

الباب الخامس

التحاليل التي تجرى على المواد الخام الواردة



الباب الخامس

التحاليل التي تجرى على المواد الخام الواردة

أولاً : الزيوت والشحوم

الغرض من هذه التحاليل هو تحديد أسلوب الفحص والاختبار للمواد الخام الواردة لمعرفة مدى مطابقتها .

وسوف يتناول هذا الجزء التحاليل التالية : —

- ١ — تقدير نسبة الحموضة للزيوت والشحوم الواردة وتقدير رقم الحموضة .
- ٢ — تقدير نسبة الرطوبة .
- ٣ — تقدير درجة الانصهار .
- ٤ — تقدير نسبة الأحماض الدهنية الكلية .
- ٥ — تقدير رقم التصبن .
- ٦ — تقدير الرقم اليودي .
- ٧ — تقدير نسبة الشوائب .

وقد سبق ذكر طريقة تقدير الحموضة والرطوبة ودرجة الانصهار ونسبة الأحماض الدهنية الكلية ورقم التصبن والرقم اليودي [إلا أنه يلاحظ بأن تقدير رقم الحموضة في الليسيتين يزيد عن تقديره في زيت فول الصويا المستخلص منه والزيت المستخلص من الكسب في المعمل بواسطة جهاز سوكلت يزيد به رقم الحمض عن زيت الصويا الناتج من وحدات الاستخلاص نظراً لتركيز الصمغ في الكسب وبالتالي يستخلص جزء كبير منها من الكسب عند الاستخلاص بجهاز سوكلت ويرتفع فيه رقم الحمض عند تقديره وتفسير ارتفاع رقم الحمض عند تقديره في الليسيتين يرجع لأن الليسيتين يمكن اعتباره جليسيريد ثلاثي استبدل فيه حمض دهني واحد وحل محله حامض فوسفوريك الذي بدوره يكون استر مع مادة الكولين التي هي الأساس النيتروجيني]

تقدير نسبة الشوائب

١ — وفي هذه الطريقة يتم أخذ عينة ممثلة بعد الخلط الجيد ثم يوزن من ٥ - ١٠ جم منها وتجفف ثم تذاب في ٥٠ سم من الإيثير البترولي وترشح خلال ورقة ترشيح مجففة وسبق وزنها ثم تغسل ثلاث مرات بالمذيب الساخن حتى تمام التأكد من أن الراشح خالي من الزيت .

٢ — تؤخذ ورقة الترشيح وتوضع في فرن علي درجة ١٠٥ م لمدة ساعة ثم تبرد في مجفف وتوزن .

$$\text{الحساب} = \frac{(و - ١) \times ١٠٠}{\text{الوزن}}$$

الوزن

حيث و = وزن الورقة فارغة + العينة (المحتويات)

١ = وزن الورقة فارغة .

ثانياً : أيدروكسيد الصوديوم

نظراً لما للصودا الكاوية من تأثير كبير في صناعة الزيوت والصابون فسوف نذكر باختصار طريقة تحضير الصودا الكاوية في الصناعة فهناك طريقة قديمة كانت تستخدم في وادي النظرون وتتخلص في معاملة محلول وادي النظرون وهو خليط من كربونات الصوديوم وبيكربونات الصوديوم مع الجير حيث يستخدم محلول كربونات الصوديوم بتركيز ١٠ % ويوضع في مراحل من الحديد مجهزة بمحركات لتقليب المحلول مع الجير وتجهيز المراحل بأنابيب يمر فيها بخار لتسخين المحلول ويرشح المحلول بعد انتهاء العملية للتخلص من كربونات الكالسيوم الراسب ثم يسخن المحلول في أوان من الحديد الزهر حتى يتبخر كل الماء وتتبقى صودا كاوية منصهرة ثم تعبأ في براميل حديد أما الطريقة الشائعة حالياً والتي ينتج بها حوالي ٨٠% من الصودا الكاوية والتي تستعمل في الصناعة فهي الطريقة الكهربائية وتعتمد هذه

الطريقة علي التحليل الكهربى لمحلول مائى من كلوريد الصوديوم الرخيص الثمن حيث يتفكك كلوريد الصوديوم في المحلول الملحي إلي أيونات كلور وأيونات صوديوم وتتجه الأخيرة إلي الكاثود لأنها تحمل شحنة كهربية موجبة ثم يكتسب كل أيون منها الكترونا من الكاثود ويتحول إلي ذرة صوديوم التى تتحد مع الماء مكونة هيدروكسيد صوديوم ويتصاعد هيدروجين عند الكاثود أما أيون الكلور فيتجه نحو الأنود ويتحول إلي ذرة كلور يفقده الكترونا وتتحد كل ذرتين من الكلور مكونة جزيئاً يتصاعد عند الأنود ويراعى في تصميم الجهاز جعل منطقة المهبط منفصلة عن منطقة المصعد حتى يعزل الكلور عن كل من محلول الصودا الكاوية و الهيدروجين الناتجين ثم يتبخر محلول الصودا الكاوية وجدول رقم ٢ ، ٣ يبين التركيزات المختلفة لأيدروكسيد الصوديوم كذلك درجات الصودا الأربعة جاى لوساق .
نيوكاستل — الدرجة الفرنسية والدرجة الألمانية وأمثلة لها .

(١) الدرجة الحقيقية أو درجة جاى لوساق

وهي عابرة عن كمية أكسيد الصوديوم ص_٢ أ في المائة الموجودة في الصودا الكاوية وعليه فمائة جزء من أيدروكسيد الصوديوم للنقى العديم الماء تحتوى علي ٥ , ٧٧ جزء من أوكسيد الصوديوم وبعبارة أخرى درجته ٥ , ٧٧ .

(٢) الدرجة الإنكليزية أو درجة نيوكاستل

وهي عبارة عن كمية أكسيد الصوديوم ص_٢ أ في المائة الموجودة في الصودا الكاوية مقربة بحساب الوزن الذري لأوكسيد الصوديوم (٣٢ عوضاً عن ٣١ فهي حينئذ تختلف عن درجة جاى لوساق بشئ بسيط جداً وعليه فأيدروكسيد الصوديوم النقى العديم الماء درجته ٧٨,٥٢ نيوكاستل .

(٣) الدرجة الفرنسية (سكرزيلز)

وهي عبارة عن كمية حامض الكبريتيك المعيارى اللازم لتعادل كمية الصودا الكاوية المطلوب معرفة عيارها أو درجتها وحيث أن ٤٠ جزء من

أيدروكسيد الصوديوم يلزمه ٤٩ جزءاً من حامض الكبريتيك فيكون ١٠٠ جزء من أيدروكسيد الصوديوم يلزمها ١٢٢,٥ جزءاً من حامض الكبريتيك المعياري ليتم التعادل وبعبارة أخرى درجته ١٢٢,٥ فرنسي .

(٤) الدرجة الألمانية

وهي عبارة عن كمية أيدروكسيد الصوديوم محسوبة ككربونات الصوديوم وعليه فالصودا الكاوية النقية العديمة الماء درجتها ٥ , ١٣٢ .

فمثلاً أيدروكسيد الصوديوم النقي العديم الماء نظرياً يحتوى علي مائة جزء في المائة من أيدروكسيد الصوديوم فتكون درجاته كالاتي : جاي لوساق ٥ , ٧٧ نيوكاستل ٥٢ , ٧٨ فرنسي ٥ , ١٢٢ الألمانية ٥ , ١٣٢ .

والجدول نمرة ٢ يرينا بالضبط درجات الصودا الأربعة من واحد إلي مائة في المائة من أيدروكسيد الصوديوم وتباع الصودا الكاوية في العادة لمصانع الصابون في براميل من الحديد محكمة القفل بحالة ملح متبلور بدرجة مخصوصة يتفق عليها عند الشراء فمثلاً يتعاقد المشتري مع المصنع علي توريد صودا في درجة ١٢٨ الألمانية فعند ورود الصودا الكاوية لمصنع الصابون يجب تحليلها بطريقة التعادل لمعرفة ما إذا كانت الصودا بالدرجة ٧٧,٥ المتفق عليها أم لا فإن كانت الدرجة أقل أي أن كمية أيدروكسيد الصوديوم أقل من المتفق عليه وجب ألا يدفع المشتري الثمن أولاً ، إذ أن الصودا التي تحتوى مثلاً علي ٩٦ % أيدروكسيد الصوديوم ليست قيمتها كالتى تحتوى علي ٧٠ % ثم أن مفعول وتأثير الأولي أكثر وأعظم من الثانية فضلاً عن ذلك فإنه بواسطة ذلك التحليل يمكن معرفة ما إذا كانت الصودا كلها عبارة عن أيدروكسيد الصوديوم أو أنه خليط منه ومن كربونات الصوديوم أو ملح الطعام وما أشبه ذلك من المواد الأخرى .

فإذا حللت الصودا وجب أن تقدر درجتها فقط بالنسبة لما تحتوى عليه من أيدروكسيد الصودا فإن وجود شئ من ملح الطعام ومن المواد التي لا تذوب

في الماء بكميات قليلة لا يضر إذا كان الصابون سيصنع علي الطريقة الساخنة من نوع الصابون الحبيبي علي شرط أن تراعي مسألة الثمن فلا يجب شراء مثل هذه الصودا علي اعتبار أنها صودا نقية .

وأما إذا كان الصابون سيصنع من النوع النصف حبيبي أو من نوع الصابون الغروي فإن كل المواد الأجنبية الموجودة بالصودا الكاوية ستبقي بالصابون ولو أنها لا تؤثر عليه كثيرا غير أن الصابون النقي يجب ألا تحتوى علي أى مقدار من المواد الغير الذائبة في الكحول وعلي ذلك فوجود مواد غير ذائبة في تركيب الصابون النقي يعد من الغش في العمل وقد سنت الحكومة قانونا لتنظيم صناعة الصابون حددت فيه نسبة الدهن والإضافات المسموحة.

هذا ومن وجهة النظر الاقتصادية في مثل هذه الأعمال يجب أن يراعى أن الصودا التي في درجة ٧٠ ليست كافية لتصبين كمية المواد الدهنية التي تصبناها وهي في درجة ٧٦ نيوكاستل فكلما كانت الصودا نقية ودرجتها عالية احتجنا إلي كمية أقل من تلك الصودا التي درجتها منخفضة .

وقد جرت العادة أن تكون درجة الصودا المستعملة في صناعة الصابون ما بين ٧٤,٥ إلي ٧٦ نيوكاستل مقدرة بالنسبة لأيدروكسيد الصوديوم وإذا حللت الصودا الكاوية وعرفت كمية أيدروكسيد الصودا في المائة أمكن تقدير الدرجات الأربعة السابقة الذكر .

فمثلا حللت الصودا فوجد أنها تحتوى علي ٨٠ % أيدروكسيد الصوديوم فإذا ضربنا هذا العدد في ٧٧٥ . , ينتج ٦٢ درجة جاي لوساق وبواسطة معرفة درجة جاي لوساق يمكن معرفة الدرجات الأخرى .

فإذا ضربنا العدد ٦٢ درجة جاي لوساق في العدد ٠,١٣ , ينتج ٦٢,٨ درجة نيوكاستل .

وإذا ضربنا العدد ٦٢ درجة جاي لوساق في العدد ٠,٥٨ , ينتج ٩٧,٩٦ درجة فرنسي .

وإذا ضربنا العدد جاى لوساق في العدد ٧١ , ١ ينتج ٠٢ , ١٠٦ درجة ألمانية

وإذا أردنا معرفة الكمية في المائة من أيدروكسيد الصوديوم وكان معلوما عندنا درجة جاى لوساق نضرب هذا العدد في العدد ٢٩ , ١ فينتج المطلوب وقد اصطلحت المصابن وكثير من دور الصناعة علي مقياس آخر وهو المسمي بمقياس بومي لتعيين كثافة المحاليل الآتية :

الصودا الكاوية — كربونات الصودا — ملح الطعام — البوتاسا الكاوية —
كربونات البوتاسا .

وهو لا يعين الكثافة بدرجتها الحقيقية ولكن علي وجه التقريب مصطلحا فيه علي أن كثافة الماء في درجة ١٥ م هي صفر لا واحد كما هو المقياس الحقيقي لو أننا استعملنا ميزان الكثافة " الأيدرومتر المضبوط "

جدول (٢)

درجات الصودا الاربعة من واحد الى مائه في المائه من ايدروكسيد الصوديوم

الدرجة الفرسيه دسكرو ويلز	الدرجة نيو كاستل الاكثريه	الدرجة الامانيه	الدرجة حاى لوساك	الدرجة دسكرو ويلز الفرسيه	الدرجة نيو كاستل الاكثريه	الدرجة الامانيه	الدرجة حاى لوساك	الدرجة دسكرو ويلز الفرسيه	الدرجة نيو كاستل الاكثريه	الدرجة الامانيه	الدرجة حاى لوساك	الدرجة الامانيه	الدرجة نيو كاستل الاكثريه	الدرجة الامانيه	الدرجة حاى لوساك
٤٦,٦٢	٢٩,٨٩	٥٠,٤٤	٢٩,٥	٢٣,٧١	١٥,١٩	٢٥,٦٥	٢٩,٥	٢٣,٧١	١٥,١٩	٢٥,٦٥	٢٩,٥	١٥,٧٩	١٥,٥١	٥,٥٨	٥,٥
٤٧,٤٢	٣٠,٣٩	٥١,٢٩	٣٠	٢٤,٥	١٥,٧٠	٢٦,٥	٣٠	٢٤,٥	١٥,٧٠	٢٦,٥	٣٠	١,٥٨	١,٥١	١,٧١	١
٤٨,٢١	٣٠,٩٠	٥٢,١٤	٣٠,٥	٢٥,٢٩	١٦,٢١	٢٧,٣٦	٣٠,٥	٢٥,٢٩	١٦,٢١	٢٧,٣٦	٣٠,٥	٢,٣٧	١,٥٢	٢,٥٦	١,٥
٤٩	٣١,٤١	٥٣	٣١	٢٦,٠٨	١٦,٧٣	٢٨,٢١	٣١	٢٦,٠٨	١٦,٧٣	٢٨,٢١	٣١	٣,١٦	٢,٠٣	٣,٤٢	٢
٤٩,٧٩	٣١,٩١	٥٣,٨٥	٣١,٥	٢٦,٨٧	١٧,٢٢	٢٩,٠٧	٣١,٥	٢٦,٨٧	١٧,٢٢	٢٩,٠٧	٣١,٥	٣,٩٥	٢,٥٤	٤,٢٧	٢,٥
٥٠,٥٨	٣٢,٤٢	٥٤,٧١	٣٢	٢٧,٦٦	١٧,٧٣	٢٩,٩٢	٣٢	٢٧,٦٦	١٧,٧٣	٢٩,٩٢	٣٢	٤,٧٤	٣,٠٤	٥,١٣	٣
٥١,٣٧	٣٢,٩٢	٥٥,٥٦	٣٢,٥	٢٨,٤٥	١٨,٢٣	٣٠,٧٨	٣٢,٥	٢٨,٤٥	١٨,٢٣	٣٠,٧٨	٣٢,٥	٥,٥٣	٣,٥٥	٥,٩٨	٣,٥
٥٢,١٦	٣٣,٤٣	٥٦,٤٢	٣٣	٢٩,٢٤	١٨,٧٤	٣١,٦٠	٣٣	٢٩,٢٤	١٨,٧٤	٣١,٦٠	٣٣	٦,٣٢	٤,١٥	٦,٨٤	٤
٥٢,٩٥	٣٣,٩٤	٥٧,٢٧	٣٣,٥	٣٠,٠٢	١٩,٢٥	٣٢,٤٩	٣٣,٥	٣٠,٠٢	١٩,٢٥	٣٢,٤٩	٣٣,٥	٧,١١	٤,٥٦	٧,٦٩	٤,٥
٥٣,٧٤	٣٤,٤٤	٥٨,١٣	٣٤	٣٠,٨٢	١٩,٧٦	٣٣,٣٤	٣٤	٣٠,٨٢	١٩,٧٦	٣٣,٣٤	٣٤	٧,٩٠	٥,٠٦	٨,٥٥	٥
٥٤,٥٣	٣٤,٩٥	٥٨,٩٨	٣٤,٥	٣١,٦١	٢٠,٢٦	٣٤,٢٠	٣٤,٥	٣١,٦١	٢٠,٢٦	٣٤,٢٠	٣٤,٥	٨,٦٩	٥,٥٧	٩,٤٠	٥,٥
٥٥,٣٢	٣٥,٤٦	٥٩,٨٤	٣٥	٣٢,٤٠	٢٠,٧٧	٣٥,٠٥	٣٥	٣٢,٤٠	٢٠,٧٧	٣٥,٠٥	٣٥	٩,٤٨	٦,٠٨	١٠,٢٦	٦

تابع جدول (٢)

الدرجة دسكروزيلز	الدرجة الانكليزية	الدرجة نيو كاستل	الدرجة اللاتيه	الدرجة حاي لوساك	الدرجة دسكروزيلز	الدرجة الفرنسيه	الدرجة نيو كاستل الانكليزية	الدرجة اللاتيه	الدرجة حاي لوساك	الدرجة دسكروزيلز	الدرجة الفرنسيه	الدرجة نيو كاستل الانكليزية	الدرجة اللاتيه	الدرجة حاي لوساك	الدرجة الفرنسيه	الدرجة نيو كاستل الانكليزية	الدرجة اللاتيه	الدرجة حاي لوساك
١١٥,٣٩	٧٣,٩٦	١٢٤,٧١	٧٣	٩٢,٤٧	٥٩,٢٧	١٠٠,٠٢	٥٨,٥	٦٩,٥٥	٤٤,٥٧	٧٥,٣٣	٤٤							
١١٦,١٨	٧٤,٤٧	١٢٥,٦٦	٧٣,٥	٩٣,٢٦	٥٩,٧٧	١٠٠,٧٧	٥٩	٧٠,٣٤	٤٥,٠٧	٧٦,٠٧	٤٤,٥							
١١٦,٩٧	٧٤,٩٧	١٢٦,٥٢	٧٤,٠٠	٩٤,٠٥	٦٠,٢٧	١٠١,٧٣	٥٩,٥	٧١,١٣	٤٥,٥٩	٧٦,٩٤	٤٥							
١١٧,٧٦	٧٥,٤٨	١٢٧,٣٧	٧٤,٥	٩٤,٧٤	٦٠,٧٧	١٠٢,٥١	٦٠	٧١,٩٢	٤٦,١٠	٧٧,٧٠	٤٥,٥							
١١٨,٥٥	٧٥,٩٩	١٢٨,٢٢	٧٥	٩٥,٦٣	٦١,٣٠	١٠٣,٤٤	٦٠,٥	٧٢,٧٨	٤٦,٦٠	٧٨,٦٠	٤٦							
١١٩,٣٤	٧٦,٤٩	١٢٩,١١	٧٥,٥	٩٦,٤٢	٦١,٨٠	١٠٤,٣٠	٦١	٧٣,٥٠	٤٧,١١	٧٩,٥١	٤٦,٥							
١٢٠,١١	٧٧	١٢٩,٩٤	٧٦	٩٧,٢١	٦٢,٣١	١٠٥,١٥	٦١,٥	٧٤,٣٨	٤٧,٦٢	٨٠,٣٧	٤٧							
١٢٠,٩٢	٧٧,٥١	١٣٠,٧٩	٧٦,٥	٩٧	٦٢,٨٢	١٠٦,٠١	٦٢	٧٥,٠٧	٤٨,١٢	٨١,٢١	٤٧,٥							
١٢١,٧١	٧٨,٠١	١٣١,٦٥	٧٧	٩٨,٧٦	٦٣,٣٢	١٠٦,٧٦	٦٢,٥	٧٥,٧٧	٤٨,٦٣	٨٢,٠٧	٤٧,٥							
١٢٢,٥	٧٨,٥٢	١٣٢,٥	٧٧,٥	٩٩,٥٦	٦٣,٨٢	١٠٧,٧١	٦٣	٧٦,٦٦	٤٩,١٤	٨٢,٧٧	٤٧,٥							
				١٠٠,٣٧	٦٤,٣١	١٠٧,٥١	٦٣,٥	٧٧,٤٥	٤٩,٦٤	٨٣,٧٨	٤٩							
				١٠١,١٦	٦٤,٨٤	١٠٩,٤٣	٦٤	٧٨,٢٤	٥٠,١٥	٨٤,٦٨	٤٩,٥							
				١٠١,٩٥	٦٥,٣٥	١١٠,٢٨	٦٤,٥	٧٩,٠٣	٥٠,٦٦	٨٥,٥٨	٥٠							
				١٠٢,٧٤	٦٥,٨٥	١١١,١١	٦٥	٧٩,٧٢	٥٠,١٦	٨٦,٣١	٥٠,٥							

جدول ٣

هذا الجدول يرينا كثافة ودرجات بومي وتوادل لمحاليل ايدروكسيد الصوديوم (الصودا الكاويه) وكذلك ما تحتويه هذه المحاليل المختلفه الدرجات من اوكسيد الصوديوم فى المائه ثم ما يحتوى عليه المتر المكعب من هذه المحاليل المختلفه الدرجات بالكيلوجرامات من اوكسيد الصوديوم وايدروكسيد الصوديوم .

