١٥

تقدير النترات والنتريت
Determination of Nitrates and Nitrites

(١٥,١) تقدير النترات والنتريت في منتجات اللحوم والمحاليل الملحية بالقياس اللوني
Colorimetric Determination of Nitrates and Nitrites in Meat Products and Brine

مقدمة

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

الهدف: تقدير النترات والنتريت بقياس اللون.

الكواشف

١- أذب ١٠,٦ جرام فرو سبايد البوتاسيوم ثلاثي التميئ في الماء وخفّفْ حتى ١٠٠مل (كاشف كاريز رقم — ١) جرام.

٢- أذب ٢١,٩ جرام خلات الزنك ثنائي التميؤ في الماء، وأضف ٢مل حمض خليك ثلجي وخفف إلى ١٠٠ مل بالماء (كاشف كاريز رقم —٢).

obeikandi.com

٣- أذب ٥٠ جرام رباعي بورات ثنائي الصوديوم عشاري التميؤ في ١ لتر ماء.

٤- أذب ٢ جرام سلفانيل أميد في ٨٠٠ مل ماء ساخن، ورشح. وأضف ١٠٠ مل حمض الهيدروكلوريك المركز مع التحريك المستمر وخفف إلى ١ لتر بالماء.

٥- أذب ٠,٢٥ جرام n-1 نافتيل إثيلين ثنائي أمين ثنائي هيدروكلوريد في الماء وخفف إلى ٢٥٠ مل بالماء. احفظ في زجاجه بنية محكمة الإغلاق في الثلاجة أعد تحضير الكاشف أسبوعياً.

٦- خفف ٤٤٥ مل حمض هيدروكلوريك المركز إلى ١ لتر بالماء.

٧- محلول ٢٠٪ كبريتات الزنك.

٨- محلول عياري رئيسي من نتريت الصوديوم. أذب ١ جرام نتريت الصوديوم في الماء وخفف إلى ١٠٠مل.

٩- محلول عياري من نتريت الصوديوم. (يحضر يوميا) ويحضر بتخفيف ٥ مل من المحلول الرئيسي (في الرقم ٨) إلى لتر بالماء.

١٠- خفف ٢٠مل حمض الهيدوركلويك المركز إلى ٥٠٠ مل ماء مقطر وأضف ١٠ جرام صوديوم ثنائي هيدروجين إثيلين ثنائي أمين N ، N ، N^- ، N^- رباعي خلات ثنائي هيدرات disodium dihydrogen ethylene diamine – N, N, N, N – tetra-acetate dihydrate مع ٥٥ مل محلول أمونيا مركز خفف إلى لتر بالماء لتعطي pH من ٩,٦– ٩,٧.

١١- معدن الكادميوم.

الأجهزة

- فرامه لحم.
- كؤوس زجاجية.
- دوارق حجمية.
- مطياف ضوئي ذو موجه ٥٣٨ نانومتر أو مقياس لوني مع مرشح أخضر.
- هزاز ميكانيكي.

obeikandl.com

(أ) استخلاص النترات والنتريت من منتجات اللحوم

• خذ عينة ممثلة ٢٠٠ جرام من المنتج وجانسها بإمرارها بفرامة اللحم.

• زن بدقة ٩- ١٠ جرام من العينة المتجانسة في كأس زجاجي واعجنها مع ٥مل محلول بوراكس (الكاشف ٣) و ١٥٠مل ماء مقطر ساخن (أعلى من ٧٠°م).

• سخن على حمام مائي بدرجة الغليان مدة ٣٠ دقيقة وبرد.

• انقل إلى دورق حجمي ٢٥٠مل.

• أضف بالتتابع مع المزج ٢ مل كاشف ١ و ٢مل من كاشف ٢ ، وأكمل إلى العلامة بالماء المقطر انتظر لمدة ٣٠ دقيقة.

• أزل الطبقة السائلة العلوية خلال ورق ترشيح خالية النترات للحصول على راشاح رائق.

(ب) استخلاص النترات والنتريت من المحلول الملحي

• المحاليل خالية البروتين (محاليل الضخ والغمر الملحية) خفف ٢مل من المحلول الملحي إلى ١٠٠ مل بالماء المقطر في دورق حجمي .

