الباب الأولى

تحاليل الزيوت والدهون

obeikandl.com

obeikandl.com

" بسم الله الرحمن الرحيم "

الباب الأول

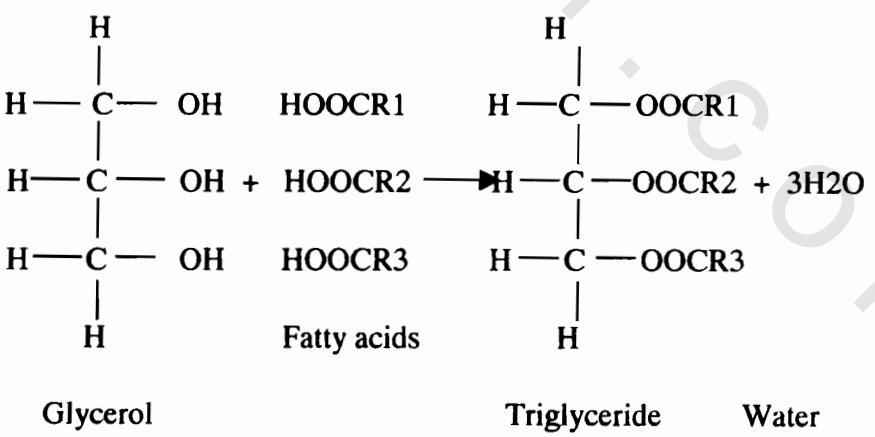
تحاليل الزيوت والدهون

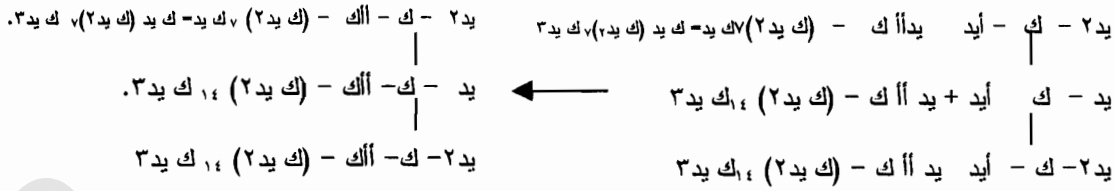
الحمد لله رب العالمين والصلاة والسلام على أشرف المرسلين سيدنا محمد وعلى آله وصحبه أجمعين بتوفيق من الله أبدأ هذا الكتاب بباب تحاليل الزيوت والدهون وأستهله بالتعرف على تركيب الزيوت والدهون.

تركيب الزيوت والدهون

الجليسريدات

الزيوت والدهون مواد من أصل نباتى أو حيوانى، وهى تعتبر أسترات للكحول الثلاثى الأيدرات المسمى بالجليسيرول مع الأحماض الدهنية ويطلق على هذه الأسترات اسم الجليسيريدات. وعموما تطلق كلمة دهن fat على مركباتها الصلبة أوشبه الصلبة على درجات الحرارة العادية، بينما تطلق كلمة oil على المواد السائلة تحت نفس الظروف، ولذلك لايوجد حد فاصل بين الكلمتين إلا فى حالة التفرقة بين المواد السائلة أو الصلبة الدهنية.





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

[جزىء حامض أولييك]

+ [٢جزىء حامض بالمتيك]

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

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

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

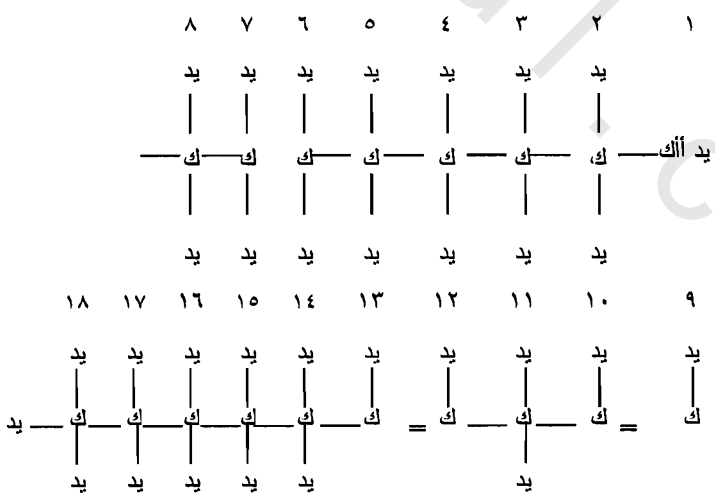
الأحماض الدهنية

ويبلغ الوزن الجزيئى لجزىء الجليسيرول فـــى ثلاثـــى الجليســـيريد٤١ ويختلف وزن الجزىء الباقى من الجزىء المكون من الأحمـــاض الدهنيـــة بإختلاف الزيوت فيـــتراوح بيـــن ٦٥٠ إلـــى ٩٧٠، أى تبلـــغ نســـبة وزن الأحماض الدهنية فى الجليسيريد من ٩٤إلى ٩٦% مـــن الـــوزن الجزيئـــى للجليسيريد.

يد|
يد ـــ ك| ـــ أأك حامض دهنى١
يد ـــ ك| ـــ أأك حامض دهنى٢
يد ـــ ك| ـــ أأك حامض دهنى٣
يد|

ونظرا لأن الأحماض الدهنية هى الجزء النشط بجانب أنها تكون معظم وزن الجليسيريد فإنها تؤثر على صفات الجليسيريدات، ويمكن فهم خواص الدهون والزيوت من دراسة الأحماض الدهنية الموجودة التى تدخـــل فـــى تركيبـــها والأحماض الدهنية الموجودة فى الطبيعة عموما مركبات أليفاتيـــة أحاديـــة القاعدية تحتوى بدون استثناء على مجموعة كربونيل (ك =١) توجـــد فـــى نهاية السلسلة الأيدروكربونية غير المتفرعة. والحامض الذى يشذ عن ذلـــك هو حامض الأيسوفاليرك. والأحماض الدهنية الموجودة فى الطبيعة تحتـــوى على عدد زوجى من ذرات الكربون وتختلف هذه الأحماض عن بعضها فـــى عدد ذرات الكربون فى سلاسلها وفى عدد ومواقع الروابط المزدوجة بينـــها وتضع تسمية جنيف Geneve non enclature الأسس ليدل اسم الحامض على تركيبه الكيمياوى وتبعا لذلك فإن عدد ذرات الكربون يمكن الدلالـــة عليـــه بواسطة مقدم كلمة يونانى Greek Prefix فمثلا الأحماض التى تحتوى علـــى١٢

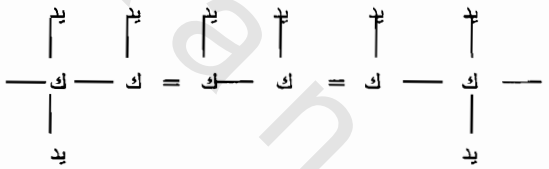
١٤، ١٦ ، ١٨ ذرة كربون تأخذ مقدمات الكلمات الآتية Dodec للعدد١٢،Tetradec للعدد١٤Hexalec للعدد ١٦، Octadec للعدد١٨، ويمكن معرفة أن الأحماض الدهنية مشبعة بواسطة وضع المقطع anoic فى نهاية الإسم أما بالنسبة للأحماض الغير مشبعة فيوضع المقطع enoic فى نهاية الإسم ويسمى حامض البالمتيك تبعا لذلك باسم حامض هكساديسانويك Hexadecanoic acid كما يمكن معرفة عدد الروابط المزدوجة فى الأحماض الدهنية بواسطة مقطع يوضع قبل الإسم فيصبح حامض اللينولييك Linoleic acid وبه رابطتان مزدوجتان باسم dienoic acid بينما يصبح حامض الينوليك Linoleic acid وبه ثلاث روابط مزدوجة Trienoic acid ويستدل على موضع الرابطة المزدوجة بكتابة رقمى ذرتى الكربون التى تقع بينهما الرابطة المزدوجة. أو تكتب أرقام ذرات الكربون التى تسبق الروابط المزدوجة وعند ترقيم ذرات الكربون تعتبر ذرة الكربون فى مجموعة الكربوكسيل هى ذرة الكربون رقم واحد ثم ترقم ذرات الكربون المسلسلة بعد ذلك بالترتيب.



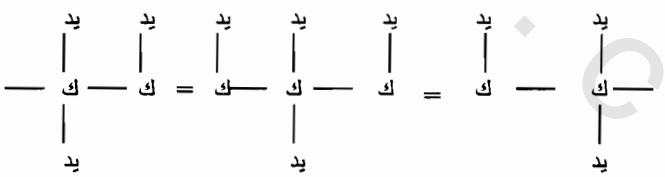
٩ : ١٠ ، ١٢: ١٣ حامض أكتاديسادايناويك (لينولييك) .