المتر المكعب يحتوى ك . ج		ايدروكسيد الصوديوم فى المائه	اوكسيد الصوديوم فى المائه	درجة توادل	درجة بومي	الكثافه
ايدروكسيد الصوديوم	اوكسيد الصوديوم					
٦	٤	٠,٦١	٠,٤٧	١,٤	١	١,٠٠٧
١٢	٩	١,٢٠	٠,٩٣	٢,٨	٢	١,٠١٤
٢٠	١٦	٢	١,٥٥	٤,٤	٣	١,٠٢٢
٢٨	٢٢	٢,٧١	٢,١٠	٥,٨	٤	١,٠٢٩
٣٥	٢٧	٣,٢٥	٢,٦٠	٧,٢	٥	١,٠٣٦
٤٢	٣٢	٤	٣,١٠	٩	٦	١,٠٤٥
٤٩	٣٨	٤,٦٤	٣,٦٠	١٠,٤	٧	١,٠٥٢
٥٦	٤٣	٥,٢٩	٤,١٠	١٢	٨	١,٠٦٠
٦٣	٤٩	٥,٨٧	٤,٥٥	١٣,٤	٩	١,٠٦٧
٧٠	٥٥	٦,٥٥	٥,٥٨	١٥	١٠	١,٠٧٥
٧٩	٦١	٧,٣١	٥,٦٧	١٦,٦	١١	١,٠٨٣
٨٧	٦٨	٨	٦,٢٠	١٨,٢	١٢	١,٠٩١
٩٥	٧٤	٨,٦٨	٦,٧٣	٢٠	١٣	١,١٠٠
١٠٤	٨١	٩,٤٢	٧,٣٠	٢١,٦	١٤	١,١٠٨
١١٢	٨٧	١٠,٠٦	٧,٨٠	٢٣,٢	١٥	١,١١٦
١٢٣	٩٦	١٠,٩٧	٨,٥٠	٢٥	١٦	١,١٢٥
١٣٤	١٠٤	١١,٨٤	٩,١٨	٢٦,٨	١٧	١,١٣٤
١٤٤	١١٢	١٢,٦٤	٩,٨٠	٢٨,٤	١٨	١,١٤٢
١٥٦	١٢١	١٣,٥٥	١٠,٥٠	٣٠,٤	١٩	١,١٥٢
١٦٧	١٢٩	١٤,٤٧	١١,١٤	٣٢,٤	٢٠	١,١٦٢
١٧٧	١٣٧	١٥,١٣	١١,٧٣	٣٤,٢	٢١	١,١٧١

تابع - جداول (٣)

المتر المكعب يحتوي . ك . ج		أيدروكسيد الصوديوم في المائة	أكسيد الصوديوم %	درجة توندل	درجة بومي	الكثافة
أيدروكسيد الصوديوم	أوكسيد الصوديوم					
١٨٨	١٤٦	١٥,٩١	١٢,٣٣	٣٦	٢٢	١,١٨٠
٢٠٠	١٥٥	١٦,٧٧	١٣	٣٨	٢٣	١,١٩٠
٢١٢	١٦٤	١٧,٦٧	١٣,٧٠	٤٠	٢٤	١,٢٠٠
٢٢٥	١٧٤	١٨,٥٨	١٤,٤٠	٤٢	٢٥	١,٢١٠
٢٣٩	١٨٥	١٩,٥٨	١٥,١٨	٤٤	٢٦	١,٢٢٠
٢٥٣	١٩٦	٢٠,٥٩	١٥,٩٦	٤٦,٢	٢٧	١,٢٣١
٢٦٦	٢٠٨	٢١,٤٢	١٦,٧٦	٤٨,٢	٢٨	١,٢٤١
٢٨٣	٢٢٠	٢٢,٦٤	١٧,٥٥	٥٠,٤	٢٩	١,٢٥٢
٢٩٩	٢٣٢	٢٣,٦٧	١٨,٣٥	٥٢,٦	٣٠	١,٢٦٣
٣١٦	٢٤٥	٢٤,٨١	١٩,٢٣	٥٤,٨	٣١	١,٢٧٤
٣٣٢	٢٥٧	٢٥,٨٠	٢٠	٥٧	٣٢	١,٢٨٥
٣٤٨	٢٧٠	٢٦,٨٣	٢٠,٨٠	٥٩,٤	٣٣	١,٢٩٧
٣٦٤	٢٨٢	٢٧,٨٠	٢١,٥٥	٦١,٦	٣٤	١,٣٠٨
٣٨١	٢٩٥	٢٨,٨٣	٢٢,٣٥	٦٤	٣٥	١,٣٢٠
٣٩٩	٣٠٩	٢٩,٩٣	٢٣,٢٠	٦٦,٤	٣٦	١,٣٣٢
٤٢٠	٣٢٦	٣١,٢٢	٢٤,٢٠	٦٩	٣٧	١,٣٤٥
٤٤١	٣٤٢	٣٢,٤٧	٢٥,١٧	٧١,٤	٣٨	١,٣٥٧
٤٦٢	٣٥٩	٣٣,٦٩	٢٦,١٢	٧٤	٣٩	١,٣٧٠
٤٨٣	٣٧٥	٣٤,٩٦	٢٧,١٠	٧٦,٦	٤٠	١,٣٨٣
٥٠٦	٣٩٢	٣٦,٢٥	٢٨,١٠	٧٩,٤	٤١	١,٣٩٧
٥٢٨	٤١٠	٣٧,٤٧	٢٩,٠٥	٨٢	٤٢	١,٤١٠
٥٥٣	٤٢٨	٣٨,٨٠	٣٠,٠٨	٨٤,٨	٤٣	١,٤٢٤
٥٧٥	٤٤٦	٣٩,٩٩	٣١	٨٧,٦	٤٤	١,٤٣٨
٦٠٢	٤٦٦	٤١,٤١	٣٢,١٠	٩٠,٦	٤٥	١,٤٥٣
٦٢٩	٤٨٧	٤٢,٨٣	٣٣,٠٢	٩٣,٦	٤٦	١,٤٦٨
٦٥٨	٥١٠	٤٤,٣٨	٣٤,٠٤	٩٦,٦	٤٧	١,٤٨٣
٦٩١	٥٣٥	٤٦,١٥	٣٥,٠٧	٩٩,٦	٤٨	١,٤٩٨
٧٢١	٥٥٩	٤٧,٦٠	٣٦,٠٩	١٠٢,٨	٤٩	١,٥١٤
٧٧٠	٥٨١	٤٩,٠٢	٣٨	١٠٦	٥٠	١,٥٣٠

تابع أيدروكسيد الصوديوم (الصودا الكاوية)

ثم نأتي بعد ذلك لطريقة سحب العينة وتحليلها يتم سحب عينات ممثلة للكمية ثم تخلط بعيدا عن الهواء والرطوبة ويجرى عليها التحليل الآتي :

١ - تؤخذ وزنة من نصف - ١ جم وتذاب في ٥٠ سم ماء مقطر ثم تعلير بمحلول حامض كبريتيك أو هيدروكلوريك (نصف) عياري وذلك في وجود دليل فينولفتالين حتى ظهور لون وردي فاتح جدا بحيث تجعل النقطة التالية الوسط عديم اللون تقريبا عندئذ تضاف نقطة من دليل برتقالي الميثائل الذي يحضر بتركيز ٠,٠٥ % فيتحول اللون إلي أصفر فتستمر المعايرة حتى ظهور لون بصلي أو برتقالي محمر عند هذا الحد توقف المعايرة وتؤخذ القراءة ثم تطرح من القراءة الأولى عند نقطة الفينولفتالين فيكون الناتج هو نصف كمية المحلول التي استخدمت في المعايرة لمعادلة كربونات الصوديوم تضرب $\times 2$ ثم تطرح من إجمالي كمية محلول الحامض الذي استخدم في المعايرة حتى نقطة برتقالي الميثائل وبذلك يكون عندنا رقمان الأول كمية محلول الحامض المستخدم في معايرة كربونات الصوديوم والثاني كمية محلول الحامض المستخدم في معايرة أيدروكسيد الصوديوم .

$$\frac{ح \times ع \times ٤٠ \times ١٠٠}{١٠٠٠ \times و}$$

$$نسبة كربونات الصوديوم = \frac{ح^- \times ع \times ٥٣ \times ١٠٠}{١٠٠٠ \times و}$$

حيث أن ح = حجم محلول الحامض المستخدم في المعايرة حتى نقطة برتقالي الميثائل مطروحا منه ضعف الفرق بين حجم محلول الحامض من نقطة الميثائل أورانج إلى نقطة الفينولفتالين أي قيمة (ح⁻) .

ح⁻ = حجم الحامض المستخدم حتى نقطة برتقالي الميثائل - حجم الحامض حتى نقطة الفينولفتالين $\times 2$.

— الباب الخامس

ع = عيارية الحامض

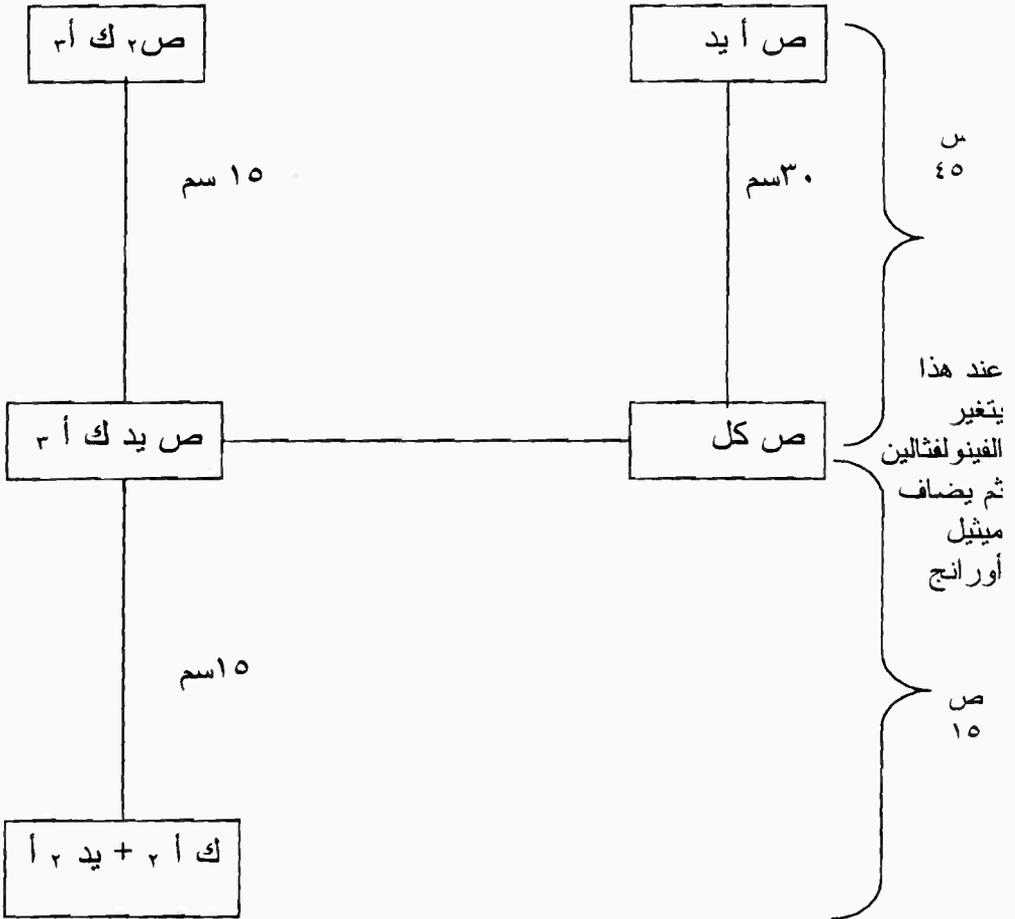
و = وزن عينة الصودا

ولزيادة الإيضاح : إذا احتوى المخلوط الصلب علي عدد من مكافئات أيدروكسيد الصوديوم يزيد عن عدد مكافئات بيكربونات الصوديوم . أى أن المحلول يحتوى علي عدد من مكافئات كربونات الصوديوم يزيد عن الكمية الموجودة أصلا من كربونات الصوديوم (في المخلوط الصلب) بمقدار عدد مكافئات أيدروكسيد الصوديوم التي تفاعلت مع بيكربونات الصوديوم التي كانت موجودة في المخلوط الصلب كما أن عدد مكافئات أيدروكسيد الصوديوم في المحلول يقل عن عدد مكافئات أيدروكسيد الصوديوم في المخلوط الصلب بمقدار ما تفاعل منها مع بيكربونات الصوديوم التي كانت موجودة أصلا في المخلوط الصلب .

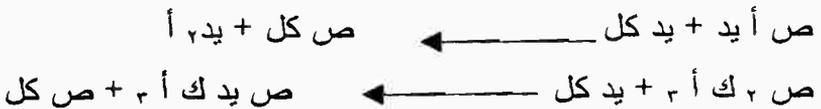
أما في حالة مخلوط يحتوى علي مخلوط من أيدروكسيد الصوديوم وكربونات الصوديوم فيمكن تحليل ذلك كما يلي :

إذا أخذ ٢٥ سم من المحلول المذكور وعومل بنقطتين من الفينولفثالين يتحول اللون إلي لون أحمر وردي ثم عومل المحلول بحامض أيدروكلوريك معلوم القوة فإنه يلزم مثلا ٤٥ سم من الحمض حتى نقطة الفينولفثالين أى أن قيمة (س) تساوى ٤٥ سم في المثال .

إذا أضيف للمحلول عند نقطة الفينولفثالين نقطتين من ميثيل أورانج أوبرومو فينول بلو ثم أكمل التعادل فإنه يلزم ١٥ سم (مثلا) من الحمض للوصول إلي نقطة التعادل (ميثيل أورانج) أى أن قيمة ص تساوى ١٥ سم ويلاحظ في هذا المثال أن قيمة (س) أكبر من قيمة (ص) وهذا هو الحال في جميع المحاليل القلوية التي تحتوى علي مخلوط من الكربونات والأيدروكسيد وفيما يلي تفسير لكبر قيمة (س) عن قيمة (ص) في مخاليط الكربونات والأيدروكسيد



(أ) إن الحجم (س) من الحامض قد استهلك في عمليتين وهما التعادل مع أيروكسيد الصوديوم وتعادل الكربونات مع يد كل حتى خطوة البيكربونات .



أما الحجم (ص) فقد استعمل في عملية واحدة فقط وهي معادلة البيكربونات الناتجة من الكربونات التي كانت موجودة أصلا في المحلول الأصلي وتحولها إلي حمض كربونيك وبما أن الحجم الذي يلزم لتحويل الكربونات إلي بيكربونات يساوي الحجم الذي يلزم لتحويل هذه البيكربونات إلي حمض كربونيك فإنه يمكن إيجاد حجم الحمض الذي استهلك في التفاعل مع أيروكسيد الصوديوم .

(ب) حجم يد كل الذي لزم للتعاقد حتى الفينولفتالين يساوي مجموع حجم الحمض الذي استهلك في التفاعل مع أيروكسيد الصوديوم وحجم الحمض الذي استعمل في تحويل الكربونات إلي بيكربونات .

(ج) حجم يد كل الذي لزم للتعاقد من نقطة الفينولفتالين حتى نقطة برتقالي الميثيل يساوي حجم الحمض الذي استعمل في تحويل الكربونات إلي بيكربونات .

(د) الفرق بين حجم (يد كل) حتى الفينولفتالين وحجم (يد كل) من نقطة الفينولفتالين حتى ميثيل أورانج يساوي حجم يد كل الذي لزم لمعادلة أيروكسيد الصوديوم .

ثالثا تحليل سلفات الألمونيوم

تستخدم سلفات الألمونيوم (الشبه) في عملية معاملة المياه الحمراء (مياه الجليسرين) لترسيب الشوائب الموجودة بالمياه وتحويل الصابون الصوديومي الذائب إلي صابون ألمونيوم غير ذائب وخفض رقم الـ PH في الوسط .

طريقة التحليل

نقدر نسبة الشبه أو سلفات الألمونيوم في صورة أكسيد ألمونيوم كما يلي :

(١) نذاب وزنة ١, ٥ جم تقريبا من الشبه في ٢٥ سم ماء مقطر ويضاف إليها ٥٠ سم ١ . . مولر من E . D . T . A + ١٠ سم محلول منظم يتكون

من خلات أمونيوم في حامض خليك (وزن جزئ / وزن جزئي) تذاب في ٨٥ سم من روح الميثيل المطلق المستخدم في الأغراض الصناعية .

(٢) يضاف ٣ سم من دليل دايسزون الذي يحضر بنسبة ٠,٠٢٥ % في الميثيل المطلق المستخدم في الأغراض الصناعية .

(٣) عاير الزيادة من الـ E . D . T . A مع كلوريد الخارصين (زنك)

١ , ٠ مولر حتى يتحول اللون من الأزرق إلي البنفسجي المحمر .

كل ١ سم من E . D . T . A # ٠٣١٥ , جم سلفات أمونيوم وتحضر سلفات الأمونيوم بإذابة هيدروكسيد الأمونيوم أو أكسيد الأمونيوم في حمض الكبريتيك المخفف الساخن لو_٢ أ_٢ + ٣ يد_٢ كب أ_٢ ؛ = لو_٢ (كب أ_٢ ؛) + ٣ يد_٢ أ_٢ .

ثم تعاد إذابة البلورات غير النقية التي تنفصل من المحلول عند التبريد في الماء ثم يضاف كحول إلي المحلول وعندئذ تنفصل بلورات علي هيئة قشور هي بلورات كبريتات الأمونيوم لو_٢ (كب أ_٢ ؛) ١٨ ، ٢ يد_٢ أ_٢) هذا في التحضير معمليا وتوجد الشبه في الطبيعة علي هيئة صخور نسبة أكسيد الأمونيوم بها حوالي ١٥ / ١٧ % .

رابعا : تراب التبييض

- ١ — يتم قياس رقم الـ P H لتراب التبييض .
- ٢ — يتم تقدير نسبة الحموضة علي أساس حامض كبريتك .
- ٣ — تختبر مدى كفاءة تراب التبييض علي تبيض الزيت وذلك كما يلي :
أ — تؤخذ وزنة من الزيت أو المادة الدهنية (١٠٠ جرام) وتسخن حتى تطاير الرطوبة إن وجدت .
ب — عند وصول درجة الحرارة إلي ٨٥ م ومع التقليب يضاف وزنة من التراب حوالي ١ جم ويستمر في التقليب لمدة ثلث ساعة ثم يرشح الزيت ويقاس اللون لمعرفة مدى كفاءته في التبييض .

خامسا : تحاليل بذرة القطن وفول الصويا الواردة

وتجرى عليها التحاليل التالية :

- ١ — نسبة الزيت
- ٢ — نسبة الرطوبة (سبق ذكرها مع الوضع في الاعتبار طحن العينات قبل التجربة)
- ٣ — درجة النقاوه
- ٤ — نسبة البروتين
- ٥ — نسبة الفوسفاتيز (سبق ذكره)

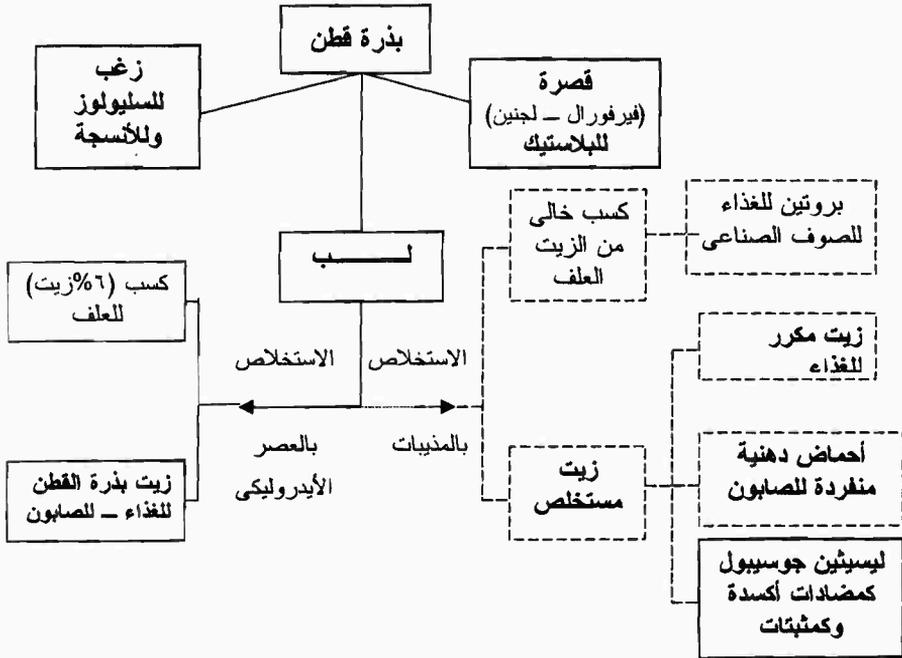
١ — تقدير نسبة الزيت

- ١ — يتم أخذ عينة من البذور الواردة ثم طحنها ويجهز كستبان فارغ بقاعه وأعلاه قطعة من القطن يوزن فارغ ويدون الوزن ثم يوضع به كمية من البذور المطحونة ١٠ جم .
- ٢ — توضع كمية من أثير البترول درجة غليانه من ٤٠ — ٦٠ م في دورق سوكلت سعته ٢٥٠ سم معلوم الوزن .
- ٣ — تركيب أجزاء جهاز سوكلت الثلاثة وتوضع العينة علي حمام مائي لمدة ٦ — ٨ ساعات وبحيث يتم تفريغ المذيب من جسم الجهاز عن طريق عمل سيفون كل ٧ — ٨ دقائق .
- ٤ — بعد انتهاء المدة يرفع الكستبان من الجزء الوسطى ويستمر بتبخير المذيب وتكثيفه بواسطة المكثف في الجزء الوسطى حتى انتهاء المذيب الموجود بدورق الاستخلاص حيث يوضع الدورق في فرن علي درجة ١٠٥ م لمدة ساعة ثم يبرد ويوزن ويكون الفرق بين وزن الدورق وما به من مادة دهنية بعد التجفيف — وزن الدورق فارغ هو وزن الزيت المستخلص الذي يمكن إجراء التجارب التالية عليه :
- ١ — معرفة متوسط الوزن الجزئي وذلك بإجراء تجربة لمعرفة رقم التصبن
- ٢ — معرفة درجة التشبع بعمل الرقم اليودي
- ٣ — معرفة درجة الانصهار .



٢- درجة النقاوه

وتتم بخلط العينة المسحوبة جيدا ثم تجزئ ويستبعد النصف بطريقة عشوائية ويخلط النصف الباقي جيدا ثم يؤخذ وزنه ١٠٠ جم بطريقة عشوائية ثم يجرى الاختبار باستبعاد كل الشوائب الموجودة وكذلك الحصى والأتربة وقطع النباتات ويستبقي في العينة السليمة البذور الممتلئة لنوعية النبات فقط وتوزن البذور السليمة الناتجة وتحسب نسبة النقاوه المنوية بالنسبة للكمية المأخوذة للاختبار (وزن العينة الأصلية قبل استبعاد الشوائب)



تخطيط للمعاملات التي تتم عند استخلاص الزيت من بذرة القطن

٣- تقدير نسبة البروتين

تعتبر الطريقة الشائعة لتقدير البروتين هي طريقة كداهل وهذه العملية تتم في ثلاث خطوات وهذه الخطوات هي الأساس في التقدير وهي :

أ- الهضم

ب- التقطير

ج- المعايرة

أ- الهضم

والمقصود بعملية الهضم هو تكسير الروابط الببتيدية بين جزيئات الأحماض الأمينية التي تعتبر الوحدات البنائية للبروتين ويحول النيتروجين الموجود بالعينة إلي صورة غير عضوية يكون من اليسير إجراء التقدير الكمي لها كيميائيا بالطرق البسيطة حيث يتم تحويل النيتروجين إلي أمونيا بالغلجان مع حامض كبريتيك ٩٨ % علي الأقل وفي وجود عوامل مساعدة تساعد علي سرعة التفاعل والأمونيا المتكونة يتم تثبيتها بتفاعلها مع الحامض فيتكون كبريتات أمونيوم .

وتتم عملية الهضم في الخطوات التالية :

١ - يتم وزن ١ جم من العينة المطحونة والمجهزة وتوضع في الأنبوبة الخاصة بالجهاز ثم يضاف عليها ١٠ جم كبريتات بوتاسيوم كعامل مساعد لعملية الهضم + ٠,١ جم سيلينوم + ٢٠ سم حامض كبريتك مركز .

٢ - تجهز أنبوبة خاصة بالبلانك يوضع بها ١ سم ماء مقطر وتضاف كل الكيماويات التي أضيف لأنبوبة العينة ويوضع بالأنابيب الفارغة ٢٠ سم حامض كبريتك لكل أنبوبة في حالة عدم احتوائها علي عينات .

٣ - بعد وضع العينة والبلانك وتزويد الأنابيب الفارغة بالحامض يوضع الجزء الخاص بالتكثيف فوق الأنابيب ويثبت بإحكام ويشغل سخان الجهاز وتشطف الغازات والأبخرة المتصاعدة عن طريق تشغيل طلمبة فاكيوم مائية

حيث يتم التخلص منها مع مياه الشفط في أحواض الصرف أو طلمبة فلكيوم عادية وترفع حرارة السخان تدريجيا لتحاشي الفوران وتستمر عملية الهضم حتى التخلص من التفحم واللون الأسود لزرات الكربون الناتجة عن احتراق وهضم العينة حيث تكون العينة في نهاية الهضم رائقة تماما وشفافة بعد ذلك يتم فصل السخان وتترك العينة لتبرد .

٢ — خطوة التقطير

في خطوة الهضم يتم تحويل وتثبيت الأمونيا بتفاعلها مع الحامض حيث تتكون كبريتات أمونيوم وفي هذه الخطوة (التقطير) تضاف للعينة محلول أيروكسيد صوديوم حيث تتفاعل مع كبريتات الأمونيوم مكونة أمونيا التي تقطر إلي دورق يحتوي علي حامض بوريك حيث يتفاعل مع الأمونيا مكونا بورات أمونيوم .

أمونيا + حامض بوريك \rightleftharpoons بورات أمونيوم (أمونيوم⁺ + بورات⁻)
وتتم خطوة التقطير كما يلي :

١ — يفتح جزء التقطير الخاص بالجهاز قبل الاستعمال لمدة دقيقة ثم تفتح مياه التبريد الخاصة والمتصلة بالجهاز ثم يتم دفع الهواء بالمفاتيح الخاصة بالجهاز داخل الوعاء المحتوي علي الماء المقطر والصودا .

٢ — يوضع علي كل أنبوبة (الأنبوبة المحتوية علي العينة والمحتوية علي البلائك ٤٠ سم ماء مقطر) .

