

المادة: كيمياء البان عملي
الفصل : الثاني
المرحلة: الثالثة
قسم: علوم الاغذية
اعداد: م.م سيف علي محمد

كيمياء البان عملي

الدرس العملي الاول

طرق اخذ العينات :-

لاشك ان اهم ما يجب مراعاته عند اختبار الحليب هو الحصول على عينة الحليب اللازمة للتحليل والتي يجب ان تمثل قدر الامكان الحليب المراد فحصه 0 اذ لا تجدي طرق التحليل مهما بلغت دقتها مالم تؤخذ العينة بطريقة صحيحة مع حفظها بعناية 0 ولما كانت حبيبات الدهن تصعد بسرعة الى السطح خاصة عند ترك الحليب دون تحريك لبعض الوقت مكونة طبقة القشدة عليه كان من اللازم خلط الحليب جيدا قبل أخذ العينة 0 ويجب مراعات مايلي عند اخذ العينة :-

1- عندما يكون الحليب في عبوة واحدة :-

تتضمن هذه العملية مرحلتين هما خلط الحليب جيدا ثم سحب العينة 0 واذا كان الحليب في دبة يجري خلط الحليب بتقليبه بواسطة مقلب خاص يسمى ب Plunger وهو عبارة عن قرص معدني به عدة ثقوب ذو يدة طويلة بدرجة تسهل عملية التقليب ووصول القرص المعدني الى قاع الدبة او القسط 0

يجري التقليب بتحريك المقلب من الاعلى الى الاسفل وبالعكس عشرة مرات على الاقل على ان يبقى المقلب اسفل سطح الحليب طول الوقت 0

وبعد مزج الحليب جيدا تؤخذ عادة من 75-250مل من الحليب بواسطة مكيال ذو سعة مناسبة أو بواسطة انابيب او اقداح اخذ العينة ثم تنقل الى زجاجة العينة التي يجب ملؤها مع ترك مسافة قدرها 2سم من القمة حتى لا يحدث خض العينة وحتى يمكن مزج العينة جيدا قبل اجراء التحليل 0 بعدها تقفل الزجاجة بسدادة من المطاط 0

واذا كانت كمية الحليب في الدبة قليلة (10كغم) او اقل يقلب الحليب بنقله من وعاء الى اخر مرتين على الاقل 0

2- عندما يكون الحليب في عدة عبوات :-

كما يحدث عندما يراد اخذ العينة من الحليب الذي يباع في المزرعة 0 فاذا كانت الدبات متشابهة جميعا ومملوءة يقلب الحليب جيدا وتسحب العينة 0 اما اذا كانت الدبات غير مملوءة فتكمل من بعضها 0 وفي جميع الحالات يجب ان تكون العينة المأخوذة من عبوة ما متناسبة مع ما تحتويه من حليب 0

تؤخذ العينة بنسبة ما يؤخذ في كل دبة من حليب 0 فيؤخذ مثلا 1مل لكل 1كغم حليب 0 فاذا احتوت دبة الحليب على 40كغم يؤخذ منها 40مل واذا احتوت اخرى على 25كغم حليب يؤخذ منها 25مل وتخلط العينتين مع بعضها لتمثل الكمية في الدبتين 0

3- أخذ العينة من حوض الميزان :-

يفرغ الحليب البارد في حوض الميزان ثم الحليب الاكثر دفئا 0 واذا كان الحليب كله بارد يفرغ الحليب الاقدم (القديم) ثم الحليب الطازج 0 حيث ان الاخير لم يكتمل تكوين القشدة على سطحه 0 بعد الانتهاء من تفريغ كمية الحليب تجري عملية تقليب كل كمية الحليب بواسطة مقلب ميكانيكي موجود في الحوض ويدار بواسطة ماطور كهربائي يمكن بواسطته تنظيم سرعة المقلب ثم اخذ كمية ذات حجم مناسب بواسطة مكيال مع ملاحظة اخذ عينة من كل حليب بعد الانتهاء من خلط الكمية الموردة والخاصة به 0

أخذ العينة من احواض التخزين :-

قبل ان تؤخذ العينة يمزج الحليب جيدا بواسطة مقربات تدار بواسطة ماطور كهربائي يمكن بواسطته تنظيم سرعة المقربات 0 وقد يستعاض عن ذلك بهواء مضغوط او تحت ضغط يدفع في الحليب لعدة دقائق يقوم بتقليب الحليب ومزجه لضمان تجانس تركيب الحليب قبل البدء باخذ

العينة وبعد تمام التأكد من تقليب الحليب جيدا تسحب الكمية الكافية من الحليب لاجراء التحليلات المختلفة0

انواع العينات :-

هناك نوعين من العينات تؤخذ من الحليب عند الاستلام0

1- العينة البسيطة :-

في هذه الحالة تؤخذ عينة من كل كمية او دفعة من الحليب المورد وذلك بعد وزن الكمية الموردة وتقليبها جيدا كما سبق الكلام0 وتوضع في زجاجة العينات وتقفل وترسل الى المختبر للتحليل0

تجرى هذه العملية لكل مورد وعلى كل دفعة تورد الى المصنع وهذا يعني انه اذا كان المورد يورد الحليب الى المصنع يوميا ويجرى له تحليل يوميا أي سبعة تحليلات في الاسبوع وهذا يحتاج الى جهد ووقت كبير بالاضافة الى زيادة تكاليف التحليل المخبرية لذلك فان اخذ عينة يوميا لكل مورد وتحليلها امر غير مرغوب فيه وخاصة في المصانع الكبيرة التي تتعامل مع عدد كبير من الموردين وفي هذه الحالة يفضل العمل بنظام العينة المركبة0

