

كيفية إعداد تقرير عن تجربة عملية

عند قيام الطالب بتجربة ما في المختبر يطلب منه كتابة تقرير عن تلك التجربة ويشمل هذا التقرير الذي ينبغي أن يكون دقيقاً ومرتباً كما يلي :

اسم الطالب:

التاريخ: تاريخ اليوم الذي تم فيه إجراء التجربة.

عنوان التجربة: تقدير البروتين في الدقيق (كمثال).

المراجع: مرجع الطريقة الذي اعتمد عليه في تلك التجربة.

اسم الجهاز: يذكر اسم الجهاز المستخدم في إجراء التجربة مع ذكر أهم مواصفاته

وشركة الصنع.

المواد المستخدمة:

أساس التجربة: ويتضمن ذلك ملخص عن فكرة التجربة والتفاعلات الكيماوية وأهم

المشكلات المتوقعة وكيفية التعامل معها إن وجدت أو بمعنى آخر شرح الهدف من كل

خطوة مهمة في التجربة.

النتائج والحسابات: لا بد من تدوين النتائج في جدول حسب طبيعة التجربة وعند عمل القياسات لا بد من تكرار كل قياس ثلاث مرات وتدوين النتائج عادة حسب طبيعة العينة فمثلاً بالنسبة للعينات المصلبة تستخدم عدد الأوزان لكل وحدة وزن W/W للتعبير عن التركيز، بينما تستخدم غالباً بالنسبة للعينات السائلة عدد الأوزان لكل وحدة حجم W/V.

ومن نتائج التحليل يمكن حساب كمية المادة الموجودة في العينة المحللة كنسبة مئوية أو جزء في المليون أو ملجم في ١٠٠ جم.... إلخ.

مناقشة النتائج: ويتضمن ذلك تعليق على طريقة التحليل، هل هي سهلة أم معقدة؟ هل نتائجها دقيقة أم لا؟ وهل يلزمها وقت طويل أم أنها سريعة؟ هل التداخلات المحتملة كثيرة؟ وهل يمكن تلافيها بسهولة؟ وهل الطريقة حساسة أم متوسطة الحساسية؟ وهل يلزمها مواد كثيرة؟ أو بمعنى آخر هل الطريقة مكلفة أم رخيصة؟ هل هي أفضل طريقة أم أن هناك طرق أخرى أفضل منها؟ قارنها بتلك الطرق. هل لديك اقتراح بتطوير هذه الطريقة ... إلخ. اربط نتائج دراسات سابقة وقارن بينهما.

إعداد العينات للتحليل وطرق حفظها

على الرغم من أن هناك تقدماً سريعاً ودقة في تحليل المواد الغذائية إلا أن تحضير العينة وطرق أخذها وحفظها حفظاً جيداً قبل إجراء التحليل يبقى أمراً بالغ الأهمية. وحيث إنه قد توجد اختلافات في أو بين مكونات المنتج الواحد يصبح تحضير العينة وتجانسها أمراً أساسياً للحصول على عينة ممثلة للمنتج ، ويجب أن يبقى التباين Variance بين العينات وبين طرق التحليل إلى أقل حد ممكن. أكثر من ذلك يجب أن يضع الفرد في اعتباره أن طريقة تحضير العينة الغذائية ربما يؤثر على ثبات مكوناتها لذلك فإن تحضير العينة وطريقة أخذها أصبح جزءاً مهماً في خطة التحليل إذا كان الهدف هو الحصول على المكونات الغذائية الحقيقية في المادة الغذائية. لذا يجب تحضير عينة ممثلة للمادة الغذائية قبل إجراء التحليل وإعدادها بعناية. وتعتمد طريقة أخذ العينة على طبيعة المادة ونوعيتها.

الأغذية الجافة Dry Foods

تطحن الأغذية الجافة في طاحونة إلى أجزاء متماثلة ومتجانسة. وتبشر الأغذية الصلبة كالشوكولاتة.

الأغذية الرطبة Moist Foods

تحضر الأغذية الرطبة كمنتجات الأسماك والخضروات بفرمها باستخدام مفرمة ويعاد خلطها مرة ثانية على الأقل قبل نقل الخليط منها إلى وعاء مغلق لحفظها تحت التبريد.

الأغذية السائلة أو المحفوظة في سوائل Wet Foods

وهي الأغذية كالمخللات والمعلبات ، وأفضل طريقة لإعدادها هي معالجتها بخلاط سريع الدوران ، مع الانتباه لعدم فصل الدهون من مستحلباتها.

الدهون والزيوت Fats and Oils

تقطع هذه الأغذية وتسحن ، على ألا تكون الحرارة عالية لتجنب احتمال فقد ما يوجد فيها من مضادات الأكسدة وتأكسدها.

المستحلبات الدهنية Fatty Emulsions

يجب تسخين الأغذية كالزبدة والمارجرين إلى درجة ٣٥°م في وعاء مغطى وخلطها.

الأدوات المطلوبة

١- خلاط (بغطاء ثلجي أو بدون) أو جهاز لتحضير العينة Food Processor.

٢- ميزان حساس Top-loading Balance.

٣- أكياس لحفظ العينات.

الطريقة

- ١- قدر وزن أو حجم العينة المقدمة لك قبل تجهيز العينة بغرض التحليل ؛ وذلك بتفريغها في وعاء وزن ثم وزنها. إذا كانت العينة تحتوي على سوائل ، أفصل السوائل وأعد الوزن ، كرر العملية مرتين Duplicate.

٢- اخلط العينات قبل التحليل (٣ عبوات أو أكثر). أوقف الخلاط بعد كل دقيقتين للتأكد من عدم وجود قطع كبيرة واخلط بواسطة ملعقة أو قلاب للحصول على عينة متجانسة.

٣- خذ عينة مناسبة لتقديم محتوى الرطوبة (ثم خذ عينة أخرى لتقديم الرطوبة للتأكد). احكم الغطاء وضعها في الثلاجة إلى وقت التحليل.

٤- يوزع الجزء المتبقي من العينة المخلوطة في أكياس:

أ) ٥ أكياس بواقع ٢٥ جم لكل كيس.

ب) ٥ أكياس بواقع ١٠ جم لكل كيس.

ج) ٦ أكياس بواقع ٥ جم لكل كيس.

احكم قفل الكيس واكتب البطاقة (الاسم والوزن التقريبي والتاريخ) واحفظها على الثلج حتى الانتهاء من عملية وزن جميع العينات. احفظ الأكياس في الفريزر.