٣ — ثم توضع أنبوبة العينة في الجزء المخصص لها بجهاز التقطير ويضاف إليها ٦٠ سم محلول أيروكسيد صوديوم ٣٢ — ٣٥ % بواسطة مفتاح الجهاز الخاص بإضافة الصودا ويضبط الوقت اللازم لإتمام التقطير ويكون ٣ دقائق علي الأقل ويتم التأكد من وضع مفتاح التخلص من النفايات والبقايا بأن تكون علي وضع No أو Yes حسب طريقة التخلص منه

٤ — يوضع ورق مخروطي ٢٥٠ سم محتويا علي ٦٠ سم حامض بوريك ٢ % علي أن تكون أنبوبة التقطير مغموسة تحت سطح الحامض بالدورق ثم يضغط علي مفتاح التشغيل ويستمر في التقطير المدة المقررة .

ج- خطوة المعايرة

بعد انتهاء التقطير تتم معايرة العينة بحامض أيروكلوريك ١ ، . عياري حيث يتم تعيين البورات المتكونة بمعايرتها بالحامض ١ ، . عياري حيث يلزم جزئ من حامض الأيدروكلوريك لكل جزئ من الأمونيا ونظرا لأن المحلول عند نقطة التعادل يحتوي علي حامض بوريك وكلوريد أمونيوم فلين الأس الأيدروجيني يكون بين ٥ - ٦ لذلك يستخدم دليل مزدوج من ميثيل رد + ميثيل بلو والمعادلة التالية توضح ذلك .

بورات⁻ أمونيوم⁺ + يد⁺ كل⁺ ← حامض بوريك + كلوريد
 أمونيوم يعاير البلايك بعد التقطير بنفس أسلوب العينة وتحسب النسبة .
 الحساب = (ع- ب) × عيارية الحامض × ١٤ × ٦,٢٥ × ١٠٠ ×
 الوزن × ١٠٠٠

حيث أن ع = سم الحامض المستخدم في معايرة العينة .
 ب = سم الحامض المستخدم في معايرة البلايك

ملحوظة : يحتوي البروتين علي كمية ثابتة تقريبا من النيتروجين تقدر بحوالي ١٦ % وتستخدم هذه الحقيقة في حساب نسبة البروتين فنضرب محتوى المادة من النيتروجين × ٦,٢٥ ، ويسمي البروتين المعين بهذه الطريقة في الحساب بالبروتين الخام .

سادسا : تحليل حامض الكبريتك المدخن (الأوليوم)

من أهم عمليات التعادل تلك الخاصة بتحليل حمض الكبريتك المدخن (الأوليوم) وهذه المادة عبارة عن محلول ثالث أكسيد الكبريت (ك ب أ ٣)

— الباب الخامس —

في كبريتات الأيدروجين أى حمض (يد ٢ ك ب أ ،) وفي حالة عدم وجود مواد أخرى يجرى التحليل بإذابة وزن معين من العينة في الماء ثم معاملتها بمحلول قلوى معلوم عياريته ونوضح ذلك بالآتي :

— عينة من حامض الكبريتيك المدخن وزنها ١ جم أذيب في الماء ولزم لمعادلتها ٢١,٤١ سم من محلول ص أ يد ١ عياري ما هي النسبة المئوية لكل من مكونات الحمض ولحل هذه المسألة يتبع ما يلي :

بإذابة الأوليوم يتحد ك ب أ ٢ مع كمية من الماء مكونات يد ٢ ك ب أ ، وبحساب النسبة المئوية الكلية علي أساس حمض كبريتيك نجد أن هذه تساوى

$$\frac{١٠٠ \times ٤٩,٠٤ \times ١ \times ٢١,٤١}{١ \times ١٠٠٠}$$

$$\text{أى} = \frac{\text{عدد سم القلوى} \times \text{عياريته} \times \text{الوزن المكافئ للحامض}}{١٠٠ \times ١٠٠} = ١٠٠\%$$

$$\begin{aligned} \text{المخلوط الأصلي يحتوى علي (ك ب أ ٣ + يد ٢ ك ب أ ، } = ١٠٠\% \\ \text{الفرق } ٥\% \text{ ناتج عن اتحاد الماء مع ك ب أ ٣ (ك ب أ ٣ + يد ٢ ك ب أ ، } \\ \text{ } ٥ \times \frac{\text{ك ب أ ٣}}{\text{يد ٢ ك ب أ ،}} = ٢٢,٢\% \text{ ك ب أ ٣} \end{aligned}$$

% يد ٢ ك ب أ ، = ١٠٠ - ٢٢,٢ = ٧٧,٨ % يد ٢ ك ب أ ،
وبالنسبة لحامض الكبريتيك المركز غير المدخن فتحليله لا يختلف كثيرا عن المدخن سوى استبعاد ك ب أ ٣ من وجوده في الحامض المركز ويكون نفس التحليل بالخطوات السابقة وبحسب كما يلي =

$$\frac{\text{عدد سم ص أ يد} \times \text{عيارية ص أ يد} \times ٤٩ \times ١٠٠}{١٠٠ \times ١٠٠} = \text{يد ٢ ك ب أ ، } \%$$

سابعا : تحليل حمض الفوسفوريك

يتأين حمض الفوسفوريك علي ثلاثة خطوات وفي عملية تعادل هذا الحمض مع قلوب مثل أيدروكسيد الصوديوم بحيث تستبدل ذرة الأيدروجين الأولي (أى أيون واحد من أيونات الهيدرونيوم تتكون فوسفات أحدى الصوديوم (NaH_2PO_4)) وعند هذه النقطة يتغير لون الدليل برتقالي الميثايل أو بروموكيزول جرين وعندما يحدث التعادل بين حمض الفوسفوريك وأيدروكسيد الصوديوم بحيث يستبدل أيوني أيدروجين لتكوين فوسفات ثنائي الصوديوم Na_2HPO_4 يتغير لون الدليل فينولفثالين .

ومن الواضح إذا استعمل محلول ص أ يد معلوم العيارية لمعادلة ٢٥ سم من محلول حامض الفوسفوريك في وجود دليل ميثيل أورانج ثم أضيف الدليل فينولفثالين إلي نفس المحلول لتكملة التعادل فإن الحجم الذي يستهلك من القاعدة حتى نقطة الميثيل أورانج يساوي الحجم الذي استهلك من ص أ يد من نقطة الميثيل أورانج حتى نقطة الفينولفثالين .

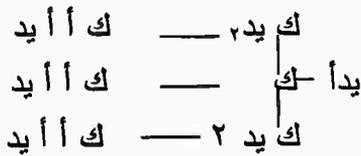
وليس من الممكن عمليا إجراء التعادل بطريقة مباشرة بين حمض الفوسفوريك وأيدروكسيد الصوديوم لتكوين فوسفات ثلاثي الصوديوم (Na_3PO_4) لأن المركب الأخير يتحلل مائيا بدرجة كبيرة ومن الواضح أن التخلص من أيون الفوسفات (PO_4) بالترسيب يجعل هذا الأيون علي حالة غير قابلة للتحليل المائي ويمكن في هذه الظروف تقدير حامض الفوسفوريك باعتباره حمض ثلاثي القاعدية ولإجراء ذلك يضاف كلوريد الكالسيوم بكمية كبيرة لترسيب الفوسفات أما تعادل حمض الفوسفوريك لتكوين فوسفات ثلاثي الصوديوم فلا يمكن أجرأه عمليا بالطريقة المباشرة نظرا لعدم توفر الدليل المناسب ولتقدير تركيز حامض الفوسفوريك يقدر بأخذ وزنه ٥ ، ١ جم وتذاب في ٥٠ سم ماء مقطر ويضاف دليل ميثيل أورانج ويعادل بمحلول أيدروكسيد صوديوم ٠,١ عياري حتى يتغير لون الدليل في الوسط فيضاف دليل فينولفثالين ويستمر في المعايرة بمحلول أيدروكسيد الصوديوم حتى ظهور لون وردي وتؤخذ القراءة وتحسب نسبة حامض الفوسفوريك كما يلي

$$= \frac{\text{عدد سم ص أيد} \times \text{عيارية ص أيد} \times 49 \times 100}{1000 \times \text{الوزنة}}$$

ويحضر حمض الفوسفوريك (أو حمض الأرثوفوسفوريك) بإضافة خامس أكسيد الفوسفور باحتراس إلي الماء المقطر ثم غلي المحلول الناتج
 فو ٢ أ ه + ٣ يد ٢ أ ← ٢ يد ٣ فو أ ؛
 ويحضر في الصناعة بمعالجة رماد العظام (فوسفات الكالسيوم) بـحمض الكبريتيك متوسط التركيز (٤٥ — ٥٠ %)
 كا ٢ (فو أ ؛) + ٢ يد ٣ كب أ ؛ = ٢ يد ٣ فو أ ؛ + ٣ كاكب أ ؛
 ثم تفصل كبريتات الكالسيوم كاكب أ ٤ بالترشيح ويبخر الحمض حتى يصير قوامه شرايبا وتركيزه ٨٥ % ، ويمكن تحضيره علي هيئة بلورات متميعة تنصهر عند درجة ٣٨,٦ م وحمض الفوسفوريك ثلاثي القاعدية فله ثلاثة أملاح صوديومية كما سبق ذلك . .

ثامنا : حامض الستريك

يحسب الوزن بالجرام من حامض الستريك إذا عرف عدد مكافئاته التي تتفاعل مع المليلتر الواحد من محلول أيروكسيد الصوديوم ١ . . عياري أي أن عدد مكافئات ص أ يد التي توجد في المليلتر الواحد من محلولها يساوي عدد مكافئات حامض الستريك وعلي ذلك يمكن حساب قيمة (ه —) التي تتعلق بتقدير الوزن المكافئ لحامض الستريك إذا علمنا أن الرمز الكيميائي لحامض الستريك كما يلي :



أي (ك ٦ يد ٨ أ ٧)

وبذلك يعتبر حامض الستريك من الأحماض ثلاثية القاعدية لأن الجزئي يحتوي علي ثلاثة مجموعات كربوكسيلية (ك أ أ يد) ٣ أي أنه عند تعادله تماما تكون ه = ٣

وزن حمض الستريك بالجرام / لتر = العيارية × الوزن المكافئ
 وزن حمض الستريك بالجرام / ١ سم = العيارية × الوزن المكافئ

١٠٠٠

$$\text{أى} = ١ \times \frac{٦٤,٠٤}{١٠٠٠} = ٠,٠٠٦٤ \text{ جرام}$$

وبذلك يمكن تقدير تركيز (النسبة المئوية) لحمض الستريك كما يلي
 تؤخذ وزنة من الحامض من نصف - ١ جرام وتذاب في ٥٠ سم ماء مقطر
 متعادل ويستخدم دليل الفينولفثالين وبعد تمام الذوبان تعابر العينة بمحلول
 أيروكسيد صوديوم ١ ، ٠ عياري حتى ظهور لون وردي فاتح وتحسب
 النسبة المئوية لحامض الستريك في العينة

الحساب = عدد سم ص أي د × عيارية ص أي د × ٦٤ × ١٠٠ = حامض
 الستريك %

١٠٠٠ × وزن العينة

الأيدرومترات : Hydrometers

تستخدم الأيدرومترات في قياس الوزن النوعي وكذلك تركيز المحاليل
 السكرية والملحية أو ما شابهها . والأيدرومترات عبارة عن أنبوبة زجاجية
 مسدودة الطرفين - أحد الطرفين يحتوى بداخله علي تدرج لبيان الوزن
 النوعي أو تركيز المحلول المراد قياسه بحيث يتناسب هذا التدرج مع المادة
 الذائبة أما الطرف الآخر السفلي فيحتوى علي انتفاخ كبير يحتوى علي الهواء
 فقط ليلية انتفاخ صغير في نهاية الطرف السفلي يحتوى علي أنقال من الزئبق
 أو كرات الرصاص أو سبيكة معدنية معينة وذلك كي تساعد الأيدرومتر
 علي أن يظل في وضع رأسي عند غمره في السائل المراد اختباره .

نظرية عمل الأيدرومترات

يعتمد استخدام الأيدرومترات علي أساس قانون الطفو لأرشميدس والتي تنص علي أنه إذا طفا جسم فوق سطح سائل فإن وزن السائل المزاغ بالجزء المغمور يساوي وزن الجسم كله أو بمعنى آخر أن الجسم الصلب المعلق في سائل ما يلاقي قوة دفع من أسفل إلي أعلا تساوي وزن السائل المزاغ .
وعلي ذلك فإنه عند وضع هذا الجسم ذو الوزن الثابت في سائل ما فإنه يغطس إلي العمق الذي يكون فيه وزن الماء المزاغ مساويا لوزن الجسم نفسه .

وعلي هذا الأساس يعتمد عمل الأيدرومترات المختلفة سواء منها ما يقيس الوزن النوعي مباشر (ومن الجداول الخاصة يتم استخراج التركيز المقابل لها أو تلك التي تقيس التركيز المئوي للسكر أو الملح في المحلول مباشرة .
وعلي ذلك فإنه إذا طفا الأيدرومتر في عدة سوائل مختلفة التركيز علي انفراد فإنه يزيغ في كل هذه السوائل المختلفة أوزانا متساوية دائما ومساوية لوزن هذا الجسم مع اختلاف أحجام السوائل المزاعة في كل حالة بشرط تساوي درجات الحرارة في هذه السوائل أي أنه إذا غمر الأيدرومتر في سائلين مختلفي الكثافة فإن مقدار ما يغمر من الجسم في كل منهما يختلف باختلاف كثافة السائل الذي يطفو الأيدرومتر فوق سطحه ومن المعروف أن كثافة أي محلول تعتمد علي تركيزه — حيث يزداد الجزء المغمور من الجسم الطافي كلما قلت كثافة السائل بينما يقل هذا الجزء المغمور كلما زادت الكثافة للسائل وفي حالة تساوي كثافة سائلين فإن الأيدرومتر ينغمر في كل منهما بمقدار متساوي مع تساوي وزن وحجم السائل المزاغ للسائلين كما يتضح من القانون التالي :

$$\text{وزن الجسم الطافي} = \text{وزن السائل المزاغ} = \text{الحجم} \times \text{الكثافة} .$$

فكلما زادت الكثافة قل الحجم وزاد الوزن للسائل المزاغ .

وعلي ذلك فإنه عند استخدام الأيدرومتر لقياس كثافة محلول سكرى وآخر ملحي متساويان في التركيز فإن الأيدرومتر ينغمس بمقدار أكبر في حالة المحلول السكرى بينما ينغمر بمقدار أقل في المحلول الملحي رغم تساوى التركيز في كل منهما وذلك بسبب اختلاف الكثافة في كلا منهما . وبالرغم من أن قياس كثافة وتركيز المحاليل بواسطة الأيدرومترات لا تعطي نتائج دقيقة إلا أنها تستعمل بكثرة في كثير من المجالات وذلك للأسباب التالية :

١ — أنها تعتبر من الطرق السريعة السهلة الاستعمال والتي لا تحتاج لخبرة كبيرة .

٢ — يمكن أن تحقق الغرض من استخدامها وعلي ذلك فإنه يمكن الاكتفاء باستخدامها في كثير من العمليات التجارية .

٣ — يمكن استخدام الأنواع المختلفة من الأيدرومترات في قياس الوزن النوعي أو التركيز مع إمكان تحويل قراءات الوزن النوعي إلي ما يقابلها من التركيز المئوي أو العكس وذلك من خلال جداول خاصة أو علاقات رياضية أهم الشروط والعوامل الواجب مراعاتها عند استخدام الأيدرومترات :

١ — يجب أن يكون المحلول المختبر متجانسا تماما — وعلي ذلك يلزم مزج وتقليب المحلول جيدا .

٢ — أن يكون المحلول المختبر صافيا وخالي تماما من الشوائب أو المواد الصلبة العالقة التي قد تعوق حركة الأيدرومتر وتؤثر بالتالي في قراءته .

٣ — أن يكون المخبر الزجاجي المستعمل في القياس ذو طول مناسب كما يجب أن يكون المخبار والأيدرومتر نظيفين وجافين حتى لا يتأثر تركيز المحلول المختبر

٤ — يلاحظ عند إضافة المحلول أن يراعي إمالة المخبار بزاوية قدرها ٤٥ م ثم يسكب المحلول ببطئ علي الجدار وذلك حتى لا تتكون فقائيع هوائية بداخله مما يؤدي إلي رفع الأيدرومتر عن وضعه الحقيقي أو تتكون رغوى

علي السطح تعوق عملية القياس وبالتالي تؤدي إلي خطأ في قراءة الأيدرومتر .

٥ — يلاحظ عند وضع الأيدرومتر في المخبار المحتوى علي المحلول أن يكون الأيدرومتر في منتصف المحلول ولا تؤخذ القراءة إذا كان ملاصقا لجدار أو قاع المخبار .

٦ — تؤخذ قراءة الأيدرومتر المقابلة للتغير السفلي للسائل وليس من عند نقطة التقاء السائل بالإناء بتأثير الجذب السطحي .

٧ — يجب أن يكون المخبار في وضع أفقي تماما وتؤخذ القراءة بعد التأكد من ثبات حركة الأيدرومتر .

٨ — أن يتم تدوين درجة حرارة المحلول وقت القياس ثم تعديل قراءة الأيدرومتر إذا اختلف درجة حرارة المحلول المختبر عن الدرجة التي درج عليها الأيدرومتر .

٩ — في حالة قياس الوزن النوعي أو تركيز المحاليل المحتوية علي غازات كالمياه الغازية فإنه يجب تسخينها لدرجة الغليان لطرد الغازات الذائبة بها — وبعد أن يبرد المحلول يمكن استخدام الأيدرومترات في عملية القياس حيث ان وجود تلك الغازات تتسبب في رفع الأيدرومتر عن وضعه المناسب وبالتالي زيادة قراءته عن الحقيقة .

١٠ — عند استخدام أيدرومترات الوزن النوعي في قياس تركيز المحاليل يجب تحويل قراءات الوزن النوعي إلي ما يقابلها من درجات التركيز المئوي من خلال العلاقات الرياضية أو الجداول الخاصة بذلك .

أنواع الأيدرومتر المستخدمة في قياس كثافة وتركيز المحاليل :

١ — أيدرومترات الكثافة النوعية أو الوزن النوعي .

٢ — أيدرومترات لتقدير درجة تركيز المحاليل السكرية مباشرة وتشمل

أيدرومترات البالنج Baling والبركس Brix .

٣ — أيدرومترات تقدير درجة تركيز المحاليل الملحية ومنها البومية Baume والسالوميتر Salometer .

٤ — أيدرومترات تقدير درجة تركيز الكحول في المحاليل الكحولية ومنها أيدرومتر ترالز Tralls ويهمنها منها في هذا المجال رقم ١ ، ٣ .

أولا : أيدرومترات الكثافة النوعية

وهي مدرجة علي درجة ٦٠ فهرنهايتي (٦ ، ١٥ م) غالبا ويوجد منها نوعين هما :

أ — أيدرومترات تقدير الوزن النوعي للمحاليل التي تقل قيمة وزنها النوعي عن الواحد الصحيح مثل المحاليل الكحولية والزيوت المختلفة — وهذه الأيدرومترات يتم تدريجها من أسفل إلي أعلا .

ب- أيدرومترات تقدير الوزن النوعي للمحاليل التي تزيد قيمتها عن الواحد الصحيح وتستخدم هذه الأيدرومترات في تقدير الوزن النوعي للمحاليل السكرية والملحية والشراب والعصائر وهذه الأيدرومترات مدرجة من أعلي إلي أسفل .

وبتقدير الوزن النوعي بواسطة أيدرومترات الوزن النوعي يمكن معرفة ما يقابلها من درجات التركيز المئوية لكلا من السكر أو الملح في محاليلها فبالنسبة لمحلول سكري تركيزه ١٠ % وآخر تركيزه ٢٠ % تكون الكثافة النوعية للأول ١,٠٣٩٩٨ والثاني ١,٠٨٢٩

ثانيا : أيدرومترات تقدير درجة تركيز المحاليل الملحية

وتقوم هذه الأيدرومترات بتقدير درجة تركيز المحاليل الملحية وتتضمن أيدرومترات البومية والسالوميتر .

١ — أيدرومتر البومية Baume :

يبين هذا الأيدرومتر النسبة المئوية للملح في المحاليل الملحية مباشرة .

فالمحلول الملحي الذي تركيزه ١٥ بومية هو عبارة عن محلول ملحي تركيزه ١٥ % ملح ويلاحظ عند استخدام أيرومتر البومية أن تدريج أيرومتر البومية يبدأ من الصفر إلي ٥ , ٢٦ حيث أن درجة تشبع الماء بالملح علي درجة الحرارة العادية هي حوالي ٥ , ٢٦ جرام ملح لكل ١٠٠ جرام محلول ملحي وتزيد هذه النسبة قليلا بارتفاع درجة الحرارة حتى تصل إلي ٤ , ٢٨ % علي ١٠٠ م وبتبريد المحلول تنرسب الكمية الزائدة من الملح ويعود إلى التركيز قبل رفع درجة الحرارة .

٢ — أيرومتر السالوميتر **Salometer** :

كما سبق قوله فإن درجة تركيز الملح في المحلول الملحي المشبع هي ٥ , ٢٦ بومية أي ٥ , ٢٦ % ويقوم أيرومتر السالوميتر بالقياس المباشر للنسبة المئوية لدرجة تشبع المحلول الملحي بكلوريد الصوديوم وهو مدرج من أعلا الساق بدرجة الصفر وتنتهي بالتدريج ١٠٠ في أسفل الساق . والأساس في هذا الأيرومتر أن قراءة ١٠٠ سالوميتر تعنى أن المحلول درجة تركيز الملح به ٥ , ٢٦ % .

أي بمعنى آخر أن كل ١٠٠ سالوميتر تمثل ٥ , ٢٦ درجة مئوية أي أن كل ٤ يقابلها ٠٦ , ١ درجة مئوية وللتقريب يعتبر أن كل ٤ سالوميتر تساوى ١ بومية أي ١ % ملح وعلي هذا يدل صفر التدريج علي أن المحلول المختبر ماء مقطر كما تدل درجة ١٠٠ سالوميتر علي أن المحلول الملحي مشبع تماما بكلوريد الصوديوم أي يدل علي وجود ٥ , ٢٦ جرام ملح كلوريد الصوديوم في كل ١٠٠ جرام محلول ملحي .

مثال :

لحساب درجة البومية لمحلول ملحي قراءة السالوميتر له ٣٢ فإن كل ١٠٠ سالوميتر يقابلها ٥ , ٢٦ درجة بومية .

كل ٣٢ سالوميتر يقابلها س

درجة البومية للمحلول الملحي = $\frac{32,5 \times 26}{100} = 8,48$ بومية = 8,48%

ويلاحظ أنه يمكن استخدام أيرومتر السالوميتر في تقدير درجات تركيز المحاليل السكرية عن طريق تحويل درجات السالوميتر إلي ما يقابلها من درجات البومية ثم تحويل الأخيرة إلي ما يقابلها من درجات البالتج أي إلي نسب مئوية للسكر في المحلول .

ملحوظة :

يمكن ضبط ميزان كثافة بومية (بومي) بأن نضع ١٥ جرام ملح طعام نقي ونذيبها في ٨٥ سم ماء مقطر في درجة ١٥ وهذا المحلول يعتبر في درجة ١٥ بومي ويخرج المقياس البومي علي هذا الأساس مبتدئا من نقطة الصفر في الماء ب ١٥ درجة ثم يقسم نزولا وصعودا حتى نصل به إلي درجة ٥٠ أو ٧٠ درجة بومي حسب الاحتياج .

تاسعا : تحليل كلوريد الصوديوم

يستخدم في كثير من العمليات الصناعية في الزيوت والصابون ففي الزيوت يستخدم عند عمليات تكرير الزيوت بالصودا فعند عملية الشطف بالماء قد يحدث تكوين املشن (مستحلب) من الماء والزيت ويستدعي الأمر فصل الزيت عن الماء المستخدم في الغسيل لتقليل فاقد الزيت وعند ذلك يضاف الملح في صورة محلول ملحي أو بالرش علي سطح حبل التعادل لعزل الماء وفصله عن الزيت أما في صناعة الصابون فيستخدم في عملية العزل وتقليل محتوى الصابون من القلوى الحر وإلي هنا يجب أن نشير إلي كيفية إجراء هذه العملية في الصابون تحت اسم (نظرية عملية التمليح)

عملية التمليح هي بحق عملية هامة جدا تستدعي الالتفات والعناية الزائدة فالغرض منها الحصول علي صابون نقي خالي مما هو عالق بالمواد الدهنية أو القلوى من شوائب و مواد غريبة فضلا عن عزل الماء الزائد الموجود

بالغراء وكذلك الجليسرين الذي كان موجودا بالمواد الدهنية قبل عملية التعسيل والتسوية فضبط كمية الملح اللازم إضافتها والحصول علي درجة التركيز الخاصة في المحلول للغراء في الحلة لحصول العزل المطلوب يتطلب دراية فنية مع مران طويل لأنه إن كانت كمية الملح المضافة أقل من الكمية اللازمة للعزل فسببقي بعض الصابون عالقا بالمحلول السفلي وإن كانت كمية الملح المضافة أكثر من اللازم لعملية العزل يبقي بعض المحلول السفلي بما فيه عالقا بالصابون .

