تحليل الأغذية

مقدمة :

التحليل الكيميائي للأغذية لا يختلف عن التحليل الكيميائي للمواد الأخرى حيث إن الهدف في كلتا الحالتين هو معرفة المكونات ونوعها ومن ثم تحديد كمياتها الموجودة.

أهمية تحليل الأغذية :

1. مراقبة جودة الغذاء.
2. الأغراض التجارية.
3. الأغراض الثانوية.
4. الشكاوى.

أخذ العينة للتحليل :

تحليل الأغذية يتوقف على عوامل عديدة منها الطرق المستعملة في الحصول على النموذج وطريقه حفظه لحين التحليل، فالنموذج الغذائي المثالي هو إن يكون ممثلاً للغذاء المأخوذ منه بكل صفاته التركيبية، والفشل في الحصول على نماذج ممثله يجعل نتائج التحليل عديمة الفائدة.

تحضير النموذج للتحليل :

إذا لم يحضر النموذج تحضيراً كاملاً قبل التحليل أو إذا أصيب بتغيرات كثيرة إثناء التحضير فالنتائج سوف تكون غير معتمدة مهما بذل من جهد ودقة الجهاز والطريقة جيدة.
إما الطرق المستعملة في تحضير النموذج للتحليل فهي كما يلي :

1) **الطرق الميكانيكية** : كالثرامة و الخباطة والطاحونة للحصول على مسحوق ناعم من الغذاء.
2) **الطرق الانزيمية** : كالإنزيم المحل للسليلوز والإنزيمات المحللة للبروتين والكاربوهيدرات حيث تقوم الانزيمات في تكسير المركبات ذات الوزن الجزيئي العالي الى مركبات بسيطة قابلة للذوبان.
3) **الطرق الكيميائية :** كاليوريا (Urea) والبايريدين (Pyridine) والفينول (Phenol) والدايمثيل فورمامايد (Dimethyl Formamide) وبعض المركبات المختزلة حيث تستعمل هذه المركبات في تفكيك أو إذابة الأغذية ومركباتها

م.م عبدالله أنور العاني

تحضير المحاليل القياسية

تستعمل طرق مختلفة للتعبير عن تركيز المحاليل وهي كما يلي :

1. **المحاليل المئوية :** يعبر عن تركيز المادة على أساس أنها تؤخذ وزناً أو حجماً ثم تذوب في المحلول ويستكمل إلى العلامة 100 وزناً أو حجماً.
   أ) و / و (W / W) 3 غم / 100 غم محلول.
   ب) و / ح (V / W) 3 غم / 100 مل محلول.
   ت) ح / ح (V / V) 3 مل / 100 مل محلول.

2. **المحاليل المعيارية :** يعبر عن تركيز المادة على أساس كمية المواد المتفاعلة وزناً ثم تذوب في المحلول ويستكمل إلى العلامة 1000 وزناً أو حجماً.

A. المحلول المولالي (و / و) Molal Solution

عبارة عن الوزن الجزيئي للمادة بالغرامات أو أجزائه أو مضاعفاته مذاب لوزن لتر من المحلول.

B. المحلول المولاري (و / ح) Molar Solution

عبارة عن الوزن الجزيئي للمادة بالغرامات أو أجزائه أو مضاعفاته مذاب لحجم لتر من المحلول.

C. المحلول العياري (و / ح) Normal Solution

عبارة عن الوزن المكافئ للمادة بالغرامات أو أجزائه أو مضاعفاته مذاب لحجم لتر من المحلول.

$$\text{العيارية} = \frac{\text{وزن المادة بالغرامات}}{\text{الوزن الجزيئي للمادة/ س}}$$

س = عدد ايونات الهيدروجين أو الهايدروكسيل التي تتفاعل مع أو تعطي إلى أو تحل محل جزيئه واحدة من المادة.

- الهدف الرئيسي هو تحضير بعض المحاليل القياسية الشائعة الاستعمال في تحليل الأغذية وهي حامض الهيدروكلوريك وهيدروكسيد الصوديوم وهما يدخلان ضمن مجاميع المحاليل الحامضيه للأول والمحاليل القاعدية للثاني.

1- المحاليل الحامضية (Acid Solution)

يعتبر حامض الهيدروكلوريك وحامض الكبريتيك من أهم المحاليل القياسية مقارنو مع الحوامض الأخرى ويعتبر الحامض الأول هو الأكثر استعمالاً, وتشتري هذه الحوامض بشكل محاليل مركزه ويحضر منها محاليل عياريه ذات قوة تقريبية وذلك بأخذ حجم معين وإذابته في لتر من الماء مع الاستعانة بالمعلومات المدونة على القنينة الزجاجية من كثافة و تركيز.

س/ إذا كان تركيز حامض الهيدروكلوريك (HCL) 31.5% وكثافة 1.16غم/مل المطلوب تحضير محلول مخفف عياريته 0.1 وحجمه 1 لتر ؟

الحل) نحسب الحجم بإحدى الطريقتين التاليتين :

(1

$$\text{العيارية} = \frac{\text{وزن المادة بالغرامات}}{\text{الوزن الجزيئي للمادة/ س}} = N \qquad \frac{1000 * 0.315 * 1.16}{1 / 36.47}$$

$$10.02 = N$$

فالحجم اللازم لإذابته لتر ماء للحصول على 0.1 عياري تقريبي =

الحجم اللازم من الحامض المركز لإذابته بماء مقطر = $\frac{1000 * 0.1}{10.02}$ = 9.98 مل

(2

$N_1 * V_1 = N_2 * V_2$

حيث N_1 = العيارية المجهولة V_1 = حجم الحامض

N_2 = العيارية المعلومة V_2 = حجم القاعدة

$N_1 * V_1 = N_2 * V_2$

$0.1 * 1000 = 10.02 * V_2$

$V_2 = 9.98$ ml $\rightarrow$ 1000 ml (1 L) $\rightarrow$ 0.1 N

بمعنى يؤخذ 10 مل من حامض الـ HCL المركز وتوضع في قنينة حجميه سعة 1 لتر ويكمل الحجم بماء مقطر إلى 1000 مل ونحصل على محلول عياريته 0.1.

- في حالة لم تتوفر القاعدة ذات العياريه المضبوطة كهيدروكسيد الصوديوم أو البوتاسيوم فيمكن استعمال بعض المركبات النقية لاعتبارها المرجع في حسابات العياريه بعد التصحيح ومن هذه المركبات المعروفة هي كاربونات الصوديوم او الكالسيوم أو أوكسيد الزئبقيك .... الخ.