9 : 10 . 12 : 13 octa deca dienoic حـــامض أوكتاديســـــادايناويك (لينولييك)

والأحماض الدهنية التى تحتوى على أكثر من رابطتين مزدوجتين ويطلـــق عليها اسم nonconjugated تكون فيها الروابط المزدوجة فى سلسلة الكربـون منفصلة بواسطة رابطتين أحاديتين على الأقل، وهذه تفترق عن الأحمـــاض ال conjugated التى تتبادل فيها الروابط المزدوجـــة الأحاديـــة بيـــن ذرات كربون معينة.



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



سلسلة حامض دهنى noncoujngated (الروابط المزدوجة منفصلة بواســطة رابطتين أحاديتين).

ويقدر نشاط الحامض غير المشبع بموضع وعدد الروابط المزدوجة فوجـــود رابطتين مزدوجتين تفصلهما مجموعة مثيلين واحد (ك يد٢) يسبب نشـــاطا

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

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

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

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

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

وتنقسم الأحماض إلى مجموعتين:-

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

ك ن يد$_{٢ن}$ أ$_{٢}$

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

ك ن يد$_{٢ن}$ ـ٢أ$_{٢}$

أما مجموعة الأحماض الدهنية غير المشبعة التى تحتوى على رابطتين مزدوجتين فتسمى بمجموعة اللينوليك ورمزها العام:

ك ن يد $_{٢ن}$ ـ٤أ$_{٢}$

أما المجموعة الأحماض الدهنية غير المشبعة التى تحتوى على ثلاث روابط مزدوجة فتسمى الليولينيك ورمزها العام:

ك ن يد$_{٢ن}$ ـ٦ أ$_{٢}$

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

كربون أيضاً) يوجد فى حالة سائلة ودرجة انصهاره ١٤م. وهذه الصفات تنتقل إلى الجليسيريدات المناظره والدهون فى الطبيعة تجمع بين جليسيريدات مشبعة وغير مشبعة، وتتفاوت نسب كل منها فى الدهون فتؤثر على صفاته العامه. فالدهون الصلبة هى التى تحتوى على نسبة عالية من الجليسيريدات المشبعة ونسبة منخفضة من غير المشبعة. أما الدهون اللينه أو الزيت فتحتوى على نسبة عالية من الجليسيريدات غير المشبعة وتحتوى الدهون والزيوت الخام على مواد ضئيلة أخرى غير الجليسيريدات قد تزال تماما خلال عملية التكرير وبذلك تختفى من المنتج النهائى.

الصفات الطبيعية للدهون والأحماض الدهنية:

١- الصفات الزيتية واللزوجة oiliness & Viscosity.

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

٢-التوتر السطحى Surface Tension:

يزداد التوتر السطحى للأحماض الدهنية بزيادة طول السلسلة ويبلغ التوتر السطحى على درجة ٧٠م للأحماض التى عدد ذرات الكربون لها ك٤

ك٦ = ٢٢,٣، ك٨ = ٢٣,٤، ك١٠ = ٢٣,٧، ك١٢ = ٢٥,٢

ك١٤ = ٢٦,٦، ك١٦ = ٢٧,٦، ك١٨ = ٢٨,٢، ٢٨,٩= داين /سم

كما يقل التوتر السطحى بزيادة درجة الحرارة.

٣-الكثافة والتمدد Density & Expansibility.

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

٤-درجة الإنصهار Melting Point.

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

٥-درجات التدخين والإشتعال والإحتراق Smoke ,Flash and fire point

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

أحماض دهنية منفردة ١٠٠% إلى ٤٥٠ف إذا كانت نسبة الأحماض المنفردة بها ٠,٠١% وتختلف درجة الإشتعال لهذين الزيتين من ٣٨٠ إلـــى ٦٥٠ف كما تختلف درجة الإحتراق من ٤٣٠- ٦٨٥ف والزيوت المحتويـــة علـــى أحماض دهنية ذات أوزان جزيئية صغـــيرة تنخفـض درجـات تدخينـها واشتعالها واحتراقها مثل أحماض زيت جوز الهند.

٦-الذوبان والإمتزاج Solubility and miscibility.

تمتزج الدهون والأحماض الدهنية على درجات حرارة أعلى من انصـــهارها مع مجموعة مختلفة من الأيدروكربونات و الأسترات والكيتونات بينما يتميز حامض ريسينولييك فى زيت الخـــروع والـــذى يحتـــوى علـــى مجموعـــة أيدروكسيل حره بإمتزاجه بالمذيبات العضوية مثـــل الأيدروكربونـــات ذات السلسلة المستقيمة امتزاجا غير تام على درجات الحراره العادية ولكن يزداد امتزاجه كلما ارتفعت درجة الحراره.

٧-الصفات الضوئية Optical properties.

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

" أهم الزيوت المستخدمة فى الغذاء"

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

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

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

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

٥-**استيارين النخيل.**

٦-أولين النخيل وهناك خلطات بنسب متفاوتة قد تم خلطها للوصول إلى درجات انصهار متباينة تستخدم فى صناعة المسلى والشورتنج وذلك من استيارين النخيل وأولين النخيل وكذلك استيارين النخيل وزيت النخيل وقد تم توقيع هذه الخلطات على منحنى رقم١ ،رقم٢.

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

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

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

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

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

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

١-يلاحظ أن درجة انصهاراستيارين النخيل المستخدم٥٣ م في المنحنى رقم (١)

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

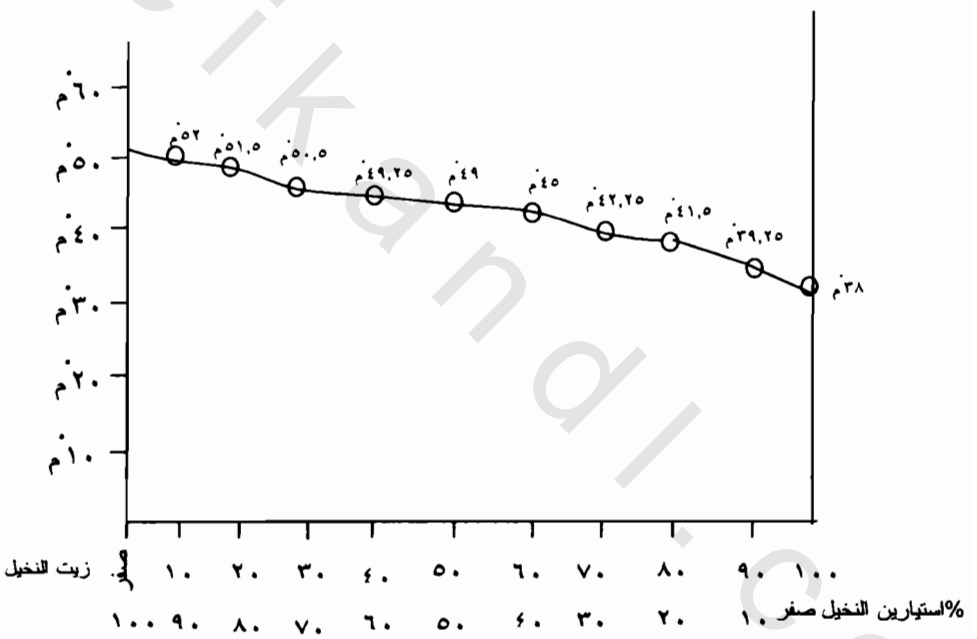
٣- العينات مجففة قبل العمل ودرجة الحرارة عند سحب العينة المخلوطة تزيد ١٠ درجات عن درجة الانصهار المتوقعة .

نسب الخلط ودرجة الانصهار :

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

نسبه الخلطات المتباينه من زيت النخيل واستيارين النخيل

من ١٠ الى ٩٠ % والعكس



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

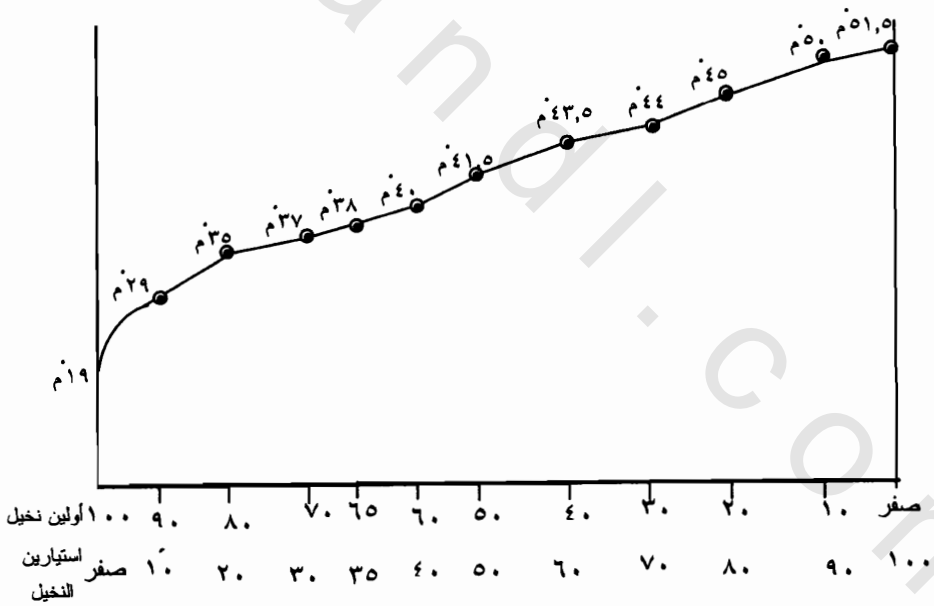
٢-يلاحظ أن درجة انصهار زيت النخيل المستخدم ٣٨,.. م .