العلاقة بين الوزن الجزيئي والوزن المكافئ

ينقسم التحليل الكمي بالحجم إلى ثلاثة أنواع من التفاعلات والتي يتحدد على ضوءها العلاقة بين الوزن الجزيئي والوزن المكافئ وهذه التفاعلات هي :

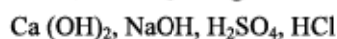
(١، ٤) تفاعلات الحموضة والقلوية

مثل تفاعل الأحماض مع القواعد ويكون الوزن المكافئ (جم.مكافئ) للحمض أو القاعدة كالآتي :

$$\frac{\text{الوزن الجزيئي (جم.جزيئي)}}{\text{عدد أيونات الهيدروجين المتفاعلة}} = \text{الوزن المكافئ للحمض}$$

$$\frac{\text{الوزن الجزيئي}}{\text{عدد أيونات الهيدروكسيل المتفاعلة}} = \text{الوزن المكافئ للقاعدة}$$

أمثلة: أوجد الوزن المكافئ للأحماض والقواعد التالية :



$$\text{الوزن الجزيئي} = \frac{36,5}{1} = \frac{36,5}{1} = \text{الوزن المكافئ لحمض HCl}$$

$$\text{الوزن الجزيئي} = \frac{98}{2} = \frac{49}{1} = \text{الوزن المكافئ لحمض H}_2\text{SO}_4$$

$$\text{الوزن الجزيئي} = \frac{40}{1} = \frac{40}{1} = \text{الوزن المكافئ للقاعدة NaOH}$$

$$\text{الوزن الجزيئي} = \frac{74}{2} = \frac{37}{1} = \text{الوزن المكافئ للقاعدة Ca (OH)}_2$$

حساب الوزن المكافئ للأملاح البسيطة:

$$\frac{\text{الوزن الجزيئي}}{\text{مجموع رقم التأكسد للشق المراد تقديره في الملح}} = \text{الوزن المكافئ للملح}$$

مثال: احسب الوزن المكافئ لملح فوسفات أحادي الصوديوم NaH_2PO_4 في حالة تقدير الصوديوم، الحموضة أو الفوسفات.

١- في حالة تقدير الصوديوم:

$$\frac{\text{الوزن الجزيئي للملح}}{1} = \text{الوزن المكافئ}$$

٢- في حالة تقدير الهيدروجين :

$$\frac{\text{الوزن الجزيئي للملح}}{2} = \text{الوزن المكافئ}$$

٣- في حالة تقدير الفوسفات :

$$\frac{\text{الوزن الجزيئي للملح}}{3} = \text{الوزن المكافئ}$$

(٢، ٤) تفاعلات الأكسدة والاختزال

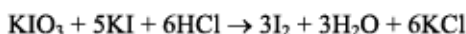
في هذه التفاعلات لا بد أن يصاحب عملية الأكسدة عملية اختزال ويتغير فيها رقم تأكسد العنصر Oxidation Number في المادة المؤكسدة أو المختزلة ويحسب كالآتي :

$$\frac{\text{الوزن الجزيئي}}{\text{الوزن المكافئ لمادة مؤكسدة أو مختزلة}} = \text{مجموع التغير في رقم التأكسد (التكافؤ) قبل وبعد التفاعل} \times \text{عدد الذرات المؤكسدة أو المختزلة}$$

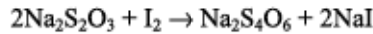
مثال: احسب الوزن المكافئ لمادة أيودات البوتاسيوم KIO_3 كمادة مؤكسدة عند تفاعلها مع مادة مختزلة مثل ثيوكبريتات الصوديوم $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

١- حساب الوزن المكافئ للأيودات KIO_3 :

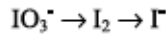
أ) تتفاعل أيودات البوتاسيوم مع يوديد البوتاسيوم KI في الوسط الحمضي وينطلق جزيئ اليود :



ب) يتفاعل جزئ اليود المطلق مع ثيوكبريتات الصوديوم $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ويتحول إلى يوديد الصوديوم وتأكسد الثيوكبريتات إلى تتراثيوكبريتات الصوديوم $\text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$.



أي أن التفاعل الذي يحدث يمكن تلخيصه في تحول اليودات إلى يوديد وتغير رقم تأكسد اليود من + ٥ إلى -١.



$$\text{I} + 3\text{O} = 1$$

$$\text{I} + (-6) = -1$$

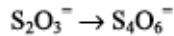
$$\therefore \text{I} = +5 \rightarrow 0 \rightarrow -1$$

أي أن مجموع التغير في رقم تأكسد اليود = $5 - (-1) = 6$.

$$\therefore \text{الوزن المكافئ لأبيدات البوتاسيوم } \text{KIO}_3 = \frac{\text{الوزن الجزيئي}}{6} = \frac{214,6}{6} = 35,67$$

٢- وينفس الطريقة يمكن حساب الوزن المكافئ للمادة المختزلة وهي

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ حيث يتأكسد أيون الثيوكبريتات إلى تتراثيوكبريتات ويتغير رقم التأكسد للذرة الكبريت من +٢ إلى +٢,٥ للذرة الواحدة. ويتلخص التفاعل كالآتي :



$$2\text{S} + 3\text{O} = -2$$

$$2\text{S} + (-6) = -2$$

$$2\text{S} = +4$$

$$\text{S} = +2$$

$$4\text{S} + 6\text{O} = -2$$

$$4\text{S} + (-12) = -2$$

$$4\text{S} = 10$$

$$\text{S} = +2,5$$

∴ التغير في رقم التأكسد = $2,5 - 2 = 0,5$ للذرة الواحدة

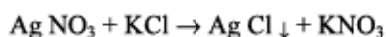
وبما أنه توجد ذرتان من الكبريت في الأيون ∴ رقم التأكسد = $0,5 \times 2 = 1$

$$\therefore \text{الوزن المكافئ لثيوكبريتات الصوديوم} = \frac{\text{الوزن الجزيئي}}{1} = \frac{248,5}{1} = 248,5$$

أو بمعنى آخر فإن الوزن المكافئ لـ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ يساوي الوزن الجزيئي لها.

وهناك بعض القواعد العامة لمعرفة رقم تأكسد المواد الكيميائية مثل :

- ١- رقم تأكسد العنصر في الحالة النقية = صفر
- ٢- رقم تأكسد الأيون = شحنته
- ٣- رقم تأكسد جزيئي المركب المتعادل = صفر
- ٤- رقم تأكسد الهالوجينات = -١
- ٥- رقم تأكسد الصوديوم والبوتاسيوم = +١
- ٦- في جميع الكبريتوزات رقم تأكسد الكبريت = -٢
- ٧- رقم تأكسد الهيدروجين = +١ (عدا في الهيدرات = -١)
- ٨- رقم تأكسد الأكسجين = -٢ (عدا في حالة فوق الأكاسيد = -١)
- ٣- تفاعلات الترسيب : في مثل هذه التفاعلات لا يحدث تغير في رقم تأكسد العنصر وإنما يحدث اتحاد للأيونات المتفاعلة مثل تفاعل نترات الفضة AgNO_3 مع كلوريد البوتاسيوم KCl حيث يتحد أيون الفضة Ag^+ مع أيون الكلوريد Cl^- ويتكون راسب شحيح الذوبان في الماء من كلوريد الفضة AgCl .



$$\text{أي أن الوزن المكافئ لنترات الفضة} = \frac{\text{الوزن الجزيئي}}{\text{عدد الأيونات المتفاعلة}} = \frac{169,89}{1} = 169,89$$

تحضير المحاليل القياسية

Preparation of Standard Solutions

يعرف المحلول القياسي أو العياري Standard Solution بأنه المحلول معلوم التركيز. والطرق المختلفة التي تستعمل للتعبير عن تركيز المحاليل هي كما يلي :

١- المحاليل المئوية: يعبر عن تركيز المادة على أساس أنها تؤخذ وزناً أو حجماً

ثم تذاب في المحلول ويستكمل إلى العلامة "١٠٠" وزناً أو حجماً:

أ) و / و (w/w) مثال: ٣ جم / ١٠٠ جم محلول (٣٪ و / و)

ب) و / ح (v/w) مثال: ٣ جم / ١٠٠ مل محلول (٣٪ و / ح)

ج) ح / ح (v/v) مثال: ٣ مل / ١٠٠ مل محلول (٣٪ ح / ح)

ويعبر عن بعض التراكيز: جزء من المليون (ppm) أو ملجم / كيلوجرام وجزء

من البليون (ppb) أو ميكروجرام / كيلوجرام.