العينة المركبة :-

وفي هذه الحالة تؤخذ عينة من الحليب المورد لكل مورد وتضاف هذه العينات الى عينات اليوم السابق لمدة يتفق عليها وغالبا ما تكون اسبوع او اسبوعين وفي نهاية الفترة المحددة تجرى عليها الاختبارات المناسبة مثل اختبار نسبة الدهن لتقدير ثمن الحليب وهذه الطريقة توفر كثيرا من الجهد والوقت كما تقلل من تكاليف التحليل العملية واستهلاك الادوات والمواد الكيماوية وتستخدم لذلك زجاجة عينات لها سدادات من المطاط وتحتوي على الفورمالين كمادة حافظة بنسبة 1مل / لترحليب ثم ترج وتوضع في مكان بارد (ثلاجة) بعيدا عن ضوء الشمس المباشر0

معاملة العينة عند وصولها للمختبر :-

اذا كانت العينات في زجاجة ملئت لحد 3سم من حافتها العلوية0 فان الرج الشديد يكون عادة كافية لخلطها جيدا 0 اما اذا بقيت طبقة القشدة دون مزج فتسخن العينة الى 40م في حمام مائي 0 اما اذا كانت زجاجة العينة مملوءة الى حافتها بحيث يتعذر رجها فانه ينقل جزء من العينة الى زجاجة اكبر ثم تسد زجاجة العينة بغطائها وترج جيدا ثم يضاف الى الزيادة في الزجاجة الكبيرة وترج جيدا ثم يعاد الحليب الى زجاجة العينة الاصلية0

اذا وردت عينة من الحليب الى المختبر حدث فيها رج (خض) فانه من الصعب اعادة مزج الدهن مع الحليب ما لم توضع العينة في حمام مائي على 40م حتى يسيل الدهن وترج جيدا وقد يستعمل جهاز استحلاب يدوي لخلط الدهن0

واذا حدث للدهن خض بالاضافة الى ورودها حامضية يكون خلطها اصعب0 ويؤدي التسخين الى تجبن العينة التي غالبا ما يرفض استلامها0

تحفظ العينات عادة لحين وقت التحليل باضافة مادة كرومات او دايكرومات البوتاسيوم بنسبة 0,05% عندما يراد استخدام العينة لقياس نسبة الدهن فقط0 او باستخدام الفورمالين في حالة استخدامه لتقدير الدهن والمواد الصلبة 0

كيمياء البان عملي

الدرس العملي الثاني

فصل مكونات الحليب واختبارها :-

اولا- استخلاص الدهن من الحليب :-

أ- ضع 10مل حليب في انبوبة اختبار واضف اليها 20مل ايثر 0 رج الانبوبة جيدا واتركها لينفصل الايثر 0 صب الطبقة الايثرية في جفنة 0 ضع الجفنة في مكان دافئ بعيد عن اللهب حتى يتبخر الايثر جميعه 0

خذ 10مل اخرى من الحليب في انبوبة اختبار واضف اليها 1مل من محلول امونيا مركز وامزجها جيدا ثم اضف اليها 10مل كحول نقي 0 اخلط جيدا ثم اضف 10مل ايثر ثم رج الانبوبة جيدا واتركها حتى ينفصل الايثر 0

صب الطبقة الايثرية في جفنة وضعها في مكان دافئ حتى يتبخر الايثر ثم قارن النتيجة في كل من التجريبتين أ و ب 0

بالرغم من ان الايثر مذيب جيد لدهن الحليب فانه عند رج الايثر مع الحليب لا يلامس الايثر كريات الدهن لسببين :-

اولهما :- تحاط حبيبات الدهن بطبقة واقية من البروتين 0

ثانيهما :- ان الدهن يسبح في مصل الحليب الذي لا يختلط به الايثر بسهولة 0 وباضافة الامونيا تنكسر الرابطة الشديدة بين كريات الدهن والغشاء المحيط بها ويذيب الايثر الدهن بمساعدة الكحول الذي يعمل كمذيب للماء والايثر 0

ثانيا- فصل الكازين من الحليب :-

1- ضع 200مل من الحليب الفرز (الخالي من الدهن) في كاس ثم خففها باضافة 600مل من الماء ثم سخن حتى تصل درجة الحرارة الى 35م 0 ضع 20مل من حامض الخليك 10% وقلب بلطف ثم اترك الخليط لمدة 10 دقائق 0 اضف بعدها 20مل من محلول خلاص الصوديوم

اساس (ع1) 0 وتؤدي اضافة الحامض والخلات الى تحميض المحلول الى نقطة تعادل شحنات الكازين

Iso electric point (Iep) وهي عند PH 4,6 0

قلب المخروط بلطف ثم اتركه ليسكن (ليركد) 0 صب اكبر كمية من السائل الرائق ثم انقل الباقي الى ورق ترشيح 0

اغسل مرة باستعمال ماء بارد ثم اعمل الاختبارات التالية على الكازين المبث 0

اخلط قليلا من الكازين مع محلول الصودا الكاوية (NaOH) 50% في جفنة 0 ويمكن الاستدلال على وجود النتروجين في جزء الكازين بانفراد الامونيا التي يمكن كشفها بتعريض

