

المقدمة

البحث العلمي باب فتحه الله لخاصة عباده الموهوبين لمعرفة الحقيقة وسبيل قويم لكشف حقائق هذا العالم ووسيلة رائعة للوصول الى فك اسرار الطبيعة ، ومن خلال البحث العلمي امكن تحقيق ابتكارات مذهلة وإنجازات خالدة تشهد على عظمة هذا الفكر وإبداع الانسان ، وكانت الجامعات في العصر الحديث منبت البحث العلمي ومهد تطوره فهو يؤلف الركن الأساسي من أهداف الجامعات ويشكل الجزء الأكبر من واجبات هيئتها التدريسية .

وكان لا بد من وجود الأدوات التي يتم بها إنجاز هذا البحث والأجهزة التي تساعد على إثبات الحقائق وإنجاز البراهين ، فكانت الأجهزة العلمية وسيلة العالم في مخبره وسلاح الباحث في معمله ؛ ولقد تطورت هذه الأجهزة تطوراً مذهلاً يأخذ بالألباب ويجعل المرء مهما كانت قدرته قاصراً عن الإحاطة بها لكثرة ما ابتكر منها أو استحدثت من تقنيات عجيبة رهبة .

ولما كان العصر الحاضر هو عصر العلم والتكنولوجيا ولا تقدم ولا حضارة إلا بمقدار ما تأخذ كل أمة بنصيبها منها ، وإن استعمال هذه التقنيات والاستفادة منها لا يكون إلا بمعرفة أسسها وفهم قوانينها والإحاطة بقدرتها وتطويع هذه القدرة للوصول إلى الأهداف المنشودة .

إن دراسة أجهزة البحث العلمي وطرق التحليل الكيميائي أصبحت أمراً واجباً في جميع الجامعات لإطلاع الطلاب على هذه الطرق وإعطائهم التدريب العملي الذي يبعد عنهم عقدة الخوف ويسهل عليهم فهم مبادئها ، ومن هنا كان تدريس مقرر طرق التحليل الكيميائي المعتمدة في حقل الأبحاث وبخاصة في حقل الأغذية .

انطلاقاً مما تقدم في تسهيل فهم هذه المبادئ واستيعابها فقد قسم المقرر إلى أربعة ابواب يناقش الباب الأول بفصوله الستة طرق التحليل التقريبي وهي الطرق التي لا يجد المحلل مفراً من معرفتها واستعمالها ؛ والباب الثاني بفصوله الثمانية يدرس نظرية الكروماتوغرافيا ومفاهيمها ، ويدرس الباب الثالث بفصوله الأربعة مبادئ وتكوين أجهزة التحليل بالطيف الأكثر أهمية واستعمالاً في مجال تحليل الأغذية ، ويشرح الباب الرابع بفصليه قياس اوان المواد الغذائية وأهمية خواص التميع والانسياب فيها ويقدم اهم الاجهزة التي تساعد الباحث على تحديد هذه الخواص وتحسينها في سبيل رفع مستوى صناعة المواد الغذائية .

لقد بذلت الجهد المصني لإخراج هذا الكتاب بالشكل الذي هو بين ايدينا ، فان كنت وفقت فقد اصبت الغاية وإن اخفقت فحسبي انني حاولت .

دمشق في ١٠ حزيران ١٩٨٩

المؤلف

البشائر الأولى

الفصل الأول

اهمية الكيمياء التحليلية ودورها

في التقدم العلمي

مقدمة :

منذ أن وجد الانسان على سطح هذا الكوكب وهو ينظر الى ما يحيط به من أشياء مختلفة متنوعة ويحاول منذ أن بدأ عقله بالانفتاح العلمي أن يستقرىء الظواهر الطبيعية ويحاول معرفة ماهية ما يحيط به وقد بدأ لديه هذا الاهتمام العلمي منذ الفكر الاغريقي ، إذ بدأ مفكروه بتفسير ما يحيط بهم، ويضعون النظريات المفسرة له وكانت الارض والهواء والماء هي أهم ما يرونه ويتعاملون معه يوميا فتعلقت أنظارهم بهذه الأشياء وبدأوا بمحاولة تفسيرها وتحليلها و انتهوا إلى وضع مفاهيم العناصر الأربعة الهواء والماء والنار والتراب بأنها العناصر التي يتكون منها الكون ، واستمر التقدم الفكري بمحاولاته ولكن بطيئاً حتى جاء القرن التاسع عشر الذي عرف أهم المكتشفات العلمية وأُرسيت معظم المفاهيم على أسس علمية منطقية وكانت الكيمياء من أهم العلوم التي حظيت باهتمام العلماء وركزت فيها معظم اهتماماتهم فحاولوا تحليل بعض الأجسام المعروفة لديهم أو تركيب بعضها من المواد التي يعتقدون أنها تتكون منها ، وهكذا حظيت الكيمياء التحليلية بأكثر قدر من الاهتمام لأنه كانت فيها أسباب القوة التي تعطي العلماء الاجابة الحقيقية لتساؤلاتهم ، فكانت

الكيمياء التحليلية وهي العلم الذي يدرس تفريق المواد الكيميائية وتحليلها،
ويهتم التحليل بمعرفة التركيب الكيميائي Chemical composition وبتوسّع
المعرفة أضحى يشمل تحديد التكوين الكيميائي determination of chemical
structure وقياس الخصائص الفيزيائية وتشمل الكيمياء التحليلية فرعي التحليل
وهما :

التحليل الكمي quantitative analysis والتحليل الكيفي qualitative analysis
ويهتم التحليل الكمي بمعرفة كمية ما هو موجود how much is present
ويهتم التحليل الكيفي بما هو موجود . what is present

اهمية الكيمياء التحليلية :

تؤلف الكيمياء التحليلية الوسيلة الأمضى بيد العلماء لمعرفة كل ما يجهلون
معرفة والأداة الأحكم للوصول الى تفسير الظواهر الكيميائية لذلك كانت دائما
موضوعاً علمياً مرموقاً فإذا ما عُلِّمت بصورة صحيحة فإنها تؤمن تدريباً جيداً
على كيفية اقتحام المسائل العلمية وحلها . وباستعمال طرق التحليل والكيمياء
التحليلية يمكن معالجة مشاكل الحياة المعقدة وحلها ونذكر منها على سبيل
المثال :

١ . تغذية النبات والزراعة المتفوقة : أدت معرفة حاجة النبات إلى أنواع
معينة من العناصر الغذائية إلى تطوير الزراعة واستعمال الاساليب المكثفة في الزراعة
التي تعطي بعض الأمل في مضاعفة الإنتاج الزراعي لمواجهة الانفجار السكاني في
مناطق العالم المتخلفة .

٢ . معالجة مشاكل التلوث : يعد كل من الماء والهواء أساس الحياة على
الارض وقلة أحدهما أو كليهما كفيلة بانهاء الحياة على هذا الكوكب وتطالبنا

الأخبار والمجلات العلمية بالعديد من حوادث التلوث في كثير من بلاد العالم ، وأدّى تلوث الأنهار والبحيرات وحتى البحار بالفضلات الصناعية إلى إلحاق الضرر بالحياة النباتية والحيوانية فيها وقد زاد هذا الضرر والأذى إلى المستوى الذي تداعت فيه الأمم المتجاورة والمختلفة إلى تضافر الجهود لدراء هذا الخطر .

٣ . مكافحة الآفات النباتية : إن إنتاج العديد من مواد مكافحة الانواع المختلفة من الآفات الزراعية سواءً أكانت حشرات أم فطريات أم حيوانات لأجل توفير المواد المنتجة وزيادتها لاستعمالها في تغذية الانسان ماكان ذلك ليكون ممكناً لولا تقدم علوم الكيمياء وبخاصة علم الكيمياء التحليلية .

٤ . مراقبة الجودة في المواد الغذائية : تتردى المواد الغذائية منذ لحظة قطافها بتأثير تحولات تقوم بها الانزيمات وتغيرات تسببها الأحياء الدقيقة والتفاعلات الكيميائية فينتج عنها جميعاً تغير اللون والطعم وصفات الحفظ ، وبقدر ما نستطيع تجنب حدوث هذه التغيرات التي تلحق بالجودة يمكن صيانة صفات المواد الخام وجودتها ، وعليه يمكن حفظ المواد الغذائية بعمليات التعليب والطرق الأخرى والوصول إلى معايير جودة Standard of quality إذا أمكن التحكم بالمواد الأولية وبطريقة التصنيع ويتضمن اصطلاح الجودة مفهوم الصفات الغذائية التي يمكن تحديدها بتحليل المحتويات وإظهار جاذبية المنتج من شكل ولون ونكهة وطعم وقوام ، هذه كلها تعتمد على تَوَقُّع المستهلك « أي كيف يتوقع أن يراها ويرغب بها » ولذا فإن صناعة الأغذية هي دائماً تحكم وضبط الجودة حيث تبدأ هذه من شراء المواد الخام ومواد التعبئة وهذه جميعها يجب أن تلائم مواصفات معايير معينة تشمل التحليل بالحواس والتحليل الكيميائي الميكروبيولوجي ويستمر تقويم الجودة بالتحكم بالانتاج حتى الوصول الى المنتج النهائي ووضعه في المخزن وحتى تصل إلى المستهلك كما يمكن تتبع إدعاءات

المستهلكين للكشف عن نقاط الضعف التي يمكن كشفها في الإنتاج أو أساليب
تقويم الجودة •

ولكي يمكن القيام بمتطلبات تقويم الجودة يحتاج الأمر إلى معرفة واسعة
للأقسام الكيميائية وتقنية الغذاء والاحياء الدقيقة وبذلك تفرض صناعة التعليب
الحديثة إعطاء موضع خاص لتقويم الجودة وإنشاء المخابر التالية لتقويمها
وهي : (١) المخبر الكيميائي ويقوم بفحص المواد الأولية والمنتج النهائي
واختبارهما (٢) ومخبر الاحياء الدقيقة ويقوم بالتحكم واختبار المواد الأولية
والمنتج النهائي وعوامل الصحة والنظافة في المصنع (٣) ومخابر التحكم في
الإنتاج وتقوم بتحليل العينات والتأكد أن الإنتاج يتم ضمن الحدود المرسومة •

٥. التشخيص المرضي : يتزايد استعمال التحليل الكيميائي في تشخيص
الأمراض حيث يستدل من تغير كميات المواد المكونة لسوائل الجسم مثل الدم
أو البول على حدوث الحالات المرضية •

٦. الأبحاث العلمية : يعد التحليل الكيميائي الأداة الرئيسة في إجراء
الأبحاث العلمية وبهذه الوساطة العظيمة بلغت الأبحاث مدى ما كان لها أن تبلغه
لولا الكيمياء التحليلية والأساليب والطرق والأجهزة ذات التعقيد الكبير والقدرة
الفائقة على تحديد كميات المواد والعناصر المبحوث عنها مهما صغرت كمياتها •

المعلومات التي يقدمها التحليل الكيميائي :

يُستعمل التحليل الكيفي لمعرفة وجود بعض العناصر أو الشوارد أو
الجزئيات أو المكونات أو غيابها فعندما تقدم على تحليل مادة صلبة ولناخذ مثلاً مادة

lysergic acid diethyl amide (LSD) نقوم بفحصها أولاً تحت الأشعة فوق البنفسجية إذ تظهر معظم المواد « المهلوسة » منطقة وميض أو ملونة ثم تذاب المادة وتجرى عليها الاختبارات الأخرى .

ويظل التحليل الكمي أهم مميزات التحليل لأنه يقدم المعلومات المرغوب فيها المطلوبة عن التركيب الكيميائي للمادة المختبرة ويمكن تقسيم التحليل الكمي الى:

١. التحليل الكامل complete analysis : وهو نوع التحليل الذي يقوم بتقدير كل مكون من مكونات العينة المختبرة ، فمثلاً تحليل عينة من البترول يعني معرفة النسبة المئوية لكل مكون موجود مثل الفحوم الهيدروجينية ومركبات الرصاص رباعية الاثيل tetraethyl lead والفوسفات ثلاثية الكريسول (١) tri cresyl phosphate وغيرها ، ويصبح في بعض التحاليل الأخرى إجراء التحليل الكامل إضاعة للوقت إذا كان الغرض هو معرفة بعض العناصر أو المركبات لذا يجرى التحليل الخاص لبعض العناصر فقط .

٢. التحليل النهائي ultimate analysis : وهو يقوم بتقدير كمية كل عنصر element موجود في العينة بصرف النظر عن الشوارد أو المركبات الموجودة فمثلاً تقدر النسبة المئوية للفحم والهيدروجين والاكسجين والرصاص والفوسفور في عينة البترول .

٣. التحليل الجزئي partial analysis : تقدر في هذا التحليل كمية المكونات المنتجة أو المرغوب بها فمثلاً في تحليل البترول تقدر النسبة المئوية لمركبات الرصاص رباعية الاثيل أو النسبة المئوية لمركبات الفحوم الهيدروجينية

(١) الكريسول Cresol : سائل زيتي يستخرج من القطران .

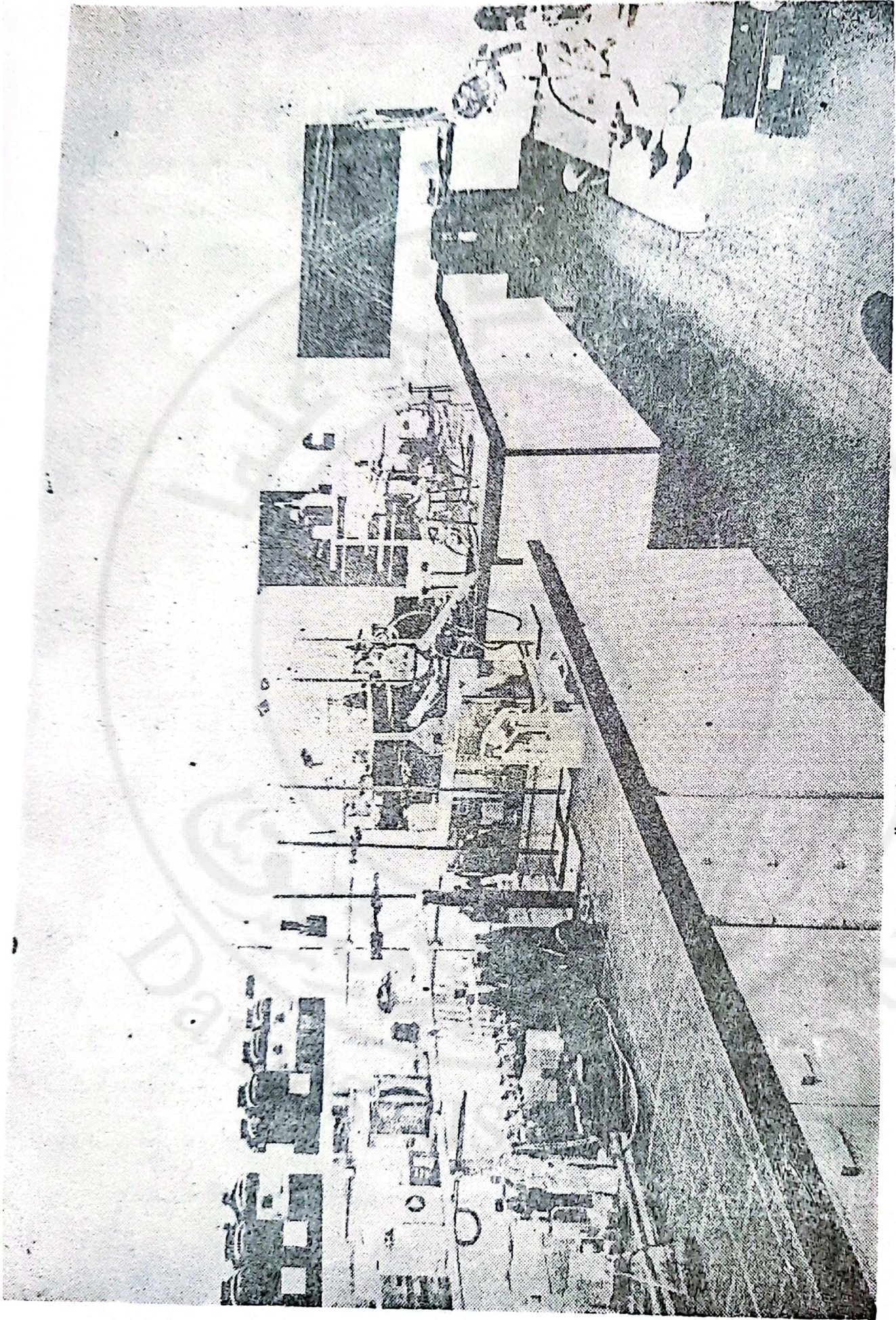
العطرية ، أو في الأسبرين تُقدَّر كمية شوائب حمض الساليسيليك
حيث تعد مؤشراً لمدى نقاوته •

مستلزمات التحليل :

التحليل الكيميائي عملية على جانب كبير من الدقة وبخاصة التحليل الكمي لذلك لا بد من توافر العوامل اللازمة والضرورية إذا كان يرغب في الحصول على نتائج دقيقة ذات دلالة منطقية وأهم هذه المستلزمات :

١. مخبر التحليل : لا بد من أن يُجهَّز مخبر التحليل الكيميائي بوسائل معينة تمكن من إجراء عملية التحليل بسهولة ويسر بتوفير الطاولات التي يمكن أن توضع عليها الأجهزة وتجرى عليها المعايرات الكيميائية ولقد أصبح تأسيس مخابر التحليل وتأثيثها عملية هندسية توضع لها الأسس العلمية وتختار لها المواد الملائمة لبناء الطاولات وأنايب التوصيل ونقل المواد المصروفة في المجاري وكلها ذات تراكيز مختلفة من القلويات والحموض فلا بد من توفر مواصفات محددة للمواد التي تصنع منها هذه الأنايب حيث تُجهَّز الطاولات بسطوح ملساء مقاومة لفعل الحموض والقلويات كما يجب تجهيزها بالمغاسل التي تتصف بالصفات المقاومة نفسها ، ويلحق بالطاولات عدد من المآخذ تُوصِل الماء البارد والحر والماء المقطر كما يجب أن يُوصَل إليها أيضاً مصدر الحرارة فتوضع مآخذ الغاز والكهرباء ومآخذ الشفط والهواء المضغوط • شكل (١-١) •

يكون مخبر التحليل من أكثر المخابر انشغالا إذا تحققت به الكفاية والروح



(الشكل ١ - ١) يبين مخبر تحليل أغذية حديث

العلمية ، لذا يجب أن يكون مريحاً حسن الإنارة والتدفئة جميل المنظر، رُتبت فيه الطاولات وخزن الأدوات الزجاجية والمواد الكيميائية في أماكن محددة لتشغل من مساحة المخبر ولا تعيق العمل ، كما يجب أن يكتمل تأثيثه بوجود الغرف المبردة لحفظ المواد والمحاليل التي يحتاج الى حفظها في درجات منخفضة من الحرارة •

٠٢ . الأجهزة والمعدات : تتم عملية التحليل الكمي بواسطة مجموعة متنوعة من الطرق والأساليب ولا بد لمخبر يقوم بالتحليل الكمي من توافر الآتي :

١ - الأدوات الزجاجية : الأدوات الزجاجية هي ألف باء مخبر التحليل ولا يمكن أن يتم عمل بدونها وهذه تشمل أنواعاً مختلفة ، ولكن مما لا بد من توافره هو :

Beakers	٠١ الكؤوس
Elenmeyer flasks	٠٢ الدوارق العادية
Volumetric flasks	٠٣ الدوارق المعيارية
Graduate cylinders	٠٤ المخاير الاسطوانية المدرجة
Pipetes	٠٥ الماصات
Burettes	٠٦ السحاحات

يحتاج التحليل الكمي الى استعمال بعض الأجهزة لإجراء بعض التقديرات، وبلغت أجهزة التحليل في الوقت الحاضر مرحلة عالية من الدقة والتنوع يصعب على أغنى المخابر والمؤسسات إقتنائها جميعاً لذلك فإن المخبر الفطن يحوز الأجهزة الأساسية التي تلائم طبيعة عمله ويحرص على بقاء هذه الاجهزة نظيفة

صالحة للعمل على الدوام وفي هذا المجال لا بدء لأي مخبر تحليل من اقتناء أجهزة تقوم بأجراء ما يعرف بالتحليل التقريبي approximate analysis وهو تحليل يجرى لمعرفة كميات الماء والسكريات والدهون والبروتينات والرماد.

٣- المحلل : يجب أن يتصف المحلل الكيميائي بمجموعة من الصفات أولاها المعرفة الواسعة والدقيقة بطرق التحليل وأجهزته المستعملة وثانيها فهمه العميق لمبادئ التحليل ممّا يمكنه من تطبيق طرق التحليل وتحويلها - إذا لزم الأمر - للوصول إلى حل المشكلة التي تواجهه وأن يكون قادراً على تقويم نتائج التحليل الكيميائي وتفسيرها والمحلل الكيميائي هو الانسان القادر على حل المشاكل لذا يجب أن يعرف ويتقن على وصف المشكلة • فالمشكلة الموصوفة جيداً قابلة للحل ، فيجب أن يكون قادراً على وضع الأسئلة وجمع المعلومات لتحديد طبيعة المشكلة الحقيقية واستعمال خبرته وذكائه لرسم مخطط الحل ؛ لذا فإن المحلل الكيميائي هو الشخص الماهر جيد التدريب الذي يستطيع أن يأخذ صفة المبادأة بعكس التقني الذي هو مجرد شخص يجري عمليات التحليل المكتوبة ويسير حسبما يثبته دليل العمل المخبري •

الأوعية الزجاجية Volumetric Glassware

يعد الميزان والدورق المعياري والسحاحة والماصة من أهم الأدوات التي يستعملها المحلل في اختبارات اليومية وعلى مدى اهتمامه بها ومعرفته باستعمالها ومقدار دقتها تكون النتائج المأخوذة دقيقة ويمكن الوثوق بها •

التعير Calibration

لا يسمح الانتاج الكبير - للمواد الزجاجية من مختلف أنواعها وحجومها - للمصانع المنتجة بأن تعير كل قطعة أو وعاء ، لذلك إذا أردنا الوصول إلى الدقة المطلوبة في العمل المخبري لا بد من إجراء معايرة لهذه الاوعية للتأكد من دقة حجومها وهذا لا يعني ضرورة تعير كل وعاء زجاجي وذلك لأن معظم أعمال التحليل لا تتطلب المعايرة . ويقوم مبدأ المعايرة - عندما يراد معايرة أي وعاء زجاجي - على وزن حجم الماء الذي يتسع إليه الوعاء ثم قسمته على كثافة الماء عند تلك الدرجة من الحرارة ، ومما يدعو الى تعير الاوعية ملائمة استعمال الوعاء على درجة حرارة غير الدرجة التي حددها المصنع لاستعمال الوعاء وهي غالباً (٢٠ ° م) . وتمدد الزجاج وتقلصه بالحرارة أقل من تمدد الماء وتقلصه .

الدقة والإحكام Accuracy and Precision

يجب التمييز بين الدقة والإحكام التي يحصل عليها عند استعمال الأوعية الزجاجية ، ويمكن التعرف على هذين التعبيرين عندما نقول إن دقة وعاء زجاجي يعبر عنها بأنها أكبر خطأ مسموح به "as the maximum allowable TOLERANCE error" ويُعبّر عن الإحكام بعدم التأكد UNCERTAINTY في قراءة سحاحة أو ملء ماصة أو دورق إلى العلامة المحددة ، وبهذا المعنى لا يوجد إحكام في قراءة مفردة للسحاحة لذا من المفضل أن نتكلم عن عدم التأكد في إحكام قراءة واحدة .

يبين الجدول (١ - ١) التحمل "tolerance" المعياري المحدد من قبل

المكتب الوطني الامريكى للمعايير للأوعية الزجاجية الحجمية ، ويجب ملاحظة أن الأوعية الزجاجية الرخيصة لا تتصف بهذه الصفات .

والتحمل هو القيمة المطلقة العظمى للخطأ المسموح به ، فمثلا تحمل مقدار ٠.٠٥ مل لسحاحة سعتها ٥٠ مل يعني أن الخطأ المطلق في الحجم المأخوذ من السحاحة يصل الى ٠.٠٥ مل ، فاذا كان الحجم المأخوذ هو ٤٠ سم^٣ ، فالقيمة النسبية للخطأ الأعظمي المسموح به بأجزاء المئة (pph) أو بأجزاء الالف (ppt) يكون:

$$\frac{٠.٠٥ \text{ سم}^٣}{٤٠.٠٠ \text{ سم}^٣} \times ١٠٠ = ٠.١٢٥ \text{ جزء بالمئة}$$

$$\frac{٠.٠٥ \text{ سم}^٣}{٤٠.٠٠ \text{ سم}^٣} \times ١٠٠٠ = ١.٢٥ \text{ جزء بالالف}$$

إن عدم التأكد من قراءة مفردة لسحاحة سعة (٥٠) سم^٣ هو موضوع شخصي أي يختلف من شخص إلى آخر في مدى دقته ، ولكن القيمة المطلقة بعدم التأكد يعتقد بأنها في حدود $\pm ٠.٠٢ \text{ سم}^٣$ ؛ ولما كانت السحاحة تقرأ دائما مرتين فإن القيمة المطلقة لمجموع قيمة عدم التأكد يمكن أن تكون بحدود $\pm ٠.٠٤ \text{ سم}^٣$ ؛ وتكون قيمة عدم التأكد نفسها لأي حجم يؤخذ من السحاحة ذات الحجم ٥٠ سم^٣ ؛ ولكن عدم التأكد النسبي مقدراً بأجزاء من المئة أو أجزاء بالالف يختلف من حالة الى حالة كما يتبين من حساب قيمة عدم التأكد النسبي لحجم (١٠ سم^٣) مأخوذ من سحاحة حجمها ٥٠ سم^٣ أو لحجم مقداره ٤٠ سم^٣ :

$$\frac{٠.٠٤ \text{ سم}^٣}{١٠.٠ \text{ سم}^٣} \times ١٠٠ = ٠.٤ \text{ جزء بالالف أو } ٤ \text{ جزء بالمئة}$$

$$\frac{٠.٠٤ \text{ سم}^٣}{٤٠.٠ \text{ سم}^٣} \times ١٠٠ = ٠.١ \text{ جزء بالالف (} ١ \text{ جزء بالمئة)}$$

فتكون قيمة عدم التأكد النسبية أكبر من الدقة النسبية المرغوب فيها وهي في حدود ١٠ إلى ٢٠ جزءاً بالالف أو ١ إلى ٢ جزءاً بالمئة بكل طريقة حجمية ومن هنا يتبين بأن المعايرة بسحاحة سعتها ٥٠ سم^٣ يجب أن تستعمل لمعايرة تستهلك ٣٥ إلى ٤٠ سم^٣ للوصول إلى الأحكام المرغوب فيها ، ويكون استعمال سحاحة حجمها ١٠ سم^٣ أكثر ملاءمة لمعايرة أحجام مقدارها ١٠ سم^٣ أو أقل لأن التقسيم في تدريجات السحاحة الأصغر يكون أدق وعددها أكبر .