ويتبعها أيضاً التركيز (التخفيف) (٣+١): حجم واحد من الحمض + ٣

أحجام مساوية من الماء.

- ٢- **المحلول المولالي Molal Solution**: عبارة عن الوزن الجزيئي للمادة بالجرامات مذاباً في ١٠٠٠ جم مذيب . أي أنه و/و.
- ٣- **المحلول المولاري Molar Solution**: عبارة عن الوزن الجزيئي للمادة بالجرامات مذاباً في ١٠٠٠ مل محلول أي أنه و/ح.
- ٤- **المحلول العياري Normal Solution**: عبارة عن الوزن المكافئ للمادة بالجرامات مذاباً في ١٠٠٠ مل محلول أي أنه محلول و/ح.
- والنظام الشائع الاستخدام في تحليل الأغذية هو نظام العيارية ولكن المحلول العياري (اع) قليل الاستخدام ؛ بسبب قوة تركيزه ويفضل عليه استخدام محاليل قياسية أقل قوة مثل (ع٠,١) أو (ع٠,٠٥) أو (ع٠,٠١).

(٥,١) المحاليل الحمضية والقاعدية

Acid and Basic Solutions

بينما تستخدم مجموعة مختلفة من المحاليل القياسية بواسطة المحللين الكيميائيين ، يجد العاملون في مجال تحليل الأغذية Food Analysts أن أكثر المحاليل استخداماً عندهم هي المحاليل الحمضية والقاعدية ؛ لأنها تعطي المعيار الحقيقي لقياس حموضة أو قلوية منتجات المواد الغذائية السائلة وما يشابهها.

إن أفضل الطرق لتحضير محلول قياسي هي إذابة وزن معلوم من مادة أولية نقية وتخفيف المحلول لحجم معلوم وبهذه الطريقة يمكن حساب التركيز بدقة متناهية.

ومع هذا فهناك مواد يصعب وزنها بدقة ؛ مثل هيدروكسيد الصوديوم وهيدروكسيد البوتاسيوم ، نظراً لسرعة امتصاصها للرطوبة الجوية زيادة على أن معظم الأحماض المعروفة توجد في شكل سائل وفي مثل هذه الحالات فإن الطريقة العملية لضبط عيارية مثل هذه المواد هي الطريقة غير المباشرة ، حيث يحضر محلول منها بعيارية تقريبية

- وتضبط عياريته بواسطة محلول قياسي أولي Primary Standard معلوم النقاوة. والشروط التي يجب توفرها في المحلول القياسي الأولي هي :
- ١ - سهولة الحصول عليه بدرجة عالية من النقاوة.
 - ٢ - لا يتغير وزنه عند تعرضه للجو أثناء وزنه أو تخزينه.
 - ٣ - أن يكون له وزن مكافئ عالي لتقليل الخطأ في الوزن.
 - ٤ - أن يتفاعل مع المحلول القياسي بالكامل في تفاعل مباشر ومحدد.

الكيمائيات والمحاليل Reagents

- ١ - كلوريد الكالسيوم المجفف أو السليكا (للمجففات).
- ٢ - فثالات البوتاسيوم الحمضية القياسية الأولية.
- ٣ - كربونات الصوديوم القياسية الأولية.
- ٤ - حمض الهيدروكلوريك المركز.
- ٥ - محلول هيدروكسيد الصوديوم المركز (يضاف جزء من الماء المقطر إلى جزء مساوٍ من هيدروكسيد الصوديوم NaOH ويرج حتى تمام الذوبان. يقفل الدورق بقفل مطاطي ويترك جانباً حتى تترسب كربونات الصوديوم في قاع الدورق).
- ٦ - دليل الفينولفثالين (١ جم فينولفثالين مذاباً في ١٠٠ مل كحول ميثيلي).
- ٧ - دليل الميثيل البرتقالي (٠,١ جم مذاباً في ١٠٠ مل ماء مقطر).
- ٨ - ثيوكبريتات الصوديوم المائية ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).
- ٩ - أيودات البوتاسيوم (KIO_3).
- ١٠ - يوديد البوتاسيوم (KI).
- ١١ - نترات الفضة (AgNO_3).
- ١٢ - كلوريد البوتاسيوم (KCl).
- ١٣ - كرومات البوتاسيوم (K_2CrO_4).

(٥, ١, ١) تفاعلات الحموضة / القلوية

الطريقة Procedure

١- تحضير محلول قاعدي قياسي 0.1N NaOH:

الهدف: كيفية تحضير محلول قاعدي معلوم العيارية

١- توضع كمية قليلة (٣-٤ جم) من المادة القياسية الأولية، فثالات البوتاسيوم الحمضية "Potassium Acid Phthalate"، في زجاجة وزن نظيفة ومجففة. تترك الزجاجة التي تحتوي المادة القياسية غير محكمة القفل في فرن تجفيف (١٠٠°م) لمدة ٢٤ ساعة. يحكم بعدها قفل الزجاجة وتنقل إلى مجفف Dessicator لتبرد في درجة حرارة الغرفة.

٢- يحضر حوالي ١,٥ لتر من الماء المقطر الخالي من ثاني أكسيد الكربون CO_2 وذلك بغلي الماء المقطر لمدة ٢٠ دقيقة.

٣- يبرد الماء المقطر الخالي من ثاني أكسيد الكربون بسرعة إلى درجة حرارة الغرفة وينقل ١٠٠٠ مل إلى زجاجة بلاستيك ذات غطاء بقلووز ويحتفظ ببقية الماء لعينات المعايرة.

٤- يحضر محلول مركز من هيدروكسيد الصوديوم بإضافة كمية متساوية من الهيدروكسيدات والماء.

٥- تضاف كمية من محلول هيدروكسيد الصوديوم المركز لتعطي محلول عياريته ٠,١ ع تقريباً، كما هو موضح في الجدول رقم (١) (يلاحظ عدم رج أو نقل طبقة كربونات الصوديوم المترسبة):

الجدول رقم (١). تخفيفات هيدروكسيد الصوديوم المركز.

كمية NaOH (مل) المركز التي تخفف إلى لتر واحد	العبارة التقريبية "N"
١,١ مل	٠,٠٢
٥,٤ مل	٠,١٠
٢٧ مل	٠,٥٠
٥٤ مل	١,٠٠

٦- توزن بدقة كمية من فضلات البوتاسيوم الحمضية المجففة تكفي للتفاعل مع حوالي ٤٠ مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم المراد تحديد عيارته بدقة. تنقل المادة القياسية الأولية بعد وزنها مباشرة إلى دورق مخروطي (٢٥٠ مل) نظيف ومجفف. توزن على الأقل ٤ وزنات من المادة القياسية الأولية وتوضع كل وزنة في دورق مخروطي منفصل. تعاد الكمية المتبقية من المادة القياسية الأولية إلى المجفف.

٧- تنقل ٥٠ مل من الماء المقطر الخالي من الكربونات (انظر الفقرة ٣ السابقة) إلى كل من الدوارق السابقة التي تحوي المادة القياسية الأولية مباشرة قبل بدء المعايرة. يقفل الدورق ويرج بهدوء حتى ذوبان المادة القياسية.