ورق عباد الشمس الحمراء للابخرة المتصاعدة فيتحول اللون الاحمر الى اللون الازرق 0

ب- اخلط كميتين متساويتين من كاربونات الصوديوم اللامائية و نترات البوتاسيوم على قطعة من الخزف وضع عليها قليل من الكازين واخلط جيدا 0

سخن على لهب ضعيف اولا ثم بشدة حتى يسيح المخروط ويشعل الكازين 0 عندما يتم الاحتراق ولا يتخلف كربون بارد ثم اذب المحتويات في ماء ساخن 0 حمض بواسطة حامض الهيدروكلوريك (HCL) ثم رشح اذا لزم ثم قسم الراشح الى قسمين 0

اضف الى الجزء الاول كلوريد الباريوم فيتكون راسب من الكبريتات (SO4) دليل على وجود الكبريت في جزئي الكازين 0

اضف الى الجزء الثاني محلول مولبيدات الامونيوم فيتكون راسب اصفر من الفوسفات دليل على وجود فوسفور في جزئي الكازين 0

ج- خذ قليلا من الكازين المترسب واذبه في محلول مركز من الصودا الكاوية (NaOH) 0

اضف نقطة او اثنين من محلول كبريتات النحاس المخفف 0

قارن بين الالوان الازرق والبنفسجي الداكن المتكون ولون تجربة البلائك 0 هذا الاختبار خاص بالبروتينات 0

د- ضع حوالي 5غم من الكازين في هاون واضف اليه 20سم من 0,1 NaoH ع ثم قلب باليد حتى يذوب الكازين تماما وانقل المحتويات الى جفنة (أ) 0
ضع 5غم اخرى في الهاون واضف اليها 10مل حامض الهيدروكلوريك المركز HCL وقلب باليد حتى تمام الذوبان ثم انقل محتوياتها في جفنة (ب) 0
عادل الجفنة (أ) باستعمال حامض مخفف بعد اضافة دليل الفينولفثالين ثم خفف محتويات الجفنة (ب) بالماء ثم عدل محتوياتهم باستخدام 0,1 NaoH ع فيتكون في كلا الحالتين راسب من الكازين 0 وهذا يعني ان الكازين يذوب في كل من الحامض والقاعدة ويطرسب عند نقطة تعادل شحناته 0

2- ضع 300مل من الحليب الفرز في كاس وسخن الى 35م 0 اضف 30مل من حامض الخليك 10% ثم 30مل خلات الصوديوم اساس (ع) 0 رشح بعد حوالي 10 دقائق ولاحظ اللون الاخضر المصفر للراشح لوجود الرايوفلايين 0 رشح واحتفظ بالراشح 0 اغسل الراسب على ورقة الترشيح بقليل من الماء البارد 0
أ- اضغط على الكازين بين الاصابع في جفنة بها ماء ساخن 0 لاحظ ان الخثرة تتخذ تركيب صلب ومطاطي 0 جفف جيدا بين ورقتي ترشيح وضعها في انبوبة اختبار ثم غطها بالفورمالين 40% وسد الانبوبة 0 لاحظ بعد ايام صلابة الكازين 0 اترك الكازين المعامل ليحجف الى طبيعته التي تشبه العظم وتستخدم هذه الخاصية في صناعة البلاستيك 0
ب- اضف الى الجزء الثاني في جفنة مقدار 15مل من محلول مشبع من البوراكس (بورات الصوديوم المشبع) على دفعات صغيرة مع التقليب الشديد عند كل اضافة 0 سخن الى 30م ثم اترك الخليط لمدة ساعة مع التقليب المتقطع ويتكون بذلك غراء الكازين 0
ثالثا:- فصل الالبومين والكلوبيولين:-

استعمل الراشح الناتج من ترسيب الكازين عند PH 4,6 0 اضف بضع نقط من دليل الفينولفثالين (ph0ph) ثم عدل باستعمال محلول هيدروكسيد الكالسيوم 5% 0 يتكون راسب مع فوسفات الكالسيوم 2 Ca3(po4) 0 رشح ثم عدل باحتراس مستعمل حامض خليك مخفف 0
اذا زادت نقطة التعادل يعاد باضافة صودا كاوية مخففة 0
أ- خذ 50مل من الراشح واضف بلورات دقيقة من كبريتات المغنيسيوم حتى يتشبع المحلول ويتكون راسب خفيف من الكلوبيولين (ضبابي) 0
ب- خذ 50مل اخرى من الراشح واضف اليها كمية مساوية (50مل) من محلول كبريتات الامونيوم (NH3SO4) مشبع متعادل 0 يظهر الكلوبيولين كراسب خفيف جدا 0 رشح واضف الى الراشح حامض كبريتيك 0,2 ع نقطة نقطة مع التقليب جيدا 0 بعد كل نقطة لاحظ تعكير محتويات الكاس تدريجيا 0 استمر حتى يتم ترسيب الالبومين 0
ج- ضع 50مل اخرى من الراشح في انبوبة (بيكر) واضف اليها 1مل من حامض الخليك 10% وسخن على حمام مائي 0 سجل درجة الحرارة التي يبدأ عندها المحلول في التعكير 0 لاحظ كذلك درجة الحرارة التي يظهر عندها الراسب 0