وتتلخص هذه العملية بإضافة ملح الطعام علي شكل ملح أو محلول الملح مختلف الدرجات وذلك بالرش علي سطح الحلة (الغراء) بعد تمام العملية الأولى تدريجيا مع الغلي والتقليب حتى يحصل العزل والانفصال ونشاهد أن الحلة التي كانت تحتوى علي مادة جلاتينية واحدة ممتزجة متجانسة (الغراء) صارت بعض إضافة الملح أو محلوله أى بعد التمليح عند درجة التركيز الخاصة تحتوى علي طبقتين أو مادتين وهي عبارة عن حبيبات تطفو علي سطح الحلة وتحتها محلول في أسفل الحلة فإذا ما تركت الحلة للراحة مدة كافية تجمع الصابون النقي (الحبيبات) في الحلة . وأما المواد الأخرى جميعها فتبقي في المحلول الذي يوجد في الطبقة السفلي في الحلة . ولنأتي للتفسير الكيميائي لعملية التمليح :

الغراء عبارة عن ملح صوديوم الأحماض الدهنية ذاتها مشبعا في الماء فإذا ما أضيف إليه ملح الطعام أى ملح صوديومي أيضا فهذه الإضافة تزيد كمية أيونات الصوديوم الموجودة في المزيج عند حد التشبع ويتسبب عن ذلك عزل ملح الأحماض الدهنية (الصابون) عن الماء الذي كان ذاتيا فيه وحيث أن كثافته أخف من المحلول فيطفو علي سطح الحلة ويبقي المحلول أسفلها فتأثير الملح في هذه الحالة عبارة عن سحب الماء الزائد من الصابون النقي وهذه الحالة يماثلها الكثير من العمليات الكيميائية التي يستعمل فيها الملح

لسحب الماء من المواد التي لا تذوب في الماء الملحي ويضاف الملح في حالته الطبيعية بالرش أو كمحلول في درجة ١٠ - ١٥ بومية ويتم إجراء التحاليل الآتية :

١ - تقدير نسبة الرطوبة

٢ - تقدير نسبة الشوائب العالقة

٣ - تقدير نسبة كلوريد الصوديوم .

وقد تم ذكرها من قبل وسنذكر كيفية تقدير نسبة كلوريد الصوديوم في الملح الوارد .

١-تسحب العينة وتخلط جيدا ثم يؤخذ منها وزنة من نصف - ١ جرام في دورق سعة ٢٥٠ سم ثم تذاب في ٥٠ سم ماء مقطر .

٢ - يضاف ١ سم من دليل كرومات البوتاسيوم ٥ % ثم تعابر العينة بمحلول نترات الفضة ١ ، . - عياري حتى ظهور لون أحمر طوبي (بداية تغيير اللون من الأصفر للأحمر) وتتخذ قراءة السحاحة .

الحساب = $\frac{\text{عدد سم نترات الفضة} \times \text{عيارية نترات الفضة} \times ٤٦}{١٠٠ \times ٥٨}$ ، كلوريد الصوديوم %
 $\times ١٠٠٠ \times \text{الوزنة}$

قد تجرى تجربة بلانك للتأكد من نقاء الماء والكواشف من كلوريد الصوديوم وفي هذه الحالة تطرح الكمية التي يأخذها البلانك من سنتيمترات نترات الفضة من الكمية التي استخدمت من نترات الفضة في معايرة العينة وتحسب النسبة علي الفرق الناتج بتكملة الحساب حسب ما جاء بالمعادلة الحسابية .

عاشرا : تحليل سيلكات الصوديوم

استخدامات سيلكات الصوديوم :

١ - كمواد مالئة ومنظفة : في صناعة الصابون والمنظفات الصناعية .

— الباب الخامس —

٢ — كمادة مساعدة علي الصهر : كما في صناعة الخزف والصيني وأسياخ اللحم

٣ — كمادة صامدة لنفاذية الماء والرطوبة في صناعة المعلبات والأعمدة الخرسانية غير المنفذة للرطوبة والماء وفي حفظ البيض .

والمجال هنا للاستخدام هو استخدامها كمواد مألثة للصابون والمنظفات الصناعية وتصنف سليكات الصوديوم تبعا لنسبة القلوية الكلية إلي مجموع السيلكا الذاتية إلي أ- صنف متعادل تكون فيه نسبة القلوية الكلية إلي مجموع السيلكا الذاتية ١ : ٢ ، ٣ + ٢ ، ٠

ب- صنف متوسط القلوية تكون نسبة القلوية الكلية إلي مجموع السيلكا الذاتية ١ : ٢ ، ٦ + ٢ ، ٠

ج- صنف قلوي تكون فيه نسبة القلوية إلي مجموع السيلكا الذاتية ١ : ٢ + ٢ ، ٠ ، وهذه الأصناف الثلاثة أما ان تكون في حالة صلبة علي هيئة مسحوق أو علي حالة محلول مائي لزج غليظ القوام نصف شفاف عديم اللون خالي من الشوائب .

التحاليل التي تجرى على سليكات الصوديوم

أ — درجة البومية والوزن النوعي في الصنف ١ ، ٢ من ٣٨ ، ٤٢ بومية وفي الصنف ٣ ما بين ٤٨ — ٦٠ بومية

الأدوات المستخدمة في هذا الاختبار :

هيدرومتر بومية

مخبر قطره أكبر من قطر الهيدرومتر

حمام مائي لضبط درجة الحرارة عند ٥ ، ١٥ م

طريقة العمل :

توضع في مخبر الهيدرومتر كمية من السيلكات كافية لأن يظل الهيدرومتر مغمور في المحلول ثم يوضع الهيدرومتر بحيث يكون في وضع رأسي علي

درجة ٥ , ١٥ م بعيد عن الجدران تماما ويدفع الهيدرومتر بحيث يظل الجزء العلوى نظيفا خالي من المحلول حتى لا تتغير القراءة ويحدث خطأ في التقدير وتزال أى فقائيع هوائية قد تكون في الوسط وعندما يستقر الهيدرومتر ويصبح ساكنا تؤخذ القراءة التي تكون في مستوى النظر ومساوية لسطح السائل وتعطي هذه القراءة درجة البومية وكذلك الوزن النوعي عند التدرج الثاني الخاص بتدرج الوزن النوعي .

ب — تقدير السليكا الكلية القابلة للذوبان

١ — يوزن بدقة ٣٠ جم من المادة وتذاب في ماء حديث الغلي ثم يرشح وتغسل الورقة بماء مغلي حديثا ثم ينقل ناتج الغسيل إلى دورق معياري ٥٠٠ سم ويخفف حتى العلامة وبذلك يكون كل ١ سم من هذا المحلول يحتوى علي (٠٦ , جرام) من السليكات الذائبة .

٢ — يوضع ٥٠ سم من المحلول المجهز (٣ جم) تقريبا من السيلكات في طبق صيني سعة ١٥٠ سم ويضاف ٢٥ سم حامض أيروكلوريك مركز ويبخر حتى الجفاف علي حمام مائي ثم يضاف ١٠ سم حامض أيروكلوريك مخفف ١ : ١ ويعاد التبخير للجفاف ثم تسخن الجفنة لمدة ساعة علي حمام رملي أو سخان علي درجة ١١٠ م لإذابة الأملاح القابلة للذوبان ويضاف للمتبقّي ١٠ سم حامض هيدروكلوريك ١ : ١ و ٢٠ سم ماء ويسخن لمدة ٥ دقائق ويرشح المتبقّي (والذي يتكون أساسا من السليكا) علي ورقة ترشيح ويغسل المتبقّي بماء ساخن حتى يصير خالي من الكلوريدات ويجمع الراشح في طبق التبخير .

٣ — يبخر الراشح حتى الجفاف علي حمام مائي ثم يضاف ١ سم حامض هيدروكلوريك ١ : ١ ويعاد التبخير للجفاف يسخن لمدة ساعة عند ١١٠ م ثم يضاف للمتبقّي ١٠ سم حمض هيدروكلوريك ١ : ١ و ٢٠ سم ماء

الباب الخامس

ويسخن لمدة ٥ دقائق ثم ترشح أية سليكا قد تنفصل علي ورقة الترشيح وتغسل كما سبق ليصير الراشح خاليا من الكلوريدات

٤ - تنقل ورقة الترشيح بمحتوياتها إلي طبق بلاتين سبق حرقه ووزنه ثم يحرق في الفرن اللافح مع رفع درجة الحرارة ببطئ للتخلص من الكربون بعد ذلك ترفع الحرارة لمدة ١٥ دقيقة ثم تبرد وتوزن .

٥ - يضاف لمحتويات الطبق ٥ سم ماء و ٣ نقط حمض كبريتيك مركز ثم يضاف ببطئ ١٠ سم حمض هيدروفلوريك مركز ويختر إلي أن تتصاعد أبخرة حامض الكبريتيك البيضاء ويسخن الطبق باحتراس للتخلص من حمض الكبريتيك ثم يحرق علي حرارة مرتفعة ويبرد ويوزن ثم تحسب النسبة المئوية بالوزن للسليكا الكلية القابلة للذوبان .

$$\text{أ - ب} \times 10 \times 100$$

و

أ = وزن الطبق بمحتوياته بعد الخطوة (٤)

ب - وزن الطبق بمحتوياته بعد الخطوة (٥)

و = وزن المادة المستخدمة في رقم (٢)

ج - تقدير أكسيد السليكون SiO_2

يعاير باستخدام محلول عياري (نصف عياري) من حمض الأيدروكلوريك مع استخدام دليل برتقالي الميثيل حتى ظهور لون التعادل وتحسب كما يلي :

$$\frac{\text{عدد سم الحامض} \times \text{عياريته} \times 60,06}{1000 \times 100}$$

د - تقدير القلوية الكلية كأكسيد صوديوم Na_2O

١- ينقل ٥٠ سم باستخدام ماصة من العينة المجهزة في تقدير السليكا الكلية الذائبة ٣٠ جم / ٥٠٠ سم (أي حوالي ٣ جم) إلي دورق مخروطي

— الباب الخامس

ويضاف ٣ نقط من دليل الفينولفثالين ثم يضاف حجم معلوم من محلول حامض الكبريتيك (نصف عياري) .

٢ — يغلي المحلول ثم يعاير الحامض الزائد بمحلول هيدروكسيد الصوديوم (نصف عياري) .

$$\text{الحساب} = \frac{100 \times 500 \times 31 \times (أ - ج - د)}{50 \times 1000 \times \text{و}} = \% \text{ أكسيد صوديوم}$$

أ = حجم الحامض المضاف

ج = عيارية الحامض

ب = حجم الصودا اللازمة لمعادلة الحامض الزائد

د = عيارية الصودا

و = وزن المادة المستخدمة في رقم ١ في تجهيز العينة للاختبارات .

بعد تقدير أكسيد السليكون وأكسيد الصوديوم يمكن الحصول علي نسبة

القلوية الكلية : أكسيد السليكون

$$\text{SiO}_2 \text{ فمثلا } 1 : 2 = \frac{26}{13} \% \text{ أو } 1 : 2.3 = \frac{30}{13} \%$$

ويتفاعل محلول الصودا الكاوية مع المواد الزجاجية والفخارية ببطئ حيث تتكون سليكات الصوديوم



حادي عشر الفحم المنشط

يستخدم الفحم المنشط لزيادة كفاءة تراب التبييض في عملية تبييض الزيت والجلسرين المقطر كما أن له تأثير كبير في ازالة رائحة الجلسرين المقطر وتقليل اللون الأصفر والأحمر به وتوجد عدة تجارب وتحاليل تجرى على الفحم الوارد ومنها :-

١-مدى قدرة الفحم على التبييض : يستخدم لذلك (دليل بروموفينول بلو)حيث يؤخذ ٠,١ جم من دليل بروموفينول بلو في ١٠٠سم محلول كحولي (كحول+ماء) ٨٠ سم ماء + ٢٠ سم كحول توضع في دورق معياري ١٠٠ سم مع التقليب .

(أ) يؤخذ ٠,١ جم من الفحم المراد اختبار قدرته وكفاءته على التبييض وتوضع في دورق مخروطي ٢٥٠ سم ثم يضاف ٥٠ سم محلول كحولي ٢٠ % + ١ سم من الدليل ثم يرج محتويات الدورق لمدة ٥ دقائق ويرشح في أنبوبة نسلر ١٥٠ سم .

(ب) نجهز أنبوبة نسلر أخرى للبلانك حيث يوضع بها ٥٠ سم ماء وكحول (٢٠% كحول) + ١ سم باستخدام الماصة دليل .

النتائج :- إذا كان لون أنبوبة العينة البالانك متساوي تكون درجة التبييض للفحم متوسطة إذا كان لون أنبوبة العينة أفتح تكون درجة التبييض عالية وكفاءة الفحم جيدة .

٢-اختبار القلوية أو الحموضة للفحم

(أ) تزن ٥ جم فحم وتذاب في ١٠٠ سم ماء مقطر وتسخن للغليان لمدة ٥ دقائق من الغليان .

(ب)ترشح العينة وتعادل باستخدام دليل فينولفتالين فاذا ظهر لون أحمر تعادل . باستخدام حامض كبريتيك $\frac{1}{1}$ عياري وتحسب على أساس أن الفحم قلوي كما يلي

$$\text{القلوية \%} = \frac{\text{عدد سم الحامض} \times \text{عيارية الحامض} \times 31 \times 100}{1000 \times \text{وزن الفحم}}$$

وإذا لم يظهر لون بعد اضافة الدليل يكون الفحم حامضي وتحسب الحموضة بعد معايرة المحلول باستخدام أيروكسيد الصوديوم $\frac{1}{1}$ عياري وذلك حتى ظهور لون وردي

— الباب الخامس —

$$\text{الحموضة \%} = \frac{\text{عدد سم ص أيد} \times \text{عيارية ص أيد} \times 49 \times 100}{1000 \times \text{وزن الفحم}}$$

٣- تقدير نسبة كلوريد الصوديوم في الفحم : تقدر نسبة كلوريد الصوديوم حتى لا تتأثر مواصفات الجلسرين المقطر وتخرج عن الحدود المسموحة في المواصفة (أثار) .

وتقدر بإذابة ٥ جرام من العينة في ٥٠ سم ماء مقطر وتسخن للغليان ثم ترشح في ورق مخروطي ٢٥٠ سم ثم يضاف ١ سم كرومات البوتاسيوم ٥% ثم تعابير بمحلول نترات الفضة $\frac{1}{10}$ عياري حتى ظهور لون أحمر

طوبي (بداية تغير اللون من الأصفر للأحمر الفاتح) ثم تحسب النسبة كلوريد الصوديوم % $\frac{\text{عدد سم نترات الفضة} \times \text{عيارية نترات الفضة} \times 58,46 \times 100}{1000 \times (\text{وزن العينة})}$

ثاني عشر : مكسبات الطعم والروائح

من المواد المكسبة للطعم والرائحة ما يستخدم في المواد الغذائية ومنها ما يضاف لمواد التنظيف كالصابون والشامبو ولعل السبب في انتشار هذه المكسبات قلة المواد الغذائية الطبيعية كالمسلى الطبيعي بالنسبة لعدد سكان العالم الأمر الذي يستلزم انتاج زيوت غذائية من أصل نباتي وازضافة مكسبات تعطيتها نكهة ورائحة المسلى البلدى نظرا للرائحة المحببة لمعظم المستهلكين وقبولهم تناول المسلى البلدى ما ينطبق على الدهون والزيوت الغذائية ينطبق على الروائح التي تضاف لمواد التنظيف ومستحضرات التجميل فاختلاف أذواق ورغبات المستهلكين من رائحة لأخرى جعل قبولهم وميولهم يتجه لروائح معينة محببة إليهم عند استخدام هذه المنظفات سواء من صابون التواليت أو الشامبو أو مستحضرات التجميل من هنا تتضح الأهمية فى كيفية فحص واستلام وتحليل هذه المكسبات لأهميتها من ناحية ولسعرها المرتفع من ناحية أخرى وسوف نذكر فى هذا المجال طريقة أخذ العينات وحفظها وتحليلها .

طريقة أخذ العينات وحفظها

من أهم العوامل التي تؤثر على دقة الاختبارات والنتائج المتحصل عليها هو طريقة أخذ العينة وطريقة حفظها أثناء فترة التحليل حيث يجب أن تمثل العينة الأصل المأخوذ منه تمثيلاً تاماً وأن تحفظ تحت ظروف معينة حتى لا تتغير صفاتها الطبيعية والكيميائية عن الأصل المأخوذة منه .

فاذا كانت العينة المراد تحليلها موجودة في اناء واحد تؤخذ منه عينة مناسبة بواسطة جهاز أخذ العينات وهو أنبوبة زجاجية مفتوحة الطرفين نظيفة جدا ومجففة تماما مع غسلها بجزء من العينة وكذلك اناء تجميع العينة حيث توضع الأنبوبة حتى نهاية الاناء الذي ستسحب منه العينة الممتلئة ثم ترفع لأعلى بعد قفل الأنبوبة بالإبهام وتوضع في اناء التجميع ثم نغطي الإناء .
وإذا كانت العينة أكثر من وعاء تسحب العينة المتماثلة في الشكل و الحجم للوعاء وتخلط جيدا في اناء التجميع وتحلل .

وعندما يراد حفظ العينة توضع في زجاجات ملونة حتى لا تتأثر بالضوء بعد غسلها بجزء من العينة وتملأ حتى قرب نهايتها لتجنب تأثير الهواء على الزيت أو الرائحة العطرية ثم نغلق بغطاء حلزوني يمنع التسرب وقد يضاف لها مضادات أكسدة وعموما لا داعي لإضافة مضادات أكسدة اذا أتيت الشروط الصحية للتخزين وتخزن العينات في مكان بارد وجاف وعند تحليل العينات ترشح للتخلص من المواد المعلقة والرواسب التي قد تكون بالعينات وسوف نسرد بشئ من التفصيل مقدمة عن الروائح العطرية واستخداماتها في صناعة الصابون والمنظفات الصناعية وذلك باعتبار الروائح من الخامات الأساسية في صناعة صابون التواليت وكذلك المنظفات .

الروائح العطرية واستخداماتها في صناعة الصابون والمنظفات الصناعية

ان علم صناعة العطور من العلوم التي تحتاج إلى خبرة واسعة بالعلوم الكيماوية والفيزيائية والحسية وإجراء الاختبارات التي تحتاج إلى كوادر لديها الاستعداد التام المدعم بالخبرة العلمية .

ذلك أن مسألة تعطير الصابون أو المنظفات الصناعية قد أصبحت فنا قائما بذاته وخاصة بالصوابين المستخدمة في شئون التجميل حيث يحتاج هذا الفن إلى دراية تامة بطبيعة الزيوت العطرية المستخدمة وتركيبها الكيماوي كما تحتاج إلى حاسة فنية خاصة .

ولهذا فإنه من المعروف أن أي زيت عطري قد لا يصلح إلى تعطير الصابون في مجال الكلام أساسا عنه فهناك زيوت تتأثر بالمواد القلوية المتواجدة بالصابون فتغير من رائحتها أو تتلفها كذلك لا يصلح أي عطر بأن يمزج بعطر آخر فقد يحدث بينهما عدم توافق سواء في التركيب الكيماوي أو في الرائحة .

مثال ذلك أن معظم العطور المحضرة بالطرق الكيماوية مثل الفانيلين والهليوتروبين وزيت القرنفل وزيت القرفة يكون لاضافتها للصابون بغرض التعطير يكون سببا في أن تصير قطعة الصابون داكنة اللون بعد مدة من صنع هذا الصابون وهناك مواد عطرية تضاف إلى مواد أخرى لتساعد على الاحتفاظ برائحتها للصابون لمدة طويلة دون أن تتغير أو تتلف وهي التي يطلق عليها المواد المثبتة ومن أمثلتها الزبد بلسم بيرو زيت الصندل المسك الطبيعي والمسك الصناعي وغيرها .

هذا والزيوت العطرية التي تستخدم في تعطير الصابون معظمها من أصل نباتي وغالبا تكون من أقسام الزيوت الطيارة أو المواد الراتنجية أو البلاسم .
وتختلف الزيوت العطرية النباتية فيما بينها اختلافا واضحا وذلك في كل من طبيعتها الكيماوية والفيزيائية وبينما نجد أن بعضها عديم اللون نجد بعضا

منها ذات لون أخضر أو بني كما وأن كثافة هذه الزيوت العطرية في الغالب أقل من كثافة الماء ولكن بعضها مثل زيت القرفة وزيت القرنفل أثقل من الماء ومعظم هذه الزيوت تتأكسد في الضوء والهواء .

وتتكون الزيوت العطرية كيميائياً من عدة مركبات كثيرة التعقيد بعضها سائل وبعضها نصف صلب والآخر صلب وكلها موجودة على هيئة محلول في المركبات السائلة الأخرى .

وقبل التطرق إلى الأسس التي يبني عليها اختيار العطر المناسب للصابون فإننا نرى أن نعرض في عجالة سريعة إلى أهم الزيوت العطرية المختلفة الأصل والمستخدمه في التعطير

١- الزيوت العطرية ذات الأصل النباتي

- زيت الينسون النجمي الناتج من تقطير ثمار النبات المذكور .

- زيت الكراوية الناتج من تقطير بذور النبات .

- زيت الشمر الناتج من تقطير بذور النبات .

- زيت اللوز المر ويحضر من نوى اللوز المر بعد عصر الزيت حيث تعجن البقايا بكميات محدودة من الماء وتترك لتمكين الخمائر الموجودة من تحويل الأمجدالين إلى الزيت الطيار ويحتوي الزيت على مادة البنزالدهيد .

- زيت القرفة .

- زيت القرفة الصناعي .

- زيت القرنفل ويتم الحصول عليه بتقطير براعم زهور النبات .

- زيت اليوكالبتوس ويتحصل عليه بتقطير براعم أوراق النبات ويوجد من هذا النبات ما يحتوي على زيت يجمع بين رائحة اليوكالبتوس ورائحة الليمون .

- زيت الجرانيوم وتوجد منه أنواع كثيرة وقد يستخدم هذا الزيت بدلا من

زيت الورد ولكن الأول أقل سعرا .

- زيت الياسمين ويوجد منه الطبيعي المستخلص من زهور النبات والآخر الصناعي المحضر بالطرق الكيميائية .
- زيت اللافندر ويحضر بتقطير الزهور ويقال أن أفضلها النوع الإنجليزي .
- زيت السيترونيلا .
- زيت الليمون ويحضر من قشور الليمون الطازجة .
- زيت الليمون الصناعي .
- زيت اليوسفي ويستخلص بالضغط من قشور ثمار اليوسفي .
- زيت البرجموت ويستخلص بالضغط من قشور ثمار بعض الموالح وقد يغش هذا الزيت بزيت آخر مثل زيت الترابنتيا .
- زيت النعناع ويحضر بالتقطير من النيات وقت الأزهار وله رائحة قوية نفاذة .
- زيت اللارنج ويحضر إما بالتقطير من زهور النبات أو بالطرق الكيميائية .
- زيت جذور السوسن وهو زيت صلب وينصهر في درجة حرارة ٣٥-٥٠°م ويحضر بالتقطير من بذور النبات .
- بلسم بيرو بلسم طولو زيت البيسيلا زيت خشب الصندل زيت خشب الأرز زيت خشب الزعتر ومنه على سبيل المثال الفرنسي والأسباني زيت الفانيليا زيت اللارنج ومنه الطبيعي ومنه ما يحضر بالطرق الكيميائية .