٨- تملأ سحاحة (سعة ٥٠ مل) بمحلول هيدروكسيد الصوديوم. تضاف ٣ نقط من دليل الفينولفثالين إلى الدورق الذي يحوي المادة القياسية الأولية وتعاير مع محلول هيدروكسيد الصوديوم المراد تحديد عيارته بدقة إلى نقطة النهاية End point والمتميز بظهور اللون الوردي (Pink) الناتج والمستمر لمدة ١٥ ثانية بعد الرج (سوف يختفي اللون بعد أن يمتص المحلول ثاني أكسيد الكربون (CO₂) من الهواء).

٩- يسجل حجم محلول هيدروكسيد الصوديوم المطلوب لمعايرة محلول البوتاسيوم الحمضية (إلى ثاني رقم عشري). تكرر عملية التسحيح ثلاث مرات أخرى

ويؤخذ المعدل. وفي حالة أن إحدى القراءات تكون مختلفة كثيراً عن القراءتين الأخريين فإنه يتم حذفها.

١٠- تحسب عيارية محلول هيدروكسيد الصوديوم باستخدام المعادلة:

$$ح \times ع = \frac{\text{وزن فئات البوتاسيوم بالملحجم}}{\text{الوزن المكافئ لفئات البوتاسيوم}}$$

٢- تحضير محلول حمض قياسي - 0.1N HCl:

المهدف: كيفية تحضير محلول حمض معروف العيارية:

١١- يحضر محلول الحمض القياسي بنفس طريقة تحضير المحلول القاعدي القياسي إلا أن المادة القياسية الأولية هنا هي كربونات الصوديوم والتي يجب تجفيفها على درجة حرارة ١٥٠ - ١٦٠°م لمدة ساعتين قبل بدء المعايرة.

١٢- يضاف الحمض المركز إلى الكمية المطلوبة من الماء المقطر وليس ضرورياً هنا أن تغلي الماء المقطر للحمض. والجدول رقم (٢) يعطي كميات تقريبية من حمض HCl (35-37%) والتي تضاف إلى ماء مقطر وتكمل إلى اللتر. الجدول رقم (٢). تخفيفات حمض الـ HCl المركز.

كمية HCl (مل) المركز التي تخفف إلى لتر واحد	العيارية التقريبية "N"
١,٨ مل	ع ٠,٠٢
٨,٩ مل	ع ٠,١٠
٤٤,٥ مل	ع ٠,٥٠
٨٩,٠ مل	ع ١,٠٠

١٣- طريقة المعايرة مشابهة للطريقة المستخدمة في ضبط عيارية هيدروكسيد الصوديوم القياسي. توزن كمية من كربونات الصوديوم المجففة (حوالي ٢٠٠ ملجم) تكفي لمعايرة حوالي ٤٠ مل من الحمض القياسي في دورق سعة ٢٥٠ مل. تذاب

الكربونات في ٤٠ مل ماء مقطر وتضاف ٣ نقط من دليل الميثيل البرتقالي Methyl orange وتجري المعايرة حتى ظهور لون يختلف عن لون محلول مرجع Reference solution (مكون من ٨٠ مل ماء مقطر خالٍ من الـ CO_2 مضافاً إليه ٣-٤ نقط من دليل الميثيل البرتقالي).

١٤- تكرر عملية التسحيح ثلاث مرات أخرى ويؤخذ المعدل. مع ملاحظة أن تكون القراءات متقاربة.

١٥- يجب أن تحفظ المحاليل المحضرة في زجاجات محكمة القفل وعليها بطاقات بالاسم والتاريخ والعيارية؛ لأنها سوف تستخدم في تجارب لاحقة خلال الفصل الدراسي.

(٥, ٢) محاليل الأكسدة والاختزال

Redox Solutions

الهدف: تحضير محلول قياسي من مادة ثيوكبريتات الصوديوم ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ع ٠.١) وضبط عياريته بمادة قياسية أولية وهي أيودات البوتاسيوم KIO_3 :

١- يوزن حوالي ١٢,٥ جم من الثيوكبريتات وتنقل إلى دورق معياري (سعة ٥٠٠ مل) وتذاب في ماء مقطر ويكمل الحجم حتى العلامة ويضاف حوالي ٠,٣ جم من كربونات الصوديوم لحفظ المحلول من الفساد وترسيب بعض المعادن مثل النحاس وتحلل الثيوكبريتات من امتصاص CO_2 من الجو.

٢- توزن كمية مناسبة من اليودات تكفي لمعادلة ٣٠ مل من الثيوكبريتات (حوالي ١٠٠-١٢٠ ملجم) وتنقل إلى دورق مخروطي وتذاب في حوالي ٣٠ مل ماء فقط.

٣- يضاف لمحتوى الدورق المخروطي ٢-٣ جم من يوديد البوتاسيوم KI مع ١٠ مل حمض HCl (٢ع).

- ٤- ينقط بمحلول الثيوكبريتات من السحاحة.
- ٥- عند قرب نقطة النهاية End Point يكون لون المحلول أصفر، يضاف ١ مل من دليل النشا فيظهر اللون الأزرق وتكمل عملية التنقيط حتى يختفي اللون الأزرق.
- ٦- تعاد عملية التنقيط ٣ مرات ويؤخذ المعدل.

(١، ٢، ٥) تفاعلات الترسيب Precipitation Reactions

- المهدف: تحضير محلول قياسي من نترات الفضة $0.1N AgNO_3$ وضبط عياريته بمحلول كلوريد البوتاسيوم القياسي الأولي KCl:
- ١- توزن ٨,٥ جم من نترات الفضة وتنقل إلى دورق معياري نظيف ومجفف (سعة ٥٠٠ مل) وتذاب في ماء مقطر ويكمل الحجم حتى العلامة وبعد تمام الإذابة بالرج ينقل المحلول إلى زجاجة ملونة لتجنب تأثير الضوء على المحلول.
- ٢- توزن كمية مناسبة من المادة القياسية الأولية وهي كلوريد البوتاسيوم تكفي لمعايرة ٣٠ مل من محلول نترات الفضة (٢٠٠ ملجم توزن بالضبط وتنقل إلى دورق مخروطي سعة ٢٥٠ مل).
- ٣- تذاب الوزنة من كلوريد البوتاسيوم في حوالي ٣٠ مل ماء مقطر ثم تضاف ٢-٣ نقط من دليل كرومات البوتاسيوم K_2CrO_4 (محلول مشبع).
- ٤- ينقط بمحلول نترات الفضة من السحاحة حتى ظهور لون أحمر برتقالي ناتج من راسب كرومات الفضة ولا بد من رج المحلول أثناء عملية التنقيط حتى يتكون لون ثابت عند نقطة النهاية.

تقدير الحموضة الكلية وتركيز

أيون الهيدروجين

Total Acidity and Hydrogen Ion Concentration Measurement

إن الحموضة الكلية للمواد الغذائية، والتي يتم تقديرها بواسطة التسحيح، هي الأساس في معرفة مدى مطابقة منتجات بعض الأغذية مثل الخل وعصائر الفاكهة ومنتجات الألبان للتشريعات الغذائية؛ كما أن اختبار الحموضة يستخدم أيضاً في متابعة تطور الحموضة أثناء عمليات التخمير وفي السيطرة على سرعة تكون الجلطنة بين السكر والحمض والبكتين في عمليات إنتاج جلي الفواكه وفي السرعة التي يترسب بها الكازاين من منتجات الحليب.

