاص الرطوبة .

$$\frac{\text{ع} - \text{ع} \times 100}{\text{و}} = \text{الحساب}$$

حيث أن ع = وزن الطبق البلاتيني + الرماد

ع- = وزن الطبق فارغ

و = وزن عينة الجلسرين .

### ٤- تقدير كلوريد الصوديوم في الجلسرين المقطر .

#### الطريقة :

١- يؤخذ في كأس سعة ٢٥٠ سم ( ٥٠ سم ماء مقطر + ١ سم

كرومات بوتاسيوم ٥ % ) .

٢- تعادل المحتويات بمحلول نترات فضة ١، - عياري حتى ظهور لون التعادل ( أحمر طوبي ) .

يوزن على محتويات الكأس بعد معادلته بنترات الفضة ٦٠ جرام من الجليسرين النقي وتقلب في الماء حيث يتحول اللون إلى أصفر في حالة وجود كلوريد صوديوم حيث تعادل بمحلول نترات الفضة ١،

عياري حتى ظهور لون أحمر طوبي مرة أخرى .  

$$\frac{ح \times ١٠٠ \times ٥٨,٥}{١٠٠ \times ١٠٠٠} =$$
 طريقة الحساب

حيث أن ح = عدد سم محلول نترات الفضة المستخدمة في المعايرة .

ن = عيارية محلول نترات الفضة

و = وزن عينة الجليسرين المقطر

#### ٥- تقدير اللون

يمكن تقدير لون الجليسرين المقطر باستخدام جهاز اللوفيبوند باستخدام خلية زجاجية مقاسها  $٥ \frac{1}{4}$  بوصة مصنوعة من زجاج شفاف عديم اللون وزجاجها معامل تمدده بسيط . لذلك يجب أن تكون العينة حرارتها بين ٤٠ - ٥٠ م ولا تزيد عن ذلك حفاظا عليها .

#### طريقة التقدير :

تتحصر في ملأ الخلية بالعينة الممزوجة والمتجانسة جيدا ثم توضع في مكانها بالجهاز حيث تحرك شرائح اللون الصفراء والحمراء والزرقاء حتى تتطابق ألوان الشرائح مع لون العينة بالخلية عند ذلك تؤخذ القراءة وتدون .

٦-تقدير الزرنيخ

ولا داعي لتكرار التجربة حيث أنها قد ذكرت ضمن هذا الكتاب في تحاليل الجليسرين الخام .

٧- تقدير المواد المختزلة .

طريقة التقدير .

١- نحضر أنبوبتين نسلر يوضع في كل منهما ٥ سم من الجليسرين + ٥ سم من أيروكسيد الأمونيوم ١ : ١ ثم ترج المحتويات للتجانس وتوضع في حمام مائي على درجة ٦٠ م لمدة ٥ دقائق وباستخدام ماصة ١ سم يضاف على أحد الأنبوبتين نصف سم نترات فضة ٥ % ثم ترج مرة أخرى أما الأنبوبة الثانية فلا يضاف لها نترات فضة حيث أنها تستخدم كبلانك .

٢- ترج الأنبوبتين ثم توضع على حامل خاص في الظلام لمدة ٥ دقائق وترفع الأنبوبتين ثم يقارن اللون في الأنبوبة المضاف لها نترات فضة والأخرى الغير مضاف لها نترات فضة .

٣- إذا تساوى لون كل من الأنبوبتين وتطابقا لونها تكون النتيجة سالبة لعدم وجود مواد مختزلة ( مثل الأكرولين ) أما إذا حدث اختلاف في اللون لعدم تطابقهما تكون النتيجة موجبة لحدوث اختزال . فيدل ذلك على وجود مواد مختزلة بالجليسرين .

## ٨- تقدير النسبة المئوية للأحماض الدهنية والاسترات محسوبة

كأكسيد صوديوم ( مكافئ التصبن )

طريق التقدير :

١- يحضر محلول أيدروكسيد صوديوم  $\frac{S}{100}$  عياري ويحضر محلول حامض كبريتيك  $\frac{S}{100}$  عياري ثم يعمل بلانك بين المحلولين كما يلي :

يؤخذ ورق ٢٥٠ سم ويركب له مكثف هوائي ويحتوي الدورق على ١٤٠ سم<sup>٣</sup> ماء مقطر + ١٥ سم<sup>٢</sup> من محلول ص أ يد  $\frac{S}{100}$  عياري . يوضع الدورق على السخان لمدة ٥ دقائق من بداية الغليان ثم يوضع ١ سم فينول فتالين وتعادل باستخدام حامض كبريتيك  $\frac{S}{100}$  عياري حتى اختفاء اللون نفرض أن

١٥ سم ص أ يد تعادلت مع ١٤,٥ سم<sup>٢</sup> حامض كبريتيك يكون هذا الرقم بلانك ثابت ولكن من المستحسن عمل بلانك مع كل عينة لتفادي أخطاء تغير عيارية المحاليل المستخدمة في العمل .