٢- الزيوت العطرية ذات الأصل الحيواني

المسك وهو افراز لبعض أنواع الغزلان وخاصة التي تعيش في جبال الهيمالايا وجبال أطلس حيث عندما يصاد هذا الغزال يقطع منه الكيس المحتوي على المسك الذي يتكون من عدة طبقات غشائية يوجد المسك بينهما

ويختلف شكل المسك باختلاف عمر الحيوان والفصل الذي أفرز فيه والمسك من أكثر المواد العطرية عرضه للغش .
المسك الصناعي .

الزبد وهو إفراز حيواني يتم الحصول عليه من حيوان معين يعيش في شمال إفريقيا ويحتفظ بهذا الحيوان للحصول منه على هذا الزبد .
هذا وهناك المئات غيرها من المواد العطرية الصناعية التي تستعمل بكثرة لوجودها بكميات كبيرة ولانخفاض أثمانها بالنسبة للزيوت الطبيعية وليس المجال هنا لذكرها ولكن يمكن القول باختصار أن علم الكيمياء قد ضيق الخناق على الطبيعة في هذا الباب وأصبحت تنتج من العطور ما لا يختلف عن العطور الطبيعية لا في الرائحة ولا في خواصه الكيميائية .

هذا وما زال تحدى المنتجين للعطور مستمرا لإنتاج أكثر قوة وانتشارا بالقياس لسعره وما زالت طرق استكشاف خامات العطور المختلفة قائمة للحصول على التركيب الأفضل من حيث الامتزاج والتوافق مع رائحة قاعدة صابون التواليت الجيدة لانتاج رائحة جميلة طويلة المفعول للمنتج النهائي للصابون .

وقبل الاستطراد فانه يمكن أن نلقي نظرة على حقيقة مكونات الزيت العطري وما يمكن أو لا يمكن فعله بالنسبة للروائح العطرية المستخدمة في صابون التواليت

فالزيت العطري في الواقع هو زيت حقيقي لا يختلط بالماء ويعطي الإحساس الدهني بوضعه على الجلد ويمكنه الاختلاط بالكثير من المواد الزيتية الأخرى وكما أوضحنا فهو يتكون من خليط من السوائل والنصف صلب والصلب من المواد الخام المختلفة ذات درجات التطاير المتباينة وذو درجات الانصهار أو الغليان المختلفة .

وهذه المواد إما طبيعية أو مخلقة والطبيعية منها الزيوت العطرية تنتج بالتقطير مع الماء مثل زهور اللافندر وبتلات الورد وغيرها والبعض الآخر ينتج بالضغط مثل البرتقال والليمون للحصول على زيت من الخلايا الحاملة له كما أن زيوت النوايات لبعض النباتات والتي تحصل عليها بالضغط تعتبر أيضا من الزيوت العطرية كما أنه يتم التحصل على الخامات العطرية الأخرى بإجراء عمليات أخرى للاستخلاص باستخدام المذيبات الطيارة على هذه النباتات

هذا وقد بين التحليل الكيميائي أن الزيوت العطرية والمستخلصات الطبيعية منها تتكون من تركيب معقد مختلط لعدد قد يصل إلى الألف أو أكثر من مواد كيميائية مفردة مختلفة في درجة تطايرها وأنه حاليا بالنسبة للروائح العطرية الصناعية المخلقة التي يزداد استخدامها قد تكون من منتجات الفحم والبتروول أو تصنع كيميائيا من بعض المخلفات الصناعية مثل التربينين الذي يعتبر منتج ثانويا من عمليات تصنيع الأخشاب .

والزيوت العطرية لها مستويات مختلفة من حيث لزوجتها ولكنها قابلة للانسكاب في الحرارة العادية والبعض الثقيل منها نولون بني داكن أو داكن مخضر أو داكن مصفر ومن غير المناسب استخدامها في صابون التواليت عديم اللون .

هذا والزيوت المذكورة في حالتها الطبيعية تميل للتغير في كل من الرائحة واللون خاصة إذا تعرضت للهواء أو للضوء ومن ذلك نستطيع القول أن الرائحة العطرية المكونة من مركب كيميائي مفرد (واحد) ولها خاصية الشم بوضوح فإن ذلك يعني قدرة المادة على التبخر ومن ثم فإن لها القدرة على التفاعل كيميائيا وهذه في الحقيقة طبيعة خليط هذه المركبات والتي يمكن معها أن تكون معرضة للتأكسد والانحلال وعليه فإنه نتيجة لتعقيد تركيب هذه المعطرات فإنه يلزم تصنيعها طبقا لأسلوب دقيق من خلط لمكونات أو

التركيب المطلوبة باستخدام أحدث الأجهزة والمعدات لهذا الغرض وذلك وصولاً إلى تماثل اللوطات المنتجة تحت هذا التركيب أو التركيب والمسميات مع أهمية تجانس الكثافة النوعية ومعامل الانكسار بصرف النظر عن القول بأنها مركبات من زيوت عطرية ذي محتوى مرتفع من الزيوت الطبيعية أو المستخلصة.

مستويات الإحساس بشذا العطر

أ-فرض أنك قمت بوضع بعض نقاط من ماء تواليت مثلاً (ذو قاعدة كحولية) على يديك فانك في التو واللحظة ستشم الشذا المنطلق للعطر مع ضرورة اكتشافك بداية للرائحة المميزة للكحول ومن ثم وبسرعة فائقة ستشم الشذا الجميل الأكثر تطاير لهذا العطر هذا الشذا المنطلق سريعاً هو ما يمكن أن نطلق عليه رأس العطر **Perfume head** أو بتعبير

آخر يمكن أن نسميه المستوى الفوري أو العلوي للعطر **Top notes**
ب-باستمرار تبخر شذا العطر من جلد اليدين فانك ستشعر بتغير تدريجي في الشذا المذمور ذلك أن الشذا الأول تبخر وما تشمه الآن (في حدود من ساعتان إلى ثلاث ساعات) يعرف باسم الرأس المتوسط أو المستوى المتوسط للشذا **Middle notes** .

ج- بااستمرار تبخر وتطاير شذا العطر وصولاً إلى بقاياها المتواجدة على جلد اليدين هي التي تمثل الجزء الأثقل كثافة والأقل تطاير من مكونات ذلك العطر ويسمى هذا بالمستوى القاعدي أو النهائي للشذا **Base or end notes**

ومن المتوقع بل ومن الطبيعي أن المستوى القاعدي أو النهائي أو الأساسي لشذا العطر والتي من الممكن أن يشمها الإنسان المستخدم إلى هذا العطر بعد ١٠ إلى ١٢ ساعة يختلف شذاه عن المستوى الأول رأس العطر- وأيضا عن المستوى المتوسط لذلك الشذا وذلك نتيجة تسلسل دورة تبخر ذلك العطر

Evaporation cycle ومن ثم فان ذلك معناه أن هناك تغير في شذا العطر يختلف من مرحلة لأخرى في سلسلة تبخره من الجلد وبمعدلات تختلف طولا أو قصرا .

وبنفس الطريقة فان هناك تسلسل في دورة تبخر العطر المضاف لصابون التواليت ، فرأس شذا العطر المستوى الأول يتبخر من سطح قطعة الصابون ويحل محلها الجزيئات الأخرى المتطايرة من هذا الرأس من داخل قطعة الصابون ومن ثم فان كل من المستوى المتوسط و المستوى القاعدي (النهائي- الأساسي) لشذا العطر يتحرك للخارج من داخل قطعة الصابون باستمرار استخدامها ولكن ببطء أكثر مما حدث لشذا المستوى الأول .

وحيث أن العطر يصنع فيزيقيا (أي بالخلط) وذلك لأكثر من مائة مكون من المواد الخام العطرية ذات درجات التطاير المختلفة فانه من الظاهر والممكن بتغيير تركيب العطر أن تزيد أو تقل المواصفات النسبية للمستويات الثلاثة لشذا العطر السابق الاشارة اليها وذلك في العطر المستخدم وعليه فان العطر ذو المحتوى الأعلى من المستوى الأول رأس العطر- يتجه نحو سرعة التبخر فيما في العطر ذو المحتوى الأكثر من المستويين الأوسط والقاعدي يتجه نحو بطئ التبخر في العطر المستخدم ومن الطبيعي القول عندئذ أن العطر ذو المحتوى المرتفع من المستوى الأول من الشذا يميل إلى كونه أكثر قوة وانتشار ولكن لا يدوم تأثيره طويلا عند الاستخدام بينما العطر ذو المحتوى العطري المرتفع من شذا المستويين الأوسط والنهايي (القاعدي) سيدوم طويلا ولكن ليس سريع الانتشار Diffusive .

وعلى ذلك وفي ضوء تسلسل شذا العطر المستخدم فانه بالضرورة يتبعه استخدام تركيب أو تراكييب أو توليفه أو توليفات توفر جميعها نوع من التوازن الجيد في ذلك العطر وذلك لكل من المستويات الثلاثة للشذا وصولا

إلى تحقيق الهدف من إضافة العطر لصابون التواليت لغرض إيجاد نوع من الصفاء السائغ والمستحب في الناتج النهائي من الصابون .

وصف العطر

انه لشيء يصعب تقديره أن نضع وصف للرائحة العطرية وذلك إلى حد كبير فبينما من الممكن أن نقوم بتحديد بعض الصفات الطبيعية الكثافة للزوجة معامل الانكسار إلا أن الإحساس بشذا العطر يمكن تحقيقه فقط في كل من العقل والذاكرة وعمليا فان كثيرا من الكلمات الشائعة تستخدم يوميا لوصف العطور ومن أمثلتها زهرى فاكهي ليموني نعناع مسكي (رائحة المسك) وغيرها.

حدود شذى العطر المستخدم في تعطير الصابون التواليت

ويقصد بها ما هو الملائم وأيضا غير الملائم عند تحديد شذا العطر المقرر اضافته للصابون بغرض التعطير وصولا إلى انتاج صابون بعطر محدد مقرر من قبل كل من صانع العطور ومنتج الصابون وللإجابة على ذلك فانه يلزم أن تأخذ النقاط التالية في الاعتبار :-

(أ) ثبات العطر وتأثره :-

ذلك أنه من المؤكد عدم امكانية انتاج صابون تواليت معطر له نفس الشذا المنطلق من زجاجة ماء تواليت مثلا مفتوحة حتى ولو كان العطر المضاف للصابون هو نفس عطر ماء التواليت المذكور وذلك يرجع إلى عوامل فى الصابون منها الأساس الدهنى للصابون الذى يظهر بقوة رائحته (وهي ليست بالضرورة غير مقبولة) والتي تبرز في الحال شذا رأس العطر (المستوى الأول)حيث يتأثر هذا المستوى بالأساس الدهنى لصابون ربما يطغى عليه رغم رقة ولطف هذا المستوى من الشذا كما وأن قاعدة الصابون باعتبارها قلبية خفيفة فان لها أيضا تأثيرا كيميائيا على مكونات شذا العطر الأكثر تفاعلا حيث تتحلل الاسترات وتنكسر الروابط المزدوجة وهكذا مؤدية

إلى اختفاء المستوى الأول من الشذا من قطعة الصابون ومن ثم فإن مكونات المواد الخام المكونة للتوليفة العطرية ستتبخّر وتختفي أيضاً بمعدلات مختلفة تماماً من قطعة الصابون والنتيجة هي أنه غالباً أن أنف الإنسان سيذكر ويلاحظ مختلف مكونات شذا العطر في الصابونة في الوقت غير المناسب حيث تظهر في قطعة الصابون غير متوازن وأيضاً ضعيف .

(ب) ثبات اللون :

ان بعض مكونات العطر ليست فقط تتفاعل مع قاعدة الصابون في شكل عدم ثبات شذا العطر ولكن هذه المكونات تنكسر أيضاً في قطعة الصابون لتعطي لوناً فقيراً (غير مرغوب) مفهوم ذلك انه لو صمم عطر للاستخدام في ماء التواليت وتم اضافته للصابون عديم اللون (العادي أو الأبيض) فانه من المحتمل جداً أن يتحول لون قطعة الصابون إلى اللون البني مثلاً في مدى أسابيع قليلة بل وربما في مدى أيام في بعض الأحيان مفهوم ذلك أن ذلك العطر في الواقع يحتوي على مكونات لا تصلح للاستخدام في تعطير الصابون عديم اللون ومن ثم فانه يلزم تجربة احلال بعض مكونات ذلك العطر التي تتفاعل مع الصابون بمكونات أخرى أقل تفاعلاً لتعطي نفس شذا العطر السابق ولكن ذلك سيؤدي بالضرورة إلى تغيير في الخصائص الأساسية موضع التغيير .

(ج) عامل السعر :

تختلف أسعار العطور المستخدمة في ماء التواليت مثلاً فقد يصل سعر الكيلوجرام إلى أكثر من ٣٠٠ جنيه وهو لا يمكن معه لصناع صابون التواليت استخدامه في التعطير بنسبة قد تصل إلى ٢% من وزن الصابون ومن ثم فإن صناع الصابون مع صناع العطور يلجؤون إلى تصنيع توليفة عطور بسعر أقل من مجموعة الشذا العطري الكحولي تقل أسعارها عن مجموعة المواد الداخلة في الزيت العطري الأساسي ولكنها تعطي تأثيراً جيداً

وذلك بازاحه سريعة لمواد الشذا اللطيف الفائح والتي قد يمكن لقاعدة الصابون ان تغطيه

د) القاعدة الصابونية المستخدمة لتجهيز صابون التواليت

من المعلوم ان نسبة الاستخدام المعتادة للعطر فى صابون التواليت تتراوح بين ١-٢% وان كان هناك أصناف من ذلك الصابون قد تتراوح نسبة العطر به ما بين ٤-٥% وأنه من الممكن لصناع العطور وضع الكثير من التعميمات لمسلك الزيوت العطرية فى مختلف قواعد الصابون التواليت وذلك جزء من صعوبة التعميم الكامل يرجع إلى مواصفات فذة القواعد والتي قد تغطى على الشذا الأساسى (النهائى للعطر) وذلك لان صناع الصابون يختلفون فى استخدام مصادر مختلفة من الشحوم الحيوانية والزيوت النباتية وكذا من طرق التصنيع والتجهيز.

هذا ومن الرتب الشائعة التى تنتج من قواعد الصابون التواليت هى على سبيل المثال لا الحصر:-

الصابون التواليت العادى- الصابون التواليت عالى الدهن (المدهن)-
الصابون الشفاف الصابون نصف الشفاف - هذا وكل من هذه الرتب السابقة تحتاج إلى عطر أو عطور لها تراكيب محدد ووصولاً إلى عدم تأثير هذه العطور فى لون الصابون كالصابون الشفاف ونصف الشفاف وأيضاً لا يتأثر بالقاعدة الصابونية بمختلف محتواها الدهنى وصولاً إلى إظهار مستويات شذا العطر وخاصة القاعدى منها (النهائى-الاساسى) لهذا العطر.

العوامل الرئيسية المحددة لاختيار العطر المناسب لصابون التواليت

١- ضرورة وجود نوع من التعاون بادية ذى بدىء من صناع ومنتجى الصابون ومنتجى العطور وذلك باختيار أصناف صابون تواليت متواجدة فعلاً فى الاسواق وتلقى رواجاً طيباً من جمهور المستهلكين بمختلف

مستوياتهم الاجتماعيه وذلك لكى يكون منتجى الصابون وصناع العطور على درايه بها.

٢- تحديد نوع الصابون المقرر إنتاجه (صابون التجميل والعناية بالايدي- الصابون العائلى اى الذى يمكن إستخدامه لكل أفراد الاسرة - صابون الاطفال-الصابون المزيل للرائحة-الصابون الطبى-صابون الهدايا)

٣- تحديد القاعدة الاساسية للصابون التواليت المنتج وهل الاساس من هذه القاعدة مكون من شحوم حيوانيه وزيت جوز هند أو مكون من زيوت واستيارين نخيل مع زيت جوز هند أو بديله من زيت نوى النخيل أو أن القاعدة الأساسية مكونة من خليط من كل من الشحوم الحيوانيه وزيت واستيارين النخيل مع زيت جوز الهند أو بديله السابق الاشاره.

٤- تحديد رتبه الصابون (صابون تواليت عادى- صابون تواليت على الدهن صابون شفاف صابون نصف شفاف)

٥- تحديد إتجاه الرائحة ومستويات الشذى العطرى المطلوب (المستوى العلوى والمتوسط والنهائى)

٦- تحديد نسبه القلويه الطليقة نسبة الزيوت الغيرمصبنة والقابلة للتصبن نسبة الرطوبة نسبة المواد الحافظة (هامه) نسبة كل من المواد الغير ذائبة فى الكحول والغير ذائبة فى الماء المواد القطرانية إن وجد فى حالة صابون كاربولىك الزينة حيث يلزم تحديد كل هذه النسب السابق الاشارة اليها فى الصابون التام الصنع .

٧- تحديد اللون المطلوب للصابون .

٨- تحديد نسبة إضافة العطر المضافة فى الناتج النهائى من الصابون أو مجال هذه النسبة .

٩- تحديد نوعية التغليف المستخدم وعدد طبقاته ونوعية المادة اللاصقة للتغليف الخارجى .

١٠- تحديد تقريبي لعمر الصابون في الاسواق المحلية مع الدراية بالظروف السائدة لكل من التخزين والعرض في هذه الاسواق ويفضل الا تطول مدة عمر عرض الصابونة بالاسواق المحلية عن سنة

١١- بالنسبة للتصدير يفضل تحديد المناخ السائد في المنطقة المصدر اليها الصابون من حرارة وبرودة ورطوبة .

المشاكل التي تقابل منتجي صابون التواليت ومساحيق المنظفات الصناعية

اولاً :مشاكل منتجي الصابون .

١- عدم ثبات شذى العطر بمستوياته المختلفة

٢- تغير في لون الصابون .

٣- تغير في الرائحة وشذى العطر المنبعث منه .

٤- ظهور روائح غير مرغوبة في الصابون .

٥- تبقع الصابون . هذا على سبيل المثال لا الحصر .

وقد يرجع ذلك إلى سبب أو أكثر كما انه يرجع أيضاً إلى قصور في عمليات إختبار و تقييم الروائح العطريه في ضوء المتغيرات السابق الاشارة اليها كما أنه حتى باستخدام الرسم الكروماتوجرافي للعطور فإنه لا يعطى صورة دقيقة عن مسلك هذه العطور في قطعة الصابون كما أنه لا يمكن رسم الكروماتوجرافي أن يكون محكاً وحكماً فاصلاً لتقييم الروائح المتعاقد على توريدها لصناع الصابون طبقاً لعينات معتمدة كما وأن اختيار العطر قد يخضع إلى حد كبير جداً إلى عامل السعر دون سواه للتقييم لأنه غالباً ما يكون سعر العطر مرتبطاً بسعر التكلفة النهائي لقطعة الصابون .

ثانياً : المنظفات الصناعية

ما يسري على العطر المستخدم في صابون التواليت يسري على العطر المستخدم في المنظفات الصناعية مع ضرورة الاشارة أساساً إلى النقاط التالية التي تمثل مشاكل يواجهها العطر المستخدم في تعطير المنظفات :-

-تأثير العطر المضاف بالقلووية المرتفعة حيث يتراوح الأس الأيدروجيني من ٨,٥ إلى ١٠ .

-تأثر العطر المضاف من المركبات النافثة للأوكسيجين الداخلة ضمن المنظفات الصناعية للمسحوق (مثل بربورات الصوديوم) .

-وجود آثار من المركبات المؤكسدة الأخرى مثل (هيبوكلوريت الصوديوم) وجود انزيمات محللة للمواد الدهنية والمواد الكربوهيدراتية والمواد البروتينية في المنظفات الصناعية وخاصة المنظفات الصناعية المحدودة الرغبة المستخدمة للغسالات الأوتوماتيكية .

-تعرض المنظفات الصناعية لدرجات حرارة مرتفعة أثناء عمليات الغسيل وخاصة في عمليات الغلي حيث تتراوح درجات الغسيل من ٣٠ إلى ٩٠ م .

طرق التحليل

١- تجربة الروائح على المادة الأصلية (المسلى - الصابون) بنفس نسبة الاضافة المقررة .

٢-تقدير الوزن النوعي (سبق شرحه) .

٣- تقدير معامل الانكسار (سبق شرحه) .

٤- تقدير رقم الحموضة .

٥- اختبار درجة الثبات .

٦- التحليل الكروموتوجرافي .

٧-تقدير القابلية للذوبان في الكحول المخفف .

٨- تقدير راسب التبخير .

١ - تجربة الروائح على المسلى والصابون .

بالنسبة للمسلى يتم تجهيز عينة سائلة من المسلى درجة حرارتها ٥٠م ثم يضاف إليها الكمية المقررة حسب نسبة الاضافة من الرائحة ثم تقلب العينة جيداً أثناء اضافة المادة المكسبة للرائحة ثم تغطى ويجرى عليها اختبار حاسة

الشم بعد تجمدها ويعطى لها درجة اذا حاذت القبول وكانت في نفس الاتجاه المطلوب يتم اختيارها مع المفاضلة حسب السعر اذا كانت أكثر من رائحة يتم تجربتها .

وبالنسبة للصابون يتم تجربتها على الصابون باضافة نسبة الرائحة المطلوب العمل عليها ويجرى عليها اختبار حاسة الشم والثبات والاتجاه المعروف للرائحة أو المطلوب توافره في المنتج بالنسبة لروائح الصابون

٢- تقدير رقم الحموضة

معظم الزيوت العطرية تحتوي على كمية صغيرة من الأحماض المنفردة وعلى ذلك تقدر الحموضة فيها على صورة العدد الحمضي أو الرقم الحمضي بدلاً من تقديرها على أساس النسبة المئوية للحموضة لحامض معين ويقصد بالرقم الحمضي للزيت العطري عدد ملليجرامات أيدروكسيد البوتاسيوم اللازمة لمعادلة الأحماض المنفردة في جرام من الزيت .

ولتقدير الرقم الحمضي للزيت العطري أهمية كبيرة في تقدير درجة جودتها. حيث يحدد مدى فسادها وصلاحيتها للاستعمال . فيرتفع الرقم الحمضي للزيوت العطرية عند تخزينها في ظروف سيئة نتيجة لحدوث بعض التفاعلات التي تزيد من كمية الأحماض المنفردة مثل أكسدة الالدهيدات وتحلل الاسترات وإذا خزنت الزيوت المجففة (الخالية من آثار الماء) في ظروف جيدة بعيداً عن الهواء والضوء تتغير كمية الأحماض المنفردة بها تغيراً طفيفاً

طريقة التقدير:

١- يوزن بالضبط حوالي ٢-٣ جرام من الزيت في ورق مخروطي سعته ٢٥٠ سم

٢- يضاف إلى الزيت ٣٠ سم^٣ من كحول الايثايل المتعادل ٩٥% مع استخدام ٣ نقطة من محلول فينولفتالين ١%

٣- تعادل الاحماض المنفردة الموجودة فى الوسط بواسطة محلول ايدروكسيد صوديوم ٠,١ عياري أو ايدروكسيد بوتاسيوم نفس القوة مع الرج المستمر .

٤- تعتبر نقطة التعادل هى النقطة التى يظهر فيها لون المحلول ورياً ولا يخفى في أقل من ١٠ ثواني ثم تدون عدد السنيمترات التى لزمتم للتعادل
طريقة الحساب : $\frac{\text{عدد سم بو أيد} \times \text{عيارية بو أيد} \times ٥٦.١}{\text{الوزنه}}$

٣- اختبار درجة الثبات

بعد تجربة الرائحة على الصابون يتم أخذ عدد ٢ قطعة تعتبر احداها مرجع لعينة الاختبار التى توضع في فرق درجة حرارته ٥٠م لمدة ساعتين ثم تخرج وتحفظ في كيس من البولي ايثيلين وتترك لتبرد ثم يجرى عليها اختبار حاسة الشم فاذا كانت العينة في نفس القوة لعينة المرجع تكون الرائحة ثابتة ومقبولة في قوتها واذا كانت أقل في قوة رائحتها بالنسبة لعينة المرجع التى لم يجرى عليها الاختبار تكون ضعيفة في قوتها وثباتها .

٤- التحليل الكروموتوجرافي

وهي طريقة طبيعية يمكن عن طريقها التعرف على مركب معين أو مجموعة مركبات تعريف وصفي وحجمي أو كمي .