تقدر حموضة المواد الغذائية بواسطة تركيز، أو بمعنى أدق نشاط، أيونات الهيدروجين المفككة، ويعبر عن تركيز أيون الهيدروجين عادة بمصطلح "الرقم الهيدروجيني (pH) :

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+] = \log \left[\frac{1}{\text{H}} \right]$$

حيث (H^+) = تركيز أيون الهيدروجين بالمولات لكل لتر.

يمكن قياس الرقم الهيدروجيني (pH) للمحلول بواسطة دليل لوني "Colored Indicator" حيث يختلف لون جزيء الدليل في حالة التفكك "dissociation" عنه في حالة الارتباط "Undissociation" وبما أن لتركيز أيون الهيدروجين أثر مباشر على درجة التفكك لبعض الأدلة فيمكن معرفة "الرقم الهيدروجيني" للمحلول من تغير لون الدليل. يفضل قياس الرقم الهيدروجيني في المعمل بواسطة جهاز قياس الرقم الهيدروجيني (pH-Meter) والذي يتكون من جهاز قياس الجهد (Potentiometer) وقطب مرجع "كالومل" وقطب القياس "القطب الزجاجي". ويساوي الرقم الهيدروجيني فرق الجهد الكهربائي بين القطب المرجع والقطب الزجاجي حينما يكون القطبان مغمورين في المحلول المطلوب قياس الرقم الهيدروجيني له.

تحذير: يجب على الطالب الذي سوف يستخدم جهاز قياس الرقم الهيدروجيني مراعاة المحاذير التالية :

- ١- يجب أن تكون نهاية القطب مغمورة تماماً في المحلول المراد قياس الـ pH خاصته.
- ٢- عقب عملية القياس يجب غسل القطبين بالماء المقطر وتجفيفهما بورق ناعم قبل عملية القياس التالية.
- ٣- يجب تحويل مفتاح التحكم إلى وضع الـ Stand by قبل رفع القطبين من المحلول.
- ٤- عند وضع القطبين في المحلول يجب الحرص على عدم لمس أو صدم جسم القطب لجدار الكأس أو قاعه.
- ٥- يجب ترك القطبين مغمورين في محلول الحفظ أو ماء مقطر بعد انتهاء عملية القياس.

معايرة الجهاز لقياس الرقم الهيدروجيني

- ١- بعد وصل الجهاز بالتيار الكهربائي دعه يدفأ لمدة خمس دقائق مع مراعاة أن يكون مفتاح التحكم في وضع الـ Stand by.
- ٢- اضبط مفتاح درجة الحرارة على درجة حرارة الغرفة (أو درجة الحرارة المطلوبة).

- ٣- ضع محلول منظم (Buffer solution) [pH 7.0] في كأس سعة ٥٠ مل. أغسل القطبين بماء مقطر وجففهما بورق ناعم قبل إدخالهما بمحرض في المحلول المنظم. حول مفتاح التحكم إلى وضع الـ pH ودع القطبين في المحلول لمدة دقائق قبل أخذ القراءة.
- ٤- بعد ثبات المؤشر، اضبط بواسطة مفتاح المعايرة، إذا كان ذلك ضرورياً، حتى يقرأ الجهاز "pH 7.0". ارجع مفتاح التحكم إلى وضع الـ Stand by. ارفع القطبين واغسلهما بماء مقطر وجففهما.
- ٥- ضع القطبين في المحلول المنظم الثاني "pH 4.0" وحول مفتاح التحكم إلى وضع الـ pH. إذا لم يثبت المؤشر على pH 4.0 اضبط بواسطة مفتاح التحكم حتى ثبات المؤشر على pH 4.0. أعد قراءة المحلول المنظم pH 7.0 للتأكد بأن الجهاز يعطي القراءة الصحيحة.

ملاحظة: يراعى أن تكون درجة حرارة المحلول المنظم كما هي مدونة على عبوة المحلول المنظم.

قياس الحموضة الكلية للنخل وعصائر الفاكهة والزبادي

الهدف:

- ١- تحدد التشريعات الغذائية بأن لا يقل محتوى الخل من حمض الخليك "Acetic acid" عن ٤ جم لكل ١٠٠ مل خل في درجة حرارة ٢٠°م.

الطريقة:

(أ) انقل بالماصة ٥ مل من عينة الخل إلى كأس سعة ١٥٠ مل أضف ٣ نقط من دليل الفينول فتالين مع وضع قطعة مغناطيسية صغيرة في الكأس. ضع الكأس على مقلب مغناطيسي. اغمر القطبين في محلول الخل. ابدأ بتحريك القطعة المغناطيسية ببطء وبدون أن تلامس جسم القطبين. أضف ماء مقطر لتغطية القطبين إذا لزم الأمر. ضع سحاحة تحوي محلول الصودا الكاوية القياسي (0.1N) فوق الكأس.

(ب) سجل الرقم الهيدروجيني pH الابتدائي لعينة الخل ثم ابدأ بإضافة محلول الصودا القياسي من السحاحة بخذر وتدرج.

(ج) لاحظ قراءة الرقم الهيدروجيني pH بعد كل إضافة للقلوي يجب أن تكون إضافة القلوي بكميات صغيرة (٠,١ - ١ مل) عندما يكون التغير في الـ pH سريعاً والعكس صحيح.

(د) بعد كل إضافة للقلوي، يجب ترك المحلول لبعض الوقت ليتم الخلط ومن ثم يتم تسجيل حجم القلوي من السحاحة والرقم الهيدروجيني المقابل.

(هـ) يجب الاستمرار في عملية التسحيح حتى ظهور اللون الوردي الفاتح. يسجل حجم القلوي من السحاحة والرقم الهيدروجيني عند نقطة النهاية.

(و) اغسل الكأس وقطعة المغناطيس وأعد التجربة السابقة مع سرعة التسحيح لتحصل على قراءة ثانية لحجم القلوي والرقم الهيدروجيني الابتدائي وعند نقطة النهاية.

٢- أعد التجربة باستخدام عصير فاكهة بدلاً من الخل. خذ ١٠ جم من العصير في كأس (سعة ٤٠٠ مل). أضف ٢٤٠ مل ماء مقطر وسحح كما سبق.

٣- أعد التجربة مرة ثالثة باستخدام عينة زبادي. أضف ١٠ مل ماء مقطر إلى ٢٥ جم زبادي وسحح كما سبق.

الحسابات:

$$\frac{\text{حجم القلوي} \times \text{العيارية} \times \text{مليمكافىء الحمض المقدّر} \times 100}{\text{وزن العينة}} = \% \text{ للحموضة}$$

(تقدر الحموضة في عينة الخل كحمض خليك - وفي عينة عصير الفاكهة كحمض ستريك وفي عينة الزبادي كحمض لاكتيك).

تقدير الرطوبة والجوامد الكلية في الأغذية

(٧, ١) مقدمة

يعتبر الماء من أكبر المكونات في معظم الأغذية وخاصة في الخضروات والفواكه. إذا كانت العينة تحتوي على نسبة عالية من المواد السكرية فيفضل استخدام فرن التفريغ (٦٠-٧٠°م و < ١٠٠ ملم زئبق) عند تجفيفها لتجنب تحلل المكونات وهدمها. أما إذا كانت العينة منتجات لحوم أو ما شابهها فيمكن استخدام الفرن العادي (١٠٠-١٠٥°م).
الهدف العام: الهدف من هذه التجربة هو قياس الرطوبة ومقارنة محتوى الرطوبة بالطرق المختلفة.