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

منحنى رقم ٢

خليط مكون من استيارين نخيل سيولة ٥١,٥ م

وأولين نخيل سيولة ١٩ م



نسب الخلط ودرجات الانصهار

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

رقم الحموضة

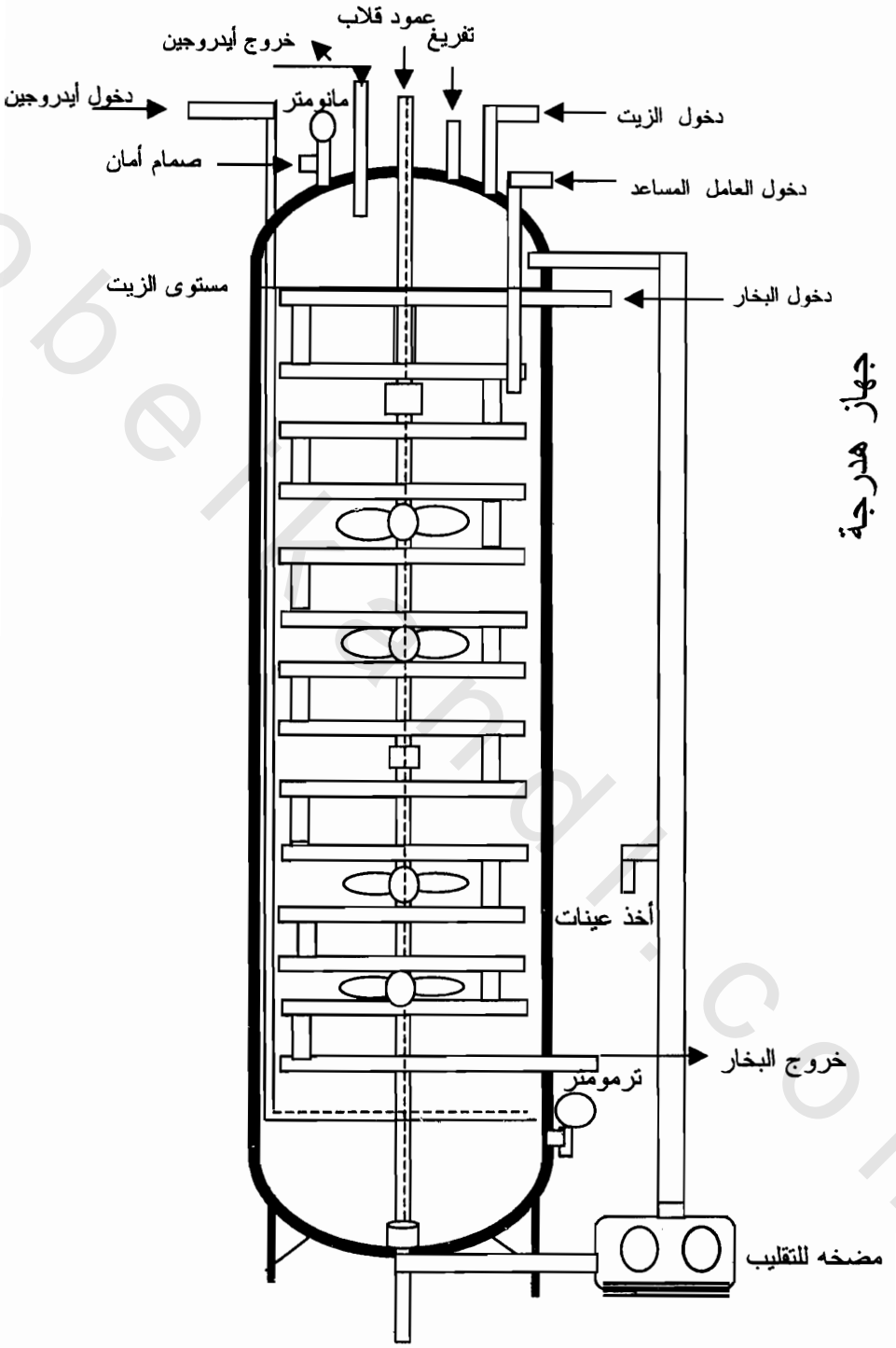
هو عدد المليجرامات من أيدروكسيد البوتاسيوم، المستهلك فى معادلة الأحماض الدهنية فى وزن معين من الزيت أو الدهن (١ جرام دهن):

الطريقة:

تجرى نفس الخطوات المتبعة فى تقدير النسبة المئوية للحموضة.

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

obeikandl.com



obeikandl.com

٢- رقم التصبن

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

الطريقة:

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

إذا كان رقم التصبن للزيوت والدهون من ١٩٠ -٢١٠ أوزن ٣,٥جم.

من ٢١٠ -٢٣٠ أوزن ٣,١جم.

من ٢٣٠ -٢٥٠ أوزن ٢,٩جم.

من ٢٥٠ -٢٧٠ أوزن ٢,٧جم.

من ٢٧٠ -٢٩٠ أوزن ٢,٥جم.

وفى جميع الحالات يجب أن تأخذ العينة ٤٥- ٥٥% مما يأخذه البلانك ويجب ألا يقل مطلقا عن ٤٥% من محلول يد كل $\frac{١}{٢}$ع .

٢-بعد وزن العينة حسب النظام السابق أضف ١٠سم كحول ايثايل ساخن ثم أضف ٥٠سم محلول بوتاسا كحولية $\frac{١}{٢}$ عيارى وغطى مباشرة ثم اغلى لمدة ساعة يلاحظ بعد انتهاء المدة أن يكون المحلول النهائى رائق تماما وهذا يدل على اكتمال عملية التصبن.

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

طريقة الحساب = $\frac{[(ب - ع) \times \text{عيارية الحامض} \times ٥٦,١]}{و}$

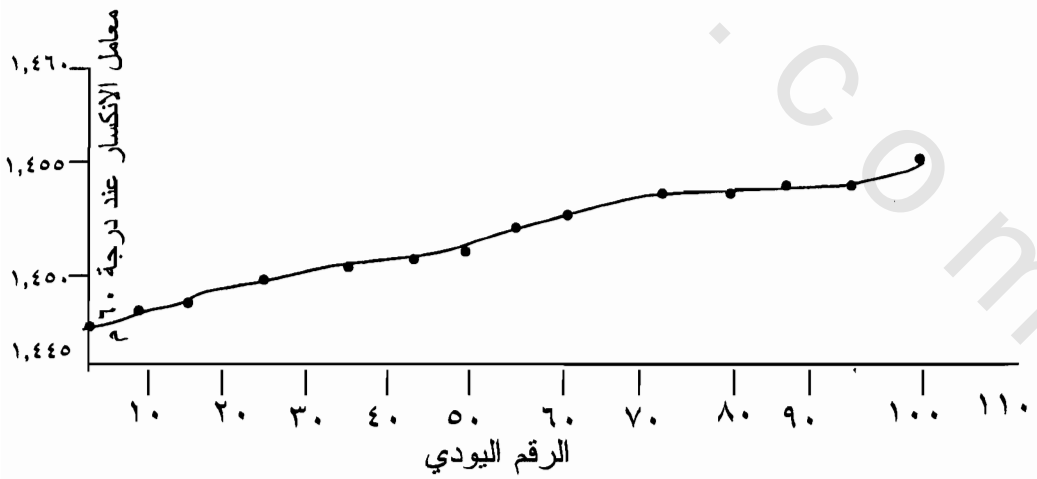
حيث أن ب =عدد سنتيمترات الحامض المستخدم فى معايرة البلانك.

ع = عدد سنتيمترات الحامض المستخدم فى معايرة العينة.

و = وزن العينة بالجرامات.

الرقم اليودى وكيفية تقديره

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



٣-الرقم اليودى

هو عدد جرامات اليود التى تمتصها مائة جرام من الزيت أو الدهن.