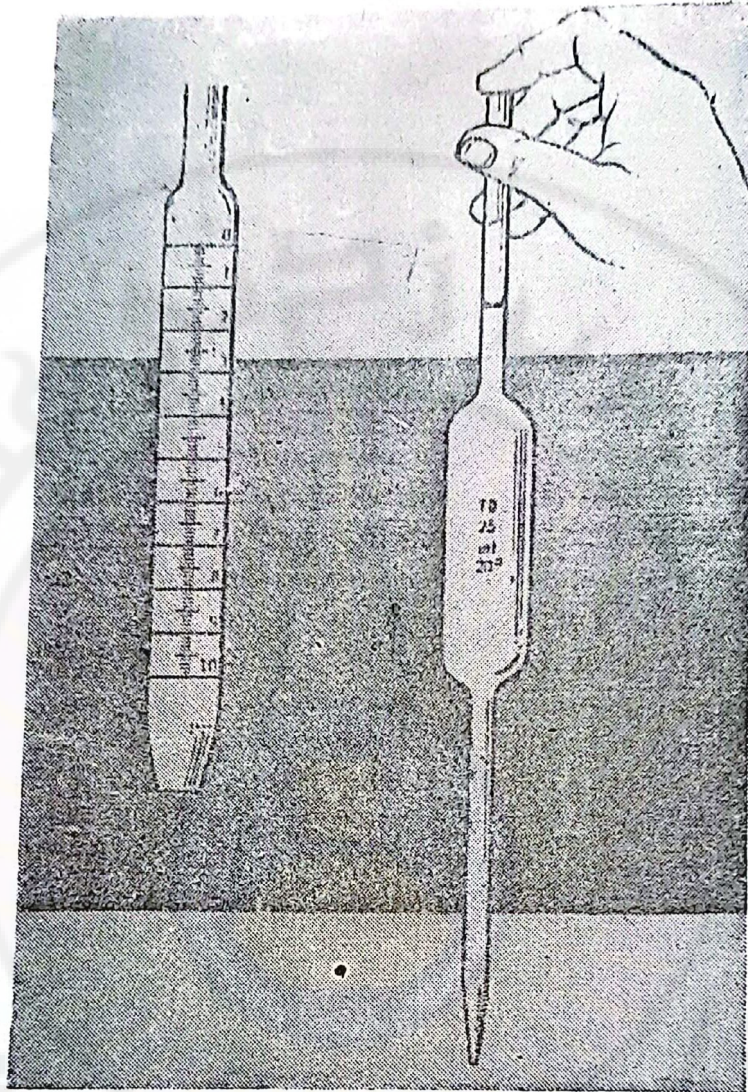
الدوارق المعيارية : Volumetric Flasks

يتراوح حجم الدوارق المعيارية بين ٥٠ إلى ٥٠٠٠ سم^٣ وهي مصممة لتحتوي على هذه الكميات ومميزة بعلامة (TC) وتعطي هذه الكميات عندما تملأ إلى العلامة المحفورة على عنقها وتسد هذه الدوارق بأغطية زجاجية مصنفة أو بأغطية « بريمة » • وتستعمل الأوعية الزجاجية الحجمية :

١. لتحضير المحاليل المعيارية •

٢. لتمديد العينات لأخذ الحجوم الملائمة للاختبارات •

يجب إذابة العينات - التي تحتاج إلى تسخين لاذابتها - في كأس ثم تنقل نقلاً كميّاً إلى الدورق المعياري ، ثم يملأ الدورق بالماء المقطر إلى مستوى أدنى من مستوى العلامة دون أن يمس الماء عنق الدورق المصنفر ثم يترك لمدة دقيقة لتتزل قطرات الماء المعلقة على جدرانه يُمَلَأ بعدها بالماء المقطر إلى العلامة باستعمال قطارة طبية أو ماصة ويجب بذل أقصى العناية حتى لا تزيد كمية الماء على العلامة، يغلق بعدها الدورق ويقلب ويهز لخلط محتوياته •



شكل (١ - ٢) يبين ماصة قياس (يسار) وماصة حجمية

لا تستعمل الأوعية الزجاجية المعيارية لتخزين المحاليل وإذا استعملت في تحضير محاليل قلووية فيجب تفريغ هذه المحاليل حالا في أوعية زجاجية أخرى مثل الزجاجات أو غيرها وغسلها وتنظيفها وحفظها فارغة .

Pipets and their Use الماصات واستعمالاتها

يوجد نوعان للماصات : (١) ماصة القياس measuring pipet (٢) والماصة الحجمية أو النقل volumetric pipet ، يمكن تعيين ماصة القياس ولكنها لا تعطي الحجم بدقة كما هو الحال في السحاحة أو الماصة الحجمية لذلك يجب استعمال الماصة الحجمية لا ماصة القياس لأخذ عينة من محلول عياري .

تنظيف الماصة : cleaning the pipet : إذا نَزَلَ الماء المقطر متقطعاً من الماصة أو تَرَكَ قطرات على جدرانها الداخلية فهذا يعني أنها تحتاج الى تنظيف ويمكن استعمال المحاليل التالية في تنظيف الماصات بالتفصيل الوارد :

(١) ملؤها بمحلول منظم تركيز ٢٪ وتدويرها حتى يغطي المحلول سطحها الداخلي ؛ وإفراغها ثم شطفها بماء مقطر .

(٢) ملء الماصة بمحلول ساخن لمادة EDTA (pH 12) تركيز (٠.٠٠٤ ر.مولاً) وغمرها لمدة لا تقل عن ١٥ دقيقة في المحلول وإفراغها ثم ملؤها بحمض مخفف ثم شطفها بماء مقطر .

(٣) ملء الماصة بمحلول ساخن لخليط ثنائي الكرومات وحمض الكبريت " dichromate - sulfuric acid " وتدويرها حتى يغطي المحلول جميع سطحها الداخلي ، وإعادة المحلول من الماصة الى دورق التخزين ثم شطف الماصة جيداً بالماء المقطر .

استعمال الماصة

١ . استعمال إجابة مطاطية لمص السائل عند ملء الماصة : يُفضل كثيراً بلّ
يمنع استعمال الفم لملء الماصة ويفضل استعمال الإجابة المطاطية وبخاصة عند
استعمال السوائل والمحاليل المركزة أو المخففة السامة والمخرشة مثل الحموض
والقلويات والزرنيخ والامونيا .

الشطف rinsing : من أهم قواعد استعمال الماصات التقيد باستعمالها
استعمالاً علمياً بتطبيق الخطوات التالية :

- ١ . شطف الماصة بالماء المقطر قبل استعمالها .
- ٢ . شطف الماصة بقليل من المحلول المراد أخذه بها وذلك لاجتناب
تخفيفه عند أخذه بالماصة بعد الشطف بالماء المقطر ، ويكون هذا
الشطف بصبّ قليل من المحلول في كأس لاستعماله لهذا الغرض .
ويمنع تفتيس الماصة غير المشطوفة في وعاء المحلول ، ويكون شطف الماصة بوضع
قليل من الماء المقطر أو بمص ما يوازي خمس حجمها ثم مسكها أفقية بعد سدّ فوهتها
وتدويرها بين الأصابع ٤ - ٥ مرات وتكرير هذه العملية مرتين بالمحلول المطلوب
نقله وعندها يجب أن ينساب السائل أو المحلول منها دون ترك ((آثار)) قطرات ماء
ملتصقة وإلاّ يجب إعادة تنظيفها .

ملء الماصة filling : تملأ الماصة بمقدار ٢ - ٣ سم أعلى العلامة وتسد
باستعمال الوجه الانسي من السبابة ((يحرم استعمال الإبهام)) ثم توضع فوهة
الماصة ملاصقة أو بالقرب من جدار الكأس أو الدورق لتفريغ محتوياتها مع
تدويرها للسماح للمحلول بالنزول حتى يصل مستوى المحلول الى العلامة ثم تغلق
مع ملاحظة عدم وجود فقاعات هواء فيها ثم تنقل إلى الوعاء المستقبل للعينة
والذي يجب أن يكون بجانب المحل ، ويمنع نقل أو السير بالماصة أثناء وجود
المحلول فيها لأجل الوصول إلى الوعاء المراد تفريفها فيه .

إفراغ الماصة : تُمسَحُ فوهة الماصة لتكون خالية من السائل بمنديل نظيف ثم تدخل في فوهة الكأس أو الدورق وتجعل فوهتها تقترب من جدار الدورق ثم ترفع الإصبع لينزل المحلول ثم تبقى الماصة عند جدار الدورق مدة ٢٠ ثانية ليتم تفريغها ثم تخرج الماصة من الدورق بحركة دورانية لإنزال أية قطرة بقيت معلقة عند فوهتها ، ويجب عدم نفخ الماصة لإنزال القطرة الباقية عند الفوهة لأن الماصة مهيأة لتعويض ذلك .

التخزين storage : يجب أن لا تبقى الأوعية الزجاجية الحجمية بدون شطف بعد الاستعمال وبخاصة بعد نقل المحاليل القلوية . ويجب أن يتعود المحلل على الممارسة الصحيحة في العمل المخبري واستعمال الزجاجيات ؛ ففي هذه الحالة يجب ملء الماصة بالماء المقطر وسد فوهتها وإذا لم يكن ذلك ممكناً فيجب شطفها ووضعها في درج الأوعية الزجاجية والمحافظة على سلامة فوهتها .

استعمال السحاحة BURETS AND THEIR USE

تعيّر السحاحة لتعطي أحجاماً مختلفة من السوائل وأهم أقسام السحاحة الجزء العلوي الذي يشمل تدريج الصفر حتى النهاية والجزء السفلي المحتوي على الصنبور ، وتصنع بعض السحاحات الآن باستعمال وصلة مطاطية أو من « التفلون Teflon » مع قابض معدني لذا فهي لا تحتاج الى تشحيم .

آ - العناية بالسحاحة

١ . تشحيم السحاحة : يُمسَحُ جميع الشحم من ثقب الصنبور باستعمال منديل ناعم وكذلك داخل السحاحة الى حيثما تصل الإصبع أو يدخل شريط " ربيع " في ثقب فوهة السحاحة لإزالة ما به ثم يوضع قليل " من الشحم على السطح الداخلي لمدخل الصنبور وتقل الكمية عند الثقوب التي



شكل (١ - ٣) الاجزاء الاساسية في السحاحة

ينزل منها المحلول ولا يكثر من الشحم لأنه عندئذ سوف يضغط ليدخل الى جسم السحاحة والى ثقب نزول السائل .

تنظيف السحاحة cleaning the buret : إذا ملئت السحاحة بماء مقطر وافرغت وبقيت قطرات ماءٍ على الجدار الداخلي فإنَّ ذلك يعني أنها تحتاج إلى تنظيف ويمكن استعمال المحاليل التالية وبالترتيب الوارد :

(١) يستعمل محلول منظف تركيز ٢٪ مع فركها باستعمال فرشاة طويلة ثم غسلها بكهية وافرة من الماء للتخلص من المنظف (٢) تنقع السحاحة لمدة ١٠-١٥ دقيقة في محلول ساخن من الـ EDTA تركيز ٠.٠٠٤٪ (pH 12) لإزالة الشوارد المعدنية ثم تشطف بحمض مخفف ثم بالماء المقطر (٣) يستعمل محلول ثاني كرومات وحمض الكبريت .

يؤثر المحلول البارد تأثيراً بطيئاً في تنظيفه لذلك يرغب بنقع السحاحة مدة ٢٤ ساعة في المحلول ثم إعادة غسلها بالماء المقطر وإعادة المحلول المنظف إلى وعاء تخزينه .

ب - استعمال السحاحة

١ . ملء السحاحة : يجب وضع مقدار ١٠ سم^٣ من المحلول المراد استعماله في السحاحة ثم هزتها مع تدويرها حتى يبتل داخل السحاحة ويزيل المحلول حبيبات الماء العالقة ، يترك الصنبور مفتوحاً أثناء الشطف لينزل منها المحلول ، ويجب ان يتم الشطف بالمحلول مرتين على الأقل ثم يغلق الصنبور وتملاً حتى يعلو السائل بمقدار (١ سم^٣) فوق تدريج الصفر ثم تزال القطرات الزائدة وتحكم القراءة .

١ . نظافة السحاحة cleanliness : يجب التأكد أثناء شطف السحاحة من أن إفراغ المحلول يتم متماثلاً بدون تقطع فاذا كان نزوله مستمراً دل ذلك على نظافة السحاحة وإمكان استعمالها ، أما اذا تكوّن قطرات على الجدار الداخلي للسحاحة بعد الشطف فيدل ذلك على عدم نظافتها وضرورة إعادة .

الفقاعات bubbles : يختبر تشكل الفقاعات في السحاحة بانزال نحو (١) سم^٣ من المحلول بسرعة بعد ملئها ثم ينتظر تشكل فقاعات داخل كامل السحاحة وخاصة عند ملئها بمحلول غامق اللون مثل محلول اليود أو برمنغنات البوتاسيوم .

قراءة السحاحة : يترك المحلول ينزل من السحاحة ببطء حتى يصل إلى التدريج الذي يقرأ (٠.٠٠ سم^٣) أو أكثر ويسجل رقم القراءة ويمكن استعمال موضع القراءة وهو قطعة من الورق المقوى أو البلاستيك مربعة الشكل أو مستطيلة مقسمة إلى قسمين الأعلى أبيض والأسفل معتم وعند القراءة يجب أن

تكون العين في مستوى سطح السائل .

المعايرة titrating : تُطوى قطعة من الورق الأبيض على شكل ثنائية الوجوه وتوضع ليكونا جزء" منها أسفل الدورق والجزء الآخر خلفه ثم تضبط فوهة السحاحة لتكون في عنق الدورق ، يحرك الدورق باليد اليمنى ويحرك الصنبور باليد اليسرى من خلف السحاحة بوضع بعض الضغط على الصنبور لمنع تسرب المحلول خارج فوهة السحاحة ، ويمكن استعمال محرك مغناطيسي، ويضاف المحلول بسرعة في البدء وعندما يبدأ لون المشعر بالتغير يُضاف المحلول ببطء ثم يضاف المحلول قطرة قطرة عندما تقترب نقطة التعادل .

نقطة التعادل the end point : تُشطف جدران الدورق المستعمل للمعايرة بالماء المقطر باستعمال زجاجة الغسيل وعندما تقترب نهاية المعايرة ، يُغلق الصنبور وعندئذٍ تتكون قطرة من المحلول على الفوهة اغسلها بالماء المقطر وأنزلها إلى الدورق ، وتعطى السحاحة قراءة ٠.١ ر. سم^٣ وتشكل القطرة ٠.٥ ر. سم^٣ فإن انزال القطرة المتكونة ضروري للدقة في المعايرة .

التخزين : storage : يجب ألا تبقى السحاحة مملوءة بالمحلول لمدة طويلة وخاصة إذا كان المحلول ماءات الصوديوم ، ولمنع تصلب الصنبور يجب إفراغ السحاحة من المحلول بعد الانتهاء من العمل « ويجب عدم إعادة المحلول إلى وعائه الأساسي » ثم تغسل السحاحة بالماء المقطر لعدة مرات ويجب ملء السحاحة بالماء المقطر وتركها كذلك مملوءة ثم تغطيتها بسدادة فإذا لم يمكن ذلك فيجب تخزين السحاحة مقلوبة . يمكن غسل السحاحات التي تستعمل مع المحاليل غير المائية بالاسيتون وتخزين جافة ومقلوبة .

تعبير الماصة سعة ٢٥ سم^٣

يتبع في تعبير الماصة الخطوات التالية :

- ١ . اشطف الماصة الحجمية بالماء المقطر وإذا تكوفت حبيبات داخلها أعد غسلها وتنظيفها كما تقدم .
- ٢ . خذ « زجاجة » وزنها حتى الرقم الثالث العشري ، (٠.٠٠١ ر. غ) .
- ٣ . املأ كأساً بماء واتركه حتى تتعادل درجة حرارته مع درجة حرارة الغرفة ، قس درجة حرارة الماء .
- ٤ . اشطف الماصة مرتين بالماء المقطر جفف سطحها الخارجي بمنديل واملأها ثم ضع فوهة الماصة بقرب جدار كأس ودع الماء ينزل منها حتى يصل مستوى الماء الى العلامة وهي بمستوى العين . يجب عدم وجود فقاعات هواء فيها .
- ٥ . تحمل الماصة بهدوء وهي مائلة قليلاً بحيث يعود الماء الى الوراء حيث النهاية المغلقة بالسبابة .
- ٦ . ادخل فوهة الماصة في فتحة زجاجة الوزن وافرجها مع بقاء فوهة الماصة مدة ٢٠ ثانية على هذا الوضع حتى تفرغ تماماً .
- ٧ . سد زجاجة الوزن وزنها مع الماء إلى أقرب مليغرام فيكون الفرق بين الوزن الحالي ووزن الزجاجة فارغة هو وزن الماء .
- ٨ . استعمل المعلومات بتدوينها كما يلي :

درجة حرارة الماء	
وزن الزجاجة فارغة	
وزن الزجاجة + الماء	
وزن الماء	
حجم الماصة محسوباً من وزن الماء	
الخطأ بالسـم ^٣	
التحمل	

- ٩ . صحح علاقة الحجم بالوزن للماء للتعبير على درجة حرارة ٢٠°م :
- استعمل الجدول التالي لمقارنة كثافة الماء عند درجات الحرارة المختلفة :

جدول (١ - ١) كثافة الماء عند درجات الحرارة المختلفة

درجة الحرارة	سم ^٣ /غ	درجة الحرارة	سم ^٣ /غ
١٩	١٠٠٠.٢٦	٢٤	١٠٠٠.٣٦
٢٠	١٠٠٠.٢٨	٢٥	١٠٠٠.٣٩
٢١	١٠٠٠.٣٠	٢٦	١٠٠٠.٤١
٢٢	١٠٠٠.٣٢	٢٧	١٠٠٠.٤٣
٢٣	١٠٠٠.٣٤	٢٨	١٠٠٠.٤٦

المصدر: الكيمياء التحليلية الكمية : فريتز وشنك ١٩٧٤ .

جدول (١ - ٢) قدرة احتمال الأوعية الزجاجية الحجمية ((للخطأ))

السعة	الدوارق الحجمية	الماصات	السحاحة
٥	—	٠.١	٠.١
١٠	—	٠.٢	٠.٢
٢٥	٠.٣	٠.٣	٠.٣
٥٠	٠.٥	٠.٥	٠.٥
١٠٠	٠.٨	٠.٨	١.٠
٥٠٠	١.٥	—	—
١٠٠٠	٣.٠	—	—

المصدر: الكيمياء التحليلية الكمية : فريتز وشنك ١٩٧٤ .

* * *

الفصل الثاني

تحضير العينات للتحليل وتخزينها وحفظها

والتعبير عن النتائج

PREPARATION OF SAMPLES FOR ANALYSIS ;

STORAGE AND PRESERVATION OF SAMPLES ;

EXPRESSION OF RESULTS

عندما يقوم المحلل بتحليل مادة ما يرغب في أن يصل إلى معرفة حقيقة تركيب المادة وصفاتها أو معرفة حقيقة العوامل التي يستقصيها ووسيلته الى ذلك هي تحليل المادة ، وتكون هذه المعرفة حقيقية وكاملة إذا تم تحليل جميع المادة ولكن ذلك غير ممكن عملياً لأسباب متعددة وحتى لو تم تحليل المادة كلها فإن هذا التحليل يستنفذ كثيراً من الجهد والوقت والمواد التي لا تتكافأ مع المعلومات المستخلصة ، لذلك يلجأ المحلل الى الحصول على جزء مقبول من المادة لاستخلاص المعلومات المطلوبة ويعرف هذا الجزء بالعينه sample وتدعى الطريقة التي تؤخذ بها طريقة اخذ العينه sampling .

تعريف العينه

هي الكمية المأخوذة من مكان معين من عبوة مادة ما بغية الحصول على

معلومات ممثلة لكامل المادة تشكل قاعدة لتكوين فكرة أو اتخاذ قرار بشأن تركيب المادة وللتأكيد مدى صلاحيتها للتصنيع أو الغذاء ؛ ومهما بذل من دقة في أخذ العينات فإنه :

- ١ . لا توجد عينة تمثل المادة بأكملها تمثيلاً حقيقياً من جميع الجوانب .
- ٢ . قدرة العينة فقط على تحديد عدد معين من العوامل التي تكفي للاحاطة بتركيب المادة .
- ٣ . اختلاف العينة عن المادة المأخوذة منها لأن هناك دائماً خطأ في أخذ العينة العشوائية .

أنواع العينات

- ١ . العينة الأولية primary sample : هي الكمية المأخوذة من مكان معين من عبوة مادة ما أو المأخوذة أثناء تحميل المادة أو تنزيلها عند وقت معين .
- ٢ . العينة المركبة composite sample : وهي الكمية الناتجة من خلط جميع العينات الأولية .
- ٣ . العينة النهائية final sample : هي كمية صغيرة يحصل عليها بتقسيم العينة المركبة تقسيماً محكماً بحيث تظل ممثلة للعبوة المأخوذة منها .
- ٤ . العينة المخبرية laboratory sample : وهي أصغر كمية يحصل عليها بتقسيم العينة النهائية تقسيماً محكماً وهي العينة التي يجري عليها التحليل .

تحضير العينة PREPARATION OF SAMPLE

تحضير العينة عملية يراد بها تقليل حجم العينة وتنعيم حبيباتها وخلط أجزائها جيداً ليكون الناتج ممثلاً لم توسط تركيب الخليط .

ويمكن تقسيم المواد الغذائية التي يحتمل أن يواجهها المحلل إلى الأقسام التالية :

١ • الأغذية المعلبة : وهي إما أن تكون سائلة القوام لا تحتوي على أجزاء صلبة ويتم الحصول على العينة منها بخلط محتوياتها خلطاً جيداً أو أنها ، تحتوي على أجزاء صلبة مع السوائل ، فإذا كان يراد معرفة تركيب كل جزء على انفراد فيجب أن يتم فصل المواد الصلبة وتحليل كل منها منفرداً ، أما إذا أريد معرفة التركيب الكلي فيجب خلط محتويات العلبة أو العلب جيداً ثم أخذ العينة للتحليل .

٢ • الأغذية الجافة dry foods : بعد أن يتم الحصول على العينة بالطريقة الملائمة يجب تنعيم أجزاء هذه العينات إلى درجة نعومة تمكن من معرفة التركيب الحقيقي لذلك يجب طحن العينات في مطاحن خاصة مثل مطحنة وايلي أو غيرها حتى تمر حبيباتها من خلال فتحات مناخل محددة الثقوب عند التحليل لمعرفة السكريات والبروتينات والرماد .

أمّا ما يجب مراعاته عند طحن العينات فهو :

- ١ • عدم تهوية العينة أثناء الطحن لمنع حدوث الأكسدة .
- ٢ • نظافة السطوح الداخلية للمطحنة .
- ٣ • عدم تلوث العينة ببقايا من عينات سابقة .
- ٤ • عدم ارتفاع درجة حرارة العينة أثناء الطحن .
- ٥ • المحافظة على تركيب العينة وعدم السماح بتطاير بعض المكونات منها مثل الرطوبة أو امتصاصها .

٣ - اللحوم meat : يُحدد الجزء من الذبيحة أو قطعة اللحم المراد تحليلها وتنظف من الدهن أو الشخات ثم يؤخذ الجزء الممثل للقطعة ويفرم باستعمال

خلالة أغذية حتى يصبح ناعماً ومتجانساً وتجري عليه التحاليل المطلوبة .

٤ - الأنسجة النباتية plant tissues تجفف الأنسجة النباتية بعد الحصول على العينة بحيث لا يؤدي ذلك إلى تغيير في تركيبها وذلك باستعمال درجات حرارة مناسبة حيث تسخن هذه المواد على درجة حرارة ٨٠°م لمدة عشر دقائق ثم تجفف تحت تفريغ على درجة حرارة ٦٠°م .

الخلط Mixing

يجب خلط جميع العينات المأخوذة للتحليل خلطاً جيداً قبل أخذ العينة ، ففي حالة المواد السائلة يُكتفى بخلط المحتويات جيداً بتقليب العلبة أو الوعاء رأساً على عقب عدة مرات ، وفي حالة الحليب تزال جميع كتل القشدة المتكونة وإذابتها في العينة مع الاستعانة بالتسخين والتحريك إذا لزم الأمر .

الطحن Comminution

تستعمل عدة أساليب في طحن المواد الغذائية الصلبة وشبه الصلبة :
الحبوب ومنتجاتها : تطحن في مطحنة حبوب لتمرير الجزئيات المطحونة من خلال منخل رقم ٢٠ / مش .

المكرونة والعصائبية : تقطع هذه المواد وما يماثلها إلى أجزاء صغيرة ثم تطحن في مطحنة حتى تمر الجزئيات في منخل رقم ٢٠ / مش .

الخبز : يقطع الخبز الافرنجي الى شرائح بسماكة ٢ - ٣ مم أما الخبز البلدي فتفصل طبقاته ويقطع إلى أجزاء ٥×٥ سم أو ١٠×١٠ سم وتوضع القطع على طبق من الورق وتترك في جو الغرفة حتى تجف وتصبح هشة ثم تطحن في مطحنة الحبوب .

الأسماك الطازجة : تقطع إلى شرائح أو تطحن كلها بوضعها في فرامة أغذية حتى يمكن الحصول على القوام اللائم للتحليل .

الأسماك المعلبة : تقطع وتطحن في فرامة أغذية .

الأسماك المجففة : تقطع القطع الكبيرة إلى قطع صغيرة ثم تطحن حتى الحصول على النعومة المناسبة .

الشوكولاته : تجمد الشوكولاته حتى تصبح صلبة وعندئذ تقطع إلى حبيبات صغيرة .

اللحوم الطازجة : تزال الاجزاء غير المرغوب فيها مثل الشحنات والأغشية والشحم والعظام ثم تطحن في فرامة أغذية مع السرعة بالطحن لمنع حدوث تغيرات أو تتم العملية في وسط مبرد بالتلج .

الثمار الطازجة أو المعلبة ومنتجاتها : تزال النوى من هذه المواد إن وجدت ثم تسحق بتمريرها في فرامة أغذية أو خلاط ذي سرعة عالية .

الثمار المجففة : تمرر في فرامة أغذية ثلاث مرات ثم تخلط جيداً بعد كل مرة أو قد تطحن على مرحلتين باستعمال شفرات خشنة ثم شفرات ناعمة .

الخضار الورقية الطازجة : تجفف هذه المواد بالفرن ثم تطحن ولا تستعمل هذه الطريقة إلا عند تقدير الرماد والمعادن .

منتجات الخضار : وهي المواد الغذائية الموجودة على هيئة مساحيق أو عجينة مثل رب البندورة أو الخضار منزوعة السائل ، فتخلط بهن العبوات جيداً ثم طحنها أو خلطها بالخلطات .