المعدات والأجهزة

- أطباق معدنية.
- كستبانات.
- ملاعق وزن.
- مواسك.

- مفارم.
- خلطات.
- أفران تفرغ وأفران عادية.
- مجففات وموازين.

(٧، ٢) فرن تحت التفريغ: (الحبوب، منتجات الحليب، الفواكه والخضراوات)

مقدمة

العينة تسخن في فرن تحت التفريغ للتخلص من الماء والفقد في الوزن يستخدم لحساب كمية الرطوبة في العينة.

المهدف: قياس محتوى الرطوبة باستخدام فرن تحت التفريغ.

المواد

- أطباق.
- مجفف.
- ميزان.
- فرن تحت التفريغ.

الطريقة (يجب عمل ثلاث مكررات للعينة الواحدة):

- ١- تجفف الأطباق المعدنية الفارغة على درجة حرارة ٩٨-١٠٠°م لمدة ٣٠ دقيقة، ثم تبرد في المجفف ثم توزن.
- ٢- ترجع الأطباق للفرن لمدة ٣٠ دقيقة أخرى وتبرد ثم توزن. إذا لم يكن الوزن في الخطوة (١) والخطوة (٢) متطابقاً يجب إعادة عملية التجفيف والتبريد والوزن حتى تتطابق وزنتان متتاليتان (وزن الطبق وهو فارغ).

٣- يوزن بدقة حوالي ٣ جم من العينة في كل طبق (وزن الطبق + وزن العينة).

٤- توضع الأطباق مع العينة في فرن التفريغ وتجفف على درجة ٦٠-٧٠°م وتفرغ > ١٠٠ مل زئبق لمدة ١٦ ساعة.

٥- تنقل الأطباق إلى المجفف Dessicator وتترك لتبرد.

٦- يوزن الطبق مع العينة الجافة (وزن الطبق + وزن العينة الجافة) ثم يعاد التجفيف إلى ثبات الوزن.

٧- يحسب الفرق في الوزن (انظر طريقة الحسابات في المثال المرفق).

٨- تحفظ العينات الجافة لعمل التقديرات الأخرى مثل الدهن والبروتين والكربوهيدرات.

الحسابات

تحسب الرطوبة على أساس (وزن/وزن)

العينة	عدد مرات التحليل	وزن الطبق (جم)	وزن الطبق + العينة الرطبة (جم)	وزن الطبق + العينة الجافة (جم)	% الرطوبة
	١				
	٢				
	٣				

(٧,٣) التجفيف في الفرن العادي (اللحوم ومنتجاتها)

مقدمة

تسخن العينة تحت ظروف معينة والفقد بالوزن يستخدم لحساب محتوى الرطوبة في العينة.

الهدف: تقدير الرطوبة في فرن التجفيف.

المواد

- عينات التحليل
- أطباق
- مجفف
- ملاعق
- فرن
- ميزان

الطريقة (ثلاث مكررات لكل عينة):

- ١- تجفف الأطباق المعدنية على ٩٨-١٠٠°م لمدة ٣٠ دقيقة، تبرد في المجفف ثم توزن.
- ٢- تعاد الأطباق إلى الفرن وتجفف لمدة ٣٠ دقيقة أخرى ثم تبرد وتوزن. إذا لم يكن الوزن متطابقاً في الخطوة (١) والخطوة (٢) تعاد عملية التجفيف والتبريد والوزن حتى تتطابق وزنتان متتاليتين (وزن الطبق فارغاً).
- ٣- توزن حوالي ٣ جم من العينة في كل طبق (وزن الطبق + وزن العينة).
- ٤- توضع الأطباق في فرن (١٠٠-١٠٥°م) لمدة ١٦-١٨ ساعة (أو ٦ ساعات على درجة ١٢٥°م، إذا كان الفرن مزوداً بتيار هواء مضغوط).
- ٥- تنقل الأطباق إلى المجفف لتبرد وتوزن (وزن الطبق + وزن العينة الجافة).
- ٦- تعاد الأطباق للفرن وتجفف لمدة ساعة واحدة أخرى.
- ٧- تنقل الأطباق للمجفف وتبرد وتوزن.
- ٨- تكرر عملية التجفيف والتبريد والوزن حتى يكون الفرق بين وزنتين متتاليتين أقل من ٣ ملجم.
- ٩- تحسب نسبة الرطوبة وتحفظ العينات الجافة لعمل التقديرات الأخرى.

النتائج

احسب نسبة الرطوبة على أساس (وزن/وزن)

$$\% \text{الرطوبة} = \frac{\text{وزن الماء في العينة}}{\text{وزن العينة الرطبة}} \times 100$$

$$\% \text{الرطوبة} = \frac{(\text{وزن العينة الرطبة} + \text{الطبق}) - (\text{وزن العينة الجافة} + \text{الطبق})}{(\text{وزن العينة الرطبة} + \text{الطبق}) - (\text{وزن الطبق})}$$

(٧, ٤) التجفيف في الكستبان

المهدف: تقدير الرطوبة باستخدام الكستبان

الطريقة

- ١- يجفف الكستبان مع كأس صغير على درجة حرارة ٩٨-١٠٠°م ويبرد في المجفف.
- ٢- يوزن الكأس + الكستبان.
- ٣- توضع العينة في الكستبان ويعاد الوزن لمعرفة وزن العينة + الكأس + الكستبان.
- ٤- توضع العينات مع الكاسات في فرن (١٠٠-١٠٥°م) لمدة ١٠ ساعات على النحو التالي:
- أ) بعد ساعتين من بداية التجفيف ينقل الكستبان مع الكأس إلى المجفف وتبرد لمدة ١٥ دقيقة ثم توزن (وزن العينة + الكستبان + الكأس).
- ب) تعاد العينة مع الكأس مرة أخرى إلى الفرن وتجفف لمدة ساعتين.
- ج) تنقل العينة في الكستبان مع الكأس إلى المجفف وتبرد وتوزن.

د) تكرر عملية التجفيف والتبريد والوزن ثلاث مرات أخرى أو حتى يثبت الوزن.

هـ) تحسب نسبة الفاقد في الوزن ويرسم منحني قياسي بنسبة الفاقد في الوزن والزمن بالساعات ، ومن ثم تحسب نسبة الرطوبة.

$$(٧,٥) \text{ نسبة الجوامد الكلية} = ١٠٠ - \text{نسبة الرطوبة}$$

الحسابات

مثال لتجفيف الأطباق :

1- weight = وزن

2- dish = طبق

3- sample = عينة

4- moisture = رطوبة

5- grams lost = الفاقد في الوزن بالجرامات

الاحتياجات المطلوبة

١- وزن الطبق.

٢- وزن الطبق + العينة.