تعتبر كاربونات الصوديوم أهم هذه المواد و أكثرها استعمالاً فقبل استعمالها يجب تجفيفها أولا على درجة حرارة 150 – 160 م° في الفرن الحراري لمدة ساعتين للتخلص من امتصاصها للماء وثاني أوكسيد الكاربون ولهذا فمحلول كاربونات الصوديوم يجب إن تحضر ويستعمل بنفس اليوم فإذا تطلب خزنه وجب عدم تركه في الدورق الحجمي تحاشياً لما يحصل من تخديش الزجاج أو تجمد الغطاء وعليه يحفظ بزجاج البايركس (Pyerx) من غطاء بلاستيكي.

م.م عبدالله أنور العاني

أنواع المواد الكيميائية :

1. **المواد القياسية** (قياسية أولية) : هي تلك المواد التي تنطبق عليها الشروط التالية :
   أ. غير متميعة.
   ب. غير متبخرة.
   ت. لا تتفكك بالتسخين فوق 100 مئوية.
   ث. لا تتأثر بضوء الشمس.
   ج. لا تتفكك إثناء الخزن.

هذه المواد يحضر منها محاليل قياسية تركيزها مضبوط الى رابع رقم عشري وتسمى تلك المحاليل بالقياسية أو الأولية ويمكن استخدامها في القياسات بصورة مباشرة.

2. **المواد غير القياسية** (قياسية ثانوية) : هي تلك المواد التي لا تنطبق عليها شروط المادة القياسية ومحاليلها تكون غير مضبوطة التركيز إلى رابع رقم عشري ولا يمكن استخدامها مباشرة بالقياسات.

ضبط التركيز : هي عملية تحويل محلول غير قياسي (غير معلوم التركيز إلى رابع رقم عشري) إلى محلول قياسي (معلوم التركيز إلى رابع رقم عشري) عن طريق تسحيحه مع محلول مادة قياسية أولية (معلومة التركيز إلى رابع رقم عشري) باستخدام الدلائل وجهاز التسحيح.

الدليل : هو مادة عضوية ضعيفة التأين تعطي عند تغير الـ PH لها لوناً مختلفاً إلى لونها الأصلي أو تعطي وميض أو تعكر وبعد إجراء الحسابات تصبح تلك المحاليل الغير قياسية مضبوطة التركيز إلى رابع رقم عشري وعندها يمكن استخدامها في التحاليل.

ملاحظة مهمة :

- عند تسحيح حامض قوي مع قاعدة قوية نستخدم دليل مثيل البرتقالي (M.O) او دليل فينول فثالين.
- عند تسحيح حامض قوي مع قاعدة ضعيفة نستخدم دليل مثيل البرتقالي (M.O) فقط.
- عند تسحيح حامض ضعيفة مع قاعدة قوية نستخدم دليل دليل فينول فثالين فقط.

دليل	مذيب	طبيعة الدليل	اللون بالوسط الحامضي	اللون بالوسط القاعدي
مثيل البرتقالي M.O	ماء	قاعدي	احمر	اصفر
فينول فثالين Ph.Ph	كحول 90%	حامضي	عديم اللون	وردي

2- المحاليل القاعدية (Basic Solution)

يعتبر هيدروكسيد الصوديوم والبوتاسيوم قواعد مهمة وقوية حيث تصنع بشكل أقراص أو مسحوق ويحضر محلول مركز من هيدروكسيد الصوديوم والماء بنسبة (1+1) يرشح بواسطة جفنه كوج إذا احتوى على كمية ملحوظة من كاربونات الصوديوم المتكونة باتحاد هيدروكسيد الصوديوم وثاني و اوكسيد الكاربون من الجو. تمتاز كاربونات الصوديوم بأنها قليلة الذوبان في محلول هيدروكسيد الصوديوم المركز حيث يترك المحلول ليركد ثم يؤخذ حوالي 8 مل من الجزء الرائق (الراشح) ويوضع في قنينة حجميه سعة 1 لتر يخفف إلى العلامة للحصول على 0.1 عياري تقريبي من القاعدة.

يتم الكشف عن ثاني أوكسيد الكاربون CO_2 في محلول NaOH وذلك بأخذ 10 مل من القاعدة ووضعها في أنبوبة اختبار ثم يضاف لها 1 مل من 0.5 عياري من كلوريد الباريوم ($BaCl_2$) يوضع الغطاء على أنبوبة الاختبار وترج فعند ظهور العكارة من كاربونات الباريوم ($BaCO_3$) يعني تواجد CO_2 وهذا يعني عمل محلول جديد من NaOH.

يتم ضبط عياريه NaOH التقريبية بمعايرتها مع حامض الكبريتيك أو الهيدروكلوريك معروف العياريه بتسحيحه مع محلول فثالات البوتاسيوم الحامضية (KHP) بوجود دليل Ph.Ph .حيث تمتاز الـ (KHP) بأنها سهلة الذوبان وان ثباتيتها عالية وممكن إن تجفف بأمان على درجة 100م° لمدة ساعتين مع الحذر بعدم التجفيف على أكثر من 125م° لأنها تتسامى تاركة ورائها مركب غير فعال يسمى فثالات البوتاسيوم.

عملية التسحيح تجري بين NaOH الموجود بالسحاحة و KHP في الدورق المخروطي والحصول على نقطة النهاية وردية واضحة بواسطة Ph.Ph.

تتأثر نهاية نقطة التفاعل في عمليات التسحيح تأثيراً مباشراً بالرقم الهيدروجيني (PH) لمحلول الناتج وهذه النقطة يسهل ملاحظتها باستعمال دليل يتغير لونه بسهولة بانتهاء التفاعل.

تحضير محلول 0.1 عياري تقريبي من هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) :

1) أغلي برفق أكثر من لتر ماء مقطر لمدة 5 - 10 دقائق وبعد التبريد ضعه في قنينة زجاجية ذات سداد مطاطي.
2) خذ حوالي 8 مل من محلول NaOH المشبع المحضر وانقله إلى القنينة الزجاجية. ثم امزج المحتويات وبعدها سجل المعلومات الكافية وثبتها على القنينة. (يحضر المحلول المشبع بإذابة أقراص أو مسحوق NaOH في ماء مقطر بنسبة ١ + ١ والمرشح من خلال جفنه كوج).