الطريقة:

١-اصهر العينة لدرجة ٥٠م ورشح ثم استبعد أول كمية فى الترشيح وخذ الكمية التالية لها ثم اوزن وزنه تتناسب والرقم اليودى كما هو موضح فيما يلى:

إذا كان الرقم اليودى من ١ -١٥ تكون الوزنه ٢جم +_ ٠,٠٠٠٥جرام

إذا كان الرقم اليودى من ١٥ -٣٠ تكون الوزنه ١جم +_ ٠,٠٠٠٥جرام

إذا كان الرقم اليودى من ٣٠ -٥٥ تكون الوزنه ½ جم +_ ٠,٠٠٠٢ جرام

إذا كان الرقم اليودى من ٥٥ -٧٥تكون الوزنه ٠,٤جم +_ ٠,٠٠٠٢جرام

إذا كان الرقم اليودى من ٧٥ - ٩٠تكون الوزنه٠,٣٣٣٣ج +_ ٠,٠٠٠٢جرام

إذا كان الرقم اليودى من ٩٠ -١٥٠ تكون الوزنه ٠,٢جم +_ ٠,٠٠٠٢ جرام

إذا ذادت العينة عن ١ جرام يضاف لها بعد الوزن ٢٠-٢٥ سم كلوروفورم أما فى حالة إذا ما كانت أقل من ١جرام يضاف لها ٥سم كلوروفورم.

٢-أضف ٥سم كلوروفورم على العينة الموزونه وجهز دورق للبلانك أيضا بإضافة ٥سم كلوروفورم.

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

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

٥-أخرج العينة ثم أضف ١١٠سم ماء مقطر يستخدم جزء منها فى غسيل الغطاء وجدران الدورق ثم عاير بعد إضافة ١٠سم يوديد بوتاسيوم ١٠% واستخدم ١سم من دليل النشا ١% واستمر فى المعايرة حتى زوال اللون الأزرق.

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

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

و

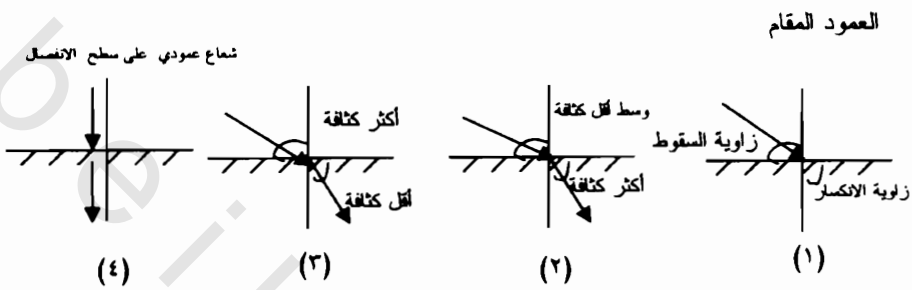
حيث أن ب =عدد سم محلول ثيوكبريتات الصوديوم المستخدم فى معايرة البلانك.

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

و = وزن العينة بالجرامات

obeikandl.com

(استخدام الرافركتوميترات فى تقدير معامل الإنكسار)



لكل مادة غذائية معامل إنكسار ثابت ومميز لها ويدل تغيره على انحـــراف هذه المادة عن خواصها الطبيعية والكيماوية المميزة لها ولذلك فإن معـــامل الإنكسار له أهمية كبيرة فى تحديد درجة نقاوة وجودة هذه المواد. وأيضـــا فى معرفة نسبة المواد الصلبة الذائبة بهذه المواد وكـــذا كثافتـــها النوعيـــة وتستعمل أجهزة الرافركتوميترات بكثرة فى مجال تحليل الأغذية.

الأساس العلمى لنظرية استخدام الرافركتوميترات

بنى عمل هذا الجهاز على أساس أنه إذا مر شعاع ضوئى من وسط إلى آخر ذو كثافة مختلفة فإن هذا الشعاع يعانى انكسار أى ينحـــرف عـــن اتجاهـــها الأصلى وهذا الإنحراف أو الإنكسار يختلف مقداره وإتجاهه بإختلاف كثافـــة الوسطين.

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

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

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

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

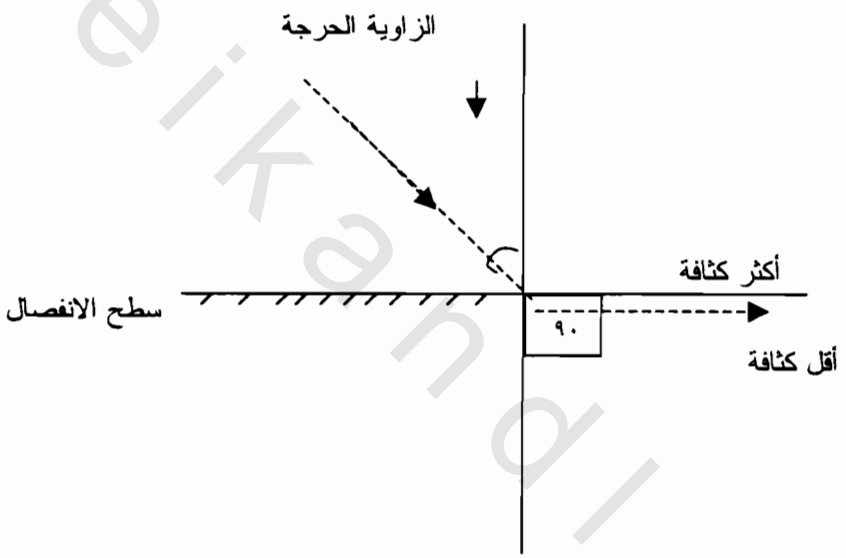
٢-زاوية السقوط أقل من زاوية الإنكسار (شكل ٣):

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

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

٤-الزاوية الحرجة Critical angle:

وهى زاوية السقوط التى يقابلها زاوية انكسار مقدارها ٩٠ م درجة (شكل ٥).



(شكل ٥)

obeikandl.com

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

أما إذا زادت زاوية السقوط عن هذه الدرجة (أى زادت عن الزاوية الحرجة) فإن الشعاع ينعكس كلية ولاينكسر.

وفى حالة الزاوية الحرجة فإن :

معامل الإنكسار = جيب زاوية السقوط /جيب زاوية الإنكسار = جا زاوية السقوط /جا زاوية الإنكسار = جا زاوية السقوط /جا زاوية ٩٠.

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

إذن معامل الإنكسار = جا زاوية السقوط.

وعلى هذا الأساس يتم بناء تصميم أجهزة الرفركتومترات وذلك بإستخدام الزاوية الحرجة فى تقدير معامل الإنكسار.

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

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

معامل الإنكسار السائل منسوبا للهواء = معامل انكسار الزجاج بالنسبة للهواء × معامل إنكسار السائل بالنسبة للزجاج.

إلا أنه يلاحظ أن التدريج الموجود بالرفركتومتر يوفر هذه العملية الحسابية حيث من خلالها يتم قراءة معامل الإنكسار للسائل منسوبا للهواء مباشرة.

وأهم أنواع الرفركتومترات المستخدمة فى تحليل الأغذية ومجال الصناعات الغذائية عموما رفراكتومتر آبى Abbe ورفراكتومتر زايس Zeiss.

مجال استخدام الرافركتومترات فى الزيوت والدهون:

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

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

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

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

٤-معامل الإنكسار

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

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

ملاحظات:

١-يضبط الجهاز على الماء المقطر على درجة ٢٠م.

٢-معامل الإنكسار = القراءة ± (معامل التصحيح) × الفرق فـــى درجـــة الحرارة.

٥-نقطة تحبب الزيوت

وهى الدرجة الباردة القصوى الثابتة (وذلك لفترة قصيرة).

الطريقة:

١-نضع عشرة سنتيمترات مكعبة من العينة السائلة داخل أنبوبة اختبار جافة يتراوح قطرها الداخلى ما بين ١٨ -٢٠ ملليمترات ثم يوضع به ترمومـــتر مقسم لأقرب ٠,٢م.

٢-تبرد العينة بالماء أو بمخلوط مجمد تتناسب درجة حرارته مـــع درجـــة تجمد السائل المختبر بحيث تقل درجة تجمد الأخير عن الأول بنحو خمســـة درجات مئوية.

٣-تسجل درجة الحرارة عندما يتم تحبب السائل فتكون هى نقطـــة التحبـــب للزيوت.

ملاحظات:-

١-للإسراع فى عملية التحبب تقلب العينة باستخدام الترمومتر أو ترمى حبيبة من سائل سبق تجمده.

٢-يجرى اختبار أولى لمعرفة درجة تجمد الزيت أولا حتى يمكن تبريد الماء إلى أقل من درجة تجمد الزيت بخمس درجات مئوية.

٦-تقدير نسبة الجلسرين

يتم وزن ٢جرام شحم بالضبط ثم يجرى تصبينها بمحلول بوتاسا كحولية ٠,٥عيارى ثم يبخر الكحول بعد تمام التصبين وتذاب فى ١٠٠سم ماء مقطر وتجرى عملية تكسير الأحماض الدهنية بحامض كبريتيك١:٤ أو يد كل١ :١ وذلك بعد إضافة ٢ــ٣ نقطة ميثيل أورانج حيث يضاف الحامض حتى يتحول اللون إلى أحمر وتضاف زيادة من الحامض ١سم وبعد تمام إنفصال الأحماض الدهنية يرشح المحلول خلال ورقة ترشيح مبتلة بالماء ويستقبل الترشيح فى دورق مخروطى سعة ٥٠٠سم ثم يبرد المحلول ويعادل بواسطة محلول صودا تركيز ٥٠% حتى إصفرار اللون ويحضر دورق آخر لإستخدامه كبلانك حيث يضاف إليه ١٠٠سم ماء مقطر و٢ :٣ نقطة ميثيل أورانج ويحمض بحامض كبريتيك ثم تضاف صودا حتى لون التعادل عند ذلك يكون البلانك والعينة جاهز لتقدير نسبة الجلسرين.