١- الوسط أو الطور الثابت Stationary phase وهي اما سائل أو صلب
٢- الوسط أو الطور المتحرك Mobile phase وهو اما غاز أو سائل
والاساس في الفصل باستخدام Glc وهو التعرف على مجموعة المركبات عن طريق امرارها على وسطي هما وسط ثابت Stationery Phase
وهي مادة التعبئة داخل الـ Column والطور المتحرك وهو Mobile
Phase وغالباً يكون النيتروجين الذي يحمل المكونات وكل مركب يفصل
على درجة حرارة معينة مميزات الـ GC

١- عن طريقه يمكن فصل المركبات سواء كانت سائلة أو صلبة أو غازية .

— الباب الخامس

٢- فصل مجموعة كبيرة من المركبات مثل الهرمونات والمبيدات وفي هذه الحالة كل ما يمكن الحاجة اليه هو تغير الـ Column وتركيب المناسب لفصل هذه المكونات والجدير بالذكر أن Sample تعتبر Anone (مجهول غير معروف)

٣- سهل وبسيط في تشغيله .

٤- يمكن تزويده بأنواع مختلفة من الـ detector.

أما عيب الجهاز :- فهي أن النتائج المتحصل عليها تكون بنسبة ٩٥% فيمكن التأكد من ذلك عن طريق الـ Mass وهو جزء خاص للحصول على نتائج دقيقة بنسبة ١٠٠% ويعتمد على الوزن الجزيئي .

أجزاء الجهاز

١- columns الاعمدة

٢- detectors الكشافات.

وهما اهم اجزاء الجهاز. أما باقى الاجزاء فهى أجزاء مساعدة للعمل وهى:

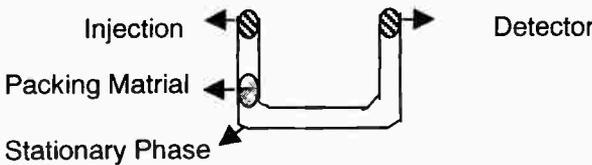
٣-مجموعة الغازات

٤-مجموعة الأجزاء الإلكترونية

ثم نأتى لشيء من التفصيل

أولا الأعمدة

:وهى الجزء المحتوى على مادة stationary phase الذي يتم فيه فصل العينة ولها طرفان الأول يتصل بالـ Injection والآخر بالـ Detector



والأعمدة نوعان :- أ زجاجية ب- معدنية

أ) الأعمدة الزجاجية

من مميزاتهما:

- (١) معرفة مدى كفاءة عملية التعبئة بالعين المجردة وعدم وجود فراغات تؤثر على الفصل واستنزاف مادة Stationary Phase
 - (٢) معرفة التغير الذي يحدث في استهلاك الـ Column بالعين المجردة حيث يكون اللون أصفر غامق ويمكن ملاحظته بالعين
 - (٣) لا يحدث أي تفاعل بين الزجاج والعينة .
- أما من عيوبها فهي :

- (١) الكسر
- (٢) صعوبة وصل الأجزاء الزجاجية للأعمدة بالأجزاء المعدنية .

ب) الأعمدة المعدنية

من مميزاتهما :

- (١) سهولة التوصيل
 - (٢) المتانة
- أما عيوبها فهي حدوث تغير وتفاعل وفقد في العينة والعمود نتيجة تفاعل المعدن مع العينة .

أشكال الأعمدة

(١) شكل حرف لهما

(٢) شكل لولبي لهما

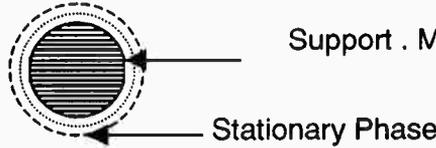
(٣) شكل الكرة لهما

وشكل العمود المستخدم يتوقف على مدى سهولة تعبئته وخاصة إذا كان سيعبئ يدوياً بمعرفة صاحب الجهاز .

المادة الدعامية

Support material

وهي مادة نباتية بحرية أو أرضية . ويتم تحضيرها بطريقة الصقل للحصول على النوع الكالسيومي الأبيض وتغسل بالحامض المركز (HCL) ثم القلوي للتخلص من الشوائب الموجودة بها وحتى لا تتفاعل مع مادة العينة ثم تدخل بعد ذلك على مناخل أمريكية أو بريطانية عدد معين من الثقوب في كل بوصة مربعة تسمح بنزول حجم وقطر معين من المادة الدعامية ثم تعبئ في عبوات حيث تكون جاهزة للاستخدام بعد تجهيز المادة الدعامية بالاسلوب والطريقة السابقة نعود لمادة **Stationary phase** وهي مادة مصنعة من مركبات السليكون مثل ميثيل السليكون أو فينيل أو تري السليكون

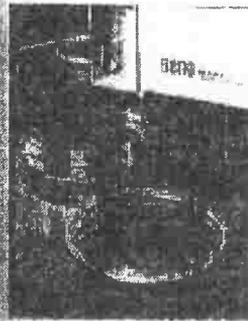
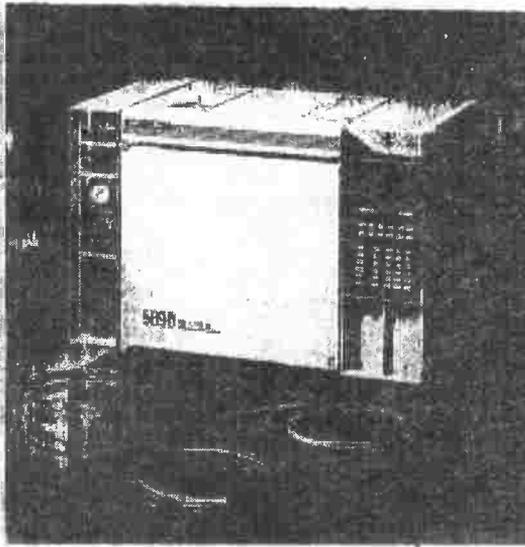
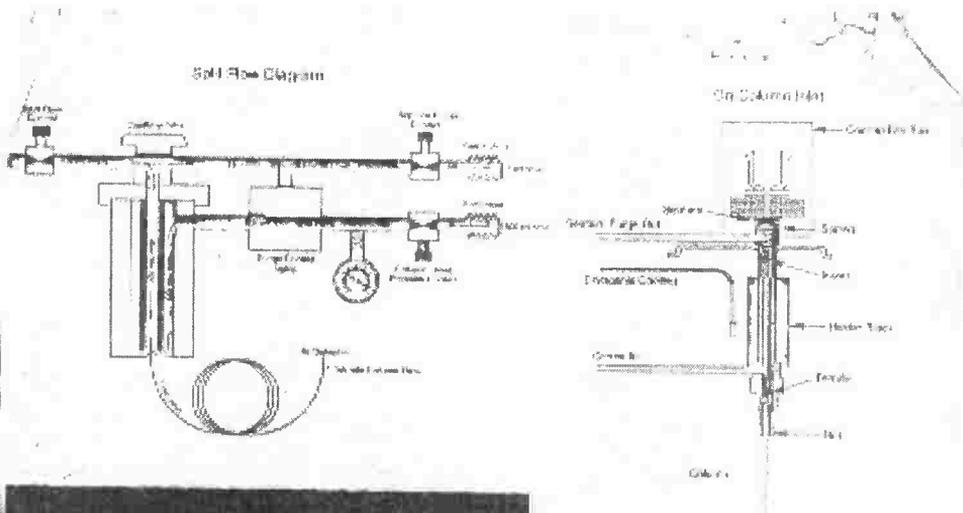


وهو الطور الساكن أو الثابت وهو سائل

جميع المركبات القطبية تفصل على اعمدة قطبية والمركبات الغير قطبية تفصل على أعمدة غير قطبية والمبيدات تفصل على الاعمدة المحتوية على الميثيل سليكون وهي مركبات غير قطبية وبالتالي تفصل على اعمدة غير قطبية ومن امثلة الاعمدة غير قطبية **OU3 - DC200 - OV1 - OV101 - Ec30**

والاعمدة القطبية **75% / OU-17** والميثيل سليكون يفصل المركبات متوسطة القطبية أو ضعيفة القطبية

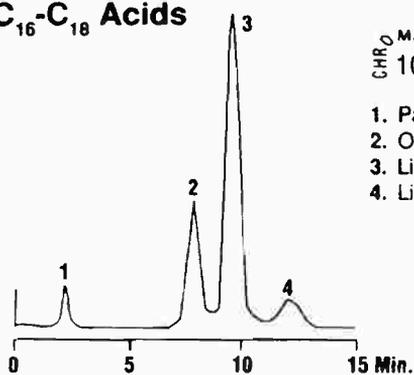
تؤخذ مادة Stationary Phase (فينيل أو ميثيل أو تري السيليكون) وتذاب في وزنة معينة من الهكسان أو أي Solvent مناسب وتوضع على وزنة معينة من مادة Support.m وتوضع في دورق ثم يوضع الدورق على جهاز يدار بسرعة ثم تؤخذ الخلطة وتجفف عن طريق Suction شفط أو امتصاص وتكون بعد ذلك جاهزة للـ Column ويجب أن تكون المادة المعبئة تتحمل درجة حرارة مرتفعة ولا يكون لها أي تفاعل حتى لا يحدث فقد في العينة والغرض الأساسي من Liquid phase او stationary phase إذابة المركبات الداخلة عليها وعلى أساسها يحملها الغاز (النيتروجين) وعلى أساسها تختلف عملية الفصل



HP 5890 Series II offers a wide range of column and inlet options for most application needs.

HP 5890 SERIES II Gas Chromatograph

C₁₆-C₁₈ Acids



CHROMATOGRAM
1069

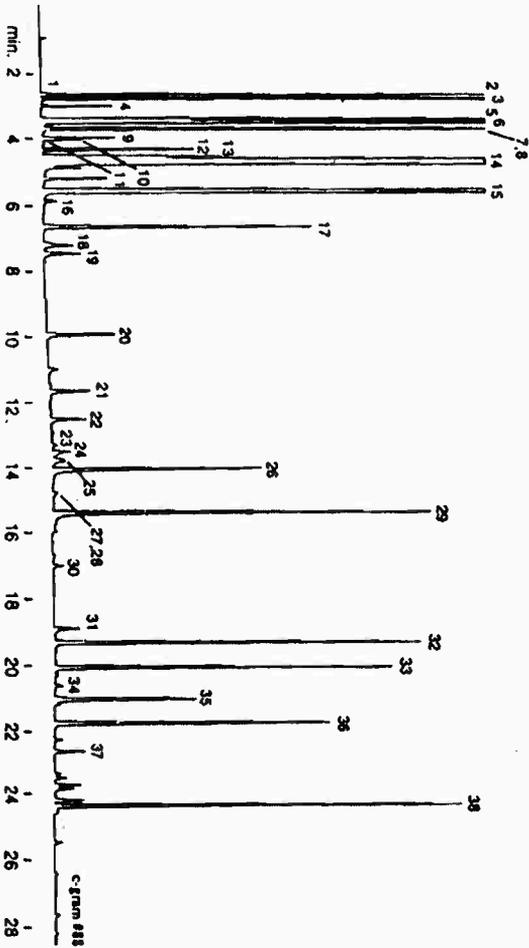
1. Palmitic acid
2. Oleic acid
3. Linoleic acid
4. Linolenic acid

Column: 6ft x 2mm ID Glass
Packing: PT 10% Alltech AT-1000 on
Chromosorb W-AW, 80/100 (Cat. No. 12001)
Temp: 250°C (FID)
Flowrate: Nitrogen, 30mL/min

■ **Lemon Oil - Rtx®.5**
(split injection)

30m, 0.32mm ID, 0.25µm Rtx-5 (cat.# 10224)
Wet needle split injection of a neat lemon oil.

Oven temp.: 75°C (hold 8 min.) to 250°C @ 4°C/min.
Inj. & det. temp.: 250°C
Carrier gas: hydrogen
Linear velocity: 40cm/sec. (flow rate: 3.2cc/min.)
FID sensitivity: 2 x 10¹¹ AFS
Split ratio: 100:1



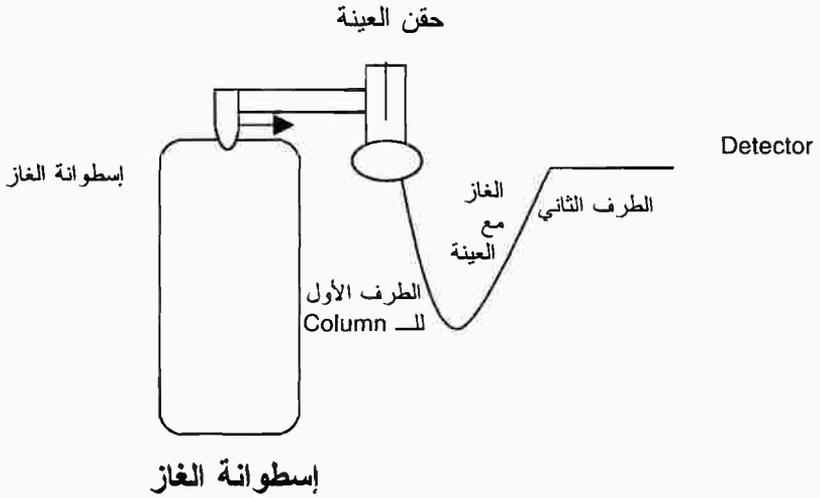
1. heptanol
2. α-linylene
3. α-pinene
4. camphene
5. sabinene
6. β-pinene
7. 6-methyl-5-hepten-2-one
8. myrcene
9. octanal
10. α-phellandrene
11. 3-carene
12. α-terpinene
13. p-cymene
14. limonene
15. γ-terpinene
16. octanol
17. terpinolene
18. linalool
19. nonanal
20. citronellal
21. terpinen-4-ol
22. α-terpinol
23. decanol
24. octyl acetate
25. nerol
26. nerol
27. carvone
28. geraniol
29. geraniol
30. nonyl acetate
31. citronellyl acetate
32. neryl acetate
33. geranyl acetate
34. dodecanal
35. β-caryophyllene
36. trans-α-bergamotene
37. α-humulene
38. β-bisabolene

نأتى لتعبئة المادة السابقة فى الـ Column حيث يوضع قمع وتعبأ مع الاستعانة بالهز لعدم تواجد فراغات بالاستعانة بجهاز للهز وفى الجهة المقابلة لفتحة Column يستعان بفاكيوم لإحداث suction عن طريق طللمبة حتى يتم الملأ

عملية تنشيط الـ Column Conditioning

وتتم هذه العملية بتوصيل الـ Column بالـ Injection port (طرف الحقن) ثم ترفع درجة الحرارة أعلى من ٤٠ – ٥٠ م عن الدرجة التي يمكن العمل عليها وذلك للتخلص من الشوائب مع ملاحظة عدم توصيل الطرف الآخر الـ Detector والغرض من رفع درجة الحرارة هو اعادة توزيع الـ Stationary ومكوناته التي اضيفت وحملت على Support.m كذلك اعادة توزيع الجزء الخاص بـ Packing .m وتستمر عملية التنشيط مدة ٢٤-٤٨ ساعة ويكون غاز النتروجين مفتوح بصفة مستمرة أثناء عملية الـ Conditioning .

المعامله الثانيه بعد تنشيط الـ Column هي التأكد من كفاءة الـ Column بعد التنشيط يحقن ٢٥ ملليلتر من مادة Selil 8 وتكرر هذه العمليه ٣ مرات مدة كل مرة ٣٠ دقيقه وآخر مرة ينتظر ساعتين ثم يوصل الطرف الخاص بالـ Detector .



الحكم على كفاءة الـ Column

$$M = 16 \times \frac{(RT)}{(W)}$$

حيث RT = الوقت

W = عرض الـ Peak بالنم

المفروض ان M لا تقل عن (٥٠٠) واذا قلت تكون كفاءة الـ

Column منخفضة



طريقه اخرى

$$N = 5.54 \times \frac{(RT)}{(WH)} \times \frac{1}{2}$$

المسافه بالنم WH

وفي حالة استخدام مركبات قطبية وغير قطبية معا يتم استخدام الـ

Column تبع درجة الغليان ويتم معرفة درجة حرارة غليانها Non

Polar أو قطبي Polar .

ثانيا : الكشافات Detectors

وسوف نتكلم بشيء من التفصيل عن الكشافات :-

يمكن تمثيل الكشافات بعقل الجهاز وهي تتصل بنهاية الأعمدة وتستجيب لخروج المركبات وتنتج اشارات كهربائية Electrical Signals حيث تكبر وتظهر على المسجل الكروماتوجرام الذي يسجل المعلومات الناتجة من التحليل وتوجد أنواع عديدة من الكشافات التي تم تطويرها لتلائم مع أغراض التحليل المختلفة وبصفة عامة فإنه يراعى عند المفاضلة في الاختيار فيما بينها درجة التذبذب Noise الحساسية Sensitivity - الخطية Linearity - التخصص Specificity - وقت الاستجابة Response .

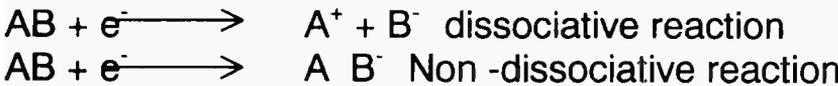
وأهم أنواع الكشافات

١-كشاف الالتقاط الإلكتروني (E. C. D) Electron Capture Detector
أكثر كشافات الالتقاط الإلكتروني شيوعا كشاف التريوم والنيكل ⁶³(Ni) ويعتمد هذا النوع من الكشافات على أنه عندما يمر تيار الغاز الحامل خلال الكشاف على مصدر له نشاط مشع واصطدام الطاقة المنخفضة لجزيئات بيتا فان :

أيونين جزيئات الغاز الحامل معطيا الالكترونات وأيونات موجبة

$$N_2 + B\text{-energy} \rightleftharpoons N_2^+ + e^- \text{ low energy} .$$

ب- عندما تدخل العينة حجرة الكاشف فإنه تتكون أيونات سالبة نتيجة لتفاعلها مع الإلكترونات الناتجة من الغاز الحامل سواء بواسطة الالتحام او الانفصام



ج- في كلتا الحالتين يحدث انخفاض كبير في تحرك الأيونات الموجبة عند المقارنة بتحريك الإلكترونات وعلى ذلك يحدث انخفاض ملحوظ في التيار الكهربائي يمكن قياسه بواسطة Electrometer ويسجل على هيئة إشارات هذا الكاشف حساس جدا للمركبات الهالوجينية والنترات ومجموعات الكربونيل المتبادلة مع روابط زوجية والأحماض الكربوكسيلية والمركبات المحتوية على كبريت ومن أهم العوامل التي تؤثر في حساسية الكاشف هي:

- (أ) قوة الفولت .
- (ب) قوة المصدر المشع .
- (ج) معدل انسياب الغاز الحامل .
- (د) نقاء الغاز الحامل .

٢- كشاف التأين باللهب (Flame ionization Detector (FID)

عندما يدخل الغاز الحامل للمواد المفصولة إلى خلية الكشاف تحترق العينة بواسطة لهب مكون من الهواء والأيدروجين ويقوم مصدر التأين بالكشاف بعمل تأين لبعض الجزيئات مكونا الإلكترونات وأيونات موجبة والتي تتحرك إلى Electrode Gap ونتيجة للفرق في الجهد بين الأنود والكاثود الذي ينشأ عن الفولت المستعمل يؤدي ذلك إلى زيادة الإشارة الموجبة التي تغذي

جهاز قياس فرق الجهد. Electromter.

Organic Sample + H₂ + O₂ → Co₂ + H₂O + Ions⁺ + e⁻
ويتطلب ذلك الحصول على أكثر استجابة وأقل انحراف للـ Base line

ضبط معدل سريان الغازات (نيتروجين-أيدروجين - هواء)

وأهم العوامل التي تؤثر في حساسية هذا النوع من الكاشف :-

- (أ) معدل إنسياب الغاز
- (ب) قوة الفولت المستعمل

وهذا النوع من الكاشف يمتاز ببساطة التركيب وسهولة التشغيل والثبات وهو

حساس بالقدر المناسب للمبيدات العضوية ما عدا المركبات الهالوجينية

(٣) كشاف التأيّن باللهب القلوي **Alkali Flame Ionization**

detector وهذا الكشاف يشابه في التركيب الـ **Fid** بوضع هاليدات

المعادن القلوية فوق لهب الـ **Fid** فإنه تزداد حساسية الكاشف بدرجة كبيرة

تجاه المركبات المحتوية على هالوجين أو فسفور حيث يثبت قرص من

بروميد البوتاسيوم مباشرة فوق اللهب ووجود المركبات الفسفورية أو

الهالوجينية في الغازات المحترقة يؤدي إلى زيادة التوصيل ويمكن تقسيم

التصميمات التي تتواجد عليها هذا الكشاف إلى نوعين أساسيين.

(أ) الأول يعتمد تصميمه على قيام اللهب بوظيفة مذوجة حيث يؤدي إلى

تسخين الملح القاعدي للامداد بذرات القاعدة في اللهب وحرق العينة لاعطاء

التفاعل .

(ب) الثاني يعتمد تصميمه على الفصل بين هاتين الوظيفتين وذلك باستعمال

خرزة التسخين الكهربائي ويؤدي ذلك إلى اختزال الـ **Noise** .

ومن أهم العوامل التي تؤثر على حساسية هذا الكشاف :-

(أ) نوع القلوي

(ب) معدل انسياب الغاز

وصمم هذا الكاشف لتقدير متبقّيات المبيدات الفسفورية العضوية والمحتوية

على ذرة نيتروجين مثل مركبات الترايزين كما يستخدم هذا النوع من

الكاشف في دراسة التغيرات الحيوية لتخمير السكريات حيث تنتج عدة

مركبات فسفورية وسيطة كما يستخدم في تحليل الانسجة

(٤) كشاف التأيّن بالارجون **Argon Ionization Detector**

يحتوي هذا النوع على مصدر لتأيّن أي مصدر لإشعاعات الفا أو بيتا مثل



والتي تحدث metastable لذرات الارجون وتحدث هذه الذرات المتهيجة تاين جزئي لجزيئات المادة العضوية التي تدخل خلية الكاشف وهذا النوع لا يتأثر نسبيا بتغير درجة الحرارة أو سريان الغاز

٥) كشاف اللهب الضوئي: (flame photometric detector (fpd)

اساس عمل هذا الكشاف تتلخص فى أن إحتراق الايدروجين فى وجود الهواء لإنتاج لهب مختزل وإحتراق العناصر فى هذا اللهب يؤدي إلى إثارة الالكترونات وتصبح فى حالة هياج غير طبيعية وبخروج الالكترونات عن اللهب ترجع إلى حالتها الطبيعية مصدره طاقة فى صورة ضوء له طول موجى معين (طول الموجة الضوئية مميز دقيق للعنصر) وذلك بإستعمال مرشح يؤدي إلى إزالة كل الاطوال الموجية الاخرى ماعدا الطول الموجى المطلوب وهذه الموجات الضوئية تصطدم بأنبوبه Photo Multiplier التى تقوم بتحويل الطاقة الضوئية إلى طاقة كهربائية ويؤدى ذلك إلى زيادة الاشارة التى تغذى جهاز فرق الجهد.

والكشاف بالدرجة الاولى إختيارى للفسفور ويعطى إستجابة خطية تتوقف على كمية الفسفور بالمركب وذلك عند تزويده بمرشح ٥٢٦ ملليميكرون وتزويده بمرشح ٣٩٤ ملليميكرون يكون إختيارى للكبريت وأهم العوامل التى تؤثر فى حساسية الكشاف :-

١- قوة الفولت المستعمل مع انبوبة P.M

١- معدل إنسياب الغاز

٢- حالة انبوبة P.M

٣- حالة الكشاف

◀ كمية الضوء بالاطوال الموجية المختارة التى تمر خلال السواتر الحرارية

◀ كمية الضوء بالاطوال الموجية المختارة التى تمر خلال المرشح

◀ بوابة اللهب يجب أن تكون نظيفه

◀ ضرورة تنظيف الكشاف كل ٦ شهور

٦-كشاف التوصيل الحرارى :

Thermal conductivity Detector(TCD)

هذا النوع يعتمد على الاختلاف فى التوصيل الحرارى للابخرة بين سطحين احدهما ساخن و الاخر بارد ويمكن تحويل التوصيل الحرارى إلى تيار كهربائى يسهل قياسه ويستخدم tungsten filament الذى يسخن نتيجة إمرار تيار كهربائى ثابت خلاله وتمر الغازات (الهيليوم-الايدروجين-النيتروجين) باستمرار فوق ال Filament حيث تشع الحرارة بمعدل ثابت وعند خلط جزيئات العينة مع الغاز المار فوق ال Filament الساخن فان معدل فقد الحرارة يتغير وبالتالي يقدر التغير في مقاومة ال Filament وهذا التغير عبارة عن إشارات الكشاف . ومن أهم مميزات هذا النوع :-

أ- رخيص وسهل الاستعمال .