تغيير محلول هيدروكسيد الصوديوم مع فثالات البوتاسيوم الحامضية(KHP)

1. ضع 2-3 غم من مادة فثالات البوتاسيوم الحامضية (Reagent Grade) في بيكر او في قنينة زجاجية ذات غطاء وجففها في الفرن الحراري على درجة ١٠٠ م° لمدة ساعتين برد العينة في داخل المجفف مع عدم احكام الغلق بالغطاء للعينة.
2. أوزن بصورة مضبوطة ما بين 0.7 – 0.9 غم منها وضعها في دورق مخروطي حجم 250 مل . أضف إليه 50 مل من الماء المقطر المغلي والمبرد، امزج لحين الذوبان بصورة كاملة. أضف إليه 2-3 قطرات من كاشف الفينول فثالين Ph.Ph.
3. سحح مع محلول NaOH الموجود بالسحاحة إلى نقطة النهاية والمتميزة بظهور اللون الوردي الناتج والمستمر لمدة 15 ثانية.
4. أنجز عملية التسحيح ثلاثة مرات وخذ المعدل.
5. حسابات العيارية .

✓ الطريقة الأولى :

نفرض إن وزن فثالات البوتاسيوم الحامضية = 0.8123 غم

عدد المكافئات في 50 مل = $\frac{0.8123}{1/204.2}$ = 0.003978

العيارية لفثالات البوتاسيوم الحامضية = $\frac{0.003978}{50}$ * 1000 = 0.07956

عيارية NaOH $(N_2) = N_1 * V_1 = N_2 * V_2$

أي ان : $50 * 0.07956 = N_2 * 38.1$

$N_2 = 0.1044$

✓ الطريقة الثانية :

38.1 مل NaOH * العيارية = $\frac{812.3\text{ملغم}}{204.1/1}$

العيارية = $\frac{3.928}{38.1}$ = 0.1044

م.م عبدالله أنور العاني

تقدير الرطوبة

أهمية تقدير الرطوبة :

1- الحفاظ على ثبات الجودة للمادة الغذائية فالرطوبة العالية في الحبوب ينتج عنها نمو الفطريات والتلف الحشري والإنبات.
2- كلما زادت نسبة الرطوبة ازدادت سرعة تفاعلات الاسمرار في الفواكه والخضراوات المجففة.
3- تقدير الرطوبة من أجل أن نضمن التوافق مع متطلبات القوانين الغذائية بما يخص الاحتفاظ بالمستوى القياسي أو المسموح به من الرطوبة.

تعتبر الرطوبة أساسية في التعبير عن نتائج التحليل للمكونات الغذائية الرئيسية سواء على أساس الوزن الجاف او الوزن الرطب او الرطب المحدد.

1- الوزن الرطب (Wet Basis)

$$\text{الرماد الكلي (\%)} = \frac{\text{وزن الرماد}}{\text{وزن العينة}} * 100$$

2- الوزن الجاف (Dry Basis)

$$\text{الرماد الكلي (\%)} = \frac{\text{وزن الرماد (100 – الرطوبة المرغوبة)}}{\text{وزن العينة (100 – الرطوبة في الغذاء)}} * 100$$

3- الوزن الرطب المحدد (Limited Moisture Basis)

$$\text{الرماد الكلي (\%)} = \frac{\text{وزن الرماد (100 – 14)}}{\text{وزن العينة (100 – الرطوبة في الغذاء)}} * 100$$

مستويات الرطوبة في الأغذية :

تختلف نسبة الرطوبة بصورة كبيرة في الأغذية

ت	المادة الغذائية	نسبة الرطوبة
1	الحبوب ومنتجاتها	% 30 – 10,5
2	الحلويات	%40
3	العسل	%21
4	السكر	%1
5	الفواكه	% 92 – 20
6	الخضروات	% 95 – 64
7	الخضروات المجففة	% 10 – 7
8	المشروبات الغازية	%90

ت	المادة الغذائية	نسبة الرطوبة
9	البقوليات والبذور	%12 – 5
10	اللحوم ومنتجاته	% 62 -45
11	الاسماك	% 78 – 72
12	الحليب المجفف	%4
13	الدهون	صفر
14	الزبد	%16
15	التوابل	% 19 – 7

م.م عبدالله أنور العاني

إشكال الماء في الأغذية :

يتواجد الماء في الغذاء بثلاثة إشكال مختلفة وهي كما يلي :

1. **الماء الحر (Free Water)**

يملأ هذا الماء فجوات المادة الغذائية وهو يحتفظ بصفاته الفيزياوية من حيث كونه مذيباً للسكريات والأملاح والحوامض ذات الوزن الجزيئي الصغير ويعمل أيضا وسطاً تذوب به الغرويات المحبة للماء كالبروتينات والاصماغ ، والمركبات الفينولية مكوناً محلول غروي.

2. **الماء المدمص (Absorded Water)**

يتواجد هذا الماء بشكل طبقة رقيقة جداً بسمك جزيئي أو عدة جزيئات في داخل وخارج سطوح المواد الصلبة الموجودة كالنشاء والبكتين والسليلوز والبروتين مرتبطاً معها بقوى جذب إلى الروابط الهيدروجينية (Hydrogen Bonds) أو إلى أخرى تسمى قوى الفاندر فال (Vander Waals forces).

3. **الماء المتحد (Combined Water)**

جزء من الماء متحد كيمياوياً مع بعض المركبات كالكلوز والمالتوز واللاكتوز وبعض الأملاح كنترات البوتاسيوم ويسمى هذا بماء الهدرته (Water Hydration) .

أسس تقدير الرطوبة في الأغذية :

- ✓ الطرق التي تعتمد على فصل الماء من الغذاء او تقدير كميته بمقدار الفقدان في الوزن كالطرق الحرارية كالأفران الهوائية والمفرغة والطرق التقطيرية.
- ✓ الطرق التي تعتمد على خاصية فيزيائية للمنتج والتي تتغير بتغير الرطوبة كمعامل الانكسار والتوصيل الكهربائي.
- ✓ الطرق التي تعتمد على الخاصية الكيميائية للماء عن طريق قياس اللون المتغير او الحرارة الناتجة.

طرق تقدير الرطوبة في الأغذية :

1. طريقة التجفيف Drying
2. طريقة التقطير Distillation
3. الطرق الكيميائية مثل Karl Fischer Titration
4. الطرق الفيزيائية مثل Infrared Determination
5. طريقة كروموتكراف الغاز Gas Chromatographic Methods

1- طرق التجفيف الحرارية لتقدير الرطوبة (Dry Methods)

مميزات الطرق الحرارية لتقدير الرطوبة :

1) بسيطة.
2) سريعة.
3) تسمح بإنجاز عدة عينات في وقت واحد.
4) تعتبر المفضلة عند الكثير من المحللين.