حفظ العينات

يجب تحليل العينات الغذائية مباشرة بعد وصولها أو الحصول عليها ولكن قد تحول

أسباب كثيرة دون ذلك فيلجأ المحلل الى حفظها إلى وقت آخر يسمح بتحليلها ويؤدي إرجاء تحليل العينة إلى حدوث تغيير في تركيبها مرده الى الاسباب التالية:

- ١ • تبخر الرطوبة أو امتصاصها أو تبخر المركبات الطيارة أو الأكسدة •
- ٢ • فعل الانزيمات •
- ٣ • فعل الأحياء الدقيقة •

ولمنع حدوث تغيرات في تركيب العينات أثناء الحفظ يجب أن يتم تخزين العينة في أوعية محكمة القفل غير منفذة للهواء أو الرطوبة ومصنوعة من مواد غير فعالة كيميائياً وأهم الأوعية المستعملة :

- ١ • عبوات الصفيح : ذات الأحجام الملائمة والتي تغلق أغطيتها بالضغط أو « القلاووظ » •
- ٢ • الأوعية الزجاجية : ويفضل أن تكون واسعة الفوهة وذات أغطية محكمة •
- ٣ • الأوعية البلاستيكية : تماثل في شكلها وحجمها الأوعية الزجاجية •

العوامل التي تغير تركيب العينة

أهم العوامل التي تؤدي إلى تغيير تركيب العينات هي :

- ١ - التغيرات الانزيمية : تستمر الانزيمات في النشاط بعد ذبح الحيوانات أو قطف الثمار أو قطع الأجزاء النباتية مما يؤدي إلى حدوث تغيير في تركيب هذه المواد ، ويمكن تقليل هذه التغيرات بتحليل العينات مباشرة بعد استلامها أو غمر المادة في الكحول المغلي وتخزين المستخلص الكحولي على درجة حرارة منخفضة •
- ٢ - فعل الأحياء الدقيقة : يغير نشاط الأحياء الدقيقة من تركيب المواد

إذا كانت قادرة على تنمية هذه الأحياء كوجود الرطوبة مثلاً لذلك يجب استعمال بعض الطرق التي تمنع نمو الأحياء الدقيقة •

٣ - تغير محتوى الرطوبة : يتغير محتوى العينة من الرطوبة بسبب فقدتها أو امتصاصها أو تطاير بعض المركبات الطيارة وغيرها •

الطرق المستعملة في حفظ العينات

١ . الحفظ على درجة حرارة التجميد : يؤدي حفظ العينات على درجة حرارة منخفضة دون 20°F إلى منع نشاط الأحياء الدقيقة ووقف نموها ولو أن تأثير هذه الدرجات المنخفضة قليل في التغيرات الانزيمية التي يحدث أهمها أثناء إزالة حالة التجميد •

٢ . إضافة المواد الحافظة : تمنع المواد الحافظة التغيرات الناتجة عن فعل الأحياء الدقيقة كما أنها تثبط فعل الانزيمات ويعتمد اختيار أي منها على طبيعة المادة ونوع التحليل ومن أهم المواد المستعملة :

- كلور الزئبق ويستعمل بنسبة ٠.٥ / ٢٥٠ سم^٣ •
- ثاني كرومات البوتاسيوم •
- الفورمالدهيد •
- والكلورفورم : لحفظ البذور الزيتية (الزيتون والافوكادو) •

التعبير عن النتائج EXPRESSION OF RESULTS

يختلف التعبير عن نتائج التحليل في المواد الغذائية ولكنه يتبع أساساً ثابتة ومعروفة وأهم هذه الأسس :

التركيب : يعبر عنه بالوزن الرطب أو الجاف، وعلى أساس المادة كما تشتري أو على أساس الجزء المأكول •

أو يُعبر عنه بالنسبة المئوية الوزنية أو النسبة المئوية الحجمية .
تركيب السوائل أو المشروبات : يُعبر عنه بالغمم في ١٠٠ سم^٣ ، وعندما
تكون المكونات صغيرة جداً يعبر عنها بالأجزاء بالمليون أو المليغرام في الكيلوغرام
أو اللتر .

الرماد : يعبر عن المحتويات المعدنية بكمية الرماد على أساس الوزن الرطب
أو الوزن الجاف بالنسبة المئوية .

الحموضة : يعبر عن الحموض الحرة أو الحموضة الكلية على أساس وجود
أهم الحموض في المادة الغذائية وأكثرها وجوداً فمثلاً يعبر عن الحموضة في البرتقال
والعصير على أنها حمض ليمون وفي منتجات العنب على أنها حمض طرير ؛ وفي
التفاح ومنتجاته على أنها حمض تفاح « ماليك » وفي المخلات والحموض القابلة
للتقطير على أنها حمض خل .

الفيتامينات : يُعبر عن الفيتامينات في المواد الغذائية حسب توفرها فإذا
كانت كمياتها كبيرة عبّر عنها بالمليغرام/١٠٠ غرام (كما في الثيامين والريبوفلافين
وحمض الاسكوربيك) أو بالمكروغرام كما في مكافئ الكاروتين أو الروتينول ،
أو بالوحدات الدولية كما في فيتامين A و D .

المعادن : يعبر عنها بالمليغرام كما في الكالسيوم والفوسفور والحديد .

* * *

الفصل الثالث

تقدير الرماد والمكونات المعدنية

ASH AND MINERAL COMPONENTS DETERMINATION

تحتوي جميع المواد الغذائية على العناصر المعدنية في تركيبها ، وتكوّن هذه العناصر جزءاً هاماً من مكونات الخضراوات والفواكه وجميع المواد ذات المصدر النباتي أو الحيواني كما أنها تشكل أهمية خاصة في قيمة هذه المواد الغذائية .

اهمية تقدير الرماد

يستدل من تقدير الرماد في المواد الغذائية على كثير من صفاتها ومميزاتها الغذائية لأن الرماد :

- ١ . يدل على جودة الطحين .
- ٢ . يدل على جودة المواد العلفية والأعلاف المستعملة في تغذية الدواجن والأبقار .
- ٣ . يساعد على كشف الغش في بعض المواد الغذائية حيث يستدل به على نسبة الفواكه في المربيات .

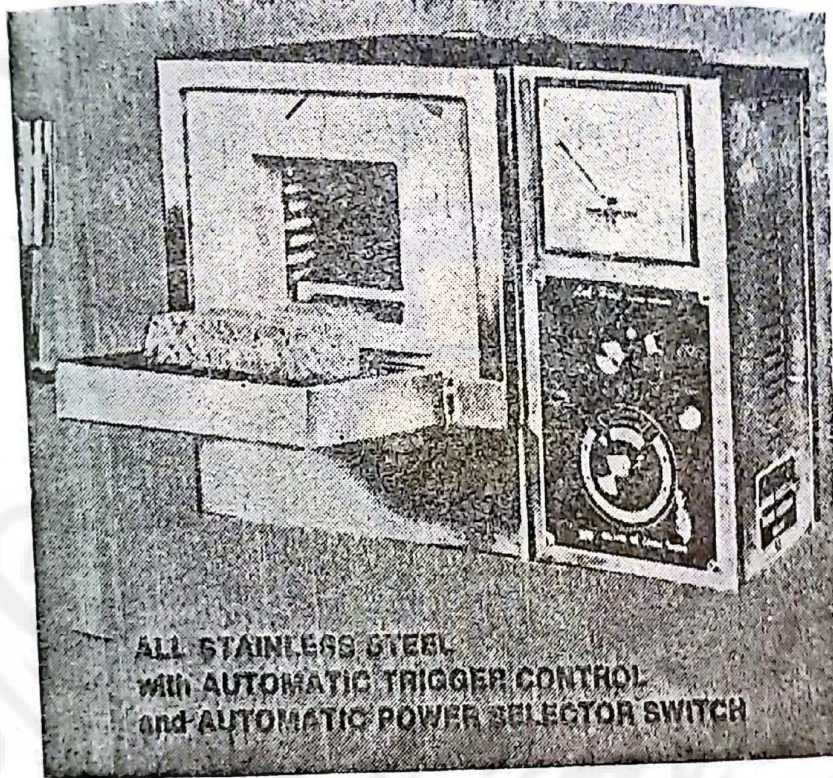
محتوى المواد الغذائية من الرماد

يختلف محتوى المواد الغذائية من الرماد وتعتمد نسبته على طبيعة المادة المرمدة وطريقة الترميد ، فتحتوي معظم المنتجات اللبنية على ٥٠ - ١٪ من الرماد ويزداد الى ١٥٪ في الحليب المكثف حتى يصل الى ٨٪ في الحليب المجفف خالي الدسم ولا تحتوي الدهون والزيوت على أي رماد وإن الاملاح المعدنية الاساسية المتوفرة في الزبدة والمايونيز ومرق السلطات salad dressing هي ملح الطعام .

يتراوح الرماد في الفواكه الطازجة بين ٢ - ٨٪ وهو يتناسب عكسياً مع محتوى الرطوبة وتحتوي الثمار المجففة على ٣٥٪ رماداً ويحتوي جزء الاندوسبرم المأخوذ أثناء طحن القمح على ٥٪ وتعد طبقة الاليرون والجنين غنية بالمعادن . ويحتوي اللحم الطازج ولحم الدجاج على ١٪ وترتفع نسبة الرماد في اللحوم المصنعة الى ١٢٪ كما في اللحم المجفف والملح ، ويصل محتوى المعادن في الجزء المأكول من الاسماك الى ١ - ٢٪ ويحتوي صفار البيض على ثلاثة أمثال ما يحتوي عليه البياض ، ويحتوي السكر النقي والحلوى والعسل والقطر على آثار من الرماد ، وتحتوي الخضار على كمية من الرماد تصل الى ١٪ وهي أعلى من الفواكه أما المخللات الشكروت والخضر المصنعة الأخرى فهي غنية بالاملاح ومحتواها من الرماد عالٍ .

إن أهم المعادن التي تكون الرماد هي الكالسيوم الذي يوجد بكمية كبيرة تقريباً في منتجات الالبان والحبوب والثمار الجوزية والأسماك والبيض والخضراوات وعموماً يوجد الكالسيوم في جميع الاغذية بكميات قليلة باستثناء السكر النقي والنشاء والزيوت ، ويوجد الفوسفور في الحبوب ومنتجاتها واللحم والأسماك ولحم الدواجن وهو يوجد تقريباً في معظم المواد الغذائية ، ويوجد الحديد بكميات كبيرة نوعاً في الحبوب والطحين ومنتجات الخبز وتعد المكسرات ومنتجاتها

والبيض ولحوم الدواجن والحيوانات البحرية والاسماك الصدفية والبيض والبقوليات مصادر جيدة للحديد ، كما تحتوي معظم المنتجات اللبنية والفواكه والخضار على كميات قليلة من الحديد ؛ كذلك تحتوي معظم المنتجات اللبنية والفواكه والحبوب والحبوب المصنعة والمكسرات واللحوم والاسماك والدواجن على البوتاسيوم ويوجد المغنيسيوم في الحبوب والبقوليات واللحوم ، ويتوفر النحاس في الحيوانات البحرية والكبد والحبوب والخضراوات ، ويوجد الزنك في الحيوانات البحرية وبكميات أقل في المواد الغذائية الأخرى .



شكل (٣-١) فرن ترميد

تقدير الرماد في المواد الغذائية

يُعرف الرماد بأنه البقايا المعدنية المتبقية من ترميد المواد العضوية ، ويختلف محتوى هذه المواد وتركيبها حسب طبيعة المادة الغذائية المرمدة ، وهو

يقدر من نقص الوزن الحاصل من ترميد العينة على درجة حرارة كافية لحرق المادة العضوية دون ترك بقايا أو فقد من المكونات المعدنية للرماد ، وتستمر عملية الترميد حتى يصير الرماد متماثلاً في اللون الأبيض أو الأحمر أو الأخضر أحياناً وإنما يخلو تماماً من البقايا الفحمية السوداء ، وغالباً ما يصعب الحصول على مكرر تقدير رماد متماثل وبخاصة في الأغذية القلوية وذلك لتغير الوزن الناجم عن تحلل الكربونات أو فقد المكونات الطيارة مثل الكلوريدات ، وبسبب صعوبة وزن الرماد القلوي بسرعة كافية لتفادي تغيرات الوزن بسبب امتصاص الرطوبة من جو المخبر عند وضع البوتقة في الميزان بعد إخراجها من المجفف أو الخطأ في وزن البوتقة الساخنة وعدم الانتظار حتى تبرد أو بسبب الفقد الميكانيكي للرماد أثناء الوزن أو الترميد ولتقليل هذه الأخطاء يجب اتباع القواعد التالية والتمسك بها بشدة :

آ - تحضير العينة : يوصي كتاب طرق التحليل القياسية المعروف بـ (AOAC) باستعمال كميات من المادة تمثل (٢) غ من المادة الجافة من الأسماك ومنتجاتها والحبوب ومخزون الاعلاف ، و ٣ - ٥ غ من الحبوب أو الحليب أو الجبن و ٥ - ١٠ غ من السكر ومنتجات السكر واللحم والخضار ، و ٥٠ سم^٣ من النبيذ و ٢٥ غ من العصير والفواكه المعلبة أو الطازجة و ١٠ غ من الهلام والقطر والمربى والمرملاد ؛ ويجب تجفيف المواد المحتوية على نسبة عالية من الرطوبة قبل ترميدها كما يجب تسخين المواد المحتوية على المركبات الطيارة باحتراس شديد كما هو الحال في البهارات والتوابل حيث تتبخر هذه المواد دون أن تحترق ، كذلك يجب تسخين المواد الغنية بالدهون لإزالة ما بها من دهن دون أن تتعرض للاشتعال كذلك يجب إزالة الدهن من الحليب قبل ترميده . وبمثل السكر والمواد السكرية إلى تكوين الرغاوى لذلك يجب تسخينها بهدوء على لهب معتدل حتى تصل إلى درجة التفحم وأما إذا ركز اللهب على جانب معين من الطبق

فإنه يبدأ بالتفحم ومنه يمكن التحكم في انتقاله الى الأجزاء الأخرى بدون حصول الفوران .

ب - الطبق dish : تستعمل في الترميد بوتقة مصنوعة من البورسلين أو أطباق ضخمة واسعة قليلة العمق مستوية القعر تتسع الى ٥ - ١٠٠ سم^٣ ويعتمد اختيار الأطباق على طبيعة الغذاء المراد تحليله وعلى نوع التحليل المرغوب إجراؤه .
تصنع هذه الأطباق من الكوارتز أو البورسلين أو الفولاذ أو النيكل أو البلاتين أو خليطة الذهب والبلاتين وتقاوم الأطباق المصنوعة من الكوارتز الهالوجينات والحموض والمحاليل المتعادلة باستثناء حمض الفلور والفسفور وهذه البواتق مقاومة للحرارة العالية وتحمل درجة حرارة تصل الى ١١٠٠ م° ويمكن تنظيف البواتق البورسيلينية باستعمال حمض كلور الماء المخفف الساخن ، وتتميز بكثرة استعمالها لثبات وزنها ورخص ثمنها إلا أنها تتأثر بالقواعد وسرعة التشقق بالتغيرات الحرارية العالية المفاجئة .

ج - درجة حرارة الترميد temperature of ashing : تصل درجة حرارة الترميد الموصى بها في ترميد المواد الغذائية الى ٥٢٥ م° للشار ومنتجات الفواكه واللحم ومنتجاته والسكر والخضار ومنتجاتها ، ويجب ألا تزيد على ٥٥٠ م° لمنتجات الحبوب ومنتجات الألبان والأسماك والمنتجات البحرية وتكون نحو ٦٠٠ م° للحبوب والأعلاف ، ويخشى تطاير المركبات الطيارة مثل الكلوريدات والمعادن القلوية وأكاسيدها عند درجات الحرارة العالية ، وإذا تم احتراق المادة في الرمدة فيجب تنظيم درجة حرارتها بحيث لا تتجاوز ٥٥٠ م° ، أما إذا سخن الطبق مباشرة فيجب عدم تسخينه إلى أكثر من درجة الاحمرار وهذه تتراوح بين ٥٥٠ - ٦٥٠ م° لتطاير البوتاسيوم وكلور الصوديوم عند هذه الدرجة ، وتتحول كربونات

الكالسيوم إلى أكاسيد ، يلتحم الفوسفور القلوي مع ذرات الفحم وينضم أكسدتها ويكون المغنسيوم عند درجة الترميد العادية على صورة أكسيد والكالسيوم والبوتاسيوم على صورة كربونات .

من أجل الوصول الى تقدير دقيق للرماد ، يستعمل فرن الترميد المجهز بمنظمات للحرارة التي تنظم درجة الحرارة في المرمدة وتجعل استعمالها سهلاً ومريحاً .

مدة الترميد Period of ashing

لا تحدد مدة الترميد لكثير من المواد الغذائية إلا في حالات قليلة كما هو الحال في الحبوب والأعلاف المخزونة التي تحدد مدة ترميدها بساعتين ، أما في الحالات الأخرى فتستمر عملية الترميد حتى الوصول الى لون رمادي فاتح أو أبيض أو الوصول الى وزن ثابت ، لذلك يحتاج التقدير الجيد للرماد إلى عدة ساعات من الترميد وقد يمتنع أحياناً الاحتراق الكامل للفحم بسبب إحاطة ذراته أو حبيباته بطبقة من المعادن المكونة غالباً من فوق الفوسفات pyrophosphate ، ويمكن التغلب على هذه الصعوبة بتبريد الكتلة المحترقة ثم غسلها بالماء الساخن لإذابة الأملاح المنحلة وجمع الأملاح غير المنحلة على ورقة الترشيح العديمة الرماد ثم ترميد الورقة بما عليها حتى اللون الأبيض ثم تضاف الرشاحة وتبخر حتى الجفاف ثم تسخن حتى درجة الاحمرار ويصير الرماد أبيض اللون .

وزن الرماد Weighing the ash

يجب بذل درجة عالية من العناية في مداولة الرماد لأنه خفيف الوزن وهفوف القوام ويسهل تطايره من البوتقة لذلك يستحسن عند نقله الى الميزان أو عند وضع البوتقة في المجفف أن تغطى بزجاجة ساعة كما يجب وزن بعض أنواع الرماد

بسرعة فائقة لأنها شديدة الامتصاص للرطوبة وتعود هذه الشراصة لوجود كربونات البوتاسيوم .

METHOD OF ASHING طرق تقدير الرماد

١ - الترميد الجاف dry ashing : توزن العينة في الترميد الجاف وتوضع في البوتقة ثم تحرق المواد العضوية بدون لهب وترفع درجة حرارتها الى درجة معينة لمدة محدودة أو حتى تصل الى وزن ثابت ، ثم تخرج البوتقة من المرمدة وتوضع في مجفف حتى تبرد ثم توزن البوتقة ويقدر وزن الرماد ؛ وفي حالات تقدير الرماد الكلي وحيشما لا تكون حاجة لتقدير العناصر المعدنية في الرماد يتم الترميد على درجة حرارة تتراوح بين ٤٠٠ الى ٧٠٠ م° ؛ أما إذا أريد تقدير المكونات المعدنية للرماد فيجب ترميد كل مادة حية (بيولوجية) يراد تقدير مكوناتها بمفردها ، فيمكن تقدير الألمنيوم والنحاس والقصدير والسليكون والمغنيسيوم على حالة أكاسيد في بوتقة من البلاتين ؛ ويقدر الكروميوم كـ معدن في بوتقة من البورسلين ، ويقدر الصوديوم والبوتاسيوم والليثيوم والمنغنيز والرصاص في بوتقة بلاتين على صورة سلفات وهكذا ...

إذا لم يتحول الرماد إلى رماد خالٍ من بقايا الفحم فانه يرطب بالماء ويجفف ويترمد مرة ثانية حتى يحصل على الرماد الأبيض ، وقد يُضطر في بعض الحالات الى إذابة الرماد في قليل من الماء ثم ترشيحه وتجفيف كليهما وترميد الورقة والبقايا كل على انفراد ؛ وإذا لم يقدر الماء على تفكيك البقايا فتعامل بإضافة بضع قطرات من الماء الأكسجيني أو حمض النتريك أو حمض الكبريت وعند إضافة هذا الحمض يتغير تركيب الرماد لذا يجب بذل الاحتياطات اللازمة عند تقدير نوع الرماد .

الترميد الرطب wet ashing : يستعمل الترميد الرطب عندما يراد هضم

العينات لتقدير العناصر النادرة trace elements والسموم المعدنية .

يتم الهضم باستعمال الحموض القوية منفردة وهذا لا يؤدي الى كمال هضم المادة فمثلا استعمال حمض الكبريت لغرض الهضم يحتاج إلى وقت طويل مما يستلزم إضافة بعض المواد مثل سلفات البوتاسيوم لتقصير وقت الهضم برفع درجة الغليان .

إن استعمال خليط من الحموض لتحليل المواد العضوية هو الاجراء الأكثر شيوعاً حتى أوصى كثير من الباحثين باستعمال خليط من حمض الكبريت وحمض النتريك وتختلف كمية كل منهما بحسب طبيعة المواد العضوية ، وقد اقترح استعمال حمض فوق كلور الماء مع حمض النتريك أو مع خليط من حمض النتريك وحمض الكبريت لتسريع تفكيك كثير من المركبات العضوية صعبة التأكسد ، ومن المعروف أن حمض فوق كلور الماء حمض مؤكسد جيد ولكنه شديد الخطورة لذا يجب الاحتياط عند استعماله وإجراء جميع العمليات في قفص زجاجي يخلو من جميع المواد القابلة للاحتراق .

الرماد الذائب والرماد غير الذائب

الرماد الذائب بالماء : يدل الرماد الذائب - في منتجات الفواكه على كمية الفواكه فيها ويتم تقدير هذا الرماد بأخذ ٣٠٠ غرام من الهلام أو القطر ووضعها في لترين من الماء وغليها على حمام بخار أو غلي ٣٠٠ غرام من الثمار الطازجة أو المربى أو الفواكه المحفوظة مع الماء لمدة ساعة ثم أخذ ١٠٠ سم^٣ من المحلول وتبخيره حتى الجفاف ثم ترميده على درجة حرارة لا تزيد على ٥٢٥°م ويكون الناتج الرماد في هذه المنتجات ، وفيما يلي نسبة الرماد المئوية لبعض الفواكه كما أوردها سيل Sale عام ١٩٣٨ .

جدول (٣ - ١) يبين نسبة الرماد المتبوة في بعض الفواكه

المنتج	نسبة الرماد	المنتج	نسبة الرماد
التفاح	٠.٣٢ %	كشمش	٠.٥٨
المشمش	٠.٨٠ %	توت لوغان	٠.٥٠
العليق	٠.٤٦	دراق	٠.٤٩
الكرز	٠.٤٨	اناناس	٠.٤٣
تفاح بري	٠.٤١	خوخ	٠.٥٧
التين	٠.٥٥	سفرجل	٠.٤٤
كشمش شائك	٠.٤٣	توت العليق (احمر)	٠.٤٥
الجوافة	٠.٦٢	توت العليق (اسود)	٠.٥٦
العنب	٠.٥٢	فريز	٠.٤٦

المصدر : طرق تحليل الاغذية ، جوسلن ، ١٩٧٠

الرماد الذائب وغير الذائب : تفيد معرفة هذا الرماد في تحديد المواد المعدنية المضافة وفي تفسير نتائج تحليل منتجات الفواكه ومنتجات السكر . ولتقدير الرماد غير الذائب ، يضاف ٢٥ سم^٣ إلى الطبق بعد تقدير الرماد الكلي ويغطى بزجاجة ساعة ويغلى ثم يصفى باستعمال ورقة ترشيح عديمة الرماد ويغسل بحجم مماثل من الماء الساخن بحيث لا يزيد حجم الرشاحة وماء الغسيل على ٦٠ سم^٣ وذلك في الطريقة الرسمية لمنتجات السكر ، ثم توضع ورقة الترشيح وماعليها من رماد في بوتقة وترمد ثانية ، ويحسب وزن الرماد غير الذائب من الفرق بين الرماد الذائب في الماء والرماد الكلي . ووزن البوتقة

قلوية الرماد

إن رماد منتجات الفواكه والخضار قلوي التفاعل بينما رماد منتجات اللحوم وبعض الحبوب حامضي . وتُعزى قلوية الرماد لوجود أملاح حموض الليمون والطرطر والماليك « التفاح » التي تتحول أثناء الترميد إلى الكربونات ،

لذلك يعتقد أن قلووية رماد منتوجات العنب الذائب تعود إلى وجود كربونات البوتاسيوم المشتقة من قشدة الطرطير الموجودة طبيعياً في العنب. وتنتج قلووية الرماد غير الذائب من كربونات الكالسيوم والمغنيسيوم الناتجة من أملاح الكالسيوم الموجود في الثمار .

تفيد معرفة قلووية الرماد في كشف الغش في الأغذية التي أضيفت إليها المعادن وتحديد الاتزان الحمضي القاعدي للمادة الغذائية .

يعبر عن قلووية الرماد بحجم الحمض العشر النظامي اللازم لمعادلة ١٠٠ غ من العينة ويتم التقدير بإضافة كمية مقاسة بدقة من حمض كلور الماء عشر النظامي (نحو ١٠ سم^٢) وكمية من الماء المغلي ثم التسخين على حمام بخار أو مائي وتبريد المزيج ثم المعايرة بقلوي عشر نظامي مع إضافة بضع قطرات من برتقال المشيل وعندها يعبر عن القلووية بعدد السنتمترات من الحمض اللازمة لمعادلة الرماد في (١٠٠ غ) من العينة .

طرق الترميد الخاصة

SPECIAL DRY ASHING PROCEDURES

يحتاج تقدير بعض العناصر في الرماد إلى إتباع طرق ترميد خاصة ، ففي تحضير العينة لتحليل المعادن وبخاصة لتقدير المعادن الثقيلة في الاغذية يجب استعمال طرق ترميد محددة إما لتسريع الترميد أو لتقليل الفقد في المركبات المتطايرة مثل الكلوريدات أو مركبات اليود ومن أمثلة هذه الطرق :

١ - إضافة الكربونات carbonated ash تستعمل هذه الطريقة لتقدير الرماد في منتوجات السكر حيث تضاف كربونات الامونيوم الى الرماد ثم التبخير حتى الجفاف ثم الترميد على درجة حرارة تتراوح ٥٢٥ - ٥٥٠ °م والغرض من إضافة

كربونات الامونيوم تحويل الاكاسيد المتكونة أثناء الترميد السابق إلى كربونات.

ب - الترميد لتقدير الفوسفور : تستعمل عادة تترات المغنسيوم لأكسدة العينات النباتية وبعض الأغذية من أجل تقدير الفوسفور الكلي ، وقد اقترح استعمال كربونات الكالسيوم حيث أن خلط العينة ^{Hawk and De Turk} بفائض من كربونات الكالسيوم النقية ثم ترميدها يمكن من الحصول على رماد أبيض بسهولة مانعا فقد الرماد أو ظهور دخان ضار . تتحلل البقايا المرمدة بسهولة وبسرعة وعندها يضاف قليل من حمض النريك الممدد لإعدادها لتحليل الفوسفات .

ج - الترميد لتقدير الكلور : عند تحضير العينات النباتية لتقدير الكلور ، تضاف كربونات الصوديوم للاحتفاظ بالكلور، وبصورة خاصة يضاف نحو ٢٠ سم^٣ من محلول كربونات الكالسيوم لكل /٥/ غرامات من المنتجات النباتية .

الترميد في نظام مغلق بوجود الاكسجين

عندما يراد تقدير الكميات الصغيرة جداً من بعض العناصر مثل اليود مثلاً الذي يوجد في أنسجة المواد النباتية والحيوانية ، يُحتاج الى تحطيم المادة العضوية الموجودة بدون أن يفقد اليود ، ويتم ذلك بالترميد في نظام مغلق في جو من الاكسجين ، ويمكن إجراء هذا الترميد باستعمال أجهزة خاصة مثل الجهاز المسمى فرن ماك كليندون Mc clendon furnace .

تؤدي الحرارة العالية المتولدة في الجو المشبع بالاكسجين الى خلق ظروف مؤاتية لتكوين التترات التي يمكن أن تؤكسد وتطرّد اليود من المحلول فيستقبل اليود في مصيدة الجهاز .

الفصل الرابع

تقدير الرطوبة

DETERMINATION OF MOISTURE

يعد تقدير الرطوبة من أهم التقديرات التي لا يُستغنى عنها في تصنيع الأغذية وتحليلها لأن المادة الجافة تتناسب تناسباً عكسياً مع كمية الرطوبة الموجودة في المادة ولأن كمية الرطوبة تحمل دلالة اقتصادية للمستهلك والمُنتج لأن الرطوبة :

١. تؤثر في جودة الحفظ للمواد الغذائية وقدرته .
٢. تتعرض الحبوب مرتفعة الرطوبة للفساد وللإصابة بالحشرات والفطور .
٣. يؤدي اختلاف بسيط في الرطوبة إلى إصابات مختلفة من الفساد .
٤. تؤثر في معدل استمرار الخضار والفواكه المجففة .
٥. تؤثر في امتصاص الأكسجين في البيض المجفف .
٦. تؤثر في تصنيع المواد الغذائية (مثل توفر الرطوبة المثلى عند طحن الحبوب) .
٧. تمكن معرفة الرطوبة من تحديد القيمة الغذائية .
٨. تمكن من التعبير عن تركيب المواد الغذائية بصورة قياسية متماثلة كأن يُعبر عن التركيب على أساس الوزن الرطب أو الوزن الجاف .