ب- ثابت وأقصى درجة حرارة يتحملها ٤٥٠ م° .

ج- لا يكسر المركبات .

د- يحتاج إلى نوع واحد من الغازات (الغاز الخامل) على عكس FID

الذي يحتاج إلى $Air+H_2$ بجانب N_2

الشروط الواجب توافرها في الكشاف

١- الحساسية Sensitivity

لابد أن يكون حساس جداً ويكشف عن أي آثار من المركبات الموجودة في مخلوط ما ويستعمل لجميع أنواع الغازات .

٢- الاستجابة Response

يجب أن يكون سريع الاستجابة لأي تغير في تركيب مجرى الغاز .

3- الاستجابة الخطية مع التركيز Linear to Concentration

لا بد أن تكون كثافة الاستجابة أو القراءة ذات علاقة خطية مع تركيز المركبات في مجرى الغاز .

4- السهولة Simplicity

يجب أن يكون سهل التصميم ويتطلب عناية قليلة ويسهل فكّه وتنظيفه واعدته مرة أخرى .

5- الثبات Stability

يجب أن يظل ثابتاً على مدى واسع من درجات الحرارة وأن لا يتأثر بتغيير الضغط أو سرعة الغاز .

6- مرور الغاز التام Complete Passage

يجب ألا يحجز الغازات لمنع التكثيف أو الامتصاص خلال العملية .

ثالثاً مجموعة الغازات

أ- غازات حاملة لحمل المركب وتوصيلة — Column (النيتروجين والأرجون والهليوم)

ب- غازات للاشتعال والمساعدة على الاشتعال (هيدروجين وهواء) ويجب أن تكون درجة النقاوة بها عالية .

رابعاً مجموعة الأجزاء الإلكترونية

المسجل (Record) ويقوم بالتقاط الاشارات وتسجيلها على الورق الخاص موضحاً بها كافة البيانات وتقرير عن الحقنة .

خطوات تشغيل الجهاز :-

أولاً :- ضبط الغازات وهي النيتروجين ويعتبر Carrier Gas والهواء والأيدروجين وذلك لاشتعال Detector كما يوجد في الجهاز غاز مساعد auxiliary وعن طريق الـ Flow rate يتم ضبط الغازات .

ثانيا : تشغيل الجهاز :-

١- يتم فتح الغازات .

٢- فتح الـ integrator وفتح Power الخاص بالجهاز .

٣- فتح الـ Det الخاص بالتشغيل واعطائه درجة حرارة التشغيل ولتكن

٢٧٠-٣٠٠ ثم يضغط على Enter ثم تضبط درجة حرارة (Inj B)

لدرجة حرارة أعلى من الفرن بمقدار ٢٠م ثم ترفع درجة حرارة الفرن

لدرجة ٢٠٠-٢٢٠م ويترك الجهاز حتى ثبات Signal على الجهاز وتصل

لأقل درجة ممكنة .

٤- يبرمج بالبرنامج المطلوب للمادة المطلوب حقنها عن طريق :

- 1- Oven temp .
- 2- Flow rate .
- 3- Final temp .
- 4- The time.
- 5- The speed.

ويجب أن تكون المادة مخففة بمذيب مناسب اذا كانت ثقيلة القوام ثم يتم

حقنها باستخدام محقن خاص عن طريق الفتحة المخصصة لذلك مع الضغط

على زر التشغيل ويبدأ الجهاز في اخراج الـ Peaks ويتم تحليل الـ

Report الناتج ويجب حقن المادة أكثر من مرة للتأكد من سلامة الجهاز .

٥- يوجد في الـ Integrator عدة أزرار تؤثر على شكل Peaks يتم

التغيير بواسطتها حتى يخرج Chromatogram في أحسن صورة وعلى

سبيل المثال:-

أ) بالضغط على كلمة (0) Zero + Enter وفائدة ذلك أنه يراد أن يبدأ

الـ Base line من أول الورقة حتى اذا أريد أن يبدأ من منتصف الورقة

يضغط على 50 + Zero معنى ذلك أن يشغل الـ Peak ٥٠% من

الورقة أي من منتصفها وهكذا .

- (ب) يضغط على ATT_2 ويضغط على رقم $2 + Enter$ وهذه الكلمة تعني عملية تكبير أو تصغير وكلما كان الرقم المكتوب صغيرا كان الـ Peaks كبيرا في الرسم والعكس صحيح .
- (ج) chart speed ويرمز لها بالرمز CHT.SP وتعني سرعة الورقة والمقصود عدد السم التي يتم رسمها في الدقيقة مثل سرعة الرسم (سم / الدقيقة).
- (د) Pk.w وتعني عرض الـ Peak .
- (هـ) THR .SH لظهار المركب الاساسي واخفاء الـ Peaks الصغير جدا
- (و) يضغط على AR.rej ثم صفر ثم Enter .
- (ز) يضغط على (OP) ثم (1) + Enter حيث يكتب التاريخ والساعة . هذا على سبيل المثال وبعد كتابة ما سبق على الـ Integrator يكون جاهز لاستقبال وتسجيل البيانات .

٧- تقدير درجة الذوبان في الكحول المخفف

معظم الزيوت العطرية تذوب في الكحول المطلق وهناك أنواع معينة من الزيوت لا تذوب في الكحول المخفف إذابة كاملة وتتفصل بعض مكوناتها فمثلا زيت البرتقال تنفصل منه الشموع عند إذابة الزيت في كحول ٩٠% ومن الممكن تقدير عدد الحجوم من الكحول المخفف اللازم لإذابة حجم واحد من الزيت إذابة تامة وهو ما يعرف بدرجة الذوبان في الكحول المخفف والكحول المستخدم في تقدير درجة القابلية للذوبان يكون تركيزة عادة من ٥٠% حتى ٩٥% ويجب عقب تحضير كل تركيز من التركيزات السابقة التأكد منة عن طريق تقدير الوزن النوعي له.

ويجرى هذا التقدير كما يلي :

١- يوضع ١ سم من الزيت في مخبار زجاجي نظيف سعة ١٠ سم

٢- يضاف الكحول معلوم التركيز ببطء وبكميات صغيرة ويرج المخبار مباشرة بعد كل إضافة ويستمر فى الإضافة حتى الحصول على محلول رائق وتدون عدد السنتمترات التى لزمتم لحدوث الترويق .

٣- يستمر فى إضافة الكحول بكميات صغيرة والرج عقب كل إضافة حتى تصبح الكمية المضافة من الكحول ١٠ سم^٣ وإثناء ذلك يلاحظ مظهر المحلول ٤- إذا لم يحدث تكوين محلول رائق عند أى نقطة اثناء إضافة الكحول يعدل الاختبار بإستعمال كحول نو تركيز أكبر ويراعى ان تكون درجة حرارة الاختبار ثابتة على ٢٠ م

٥- فى حالة الزيوت التى لا تذوب نوابا كاملا فى الكحول المخفف أى لا تعطى محلول زائبا يلاحظ مظهر المحلول ويوصف بالاصطلاحات الآتية :- لامع- عكر نوعا- عكر - داكن- رائق- رائق نوعا .

فإذا كانت عدد السنتمترات التى لزمتم لاذابة كمية من الزيت إذابة كاملة هى ٢,٧ سم^٣ من الكحول الذى تركيزه ٧٠% وإستمر المحلول رائقا دون حدوث تعكير عند إضافة كمية اخرى من الكحول نفس التركيز حتى ١٠ سم^٣ تدون النتيجة كالاتى : كامل الاذابة فى ٢,٥ - ٣ سم^٣ كحول تركيز ٧٠% فأكثر حتى ١٠ سم^٣ وفى حالة إنفصال بعض مكونات الزيت يجب ذكرها وذكر الفترة اللازمة للانفصال

٨- تقدير راسب التبخير

يقصد براسب التبخير النسبة المئوية لمكونات الزيت التى لا تتطاير على درجة ١٠٠ م وتقدير راسب التبخير له أهمية كبيرة فى تقدير درجة جودة ونقاوة الزيوت العطرية عموما وبعض الزيوت العطرية خاصة وذلك مثل زيوت الموالح . فمثلا يدل إنخفاض راسب التبخير لزيوت الموالح على إضافة مواد طيارة اخرى ويدل ارتفاعه على إضافة مواد غريبة معينة مثل الزيوت الثابتة أو المرتفعة فى درجة غليانها .

ومن المهم جدا مراقبة الزيت اثناء التسخين حيث يمكن بذلك الاستدلال على المواد المنخفضة فى درجة غليانها والمغشوش بها الزيت وكذلك يمكن مراقبة رائحة الزيت المتبقى بعد عملية التسخين "اى راسب التبخير " حيث يمكن الاستدلال منها على المواد المرتفعة فى درجة غليانها والمضافة للزيت مثل زيت خشب السيدر كذلك يمكن تقدير رقم الحمض والتصبين لراسب التبخير لان إضافة مواد غريبة تغير من هذه الارقام فإضافة الزيوت الثابتة ترفع من رقم التصبن .

طريقة التقدير

- ١-ينظف طبق تبخير أو جفنة صينى جيدا ويجفف ويوزن بعد تبريد فى مجفف حتى رابع رقم عشرى
- ٢-يوزن بالطبق كمية مناسبة من الزيت بدقة.
- ٣-يسخن الطبق بمحتوياته على حمام مائى لمدة مناسبة ثم يوضع فى مجفف لمدة نصف ساعة حتى تصل درجة حرارته لدرجة حرارة الغرفة.
- ٤-يوزن الطبق بعد التبريد ويحسب وزن المتبقى "راسب التبخير".
- ٥-تحسب النسبة المئوية للمتبقى بالنسبة لوزن العينة المأخوذة

ويراعى الاعتبارات التالية فى تقدير الراسب :

- ١-يجب أن يكون الطبق المستخدم أو الجفنة قطرها ٨٠ ملليمترات وعمقها ٤٥ ملليمتر وكذلك مناسبة حجم العينة ومدة التسخين وقد وجد أن ذلك بالنسبة لمقاسات الطبق يقلل من عملية البلمرة التى تحدث للزيت نتيجة لتسخينها لفترة طويلة
- ٢-لما كانت الزيوت العطرية عبارة عن مخاليط من مواد معقدة التركيب لذلك فالحصول على وزن ثابت للمواد التى لا تتطاير على درجة ١٠٠ م أو ما يعرف براسب التبخير يصبح أمرا صعبا وذلك لان بعض مكونات الزيوت الغير متطايرة أو المرتفعة فى درجة غليانها يحجز بينها بعض

المواد المتطايرة والمنخفضة في درجة غليانها لذلك فقد أمكن تحديد راسب التبخير عندما يكون الفرق بين وزنين متتاليين لا يزيد عن ٠,١ % ويكون الوزن الثابت بعد التسخين للراسب لمدة ساعة إضافيه عن الوقت المحدد للتسخين (الوزنة الاولى) ويراعى توحيد الظروف من حيث درجة الحرارة وزمن التسخين بالنسبة للعينات المختبرة للحصول على نتائج موحدة .

٣- فى حالة المواد التى تحدث بها ظاهرة البلمرة بسرعة وبشكل واضح نتيجة التسخين يجرى التقدير تحت تفريغ بإستخدام درجة حرارة بسيطة أو بدون حرارة

ثالث عشر : كبريتات الصوديوم

توجد كبريتات الصوديوم فى أى منظف صناعى بصفة عامة وفى مساحيق الصابون كمادة مألثة وتجرى عليها هذه الاختبارات :

١- نسبة الرطوبة (سبق ذكره)

٢- نسبة كلوريد الصوديوم (سبق ذكره)

٣- تعين نسبة الكبريتات .

(تعين نسبة كبريتات الصوديوم)

١- يتم التخلص من المواد الغير ذائبة فى الكحول كما سبق فى تحاليل الصابون .

٢- يؤخذ المتبقى على ورقة الترشيح لاجراء باقى الخطوات حيث تذاب فى ١٠٠ سم^٣ ماء مقطر ساخن ويرشح المحلول وينقل إلى ورق عيارى ٥٠٠ ويكمل للعلامة (الوزنة ١ جم من العينة) .

٣- يسحب حجم معين ٥٠ سم بواسطة ماصة مدرجة وينقل إلى كأس سعة ٤٠٠ سم ويبخر المحلول إلى النصف .

٤- يعادل المحلول بمحلول حمض هيدروكلوريك مركز ثم يضاف زيادة اسم من الحامض ويغلى المحلول برفق لمدة نصف ساعة ثم يبخر المحلول حتى

الجفاف على سخان ثم يضاف للراسب ٣سم حامض هيدروكلوريك مركزويخفف بإضافة ماء ساخن يكفي لاذابة كل المواد القابلة للذوبان فى الماء ثم يرشح المحلول على ورقة ترشيح ويستقبل الرشيع فى كأس زجاجى سعة ٨٠٠ سم مع غسيل الراسب بماء مقطر ساخن بحيث يصبح الحجم النهائى للرشيع ونواتج الغسيل حوالى ٥٠٠ سم .

٥- يضاف ٥سم من محلول كلوريد الباريوم ثم يسخن برفق لمدة نصف ساعة حتى يتجمع الراسب فى قاع الكأس ويبرد المحلول وتضاف قطرات من كلوريد الباريوم للتأكد من عدم تكوين راسب ابيض ثم يرشح الجزء الرائق بحذر خلال ورقة ترشيح موزونة ثم يضاف ١٠سم من حمض هيدروكلوريك ٤ عيارى على الراسب المتروك فى الكاس والتقليب لمدة ٥ دقائق مع التسخين الخفيف ثم يخفف بالماء حتى ١٠٠سم ويترك الراسب يستقر ثم تكمل عملية الترشيح خلال نفس ورقة الترشيح يغسل الراسب أكثر من مرة حيث ينقل الراسب كلية إلى ورقة الترشيح ثم يكمل عملية الغسيل حتى تمام التأكد من خلو الراسب من الكلوريدات يحرق الرسب فى فرن إحتراق حتى ثبات الوزن ويوزن على هيئة كبريتات باريوم علما بان الاحتراق يكون على درجة ٦٠٠-٨٠٠ م ويلاحظ ان الغسيل بحامض الهيدروكلوريك المخفف يذيب اى فوسفات باريوم ممتص بواسطة كبريتات الباريوم المترسبة وتحسب نسبة الكبريتات على هيئة كبريتات الصوديوم = $\frac{60.86 \times}{و}$

حيث و ١ = وزن الراسب

و= وزن العينة الموجودة فى الحجم المأخوذ لترسيب الكبريتات (٥سم تحتوى على ١,٠جم عينة)

رابع عشر: مضادات الاكسدة

تتعرض بعض الاغذية عند تحضيرها وتجهيزها لعملية القلى فى الزيت عند طهيها واثناء عملية الطهى أو التحمير يتعرض الزيت إلى درجات حرارة

عالية فى وجود الهواء مما يؤدى إلى تغيرات منها الاكسدة وبعض التغيرات الكيميائية للزيت واستخدام مضادات الأكسدة للحد من هذه التغيرات التي تؤثر على جودة الزيت المستخدم يعتبر من أهم المواد التي تضاف للحد أو تقليل عمليات الأكسدة وعلى الرغم من رفض استخدام المواد الكيميائية كمضادات اكسدة الا ان الاهتمام العالمي يتجه لاستخدام مضادات الاكسدة الطبيعية كنشاط مضاد للاكسدة ويعتبر الثبات ضد الاكسدة عامل مهم لقياس جودة الزيوت والدهون ويمكن تعريفها بمدى مقاومة الزيوت والدهون للاكسدة تحت ظروف تخزينية غير مناسبة وتقاس بالوقت الذي يلزم لظهور رائحة غير مرغوبة يمكن الاحساس بها عن طريق حاسة الشم من اول وهلة بالإضافة لاختبارات تقدير رقم البيروكسيد واختبار التزنخ ويجرى على مضادات الاكسدة إختبارات تسريع الاكسدة للحكم على مدى كفاءتها فى ثبات الزيوت والدهون المضافة اليها وقد اقترحت عدة طرق لاسراع تفاعلات الاكسدة التي تتم فى الزيوت والدهون منها تطبيق تعريض العينة للضوء القوى او إضافة مساعدات اكسدة معدنية ولكن وجد انه يصعب التحكم فى هاتين الطريقتين وإسراع التفاعل يتم الان باستخدام درجات حرارة معينة .

وطريقة إسراع الاكسدة تتم كما يلي :

- ١- يتم تجهيز ٣ دوارق مخروطية سعة ٥٠٠ سم .
- ٢- يوضع فى كل دورق ١٥٠ جم من العينة .
- ٣- توضع الدوارق الثلاثة فى حمام مائى على درجة ٩٧,٨ م
- ٤- توصل الدوارق الثلاثة بخراطيم مطاط متصله بمضخة دفع هواء داخل الدوارق وتستمر فى دفع الهواء ١٤ ساعة .
- ٥- تؤخذ عينات كل ساعة ويقدر لها البيروكسيد ويدون الرقم الناتج ويعمل

منحنى يدل على عدد الساعات ورقم البيروكسيد لمعرفة اى العينات اكثر ثباتا فى الرقم مع ملاحظة عمل بيروكسيد فى بداية التجربة لاعتبار رقم البداية الذى يستدل على اساسه ويقارن بالرقم النهائى .
ويمكن القول ان تأثير مضادات الاكسدة فعال فى الزيوت وفى التركيزات المنخفضة إذ لا يزداد تركيزها على اجزاء من مائة من ١% وتعمل التوكوفيرولات كمضادات للاكسدة فى تركيبات ضئيلة مثل تلك الموجودة بها طبيعيا فى الزيوت النباتية وإذا إرتفعت عن هذه النسبة المثالية فإنها قد تعمل كمساعدات اكسدة .

خامس عشر :حامض السلفونيك

يدخل حامض السلفونيك فى صناعة المنظف الصناعى ويتم تقدير تركيز الحامض للتأكد من كفاءته قبل الاستخدام حيث يتم معايرته بمادة الهيامين كما يلى :

١- يتم وزن ١جم من الحامض الذى يبلغ وزنه الجزئى ٣٢١ فى كأس صغير وبعد الاذابة الكاملة ويستعان فى ذلك بالتدفئة على سخان تنقل إلى نوريق معيارى سعة لتر

٢- يؤخذ حوالى ٢٠سم باستخدام ماصة وتوضع فى مخبار بغطاء ويضاف اليه ٢٠سم كلوروفورم + ٥سم من مخلوط الكاشف (mixed indicator)

٣- تتم المعايرة باستخدام (HYAMIN) هيامين

طريقة الحساب
$$\text{ACTIVE MATTER} = \frac{V \times F}{WT}$$

نبذة عن المحلول القياسى

الاسم العلمى له DODOCYLSULPHATE والوزن المكافىء 288.318

ولابد ان توزن تامة الجفاف ولتحضير محلول ٠,٠٠٢ ع منه .

(١) يتم وزن 0.582 GM تامة الجفاف فى كأس ٥٠ مم.

الباب الخامس

ب) وبعد ذلك يتم تحويلها إلى دورق معيارى سعة ١ لتر ومدة صلاحية ذلك المحلول ١٤ يوم من تاريخ تحضيره .

تحضير الهيامين الوزن المكافىء له = M.W:448

(١) نزن ٠,٩ جم من الملح تام الجفاف فى كأس صغير ويتم تحويلها إلى دورق معيارى سعة ١ لتر وذلك لتحضير ٠,٠٠٢ ع هيامين .

(٢) معايرة مادة الهيامين المستخدمه فى تقدير المادة الفعالة

يؤخذ ٢٠ مللى من DODOCYLSULPHATE باستخدام ماصة وتوضع فى

مخبر بغطاء ويضاف اليه ٢٠ مللى كلورفورم وبإضافة MIXED

INDICATOR 5ML

طريقة الحساب $N \times V = N' \times V'$

$N \times V \text{ DODO} = ?? \times V' \text{ HYAMIN}$

- NORMALITY OF HYAMIN = $\frac{(n \times v) \text{ dodocyl}}{\text{vol of hyamin}}$

وبذلك أصبح لدينا محلول هيامين معلوم العيارية وبذلك نعاير المادة الفعالة

فى السلفونيك عن طريق الخطوات السابق ذكرها

طريقة الحساب

اولا : حساب العامل

FACTOR

$F = \frac{C \cdot c \cdot N \text{ of hyamin} \times 321 \times 1000 \times 100}{(20) \cdot v \times 1000}$

N=NORMALITY OF HYAMIN

321= MOLECULER WT FOR SULPHONIC ACID

V= THE VOLUM OF SULPHONIC ACID

ACTIVE MATTER = $\frac{V \times f}{Wt} = \%$

WHERE

V= VOLUM OF HYAMIN

WT = WEIGHT OF THE SAMPLE

F= FACTOR

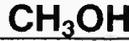
أو بطريقة اخرى

$$\text{ACTIVE MATTER} = \frac{\text{Vol of hyamin} \times n \text{ of hyamin} \times \text{mwt}(\text{sulphonic}) \times 1000 \times 100}{\text{VOL OF sulphonic} \times \text{WT of sample} \times 1000}$$

الخامات والمواد الكيماويه التي تستخدم في المعامل بكميات كبيره

استعرضنا فيما سبق التحاليل التي تجرى على الخامات الواردة لوحدات الانتاج المختلفة والآن سوف نتكلم عن المواد الكيماويه التي تستخدم فى المعامل لخدمه التحاليل التي تجرى على الخامات الواردة:

أولاً: كحول الميثيل



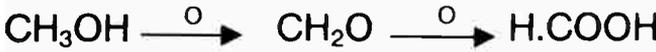
الكحول الميثيلى عبارة عن سائل عديم اللون ذو رائحه شبيهه برائحة الكحول الايثيلى وهو يمتزج بكل من الماء والكحول الايثيلى بجميع النسب والكحول الميثيلى ذو تأثير سام ، أشد من تأثير الكحول الايثيلى ، وهو يتسبب فى فقدان الابصار قبل وقوع الوفاة ، وقد يرجع تأثيره السام الى نواتج أكسدته ، وهى الفورمالدهيد وحمض الفورميك ويستعمل الكحول الميثيلى فى صناعه كمذيب كما فى صناعه الورنيشات ، ويستخدم كذلك فى صناعه عدد كبير من المركبات الكيماويه مثل ميثيل الانيلين الذى يستخدم بدوره فى صناعه الاصباغ ومثل مركب سليسيلات الميثيل الذى يستخدم فى الطب كما يستخدم ايضا فى تحضير بعض الاسترات التى تدخل فى تركيب كثير من الروائح والعطور . ويخلط الكحول الميثيلى بالكحول الايثيلى لتحضير الايثيلى المستخدم صناعيا كما يستخدم كمذيب فى بعض التحاليل الخاصه بالزيوت والروائح .