٣- وزن الطبق + العينة الجافة

الحسابات

الفاقد في الوزن بالجرامات

$$\frac{\text{الفاقد في الوزن بالجرامات}}{\text{وزن العينة بالجرام}} = \% \text{ الرطوبة}$$

وزن الطبق A : ١٢,٥٦١٩ جم

وزن الطبق B : ١٢,٧١٩٩ جم

وزن الطبق C : ١٢,٨٥٦٢ جم

وزن الطبق A + العينة : ١٤,٥٦٣٠ جم

وزن الطبق B + العينة : ١٤,٧١٩٠ جم

وزن الطبق C + العينة : ١٤,٩٦٦٣ جم

وزن العينة الطبق A : ١٤,٥٦٣٠ - ١٢,٥٦١٩ = ٢,٠٠١١ جم

وزن العينة الطبق B : ١٤,٧١٩٠ - ١٢,٧١٩٩ = ١,٩٩٩١ جم

وزن العينة الطبق C : ١٤,٩٦٦٣ - ١٢,٨٥٦٢ = ٢,١١٠١ جم

بعد التجفيف After drying

وزن الطبق A + العينة الجافة : ١٤,٤٣٧٧ جم

وزن الطبق B + العينة الجافة : ١٤,٥٨٤٢ جم

وزن الطبق C + العينة الجافة : ١٤,٨٢٨٧ جم

وزن الفاقد في العينة A : ١٤,٥٦٣٠ - ١٤,٤٣٧٧ = ٠,١٢٥٣ جم

وزن الفاقد في العينة B : ١٤,٧١٩٠ - ١٤,٥٨٤٢ = ٠,١٣٤٨ جم

وزن الفاقد في العينة C : ١٤,٩٦٦٣ - ١٤,٨٢٨٧ = ٠,١٣٧٦ جم

$$\% \text{نسبة الرطوبة في العينة A} = \frac{١٠٠ \times ٠,١٢٥٣}{٢,٠٠١١} = ٦,٢٦\%$$

$$\% \text{نسبة الرطوبة في العينة B} = \frac{١٠٠ \times ٠,١٣٤٨}{١,٩٩٩١} = ٦,٧٤\%$$

$$\% \text{نسبة الرطوبة في العينة C} = \frac{100 \times 0.1376}{2.1101} = 6.52\%$$

$$\% \text{المتوسط} = \frac{6.52 + 6.74 + 6.26}{3} = 6.51\%$$

$$\sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{0.1155}{2}} \quad \sqrt{\text{(SD) الانحراف المعياري}}$$

معامل الاختلاف (CV) Coefficient of Variation :

$$CV = \frac{SD}{\text{Mean (x)}} \times 100\%$$

أو

$$CV = \frac{0.240}{6.51} \times 100\% = 3.69\%$$

عموماً في هذا الدرس العملي كان معامل الاختلاف أقل من ٥٪ يعتبر في هذه الحالة أن النتائج جيدة جداً ونتائج تحليل الرطوبة في المثال السابق مقبولة حيث إن معامل الاختلاف منخفض.

(٧,٦) التجفيف باستخدام فرن الميكروويف

مقدمة

تعتبر طريقة سريعة لتقدير المحتوى الرطوبي حيث تبخر جزيئات الماء لامتصاصها طاقة الميكروويف والتي تجعلها نشطة حرارياً وتتميز بأنها بسيطة وسريعة التنفيذ.

الهدف: قياس الرطوبة باستخدام فرن الميكروويف.

الأجهزة

- وسادة ورقية (Paper Pads)

- أنبوبة باستر

- فرن ميكروويف.

الطريقة (يجب عمل ثلاث مكررات للعينة الواحدة)

اتبع الطريقة الموجودة في الكتيب المرفق بالميكروويف بالنسبة لتالي :

- تشغيل الجهاز وتسخينه.

- ضبط العمليات مثل الوقت ، الطاقة ...

- اختبار العينة.

- الحصول على النتائج.

النتائج والحسابات

نوع العينة	تكرار العينة	% الرطوبة
	١	
	٢	
	٣	

(٧,٧) استخدام جهاز الرطوبة السريع

Rapid Moisture Analyzer

مقدمة

توضع العينة في ميزان رقمي ثم تسخن تحت تحكم في درجة حرارة عالية ويقيس الجهاز أوتوماتيكياً الفقد في الوزن ثم يحسب نسبة الرطوبة والمواد المصلبة وتستخدم في أكثر الحبوب ومنتجاتها.

المهدف: قياس الرطوبة باستخدام جهاز الرطوبة السريع.

الأجهزة والمواد

- عينات غذائية.
- ملاعق.
- جهاز قياس الرطوبة السريع Rapid moisture analyzer.

الطريقة

اتباع الطريقة الموجودة في كتيب الجهاز لقياس الرطوبة بالطريقة السريعة بالنسبة لما يلي:

- فتح الجهاز والتسخين.
- اختيار مواد الاختبار.
- جهاز وزن الفراغ (Taring instrument).
- اختبار العينات.
- الحصول على النتائج.

النتائج والحسابات

المتوسط	نسبة الرطوبة			العينة
	٣	٢	١	١ - العينة (X)

(٧,٨) تقدير الرطوبة بالتقطير مع التولوين

Moisture by Toluene Distillation

مقدمة

يمكن تقدير رطوبة المواد الغذائية بالتقطير المباشر للماء. يتم فصل الماء عن المادة الغذائية وتقاس كميتها. والطريقة الشائعة الاستعمال هي التقطير مع مذيب لا يمتزج بالماء Immiscible solvent مثل التولوين.

الهدف: قياس نسبة الرطوبة باستخدام التقطير بالتولوين.

المواد والأجهزة

- تولوين.
- ميزان حساس.
- زجاج تقطير.
- دورق دائري ٢٥٠ مل أو ٢٠٠ مل مع T.S,24/40 joint.
- مكثف مع T.S,24/40 joint.
- سلك رفيع ينتهي طرفه بقطعة من المطاط - مجمع بقايا السائل العالق.
- مصدر حراري مع مفتاح تحكم بالحرارة (لا يُستخدم لهب عادي).

الطريقة

- [ملحوظة قبل البدء في التحليل من المهم جداً التأكد من أن المكثف وأنبوبة التجميع ودورق التقطير جميعها نظيفة ومجففة جيداً].
- ١- تخلط المادة جيداً ثم يؤخذ منها عينة وتفرم ثلاث مرات مع مزج العينة ببعضها بعد كل مرة.
 - ٢- يوزن بعد ذلك ٢٥ جم من العينة مع مراعاة دقة الوزن إلى ٠.١ من الجرام وتفرش على سطح ورقة ترشيح ثم تشكل على هيئة أسطوانة رفيعة وتقطع إلى أجزاء لا يزيد طول كل منها عن ١ سم بواسطة مقص، ويفضل إجراء ذلك فوق فوهة الدورق مباشرة.
 - ٣- يضاف ٢٠٠ مل من التولوين إلى محتويات الدورق وتثبت أجزاء الجهاز إلى بعضها مع استخدام صمامات من المطاط؛ منعاً لتسرب الأبخرة للخارج.

٤- يمرر تيار من الماء البارد بسرعة كبيرة في المكثف ثم يسخن بعد ذلك لدرجة الغليان (١١٤°م) ثم يترك التولوين ليغلي لمدة نصف ساعة بالضبط من بداية الغليان مع حفظ درجة الحرارة ثابتة خلال فترة الغليان.

٥- يوقف التسخين ويترك الجهاز ليبرد عدة دقائق حتى يتجمع السائل المتكثف داخل أنبوبة التجميع، وتسمح الجدران الداخلية لأنبوبة المكثف بسلك رفيع ينتهي طرفه بقطعة صغيرة من المطاط حتى يتم جمع بقايا السائل العالق بها.

٦- يقرأ حجم الماء المتكثف تحت سطح انفصال السائلين المتكثفين (الماء والتولوين) بواسطة التدريج المبين على مجمع التقطير.