تختلف كمية الماء في المواد الغذائية اختلافاً كبيراً فنجد أنه متوسط الرطوبة في الثمار الطازجة يتراوح بين ٦٥٪ / ٦٦٪ للفاصوليا الليما و ٩٥٪ / ٩٢٪ وتتراوح نسبة الرطوبة في الثمار بين ٨٣ ، ٨٧٪ / إذ يحتوي البطيخ على ٩٢ - ٩٤٪ وثمار الحمضيات على ٨٦ - ٨٩٪ ، ويعتمد محتوى اللحوم والأسماك من الرطوبة على ما تحوي عليه من الدهن وتختلف حسب العمر والمصدر وفصل نمو الحيوان وهي تتراوح بين ٥٠ و ٧٠٪ وترتفع في بعض الأعضاء الى ٨٠٪ .

ويصل محتوى الرطوبة في البيض الى ٧٤٪ وينخفض الى ٥٪ في البيض المجفف ؛ أما في الهلام والمربي فتصل الى ٣٥٪ ، وفي العسل الى ٢٠٪ وتحتوي الحبوب المعدة للتخزين الطويل على ١٠ - ١٢٪ وتنخفض الى ٩٪ في المعكرونة و ٤٪ في أطعمة الإفطار وفي الخبز الى ٣٥ - ٤٥٪ .

جدول (٤-١) محتوى بعض الخضار والفواكه من الرطوبة في الجزء المأكول

المنتج	نسبة الرطوبة المئوية	المنتج	نسبة الرطوبة المئوية
الثمار الطازجة :		الخضار الطازجة	
التفاح	٨٤	أرضي شوكي	٨٣
المشمش	٨٥	هليون	٩٣
الافوكادو	٦٥	فاصوليا خضراء ليما	٦٦
التوت الاسود	٨٥	فاصوليا « قرون مقطعة »	٨٨
الكرز	٨٠	شوندر	٨٧
التين	٧٨	ملفوف	٩٢
ليمون الجنة	٨٨	جزر	٨٨
العنب	٨٠	قرنبيط	٩١
البطيخ	٩٢	سلق « سيقان »	٩٣
البرتقال	٨٧	ذرة حلوة	٧٣
اللراق	٨٦	خيار	٩٦
الخوخ	٧٦	خس	٩٤

المصدر : طرق تحليل الاغذية ، جوسلن ، ١٩٧٠

جدول (٤ - ٢) ومحتوى بعض اللحوم ومنتجاتها من الرطوبة

المنتج	نسبة الرطوبة	المنتج	نسبة الرطوبة
ذبيحة أبقار	٤٧	الحليب :	
لحم الكتف	٦٥	كامل	٨٧
لحم الخاصرة	٦١	فرز	٩٠
مفرومة « هامبرغر »	٥٥	مبخر	٧٣
اضلاع مشوية	٥٩	مكثف	٢٧
فخذ	٦٩	مجفف	٢٦ - ٣٥
ورك	٥٥	مخيض	٩
ذراع	٦٢	شرش	٩٣
بقر معلب	٦٠	شرش مجفف	١١
بقر « كورن بيف »	٥٤		
بقر مجفف	٤٨	جبين	
		تشدر	٣٧
دجاج		طرية بيضاء	٧٦
فروج	٧١	بالقشدة	٥١
فروج للشوي	٦٦	جبنة سويسرية	٣٩
دجاجة	٥٥	جبنة مصنعة	٤٠
فروج مقلي	٧٤	القشدة	
ذبيحة غنم « خاروف »		خفيفة	٥٩
اضلاع	٥٢	سميكة	٧٢
كتف	٥٨		
فخذ	٦٣	بوطة « آيس كريم »	٦٢
ذبيحة خنزير			
لحم طازج	٥٣		
لحم خنزير مدخن	٤٢		
لحم خنزير مقلي	٤٧		
لحم خنزير مملح	٨		
نقانق	٤١		
مقدد	٢٠		

المصدر : طرق تحليل الأغذية ، جوسلن ١٩٧٠/ عن واط ومريل .

يتأتى من تقدير الرطوبة - في المواد الغذائية كثيرة الاختلاف في قسومها وتركيبها ومحتواها من الرطوبة - كثير من المشاكل ، وقد أوضح كثير من الباحثين تعقيد الاجراءات التحليلية في تقدير الرطوبة ، وعلى الرغم من أن الادب العلمي يفصّل بالطرق المختلفة لتقدير الرطوبة إلا أنه لا توجد طريقة واحدة يمكن تطبيقها على جميع الأغذية وإن كان ذلك من الأهداف التي يسعى إليها الباحثون .

صور وجود الماء في المواد الغذائية Forms of Water in Foods

يوجد الماء في المواد الغذائية على ثلاثة أشكال :

١. الماء الحر free water : تحتوي المواد الغذائية على كميات محددة من الماء الحر في فراغات الحبيبات الداخلية والمسام ويحتفظ هذا الماء بصفاته الفيزيائية وفيه تنتشر المواد الغروية وتنحل المركبات البلورية .

٢. الماء المرتبط adsorbed water : يوجد هذا الماء مستصاً على شكل طبقة رقيقة على سطوح الجزيئات الكبيرة بتأثير قوى فاندر وولز أو قوى الامتصاص .

٣. الماء المقيد كيميائياً chemically bound water : يوجد هذا الماء مرتبطاً مع المكونات المختلفة على شكل ماء تميّه hydration كما في جزيئات السكريات والدكستروز والمالتوز واللاكتوز أحادي ماء التميّه lactose monohydrate والاملاح مثل طرطرات البوتاسيوم ، كما تستطيع البروتينات الهيدروجينية .

لم تنجح جميع المحاولات لتحديد كمية كل نوع من أنواع الماء تحديداً كميّاً،

لذلك فإن تقسيم الماء بالاصطلاحات الميينة كالماء الحر والماء المرتبط انما هو تقسيم نسبي لأن كميات الماء الحقيقية غير معروفة وعليه تكون الشروط المختارة لتقدير الرطوبة اجبارية وكيفية •

يمكن تقسيم طرق تقدير الرطوبة الى الأنواع التالية :

- ١ • طرق تقدير الرطوبة بالتجفيف •
- ٢ • طرق تقدير الرطوبة بالتقطير •
- ٣ • الطرق الكيميائية لتقدير الرطوبة •
- ٤ • الطرق الفيزيائية لتقدير الرطوبة •

اولاً - طرق تقدير الرطوبة بالتجفيف

تقوم هذه الطريقة على تسخين المادة تحت ظروف محددة ومحكمة ؛ ويؤخذ النقص في الوزن دليلاً على محتوى الرطوبة ؛ فإن تقدير الرطوبة من نقص الوزن بسبب التسخين يتضمن بالضرورة الاختيار الإجباري لنوع الفرن ودرجة الحرارة وطول مدة التجفيف وبالتالي فإن القيم الناتجة تعتمد على الشروط الإجبارية المختارة، لذا فإن بعضاً من هذه الطرق تعطي قيماً تقريبية لنسبة الرطوبة •

يجب أن ينحصر فقد الرطوبة في طريقة التجفيف المثالية في التبخر السريع والكمي للماء ، ولكن التجفيف يؤدي في الحقيقة إلى تبيخر بعض المواد الممتصة والغازية المتكونة من تحليل المكونات العضوية كما يرجع بعض النقص إلى حدوث بعض الأكسدة لبعض المكونات التي تحدث عند جميع درجات الحرارة بمعدلات مختلفة •

آ - العوامل التي تؤثر في عملية التجفيف :

يمكن إجمال أهم العوامل المؤثرة في عملية التجفيف بما يلي :

- ١ . درجة حرارة التجفيف .
- ٢ . نسبة الرطوبة وحركة الهواء في المجفف .
- ٣ . درجة التفريغ في المجفف .
- ٤ . سماكة حبيبات العينة وحجمها .
- ٥ . عدد الاطباق في المجفف ووضعيتها .

ب - انواع افران التجفيف

قدمت التقنيات الحديثة أنواعاً مختلفة من الأفران المستعملة في تقدير رطوبة المواد الغذائية منها :

١ . الافران العادية والافران ذات الهواء المدفوع : تتألف هذه الأفران من صندوق مصنوع من المعدن مزدوج الجدار يقسم فراغه الداخلي إلى رفوف أو طبقات بوساطة صفائح معدنية ويغلق بوساطة باب مكون من قطعة واحدة أو قطعتين ويتم التسخين بوساطة وشائع موزعة في جدار الفرن تعمل على رفع درجة حرارة الفرن وانتظام توزيعها وبعض هذه الأفران مزودة " بمروحة صغيرة تقوم بدفع الهواء وتحريكه في جو الفرن لتوزيع الحرارة بانتظام فوق جميع العينات وبذلك يمكن الوصول إلى درجة الحرارة المطلوبة بسرعة ؛ كما يجهز الفرن بميزان حرارة رقمي يشير إلى درجة الحرارة ومفتاح لا يصل التيار الكهربائي ومنظم لدرجة الحرارة .

٢ . افران التجفيف تحت التفريغ vacuum ovens : يعد تقدير الرطوبة تحت تفريغ أدق أنواع التقدير والطريقة القياسية التي تقارن بها نتائج تقدير الطرق الأخرى . « standard method »

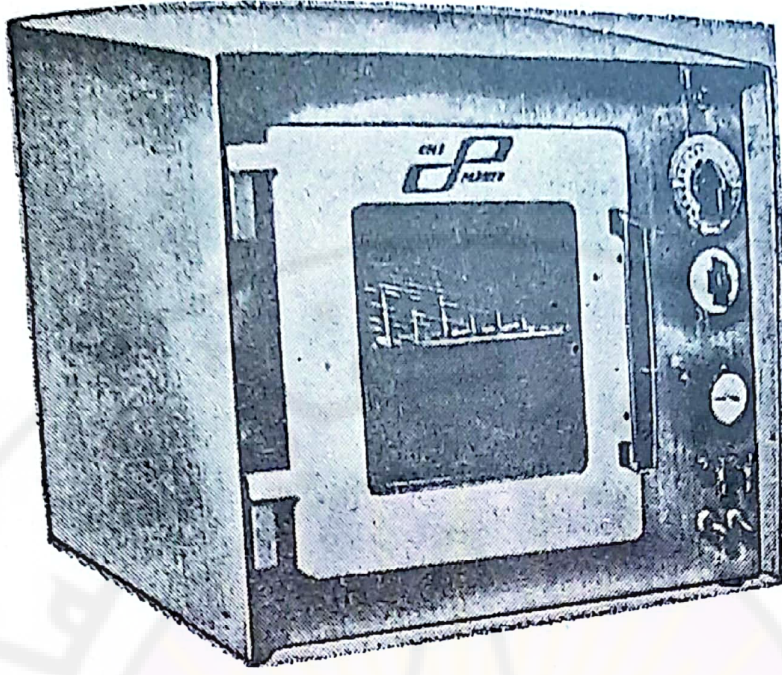
وتتألف أفران التفريغ من صندوق معدني كما في الافران السابقة وتصنع



شكل (٤ - ١) فرن تجفيف عادي

هذه الأفران بأشكال وأحجام مختلفة • وجميعها تحتوي على مصدر حراري يرفع درجة الحرارة داخل الفرن ومقياس حرارة ومنظم لدرجة الحرارة ومقياس للضغط •

تتم زيادة معدل التجفيف في هذه الأفران عن طريق خفض ضغط البخار في الهواء باستعمال التفريغ فإذا منع الهواء من دخول الفرن أثناء التجفيف فقدّ التفريغ مميزاتة وخاصة عند تجفيف عينات مرتفعة نسبة الرطوبة بسبب تشبع جو الفرن ببخار الماء الناتج من تبخر الماء من المادة المجففة ، لذلك يسحب الهواء من الفرن بواسطة مضخة مفرّغة تحافظ على مستوى التفريغ في الفرن كما يسمح بدخول الهواء بقدر معين من الفقاعات في الدقيقة بعد تمرير الهواء في حمض كبريت مركز •



شكل (٤ - ٢) فرن تجفيف تحت تفريغ

ويتم التجفيف في أفران التجفيف تحت تفريغ عندما تصل المادة المجففة الى وزن ثابت تحت ضغط يقل عن ٥٠ مم ويفضل أن يكون ٢٥ مم زئبقاً ، ويحتاج التجفيف للوصول الى وزن ثابت لوقت طويل لا يقل عن ١٦ ساعة وتحدد درجة الحرارة لمعظم المواد بنحو ٩٨ - ١٠٢°م .

٣. طرق اخرى للتجفيف : تستعمل طرق متعددة لتقدير الرطوبة في المواد الغذائية مثل التجفيف بأفران تستخدم الأشعة تحت الحمراء وهذه يمكن أن تقصر مدة التجفيف بمقدار ثمن المدة اللازمة في الطرق التقليدية الى ثلثها ، كما يمكن استعمال مجفف عادي مفرغ من الهواء بعد أن توضع فيه مادة ماصة للرطوبة مثل حمض الكبريت المركز أو خامس أكسيد الفوسفور .

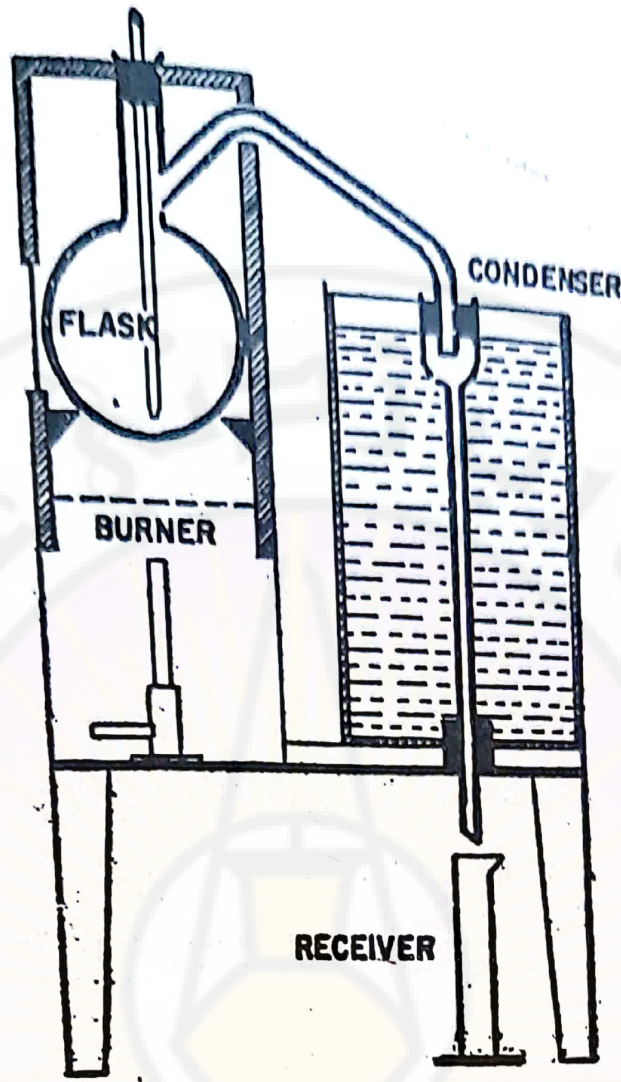
ثانياً - طرق تقدير الرطوبة بالتقطير Distillation Methods

استحدثت طرق التقطير لتقدير رطوبة المواد الغذائية لتكون طرقاً سريعة تتصف بالكفاية والدقة الملائمة لأغراض المراقبة الغذائية ، فقد تعطي هذه الطرق في بعض المواد القابلة للتحليل السريع مثل منتجات الفاكهة نتائج تقريبية ، وتعطي نتائج دقيقة تفوق الطرق المعتمدة في بعض المواد مثل الحبوب والزيوت والتوابل والشموع وما يماثلها ، ويعرف لها الأنواع التالية :

١ . التقطير من سائل غير قابل للامتزاج مرتفع نقطة الغليان : تسخن العينة مع السائل الذي لا يمتزج به في جهاز خاص إلى درجة حرارة معينة حيث يتقطر الماء ثم يتكاثف ويجمع في أنبوب مدرج يمكن قياس الماء فيه . ويتميز السائل المستعمل في هذه الطريقة بأنه لا يختلط بالماء ويغلي على درجة حرارة عالية جداً مثل الزيت المعدني .

٢ . التقطير من سائل غير قابل للامتزاج درجة غليانه اعلى من درجة غليان الماء واقل منه كثافة : تسخن العينة في سائل كيميائي مثل الزايلين أو التلويين أو رابع كلور الايثلين ويجمع السائل المتكاثف في أنبوب مدرج من أسفل الى أعلى ويمكن معرفة كمية الماء وبالتالي النسبة المئوية بقراءة السطح الفاصل بين السائلين بعد تبريدهما الى درجة الحرارة العادية . ويوجد للأنبوب المدرج الذي يجمع فيه الماء المقطر نوعان :

١ . طريقة براون دوفل Brown Duvel method : استعملت هذه الطريقة منذ عام ١٩٠٧ ثم ادخلت عليها هيئة الحبوب الكندية بعض التعديلات بين عامي ١٩١٢ - ١٩٥٩ ، ويتألف الجهاز من دورق توضع فيه عينة يحدد وزنها بـ ١٠٠ غ



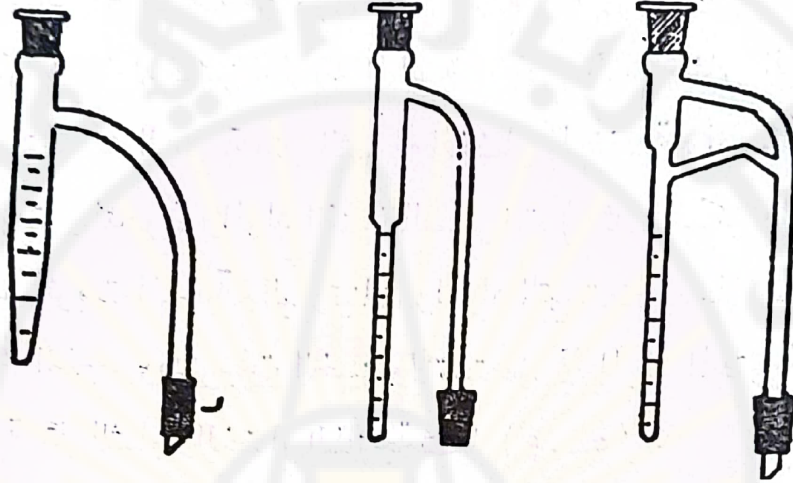
شكل (٤ - ٣) جهاز براون دوفل لتقطير الرطوبة

يضاف اليها ١٥٠ سم^٣ من زيت غير متطاير ، ثم يسخن الجهاز الى درجة حرارة ١٨٠°م فينطلق بخار الماء ويتكاثف في الأنبوب المدرج، وبمعرفة حجمه يمكن معرفة النسبة المثوية للرطوبة مباشرة شكل (٤ - ٣) .

٢ - طريقة دين وستارك Dean and Stark : استعملت هذه الطريقة منذ عام ١٩٢٠ بعد أن أدخل عليها تعديل يسمح باستمرار التقطير المرتد الى الذراع المدرجة التي تعلو خزاناً انبوبياً يساعد على تجميع الماء المقطر وعودة الفائض من سائل التقطير الى دورق التقطير شكل (٤ - ٤) .

وتتمثل أهم الصعوبات في تقدير الرطوبة بطريقة التقطير بما يلي :

- ١ - قلة الدقة في تقدير الماء في الأنبوب المدرج •
- ٢ - صعوبة قراءة السطح الفاصل بين السائلين بدقة •
- ٣ - التصاق بعض حبيبات الماء على جدار الأنبوب •



شكل (٤ - ٤) أشكال مصائد الماء المتقطر : أ - دين ستارك
ب - بيدويل وسترنغ

- ٤ - انحلال بعض الماء في السائل المستعمل في التقطير •
 - ٥ - عدم تبخر الماء تبخيراً كاملاً من العينة •
- لاتلائم هذه الطريقة العمل الروتيني المستمر وتحدد المراجع استعمالها في تقدير الرطوبة في الحبوب والأعلاف وباستعمال التلوين ، لذلك لا يلجأ الى هذه الطريقة إذا ما توافرت طرق التجفيف التقليدية •

جدول (٣ - ٤) بعض المواد الكيميائية المستعملة في طريقة التقطير

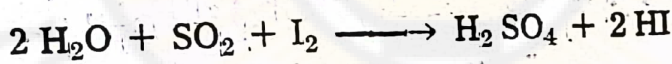
الاسم	الصيغة	الوزن النوعي	درجة الغليان
الزايلين	$C_6H_4 (CH_3)_2$	أورثو ثنائي مثيل البنزن ٠.٨٦١	١٤٤ م°
التلوين	$C_6H_5CH_3$	مثيل بنزن ٠.٨٦٦	١١٠
رابع كلور الايثلين	$CHCl_2CHCl_2$	رباعي كلور الاستيلين ١.٦٠٠	١٤٦

المصدر : طرق تحليل الاغذية ، جوسلن ١٩٧٠

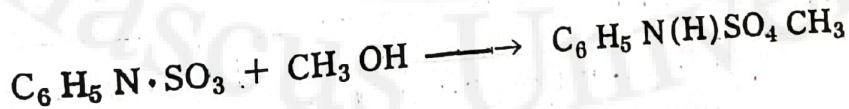
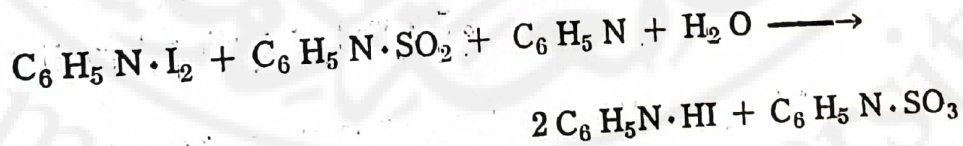
ثالثاً - الطرق الكيميائية Chemical Methods

١. المعايرة بكاشف كارل فيشر : Karl Fisher reagent titration شجعت
أوقات الحروب الحاجة للبحث عن طرق لتقدير رطوبة المواد المجففة أكثر سرعة
ودقة فكانت طريقة كارل فيشر الطريقة المطلوبة ، فهي تلائم تقدير الرطوبة في
المواد الغذائية منخفضة الرطوبة مثل الثمار والخضار المجففة والسكريات والقهوة
المحمصة والزيوت والدهون والمواد الغنية بالسكريات (مثل السكر والعسل) أو
المواد الغنية بالسكريات المرجعة والبروتينات والمواد التي تحتوي على نسبة متوسطة
من الرطوبة مثل العجين ومنتجات الخبز ولا تستعمل في المواد المحتوية على نسبة
عالية من الرطوبة مثل الثمار والخضار الطازجة شكل (٤ - ٥) .

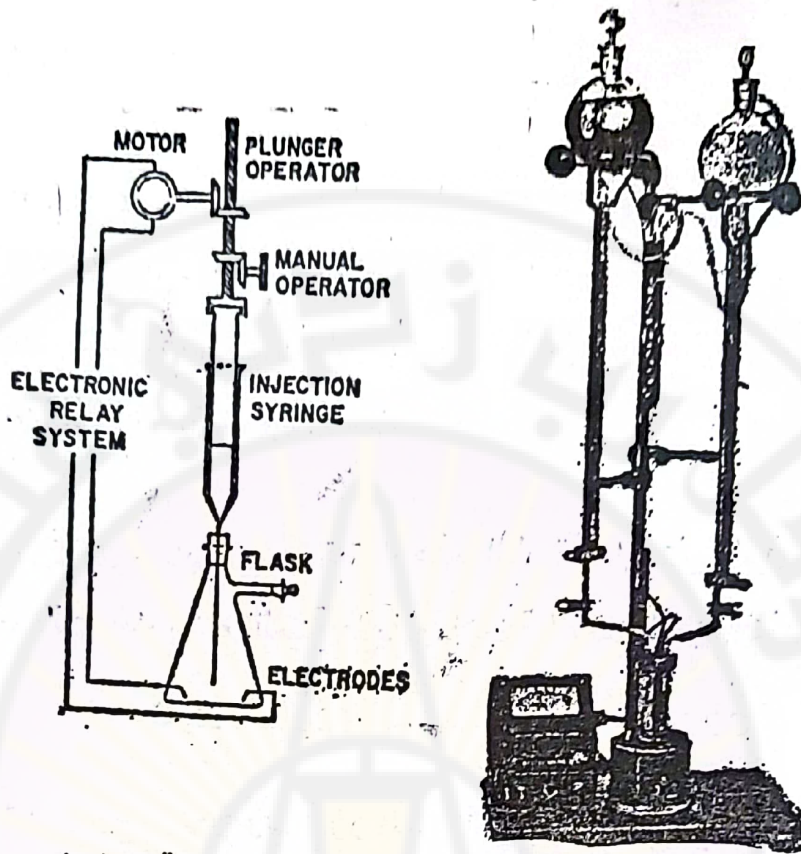
مبدأ الطريقة : يقوم على اختزال اليود بواسطة غاز ثاني أكسيد الكبريت
بوجود الماء وهو التفاعل المعروف بتفاعل بنزن Bunsen :



فقام فيشر عام ١٩٣٥ باستعمال خليط من اليود والبيردين وثاني أكسيد الكبريت
في محلول الميثانول لتكون كاشفاً يستعمل في تقدير الرطوبة بالمعايرة ويتم التفاعل :



يتبين من التفاعلات المتقدمة بأنه يلزم لكل جزيء ماء جزيء يود وجزيء
من غاز ثاني أكسيد الكبريت وثلاثة جزيئات من البيردين . وتستعمل في التطبيق



شكل (٤ - ٥) جهاز تقدير الرطوبة بطريقة كارل فيشر

العملي كميات زائدة من غاز أكسيد الكبريت والبريدن والميثانول إذ تعتمد قوة الكاشف على تركيز اليود ، وعلى ذلك يتم تحضير الكاشف ليحتوي محلول الميثانول على النسب التالية : ١ جزء يود و ٣ أجزاء SO_2 الى ١٠ أجزاء من البريدن ، بحيث يعادل اسم^٣ من الكاشف ٣٥ مليغرام من الماء .

ويمكن أن تستعمل طريقة أخرى يتكون فيها كاشف فيشر من محلولين حيث تذاب العينة المراد تقدير الرطوبة فيها في خليط من ثاني أكسيد الكبريت والبريدن والميثانول وتعابير باستعمال محلول اليود في الميثانول ، وتتم المعايرة عندما يتوفر اليود الحر في المحلول معطياً إياه اللون الأصفر البني ، ويمكن احكام نقطة التعادل باضافة بضع قطرات من أزرق الميثيلين الذي يعطي نهاية التعادل لوناً يميل الى الأخضر .

٢ . طرق كيميائية أخرى :

٢ - طريقة كبريد الكالسيوم : عندما تخلط عينة المادة الغذائية مع كمية من كبريد الكالسيوم يتفاعل كبريد الكالسيوم مع الماء في العينة مؤدياً إلى انطلاق غاز الاستيلين وتقدر كمية الاستيلين المنطلق بتقدير النقص في وزن الخليط أو بقياس الضغط الحاصل من الغاز المنطلق في جهاز مغلق .