(الخواص الكيماويه)

١- التأكسد

يتأكسد كحول الميثايل معطيا مركب الفورمالدهيد أولاً ثم حمض

الفورميك



ويمكن أكسدة كحول الميثيل إما بواسطة سلك ساخن من النحاس أو بواسطة مخلوط من حمض الكبريتيك وثاني كرومات البوتاسيوم أو بفعل محلول برمنجانات البوتاسيوم المحمضه

(١) سخن قليلا من الكحول الميثيلي في انبويه اختبار حتى يبلغ درجه الغليان ثم سخن سلك حلزوني من النحاس في اللهب (حتى يتأكسد النحاس الى اكسيد نحاس)

واغمسه وهو ساخن في الكحول وأعد التجربه عدة مرات ولاحظ رائحه الفورمالدهيد النفاذة

ويمكن الكشف على الفورمالدهيد المتكون كما يلي :-

أ- اضع الى محلول الكحول الذي سبق اكسدته بضع قطرات من محلول الريزوسينول المخفف ثم أضف بإحتراس حوالى ٢ سم^٢ من حامض الكبريتك المركز بحيث ينزلق الحمض على جدار الانبويه مكونا طبقه منفصله بقاع الانبويه . لاحظ تكون حلقة حمراء بنفسجية عند سطح الانفصال التى سريعا ما تتحول الى راسب ابيض يتغير لونه تدريجيا حتى يصبح بنفسجيا مائلا للاحمرار .

ملحوظه : يتكون محلول الريزوسينول من إذابه ٨ جم فى ٤٠٠ سم^٢ من حامض الكبريتك ١%.

ب- ضع فى انبويه اختبار ١ سم^٢ من محلول $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ و ٠,٥ سم^٢ من حامض H_2SO_4 المركز برد المزيج المتكون تحت ماء الصنبور ثم أضف ٠,٥ سم^٢ من الكحول الميثيلي وسخن بلطف . لاحظ تصاعد رائحة الفورمالدهيد النفاذة وإخضرار لون المحلول .

(ج) أضف بضع نقط من الكحول الميثيلي إلى محلول حمض من برمجانبات البوتاسيوم سخن المحلول ولاحظ تصاعد غاز ك أ (الكحول الايثيلي لا ينتج عنه ك أ).

٢- تكوين الاستر

يتفاعل الكحول الميثيلي مع الاحماض في وجود كاشف ماص للماء لتكوين الاسترات ويستخدم استر ساليسيلات الميثيل الناتج عن تفاعل الكحول الميثيلي مع حمض الساليسليك والذي تشبه رائحته رائحة زيت الكافور في الكشف عن وجود الكحول الميثيلي .



ضع ٠,٥ سم^٣ من الكحول الميثيلي في انبوبة اختبار جافة ثم اضف اليه ٠,٥ سم^٣ من (يد ٢ كب أ) المركز وحوالي ٠,٥ جم من حمض الساليسليك (أو احد املاحه) سخن المحلول تسخيناً هيناً لمدة دقيقتين ثم برده تحت ماء الصنبور صب السائل في كأس صغير يحتوى على محلول بيكرونات الصوديوم ولاحظ الرائحة المميزة لأستر ساليسلات الميثيل .

ثانيا الكحول الايثيلي



الكحول الايثيلي عبارة عن سائل عديم اللون ذو طعم لازع ورائحته مستساغة وهو يمتزج بكل من الكحول الميثيلي والماء بجميع النسب .
ويستخدم الكحول الايثيلي في تحضير المشروبات الروحية وكمذيب أو كماده أولية في كثير من الصناعات مثل صناعة الورنيشات والبويات والاصباغ والصابون والمفرقات والعطور كما يستخدم في تحضير كثير من المواد الكيماوية مثل الايثير والكلوروفورم وأحيانا يستخدم الكحول كوقود أو في الاضاءة ويستخدم في بعض التحاليل كما في تقدير الحموضه ورقم الحموضه ورقم التصبن في الزيوت والدهون .

(الخواص الكيميائية)

١- التأكسد

يتأكسد الكحول الايثيلي في وجود بعض العوامل المؤكسدة متوسطه القوة معطيا مركب الالسييتالدهيد:



أضف ٥,٥ سم^٣ من حامض H₂SO₄ المركز الى محلول متوسط القوة من K₂Cr₂O₇ ثم برد المزيج تحت مياة الصنبور . أضف ٥,٥ سم^٣ من الكحول الايثيلي

ثم سخن تسخيننا هينا ولاحظ تصاعد رائحة الالسييتالدهيد النفاذة .

٢- حامض الكبريتيك المركز

عند خلط حامض الكبريتيك المركز بالكحول الايثيلي يتكون في التو المركب المسمى كبريتات الايثيل الهيدروجيني وعند اضافة زيادة من حامض الكبريتيك المركز يتصاعد غاز الايثيلين بالتسخين .

٣- تكوين الالستر

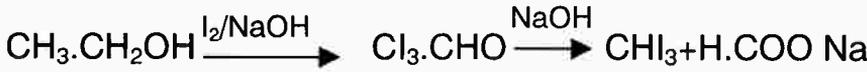
تتفاعل الاحماض الضعيفه مثل حامض الخليك مع الكحول الايثيلي ببطيء جدا حتى انه لا يظهر اى تغير محسوس فى مدى عدة ساعات وتزداد سرعة التفاعل فى وجود الاحماض القويه مثل حمض الكبريتيك المركز أو غازكلوريد الهيدروجين وسريعا ما يصل التفاعل الى حاله الاتزان



ضع فى انبويه اختبار ١ سم^٣ من كل من حمض الخليك والكحول الايثيلي (أو كميته صغيرة من خلات الصوديوم) ثم أضف ٥,٥ سم^٣ من حمض الكبريتيك المركز سخن المخلوط الناتج فوق حمام مائى لمدة دقيقتين ثم صب المحلول فى كأس به محلول مخفف من بيكرونات الصوديوم ولاحظ تصاعد الرائحة العطريه المميزه لالستركلات الايثيل .

٤-تفاعل اليودوفورم

يتفاعل الكحول الايثيلي مع الهالوجينات فى وجود القلويات (أو مع محلول الهيوكلوريت ..الخ)ومعطيًا مركب الكلوروفورم أواليودوفورم أو البروموفورم تبعا لنوع الهالوجين المستخدم فى التفاعل فيتفاعل اليود مثلا مع كحول الايثايل فى وجود هيدروكسيد الصوديوم لتكوين المركب المتبلور أصفر اللون (اليودوفورم)



اضف ٣سم من محلول اليود فى يوديد البوتاسيوم الى ١ سم^٣ من الكحول الايثيلي ثم اضف الى المحلول الناتج محلول هيدروكسيد الصوديوم قطرة بقطرة حتى يتحول لون المحلول الى اللون الأصفر سخن المحلول فوق حمام مائى لمدة ٥ دقائق ثم اتركه ليبرد تدريجيا لاحظ تكوين راسب أصفر متبلور من اليودوفورم الذى يتميز برائحته الخاصة ويستخدم هذا التفاعل فى التفرقة بين الكحول الميثيلى والايثيلى حيث لايعطى الكحول الميثيلى هذا التفاعل .

ثالثا : الاستيون



يوجد الاستيون ابسط اعضاء مجموعة الكيتونات بكميات ضئيلة جدا فى سوائل الجسم وربما كان ناتجا عن تأكسد الدهون وهو يوجد كذلك بكميات صغيرة من ضمن نواتج التقطير الاتلافى للخشب والاسيتون سائل عديم اللون ذو رائحة لطيفة مميزه وهو يمتزج بالماء بجميع النسب الا انه يمكن طرده من المحلول باذابه كميته كبيره من كلوريد الكالسيوم الصلب ويستخدم الأستيون كمذيب كما يدخل فى كثير من الصناعات مثل صناعة السليلوز والعطور . الخ . وهو من أحسن المواد المذيبة لغاز الاستلين .

الخواص الكيميائية

١- اختبار اليودوفورم

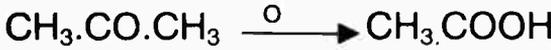
يعطى الاسيتون اختبار اليودوفورم على البارد كما يلي :



اخلط ١ سم^٣ من الاسيتون مع ١ سم^٣ من الماء ، ثم أضف ٣ سم^٣ من محلول اليود فى يوديد البوتاسيوم أضف محلول هيدروكسيد الصوديوم على قطرات ، لاحظ اختفاء لون اليود وظهور راسب أصفر متبلور من اليودوفورم ذو الرائحة الخاصة المميزه (يعطى الاسيتون هذا الاختبار على البارد ، وذلك بخلاف كل من الكحول الايثيلى والاسيتالدهيد)

٢- التأكسد

لا يتأثر الأسيتون بالعوامل المؤكسدة متوسطة القوة فى درجات الحرارة العادية ولكنه يتأكسد ببطء عند تسخينه الى درجة الغليان مع محلول برمنجانات البوتاسيوم متحولا الى حامض الخليك وبما أن الاسيتون لا يتلتر بالعوامل المؤكسدة بسهولة فإنه لا يتصرف إذا كعامل مختزل .



أضف ١ سم^٣ من محلول برمنجانات البوتاسيوم المخفف الى ١ سم^٣ من الاسيتون ولاحظ عدم اختفاء لون البرمنجانات . سخن المحلول تسخيناً هيناً ولاحظ زوال لون البرمنجانات تدريجياً وتساعد ابخرة حمض الخليك ذات الرائحة المميزه .

رابعاً : الكلوروفورم



الكلوروفورم عبارة عن سائل عديم اللون ذو طعم حلو ورائحة خاصه ،ويستخدم الكلوروفورم كمادة مخدرة إما وحدة أو مختلطاً بالكحول والايثير وهو يغلي عند درجة ٦١,٢ م ، وهو أثقل من الماء . والكلوروفورم قليل

الذوبان في الماء ، وهو يستخدم كمذيب لكثير من المواد مثل الدهان والمطاط والقلويات.. إلخ وهو لا يشتعل .

الخواص الكيميائية

١- وجود الهالوجين

يمكن الاستدلال على وجود الهالوجين بالكلوروفورم باجراء اختبار بايلشستين كما يلي :

سخن طرف سلك من النحاس في لهب المصباح حتى يختفي اللون الأخضر ويصبح اللهب عديم اللون . اغمس السلك الساخن في الكلوروفورم ثم سخنه مرة أخرى في اللهب ولاحظ تلون اللهب باللون الأخضر ، وذلك نتيجة لتكون كلوريد النحاس المتطاير .

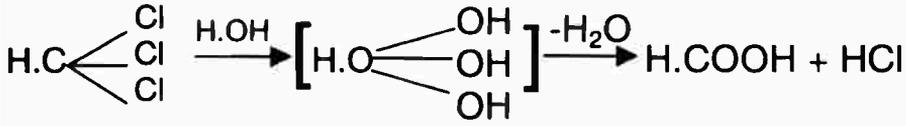
٢- الكلوروفورم النقي مركب ذو قابلية قليلة للتفاعل ، فهو مثلا يتفاعل مع نيترات الفضة ولا يتأثر بمحلول برمنجانات البوتاسيوم .

(أ) أضف ١ سم^٣ من محلول نيترات الفضة إلى نصف سم^٣ من الكلوروفورم ثم رج المزيج لفترة قصيرة ، ولاحظ عدم تكون راسب .

(ب) أضف بضع قطرات من محلول برمنجانات البوتاسيوم إلى ١ سم^٣ من الكلوروفورم ، ثم أضف ١ سم^٣ من الماء ورج المزيج جيدا . لاحظ عدم اختفاء لون البرمنجانات دليلا على عدم حدوث تفاعل .

٣- التحليل المائي

لا يتفاعل الكلوروفورم مع محلول هيدروكسيد الصوديوم المائي . وذلك لقله ذوبان الكلوروفورم في الماء ، ولكنه سريعا ما يتحلل مائيا في وجود محلول هيدروكسيد الصوديوم أو البوتاسيوم الكحولي معطيا فورمات البوتاسيوم وكلوريد البوتاسيوم .



أضف حوالي ٣ سم^٣ من محلول هيدروكسيد البوتاسيوم الكحولي الى ٠,٥ سم^٣ من الكلوروفورم وسخن المحلول الى درجه الغليان لمدة دقيقتين .قسم المحلول الى جزئين متساويين :

(أ) اكشف عن كلوريد البوتاسيوم كما يلي :

حمض جزء من المحلول باضافه حمض النيتريك المخفف ثم اضف محلول نترات الفضة . لاحظ تكون راسب ابيض من كلوريد الفضة .

(ب) اكشف عن فورمات البوتاسيوم كما يلي :

حضر محلولاً متعادلاً من جزء من المحلول السابق وذلك باضافه حمض النيتريك المخفف حتى يصير المحلول حمضى التأثير ثم اضف محلول هيدروكسيد الامونيوم المخفف حتى يصير المحلول متعادلاً ثم سخن المحلول الى درجه الغليان لطرده الزيادة من النشادر .

أضف الى هذا المحلول محلول كلوريد الزئبقيك ، ولاحظ تكون راسب من كلوريد الزئبقوز الذي يتلون باللون الأسود في وجود النشادر .

٤ - اختزال محلول فهلنج

بما أن الفورمات احدى نواتج التحلل المائي للكلوروفورم ، فهو لذلك يختزل محلول فهلنج متحولاً الى كلوريد الصوديوم وكربونات الصوديوم .

أضف قطرتين من الكلوروفورم الى ٣ سم^٣ من محلول فهلنج ، ثم سخن المحلول لمدة دقيقتين . ولاحظ تكون راسب أحمر من أوكسيد النحاسوز .

٥- اختبار الأيزوسيانييد أو الكرييلامين

يعد اختبار الأيزوسيانييد أو الكرييلامين اختبارا مميزا للكلوروفورم ، وهو يتلخص في تسخين الكلوروفورم مع أحد الأمينات في وجود هيدروكسيد البوتاسيوم الكحولي وتتصاعد في هذا التفاعل رائحة الأيزوسيانييد النفاذة .

$$\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2 + \text{CHCl}_3 + 3\text{KOH} \rightarrow \text{C}_6\text{H}_5\text{NC} + 3\text{KCl} + 3\text{H}_2\text{O}$$

ضع ١ سم^٣ من هيدروكسيد البوتاسيوم الكحولي في أنبوبة اختبار ثم أضف قطرتين من الأنيلين وقطرتين من الكلوروفورم ، وسخن المحلول تدريجيا . لاحظ تصاعد الرائحة النفاذة غير المستساغة للأيزوسيانييد. أضف حامض يد كل المركز إلى مخلوط التفاعل ولاحظ اختفاء رائحة الأيزوسيانييد .

خامسا : حامض الخليك

CH₃COOH

يمثل حمض الخليك في خواصه وتفاعلاته مجموعة الأحماض الدهنية أصدق تمثيل وهو عبارة عن مادة صلبة متبلرة تشبه الثلج تتصهر عند درجة ١٧ مئوية متحولة إلى سائل عديم اللون يغلي عند درجة ١١٦ مئوية . ذو رائحة تشبه الخل .

وحمض الخليك أثقل من الماء وهو يمتزج به بجميع النسب ويمتص الرطوبة من الجو وهو في محاليله المخففة غير سام إلا أنه بحالته الخالصة ذو تأثير حارق على الجلد وتذوب جميع أملاح الحمض في الماء ما عدا أملاح الفضة والزنثيقوز وبعض الأملاح القاعدية .

الخواص الكيميائية

١- الخاصية الحمضية

أضف بضع قطرات من حمض الخليك إلى ١ سم^٣ من الماء ثم أضف هذا المحلول إلى ١ سم^٣ من محلول بيكربونات الصوديوم في الماء ، ولاحظ حدوث فوران نتيجة لتصاعد غاز ثاني أوكسيد الكربون .
(أملاح الحمض لا تعطي هذا الاختبار) .

٢- حمض الكبريتيك المركز

ليس لحمض الكبريتيك المركز تأثير محسوس على حمض الخليك ويحل حمض الكبريتيك المخفف أو المركز محل حمض الخليك في أملاحه ، ويمكن تمييزه برائحته الخاصة .

٣- التأكسد

يتميز حمض الخليك بمقاومته لفعال العوامل المؤكسدة حتى أنه غالباً ما يستخدم كمذيب لبعض المواد العضوية التي يراد أكسبتها .

(أ) حضر محلولاً من حمض الخليك في الماء ثم أضف إليه بضع قطرات من محلول برمجانبات البوتاسيوم المخفف .

لاحظ عدم زوال لون البرمجانبات .

(ب) سخن مخلوطاً مكوناً من نصف سم^٢ من حمض الخليك الثلجي و نصف

سم^٢ من حمض النيتريك المركز . لا يحدث أي تفاعل محسوس

٤- الاختزال

حمض الخليك ليس له قدرة على الاختزال وذلك لمقاومته للتأكسد كما سبق شرحه ، وهو يختلف في هذا عن حمض الفورميك .

(أ) أضف إلي ١ سم^٢ من محلول الحمض المتعادل ١ سم^٢ من محلول نترات

الفضة النشاردي . لاحظ تكون راسب أبيض من خلايا الفضة على البارد الذي يذوب بالتسخين .

(ب) أضف إلي ١ سم^٢ من محلول الحمض المتعادل ١ سم^٢ من كلوريد

الزئبقيك لا يتكون راسب .

٥- كلوريد الحديدك

يتفاعل حمض الخليك (في محلوله المتعادل) مع كلوريد الحديدك مكوناً

خلايا الحديدك التي تتحول بالتسخين الى خلايا الحديدك القاعديه .

$\text{CH}_3\text{COOH} + \text{FeCl}_3 \longrightarrow (\text{CH}_3\text{COO})_3\text{Fe} \longrightarrow \text{CH}_3\text{COO}\cdot\text{Fe}(\text{OH})_2$
 اضع الى محلول حمض الخليك المتعادل بضع قطرات من محلول كلوريد
 الحديدك ولاحظ تلون المحلول باللون الاحمر . سخن المحلول لدرجه الغليان
 ولاحظ انفصال راسب بنى من خلات الحديدك القاعديه .

٦-تكوين الاستر

يتفاعل حمض الخليك مع كل من الكحول الايميلى و الكحول الايثيلى
 معطيا استرات خلات الايثيل و خلات الايميل على الترتيب التى تتميز
 بروائح عطريه خاصه .

(أ) اضع ١ سم^٣ من حمض الخليك الى ١ سم^٣ من الكحول الايثيلى ثم
 اضع ٠,٥ سم^٣ من حمض الكبريتيك المركز وسخن المزيج فوق حمام
 مائى لمدة خمس دقائق .برد المحلول ثم صبه فى كأس به محلول من
 بيكربونات الصوديوم ولاحظ تصاعد ابخرة خلات الايثيل ذات الرائحه
 العطريه .

المواصفات التي يتم على أساسها إستلام الخامات الواردة

الزيوت والشحوم

رقم التصين	درجة الانصهار	درجة للتتر	الرقم البيودي	نسبة الرطوبة القنوتوب والمواد المصير قليلة للتصين	نسبة الاحماض الدهنية الحرة	المواصفة
						اسم الخامة
٢٥٥/٢٤٢	م ٢٦/٢٤	م ٢٦/٢٠	٢٣-١٤	لا تزيد إجمالي هذه الواد عن %١	لا تزيد عن %٥	زيت نوى النخيل
٢٦٥/٢٥٠	م ٢٦-٢٢	٢٣-٢٠	١٠/٨	لا يزيد إجمالي هذه المواد عن %١	لا تزيد عن % ٣,٥ كحامض لوريك	زيت جوز الهند
٢٠٦/١٩٣	٥٢-٤٨	٥٠-٤٧	٤٦-٤٠	لا تزيد اجمالي هذه المواد عن % ٠,٥	لا تزيد عن %٢ كحامض بالميتيك	إستيارين النخيل
٢٠٢/١٩٣	٤٨-٤٠	م ٤٦-٤٠	٦٠-٣٤	لا تزيد إجمالي هذه المواد عن %١	لا تزيد عن %٤ كحامض اولييك	الشحم الحيواني رتبة ٥
٢٠٢/١٩٣	٤٨-٤٠	م ٤٦-٤٠	٦٠-٣٤	لا يزيد إجمالي هذه المواد عن %١	لا يزيد عن %٦ كحامض الأولييك	رتبة ٧

مواصفات بذرة القطن وفول الصويا

نسبة الشوائب	نسبة الرطوبة	نسبة الزيت في البذور	المواصفة
			اسم الخامة
لا تزيد عن ٢%	١٠/٨%	١٨-٢٤% حسب الصف	بذرة القطن
لا تزيد عن ٤%	١٠/٨%	١٨-٢٠%	بذرة فول الصويا

مواصفات إستلام الأحماض

ملاحظات	الرطوبة	التركيز	المواصفة
			اسم الحامض
حامض الكبريتيك المدخن أكثر من ٩٨%	لا تزيد عن ١%	٩٦-٩٨%	حامض الكبريتيك المركز
معبأ في عبوات بلاستيك		٨٥%	حامض الفسفوريك
معبأ في جراكن بلاستيك ونسب يد ٢ كب أ، لا تزيد عن ١,٥%		لا تقل المادة الفعالة عن ٩٦%	حامض السلفونيك
معبأ في شكاير غير منفذة للرطوبة	لا تزيد عن ٠,٢٤%	٩٩,٧%	حامض الستريك
معبأ في زجاجات		لا يقل عن ٩٩,٥%	حامض الخليك التلجى

مواصفات إستلام الصودا الكاوية

ملاحظات	نسبة كربونات الصوديوم	نسبة ايدروكسيد الصوديوم	الموصفة
			إسم الخامة
قشور معبأة فى شكاير	لا تزيد عن ٠,٨ %	٩٨,٥ %	صودا كاوية صلبة
	بالوزن		
معبأ داخل تنكات	لا تزيد عن ٠,٤ %	من ٤٨-٥٠ %	صودا كاوية سائلة

مواصفات إستلام كلوريد الصوديوم

ملح الطعام) ومواصفة إستلام كبريتات الصوديوم

ملاحظات	نسبة الشوائب	نسبة الرطوبة	التركيز	الموصفة
				اسم الخامة
معبأ فى اجولة	لا يزيد عن ٠,٥ %	لا يزيد عن ٣ %	لا يقل عن ٩٧ %	كلوريد صوديوم عادى
معبأ فى اجولة	لا تزيد عن ٠,٥ %	لا يزيد عن ٥ %	لا يقل عن ٩٥ %	ملح طعام للصناعات غير الغذائية
كلوريد للصوديوم لا يزيد عن ٠,٥ %	لا يزيد عن ٠,٢ %	لا يزيد عن ٠,٥ %	لا يقل عن ٩٩ %	كبريتات الصوديوم اللامائية

خامات متنوعة

اسم الخامة	شروط الاستلام
سلفات الالمونيوم	<p>١- يتم تحليل الشبة بحيث تكون النسبة (١٥-١٧ %) كأكسيد المونيوم</p> <p>٢- يتم إجراء تقدير كفاءة المادة من حيث قدرتها على إزالة الشوائب وتنقية الوسط المضافة اليه من الشوائب العالقة</p>
تراب التبييض	<p>١- مطابقة الرسالة الواردة مع تحاليل مكتب التفتيش والمراجعة الذي قام بسحب عينات الرسالة من مكان الشحن ومكان الوصول .</p> <p>٢- كذلك يتم إجراء اختبارات تأكيدية للحكم على كفاءة تراب التبييض من حيث القدرة على التبييض وإختزال المواد المسببة لارتفاع رقم البيروكسيد فى الزيوت والدهون</p>
مكسبات الطعم والرائحة	<p>١- يتم مقارنة الرسائل والشحنات الواردة بالعينات القياسية الموردة من قبل والتي تم على اساسها الاختيار والتي يتم تجديدها من الرسائل المطابقة للعينات القياسية أولا باول .</p> <p>٢- اجراء اختبارات تأكيدية للوقوف على ثبات الرائحة ومعرفة الاتجاه الخاص بالرائحة</p>
الفحم المنشط	<p>إجراء إختبارات تأكيدية لمعرفة قدرة الفحم على التبييض وإختزال الرائحة والمواد الملونة ومعرفة الحموضة ورقم الـ PH</p>
سليكات الصوديوم	<p>يتم الفحص الظاهرى وقياس البومية لمطابقة التركيز بكارث الشحن بحيث لا يقل عن ٤٢ بومية أو حسب التعاقد</p>

ملاحظة:

بالنسبة لمكسبات الطعم والرائحة يتم تقدير نسبة المواد الغير قابلة للتصبن في الروائح التي تكون في نفس الاتجاه وقوة الثبات والسعر المشترك واختيار الرائحة المحتوية على مواد غير قابلة للتصبن بنسبة منخفضة حيث أن انخفاض نسبة المواد الغير قابلة للتصبن يزيد من فترة تخزين المنتج واحتفاظه بلونه ورائحته دون تغير .