م.م عبدالله أنور العاني

العوامل التي تؤثر على ضبط نتائج التحليل بالطرق الحرارية :

1- درجة حرارة الفرن.
2- الرطوبة النسبية.
3- حركة الهواء داخل القرن.
4- مقدار التفريغ.
5- حجم دقائق العينة ومساحتها السطحية في وعاء التجفيف.
6- عدد العينات وموقعها داخل الفرن.
7- سرعة خروج ودخول الرطوبة من والى الغذاء.

العوامل التي تؤثر على دقة النتائج :

1) عوامل تتعلق بطبيعة الغذاء نفسه : كحدوث التكلس السطحي للأغذية الغنية بالسكريات يؤدي إلى منع فقدان الرطوبة.
2) عوامل تتعلق بفقدان الماء من خلال التفاعلات الكيمياوية : كالتحلل الماني للبروتين وخاصة على درجات الحرارة والرطوبة العاليين، ولتلافي ذلك يتم التجفيف أولا على درجات الحرارة المواطنة للتخلص من الرطوبة الزائدة ثم نستكمل عملية التجفيف على درجة الحرارة المطلوبة.
3) عوامل تحصل عندما تتم عملية التجفيف على درجة حرارة ما بين 70 - 100م° منتجة مركبات متطايرة مع الرطوبة نتيجة تحلل الفركتوز الموجود بكثرة في العمل والدبس وعصير الفواكه، ولتلافي ذلك يجب إجراء التجفيف على اقل من ٧٠ م° .
4) عوامل تحصل بسبب امتصاص الأوكسجين من قبل الحوامض الدهنية غير المشبعة والمركبات الفينولية فهذه تؤدي إلى زيادة وزن العينة لتلافي ذلك تجرى عملية التجفيف في فرن حراري مفرغ من الهواء وعلى درجة حرارة أقل من 70 م°.

(الجزء العملي) تقدير الرطوبة والمواد الصلبة الكلية في الأغذية

إذا كانت العينة تحتوي على نسبة عالية من المواد السكرية فيفضل استخدام فرن التفريغ ٦٠-٧٠م° عند تجفيفها لتجنب تحلل المكونات وهدمها.

أما إذا كانت العينة منتجات لحوم أو ما شابهها فيمكن استخدام الفرن العادي 100 – 105م°.

- **طرق التجفيف لتقدير الرطوبة** :

أ) الفرن الحراري المفرغ (الحبوب منتجات الحليب الفواكه والخضر) :

يعتبر الفرن هو القياسي والأكثر دقة في قياس الرطوبة حيث تقدر فيه الرطوبة لأنواع مختلفة من الأغذية الحساسة والتي لا يمكن تقديرها في الفرن الهوائي وذلك لتجنب الهواء وتأثيراته على تركيبها

1. تجفف الأطباق المعدنية على درجة حرارة ٩٨ - ١٠٠م° لمدة ٣٠ دقيقة ، ثم تبرد في المجفف ثم توزن ، وتكرر العملية حتى يتطابق الوزن .
2. يوزن حوالي ٣ غم من العينة في كل طبق (وزن الطبق + وزن العينة)
3. توضع الأطباق في فرن التفريغ وتجفف على درجة ٦٠-٧٠م° وتفريغ <١٠٠مل زئبق لمدة ١٦ساعة.
4. تنقل الإطباق إلى المجفف وتترك لتبرد.
5. يوزن الطبق مع العينة الجافة (وزن الطبق + وزن العينة الجافة).
6. يحسب الفرق في الوزن.

ب) الفرن الحراري الهوائي (اللحوم ومنتجاتها)

1- تجفف الأطباق المعدنية على 98 – 100م° لمدة ١٠ دقائق، نبرد الإطباق ثم توزن، تكرر العملية حتى تقارب الوزنين.
2- توزن بالضبط حوالي 3غم من العينة في كل طبق (وزن الطبق + وزن العينة).
3- توضع الأطباق في فرن (100 - 105 م°) تقريبا لمدة ٦٠ دقيقة أو لحين ثبات الوزن.
4- تنقل الإطباق إلى المجفف لتبرد وتوزن (وزن الطبق + وزن العينة الجافة).
5- تكرر عملية التجفيف والتبريد لحين ثبات الوزن تقريبا.
6- تحسب نسبة الرطوبة .

ج) الأشعة الحمراء :

تمتاز هذه الطريقة بانها فعالة جداً والحرارة تنفذ الى اعماق العينة الغذائية بهذا يقل الوقت بمقدار الثلث من الوقت المستغرق بالطرق الحرارية الاعتيادية

ملاحظة / تحفظ العينات الجافة لعمل التقديرات الأخرى.

الحسابات

يمكن حساب نسبة الرطوبة في المادة من خلال القانون التالي :

$$\text{الرطوبة \%} = \frac{\text{وزن العينة قبل التجفيف – وزن العنية بعد التجفيف}}{\text{وزن العينة قبل التجفيف (الأصلي)}} \times 100$$

م.م عبدالله أنور العاني

- **الطرق التقطيرية لتقدير الرطوبة :**

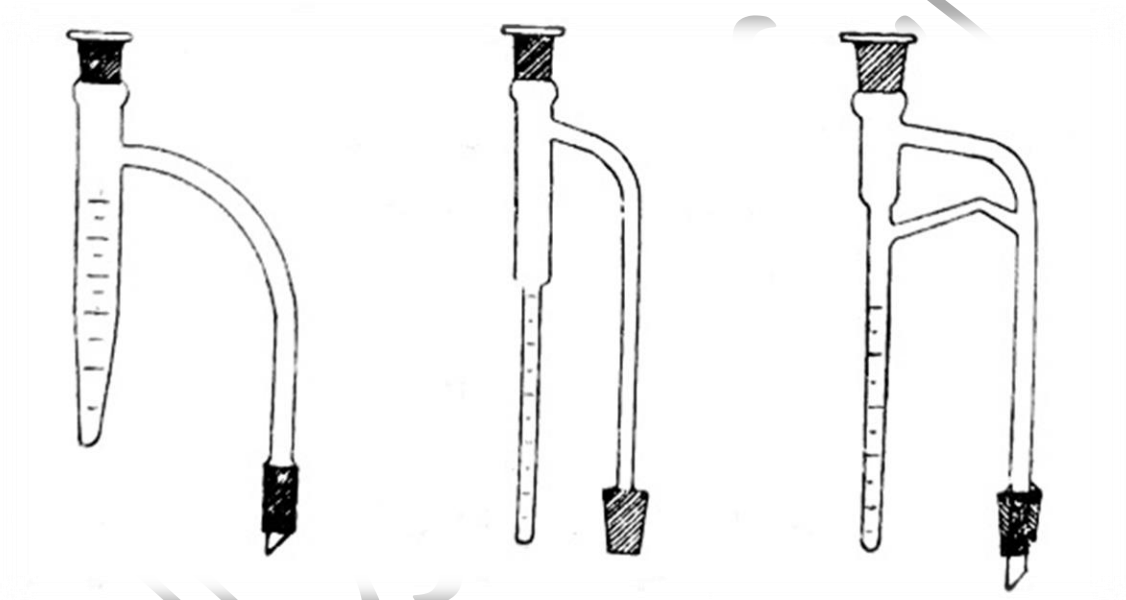
هناك نوعان من هذه الطرق وهي كما يلى :