ب - طريقة ورقة كلور الكوبالت : تعتمد هذه الطريقة على تغير لون الورقة المبللة بكلور الكوبالت بعد وضع العينة عليها وملاحظة الوقت اللازم لتغير اللون .



تفمس ورقة الترشيح في محلول كلور الكوبالت وتجفف في مجفف وتحفظ جافة لحين الاستعمال ، تطحن العينة المراد تقدير الرطوبة فيها ويؤخذ جزء منها ويفرد على شريحة زجاجية أو معدنية ثم تنقل شرائح كلور الكوبالت وتوضع على العينة وتغطي مباشرة بقطعة زجاج لمنع ملامستها مع الهواء، ويقدر الوقت اللازم لتغير اللون من الأزرق إلى اللون الوردي وهذا الوقت يختلف حسب نسب الرطوبة وتركيز كلور الكوبالت .

رابعاً - . الطرق الفيزيائية Physical Methods

١ . تقدير الرطوبة باستعمال الأشعة تحت الحمراء : يعتمد تقدير الرطوبة باستعمال الأشعة تحت الحمراء على قياس الامتصاص للموجات الخاصة باهتزاز جزيئات الماء ، وأكثر الأمواج استعمالاً هي الأمواج التي تتراوح أطوالها بين

٣٠ - ٦ نانوميتر الموافقة للطبيعة الاهتزازية لجزيء الماء ويمكن باستعمال هذه الطريقة قياس نسبة رطوبة لا تتجاوز بضعة أجزاء في المليون .

٢ . تقدير الرطوبة باستعمال الكروماتوغرافيا الغازية : تقوم هذه الطريقة على استخلاص الماء أو الرطوبة من العينة بمذيب عضوي ثم تقدير الماء في المذيب باستعمال الكروماتوغرافيا الغازية . ويجب أن تتوفر الشروط التالية عند استعمال هذه الطريقة : ١ - أن يكون المذيب قادراً على استخلاص الماء أو الرطوبة من المادة ، ٢ - عدم احتواء المستخلص على مواد تتوافق ذراها مع ذروة الماء أو المذيب .

٣ . تقدير الرطوبة بالطرق الكهربائية : لقد شجع الوقت الطويل اللازم لتقدير الرطوبة بالطرق التقليدية أو غيرها على ابتكار الطرق الكهربائية التي تعتمد على تقدير قدرة العينة لتوصيل التيار الكهربائي وذلك بإدخال العينة المطحونة بعد وضعها في وعاء مناسب في دائرة كهربائية ثم قياس مقاومة المادة لتوصيل التيار من خلال استعمال الجسر المعروف في الكهرباء بجسر ويت ستون wheatstone وقد استعمل هذا المبدأ في بناء كثير من الأجهزة مثل مقياس يونيفرسال universal meter ومقياس ماركوني ، ومقياس « هينستال » Tag-Heppenstall وغيرها .

تمتاز أجهزة تقدير الرطوبة بالطرق الكهربائية بالسرعة وإعطاء نتائج دقيقة إلى حد ما شريطة تعيير هذه الأجهزة والتحقق من عملها بصورة سليمة ، وهي تتأثر بكيفية توزيع الرطوبة في المادة الغذائية وبدرجة الحرارة ، لذا يجب تعديل النتائج المأخوذة من مثل هذه الأجهزة حسب درجة الحرارة بالرجوع إلى جداول خاصة .

٤ . بعض الطرق الفيزيائية الأخرى : Miscellaneous Physical Methods
يمكن قياس نسبة الرطوبة أو محتوى المادة من الماء باستعمال طرق مختلفة تقيس نسبة الرطوبة مباشرة أو بصورة غير مباشرة ومن هذه الطرق قنينة الكثافة وميزان الوزن النوعي ومقياس الانكسار .

الفصل الخامس

تقدير السكريات

DETERMINATION OF CARBOHYDRATES

يحتل تقدير السكريات مكانة هامة في تحليل المواد الغذائية لأن السكريات وبخاصة السكر sugar مكون أساسي وهام فيها فهو يضاف إليها كمادة منكهة أو محلية أو حافظة ، ويعد تقديره معياراً لحسن تصنيع كثير من المواد الغذائية ودليلاً على جودتها العالية ، فلا غرو إن كثرت الأساليب التي تُعنى بالكشف عن وجودها وتعددت الطرق التي تبحث في تقديرها .

Occurrence وجود السكريات

تنتشر المواد الغذائية المحتوية على السكريات انتشاراً واسعاً في الطبيعة كما أن السكريات هي المصدر الأساسي للطاقة والنشاط في جميع الخلايا النباتية والحيوانية ؛ ومن السكريات الهامة في الأغذية والتغذية وتحليل الأغذية السكريات الأحادية السداسية مثل الغلوكوز والفركتوز وأقل شأناً منها المانوز والجالاكتوز ومن السكريات الخماسية الأرابينوز . يوجد الغلوكوز حراً ، ومتحداً في حالة

النشاء بينما لا يوجد الغالاكتوز الا متحداً مع الغلوكوز في سكر الحليب .
وينتشر الغلوكوز بكثرة في النباتات والحيوانات ويمكن الحصول عليه تجارياً
بصورة نقية من حلمة النشاء لاستعماله في تحلية المواد الغذائية ، ويوجد سكر
الفركتوز بكثرة في الطبيعة ولكن يصعب الحصول عليه بصورة نقية من معظم
مصادره وهو يحضر من الانولين inulin في شروط محكمة من الحلمة . ويوجد
الغالاكتوز كأحد مكونات المواد عديدة السكريد ولكن المصدر الرئيس له هو
سكر الحليب (اللاكتوز) الذي يُحصلُ على الغالاكتوز منه بالحلمة بالحموض
ثم إزالة الغلوكوز بالاختار .

تعد الثمار مصادر غنية بالسكريات الاحادية والثنائية إذ يحتوي البلح على
٤٨٪ سكروزاً والتين المجفف على خليط من الفركتوز ٣٠٪ والغلوكوز ٤٢٪
وتنخفض كمية السكروز في معظم الثمار وعصيرها ، وعلى الرغم من ذلك فتحتوي
ثمار بعض أنواع البطيخ والدراق والانااس والمندرين على ٦ - ٩٪ سكروزاً ؛
وتكوّن السكريات المرجعة السكريات المنحلة في معظم الثمار ؛ وتحتوي الخضار
على كميات أقل من الغلوكوز والفركتوز مما تحتوي عليه الثمار باستثناء الشوندر
السكري الذي يحتوي على نسبة عالية من السكروز ، وإن المكون الرئيس في الحبوب
ومنتوجاتها هو النشاء الذي تزداد كميته بزيادة نعومة الحبيبات حتى تصل الى ٧٠٪
في الطحين ، كما يحتوي السكر على ٩٩٪ سكروزاً وقطر الذرة على ٨٧٪ غلوكوزاً
والعسل على ٧٥٪ سكريات مرجعة .

جدول (٥ - ١) محتوي بعض الثمار والخضار من السكريات الاحادية

الثمار	السكريات الاحادية %	الخضار	السكريات الاحادية %
الجوز	٢١	الهلين	٢٠
التفاح	١١٧ - ٥٣	الشوندر	١٦ - ٠٢
الموز	٦٤	الملفوف	٣٢
الكرز	١٣٩ - ٨٨	الجزر	٤٥ - ٢٢
العنب	٢٤٨ - ٨٨	السلق	١٠
البكان	٢٩	الذرة الحلوة	٢٣
الاجاص	٩٤	البصل الاحمر	٣٩
الخوخ	٤٣٩	البصل الاصفر	٣٦
الزبيب	٦٧٨ - ٦٢٨	البسلى	٠١
البندورة	٢٣ - ١٩	البطاطا	٠٧
		القرع	٧٥ - ٢٧
		السبانخ	٠٣٣ - ٠٢٦
		البطاطا الحلوة	٥٢ - ٠٥
		الارز	٠٢ - ٠١
		الشيلم	٣٤ - ١١
		فول الصويا	٠١
		القمح	٢٤ - ٠١

المصدر : طرق تحليل الأغذية جوسلن ١٩٧٠

استخلاص السكريات من المواد الغذائية وتنقيتها

Extraction of sugars from foods and its clarification

لا يتم الكشف عن السكريات أو تقديرها في المواد الغذائية مالم تستخلص من هذه المواد ، ويتحقق استخلاص السكريات دون انحلال السكريات عديدة السكريد أو البروتينات أو غيرها من المواد باضافة الكحول الى العينة ليكون تركيزه النهائي ٨٠٪ ثم تضاف العينة وتغلى بالكحول على حمام مائي لمدة نصف ساعة .

١ - إزالة المواد المعيقة للتحليل removing interfering substances : تحتوي عينات المواد المراد تقدير السكريات فيها على بعض المواد التي تعيق التحليل والتي لابد من إزالتها مثل اليخضور أو الدهون ، ويتم ذلك بخلط العينة المطحونة بكمية من أثير البترول - الذي لا يذيب السكريات - على درجة حرارة ٤٠ - ٥٥ م ، كما تضاف كمية صغيرة من كربونات الكالسيوم لمنع فعل الحموض العضوية ، ولا ينصح بهذه الاضافة إذا احتوت العينة على قدر كبير من السكريات المرجعة .

٢ - مواد الترويق clarifying agents : تحتاج المستخلصات المائية لمعظم المواد الغذائية الى الترويق أي الى إزالة المواد المسببة للون أ والعكر فيها ، لأن العكر الناشئ عن البروتينات أو النشاء الذائب يؤثر في طرق قياس الاستقطاب polarimetry أو تقدير نقطة إنتهاء المعايرة ، ويقوم مبدأ ترويق المستخلصات

التحليل الكيميائي م - ٥

المائية على أن المعادن الثقيلة ترسب المواد الغروية، أو أن الرواسب المتكونة بفعل المعادن الثقيلة، مثل حديدي سيانيد التوتياء، تتحد مع البروتين وترسبه، ويجب أن يتوافر في مواد الترويق ما يلي:

١. أن تكون قادرة على إزالة المواد الغروية بدون التأثير في السكريات.
٢. أن لا تؤثر الزيادة منها في نتائج التحليل.
٣. أن تكون الكمية المرسبة صغيرة.
٤. أن تكون عملية الترسيب سهلة وبسيطة.

ويعتمد انتقاء احدى مواد الترويق أو استعمالها على نوعية المادة الغذائية وعلى كمية المواد المعلقة وعلى طريقة التحليل، وعلى هذا يجب أن تكون العينات المعدة للتحليل الطيفي خالية من الألوان ومن المواد القطبية ومن كل ما يؤثر في قطبية المواد المعيرة.

تتصف معظم مواد الترويق بقدرتها على إزالة ألوان المواد المعلقة بامتزازها هذه المواد على سطوح المترسبات أو من خلال ترسيب المواد الملونة أو صبغات المواد الفينولية الطبيعية بأملاح الرصاص، وهذه الأملاح وبخاصة القاعدية منها ترسب الحموض العضوية النشيطة بصرياً^(١) فهي تستعمل في ترويق المواد المعدة للقياس الطيفي، وإن زيادة إزالة المواد الملونة ترافقه زيادة في امتصاص السكريات المرجعة وتتأكد هذه الملاحظة في حالة استعمال الفحم المنشط. ويمكن استعمال طريقة كاريس Carres عند تحليل السكريات في محاليلها الملونة والمحتوية على قدر كبير من البروتين ولكن هذه الطريقة أقل فعالية في المحاليل النباتية الغنية بالمواد الصمغية أو البكتينية أو الغرويات الحامضة، وهي تتألف من اضافات متتابعة من

(١) المواد النشيطة بصرياً: هي المواد القادرة في محاليلها حرف مستوى الضوء المستقطب الى اليمين والى اليسار.

محلول كاريس المؤلف من ١٥ غ من سيانيد حديد البوتاسيوم $K_4 Fe (CN)_6 \cdot 3 H_2O$ و ٣٠٠ غ من كبريتات التوتيا المائية $ZnSO_4 \cdot 7 H_2O$ في اللتر .

تعد خلاص الرصاص المتعادلة من أهم مواد الترويق وأكثرها استعمالا في تقدير السكريات سواء بالطرق الكيميائية أو الاستقطابية إلا أنه يؤخذ عليها ضعف قدرتها على إزالة الألوان فهي لا تستعمل في طرق قياس الاستقطاب ويمكن إزالة الزائد منها بإضافة كبريتات الصوديوم أو الفوسفات أو أوكسالات الصوديوم، وقد استعملت خلاص الرصاص القاعدية بكثرة لازالة المواد الملونة في مستخلصات السكريات وبخاصة ذات الالوان الداكنة ، وقد لوحظ بأن أثر زيادة اضافة الخللات المتعادلة في السكريات قليل وانما أثر زيادة اضافة الخللات القاعدية كبير إذ يؤدي الى امتصاص جزء منها وترسيبه ، وتستعمل أحيانا ماءات الألمنيوم لإزالة المواد الملونة من المحاليل خفيفة الالوان كما أنها تفيد في إزالة التجمعات الغروية .

٣ - إضافة مواد الترويق : تضاف مواد الترويق الى محاليل السكريات

الملونة كمحاليل مائية مشبعة وذلك بعد أن يكون المحلول السكري قد أكمل إلى حجم معين ، أو يعمل المحلول السكري ويوصل الى الحجم المعين ثم تضاف مواد الترويق على شكل مسحوق ناعم . وفي جميع الحالات يجب تجنب إضافة كميات زائدة من مواد الترويق لتأثيرها في استقطاب السكريات أو تفاعلها معها أثناء التسخين .

يحتاج في بعض حالات التحليل ، وبخاصة عندما تحتوي محاليل السكريات على البروتين أو الحموض الامينية ، الى إزالة هذه المواد ولا يتحقق ذلك إلا بإمرار المحاليل عبر عمود تبادل شارد $ion\ exchange\ column$ لأن وجودها يؤدي الى صعوبة في تقدير السكريات .

الكشف عن السكريات Detection of Carbohydrate

تقوم اختبارات الكشف الوصفي للسكريات على :

١ . التفاعلات اللونية الناتجة عن تأثير تكاثف نواتج تحليل السكريات في محاليل قلوية قوية مع مركبات عضوية مختلفة .

٢ . الخواص المرجعة لمجموعة الكربونيل .

الناتج عن أكسدة مجموعة

٣ . الانفلاق التأكسدي oxidative cleavage

هيدروكسيل مجاورة . للسكريات

لقد صنف براون وزربان Browne and Zerban السكريات الى سكريات مرجعة وغير مرجعة واستعمل ستانيك Stanek ارجاع الشوارد المعدنية وارجاع المركبات العطرية النتروجينية والتفاعلات مع أملاح رباعي الزوليوم tetrazolium للاختبارات الوصفية . وأما أكسدة اليوديت والتفاعلات اللونية الناتجة من تفاعل نواتج تحليل السكريات مثل الفورفورال مع المواد العضوية فيمكن تطبيقها على السكريات المرجعة وغير المرجعة ، وان الاختبارات الكيميائية للمجموعة المرجعة تدل على وجود السكريات الأحادية والثنائية التي تمتلك هذه المجموعة الحرة لذا فهي ليست اختبارات مؤكدة لوجود السكريات الاحادية .

لذا فإن أهم الاختبارات للكشف عن السكريات الاحادية التي يقترح استعمالها هو اختبار الانثرون للسكريات عامة واختبار فهلنغ للسكريات المرجعة متبوعاً باختبارات شبه خاصة للسكريات الفردية السداسية سواء الالدهيدية أو الكيتونية أو الخماسية ، وإذا حصل على اختبارات موجبة للسكريات والسكريات المرجعة يفضل عندئذٍ كشفها باستعمال الورقة الكروماتوغرافية .

طرق تقدير السكريات الاحادية وقليلة السكريد

Determination of Mono - and Oligosaccharides

تشمل الطرق المستعملة في تقدير السكريات الآتي :

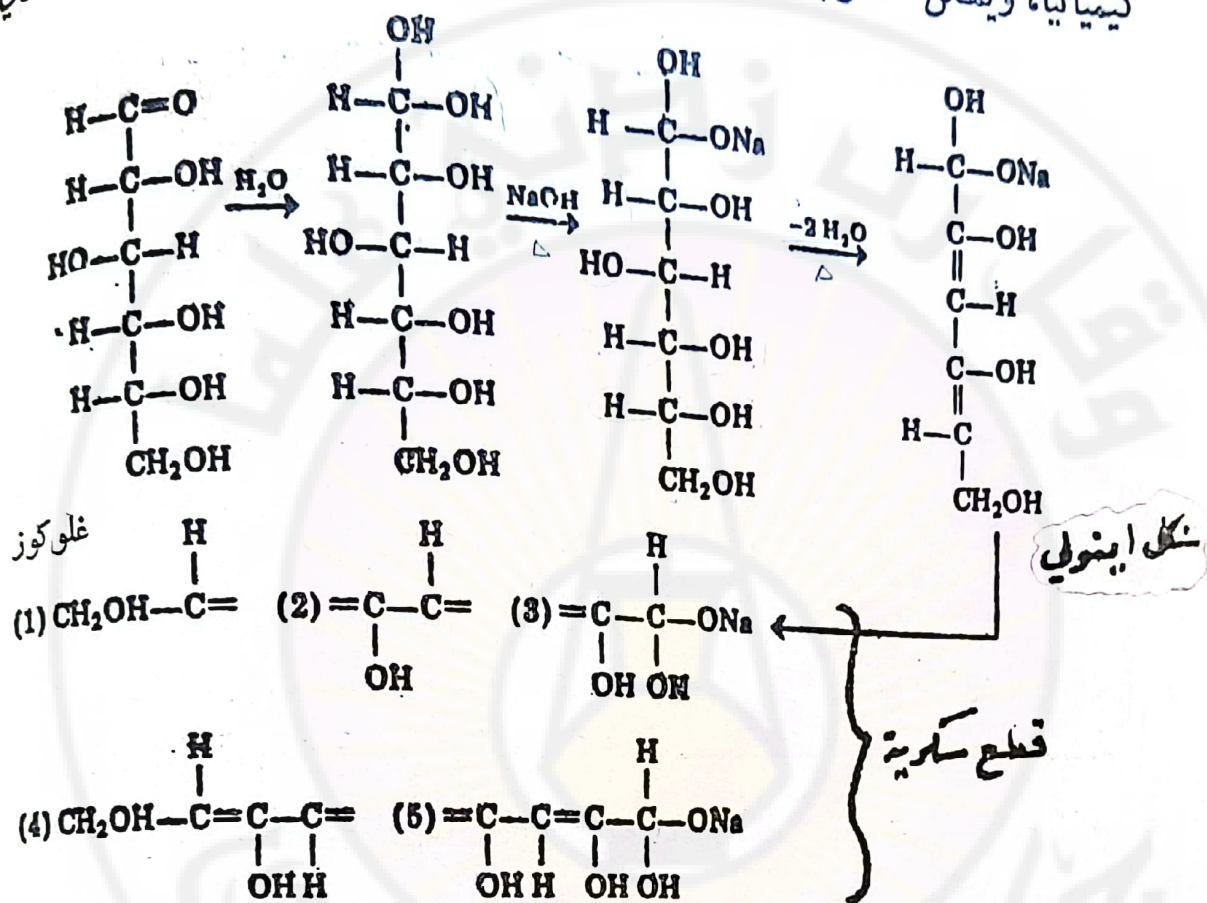
- ١ - الطرق الكيميائية
- ٢ - الطرق الطيفية
- ٣ - الطرق الكروماتوغرافية
- ٤ - الطرق البصرية
- ٥ - الطرق الكيميائية الحيوية .

اولا - الطرق الكيميائية chemical procedures : يزخر الأدب العلمي بمراجعات شاملة وكثيرة للطرق الكيميائية المستعملة لتقدير السكريات لعلماء مرموقين مثل مراجعة Hodge and Davis عام ١٩٥٢ ؛ و Bate عام ١٩٤١ ، و Browne and Zerban عام ١٩٤١ ؛ و Whistler and Wolfrom عام ١٩٦٢ . وتعتمد الطرق الكيميائية لتقدير السكريات على الخاصة الارجاعية للسكريات السداسية الأحادية التي ترجع بها الشوارد المعدنية وأهم هذه الطرق :

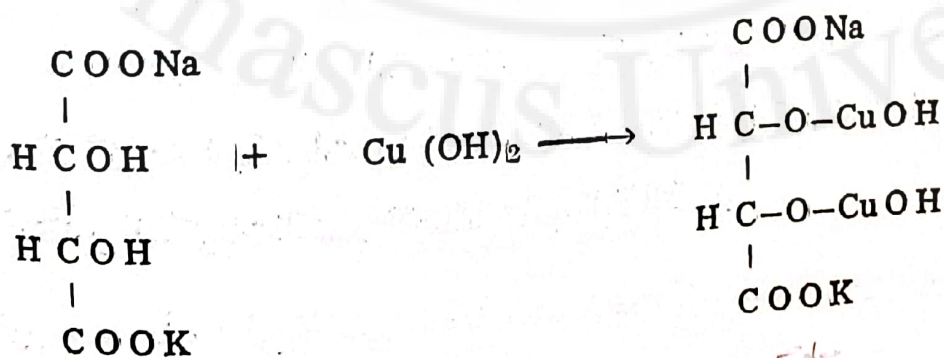
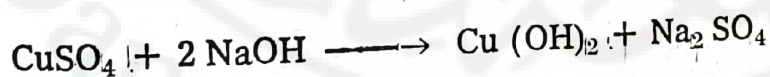
١ - طريقة النحاس copper method : لم تلاق طريقة من الاهتمام والتعديل مثلما لاقاه استعمال شادة النحاس في أكسدة السكريات المرجعة على الرغم من أن أكسدة السكريات بها ليست خاصة ؛ إلا أنه امكن استعمال هذا التفاعل في تقدير السكريات الكمي لإعطائه نتائج قابلة للتكرار .

يقوم مبدأ هذه الطريقة على خاصة السكريات السداسية المرجعة إرجاع

شاردة النحاس وتحول السكريات إلى نواتج مؤكسدة ، فعندما تعامل السكريات بقلوي على درجة حرارة مرتفعة تتحول الى الشكل الأينولي enol form الذي يتحطم عند الارتبطة المضاعفة بتأثير الحرارة الى عددٍ من الأجزاء النشيطة كيميائياً، ويمكن أن توجد الأجزاء التالية عند تسخين السكريات في الوسط القلوي:



يؤدي تسخين كبريتات النحاس مع القلوي (كاشف فهلنغ) إلى تكوين ماءات النحاس التي تكون مع الطرطرات معلقاً يمدد وسط التفاعل بشاردة النحاس باستمرار:

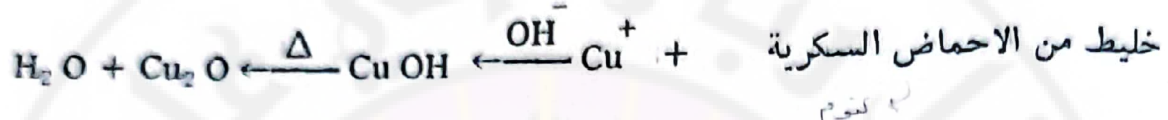


طرطرات

لا تلبث الاجزاء السكرية أن تؤكسد وأن ترجع شاردة النحاس (Cu^{2+}) الى شاردة نحاسي (Cu^{+}) ويمكن بيان مسار التفاعل المعقد بالمخطط المبسط التالي :

السكريات + القلوي $\longrightarrow$ الاجزاء (قطع) السكرية

من معقد الطرطرات وماءات النحاس $\longrightarrow \text{Cu}(\text{OH})_2$



وحالما ترجع شاردة النحاس بفعل الاجزاء « القطع » السكرية تتحد شوارد النحاسي (Cu^{+}) مع شوارد الهيدروكسيل مشكلة ماءات النحاسي ذات اللون الاصفر (CuOH) وهي مركب وسطي مختزل لا يلبث أن يفقد الماء بتأثير الحرارة ليشكل أكسيد النحاسي Cu_2O . ويمكن تقدير أكسيد النحاسي أو « النحاس المترجع » بترشيح الراسب وغسله ووزنه وتعرف هذه الطريقة في الولايات المتحدة الامريكية بطريقة Munson - Walker وهي تستعمل لتقدير جميع السكريات وتحسب النتائج لكل سكر من جدول عام ؛ أو تقدر كميته حجباً بطريقة المعايرة وتعرف هذه الطريقة بطريقة Lane and Eynon وهي الطريقة المستعملة في دول السوق الاوربية .

وقد أوجدت عدة طرق لمعايرة النحاس المختزل بطريقة غير مباشرة ومن هذه الطرق :

٢ - المعايرة بالبرمنغنات : titrimetric permanganate : وهي تقوم على ما اقترحه Bertrand عام ١٩٠٦ بأن إذابة الراسب المغسول في محلول حمض لكبريتات الحديد $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ يؤدي الى إرجاع شاردة الحديد (Fe^{++}) الى شاردة حديدي (Fe^{+}) بفعل شاردة النحاسي (Cu^{+}) التي تتأكسد الى

شاردة نحاس (Cu^{++}) ثم تقدير كمية شاردة الحديد في محلول قياسي من البرمنغنات. ويقترح التعديل الذي قدمه AOAC إذابة أكسيد النحاس في كبريتات أمونيوم الحديد ثم إضافة الحمض قبل المعايرة مباشرة ، ويمكن اظهار نقطة نهاية المعايرة بوضوح بإضافة مشعر phenanthroline وتبين فائدة الطريقة الثانية المعدلة من قلة الفاقد من كبريتات الحديد بتأثير أكسدة الهواء .

ب - المعايرة باليود : تعرف هذه الطريقة بطريقة Shaffer and Hartman وتقوم على أساس أن شاردة النحاس (Cu^{++}) في وجود الاوكسالات « الحمضات » تقدر أن تكون معقداً يكون الراسب فيه أكسيد النحاس الذي يعاير بعد تحميضه بمحلول **يودات - اليوديت** iodate - iodide بدون ترشيح مما يقلل الوقت اللازم للمعايرة ؛ وقد استعمل شافر وهارتمان كاشف النحاس القلوي وشروط التسخين المحددة بطريقة مانسون ووكر لكي يمكن استعمال الجداول الموضوعة من قبلهم .

ج - طريقة سموجي : جاء سموجي بتعديل لطريقة شافر وهارتمان ليتمكن استعمالها في تقدير الكميات القليلة من السكريات المرجعة ، وتقوم هذه الطريقة على إضافة محلول « منظم » داريء "buffer" من الفوسفات الى كاشف سموجي الذي يحتوي أيضاً على يودات البوتاسيوم potassium iodate لتكون مصدراً لليود الذي يقوم بأكسدة شاردة النحاس . وقد لوحظ بأن وجود الهالوجينات والنترات يقلل من القيمة الارجاعية لشاردة النحاس بسبب ذوبانها الجزئي أو بسبب أكسدتها الهوائية .

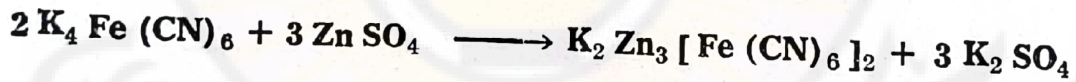
د - طريقة بارفويد : اقترح بارفويد منذ عام ١٨٧٣ استعمال خلاات النحاس لأجل التفريق بين السكريات الاحادية المرجعة والسكريات الشائبة التي لا تتأكسد

بفعل الكاشف ؛ وقد قام "Steinhoff" باستعمال هذا الكاشف لتقدير الغلوكونز كميًا في وجود المالتوز والدكسترين ؛ ولقد استعملت خلات الصوديوم بدلا من حمض الخل وقدر النحاس المرجع بالمعايرة باليود ، أو اذابته في محلول كبريتات الحديد ثم معايرة شاردة الحديد بـكبريتات السريك .