٢- بعد تحضير وتجهيز المحاليل يوزن ٥٠ جرام جليسرين مقطر في ورق بفتحة مصنفة معلوم الوزن + ١٠٠ سم<sup>٣</sup> ماء مقطر ويوضع ١ سم<sup>٣</sup> فينولفتالين كدليل + ١٥ سم<sup>٢</sup> محلول ص أ يد  $\frac{S}{100}$  عياري ونضع المكثف العاكس على الدورق ثم نضع على السخان لمدة ٥ دقائق من بداية الغليان وفي نفس الوقت يجرى عمل بلانك باستخدام ورق آخر كما هو موضح بالبند رقم ١ ويستمر في الغليان ٥ دقائق ثم يرفع الدورق المحتوي على العينة والبلانك بعد انتهاء فترة الغليان وتبرد

بالماء من الخارج وبعد ذلك تجرى معايرة كل على حدة باستخدام محلول حامض الكبريتيك  $\frac{1}{100}$  عيارى حتى أختفاء اللون القرمزى

$$\frac{100 \times 31 \times 6 \times \bar{C} - C}{1000 \times 6} = \text{طريقة الحساب}$$

حيث أن  $C$  = عدد سم الحامض المستخدم في معايرة البلاك .

$\bar{C}$  = عدد سم الحامض المستخدم في معايرة العينه.

$E$  = عيارية محلول حامض الكبريتيك .

$W$  = وزن عينة الجليسرين .

٩- الكشف عن السكريات وقد سبق إجراء هذا التقدير في تحاليل

الجليسرين الخام .

١٠- تقدير الكبريتات .

طريقة التقدير :

١- يوزن ١٠ جرام من الجليسرين بالضبط في أنبوبة نسلر سعة ٥٠ سم<sup>٣</sup> ويضاف لها ١ سم<sup>٣</sup> من محلول حامض الأيدروكلوريك ١ : ١ + ٢ سم<sup>٣</sup> من محلول كلوريد الباريوم ١٠ % ثم يخفف الحجم إلى ٢٥ سم<sup>٣</sup> بالماء المقطر ويترك لمدة نصف ساعة في حالة وجود كبريتات تتكون عكارة بيضاء .

٢- يحضر محلول قياسي من كبريتات الصوديوم اللامائية بإذابة ١٤٧٩ جم من كبريتات الصوديوم اللامائية في الماء المقطر وتنقل إلى دورق معياري سعة لتر ويكمل للعلامة ثم يرج جيداً بعد قفل الدورق بغطائه وهذا المحلول يخفف قبل الاستعمال بنسبة ١ : ١٠ أي

عشرة أضعاف بحيث يكون ( كل ١ سم<sup>٣</sup> من المحلول = ١٠٠٠ جم كبريتات ) .

٣- من المحلول السابق أنقل ٥ ، ٧٥ ، ١ ، ٢٥ ، ١ سم<sup>٣</sup> على التوالي من المحلول القياسي كل كمية توضع في أنبوبة نسلر تحتوي على ١ سم<sup>٣</sup> من محلول حامض الأيدروكلوريك المخفف ١ : ١ + ٢ سم<sup>٣</sup> من محلول كلوريد الباريوم ١٠ % ويخفف الحجم إلى ٢٥ سم<sup>٣</sup> بالماء المقطر وتترك الأنابيب لمدة نصف ساعة ويختار التركيز الذي يطابق عكارة العينة التي أجريت قبل هذه التخفيفات مباشرة نسبة الكبريتات بالجزء في المليون =  $\frac{١٠٠ \times \text{س}}{\text{و}}$

حيث أن س = عدد سم محلول كبريتات الصوديوم القياسي  
و = وزن العينة بالجرام .

رقم ١٠٠ = يفسر بأنه أجزاء المليون الموجودة في ١ سم<sup>٣</sup> محلول الكبريتات القياسي .