A. يتقطر الماء من سائل لا يذوب به (Immiscible solvent) وذي درجة غليان عالية وتوضع العينة الغذائية في زيت معدني (Mineral Oil) في جهاز خاص وتسخن حيث يتبخر ويتكثف ثم تقاس كميته في أنبوب مدرج.

B. يتبخر الماء مع المذيب كالزايلين أو التالوين ولكن عند التكثف ينفصل الماء عن المذيب في أنبوبة مدرجة لأنه لا يذوب به ويقرأ الحجم رأساً .

يمتاز هذا النوع بأنه فعال في التوصيل الحراري بحيث يؤدي إلى إزالة الماء بسهولة وفي جو خال من الهواء مما يقلل من مشكلة التأكسد الغذائي .

تستعمل هذه الطرق كما في شكل (١) بنجاح في تقدير الرطوبة في الحبوب والجوز والدهون والتوابل، وإذا كانت منتجات الفواكه من النوع الذي يتحلل:



- **الطرق الكيميائية لتقدير الرطوبة :**

أ- **طريقة كارل فيشر التسحيحية** :

1) أوزن 5 – 20 غم من العينة الغذائية وضعها في دورق زجاجي جاف سعة 250-500 مل.
2) أضف إلى الدورق 25 مل من محلول (البايريدين / ميثانول / ثاني اوكسيد الكبريت) فإذا كانت العينة دهناً يضاف 50 مل من الكلوروفوم بعدها يرج الدورق جيداً لمزج المحتويات.
3) سخن برفق لحد الغليان تحت تكثيف معاكس ذو مكثف طويل بعدها برد الدورق.
4) سحح المحتويات بواسطة محلول اليود- ميثانول الموجود بالسحاحة وذلك من خلال ربط نهاية السحاحة بأنبوب يدخل الى الدورق من الثقب الوحيد الموجود بالسداد المطاطي. ثم حرك المحلول في الدورق بواسطة (Magnetic stirrer) واستمر بالتسحيح بحذر الى نقطة النهاية من الأصفر الى الأحمر حيث تبقى لمدة دقيقة بدون تغيير.

5) اعمل تجربة مقارنة باستعمال 25 مل من محلول البايريدين – ميثانول ثاني أوكسيد الكبريت. وسحح الى نقطة النهاية.

6) الحسابات

$$\text{نسبة الرطوبة (وزن \%)} = \frac{\text{م x (ح – خ)}}{\text{و x 1000}} \text{ X 100}$$

حيث إن :

ح = ملليلتر من محلول كارل فيشر للعينة.

خ = ملليلتر من محلول كارل فيشر الخالي.

م = معامل الماء القياسي.

(معامل الماء القياسي = وزن الماء بالملغرامات/ مل من محلول اليود – ميثانول من السحاحة).

و = وزن العينة.

ب- **الطرق الكيماوية الأخرى**:

1- الصوديوم مع الماء
2- كاربيد الكالسيوم
3- بروميد الكوبلت
4- ورقة كلوريد الكوبلت
5- حامض الكبريتيك
6- خماسي اوكسيد الفوسفور

- **<u>الطرق الفيزياوية لتقدير الرطوبة</u>** :

م.م عبدالله أنور العاني

1. امتصاص الأشعة تحت الحمراء
2. الكروماتوكرافي الغاز/السائل GLC
3. N.M.R
4. الطرق الفيزياوية الأخرى :

الرفراكتومتر : حيث يستعمل لقياس معامل الانكسار لتقدير المواد الصلبة المذابة لمحاليل السكرية والفواكه ومنتجاتها.

البولاريمتر : يستعمل بكثرة في تقدير التركيزات السكرية.

الكرايوسكوب: يستعمل في تقدير الرطوبة في الحليب ومقدار غشه بالماء وذلك بالاعتماد على نقطة الانجماد. (نقطة انجماد الحليب الاعتيادية حوالي -0,55 م° / تخفض هذه الدرجة بمقدار 0.0055م° لكل 1% ماء مضاف الى الحليب) بهذه الوسيلة يمكن قياس مقدار غش الحليب بالماء.

- **<u>الطرق الكهربائية لتقدير الرطوبة</u> :**

تتأثر عملية تقدير الرطوبة بالطرق الكهربائية بواسطة قوام ونوع الغلاف ومحتوى المعادن ودرجة الحرارة وتوزيع الماء في داخل الغذاء، إما أنواع الطرق الكهربائية فهي كما يأتي :

I. التوصيل الكهربائي.
II. الحاجز الكهربائي.

م.م عبدالله أنور العاني

تقدير الرماد الكلي

Determination of Total Ash

الرماد : عبارة عن الجزء الغير عضوي من المادة الجافة أو الذي لا يدخل الكاربون في تركيبه ويشمل العناصر المعدنية وأملاحها غير العضوية الموجودة في المادة الجافة.

والرماد : - هو المادة المتبقية بعد حرق المادة العضوية بالكامل والرماد مادة غير قابلة للاحتراق.

وعند إجراء الفحوصات على الرماد نجد انه يحتوي على مادة عضوية قبل الاحتراق مثل رماد الحليب الذي يحتوي على الكالسيوم . وايضا رماد الطحالب البحرية يحتوي على نسبة كبيرة من اليود.

الرماد مادة غير عضوية inorganic المتبقية بعد حرق المادة العضوية organic الغذاء على درجة حرارة عالية تتراوح بين 500- 600م°

إما المعادن المكونة لهذه البقايا غير العضوية فهي موجودة على شكل اوكسيدات وسلفات وفوسفات وسيليكات وكلوريدات وهي تتوقف على تركيب الغذاء وظروف الحرق.