٢ - طريقة الاكسدة بمحلول سيانيد الحديد القلوي oxidation by alkaline ferricyanide solution :
تقوم هذه الطريقة على مبدأ أن السكر يرجع سيانيد الحديد القلوي الى سيانيد الحديدي وأن قيمة الارجاع تساوي كمية السكر في العينة . ويتم تقدير كمية سيانيد الحديد المختزلة بالفرق بين كمية السيانيد المضافة عند بدء التفاعل وعند نهايته :



وإذا احتوى المحلول على شوارد التوتياء فإن سيانيد الحديدي يترسب على صورة معقد توتياء :



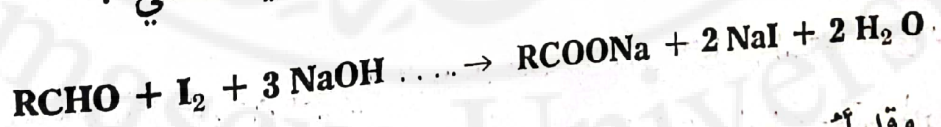
ويعاير اليود المنفرد بمحلول قياسي من الثيوسلفات ، ويمكن إجراء معايرة سيانيد الحديدي مباشرة باستعمال كبريتات السريك ومشعر الفينانثرولين phenanthroline .

إن طرق معايرة الفائض من سيانيد الحديد تعد من أكثر الطرق استعمالا وقد أجريت تعديلات مختلفة لكشف نهاية المعايرة فاستعملت الطرق اللونية ومقياس الكامن potentiometric وغيرها وهي من الطرق شائعة الاستعمال :

١ . لأن عملية الارجاع وعملية التقدير التي تلي تتمان في وعاء واحد .

- ٢ . لأن كاشف سيانيد الحديدي ثابت في المحلول القلوي .
- ٣ . لأن سيانيد الحديدي المتشكل أكثر ثباتاً من أكسيد النحاسي المتكون في طريقة النحاس .
- ٤ . لأن التفاعل قابل للتكرار ويلتزم العمل الروتيني .
- ٥ . يؤخذ عليه أنه أقل تخصصاً في أكسدة السكريات من النحاس ولأنه أسهل أكسدة بمواد أخرى غير السكريات .

٣ - طريقة المعايرة باليود : iodometric methods : اقترحت هذه الطريقة من قبل Willstatter and Schudel عام ١٩١٨ ، وتقوم على مبدأ تحول اليود السريع في الوسط القلوي الى يوديت hypoiodite قادرة على أكسدة السكريات السداسية الالدهيدية دون السكريات الكيتونية التي يمكن أن تتأكسد بشكل أقل ، وتستطيع هذه الطريقة تقدير السكريات الالدهيدية في محاليلها سواء أكانت منفردة أم مع مواد أخرى غير قادرة على التفاعل مع اليود ، ويتم ذلك بخلط العينة المنحلة بفائض في محلول اليود الممدد مع الاضافة السريعة لماءات الصوديوم وخلطها - كي لا يتأكسد اليود الى يودات لا تتفاعل مع السكر في المحلول القلوي - وبعد أن يحمض المحلول بحمض كلور الماء أو حمض الكبريت ينتظر بضع دقائق ثم يعادل الفائض من اليود القياسي بمحلول قياسي من الثيوسلفات ، ويختلف هذا التفاعل عن تفاعل السكريات مع النحاس وسيانيد الحديد الكمي :



وقد أجريت بعض التعديلات على طريقة اليود تهتم بجعل قلوية الوسط أكثر ملائمة للتفاعل لتحقيق التفاعل بين اليود والسكريات واستبعاد تداخل السكريات الكيتونية ، كما يجب غياب الايثانول والاسيتون والمانيتول والغليسرين ولاكتات

الصوديوم واليوريا والسكروز وغيرها ، وفي ظل هذه الظروف المناسبة لاتصل
أكسدة السكريات الكيتونية الى ١٪

ويمكن تقدير الفركتوز - بعد أكسدة الغلوكوز باليود في القلوي - بطريقة
النحاس على أن يعاير الفائض من اليود الناتج من تقدير الغلوكوز بحمض الكبريتي
بدلا من الثيوسلفات *

ثانياً - ، تقدير السكريات بالكروماتوغرافيا والرحلان الكهربائي

Chromatographic and Electrophoretic Methods :

استعملت طرق الكروماتوغرافيا لفريق السكريات وعزلها وتحديد
في خلطاتها ومستخلصاتها وتقدير كمياتها وعزل أفرادها في مركبات نقية ومنها :

١ - الطبقة الرقيقة والورقة الكروماتوغرافية : استحدثت هذه الطريقة بفعل
الابحاث الرائدة التي قام بها Partridge عام (١٩٤٨) وهي من الوسائل
الهامة في التقدير الوصفي والكمي للسكريات ؛ وبوساطة الورقة الكروماتوغرافية
يمكن التمييز بين مختلف أنواع السكريات الموجودة في المواد الغذائية .

لا تحتاج محاليل السكريات النقية الى معاملات خاصة عندما يراد كشفها
بالورقة الكروماتوغرافية ، ولكن مستخلصات هذه المواد من المواد الغذائية
تحتاج الى فصل البروتينات والمواد الاخرى التي تعيق وضوح الكشف ، وكذلك
يجب استبعاد المركبات غير العضوية من هذه المستخلصات بامرارها في عمود التبادل
الشاردي ion exchanger قبل تنقيطها على الورقة .

يتم إظهار السكريات على الورقة الكروماتوغرافية على هيئة بقع ملونة

بالاستعانة برش الورقة برذاذ مادة مظهرة ويتم التحقق من السكر بمقدار مسافة الانتقال على الورقة المعروفة باصطلاح R_f وهذه القيمة تختلف من سكر إلى آخر وتتميز السكريات الثلاثية بصغر قيمة انتقالها عن السكريات الثنائية ، والسكريات الخماسية أكبر من السداسية والالدهيدية أكبر من الكتيونية .

ويمكن قياس كمية السكريات باستعمال طرق كثيرة منها تحديد كثافة لون البقع الملونة باستعمال المقياس الضوئي photometer ، كما يمكن صبغ هذه البقع بمواد معينة مثل ثلاثي فليل رباعي الزوليوم triphenyltetrazolium ثم حلها كميًا وتقدير تركيزها باستعمال الطرق الطيفية .

٢ - الكروماتوغرافيا الغازية : gas liquid chromatography : استعملت الكروماتوغرافيا الغازية في تفريق السكريات من قبل كثير من الباحثين واكتسبت هذه الأهمية بفضل أبحاث Sweely ورفاقه عام ١٩٦٣ ، وتقوم هذه الطريقة على تحويل السكر إلى أحد مشتقات ثلاثي مثيل سليل trimethylsilyl ثم تفريقه كروماتوغرافياً ولكي يتم هذا التفريق يجب ربط المجموعة الالدهيدية .

٣ - كروماتوغرافيا المبادلات الأيونية ion exchange chromatography : يعد Zill و Khym أول من استخدم هذه التقنية في عام ١٩٥٢ لفصل خليط من معقد السكر والبلورات باستعمال عمود المبادل الشاردي على صورة بورات ، ومنذ ذلك الحين استعملت مواد مختلفة لتقوم بعمل المبادل الشاردي وفصل السكريات من العمود بجرفها بمحلول من البورات متدرج رقم الحموضة "pH" إذ مكنت هذه التقنية من فصل خمسة عشر سكرًا ولكنها كانت تحتاج إلى وقت طويل يزيد على الستين ساعة وقد أمكن اختصار الوقت باستعمال الجرف الآلي إلى سبع ساعات

من عموود مبادل شاردى سالب قوى مكون من ستايرين ثنائى فيل بنزن
styrene - divinyl benzene باستعمال سائل جارف مكون من محلول دارىء
من البورات متدرج رقم الحموضة ، ثم تقدير السكريات بطريقة حمض الكبريت
والارسينول •

ثالثاً - . الطرق البصرية Optical Methods

إن الطرق البصرية من الاساليب شائعة الاستعمال في قياس تركيز السكريات
في مصانع السكر ومخابر مراقبة الاغذية وتستعمل هذه الطرق أجهزة متنوعة منها:

١ - مقياس الانكسار refractometer : وتستعمل هذه المقاييس لقياس
نسبة المواد الصلبة المنحلة في المحاليل السكرية ويكثر استعمالها في صناعة السكر
التي تمتلك أنواعاً مختلفة منها •

٢ - مقياس الاستقطاب polarimeter : إن السكريات من المركبات
الفعالة ضوئياً لذا يمكن قياسها باستعمال مقياس الاستقطاب polarimeter
أو مقياس السكر saccharimeter وتقيس هذه الأجهزة زاوية التدوير angle of
rotation على مسطرة دائرية مدرجة • أما مقياس السكر فهو جهاز معد لقياس
نسبة السكر في معامل السكر بقياس التدوير البصري^(١) optical rotation
لمحلول يحتوي على السكر •

(١) التدوير البصري optical rotation : قدرة المركب على جرف مستوى
الضوء المستقطب نحو اليمين او اليسار بسبب عدم تناظر ذرات الكربون فيه •

تمتاز طريقة قياس تركيز السكريات بالاستقطاب بالسرعة والدقة شرطاً أن تتوافر في العينة الشروط التالية:

- ١ - أن يكون محلول العينة صافياً ومائلاً بلون خفيف .
- ٢ - أن يكون تركيز السكر في المدى المثالي للجهاز .
- ٣ - أن لا يحتوي المحلول على مركبات غريبة فعالة ضوئياً .

س - تبدي بعض المنتجات المحتوية على السكريات المرجعة ظاهرة التدوير المتبدل ^١ mutarotation الذي يؤدي الى حدوث توازن بين أنماط ألفا وبيتا غلوكوز ^٢ والشكل المفتوح السلسلة فعندما يراد قياس تركيز السكر في مثل هذه المحاليل يجب تركها لمدة أربع وعشرين ساعة قبل اجراء القياس ، أما إذا رغب في التحليل مباشرة فتجب معادلة المحلول حتى يصير متعادلاً ثم تسخينه الى درجة الغليان ثم اضافة بضع قطرات من الامونيا ثم اكمال الحجم الى حجم معين .

كذلك يمكن تقدير السكروز مباشرة باستعمال مقياس الاستقطاب أو مقياس السكر بوجود السكريات المرجعة بعد استبعادها بالتسخين وإضافة ماءات الباريوم مع التسخين لمدة ساعة على درجة ٧٠ - ٨٠ م° أما في وجود المواد الفعالة ضوئياً فيقدر السكروز بقياس التدوير البصري قبل تحويل السكروز الى سكر محول وبعده .

تقدير السكريات عديدة السكريد

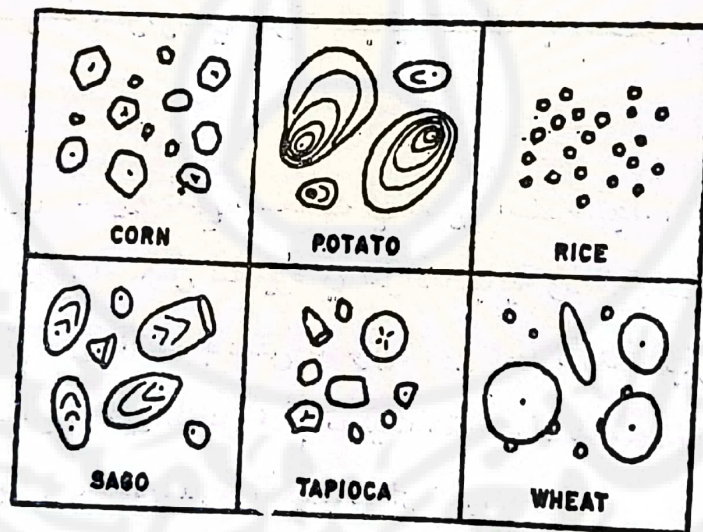
DETERMINATION OF POLYSACCHARIDES

أولاً - تقدير النشاء

يعد النشاء بعد السيليلوز أكثر المكونات النباتية انتشاراً وتوزيعاً في المملكة

النباتية ، ويوجد النشاء على شكل حبيبات يخترن فيها الفائض من المواد الغذائية في أجزاء النبات المختلفة مثل بذور الحبوب وجذور التيوكا tapioca ودرنات البطاطا وبكميات صغيرة في لباب سيقان الساغو (١) sago وثمار الموز ؛ ويستعمل حجم حبيبات النشا وشكلها تحت المجهر للتعرف على النشا من مصادره المختلفة .

إن حبيبات النشا السليمة غير منحلة في الماء البارد أو الماء الفاتر حتى اذا ماسخن هذا الخليط شكّل عجينةً رخوة بعد أن يمر بأطوار ثلاثة تبدأ بامتصاص الحبيبات للماء ببطء وعندما ترتفع درجة الحرارة بعد ذلك وفي حدود درجة الى درجتين بعد أن تصل درجة حرارة الحبيبات الى ٦٠ - ٨٠ م° تنتفخ الحبيبات بسرعة وتفقد شكلها ، وإذات ما ارتفعت درجة الحرارة أكثر نفدت جزيئات النشا خارج الحبيبات وانساحت في المحلول ، لذلك فان الحرارة



From T. J. Schoch

(شكل ٥ - ١) أشكال حبيبات النشاء لبعض أنواع الحبوب

(١) ساغو sago : نبات من نوع النخليات تنمو في البلاد الحارة يستخرج من لب جذوعه دقيق نشوي مفرد .

والرطوبة من أهم العوامل الرئيسة المؤدية إلى تهلم حبيبات النشا وانتفاخها أثناء تصنيع المواد الغذائية •

تصنف الطرق المتبعة في تقدير النشاء الى مجموعتين هما : ١ - تقدير النشاء بعد الحلمهة ٢ - تقدير النشاء بدون الحلمهة • وتتألف طريقة الحلمهة من اذابة النشاء في مذيب مناسب وحلمهته بالحموض أو بالانزيمات أو بكليهما ثم تقدير السكريات المرجعة بطريقة كيميائية أو لونية ملائمة • وتتألف طريقة تقدير النشاء بدون حلمهة بحل النشاء في مذيب ثم استعادة النشاء ووزنه وتقديره باستعمال مقياس الاستقطاب أو المطياف بقياس قيمة معقد النشا مع اليود •

تستعمل طريقة تقدير النشاء بالحلمهة بالحموض في تقديره في المواد الغنية بالنشا والدكسترين مثل البطاطا والطحين لان البنتوزانات والغلاكتان وغيرها من السكريات العديدة المتوفرة في المواد النباتية تتحلل بالحموض وتعطي قيما غير حقيقية •

ومن الطرق الكثيرة التي استعملت في تقدير النشاء نجد الطريقة التالية من الطرق الشائعة وهي تستعمل لتقديره في المواد النباتية وذلك باستخلاص السكريات بالكحول ، ثم حل النشا بـ حمض فوق كلور الماء الممدد البارد ثم عزل النشا على شكل معقد اليود غير المنحل ، ثم تفكيك هذا المعقد وحلمهة النشا الى سكر غلوكوز الذي يقدر باحدى الطرق الكيميائية او اللونية •

ثانياً - تقدير البكتين

توجد المواد البكتينية بين خلايا جميع النباتات الخضراء - وداخل هذه الخلايا بكميات قليلة منحلة - وتستخرج بعصر الانسجة البرانشيمية للنباتات الراقية مختلطة مع مكونات أخرى مثل الاربان (سلاسل السكريات الخماسية) والغلاكتان

(سلاسل سكر الغالاكتوز)، وتختلف البكتينات في وزنها الجزيئي ودرجة استرتها ولها أهمية كبيرة في تصنيع المواد الغذائية وصنع الهلام والمربيات .

تزداد درجة انحلال البكتينات بزيادة درجة الاسترة وصغر الوزن الجزيئي ويمكن ترسيب البكتينات المؤسّرة بنسبة ٢٠٪ بواسطة محلول كلورالسيوم ، أما إذا بلغت نسبة الاسترة ٥٠٪ فيمكن استعمال محلول كلور الكالسيوم ؛ ولا ترسب البكتينات المؤسّرة كلياً بالالكتروليتات .

تتبع أهمية البكتينات من قدرتها على تشكيل هلام ثابت وزيادتها للزوجة محاليل السكريات والحموض ، قد وجد بأن البكتينات كلية الاسترة تشكل الهلام بدون اضافة الالكتروليتات الى محاليلها وبانخفاض درجة الاسترة تنخفض قدرتها على تشكيل الهلام وتزداد الحاجة الى تحقيق رقم الحموضة pH الافضل وتحسن قدرة البكتينات على تشكيل الهلام بوجود أملاح الكالسيوم التي تعمل على ثبات الهلام وتقليل تأثير رقم الحموضة وتركيز السكر .

يكشف على البكتينات بطريقة ماكريدلي وريف McCrcady and Reeve لعام ١٩٥٥ باضافة مركب حديد الى خليط البكتين وحمض هيدروكساميك hydroxamic acid في محلول قلوي حيث يتشكل معقد أحمر لا ينحل بالماء .

أما إذا رغب في تقدير نقاوة البكتين فيصار الى تقدير محتواها من حمض الفلاكتورونيك أو تقدير مكافئ التعادل أو تقدير درجة الاسترة والصفات الفيزيائية .

يتم تقدير البكتين كميّاً باستخلاصه أولاً بمحاليل من سترات الامونيوم أو حمض كلور الماء الممدد ثم ترسيبه بواسطة الكحول أو الاسيتون ، ثم تصبين الراسب بقلوي وغليه مع حمض لتحويل الراسب الى حمض بكتيك .

* * *

الفصل السادس

تقدير البروتينات

DETERMINATION OF PROTEINS

يعد النتروجين من أهم العناصر الكيميائية الموجودة في البروتينات التي تحتل أهمية لا نظير لها بين المركبات العضوية وفي المواد الغذائية والكائنات الحية عامة ، لذلك كان تقدير البروتين محل اهتمام الباحثين الذين وضعوا الطرق المختلفة لتقديره كيمياً ولا مكان التفريق بين النتروجين الناتج عن المركبات البروتينية والنتروجين الناتج عن مركبات غير بروتينية •

وجود البروتينات Occurrence

تنتشر البروتينات في الطبيعة انتشاراً واسعاً فهي توجد في جميع المواد الغذائية ذات المصدر النباتي والمواد الغذائية ذات الأصل الحيواني ، وتختلف الكمية الموجودة من البروتينات في المواد الغذائية اختلافاً كبيراً ، وتزداد القيمة الغذائية للمواد كلما ارتفعت نسبة البروتين فيها ، وتتميز المنتجات الحيوانية والأنواع المختلفة من البقوليات بارتفاع محتواها من البروتين ، ويبين الجدول (١-٦) محتوى بعض المواد الغذائية من البروتين •

جدول (٦ - ١) محتوى بعض المواد الغذائية من البروتين

المادة الغذائية	الحالة الطازجة غ	الماء غ	الحالة الجافة غ
التفاح	٠.٣	٨٤	١.٩
لحم خنزير مقعد	٢٥	١٣	٢٨.٦
البيرة (٤٪ كحول)	٠.٦	٩.٠٢	٦.١
الكافيار	٢٦.٩	٥٧.٠	٦٢.٦
الجبن السويسري	٢٧.٥	٣٩.٠	٤٥.١
دجاج مقلي	٢.٥٥	٧٤.٥	٨١.٣
ذرة حلوة « خام »	٣.٧	٧٣.٩	١٠.٤
رقائق الذرة	٨.١	٣.٦	٨.٤
البيض « كامل »	١٢.٨	٧٤.٠	٤٩.٣
الطحين	١.٥	١٢.٠	١١.٩
طحين الشيلم	١٦.٣	١١.٠	١٨.٣
نقائق	١٤.٠	٦٢.٠	٣٧.٥
لحم خنزير « مملح »	٢٣.٠	٣٩.٠	٣٧.٧
لحم مفروم « هامبرغر »	٢٢.٠	٤٧.٠	٤١.٥
فاصولياء الليماء	٦.١	٧٣.٢	٢٢.٨
« خضراء مجمدة »	٣.٥	٨٧.٠	٢٦.٩
حليب « كامل »	٢.٣	٨٤.٨	١٥.٨
دقيق الشوفان	٠.٨	٨٧.٥	٦.٣
عصير البرتقال	٥.٧	٨٠.٣	٢٨.٩
بسلى خضراء مجمدة	٢.٠	٧٧.٠	٩.٠
بطاطا	٢.٥	٦٠.٠	٦٢.٥
لحم بقر مقلي	١٧.٤	٦٣.٤	٤٧.٥
سمك السلمون	١.٠	٩٢.٥	١٥.٤
عصير البندورة « معلب »			

المصدر : طرق تحليل الأغذية جوسلن ١٩٧٠ .

ويعد توفير البروتينات في غذاء الانسان من أهم المشاكل التي تواجهها البلاد الفقيرة ، وتستمد البروتينات أهميتها الغذائية من كونها :

- ١ - مركبات عالية القيمة الغذائية •
- ٢ - تلعب دوراً كبيراً في الصفات الذوقية •
- ٣ - تضفي تأثيراً كبيراً على قوام الأغذية ذات المصدر الحيواني •
- ٤ - تعد بروتينات القمح ثم الطحين أهم مؤشر على جودة الصفات الخبزية •
- ٥ - تعد مصدراً أساسياً للحموض الامينية •

يرجع النتروجين الموجود في المواد الغذائية الى صورتين هما المركبات البروتينية التي توجد مرتبطة أو متحدة مع السكريات وتعرف بالبروتينات السكرية glycoproteins والبروتينات الدهنية apoproteins وتتميز البروتينات بتأثيرها الواضح في الصفات الريولوجية للمواد الغذائية ؛ والصورة الثانية هي المركبات النتروجينية غير البروتينية مثل الحموض الامينية والامينات والاميدات والمركبات النتروجينية والبيورينات والبريميدينات •

طرق تقدير البروتين

اولا - الطرق الأساسية :

٢ - مبدأ تقدير النتروجين العضوي : يقوم مبدأ تقدير النتروجين العضوي الكلي في المواد الغذائية أو المواد العضوية على أساس تحويل النتروجين الموجود فيهما إلى عنصر النتروجين الغازي أو إلى أملاح امونيا بحيث يصبح النتروجين بحالته المرجعة وتشمل الخطوة النهائية من التحليل التقدير الدقيق لأي من الغاز أو أملاح الامونيا •

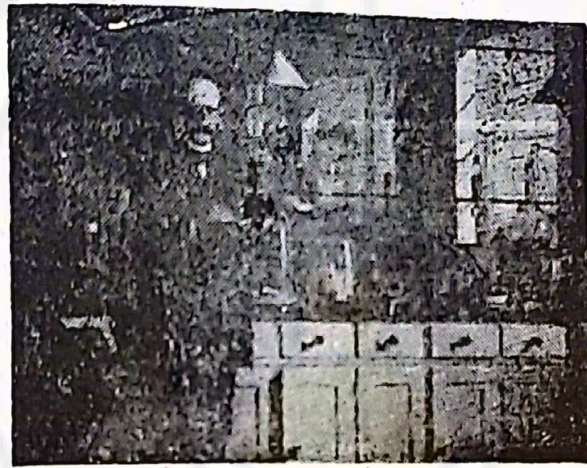
وقد تستعمل بعض الطرق الأخرى التي تشمل تقدير الفحم أو بعض الأحماض
الأمينية المعينة أو بعض الروابط الببتيدية أو بعض المكونات لبعض المواد مثل
تقدير الحديد في الخضاب أو اليود في الكروين اليودي ؛ ونفترض في جميع هذه
الطرق بأن المكون المقدر يوجد فقط في جزء البروتين .

ب - تاريخ نشوء هذه الطرق : يزخر الأدب العلمي بالطرق المختلفة التي قام
العلماء بتجريبها للوصول الى تقدير دقيق لكمية النتروجين في المواد البيولوجية
وبالتالي تحديد كمية البروتين، وقد بدأت هذه المحاولات بطريقة ديماس Dumas
عام ١٨٣١ في فرنسا الذي أبدع طريقة تقدير النتروجين عن طريق حرق المادة
المخلوطة بأكسيد النحاس على درجة حرارة عالية تصل الى ٧٠٠° م ثم جمع الغاز
المتكون وقاس حجمه . ثم قام فارنتراب Varrentrapp وويل Will عام ١٨٤١
بايجاد طريقة جديدة لتقدير النتروجين تتضمن تسخين المادة إلى درجة الاحمرار مع
كلس الصودا soda lime ^(١) وامتصاص الأمونيا المتحررة في محلول
قياسي من حمض كلور البلاتين chloroplatinic acid ثم وزن كمية الملح المتكونة
« كلور بلاتينات الامونيوم » ، وفي عام ١٨٦٨ قام الكيميائي الانكليزي Wanklyn
بتقطير الامونيا من العينة العضوية المحتوية على النتروجين وذلك بتسخين العينة
بوجود البرمنغنات القلوية .

قام على خلفية هذه الأبحاث الابداعية والأفكار المتجددة جوهان كلاهل
Johan Kjeldahl عام ١٨٨٣ في الدانمرك بتجاربه المكثفة لمدة سنتين من أجل
الوصول الى طريقة معتمدة لتقدير النتروجين في المواد العضوية ، ففي ٧ آذار من
عام ١٨٨٣ قام بنشر طريقته ذائعة الصيت والمعروفة عالمياً بطريقة كلاهل

كلس الصودا : مزيج من الصودا والكلس المطفا يستعمل بخاصة لامتصاص
الرطوبة والغازات .