هذا الراسب عبارة عن راسب الالبومين والكلوبيولين المتجبين بالحرارة 0 استمر بالتسخين بعد ان يغلي الماء في الحمام لبضعة دقائق 0 رشح واحتفظ بالراشح لتحضير اللاكتوز 0
رابعا : فصل اللاكتوز :-

أ- ركز الراشح الناتج عن تحضير الالبومين والكلوبيولين بالتسخين على حمام مائي حتى يسمك قوامه (يشخن) ثم اتركه جانبا ليتبلور 0

افحص البلورات المتكونة بواسطة عدسة او تحت الميكروسكوب ولاحظ شكلها العام (تكون على شكل بلورات ابرية) 0

افحص بعض البلورات واذبها في الماء ثم اختبرها باستعمال محلول فهلنك 0
ب- يمكن تحضير اللاكتوز باضافة 150مل من محلول الكحول الى 50مل في الحليب الفرز 0 ثم رج ورشح وبخر على حمام مائي حتى الجفاف 0 استخلص بماء ساخن ثم رشح واتركه ليتبلور 0

ج- يمكن تحضيره من الشرش وذلك بوضع 100مل من الشرش في كاس ثم سخن الى الغليان واستمر في التسخين لمدة 10-15 دقيقة ثم عادل باحتراس مستعملا هيدروكسيد الكالسيوم مع استعمال ورق عباد الشمس كدليل 0 وبذلك سوف تترسب فوسفات الكالسيوم الثلاثية مع الالبومين والكلوبيولين 0

رشح ثم ركز على حمام مائي ثم اترك المتبقي ليتبلور 0
خامسا :- فصل رماد الحليب واختباره :-

بخر 50 مل من حليب الفرز حتى الجفاف في جفنة خزفية ثم احرق الجفنة في فرن على 550م حتى يتكون رماد لونه رمادي 0

برد الجفنة ثم قسم الرماد الى قسمين 0

أ- اذب القسم الاول في 30مل من حامض HCL المخفف 4% 0

ب- اذب القسم الثاني في 20مل من حامض النتريك المخفف 4% (HNO3) 0

1- محلول حامض الهيدروكلوريك :-

أ- اغمس ابرة بلاتين في محلول حامض الهيدروكلوريك ثم سخنها في لهب مصباح بنزن ولاحظ اللون الاصفر في اللهب الدال على وجود الصوديوم (Na) 0 اعد الاختبار مستعملا زجاجة كوبلت زرقاء حيث يمكن رؤية لون بنفسجي دليل على وجود البوتاسيوم (K) 0

ب- اصف امونيا مركزة الى 20 مل من المحلول حتى يصبح قلوي خفيف جدا ويتكون راسب من فوسفات الكالسيوم (CaPO4) 0

اضف حامض الخليك حتى يذوب الراسب ثانية ثم اصف اوكزالات الامونيوم بتركيز 10% 0 اغسل ولاحظ ترسيب اوكزالات الكالسيوم الابيض 0 رشح واختبر الراشح الذي يجب ان يكون خاليا من الكالسيوم 0 اصف محلول امونيا ثم محلول فوسفات الصوديوم 5% 0

برد ثم رج الانبوبة ليتكون راسب بيطي من فوسفات المغنيسيوم والامونيوم 0
ج- اصف محلول كلوريد الباريوم 5% الى 5مل من المحلول ليتكون راسب ابيض من الكبريتات So4 الناتجة من احتراق البروتينات 0

د- اصف محلول ثايوسيانات الامونيوم الى 5مل من المحلول 0 وسوف يتكون لون احمر دليل على وجود الحديد 0Fe

2- محلول حامض النتريك :-

أ- الكشف عن الكلوريدات :- اصف محلول نترات الفضة 2% الى 10مل من المحلول ليتكون راسب ابيض دليل على وجود الكلور 0Cl

ب- الكشف عن الفوسفات :- اصف الى 10مل من المحلول زيادة من محلول موليبيدات الامونيوم المشبع وسخن حتى يتكون راسب اصفر دليل على وجود الفوسفات 0PO4

كيمياء البان عملي

الدرس العملي الثالث

الخواص الطبيعية للحليب :-

اولا:- تقدير الوزن النوعي للحليب :-

يوجد اساسين لتقدير الوزن النوعي وذلك :-

اما بوزن حجم معين او بتقدير حجم وزن معلوم

- يطبق الاساس الاول بملئ وعاء معلوم الحجم بالسائل ثم يقدر الوزن باستخدام قنينة الكثافة 0 او بغمر ثقل معلوم الوزن والحجم في سائل ثم يقدر النقص في الوزن حيث ان هذا النقص يساوي وزن السائل المزاح بواسطة الجسم المغمور ويستخدم في ذلك ميزان ويستقال 0 أما الاساس الثاني فيطبق باستعمال جسم معلوم الوزن بحيث يكون عائم على سطح السائل ويلاحظ حجم الجزء المغمور يساوي حجم السائل الذي يعادل وزن الجسم الطافي وذلك كما هو الحال عند استعمال اللاكٹوميتر (المكثاف) 0
- أ- تقدير الوزن النوعي للحليب باستخدام قنينة الكثافة :-
- 1- زن قنينة الكثافة وهي نظيفة وجافة 0
 - 2- أنزع غطاء القنينة وأملاها بالحليب المزوج جيدا على درجة 20م 0 ثم ضع غطاء القنينة باحتراس مع إزالة أي آثار من الحليب قد تكون لوثت الجدار الخارجي للقنينة بواسطة مسحها بواسطة قطعة نظيفة من القماش 0
 - 3- زن قنينة الكثافة المملوءة بالحليب 0
 - 4- أسكب الحليب من القنينة بعد وزنها ثم أغسلها بماء نظيف ثم بماء مقطر ثم أملاها بالماء المقطر على درجة حرارة 20م ثم ضع غطاء القنينة كما سبق وجفف القنينة من الخارج ثم زنها مرة أخرى 0
 - 5- يطرح وزن القنينة في الخطوة (1) من وزنها في الخطوة (2) ينتج وزن الحليب الذي يملئ القنينة على درجة 20م 0
 - 6- بطرح وزن القنينة في (1) من وزنها في الخطوة (4) ينتج وزن الماء الذي يملأ القنينة على درجة 20م 0
 - 7- أحسب الوزن النوعي للحليب كالآتي :-