وإما المركبات المعدنية للرماد تشمل على البوتاسيوم والصوديم والكاليسوم والمغنيسيوم وقليل من الالمنيوم والحديد والنحاس والزنك واثأر من الرصاص والزئبق.

الأساس العالمي لتقدير الرماد الكلي في الأغذية :

تحرق العينة الغذائية في فرن الترميد وعلى درجة حرارة عالية من 500 – 600م° حتى يتم التخلص من كل الكاريون الموجود فيها.

وتصاعد الكاربون على هيئة ثاني اوكسيد الكاربون وبخار الماء وينتج عن ذلك حرارة والمتبقي بعد الحرق هو عبارة عن وزن الرماد.

أهمية تقدير الرماد :

1- يستخدم كمبيد للحشرات، حيث يساعد على نمو الأعشاب في الحديقة بواسطة رش كمية منه على الإعشاب.
2- يعتبر مؤشر جيد لنقاوة بعض المنتجات مثل النشا و البكتين.
3- تعتبر كمية الرماد في الطحين دليل على جودته.
4- يستخدم الرماد لا إزالة الروائح من الثلاجة.
5- يعطي فكرة عن النسبة المئوية للفواكه المستخدمة في تحضير المربيات والمرملاد.
6- يتم تقدير الرماد الكلي في الأغذية لمعرفة محتوى العينة من العناصر المعدنية.

❖ **طرق الترميد :**

I. الترميد الجاف.
II. الترميد الرطب.

م. عبدالله أنور العاني

اولاً / الترميد الجاف :

يعتمد أساسه على تعريض العينة لحرارة عالية وذلك بحرق جميع المركبات العضوية بحيث تبقى العناصر غير العضوية والتي تظهر على شكل لون ابيض أو رمادي فاتح ويحسب الرماد بالفرق بالوزن.

❖ **مميزات الترميد الجاف :**

1) يعتبر طريقة شائعة لتقدير الرماد ومجموع المعادن والرماد الذائب وغير الذائب في الماء وغير الذائب في الحامض.
2) لا يحتاج إلى عناية مكثفة.
3) طريقة بسيطة.
4) تستخدم لانجاز عدد عينات في وقت واحد .
5) لا نحتاج إلى كيمياويات ماعدا تقدير الرماد غير الذائب في الحامض .
6) لا تحتاج إلى تجربة مقارنة.

❖ **عيوب الترميد الجاف :**

1) تحتاج وقت طويل لانجازها.
2) تسمح أحيانا للمكونات إن تتداخل وتتفاعل مع بعضها .

❖ **أوعية الترميد (الجفنات) :**

1- تعتبر جفنات الكوارتز : مقاومة للحوامض (عدا حامض الفسفوريك) ولكنها ضعيفة المقاومة للقواعد وتتحمل درجات حرارة عالية تصل 1100م° وتنظف بسهولة بحامض الهيدروكلوريك المخفف.
2- جفنات البورسيلين : فهي تشبه الكوارتز في صفاتها الكيميائية والفيزيائية وتستعمل للإعمال الروتينية وتنظف بسهولة بحامض الهيدروكلوريك المخفف وهي واسعة الاستعمال لثباتية وزنها وسعرها الواطئ لكنها حساسة للقواعد وتتشقق للفروقات الحرارية الكبيرة وهذا مايجعلها تسبب مشكلة في استعمالها.
3- الأوعية الفولاذية : فتستعمل لترميد النماذج الكبيرة.
4- الأوعية النيكل : قليلة الاستعمال لتدهورها بسرعة بواسطة تكون الكاربونيل.
5- الأوعية البلاتينية : أفضل الأنواع المستعملة ولكنها غالية الثمن وتمتاز بأن لها توصيلا حرارياً جيداً وهي خاملة كيمياوياً و درجة انصهارها عالية تصل (1773م°) ويجب العناية في تنظيفها جيداً خشية تأكلها.

م.م عبدالله أنور العاني

❖ **خطوات طريقة العمل :**

أ. يوزن بدقة اثنان من الجفنة سبق تسخينها على درجة حرارة الترميد وتبريدها في المجفف.

ب. توزن وبدقة عينه من المادة الغذائية متجانسة ومخلوطة جيداً

ت. تنقل العينة مع الجفنة إلى فرن الترميد على درجة حرارة لا تزيد عن 425م° ثم ترفع درجة الحرارة إلى الدرجة المطلوبة لكل مادة غذائية.

ث. تترك العينة في فرن الترميد حتى يصبح لون الرماد المتكون ابيض أو رمادي فاتح بحوالي 6ساعات.

ج. تخرج الجفنة من الفرن بحذر (لان الجفنات تكون على درجة حرارة عالية ويكون الرماد خفيفاً جداً) وتنقل الى المجفف لتبرد إلى درجة حرارة الغرفة تم توزن.

ح. تحفظ العينات في المجفف لاستخدامها تقديرات الرماد الذائب بالماء أو الرماد غير الذائب بالحامض وتقديرات بعض العناصر المعدنية

$$\text{الرماد \%} = \frac{\text{وزن الرماد}}{\text{وزن العينة}} \times 100$$

$$\text{الرماد \%} = \frac{\text{وزن العينة مع الجفنة قبل الترميد} - \text{وزن العينة مع الجفنة بعد الترميد}}{\text{وزن العينة قبل الترميد (الاصلية)}} \times 100$$

ملاحظات مهمة :

✓ إذا لم تكن درجة الرطوبة مطلوبة ومعروفة تقدير الرماد الكلي يمكن استخدام الأوزان التالية للعينة :

المادة الغذائية	وزن العينة
الأسماك	2 غم
الحبوب ، منتجات الألبان	3-5 غم
منتجات السكر	5-10 غم
اللحوم	5-10 غم

✓ إذا لم تعط درجة الحرارة فيمكن ضبط فرن الترميد على 525 – 550م°

ثانياً / <u>الترميد الرطب</u> :

يعتمد على أساس هضم النموذج بواسطة حامض الكبريتيك إلا انه يحتاج إلى وقت طويل للهضم ولذلك يستعمل مع كبريتات البوتاسيوم لرفع درجة الغليان لتزيد من سرعة تحلل المادة العضوية.

❖ **<u>مميزات الترميد الرطب</u> :**

1) التخلص من المادة العضوية.
2) قلة فقد المواد المتطايرة.
3) سهولة ذوبان الرماد بعد عملية الترميد لقياس المعادن بصورة متفردة.
4) درجة الحرارة قليلة نسبياً.
5) الجهاز بسيط.
6) عملية الأكسدة (الحرق) سريعة .