والتي تعد مرجع الطرق المختلفة لتقدير البروتين شكل (٦ - ١) وكان كلداهل قد لاحظ بأن إضافة البرمنغنات القلوية لم تثر جميع أملاح النتروجين العضوي الموجود في النترات والنترو والقلويدات إلى أملاح أمونيوم فقام **ولفارت Wilfarth** عام ١٨٨٥ بإضافة أكاسيد معادن النحاس والزنك والحديد لزيادة وتحسين الآزوت إلى أمونيا وتسريعه ، وقد تمكن غانن Gunning عام ١٨٨٩ من معرفة أن إضافة كبريتات البوتاسيوم تعمل على رفع درجة حرارة التفاعل الذي يؤدي إلى تقصير الوقت لعملية الهضم وكمال تحويل النتروجين إلى أمونيا ، ومن أهم الطرق المستعملة في تقدير البروتين الطرق التالية :

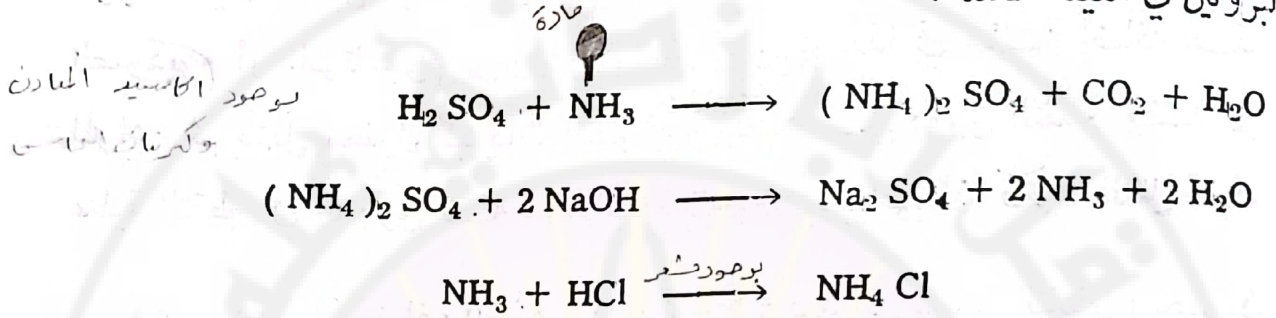


كلداهل

شكل (٦ - ١) العالم كلداهل يختبر طريقته المشهورة لتقدير البروتين

١. طريقة كلداهل Kjeldahl method : تبدأ طريقة كلداهل لتقدير النتروجين الكلي بهضم المادة المراد تحليلها مع كمية كافية من حمض الكبريت المركز الذي يقوم بتفكيك « هضم » المادة والاتحاد مع النتروجين والتخلص من كل مركبات الفحم والرطوبة الموجودة في العينة على صورة ثاني أكسيد الفحم وماء ، ويمكن معرفة تمام عملية الهضم عندما يميل لون المحلول البني الذي تجرى عليه عملية الهضم إلى لون صافٍ حيث يتم تحويل جميع مركبات النتروجين الموجودة إلى أمونيا تتفاعل مع حمض الكبريت مكونة كبريتات الأمونيوم على صورة بلورية في محلول الهضم . أما كبريتات الأمونيوم المتكونة فتحوّل إلى أمونيا حرة باستخدام محلول

مركز من الصودا الكاوية في جهاز تقطير خاص وتستقبل الامونيا الناتجة كيميا في محلول معروف العيارية من حمض الكبريت أو حمض كلور الماء وبمعادلة الكمية الزائدة من الحمض بمحلول قلوي معروف النظامية وبوجود مشعر مناسب يمكن معرفة مقدار النتروجين الموجود ، وبضربه بعامل معين يمكن معرفة كمية البروتين في العينة المحللة :



وعلى الرغم من الاستعمال الواسع لهذه الطريقة فقد اكتشفت فيها بعض العيوب التي تؤثر في مدى دقتها فأدخلت عليها تعديلات كثيرة في عمليات الهضم والتقطير أهمها :

١. أخذ كمية من العينة تكفي لإعطاء كمية من الامونيا تعادل كيميائياً ٢٠ سم^٣ من الحمض العياري ، واستعمال دوارق خاصة تسع الى ٦٠٠ - ٨٠٠ سم^٣ مصنوعة من زجاج متحمل للحرارة ذات عنق طويل يساعد على تكاثف الأبخرة وعودتها إلى الدورق دون الغازات الضارة التي يجب أن يتم جرفها في مجرى مائي مستمر .

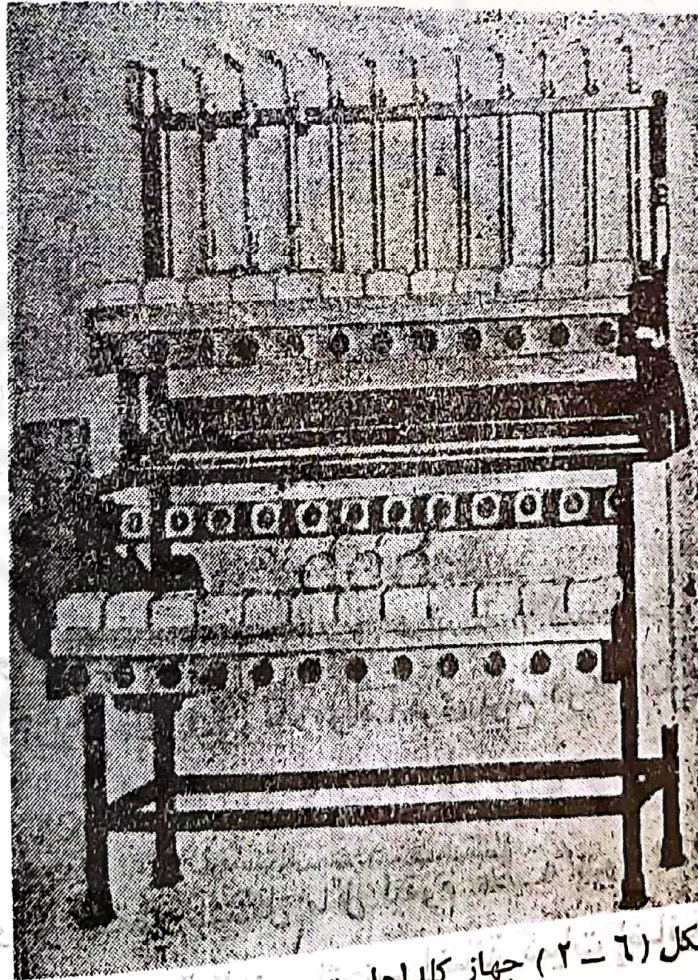
٢. إضافة مواد مؤكسدة للإسراع في عملية الأكسدة مثل أملاح الزئبق وكبريتات النحاس وأملاح السيلينيوم ومواد أخرى لرفع درجة الغليان مثل كبريتات البوتاسيوم . وتعتبر فترة الهضم

٣. وضع دورق التقطير بشكل مائل ليقوم عنقه بدور المكثف بإعادة جزء من حمض الكبريت أثناء عملية الهضم لتجنب إضافة كميات إضافية منه ، مع عدم

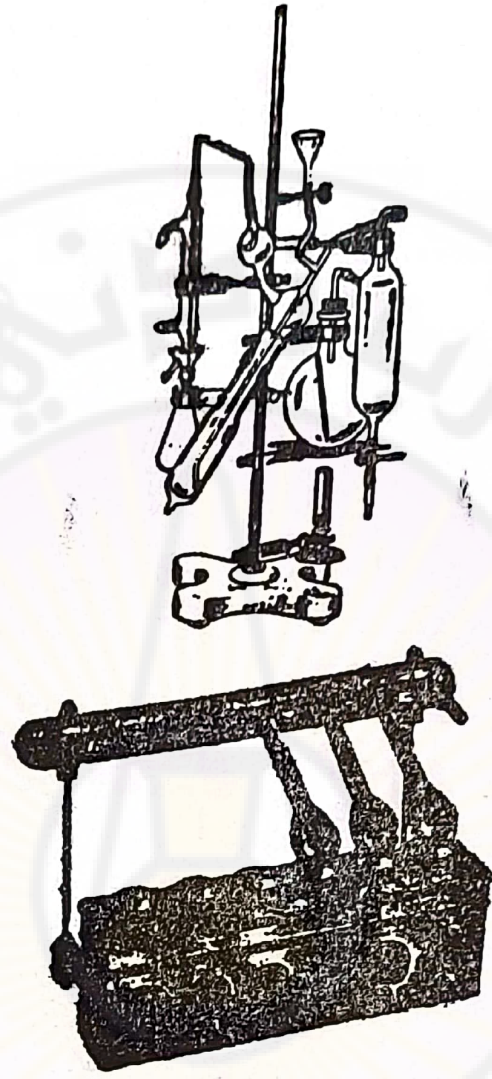
تسخين جوانب الدورق أكثر من اللازم لتفادي تشكك جزء من كبريتات الامونيوم،
وأن يتم إجراء عملية الهضم في صندوق الساحة الهوائية •
كبريتات الدوا - كبريتات النحاس

٤ - يجب التخلص من الأملاح المضافة - للاسراع من الأكسدة أو رفع درجة الغليان - قبل البدء بعملية التقطير باضافة نحو ٢٥ سم^٣ من محلول كبريت الصوديوم أو البوتاسيوم « potassium sulphide » هذا في حالة إضافة هذه المواد ، ثم يُنقل محلول كبريتات الامونيوم الممدد الى دورق التقطير وقد تتم عملية التقطير في الدورق نفسه في الاجهزة الحديثة ويراعى أن يكون النقل كميًا.

٥ - يجب أن يضاف القلوي المركز بحذر شديد إلى دورق التقطير ويجب أن تكون كميته كافية لتجعل المحلول قلويًا جدًا لذا يجب أن تكون كميته كافية وتركيزه



شكل (٦ - ٢) جهاز كلداهل « وحدة الهضم والتقطير »



شكل (٦ - ٣) جهاز ميكروكلداهل

عالٍ ، كما يجب تلافي اختلاط محلول كبريتات الامونيوم مع القلوي عند إجراء عملية الاضافة كما يجب تفادي هزها قبل إحكام توصيل أجزاء جهاز التقطير •

٦- تجري معايرة الجزء المتبقي من الحمض العياري الذي لم يتفاعل مع الامونيا المنطلقة بمحلول عشرين نظامي من ماءات الصوديوم وبذا يمكن حساب النتروجين في العينة وبضربها بعامل مناسب يمكن حساب كمية البروتين في العينة •

شكل (٤ - ٦) جهاز كالداهل الحديث

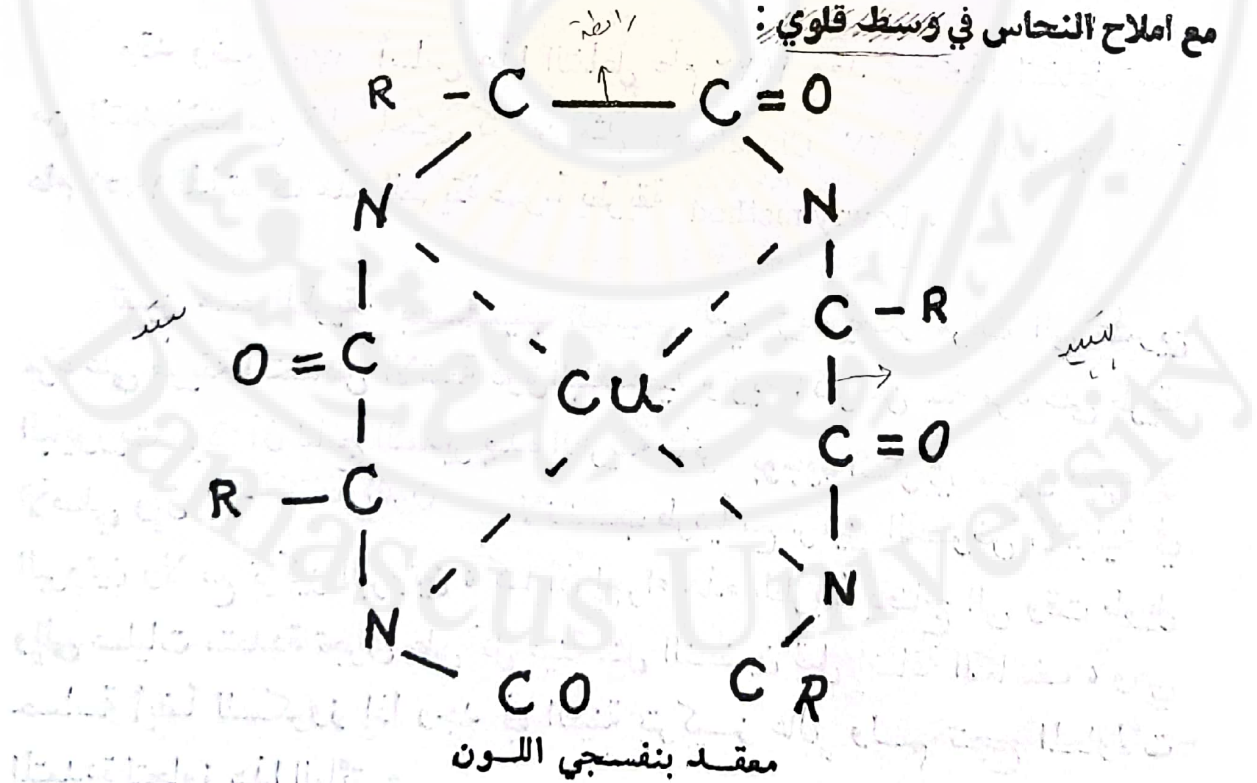


جدول (٦ - ٢) يبين قيم العوامل لبعض المواد الغذائية

المادة الغذائية	العامل	المادة الغذائية	العامل
اندوسيرم القمح	٥٧٠ر	فول الصويا	٥٧١ر
جنين القمح	٥٨٥ر	بذور الليرة	٦٢٥ر
حبة القمح الكاملة	٥٨٣ر	البيض	٦٢٥ر
الشعير	٥٨٣ر	اللحم	٦٢٥ر
الأرز	٥٩٥ر	الحليب	٦٣٨ر
بذور القطن	٥٣٠ر	الفول	٦٢٥ر
بذور عباد الشمس	٥٣٠ر	البسلي	٦٢٥ر
بذور السمسم	٥٣٠ر	الفاصولياء	٦٢٥ر
جوز الهند	٥٣٠ر	الفول السوداني	٥٤٦ر

٢ - طريقة البايوريت biuret method : اقترح ريجلر Riegler هذه الطريقة

عام ١٩١٤ وهي تقوم على قدرة الربط الببتيدية على تشكيل معقد بنفسجي اللون مع املاح النحاس في وسط قلوي :



محاليل السكريات والحموض ، قد وجد بأن البكتينات كلية الاسترة تشكل الى كثير من النقد عند استعمالها في تقدير البروتين بالطرق الطيفية . إلا أن هناك ① بعض المواد التي تتداخل وتحد من دقة التقدير كما أن اللون المتشكل ليس له شدة الكثافة نفسها لجميع البروتينات ، لذا لابد من وجود بعض الانحراف عند إجراء التجربة وطريقة البايوريت طريقة بسيطة وسهلة وسريعة ، ولم تتعرض هذه الطريقة

في نقد

٢. طريقة كاشف الفينول The phenol - reagent method إن طريقة كاشف

الفينول من الطرق كثيرة الاستعمال في تقدير البروتين في المحاليل ويعتمد هذه الطريقة على تفاعل البروتين مع كاشف الفينول والنحاس في شروط قايضة ، ويتشكل اللون من تفاعل الاحماض الامينية العطرية مع الفوسفات الموجودة في الكاشف الذي يشمل على حمض التنغستيك الفوسفوري - phosphotungstic acid وحمض المولبديك ويقوم النحاس بدور الوسيط .

وقد وضع Wu أساس هذا التفاعل عام ١٩٢٢ وقد مرّ هذا التفاعل بعدد من التعديلات من قبل باحثين كثيرين مثل Ciocalteau ١٩٢٧ و Lowary et al. عام ١٩٥١ لذا تعرف هذه الطريقة عموماً بطريقة Lowry method .

تتميز هذه الطريقة بحساسيتها العالية التي تزيد بعشر مرات الى عشرين مرة على طريقة امتصاص الاشعة فوق البنفسجية وتزيد أكثر من مئة مرة على طريقة البايوريت ، إلا أن نتائج التقدير بهذه الطريقة تتأثر بوجود العكر في محلول البروتين الأصلي وإن شدة كثافة اللون لا تتناسب طردياً مع تركيز الحموض الامينية في البروتين ولا مع تركيز البروتين ، كما أن إجراء هذه الطريقة يحتاج الى وقت طويل وإلى عمليات متعددة تجري على كل عينة مثل التحضين قبل إضافة الكاشف ، وهي حساسة أيضاً للسكروز إذا وجد في العينة بتركيز عالٍ ولم تنجح المحاولات المتعددة لتجاوز هذا العائق .

٤- الطرق الطيفية المباشرة Direct Spectrophotometric Methods

لقد وضعت أسس هذه الطرق من قبل Warburg and Christian عام ١٩٤١ لتكون وسيلة سريعة وحسنة الحساسية لتقدير البروتين اعتماداً على خاصية امتصاص البروتينات الاعظمي للأشعة فوق البنفسجية عند الموجة ٢٨٠ نانومتراً وهذا الامتصاص ويرجع الى محتوى البروتين من حموض التايروسين والتربتوفان والفيل ألانين . ولما كانت محتويات المصادر البروتينية المختلفة تختلف اختلافاً ضخماً فيما تحتوي عليه من هذه الحموض لذا اعتمد امتصاص البروتين عند هذه الموجة طريقة لتقديره .

تتميز هذه الطريقة بالسرعة وسهولة الإنجاز وعدم تخطيط بروتين المواد البيولوجية ويمكن إجراء التقدير بها حيث يصعب استعمال الطرق الأخرى إلا أنه يجب تفسير النتائج بحذر ودقة لأن الأقسام المأخوذة من محلول بروتيني تختلف فيما بينها بما تحتوي عليه من الحموض الامينية أو في تركيبها منها ، لذا يختلف التقدير بهذه الطريقة بمقدار خمس مرات، ويؤدي استعمال هذه الطريقة الى استبعاد تأثير الحموض النوية من حساب كمية البروتين في العينة لأنها أي الحموض النوية تمتص الاشعة البنفسجية عند الموجة ٢٦٠ نانومتراً .

٥- طرق قياس العكس Turbidimetric Method

تتميز بعض المركبات الكيميائية بقدرتها على ترسيب البروتينات من محاليلها مثل ثلاثي كلور حمض الخل أو سيانيد حديد البوتاسيوم أو حمض كبريتي

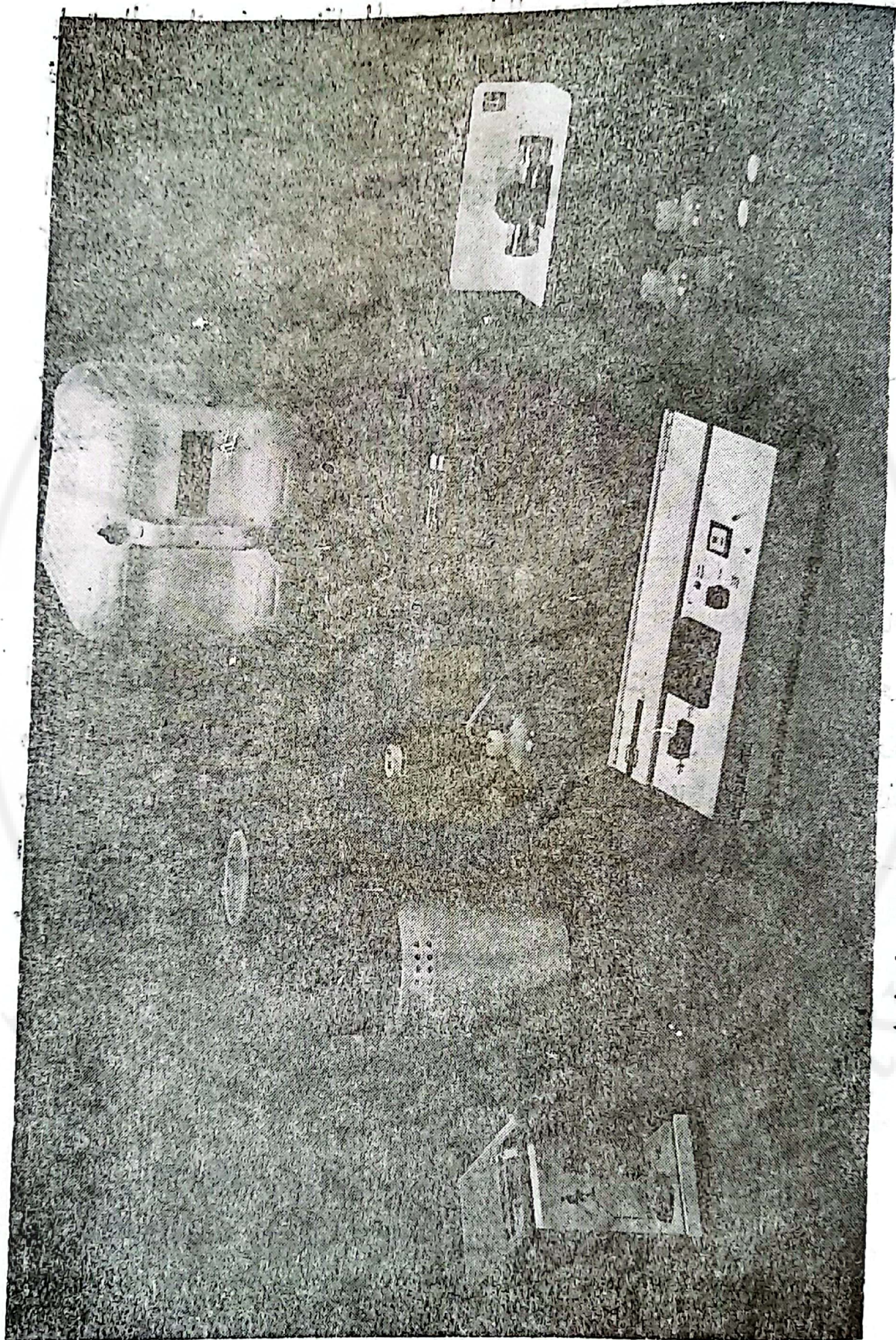
السلسيليك عند خلطها بتركيز منخفض من هذه المواد اذ تكون عكراً يمكن قياس امتصاصه للضوء الذي يعبر عن تركيز البروتين •

تعد هذه الطريقة سريعة التطبيق عندما تكون البروتينات منحلة وتصبح أكثر صعوبة إذا طبقت على الأغذية الصلبة لصعوبة استخلاص البروتين ، ويؤخذ على هذه الطريقة أنها تعطي نتائج مختلفة مع البروتينات المختلفة ولا يمكن من التمييز بين البروتينات والمواد القابلة للترسيب معها بفعل المواد المرسبة •

٦- طريقة ارتباط الصبغات بالبروتين Cooper و Freankel

يعد كل من Cooper و Freankel أول من أشار إلى قدرة ارتباط البروتينات كيمياً مع بعض الصبغات العضوية في شروط معينة وإمكان استعمال هذا الارتباط لتقدير الزمر القاعدية والحمضية الكلية في البروتين •

ويتم تقدير تركيز البروتين - بعد معاملة محلوله بالصبغة - من تقدير كمية مجموعة الكبريتي الثنائية (SO_3^-) الموجودة في الصبغة التي تتحد مع مجموعة الأمين الحرة لحمض اللايسين ومجموعة الـ ايميدازول لحمض الهستيدين ومجموعة الغواندين في حمض الأرجينين ، وقد أمكن تحسين قدرة الارتباط بالبروتين باستعمال صبغات جيدة مثل صبغة « برتقال orange G » التي تحتوي على زمرة SO_3^- واحدة • فعندما تتم عملية خلط البروتين بفائض من الصبغة تتفاعل الصبغة مع البروتين في العينة مشكلة معقداً يتم فصله بالتفيل ثم يقاس تركيز الصبغة غير المتفاعلة طيفياً ليتمكن حساب كمية الصبغة المرتبطة ، وبسبب علاقة الارتباط الكمية بين الصبغة ومحتوى العينة يمكن تكوين جداول تحويل خاصة بكل مادة غذائية تقرأ منها النسبة المئوية للبروتين • ويتم خلط الصبغة بالعينة جيداً



شكل (٦ - ٥) يبين طريقة الارتباط بالصناعات وأدواتها

باستعمال هزاز مخبري ينقل المزيج بعدها إلى وعاء يشبه زجاجة الماء المقطر يجهرز
غطاؤها بقرص مرشحة من الليف الزجاجي fiber glass وقطارة ، وتقدر تصاذية
المزيج عند الموجة ٤٧٥ ميكرومتراً ($m\mu$) ويُرسم المنحنى البياني لقيم الامتصاص
الموافقة لتراكيز العينات التي قُدِّر تركيز البروتين في عينات مماثلة لها بطريقة
كلداهل .

تمتاز هذه الطريقة بسرعتها وتجنب مصاعب المهارة اللازمة لاستعمال جهاز
كلداهل ، ويشيع استعمالها لتقدير البروتين في عينات من الجيوب والبذور
الزيتية والبقوليات والمنتجات الحيوانية .

طرق متنوعة أخرى :

استعملت كثير من الطرق لتقدير البروتين اعتماداً على استخلاص بعض خصائص
البروتين أو على سهولة تقدير بعض الحموض الامينية مثل التايروسين أو التربتوفان
ومن أشهر هذه الطرق تفاعل فولن Folin reaction وهو تحويل لطريقة لوري
وتفاعل ميلون Millon reaction وهو خاص بحمض التايروسين ، وكذلك
استخدمت بعض الخصائص الفيزيائية مثل قربنة الانكسار أو استعمال
طيف الأشعة تحت الحمراء .



الفصل السابع

تقدير الشحيمات ((الليبيدات))

DETERMINATION OF LIPIDS

الشحيمات أو «الليبيدات» مجموعة كبيرة من المركبات الكيميائية التي تصعب إحاطتها بتعريف شامل يحيط بجميع أفرادها ، لذا يمكن تعريفها بأنها مجموعة من المواد التي تنحل في المذيبات العضوية مثل الأثير وأثير البترول والكلوروفورم وغيرها ولا تنحل بالماء؛ فهي مكونة من مكونات كيميائية مختلفة ذات طبيعة كيميائية متباينة لذلك فهي تقسم إلى عدة مجموعات تشمل الحموض الدهنية والزيوت والدهون ، والشموع والليبيدات الفوسفورية ، ومركبات الستيرولات والفحوم الهيدروجينية ، والفيتامينات المنحلة في الدهون والجزرينات والبروتينات الدهنية والسكريات الشحمية

• lipopoly sacc harides

وتقوم الشحيمات بدور غذائي كبير لما تمتاز به من صفات كيميائية وتشتمل عليه من خصائص ذوقية جعلتها مرغوبا بها ومحبة الى النفس إذ أنها :

- ٠١ تمنح المواد الغذائية طراوة في القوام وغناء واستساغة في الطعم .
- ٠٢ تنقل الحرارة بكفاية عالية فهي كثيرة الاستعمال في عمليات الطبخ والقلي .