نسبة الرطوبة = حجم الماء (مل) / وزن العينة (جرام) $\times 100$

تحذير: كن حذراً مع التولوين! لا تقربه من اللهب المفتوح، لسرعة اشتعاله، ولا تستنشق أبخرته؛ لأنها سامة.

ملاحظات

١- الدورق، المكثف، أنبوبة التجميع يجب أن تكون نظيفة وجافة (يجب أن تنظف الأجهزة باستخدام Potassium dichromate-sulfuric Acid، ثم ينزع بالماء ثم محلول هيدروكسيد بوتاسيوم 0.05N ثم يغسل بالكحول ويترك لمدة ١٠ دقائق ليجف) هذه الطريقة سوف تقلل من التصاق الماء بسطح المكثف.

٢- استخدام عينة تصحيح blank للتولوين يجب أن تستخدم بإضافة ٢-٣ مل ماء مقطر إلى ١٠٠ مل تولوين في دورق التقطير ثم تتبع طريقة التولوين السابقة.

(٧,٩) تقدير محتوى الرطوبة (طريقة كارل فيشر)

Karl Fisher Method

مقدمة

عندما تسحح العينة مع محلول كارل فيشر والذي يحتوي على اليود وثاني أكسيد الكبريت فإن اليود يختزل بثاني أكسيد الكبريت في وجود الماء من العينة، ويتفاعل الماء مع محلول كارل فيشر حجم محلول (KF) والذي يحتاج إلى الوصول إلى نقطة النهاية من المعايرة له علاقة مباشرة في كمية الماء في العينة. الهدف: قياس الرطوبة باستخدام طريقة كارل فيشر.

الكواشف والمواد

- ميثانول لامائي.
- ميثوكسي ايثانول.
- بيردين.
- كاشف كارل فيشر.
- طرطرات الصوديوم اللامائية (١ جرام يخفف عند ١٥٠°م لمدة ساعتين).

الأجهزة

- ميزان حساس
- فرن تجفيف
- وحدة كارل فيشر.

الطريقة

الطريقة المعطاة للطريقة غير أوتوماتيكية ولثلاث مكررات.

إعدادات الوحدة

- جهاز أدوات التقطير واتبع طريقة المصنع وهي تحوي:

سحاحة - إناء معايرة - مُقلب مغناطيس كهربائي ، أوعية معايرة وتفاعلات ، الكترودات.

ملاحظة

- أوعية التفاعل / المعايرة لأجهزة وحدة كارل فيشر (مع محلول الميثانول الجاف) يجب أن يُبدل بعد التحليل لعدة مرات .
- سخن بمحذر فالجهاز قابل للكسر.

• لمنع التلوث من رطوبة الجو يجب غلق جميع الفتحات بأنابيب جافة.

ضبط ومعايرة محلول كارل فيشر

كاشف كارل فيشر يعاير لقياس مكافئ الرطوبة ، عادة يحتاج أن يعاير مرة في اليوم عندما تتغير محاليل كارل فيشر.

١- يركب الجهاز ويتم إضافة ٥٠ مل من الميثانول اللامائي بواسطة محقن إلى إناء المعايرة خلال قمة التغذية.

٢- تُشغل مُقلبة المغناطيس الكهربائي ؛ وذلك لإحداث التفاعل لآثار الماء الموجود في الميثانول.

٣- أزل أي غطاء من الأنابيب الجافة ثم أدر مفتاح السحاحة إلى الوضع الممتلئ ، اغلق المفتاح عندما يصل محلول كارل فيشر إلى الحجم المطلوب (عند ١٠٠٠ مل) في السحاحة.

٤- سحح الماء في محلول (الميثانول اللامائي) بإضافة كمية مناسبة من كاشف كارل فيشر حتى يتغير لون المحلول من شفاف أو أصفر إلى اللون البني الغامق وهذه تُعرف بنقطة النهاية لكاشف كارل فيشر. لاحظ الحجم للكاشف المستعمل ، ثم اترك المحلول حتى يثبت على الأقل لمدة دقيقة قبل العملية القادمة.

- ٥- زن لأقرب ملجرام (حوالي ٣ جرام) من طرطرات الصوديوم اللامائية والتي سبق وأن جففت عند ١٥٠°م لمدة ساعتين.
- ٦- املاً السحاحة بكاشف كارل فيشر وعابير الماء في عينة طرطرات الصوديوم اللامائية كما في (٤)، سجل الحجم (مل) من كاشف كارل فيشر المستخدم.
- ٧- احسب ماء كارل فيشر (الرطوبة) ويعبر عن مكافئ الماء لكاشف كارل فيشر بالمليجرامات من الماء لكل مليلتر من الكاشف.

$$KEReq = \frac{36g/mol \times S \times 1,000}{230.089/mol \times A}$$

S = وزن طرطرات الصوديوم (بالجرام).

A = الحجم بالمليلتر من كاشف كارل فيشر المستعمل في معايرة طرطرات الصوديوم اللامائية.

معايرة العينة

١- تحضر العينة من المنتج المراد تحليله وتوضع في إناء المعايرة كالتالي:

إذا كانت العينة على هيئة مسحوق:

أ) استخدام ميزان لوزن حوالي ٣ جرام من العينة، وسجل الوزن الحقيقي لأقرب ملجرام.

ب) ارفع عداد التوصيل Conductance meter من وعاء التفاعل من خلال فتحة التغذية (استخدم دورق ترشيح توضع على شكل قمع في فتحة التغذية وأضف العينة من خلال القمع إلى وعاء التفاعل).

ج) ارجع عداد التوصيل إلى الوعاء. لون المحلول في الوعاء من المفترض أن يتحول إلى الأصفر الفاتح والجهاز سيسجل القراءة لكاشف كارل فيشر.

إذا كانت العينة على هيئة سائلة :

أ) استخدام ١ مل محقنة Syringe لسحب حوالي ١ مل من العينة، ثم زن العينة مع المحقن وسجل الوزن الحقيقي (S1) لأقرب ملجرام.

ب) احقن ١-٢ نقطة من العينة إلى وعاء التفاعل من خلال فتحة العينة ثم زن المحقن مرة أخرى (S0) إلى أقرب ملجرام.

ج) وزن العينة S هو الفرق في الوزن : $S = S1 - S0$.

د) ضع السدادة في فتحة العينة في وعاء التفاعل. لون المحلول في الوعاء من المفترض أن يتحول إلى اللون الأصفر والعداد والجهاز سيسجل القراءة في منطقة كارل فيشر.

٢- املاً السحاحة وعاير الماء في العينة كما في الفقرة (٤) من ثانياً سجل حجم (مل) من كاشف كارل فيشر المستخدم.

٣- لمعايرة عينة أخرى أعد الفقرة من ٥-٧ (ثانياً) مع عينة جديدة ، وعند استخدام عدة عينات فإنه لابد من استخدام ميثانول جديد في وعاء تفاعل نظيف. سجل الحجم (مل) من كاشف كارل فيشر المستخدم في المعايرة.

الحسابات

تحسب الرطوبة في العينة كالتالي :

$$\%H_2O = \frac{KFReq \times Ks}{S} \times 100$$

حيث إن :

$KFReq$ = مكافئ الماء من كاشف كارل فيشر (ملجرام)/ماء/مل

Ks = مل من كاشف كارل فيشر مستخدم لمعايرة العينة.

S = وزن العينة (ملجرام).