❖ **<u>عيوب الترميد الرطب</u> :**

1. تحتاج الى كميات كبيرة من المواد الخطرة.
2. تحتاج إلى تجربة مقارنة.
3. صعوبة مراقبة النماذج العديدة في وقت واحد.

م.م عبدالله أنور العاني

تقدير الدهن Fat Determination

تمتاز الزيوت والدهون بأنها مركبات لا تذوب بالماء وقليلة الذوبان بالكحول بينما تذوب بسهولة في المذيبات العضوية بصورة مزيج أو منفردة . تتم عملية الاستخلاص من المادة الأولية بواسطة الايثر الاثيلي والايثر النفطي والهكسان والاسيتون والكلوروفوم والبنزين والكحول (مثانول ، ايثانول ، بيوتانول) ، وكحول البيوتانول المشبع بالماء وثاني كبريتيد الكاربون ورباعي كلوريد الكاربون.

تستخلص الدهون اعتيادياً من الأغذية بواسطة الأيثر الاثيلي الجاف (نقطة الغليان ٣٤٦ م°) والايثر النفطي (نقطة الغليان لبعض أنواعه ٣٥ - ٤٥ م°).

يمتاز المذيب الأول بأنه أفضل من الثاني وإن جميع الطرق القياسية المستعملة في الوقت الحاضر تعتمد عليه بوصفه مذيبا.

إما من مساوئه فهي وجوب تنقيته من الماء قبل وإثناء الاستخلاص لأن وجود الماء سيؤدي إلى ذوبان السكريات المنفردة والبروتينات والأملاح وعليه يجب تجفيفه بواسطة كلوريد الكالسيوم أو سلفات الصوديوم واحياناً يضاف سلك من الصوديوم (Sodium Wire) إليه للتخلص من آثار الرطوبة ومنع تكوين البيروكسيدات (Peroxides).

وفضلاً عن ذلك يمتاز الايثر بأنه الاشتعال عند تعرضه للضوء لفترة طويلة من الزمن مكوناً الاثيلي النقي سريع بيروكسيدات تتفرقع بقوة عند ملامستها المركبات المؤكسدة القوية (Strong Oxidizing Agents) تزال البيروكسيدات بترشيح الايثر من خلال الالومينا المنشطة (Activated Alumina) او تزال بواسطة وضع سلك من الصوديوم في الايثر كما ذكر آنفاً.

وللتأكد من وجود البيروكسيدات يجرى الاختبار التالي :

خذ ١٠ مل من الايثر وضعه في إسطوانة زجاجية مدرجة ونظيفة وذات غطاء ومغسولة بقليل من الايثر. أضف إليها (١) مل من أيوديد البوتاسيوم KI (١٠%) المحضر حديثاً، رج المزيج واتركه ليركد لمدة دقيقة واحدة فإذا تكون اللون الأصفر فى طبقة الايثر فهذا دليل على وجود البيروكسايد

إما الايثر النفطي فلا يتأثر بالرطوبة الموجودة بالمادة الغذائية ولا يمتص رطوبة أثناء الاستخلاص ولهذا السبب يفضل على الايثر الاثيلي لأنه لا يستخلص مع الدهن مواد أخرى ذائبة قد تتطلب تنقية بعدئذٍ واستعماله في الوقت الحاضر في تزايد مستمر.

ولمزيج المذيبات العضوية استعمالات كثيرة في استخلاص الدهن من المواد الأولية حيث يستعمل مزيج (الايثر الاثيلي + الايثر النفطي) سوية في استخلاص الدهون أحيانا من منتجات الألبان وكذلك يستعمل مزيج (الايثر + الكحول) في استخلاص الدهن من المواد البايولوجية غير أن هذا المزيج يستخلص مع الدهن بعض المركبات غير الدهنية وهذا ما يتطلب إجراء عملية تنقية للتخلص منها بعدئذ . هناك مزيج اخر من البيوتانول المشبع بالماء وقد استعمل بنجاح في استخلاص الدهن من مسحوق الحنطة والطحين والنخالة اما الآن فيستعمل لجميع الحبوب.

إما الطريقة السريعة في استخلاص الدهن من الأغذية الحيوانية ومنتجات الحنطة والأسماك فهي تتكون من مزيج (الكلوروفورم + الميثانول + الماء) حيث تخلط العينة مع مزيج الكلورفورم والميثانول بنسب معينة بحيث تمتزج بسهولة مع الماء الموجود في العينة وبعد الاستخلاص يخفف المزيج الدهني إما بالماء أو بالكلوروفورم لتكوين طبقتين واضحتين فطبقة الكلوروفورم تحتوي على المواد الدهنية والميثانول على المواد غير الدهنية وبعد تجفيف الكلوروفورم نحصل على الدهن النقي.

تزال المواد غير الدهنية من الدهون اما بواسطة الماء أو محلول ملحي أو أن المزيج الدهني يجفف تحت التفريغ ثم يعاد استخلاصه ثانية بواسطة مذيب غير قطبي (Non-polar Solvent). إما الطرق الأخرى في التنقية فهي النضح الغشائي (Dialysis) والالكتروفورسيز (Electrophoresis) وكروماتوكرافي العمود حيث يستعمل السيفادكس لفصل المواد الدهنية من المواد غير الدهنية الذائبة بالماء.

- **طرق إستخلاص وتقدير الدهن :**

يمتاز الايثر الجاف بأنه يتخلل النسيج ببطيء أما الرطب فتخلله أبطأ وعليه يفضل تجفيف الغذاء لئلا يؤثر الماء الذي فيه على قابلية الايثر على النفوذ إلى الداخل و استخلاص الدهن.

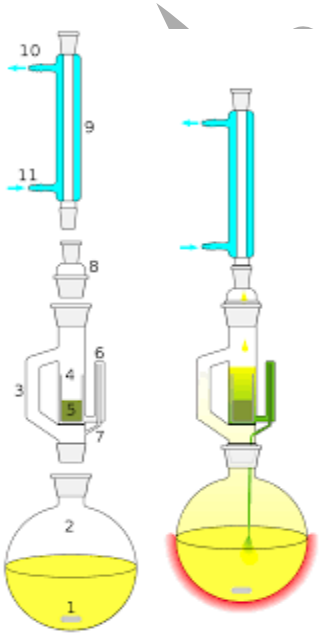
1. تتم عملية التجفيف في الفرن بعد سحق العينة جيداً وذلك بوضعها على ورقة ترشيح موضوعة في قعر وعاء من الالمنيوم.
2. بعد التجفيف تنقل ورقة الترشيح مع العينة الى كشتبان الاستخلاص (Extraction Thimble).
3. يغسل الوعاء بالايثر لإزالة بقايا الدهن المنسابة من ورقة الترشيح ثم توضع هذه في الكشتبان أيضاً.