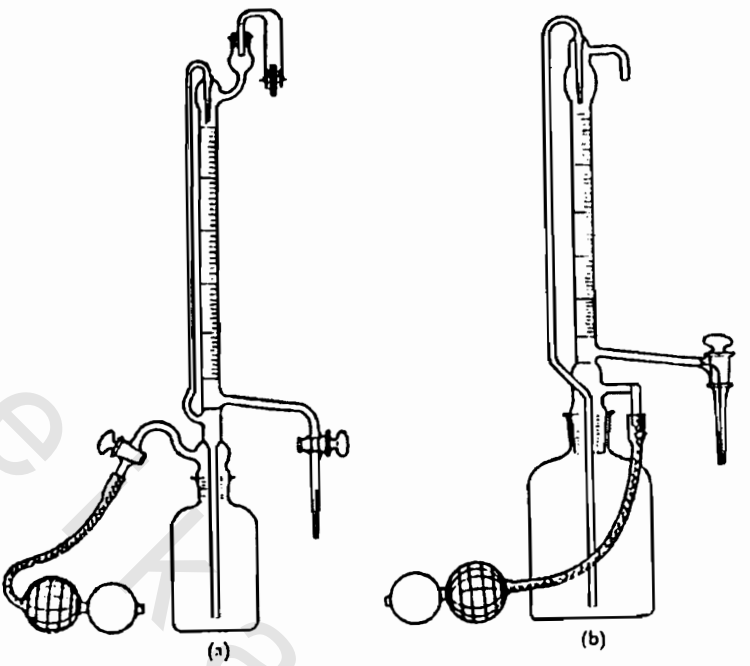


FIG. II, 25, 4.

حسب الخطوات التالية:

١-يضاف ٥٠سم من محلول بيرايوديك لكل من العينة والبلانك.

٢-توضع العينة والبلانك فى الظلام لمدة نصف ساعة.

٣-يضاف ١٠سم من محلول يوديد البوتاسيوم ١٠% للعينة ثم اتبعهم بحوالى ١١٠ ماء مقطر تستخدم لغسيل جدران الدورق والغطاء وتعاير بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم ٠,١عيارى مع استخدام ١سم من محلول النشا ١% كدليل وتستمر فى المعايرة حتى اختفاء اللون الأزرق.

٤-تجرى الخطوات السابقة بالنسبة للبلانك وتؤخذ القراءة.

يجب أن تأخذ العينة ٨٠% أو أكثر مما يأخذه البلانك وإذا قلت عن ذلك تعاد العينة بأخذ وزنه أقل.

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

و

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

ع = عدد سم ثيوكبريتات الصوديوم المستخدمة فى معايرة العينة.

و = وزن العينة.

طريقة أخرى لتقدير الجلسرين

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

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

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

ضع العينة والبلانك فى الظلام لمدة نصف ساعة.

اخرج العينة والبلانك وأضف ١٠سم ايثيلين جليكول مخفف بنسبة ١ :١ ثم ضعها فى الظلام مره أخرى لمدة ٢٠ دقيقة.

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

$$\text{الحساب} = \frac{(\text{ب}-\text{ع}) \times \text{عيارية ص أ يد} \times ٩٢,٠٩ \times ٢٥٠ \times ١٠٠}{(١٠٠٠ \times \text{و} \times ٢٥)}$$

حيث أن ب =عدد سم ص أ يد المستخدم فى معايرة البلانك.

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

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

(النسبة المئوية للحموضة وكيفية تقديرها)

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

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

٧-الحموضة

وهى عدد ملليلترات محلول أيدروكسيد الصوديوم ٠,١ عيارى اللازمة لمعادلة الأحماض الدهنية الحرة الموجودة فى وزن معين من الزيت أو الدهن.

الطريقة :

اصهر ورشح العينة ثم اوزن حسب ما يأتى:

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

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

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

طريقة الحساب = عدد سم ص أ يد × عيارية ص أ يد × ٢٨,٢ / وزن العينة

وتختلف المعادلة بإختلاف الوزن المكافىء.

٨ - قياس اللون

تصهر العينة إلى درجة حرارة تزيد عن درجة الانصهار بـ ١٠ درجات وتملاء الخلية الخاصة بجهاز الليفوبوند بالعينة ثم تقاس العينة بتحريك ألوان الجهاز الأحمر والأزرق مع ملاحظة تثبيت اللون الأصفر على ٣٥ ثم يقرأ اللون ويسجل.

ويجب أن يراعى ما يلى عند قياس اللون بالخلية مقاس ١/٤ ٥

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

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

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

٩ - لختبار تبيض الشحم

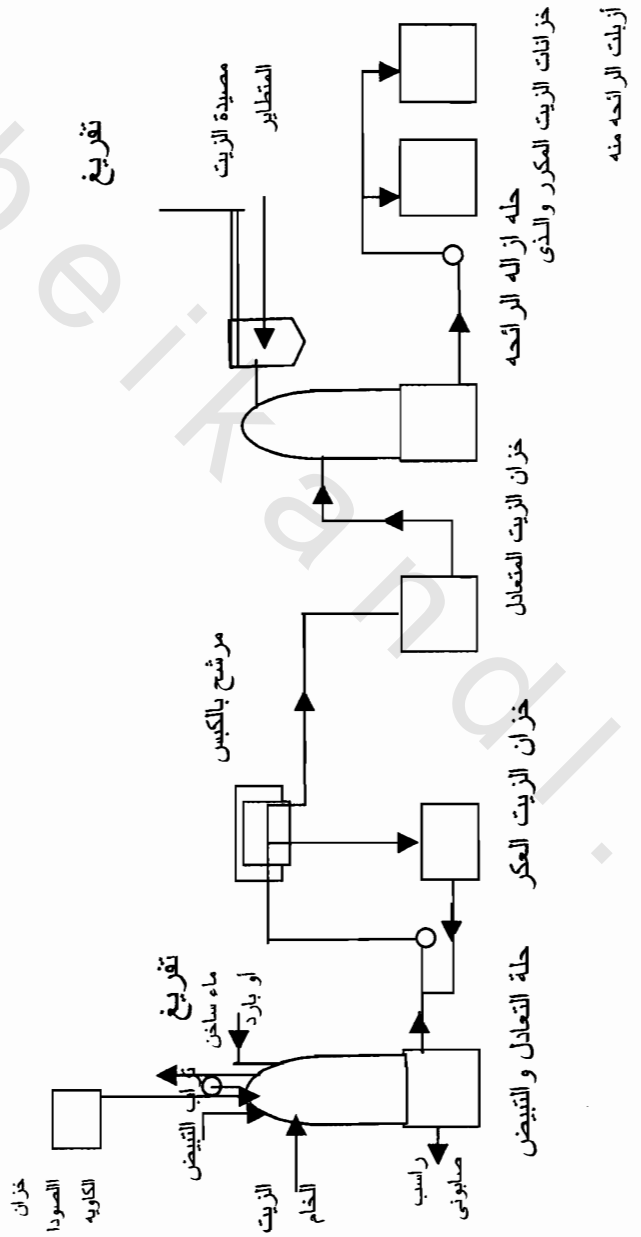
يجرى هذا الإختبار على الشحم الخام لمعرفة مدى قابليته وتأثير التبييض عليه للحصول على منتج جيد من الصابون يرتقى إلى مرتبة الجودة.

الطريقة:

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

obeikandi.com

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



obeikandl.com

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

١٠ - تقدير المواد الغير قابلة للتصبن

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

المحاليل المستخدمة: محلول أيدروكسيد بوتاسيوم ٤٨ -٥٠ يومية -كحول إيثايل -محلول كحولى للغسيل ١٠% بالحجم (كحول +ماء) مع إضافة ١سم من دليل فينولفثالين لكل لتر من محلول الغسيل الكحولى -أيدروكسيد صوديوم ٠,٠٢ عيارى- دليل فينولفثالين ٠,٥% - بترولیم ایثیر.

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

الطريقة :

١-زن ٥جم $\pm$ ٠,١جم من العينة المنصهرة فى دورق ٢٥٠سم.

٢-أضف ٢٥ -٣٠سم كحول ساخن +٥سم أيدروكسيد بوتاسيوم مائية ٤٨ - ٥٠ بومية.