#### ١١- الكشف عن وجود النحاس

##### طريقة التقدير :

نأخذ ١٠ سم<sup>٣</sup> من الجليسر الممزوج جيدا في أنبوبة نسلر ثم يضاف إليها ٣٠ سم<sup>٣</sup> من الماء المقطر + ١ سم<sup>٣</sup> من حامض الأيدروكلوريك المخفف ١٠ % + ١٠ سم<sup>٣</sup> من محلول كبريتور الأيدروجين المشبع والمحضر حديثا . يجب أن يظل لون الأنبوبة ثابت بدون تغيير في اللون وإذا حدث تغير في اللون يكون الجليسر ملوث ويحتوي على نحاس .

## الباب الثالث

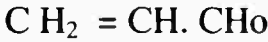
### مواصفات الجودة الواجب توافرها في الجلسرين الخام والمقطر كمنتج نهائي

| نوع الجلسرين                                                              | جلسرين خام                | جلسرين مقطر طبي           | جلسرين مقطر حربي     | جلسرين مقطر صناعي      |
|---------------------------------------------------------------------------|---------------------------|---------------------------|----------------------|------------------------|
| المواصفة                                                                  |                           |                           |                      |                        |
| ١- النسبة المئوية للجلسرين                                                | لا تقل عن ٨٠ %            | لا تقل عن ٩٨ %            | لا تقل عن ٩٨,٧ %     | لا يقل عن ٩٨ %         |
| ٢- النسبة المئوية للرماد                                                  | لا يزيد عن ١٠ %           | ٠,١ %                     | ٠,٢٥ %               | ٠,١ %                  |
| ٣- النسبة المئوية للمواد العضوية                                          | لا تزيد عن ٣ %            | -                         | -                    | -                      |
| ٤- الزرنيخ                                                                | لا يزيد عن ٢٠ جزء / مليون | ٢ جزء / مليون             | -                    | -                      |
| ٥- كشف السكريات                                                           | سالب                      | سالب                      | سالب                 | سالب                   |
| ٦- الوزن النوعي عند ٢٠ م                                                  | -                         | لا تقل عن ١,٢٥٨٤          | ١,٢٦٠٢               | ١,٢٥٨٤                 |
| ٧- الحديد                                                                 |                           | جزء في المليون            | -                    | -                      |
| ٨- النحاس                                                                 |                           | تجتاز الاختبار            | -                    | -                      |
| ٩- الرصاص                                                                 |                           | لا يزيد عن ١ جزء / مليون  | -                    | -                      |
| ١٠- الكلوريدات محسوبة على هيئة كل ٢                                       |                           | لا يزيد عن ١٠ جزء / مليون | آثار                 | ٦٠ جزء / مليون         |
| ١١- الكبريتات على هيئة كب أ                                               |                           | لا تزيد عن ١٠ جزء / مليون | -                    | -                      |
| ١٢- المواد المختزلة                                                       |                           | تجتاز الاختبار            | تجتاز الاختبار       | -                      |
| ١٣- الحموضة والقلوية على هيئة أكسيد صوديوم                                |                           | لا شيء                    | ٠,١ %                | ٠,١ %                  |
| ١٤- اللون على جهاز اللوفيبونديخليه ٢٥, ٥ بوصة                             |                           | أحمر أزرق أصفر - ٥        | أحمر أزرق أصفر ١ ٥ ٧ | أحمر أزرق أصفر ١,٢ ٥ ٥ |
| ١٥- النسبة المئوية بالوزن للأحماض الدهنية والاسترات محسوبة على هيئة ص ٢ أ |                           | لا تزيد عن ٠,٢٥ %         | لا يزيد عن ٠,٢٥ %    | لا تزيد عن ٠,٥ %       |

ملحوظة

١- يستخدم الجليسرين كعائق للتجمد حيث يخلط بالماء في أجهزة تبريد العربات لتقليل احتمال تحول الماء إلى ثلج عند درجات الحرارة المنخفضة هذا بالإضافة لاستخداماته السابقة .

٢- عند معالجة مياه الجليسرين المستخدمة في إنتاج الجليسرين أو عند معالجة الجليسرين ببعض المواد الماصة للماء مثل حامض الكبريتيك أو بيكبريتات البوتاسيوم يتكون الألكهايد غير المشبع المسمى (الأكرولين) والذي يعرف برائحته القوية النفاذة .



ويكشف عن ذلك بتسخين بضع قطرات من الجليسرين مع نصف جوام من بيكبريتات البوتاسيوم ( أو اسم من حمض الكبريتيك المركز ) تلاحظ رائحة الأكرولين القوية النفاذة .