وزن الحليب اللازم لملئ حجم معين على درجة حرارة معينة

----- = الوزن النوعي

وزن الماء المقطر اللازم لملئ نفس الحجم على نفس درجة الحرارة
الكثافة للحليب

----- = الوزن النوعي

الكثافة للماء

استعمال اللاكٹوميتر :-

وهي الطريقة الأكثر شيوعا في معامل الالبان نظرا لسهولة وسرعة اجراءها مع دقتها 0 اللاكٹوميتر عبارة عن انبوبة زجاجية مدرجة تدريجا خاصا لقراءة الوزن النوعي للحليب ويتميز الجزء الاسفل منه بوجود انتفاخ به مادة ثقيلة مثل الرصاص او الزئبق وذلك لضمان ثبات اللاكٹوميتر في وضع راسي عند وضعه في الحليب اثناء الاختبار 0 كما يوجد انتفاخ اخر فارغ يساعده على الطفو 0

اما الجزء العلوي عبارة عن ساق مدرج من اعلى الى اسفل (من 15-45) 0 وان اللاكٹوميتر يكون مزود بمقياس لدرجة الحرارة (محرار) 0

ويعطي اللاكٹوميتر قراءة صحيحة فقط على درجة حرارة (5,15 م) اما اذا استعمل على درجة حرارة مختلفة فانه يجب تعديل القراءة 0

طريقة استعمال اللاكٹوميتر :-

1- يقلب الحليب برفق قبل اخذ العينة وذلك لتوزيع الدهن في الحليب مع الاحتياط لمنع تكوين رغوة او فقاعات 0

- 2- تنقل عينة الحليب الى وعاء يزيد قطره على الاقل ربع بوصة عن اعرض جزء في اللاكتوميتر (سلندر) ويكون عمقه يسمح بان يكون اللاكتوميتر معلق في العينة وحر الحركة وعادة ما يستعمل لذلك اسطوانة تقدير الكثافة 0
- 3- يغمر اللاكتوميتر في الحليب ويحرك حركة دائرية ويترك حتى يثبت ثم يلاحظ بعد ذلك الدرجة التي عندها يلتقي التدرج مع سطح الحليب واضف قراءة نصف درجة (0,5) لاكتومترية نظير الشد السطحي 0
- 4- قدر درجة حرارة الحليب بواسطة المحرار المرفق مع اللاكتوميتر فاذا كانت درجة حرارته اعلى من (15,5م) فيضاف 0,18 درجة لاكتومترية عن كل درجة حرارة زائدة (م) او يطرح 0,18 درجة لاكتومترية عن كل (م) ناقصة عن (15,5م) 0
- قراءة اللاكتوميتر بعد تعديلها عبارة عن الرقم العشري الثاني والثالث من الوزن النوعي للحليب مع اضافة واحد عدد صحيح 0 معنى ذلك انه اذا كانت القراءة للاكتوميتر بعد تعديلها هي 32 فان الوزن النوعي للحليب يكون 1,032 0

القراءة المصححة

$$\text{او ان الوزن النوعي} = \frac{\text{-----}}{1000} + 1$$

ملاحظات يجب مراعاتها عند استخدام اللاكتوميتر :-

- 1- ان اللاكتوميتر لايعطي وزن نوعي حقيقي ولكن العكس 0 بانه يعطي حجم نوعي وبالتالي فان طرق اللاكتوميتر المدرجة لا تنقسم الى اجزاء متساوية من الناحية النظرية 0 الا ان الفرق بين اقسام التدرج يكون صغير جدا 0 لذلك فانه من الناحية العملية تنفذ هذه التقسيمات بحيث تكون متساوية على التدرج 0
- 2- النقطة الحقيقية لتلاقي مستوى سطح السائل بساق اللاكتوميتر تكون غير محددة حيث ان السائل يميل للارتفاع حول ساق اللاكتوميتر ويرجع ذلك الى قوة الجذب السطحي 0 ودرجة الارتفاع هذه تختلف من سائل الى اخر حسب طبيعته 0 وبما ان التغير في تركيب الحليب يكون ضمن حدود ضيقة فانه من الناحية العملية لا يوجد فرق بين عينة واخرى بالنسبة للشد السطحي 0 ولتلافي ذلك الخطا تصحح قراءة اللاكتوميتر باضافة نصف درجة الى القراءة الظاهرية 0
- وفيما يلي معادلة بابكوك لتقدير النسبة المئوية لكل من المواد الصلبة الكلية OS T والمواد الصلبة غير الدهنية SNF 0