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

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

الفصل مع ملاحظة استخدام أقل من ٥٠سم بترولیم اثیر فی العملیة ویرد المحتویات لحرارة الغرفة ورج بشدة واستمرار لمدة دقیقة ثم ارفع الغطاء بإحتراس واغسله بالبترولیم اثیر واترك الخلیط حتی تتکون طبقتین بوضوح.

٥-إذا تکون املشن یمکن کسره بالجلسرین أو الکحول واسحب طبقة المذیب بواسطة سیفون إلی قمع فصل آخر یحتوی علی ٢٥سم کحول ١٠% وإضافة بضع قطرات من الدلیل.

٦-کرر عملیة الإستخلاص ٤مرات مستخدما فی کل مرة ٥٠سم مذیب.

٧-جمع مرات الإستخلاص الأربعة وضعهم فی قمع فصل ثم رج لمدة ٣٠ثانیة وارفع الغطاء واغسل داخل القمع بالمذیب ثم اترك الطبقات لتنفصل واسحب طبقة الکحول لوعاء آخر وترمی.

٨-استمر فی الغسیل باستخدام ٢٥سم کحول ١٠% حتی تکون آخر غسله متعادلة عند استخدام دلیل فینولفثالین وانقل المستخلص المغسول الذی یمکن ترشیحه إلی فلاسکة موزونة واغسل القمع وورقة الترشیح عدة مرات بالبیترولیم اثیر ثم یبخر المذیب فی تیار هواء جاف علی حمام مائی وجفف الفلاسکة علی درجة ١٠٥م لمدة ربع ساعة فی الفرن وبرد فی مجفف واوزن وکرر العملیة حتی ثبات الوزن.

٩-أضف ٥٠سم کحول متعادل ساخن للباقی بعد الوزن ثم یترك حتی الذوبان ثم أضف فینولفثالین کدلیل وعایر بمحلول أیدروکسید صودیوم ٠,٠٢عیاری.

الحساب:-

أ-وزن الأحماض الدهنية فى المستخلص =عدد سم ص أ يد ٠,٠٢ع ×٠,٠٠٥٦

ب-النسبة المئوية للمواد الغير قابلة للتصبن = ٢٠ (وزن الباقى فى القابلة - وزن الأحماض الدهنية فى المستخلص أ).

ملاحظات:-

١-لمنع أى تحليل مائى يجب أن يكون حجم الكحول والماء متساويين ١ :١

٢-البتروليم اثير يذيب الصابون إلى حد معين لذلك يغسل جيدا بمحلول الغسيل الكحولى للتخلص من الصابون.

٣-يمكن كسر طبقة الإملشن المتكونة بإضافة الكحول أو الجلسرين أو الصودا الكاوية.

٤-الإزالة الكاملة للمواد الغير قابلة للتصبن تعتمد على الرج وأحسن طريقة هى الرأسية لفترة تزيد عن دقيقة.

٥-المعلق الموجود بالمستخلص لايدخل فى الحساب فهى أحماض دهنية وزنها الجزئى عالى.

١١-تقدير نسبة الشوائب

١-وزن ٥ -١٠ جرام من العينة فى كأس سعة ٢٥٠سم ثم أذب العينة فى الهكسان أو البتروليم أثير.

٢-جفف ورقة ترشيح على درجة ١٠٥م ثم برد الورقة وإوزنها فارغة رشح العينة خلال ورقة الترشيح واستقبل الرشيح الذى يمكن التخلص منه.

٣-اغسل الكأس بالمذيب وسخن ثم انقل إلى ورقة الترشيح واغسلها أيضا ثم كرر عملية الغسيل بالمذيب لورقة الترشيح حتى يتم التخلص من آثار الدهون ثم ضع

obeikandl.com

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

الحساب = (ع – ب) × ١٠٠

و

حيث أن ع = وزن ورقة الترشيح + المتبقى عليها

ب = وزن ورقة الترشيح فارغة

و = وزن العينة.

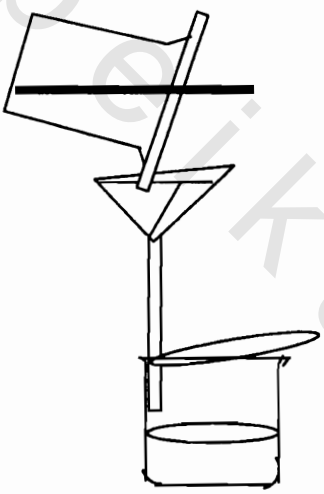


Fig.II, 35,1 .

١٢ – اختبار كرايس للكشف عن التزنخ

الطريقة:

١–أوزن ١٠جرام من العينة ثم سخن لدرجة الدفيان.

٢–أضف ١٠سم من محلول الفلوروجليسينول ٠,١% فى الأثير الإيثيلى.

٣–انقل الجميع إلى قمع فصل سعة ١٠٠سم.

٤–أضف لقمع الفصل ١٠سم حامض أيدروكلوريك (كثافة ١,١٨) ورج باحتراس ثم اترك العينة للراحة حتى تنفصل لطبقتين.

obeikandl.com

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

التعبير عن النتيجة

(معامل الزناخة = وحدات حمراء بتدريج الليفوبوند)

١-بالنسبة للون الأحمر الشاحب جدا لايشير بالضرورة إلى زناخة.

٢-إذا زاد اللون الأحمر على ٣وحدات يشير ذلك إلى زناخة أولية.

٣-إذا كان اللون الأحمر بين ٣-٨ وحدات يشير إلى نهاية مرحلة التحضين Induction stage وتكون الزناخة بسرعة خصوصا أن فترة التحضين Induction period قد بدأت.

٤-إذا كان اللون الأحمر فوق ٨ وحدات يشير ذلك إلى زناخة محددة واضحة.

ملاحظات

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

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

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

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

المواصفه	الشحم الحيوانى				زيت نوى النخيل			
	شحم خام	شحم معالج بحامض الفوسفوريك	شحم معادل بالصودا	شحم مبيض	زيت نوى نخيل خام	زيت معالج بحامض الفوسفوريك	زيت معادل بالصودا	زيت مبيض
الحموضه	%٢,٤٨	%٢,٦٩	%٠,٣	%٠,٣٥	% ٨,٤٤	% ٨,٥	% ٧,٤٤	%٧,٥
اللون مقاس بخليه ٥ ¼	٤,٢احمر	٣ أحمر	١,٥ أحمر	٠,٨ أحمر	٧ أحمر	٣,٣احمر	٣,٣احمر	٢,٦ أحمر
رقم البيروكسيد	٤,١٢ ملليمكافىء	٢,٤٨ ملليمكافىء	٢ ملليمكافئ	٠,٢ ملليمكافىء	١,١ ملليمكافئ	٠,٦ ملليمكافئ	١,١ملليمكافئ	٠,٥٨ ملليمكافئ
الزناخه بخليه ١	٣,٤ احمر	٣,٢ أحمر	٢ أحمر	١,٦ أحمر	١٠,١ أحمر	٧ أحمر	٥,٣ أحمر	٥ أحمر

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

١٣-تقدير الرطوبة

١-تقلب العينة جيدا.

٢-يوزن طبق من الألمونيوم ذو غطاء سبق تجفيفه وتبريده في مجفف وتدون الوزنه.

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

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

٥-تكرر عملية التجفيف والتبريد والوزن حتى ثبات الوزن.

طريقة الحساب = $\frac{(ع - ب)}{و} \times ١٠٠$

حيث أن ع = وزن الطبق + العينة قبل التجفيف.

ب = وزن الطبق + العينة بعد التجفيف.

و = وزن العينة.

١٤-تقدير رقم البيروكسيد

وهو مقياس للبيروكسيدات المحتواه فى الزيت أو الدهن ويعبر عنه بعدد المليلترات من محلول ٠,٠٠٢ عيارى من ثيوكبريتات الصوديوم لكل جرام من الزيت أو الدهن.

الطريقة:

١-نزن ٥جرام من الزيت أو الدهن.

٢-نضع ٣٠سم من مخلوط الإذابة المكون من حامض الخليك الثلجى + الكلوروفورم بنسبة ٣ :٢ بالحجم.

٣-نضع ١/٢ سم من محلول مشبع من يوديد البوتاسيوم.

٤-نرج العينة لمدة دقيقة بعد ذلك نضف ٣٠سم ماء مقطر.

٥-تعاير العينة بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم ٠,٠٠٢ عيارى حتى قرب اختفاء اللون الأصفر فيضاف ١سم من دليل النشا ١% ويستمر فى المعايرة حتى اختفاء اللون الأزرق.

٦-يجرى اختبار بلانك للتأكيد من سلامة المحاليل والكواشف.