- ٣. تكون مركباتها المصدر الغني بالطاقة •
- ٤. تلعب دوراً أساسياً في بناء الخلايا الحيوية ووظائفها •
- ٥. تنقل إلى الإنسان الفيتامينات المنحلة في الدهون والحموض الدهنية الأساسية •

Occurrence وجود الشحميات

تنتشر الشحميات انتشاراً واسعاً في الطبيعة ، ويختلف محتوى الأغذية منها اختلافاً يَبْتَأْ ، ويعد محتوى الثمار من الدهون دليلاً على نضجها كما هو الحال في الزيتون والافوكادو ودليلاً على جودة ثمار الجوز والبكان ومؤشراً قوياً على صلاحية المحصول للصناعة كما هو الحال في بذور الكتان ؛ وبين الجدول (٧-١) محتوى بعض المواد الغذائية من الدهن ، ويتبين من هذا الجدول بأن الثمار باستثناء ثمار الافاكادو والزيتون تحتوي على ٥٠٪ أو أقل من الدهن وتليها منتجات الحبوب والأسماك والحيوانات البحرية ومنتجات الألبان واللحوم ومنتجاتها والثمار الجوزية • وتتميز الخضراوات بانخفاض محتواها من الدهون إلا أن لها قيمة كبيرة على طعم هذه المواد الغذائية ونكهتها وقابليتها للزنج التأكسدي وطول مدة التخزين •

يرجع التردّي في طعم المواد الغذائية ذات المحتوى الدهني الى تفكك الدهون بفعل الأنزيمات أو بسبب الأكسدة أثناء التصنيع ، كما تؤثر بقايا الليبيدات أو الدهون ، في المركبات البروتينية أو رقائق فول الصويا أو طحين البذور الزيتية والفول السوداني وغيرها ، في طعم هذه المواد وإليها يرجع تردّيّه وتغيّره وبالتالي فهي تؤثر في امكان استعمال هذه الأغذية والاقبال على استهلاكها •

جدول (٧ - ١) محتوى بعض المواد الغذائية من الدهن

محتوى الدهن طازجاً % جافاً %		محتوى الدهن طازجاً % جافاً %		المادة الغذائية
		منتجات الحبوب :		
١٠.٨	١.٩	٣.٣ - ١.٢	٠.٨ - ٠.٥	الخبز :
٠.٥	٠.١	١.٢	٠.٧	خبز الذرة
		١.٤	١.٠	بسكويت
		٢.٣ - ٠.٣	٢.٣ - ٠.٣	جاتو
		١.٢ - ١.٠	١.٢ - ١.٠	بسكويت مالح
		١.٠ - ٠.٢	٠.٢ - ٠.١	طحين قمح
		١.٤ - ٠.٣	٠.٣ - ٠.١	معكرونة
		١.٢ - ٠.٦	٠.٦ - ٠.١	فطيرة
الفواكه الطازجة :		منتجات الالبان :		
٢.٥	٠.٤	٣.٠	٣.٩	حليب كامل
٠.٧	٠.١	١.٠	٠.١	حليب فرز
٧.٦	٢.٦	٣.٠	٧.٩	حليب مبخر
٠.٨	٠.٢	١.١	٨.٤	حليب مكثف
٢.٢	٠.٣	١.١	٨.٤	جبين
٧.٧ - ٢.٢	٠.٤ - ٠.١	١.١	٣.٧ - ٠.٥	قشطة
٢.٣	٠.٤	٨.٥ - ٧.٣	٢.٠ - ٠.٣	زبدة
٧.٩	٠.٦	٩.٥	٨.١	
١.٦	٠.٢	اسماك ومنتجات بحرية :		
٠.٦	٠.٢	٢.١	٠.٢	الهلوت
١.٨	٠.٢	٢.٣	٠.٤	القد
٧.٤ - ٦.٢ - ١.٣	٠.١ - ٠.٢	٠.٢	٠.١	الحدوق
٢.٠	٠.١	٣.٨ - ١.٢	١.٢ - ٠.٢	الرنكة
٢.٥	٠.٢	٤.٥	١.٦	السلمون
٣.٣	٠.٢	٥.١ - ٣.٨	٢.٧ - ١.٣	السردين
٦.٦	٠.١	٤.٣	٢.٠	التن
٣.٩	٠.٦	٧.٠	١.٤	بطليونس
٥.٦	٠.٧	٨.٠	١.٦	سلطعون
١.٨	٠.٤			
٠.٨	٠.٦			
٥.٠	٠.٥			
٠.٨	٠.١			
١.٤	٠.٢			

المادة الغذائية		محتوى الدهن طازجاً % جافاً %	
ذرة حلوة	١٥	٤٥	
خس	٠.٢	٣٩	
بصل	٠.٢	١٦	
بقدونس	١٠	٦٢	
لفت ابيض	٥٠	٢٣	
بصل خضراء	٠.٤	١٦	
بطاطا	٠.١	٥	
قرع	٠.٢	٢١	
فجل	٠.١	١٦	
لفت سويدي	٠.١	٩	
كوسه	٠.١	٢٧	
بطاطا حلوة	٠.٧	٢٢	
بندورة	٠.٣	٥٢	
لفت	٠.٢	٢٢	
سبانخ	٠.٣	١٥	

المادة الغذائية		محتوى الدهن طازجاً % جافاً %	
فاصوليا بنتو	١٢	١٣	
فاصوليا كلوية حمراء	١٧	١٩	
فاصوليا بحرية	١٦	١٨	
فاصوليا ليما	٣	٥٣	
حمص	٧	٤٧	
عدس	٢	١٤	
بصل	٤	١٦	

المكسرات :	
لوز	٥٤.٠
بلاذر	٤٨.٧
جوز الهند	٣٤.٠
بندق	٦٠.٩
جوزية	٦٧.٤
فول سوداني	٤٤.٢
بكان	٧٣.٠
فستق حلبي	٥٣.٠
جوز	٦٤.٠

الخضراوات الطازجة :	
الهلبيون	٠.٢
ارض شوكي	٠.٤
فاصوليا خضراء	٠.٨
فاصوليا خضراء مقطعة	٠.٢
بروكولي	٠.٢
ملفوف	٠.٢
جزر	٠.٣
قرنبيط	٠.٢

اللحوم ومنتجاتها :	
بقر قطع طازج	١١-٢٨
بقر معلب	٣-١٣
بقر معلب (كورند)	٨-١٨
لحم خنزير مقدد	٦٥
لحم غنم	١٧-٣٢
دجاج	٧-٢٥

الببيض :	
بيض كامل	١٥
بيض بياض	-
بيض صفار	٩

المصدر : طرق تحليل الاغذية جوسان ١٩٧٠ - ص ١٤٩ .

تقدير الشحميات

استخلاص الشحميات بالمذيبات Solvents Extraction of Lipids

تختلف الشحميات في قطبيتها اختلافا كبيرا بسبب تباين مكوناتها واختلاف طبيعتها الكيميائية لذا فان إيجاد مذيب أو محل واحد قادر على إذابة جميع الليبيدات أمر غير واقعي لأن الاستخلاص الناجح يستلزم تحطيم الربط بين الليبيدات والمركبات الأخرى كي تتحرر وتغدو منحلة ، ويمكن الوصول إلى هذا الانحلال عندما تتقارب أو تتشابه قطبية المركبات الليبيدية والمذيبات المستعملة، وعليه نجد أن الغليسريدات الثلاثية غير القطبية تنحل في المذيبات غير القطبية مثل الهكسان وأثير البترول ، أما المركبات القطبية مثل الليبيدات السكرية فتتجلى في المذيبات القطبية مثل الكحول .

١ - تحضير العينة لاستخلاص الشحميات « الليبيدات » : يعتمد استخلاص

الليبيدات من المواد الغذائية على طبيعة هذه المواد والمشكلة والمراد الكشف عنها إذ لا يوجد طريقة واحدة مثلى لمثل هذا الاستخلاص ، لذا فان استخلاص الشحميات من الحليب أسهل من استخلاصها من الأنسجة النباتية لحاجة الأخيرة إلى تقطيع وطحن وتجنيس وغيرها من العمليات التي يجب أن تقلل حدوث التفكك الكيميائي والفيزيائي والانزيمي خلالها ولا يتم ذلك إلا بالتحكم بدرجة الحرارة وطول الوقت الذي تتعرض له المادة للمذيب ، وللحصول على أفضل النتائج يتبع ما يأتي :

١. إجراء جميع العمليات في جو عازل من النتروجين .
٢. استعمال مذيب قتي خالٍ من البيروكسيد وتطبيق النسبة الملائمة بين المذيب والمذاب .

- ٣٠ فصل المواد المراد تحليلها عن الأصل وتقطيعها وطحنها بسرعة .
- ٤٠ إجراء جميع العمليات تحت درجة حرارة منخفضة .
- ٥٠ تنقية المستخلص لاستبعاد المواد غير الشحمية .
- ٦٠ تخزين المستخلص الشحمي في شروط تقلل حدوث التغيرات .

يصعب استخلاص الشحومات من المواد ذات الرطوبة العالية لعدم قدرة المذيب^① على اختراق أنسجة المادة ولتشبعه بالرطوبة مما يجعل عملية الاستخلاص غير كافية، كما أن تخفيف المادة على درجة حرارة عالية يجعلها غير قابلة للاستخلاص لإمكان ارتباط بعض الليبيدات مع البروتينات أو السكريات .

ويتوقف استخلاص الشحومات من المواد الغذائية بشكل جيد على قطر الحبيبات وحجمها لذا تبدو أهمية طحن العينة وتنعيم حبيباتها للوصول إلى فصل جميع الليبيدات ، وتتألف الطريقة التقليدية في استخلاص الزيت من البذور الزيتية من طحن البذور ثم استخلاصها بمذيب ملائم ، ولتحسين استخلاص الليبيدات من العينة تخلط مع المذيب وتوضع في خلطة أغذية تدار بسرعة عالية لأن ذلك يؤدي إلى تحطيم حبيبات العينة ويسرع عملية الاستخلاص .

تحتوي الأغذية المصنعة ومنتجات الألبان والخبز والطحين والأغذية المخمرة على جزء كبير من ليبيداتها مرتبط مع البروتينات أو السكريات ، لذا فإن استخلاص الليبيدات في مثل هذه الحالات بمذيب غير قطبي غير فعال ، ويجب حل هذه المواد بحمض قبل الاستخلاص أو تستخلص استخلاصاً أولاً ثم تعامل بالحمض ثم تستخلص ثانية وتجفف ، وتتألف عملية الحلحلة من تسخين المادة مع حمض كلور الماء تركيز (٣ نظامي) لمدة ساعة .

٢- المذيبات solvents : يُعد الأثير وأثير البترول من أكثر المذيبات استعمالاً في استخلاص الدهون والأثير بفضل أثير البترول في قدرته ولكن هناك توجه عام لاستعمال أثير البترول لقدرته الاصطفائية في إذابة الليبيدات الحقيقية ، ويتميز الأثير بالخصائص التالية :

١٠ يعد الأثير أفضل المذيبات حتى للشحميات المؤكسدة .

١١ مرتفع الثمن .

١٢ يتميز بخطورته الكبيرة وقابليته للانفجار إذا لامست أبخرته النار .

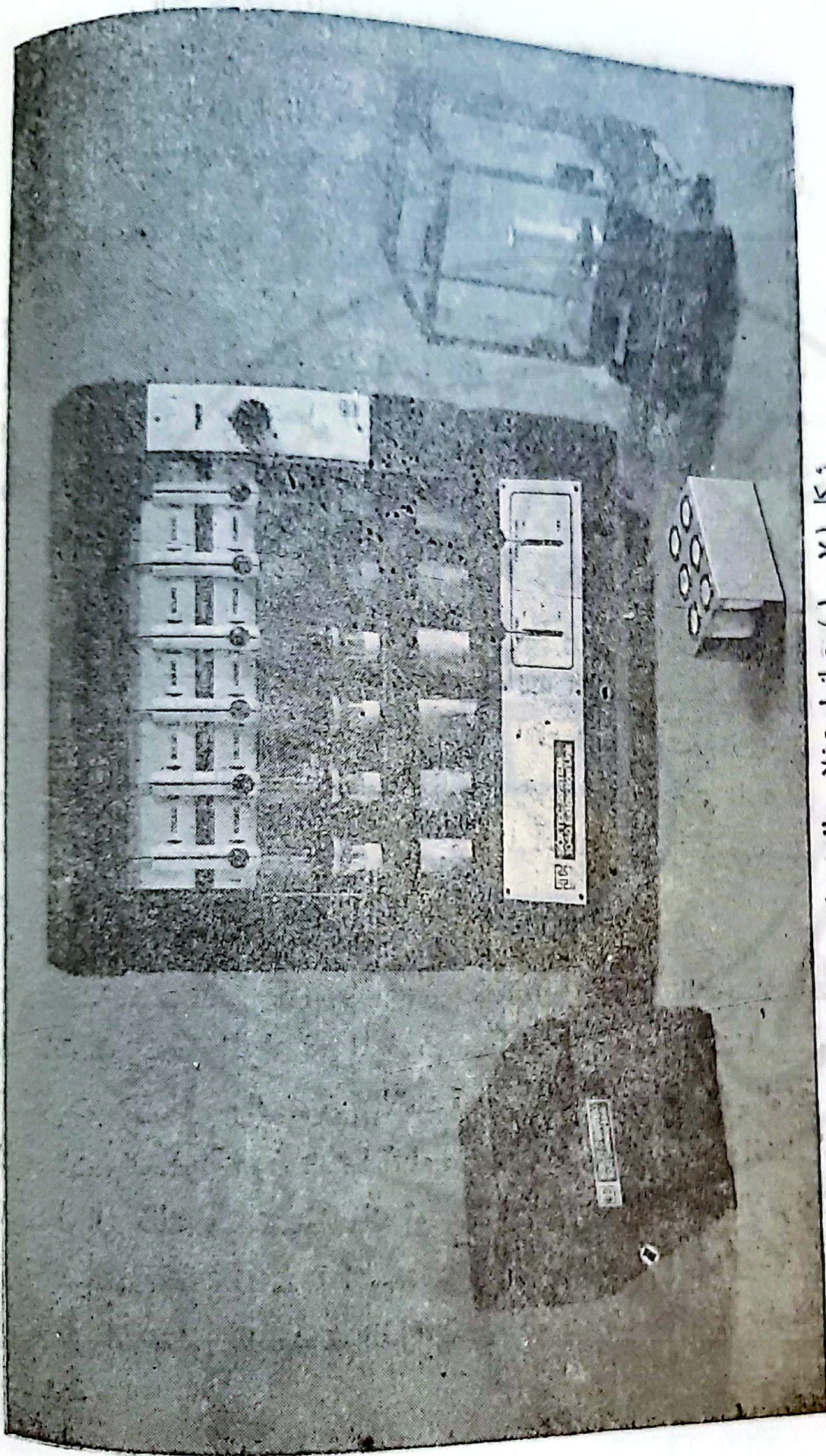
١٣ يمتص الماء أثناء الاستخلاص .

لقد جُرِّبَ كثيرٌ من المذيبات في استخلاص الدهون من المواد الغذائية فاستعمل الاستخلاص المتتابع بالأثير وأثير البترول لاستخلاص الشحميات من منتجات الألبان ، واستعمل خليط من الكحول والاثير لاستخلاص الشحميات من المواد البيولوجية ، واستعمل البيوتنول العادي لاستخلاص الدهون من القمح والدقيق والنخالة والدابوق .

وقد اقترح فولتش Folch عام ١٩٥٧ طريقة سريعة لاستخلاص الشحميات الكلية من الأنسجة الحيوانية مستخدماً خليطاً من المذيبات بواسطة القاسم الطوري ثم بُسِّطت هذه الطريقة بمجانسة العينة مع خليط الكلوروفورم وكحول الميثانول بحيث يكونان خليطاً متجانساً مع الماء في العينة وعندما يُمَدَد هذا الخليط باستعمال الكلوروفورم والماء تنفرد المواد الى طبقتين هما طبقة الكلوروفورم وتحتوي على جميع المواد الشحمية وتحتوي طبقة الميثانول على المواد غير الشحمية .

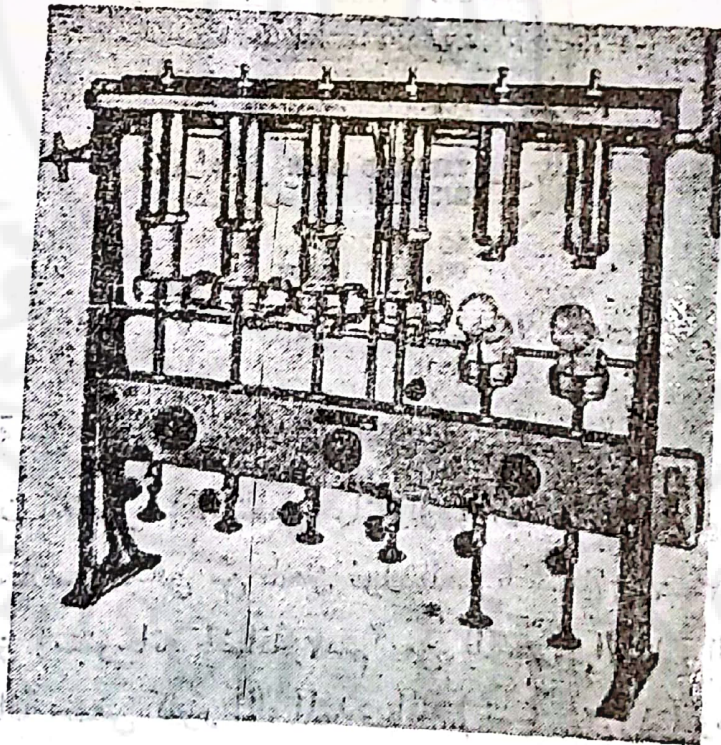
٢ - تنقية المستخلص purification of extracts : تشتمل الشحميات المستخلصة بالمذيبات على بعض المواد غير المرغوب بها التي يرغب في التخلص منها مثل السكريات والأملاح والحموض الامينية من أجل الحصول على الوزن الحقيقي للشحميات وللحيلولة دون تلوثها أثناء عمليات التفريق اللاحقة ، وأفضل أسلوب للوصول الى ذلك هو غسلها بالماء أو محلول ملحي غير أن هذا الاجراء يفشل في إزالة الفوسفات غير العضوية التي تكون مستحلبات مع المواد الغنية بالفوسفات إضافة الى أن بعض الليبيدات الذوابة في الماء تنجرف بتأثير عمليات الغسل المتعددة .

المعروف



شكل (٧ - ١) جهاز استخلاص الدهن الحديث

٤- الجهاز Apparatus : يجري استخلاص الدهن باستعمال جهاز استخلاص سوكلت Soxhlet شكل (٧-٢٠) حيث توضع العينة في وعاء أسطواني محلب القاعدة يعرف بالكشتبان مصنوع من ورق الترشيح أو ألندوم alundum ويغطي الكشتبان بعد أن توضع العينة فيه بقطعة من الصوف الزجاجي أو بورقة ترشيح لمنع ارتشاح أجزاء من العينة مع المذيب ، ثم يملأ الدورق بالمذيب وتوصل أجزاء الجهاز مع بعضها وهي الدورق والجزء المخصص لوضع العينة والمكثف الذي يوصل إلى ماء الحنفية ثم يُشغّل الجهاز برفع درجة حرارة المذيب الذي يتبخر ثم يعود ليتجمع في قسم العينة بعد تكاثف بخاره ، وعندما يصل مستوى المذيب في هذا الجزء إلى مستوى معين يعود إلى الدورق ، وعند انتهاء عملية الاستخلاص تفك الأجزاء من بعضها ويغمر المذيب من دورق الاستخلاص ويوزن الدورق وتحسب الزيادة في وزن الدورق لتحديد نسبة الدهن في العينة .



شكل (٧-٢٠) يبين جهاز سوكلت العادي - ٧٠

استخلاص الشحومات من بعض المواد الغذائية
استعملت طرق متعددة وأساليب متنوعة لاستخلاص الشحومات من المواد

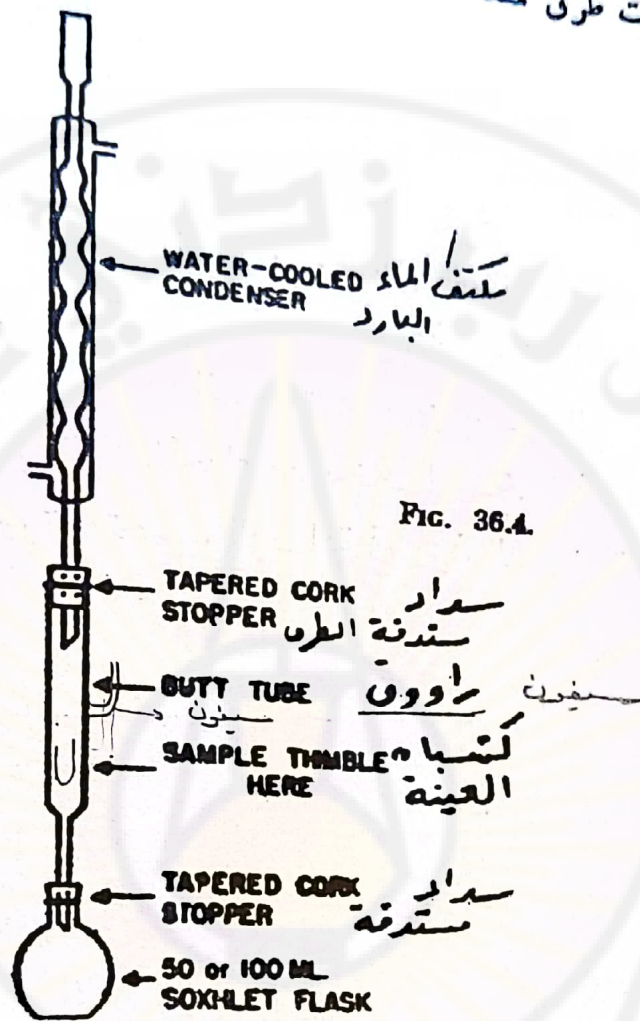


FIG. 36.4.

شكل (٧-٣) يبين جهاز استخلاص الدهن

الغذائية المختلفة من أجل الوصول إلى أمثل طرق استخلاص دهون هذه المواد باستعمال المذيبات العضوية؛ فاستعمل جهاز راووق الاستخلاص Butt percolator لاستخلاص الدهن من طحين فول الصويا شكل (٧-٣) . واستخلص الدهن من الخبز ومنتجاته بإضافة ٢ سم^٢ من الكحول الإيثيلي إلى العينة لمنع تكتلها ثم إضافة حمض كلور الماء الممدد بالماء (نسبة ١١:٢٥) وهضم العينة على درجة حرارة ٧٠ - ٨٠ م لمدة ٣٠ دقيقة ثم إضافة ١٠ سم^٣ من الكحول ثم استخلاص

الدهن ثلاث مرات بالآثير بجهاز موجنير Mojennier ثم تجمع أقسام الرشاحة وتصفى ويختر المذيب وتقدر كمية الدهن ، كذلك استخلص الدهن من الحليب ومنتجاته بطريقة بابكوك Babcock بخلط ١٧ر٦ سم^٢ من الحليب مع ١٧ر٥ سم^٢ من حمض الكبريت وبعد إتمام عملية الهضم وتثليل العينات تحضن في حمام مائي وتقدر نسبة الدهن ، كما استعملت طريقة جربر Gerber التي لا تختلف عن الطريقة السابقة الا باستعمال أنابيب خاصة تتسع الى ١١ سم^٢ حلياً و ١٠ سم^٢ حمض كبريت .

وقد استعملت الطرق المستعملة في تقدير نسبة الدهن في الحليب - بعد استعمال كواشف هضم مختلفة - لتقدير الدهن في مواد مختلفة من المواد الغذائية مثل اللحوم المصنعة ومنتجات الأسماك . وتهدف جميع هذه الطرق إلى البساطة والسرعة في التقدير ولو ضحي بقليل من الدقة والإحكام .

الاختبارات السريعة غير المباشرة لتقدير الشحميات

حاول الباحثون إيجاد طرق سريعة أخرى لتقدير محتوى المواد الغذائية من الليبيدات ، فقد استعمل ^① قياس كثافة بذور الكتان لمعرفة نسبة الدهن فيها إذ وجد بأن عامل الارتباط بينها يصل الى ٩٦ر٠ . كما استعمل ^② جهاز الطنين النووي nuclear magnetic resonance (NMR) لتقدير محتوى الزيت في البذور أو في العينات الخام الأخرى . ويعمل هذا الجهاز على مبدأ أن القيمة المقاسة التي يعطيها تتعلق بالهيدروجين الكلي في جزء الزيت من البذور دون الهيدروجين في بقية أجزاء البذرة ثم يحسب محتوى الزيت فيها من منحنى قياسى معاير ؛ وعلى الرغم من أن القياس يتأثر بتوزيع الرطوبة وكميتها في البذور فإن تطبيق هذه التقنية لاقى نجاحاً في قياس كمية الزيت في بذور الذرة وفول الصويا ؛ كذلك استعملت ^③ الأشعة تحت الحمراء في قياس نسبة الدهن في الحليب

ومنتوجاته ، واستعملت الأمواج الصوتية العالية للغرض نفسه وذلك بقياس سرعة الصوت في عينات من الحليب مختلفة درجة الحرارة ، كما استعملت طريقة قياس العكر في الحليب للغرض نفسه وذلك بتجنيس الحليب ثم إزالة البروتينات وقياس نفاذية الضوء في العينات المدروسة .

لقد وجد أن إضافة بعض المذيبات العضوية يؤدي الى تغيير بعض صفات الخليط مثل الكثافة وقرينة الانكسار وأن هذا التغيير يتناسب طردياً مع تركيز الدهن ، لذلك استعملت طرق قياس الكثافة القياسية مثل مقياس الكثافة hydrometer وقنية الكثافة وميزان وستفال في نطاق محدود لقياس نسبة الدهن ، ولو أن بعض هذه الطرق مثل قياس الكثافة تعد من الطرق الرسمية لاتحاد الكيميائيين المحللين الرسميين (AOAC) Association of Official Analytical Chemists لتقدير كمية الزيت في بذور الكتان وللتقدير السريع لها في مصانع استخلاص الزيوت من البذور عامة ، وتعتمد دقة التقدير على تماثل صفات العينة المقاسة مع صفات العينات التي استعملت في تكوين المنحنى القياسي ، كما استعمل مقياس الانكسار في تقدير محتوى الدهن للخضار واللحوم المعلبة والأسماك ومنتوجاتها والشوكولاتة ومنتوجاتها .

تفريق الشحميات المستخلصة Fractionation of extracted lipid

تؤلف الشحميات المستخلصة مزيجاً مختلطاً من المواد يتراوح بين الفحوم الهيدروجينية غير القطبية والمركبات شديدة القطبية مثل غَنْفَلِيُوز (1) .

(1) غَنْفَلِيُوز . ganglioside هي شحميات سكرية معقدة وتحتوي على وحدة الى 3 وحدات من حمض السياليك .

gangliosides والشحيمات السكرية phytoglyco lipids وبسبب الصعوبة التي ترافق تحليل مثل هذه الخلائط فلا بد من تفريقها إلى مجموعات وتحت مجموعات، وإن الطريقة التقليدية لإجراء مثل هذا التفريق هو ترسيب الليبيدات الفوسفورية بالاسيتون من الخليط المكون من الشحيمات والأثير، إلا أن هذه الطريقة غير فعالة بسبب قدرة بعض الغليسريدات الثلاثية مساعدة الليبيدات القطبية على الانحلال في الاسيتون وكذلك الفوسفوليبيدات والشحيمات السكرية، وقد أمكن تحسين طرق التفريق بإدخال طرق التفريق الجديدة المثلة بطريقتي التوزيع بالتيار المعاكس والكروماتوغرافيا العمودية.

١ - التفريق بالتيار المعاكس : يقوم مبدأ التفريق بالتيار المعاكس على اختلاف انحلال الليبيدات في مذيبات غير قابلة للاختلاط ويمكن إجراء هذه العملية في قمع فصل عادي ولكن الرغبة في تسريع عمليات الفصل، مكن من إيجاد جهاز آلي يقوم بالعمليات هو جهاز كريغ Craig .

٢ - الكروماتوغرافيا العمودية : أمكن تفريق الليبيدات إلى أقسام مختلفة باستعمال عمود محشو بمادة حمض السيليسيك silicic acid ثم جرف هذه الأقسام بتمرير مذيبات متعادلة أو مختلفة القطبية حيث تجرف أولاً الشحيمات المتعادلة مثل الغليسريدات والستيروولات واسترات الستيروولات باستعمال الكلورورفورم، وتجرف بقية الليبيدات القطبية باستعمال الميثانول، وفصل المركبات المختلفة في كل مجموعة فتستعمل مذيبات مختلفة أو متدرجة التركيز، ولضمان الحصول على نتائج جيدة يجب التحكم بمحتوى حمض السيليسيك من الرطوبة وبحجم حبيباته وكيفية تحضير العمود وحجم العينة.

٣ - كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة : أصبح استعمال تقنية كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة من أهم الطرق التحليلية في أبحاث الشحيمات وقد اكتسبت هذه الطريقة

شهرة كبيرة بسبب بساطتها وسرعتها وحساسيتها وقدرتها على تفريق خلائط معقدة من الشحيمات لتنقيتها والتعرف عليها ودراسة بنيتها •

ويمكن تفريق أي نوع من الشحيمات باستعمال كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة حيث تتكون كل مجموعة من عدد من المركبات المختلفة في طول السلسلة ودرجة عدم اشباع الحموض الدهنية التي تتكون منها والالدهيدات والكحولات، ويمكن معرفة كل من هذه المركبات باستعمال الكروماتوغرافيا الغازية بعد تحليلها أو أسترتها • ويمكن تفريق هذه المركبات اذا لم تتوافر مستلزمات الكروماتوغرافيا الغازية بواسطة الطبقة الرقيقة أو العمودية باستعمال مواد ماصة تتفاعل باختيار محدد مع الزمر الوظيفية وتشمل المواد الماصة مواد مشبعة بنترات الفضة لتفريق المركبات المختلفة في درجة ونوع عدم الإشباع •