قراءة المكثاف المصححة

$$TS = \frac{\text{-----}}{4} + 1,2 \times \text{نسبة الدهن}$$

قراءة المكثاف المصححة

$$SNF = \frac{\text{-----}}{4} + 0,2 \times \text{نسبة الدهن}$$

ثانياً:- نقطة تجمد الحليب :-

تستخدم هذه الطريقة للكشف عن غش الحليب باضافة الماء 0 اذ تعتبر نقطة تجمد الحليب من خواصه الطبيعية التي تعتمد على عدد من جزيئات المواد التي توجد فيه على صورة محلول 0

وتعرف نقطة انجماد الحليب بانها درجة الحرارة التي عندها يصبح كل من البلورات الثلجية والماء في حالة توازن 0 او هي الدرجة التي يصبح عندها لكل منهما ضغط بخاري واحد 0 وفي الحليب تتراوح هذه النقطة بين (-0،525 الى -0،565م) والتي يمكن بواسطتها الاستدلال على غش الحليب باضافة الماء 0
اساس فكرة الاختبار:-

ان اساس فكرة الاختبار هي انه عند تبريد سائل فانه يحدث له انخفاض في درجة تجمده ويسمى هذا الشيء ب Super cooling وعندما يبدأ تكون البلورات الثلجية توضع نواة من الثلج ترفع درجة حرارة المحلول فجأة بسرعة الى ان تثبت 0 ويستخدم جهاز Hortvet لقياس نقطة تجمد الحليب 0

يستخدم غاز الفريون في عملية التبريد بدلا من الايثر أي ان الجهاز يعتبر كالثلاجة 0 ويستخدم كوسط لتبريد الانابيب ايضا سائل يتكون من محلول كلسرول 6% حيث يخفض درجة الحرارة الى -6م 0
طريقة العمل :-

يؤخذ 40مل من الحليب ويوضع في انبوبة التجميد بعد ذلك 0 تجرى عملية تقليب للحليب ويستمر بالتقليب حتى تصل درجة حرارة العينة الى (-1م) 0 عندها يضاف كمية قليلة من بلورات الثلج وتسمى هذه العملية ب Seeding وذلك للمساعدة في تجميد العينة 0 بعد اضافة البلورات يرتفع عمود الزئبق داخل المحرار وتوقف عملية التقليب ويلاحظ عمود الزئبق حيث انه يستمر بالارتفاع ثم يثبت لفترة دقيقة واحدة تقريبا 0 خلالها يجب اخذ القراءة والتي تمثل نقطة تجمد العينة 0

تؤدي اضافة الماء الى ارتفاع نقطة التجمد (الرقم يقل ويقترّب من الصفر) كما ان زيادة الحموضة تؤدي الى انخفاض نقطة التجمد (الرقم يزداد ويبتعد عن الصفر) عكس تاثير اضافة الماء 0 حيث انه في حالة الحموضة فان اللاكتوز يتحول الى حامض لاكتيك وبذلك يزيد من المواد الذائبة والمتاينة 0

والسبب الاخر فانه كلما زادت الحموضة فان الاملاح تتحول من الحالة الغروية الى الحالة الذائبة فبذلك تزداد المواد الذائبة وكلما تزيد حموضة الحليب عن 0,18% يجرى التصحيح على نقطة التجميد حيث يضاف 0,0034 درجة الى نقطة التجميد للعينة لكل زيادة في الحموضة مقدارها 0,1% فوق 0,18%

يتم حساب نسبة الماء المضاف كما يلي :-

ث- 1

$$\% \text{ للماء المضاف} = \frac{\text{ث} - 1}{100} \times (\text{المواد الصلبة الكلية})$$

ث

حيث ان ث 1 = نقطة انجماد الحليب الطبيعية 0

$$= \text{ث} = \text{نقطة انجماد العينة 0}$$

ثالثا :- معامل انكسار الحليب :-

عندما يمر شعاع ضوئي من وسط ذو كثافة أكبر فإنه ينحرف مساره الأصلي θ ويطلق على النسبة بين جيب زاوية السقوط وجيب زاوية الانكسار بمعامل الانكسار n هذه النسبة تكون ثابتة للسوائل النقية عند نفس درجة الحرارة وبنفس طول الموجة للضوء θ ويقاس معامل الانكسار باستخدام جهاز الريفراكتومتر n

معامل الانكسار للماء المقطر عند 20°C هو تقريبا $1,3329$ أما السوائل المحتوية على مواد ذائبة مثل الحليب فإن معامل الانكسار لها ترتفع قيمته عن معامل أنكسار الماء حسب كمية ونوعية المواد الذائبة وعلى هذا الأساس فإن تقدير معامل الانكسار يعتبر ذو فائدة في تحديد نسبة المواد الصلبة الذائبة n

ولتقدير معامل الانكسار في الحليب يجب ان يزال البروتين ومعه الدهن للحصول على السيرم الشفاف ولإجراء ذلك يضاف 3ml من حامض الخليك 25% الى 25ml من الحليب ويرشح من خلال ورقة الترشيح وباستعمال جهاز الريفراكتوميتر من نوع دايس يمكن تقدير معامل الانكسار n