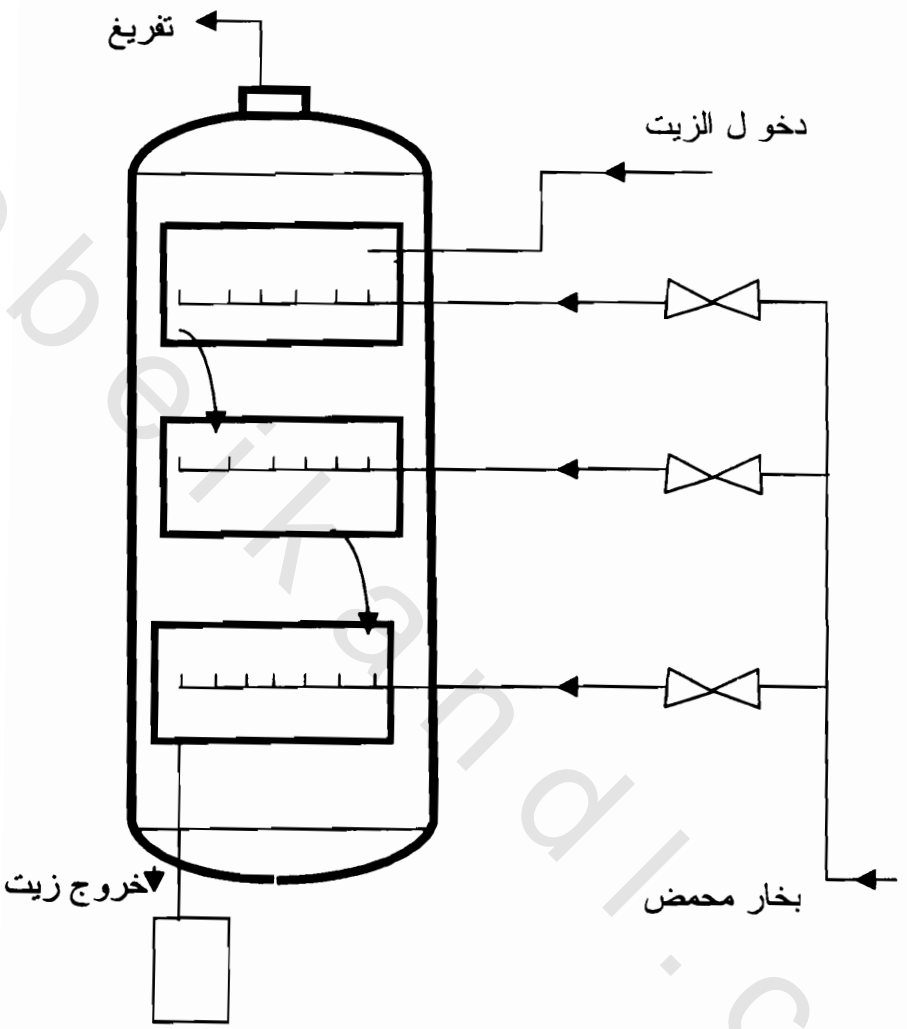
طريقة الحساب = $\frac{٢ \times (ع - ب)}{و}$

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

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

و = وزن العينة.

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



تخطيط لحلة إزالة الرائحة بالطريقة المستمرة

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

١٥- اختبار التتر (للشحم أوالزيت)

ويقصد به تعيين درجة الحرارة التى يبدأ عندها تجمد الأحماض الدهنيـــة أو هى أقصى درجة حرارة يتجمد عندها الحامض الدهنى.

الطريقة

١- خذ ١١٠ جم جلسرين بوتاسي فى كأس سعة لـــتر (ويحضـــر بإذابـــة ٢٥٠جم أيدروكسيد بوتاسيوم فى ١٢٥٠جرام جلسرين).

٢-يتم تسخين ال١١٠جم جلسرين بوتاس لدرجة ١٣٠م.

٣-يضاف ٥٠جم من الشحم أو الزيت بعد التجفيف والترشيح ثم التقليب حتى يتم التصبين بشم رائحة الصابون وظهور طبقة رائقة.

٤-بعد تمام التصبن يذاب الصابون فى الماء الساخن ثم يتم فصل الأحمـــاض الدهنية بإضافة حامض يد كل ١ :١ أو حامض كبريتيك ١ :٤ ثم يتم الغسيل وسحب الماء عدة مرات حتى تمام التخلص من آثار الحامض.

٥-بعد ذلك تجفف عينة الأحماض الدهنية وترشح ثم يقاس لها درجة تجمـــد الحامض الدهنى.

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

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

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

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

طريقة تقدير درجة إنصهار الدهون

الأجهزة المستخدمة:

-أنابيب شعرية قطرها الداخلى من ١,١-١,٣ملليمتر والخارجى ١,٤ - ١,٧ملليمتر وطولها من ٥٠ -٦٠ملليمتر.

-ترمومتر مدرج إلى أقسام كل منها ٠,٢م.

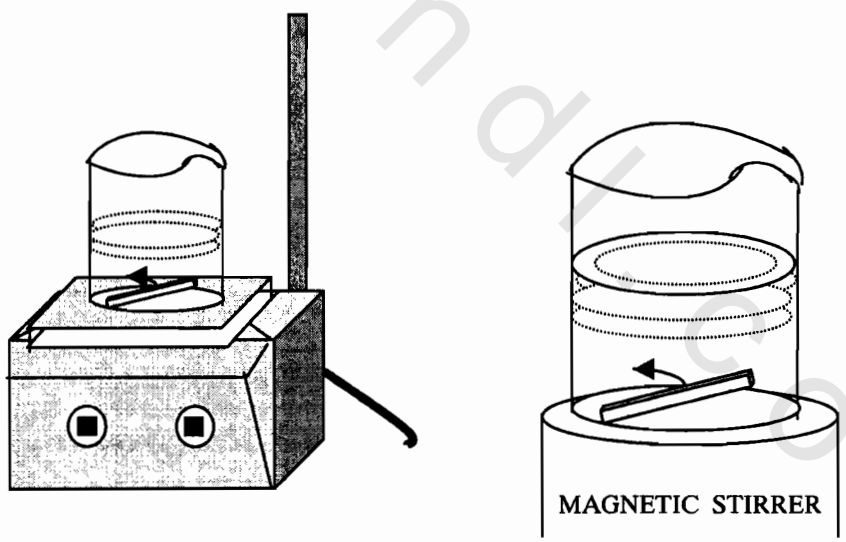
-كأس زجاجى سعة ٥٠٠ملليمتر.

-قلاب ميكانيكى.

*** طريقة العمل:**

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

يسخن الدهن وعند وصول درجة حرارته إلى حوالى ١٠درجات مئوية فوق درجة انصهاره تغمس الأنبوبة الشعرية فيه حتى يصعد عمود طوله ١ ± ٠,٢سنتيمتر يجمد عمود الدهن فى الأنبوبة بخفض درجة حرارته بسرعة إلى درجة الصفر المئوى وتحفظ العينة عند هذه الدرجة لمدة ثلاثين دقيقة مع احتساب الفارق المترتب على ذلك فى درجة الإنصهار تلصق الأنبوبة بالترمومتر بواسطة قطعة رقيقة من المطاط بحيث يكون الدهن فى محاذاة زئبق الترمومتر يعلق الترمومتر فى وسط كأس يحتوى على ٣٥٠ملليمتر من الماء ويسخن الكأس برفق مع تقليب الماء جيداً بحيث ترتفع حرارته بمعدل ٢م فى الدقيقة وتلاحظ درجة حرارة الماء التى يبدأ عندها الدهن فى الصعود فى الأنبوبة وتسجل هذه الدرجة على أنها درجة انصهار الدهن.



جهاز تقدير درجة الانصهار

١٧-اختبار التعكير وكيفية إزالة الإستيارين

يطلق على عملية إزالة نسبة من الجليسريدات المشبعة فى الزيت ليظل لونه لامعا على درجات الحرارة المنخفضة

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

الأجهزة المستخدمة:

زجاجة عديمة اللون جافة نظيفة سعة ١٠٠ أو ١١٥ملليمتر –حمام به ثلج وماء.

طريقة العمل:-

قبل اجراء هذا الإختبار يراعى أن تكون العينة خالية تماما من الرطوبة وذلك بتجفيفها لمدة $\frac{1}{2}$ ساعة عند درجة حرارة لاتقل عن١٣٠ م ثم ترشح كمية منها باستخدام ورق ترشيح تام الجفاف ويجب أن يكون الزيت بعد ترشيحه رائقا تماما تملأ الزجاجة بالزيت المرشح وتغلق بسدادة من الفلين ويحكم الغلق بالبرافين ثم تغمر تماما فى حمام يحتوى على ثلج مجروش ويراعى أن يظل الحمام ممتلئا بالثلج بإزالة الماء الزائد وإضافة ثلج جديد حسب الحاجة وبعد مضى ساعتين ترفع الزجاجة من الحمام وبفحص الزيت يدل ظهور أى عكارة (تغبيش) فيه على وجود الإستيارين.