• المحاليل الملحية المحتوية على بروتين . ضع ١٠ مل محلول ملحي في دورق حجمي ١٠٠ مل. وأضف ٥مل محلول بوراكس (كاشف ٣) و ١مل محلول كبريتات الزنك ٢٠٪ (كاشف ٧) خفف إلى ١٠٠ مل بالماء المقطر في دورق حجمي.

(ج) التعيير Calibration

• خفف صفر، ٥ ، ١٥ ، ٢٠ مل من الكاشف رقم ٩ إلى ١٠٠ مل بالماء المقطر في دوارق حجمية حيث تعطي محاليل تحتوي على صفر، ٢,٥ ، ٥ ، ٧,٥ ، ١٠ ملجم/لتر نتريت الصوديوم.

• استعمل المحاليل السابقة في إنشاء منحنى عياري على الشكل التالي.

• انقل ١٠مل من كل محلول سابق إلى دوارق حجمية سعة ١٠٠مل منفصلة وأضف إلى كل منها نحو ٥٠مل ماء مقطر و ١٠مل من كاشف ٤ و ٦ مل من كاشف ٦.

• دع المحاليل في الظلام لمدة ٥ دقائق وأضف ٢ مل من كاشف ٥ ودعها في الظلام لمدة ٣دقائق.

• خفف إلى العلامة بالماء المقطر وامزج جيدا وقدر الامتصاصية عند طول الموجة ٥٣٨نانومتر.

(د) تقدير النتريت

• انقل ١٠ مل من الراشح الناتج من منتجات اللحوم أو ١٠ مل من المحلول الملحي المخفف إلى دورق حجمي سعة ١٠٠مل.

• أضف نحو ٥٠ مل ماء مقطر و ١٠مل من كاشف ٤ و ٦ مل من كاشف ٦.

• دع المحلول واتركه في الظلام لمدة ٣ دقائق.

• خفف إلى العلامة بالماء وامزج جيداً ثم قدر الامتصاصية عند طول الموجة ٥٣٨ نانومتر.

(هـ) اختزال النترات وتقديرها

• ضع ٥ مل من كاشف ١٠ مع القليل من الكادميوم الرطب (نحو ١جرام) في دورق حجمي سعة ١٠٠مل.

• ادخل الكادميوم إلى الدورق عبر قمع مع قليل من الماء وأضف ٢٥ مل من الراشح الناتج من منتجات اللحوم أو من مستخلص اللحوم الملحي في الفقرة (ب).

• أحكم الإغلاق وامزج لمدة ١٠ دقائق في الهزاز الميكانيكي.

• خفف بالماء المقطر إلى العلامة وامزج جيدا وانتظر حتى يرسو الكادميوم.

• خذ ٢٠مل من هذا المحلول إلى دورق حجمي سعة ١٠٠مل واتبع خطوات الحصول على لون كما في حالة تقدير النتريت قي الفقرة د.

الحسابات

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

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

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

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

= وزن العينة المستخلصة بالجرام

(أ) النتريت في اللحوم

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

(ب) النتريت في المحاليل الملحية الخالية من البروتين

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

(ج) النتريت في المحاليل الملحية الحاوية على البروتين

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

(د) النترات في اللحوم

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

$$\text{النترات في اللحوم (جزء بالمليون)} = [\text{(النتريت الكلي (جزء بالمليون) بعد اختزال النترات)}]$$

• (النتريت قبل اختزال النترات (جزء بالمليون)

(هـ) النترات في المحاليل الملحية الخالية من البروتين

$$\text{النتريت الكلي (جزء بالمليون) في المحلول الملحي بعد اختزال النترات} - \frac{20000 \times A}{2}$$

النترات (جزء بالمليون) في المحلول الملحي = [(النتريت الكلي (جزء بالمليون) بعد اختزال النترات) = (النتريت (جزء بالمليون) قبل الاختزال)]

جدول العلاقات بين عدد الملترات من محاليل النتريت المعيارية وتركيزها في المحاليل النهائية وذلك لتقدير النتريت والنترات بالطريقة اللونية :

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

(و) النترات في المحاليل الملحية المحتوية على البروتين

النتريت الكلي (جزء بالمليون) في المحلول الملحي بعد اختزال النترات = $10000 \times A$

النترات (جزء بالمليون) في المحلول الملحي = [(النتريت الكلي (جزء بالمليون) بعد اختزال النترات) – (النتريت (جزء بالمليون) قبل الاختزال)]

obeikandl.com