ان متوسط معامل الانكسار للحليب البقري $1,3443$ n

ان متوسط معامل الانكسار للحليب الجاموسي $1,3454$ n

رابعاً: لزوجة الحليب :-

تعرف اللزوجة بانها المقاومة الناتجة عن احتكاك داخلي تبديه السوائل لقوة تغيير شكلها أي مقاومة الانسياب والسيولة η

الوحدة المطلقة للزوجة هي البوايز Poise وهي عبارة عن القوة التي اذا ما وقعت على وحدة المساحة بين مستويين متوازيين مساحة كل منهما 1cm^2 ويبعدان عن بعضهما مسافة 1cm يحدث اختلاف في سرعة الانسياب بين المستويين مقداره 1cm في الثانية η

والسنتيبوايز هو $100/1$ بوايز η

اللزوجة النسبية تعبر عن اللزوجة بالنسبة الى مواد قياسية مثل الماء الذي له لزوجة مطلقة مقدارها $1,005$ سنتيبوايز عند 20°C

فعلى ذلك فان سنتيبوايز الواحد يعرف بانه لزوجة الماء η والجهازان الشائعان لتقدير اللزوجة هما :-

1- جهاز ازوالد Ostwald ذو الانبوبة الشعرية η

2- جهاز هوبلر Hoppler ذو الكرات الساقطة η

ولتقدير اللزوجة باستعمال جهاز هوبلر يستخدم القانون التالي:-

$$Z = t(و\text{ك} - \text{وس}) \times \theta$$

Z = اللزوجة المطلقة مقدره بالسنتيبوايز

t = الوقت الذي استغرقته الكرة بالسقوط بالثانية θ

$و\text{ك}$ = الكثافة النوعية للكرة η

وس = الكثافة النوعية للسائل المختبر عند درجة الاختبار η

θ = ثابت خاص بالكرة المستخدمة η

متوسط لزوجة الحليب البقري $1,9285$ سنتيبوايز η

الجاموسي $2,3252$ سنتيبوايز η

خامساً:- تقدير جهد الاكسدة والاختزال :-

يمكن تقدير جهد الاكسدة والاختزال وذلك باستعمال جهاز ال PH meter مع استبدال القطب الزجاجي بقطب بلاتيني وتؤخذ القراءات بالملي فولت η

كيمياء البان عملي

الدرس العملي الرابع :-

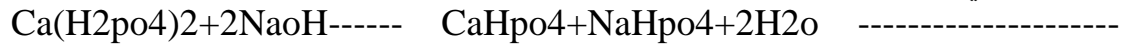
تقدير حموضة الحليب :-

تنقسم حموضة الحليب الى نوعين :-

1- الحموضة الاصلية :- وترجع الى التأثير الحامضي لبعض مكونات الحليب مثل الكازين واملاح الفوسفات والسترات وCO₂0

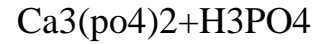
2- الحموضة المتولدة :- وترجع الى تكون مركبات حامضية اهمها حامض اللاكتيك نتيجة لنشاط الكائنات الحية الدقيقة 0

ويمكن تقدير حموضة الحليب بمعادلته بمحلول قلوي معلوم العيارية 0 واساس التقدير هو انه اذا اضفنا محلول قلوي الى الحليب فانه يستنفذه حتى يصل الى نقطة التعادل وتدل كمية القلوي على حامض اللاكتيك 0 وقد اتخذ هذا الحامض كاساس رغم ان الحليب الطازج لا يحتوي على نسبة تذكر منه 0 واثناء اجراء التعادل على عينة من الحليب الطازج تحدث بعض التفاعلات الثانوية والتي يمكن تلخيصها بالمعادلتين التاليتين:-



قاعدة فوسفات الكالسيوم
الحامضية الغروية

فوسفات الكالسيوم
الحامضية



حامض الفوسفريك فوسفات الكالسيوم

ونتيجة لهذا التفاعل فانه من اللازم اضافة زيادة من القلوي لمعادلة حامض الفوسفوريك المنفرد ويسمي Ling هذه الزيادة بالريع Over run وعلى ذلك فان توزيع حموضة الحليب الطازج عند تقديرها بطريقة تعادلها بالقلوي تكون:-

حموضة اصلية

ريع
 $\frac{1}{5}$

املاح حامضية وCO₂
 $\frac{2}{5}$

حموضة الكازين
 $\frac{2}{5}$

طرق تقدير الحموضة:-

1- طريقة الروزانيلين:- Rosaniline Method

وفيها تقدر حموضة 10مل من الحليب باستخدام هيدروكسيد الصوديوم 0,1ع بوجود 1مل من دليل الفينولفتالين الى ان نحصل على اللون الوردي الفاتح المطابق للون الذي نحصل عليه باضافة نقطة من خلات الروزانيلين 0,01% لحجم مماثل من عينة الحليب وتميز النتيجة ب

(ROS) والتي تعني 0Rosaniline Standered

وبصفة عامة فانه يلزم 1,7-2مل من القلوي 0,1ع لمعادلة الحليب الطازج 0 وفي هذه الحالة تحسب الحموضة على هيئة درجات أي كل 1مل محلول عياري (1ع) يعادل لتر حليب (1000مل) يعبر عنه بدرجة حموضة واحدة (أي انه 1مل 0,1ع يعادل 100مل حليب يعبر عنه بدرجة حموضة واحدة) 0 اي ان الحليب الذي يحتاج الى 2مل قلوي 0,1ع لكل 10مل