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

يوزن بالضبط حوالى ١٠٠جرام من عينة الزيت المهدرج فى دورق مخروطى سعة ٥٠٠ملليمتر ويضاف إليها ١٠٠ملليمتر حامض أيدروكلوريك كثافة ١,١٢ ويوضع على حمام مائى لمدة ٣ساعات مع التقليب المستمر كل١٠ دقائق ويترك الخليط ليبرد حتى يتجمد الزيت المهدرج ثم تفصل الطبقة الحمضية وترشح على ورقة ترشيح مبللة ويستقبل الترشيح فى طبق صينى . يبخر الترشيح على حمام مائى إلى حجم حوالى ٥٠ملليمتر ويضاف إليه ٢ملليمتر حمض نتريك ويستمر فى التبخير حتى الجفاف. يذاب المتبقى

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

ملاحظات:

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

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

ماء +أيدروجين +ثانى أكسيد الكربون + نيكل = فورمات نيكل.

١٩- اختبار هالفن لزيت القطن

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

طريقة العمل:

يوضع ٥ملليمتر من العينة فى أنبوبة اختبار ثم يضاف إليها ٥ملليمتر من محلول هالفن وتسد الأنبوبة بمكثف هوائى ويغلى الخليط لمدة $\frac{1}{2}$ ساعة على الأقل فى حمام محلول ملحى يدل ظهور لون أحمر على وجود زيت بذرة القطن.

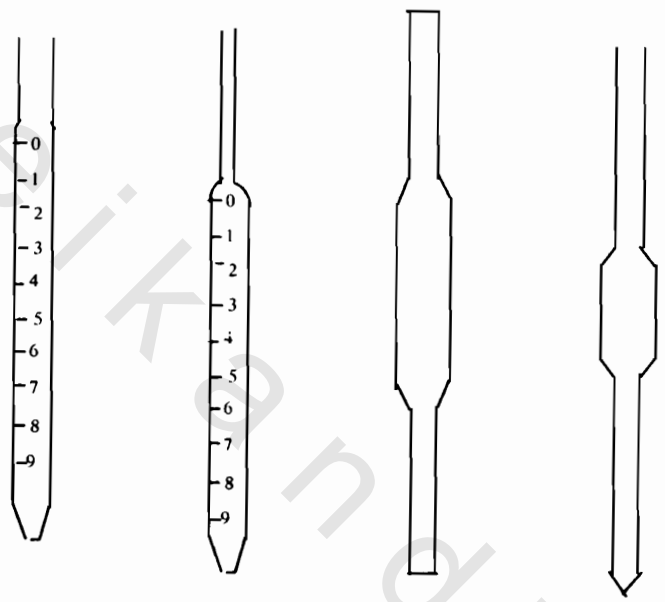
ملاحظات:-

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

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

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

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



٢٠- تقدير الصابون فى الزيت

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

المحاليل المستخدمة :

١-أسيتون يصل محتواه من الماء ٢%.

٢-محلول ٠,٠١عيارى من حامض يد كل.

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

الطريقة:

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

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

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

النسبة المئوية للصابون الذائب محسوبة كأولويات صوديوم.

$$\text{الحساب} = \frac{[\text{عدد سم حامض يد كل} \times \text{عيارية يد كل} \times ٣٠٤ \times ٣٦,٥ \times ١٠٠]}{\text{وزن العينة} \times ٣٦,٥ \times ١٠٠٠}$$

ملاحظات

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

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

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

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

٢١- رقم الأسيتيل Acetyl Value

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

وتتلخص طريقة الإختبار فيما يلى:

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

٢-ينقل المخلوط الناتج فى كأس سعة لتر تحتوى على ٥٠٠سم٣ ماء مقطر ساخن ويغلى لمدة نصف ساعة ويجب امرار تيار مستمر من غاز ثانى أكسيد الكربون فى المزيج خلال أنبوبة تعلو قاع الكأس بقليل ثم يترك المخلوط حتى ينفصل إلى طبقتين فيفصل الماء بالسيفون وتغلى الطبقة الدهنية مع مقادير متجددة من الماء حتى يتم فصل جميع الأحماض المنفردة.

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

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

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

٥-تنقل الأحماض الدهنية إلى ورقة ترشيح وترشح خلال ورقة مبللة بالماء وتغسل الأحماض الدهنية بالماء الذى سبق غليه ويكرر الغسيل حتى يصبح ماء الغسيل متعادلا للتأكد من استخلاص المادة الحمضية وتقدر الحموضة فى مجموع السائل المترشح وماء الغسيل بواسطة محلول أيدروكسيد الصوديوم عشر (٠،١)عيارى فى وجود دليل فينولفثالين.

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

ملاحظات:

* يجب أن يدرك القارىء أن هذا الإختبار موضع أخطـــاء كثـــيرة خصوصاً عند ارتفاع تركيز الأحماض الطيارة والأحماض الذائبـــة الدهنية.

- نظراً لتطاير حامض الخليك مع بخار الماء فإنه يمكـــن إتمـــام فصله بواسطة التقطير وفى هذه الحالة يفضل استعمال حـــامض الكبريتيك بدلاً من الأيدروكلوريك لإطلاق الأحماض الدهنية.

obeikandl.com

مواصفات الجودة الواجب توافرها فى المنتج النهائى للزيوت والدهن

نوع الزيت أو الدهن /المواصفة	المسلى النباتى	زيت أولين النخيل	زيت بذرة الكتان	زيت فول الصويا	زيت عباد الشمس	زيت بذرة القطن	ملاحظات
١- المواصفات العامة	خالى من الرئحة الغريبة والتغير فى الطعم وخالى من شحم الخنزير والشوائب ومتجانس القوام مرهى أومحب	خالى من المواد الغريبة والتزنخ وأى زيوت أخرى	خالى من أى زيوت أو دهون أخرى خالى من التزنخ ورائق وبقايا المواد الأولية المستخرج منها ويضاف له مضادات أكسدة	خالى من أى زيوت أخرى رائق خالى من التزنخ وبقايا المواد الأولية .	خالى من أى زيوتأخرى خالى من الزناخة وبقايا المواد الأولية المستخرج منها ورائق	خالى من أى زيوت أخرى خالى من الزناخة ورائق وخالى من بقايا المواد الأولية المستخرج منها ويعطى نتيجة إيجابية لمالفن .	باقى المواصفات مثل الرقم اليودى ورقم التصبن ومعامل الإنكسار والوزنالنوعى وغير ذلك موجودة بجدول الثوابت الأساسية للزيوت النباتية فى نهاية الكتاب
٢- نسبة الرطوبة	لاتزيد نسبة الرطوبة والمواد المتطايرة عن ٠,٢%	لاتزيد عن ٠,٢%شاملة الشوائب +الرطوبة	لاتزيد عن ٠,٣%	لاتزيد عن ٠,٢%	لاتزيد عن ٠,٢%	لاتزيد عن ٠,٢%	
٣- نسبة الحموضة	لاتزيد عن ٠,٢%مقدره كحامض أوليك	لاتزيد عن ٠,٢%مقدره كحامض أوليك	لاتزيد عن ٢,٣%مقدره كحامض أوليك	لاتزيد عن ٠,٢%مقدره كحامض أوليك	لاتزيد عن ٠,٢%مقدره كحامض أوليك	لاتزيد عن ٠,٢%مقدره كحامض أوليك	
٤- درجة الإنصهار	بين ٣٦-٤٠م	لاتزيد عن ٢٥م					
٥- رقم البيروكسيد	لايزيد عن ٥ملليمكافئ من الأكسجين الفعال/كجم	لايزيد عن ١٠ملليمكافئ من الأكسجين الفعال/كجم	لايزيد عن ١٠ملليمكافئ من الأكسجين الفعال/كجم	لايزيد عن ١٠ملليمكافئ من الأكسجين الفعال/كجم	لايزيد عن ١٠ملليمكافئ من الأكسجين الفعال/كجم	لايزيد عن ١٠ملليمكافئ من الأكسجين الفعال/كجم	
٦- اللون	٣٥أصفر،٧ أحمر مقاس بخلية ١/٤ ٥بوصة	٣٥أصفر،٧ أحمر مقاس بخلية ١/٤ ٥وصة		٣٥أصفر،٧ أحمر مقاس بخلية ١/٤ ٥بوصة	٣٥أصفر،٧ أحمر مقاس بخلية ١/٤ ٥بوصة	٣٥أصفر،٧ أحمر مقاس بخلية ١/٤ ٥بوصة	
٧- النيكل	خالى من النيكل						
٨- الشوائب غير الذائبة	لاتزيد عن ٠,٥% بالوزن	لاتزيد عن ٠,٠٥% بالوزن	لاتزيد عن ٠,١%	لاتزيد عن ٠,٠٥%	لاتزيد عن ٠,٠٥%	لاتزيد عن ٠,٠٥%	
٩- الصابون	لاتزيد عن ٠,٠٠٥% بالوزن	لاتزيد عن ٠,٠٠٥% بالوزن		لاتزيد عن ٠,٠٠٥% بالوزن	لاتزيد عن ٠,٠٠٥% بالوزن	لاتزيد عن ٠,٠٠٥% بالوزن	