إما بعض المواد الغذائية كالمعجنات والبيض ومنتجاته والألبان فيصعب استخلاص الدهن منها كلياً بواسطة الايثر وهذا يرجع الى اتحاد الدهن مع مكونات أخرى في الغذاء كالبروتينات والكاربوهيدرات فعليه يجب أن تسخن العينة قبل الاستخلاص مع حامض الهيدروكلوريك المركز لتحلل البروتين والنشاء وتمزيق جدار الخلايا الغذائية للسماح لحبيبات الدهن بالانسياب بسهولة إلى الخارج بعدها يستخلص الدهن بجهاز ملائم للاستخلاص.

1- الاستخلاص المستمر (Continuous Extraction)

يتم استخلاص الدهن بشكل مستمر من العينة بواسطة نزول المذيب عليها بعد تكثيفه من الحالة البخارية فعند تماس المذيب مع المادة الغذائية يتم استخلاص الدهن تدريجياً ومن ثم تجمعه في أسفل الدورق الذي يتبخر منه المذيب حيث يعتبر جهاز كولدفش نموذجا لعملية الاستخلاص المستمر.

2- الاستخلاص المتقطع (Intermittent Extraction)



يعتبر جهاز السوكسلت من أجهزة الاستخلاص المتقطعة حيث يسمح بصعود بخار المذيب الى المكثف بطريق منفصل عن طريق عودته كسائل الى داخل الدورق ويمكث المذيب السائل اعتياديا فترة من الزمن بتماسه المباشر مع العينة الموجودة في داخل الكشتبان لاستخلاص الدهن قبل نزوله عن طريق أنبوب السيفون الى الدورق.

تمتاز هذه الطريقة بان المذيب الموجود حول العينة يكون بارد وان العينة متشربة جيداً بالمذيب وان المذيب بدوره يمكث فترة زمنية طويلة بتماس مباشر مع العينة.

يعاب على هذا النوع من المستخلصات الدهنية هو إن المذيب المجاور للغذاء يتشبع بتركيز عالي من الدهن مما يمنع نفاذيته لاستخلاص الدهن إلا بعد دورة تفريغ كاملة.

3- الاستخلاص بالهضم (Digestion Extraction)

صمم جهاز الماجونير أصلا لاستخلاص الدهن في منتجات الألبان ومنتجات الحبوب كالخبز على مبدأ الاستخلاص السائل/السائل باستخدام الـ HCL : ماء على درجة حرارة 70 – 80 م° بوساطة حمام مائي لمدة 30 – 40 دقيقة يضاف (10) مل من الايثانول ثم يبرد ويستخلص 3 مرات بواسطة الايثر في جهاز الماجونير.

هناك طريقة ثانية وهي طريقة (الروز- كوتلايب) وهو استخلاص المرشح فيه بالهضم القاعدي NaoH.

4- الكثافة النسبية ومعامل الانكسار :

تستعمل الكثافة النسبية في قياس كمية الدهن المستخلص بواسطة المذيب الكيمياوي حيث وجدا الكثافة النسبية تقل كلما زادت نسبة الدهن الذائب فيه وتقرأ بواسطة الهيدرومتر Hydrometer او بواسطة ميزان ويستفال (Westphal Balance).

وهناك جهاز (Fosslet) التجاري يعتمد في قياس الدهن على الكثافة النسبية كأساس في تقدير نسبة الدهن في الأغذية.

إما معامل الانكسار فيستعمل أيضا في تقدير كمية الدهن بالغذاء فهو يعتمد على أساس ان معامل الانكسار للمذيب يقل كلما زادت نسبة الدهن الذائب فيه.

- يمزج 15 غم من العنية مع 7,5 مل من المذيب رابع كلوريد الاثيلين..
- يسحق جيداً بواسطة طاحونة ذات كرات او في الهاون الاعتيادي من اجل استخلاص الدهن.
- يرشح المزيج الدهني ويقاس معامل الانكسار بواسطة جهاز الرفراكتومتر.
- تقرأ النسبة المئوية للدهن من جداول خاصة.

5- السبكتروفوتومتر Spectrophotometer

تستعمل هذه الطريقة في تقدير كمية الدهن في الحليب وتقاس درجة نفاذية الضوء بواسطة الجهاز بعدها تقرا النتيجة من جداول خاصة او خطوط بيانية.

تعتبر هذه الطريقة دقيقة لقياس نسبة الدهن في الحليب من صفر – 4% وهي لا تتأثر بوجود المواد الحافظة في الحليب والطريقة سهلة وبالإمكان انجاز 75 عينة في الساعة.

طريقة العمل السوكسلت :

1. وزن 5 غم من العينة وضعها في داخل كشتبان الاستخلاص غطي العينة بكمية قليلة من الصوف الزجاجي بعدها ضع الكشتبان في داخل وحدة الاستخلاص.
2. صب كمية من الايثر في وحدة الاستخلاص كافية لان تحدث شفطاً أوتوماتيكيا إلى المذيب وإرجاعه الى داخل الدورق. كرر ذلك 3 مرات.
3. انصب الجهاز على سطح كهربائي ساخن مع ربط المكثف من الأعلى والسماح للماء بالمرور فيه، واستمر بالاستخلاص لنهاية عشرة مرات شفط أوتوماتيكيا.
4. اقطع الحرارة ثم اربط الجانب الثاني من المكثف في الدورق ثم استمر في التقطير لاسترجاع معظم الايثر والاحتفاظ به.
5. ضع الدورق في فرن هوائي درجة حرارته 105م° لمدة (10) دقائق مع فتح باب الفرن قليلاً للسماح للايثر بالخروج والا فأن البيروكسيدات المتكونة في الايثر ستُسبب التفرقع.
6. برد في المجففة وبعدها اوزن المحتويات ومن الفرق بالوزن للدورق قبل وبعد الاستخلاص سنحصل على كمية الدهن الخام.

7. الحسابات :

$$\text{الدهن الخام \%} = \frac{\text{وزن الدهن}}{\text{وزن العينة}} \times 100$$

عبدالله أنور العاني