من نفس الحليب تكون حموضته 20 درجة 0

1مل Naoh أساسي = 1لتر حليب

N

1مل ---- = 100مل حليب

N 10

0,1مل Naoh ---- = 10مل حليب

10

وبما أن 10مل حليب أحتاجت 2مل من القاعدة 0 أذن تحسب الحموضة كما يلي :

N

كل 0,1 مل قاعدة ----- تعادل 10 مل حليب تعطينا درجة حموضة واحدة أذن 2 مل قاعدة
10
أحتاجتها العينة تعطينا ؟ س

$$\text{س} = \frac{1 \times 2}{0,1} = 20 \text{ درجة الحموضة}$$

الوزن الجزيئي ل NaoH = 40
أذن عند اذابة 40 غم من القاعدة في دورق زجاجي سعة 1 لتر ويكمل الحجم الى لتر بالماء
المقطر نحصل على محلول أساسي 0 (1N) 0

$$\begin{array}{l} \text{N} \\ \text{9} \\ \text{N} \\ \text{10} \end{array} \quad \begin{array}{l} 40 \\ \text{-----} \\ 4,4 = \text{غم تذوب في 1 لتر ماء مقطر نحصل على محلول قوته} \\ \text{9} \\ 40 \\ \text{-----} \\ 4 = \text{غم تذوب في 1 لتر ماء مقطر نحصل على محلول قوته} \\ 10 \end{array}$$

$$\begin{array}{l} \text{N} \\ \text{4} \end{array} \quad \begin{array}{l} 40 \\ \text{-----} \\ 10 = \text{غم تذوب في 1 لتر ماء مقطر نحصل على محلول قوته (--- أو 0,25ع)} \\ 4 \end{array}$$

$$\begin{array}{l} \text{N} \\ \text{C} = 12 \\ \text{H} = 1 \end{array} \quad \begin{array}{l} 1 \text{ لتر 1 أساسي NaoH} = 90 \text{ غم حامض اللاكتيك (CH}_3\text{CHOCOOH)} \\ \text{1 لتر --- NaoH} = 10 \text{ غم حامض اللاكتيك} \\ \text{9} \\ \text{N} \\ \text{1 مل ---- NaoH} = 0,01 \text{ غم حامض اللاكتيك} \\ \text{9} \end{array}$$

$$\begin{array}{l} \text{N} \\ \text{O} = 16 \end{array} \quad \begin{array}{l} \text{وبما أن 10 مل حليب من العينة أحتاجت 1,9 مل قاعدة ---} \\ \text{9} \end{array}$$

أذن عدد غم حامض اللاكتيك تحسب كما يلي :
N
1 مل قاعدة --- تعادل 0,01 غم حامض اللاكتيك
9

$$\text{س} \quad \frac{1,9}{\text{-----}}$$

$$\text{س} = \frac{0,01 \times 1,9}{1} = 0,019 \text{ غم}$$

وعند حسابها ل 100 مل حليب يكون الناتج :-

0,19 = 100 × 0,019 غم اللاكتيك
أي أن النسبة المئوية للحموضة هي 0,19 %
عدد مل القاعدة N/ 9

أي أن الحموضة = -----

10

2- طريقة سوكلت و هنكل : Soxhlet & Hcnkel

وفي هذه الطريقة تستعمل 0 هيدروكسيد الصوديوم 0,25 ع تحسب الحموضة على صورة درجات وفي هذه الحالة تكون درجة حموضة واحدة تساوي عدد مللترات القلوي 0,25 ع اللازمة لمعادلة 100 مل من الحليب 0

3- الطريقة البريطانية القياسية لتقدير حموضة الحليب :-

خطوات العمل :-

- 1- أخلط عينة من الحليب جيدا وأنقل 10 مل في جفنة 0
- 2- أضف 1 مل من دليل الفينولفثالين الى الجفنة ثم أضف 1 مل من هيدروكسيد الصوديوم الموجود في السحاحة وأستمر بالاضافة نقطة نقطة مع التقليب حتى يظهر اللون الوردي بنفس الدرجة الموجودة في عينة المقارنة على أن يستمر هذا اللون لمدة 20 ثانية 0

عدد الملليترات من هيدروكسيد الصوديوم 1/9 ع

النسبة المئوية لحمض اللاكتيك = -----

10

ملاحظة :-

يلزم تثبيت كمية الدليل المضافة حيث وجد أن زيادة كمية الدليل تؤدي الى ظهور اللون الوردي مبكرا مما يؤدي الى قيمة اقل من الحقيقة وكذلك العكس اذا ما قلت كمية الدليل 0

ثانيا: تقدير المواد الصلبة الكلية في الحليب :-

المواد الصلبة الكلية هي عبارة عن كل مكونات الحليب فيما عدا الماء وهذه يمكن تقديرها بطرق وزنية او بطرق حسابية 0

1- الطريقة الوزنية لتقدير المواد الكلية:-

وهذه تعتمد على تبخير الماء من عينة معلومة الوزن ثم زن المتبقي وتقدير نسبته الى العينة الاصلية 0

خطوات العمل:-

زن حوالي 5 مل بالضبط من عينة الحليب بعد مزجها جيدا في طبق معدني ذو قاعدة مسطحة قطره من 7-8 سم وعمقه 2 سم وله غطاء محكم ولكنه سهل القفل والفتح على ان يكون سبق غسل وتجفيف ووزن هذا الطبق وغطاه 0

ضع الطبق بدون غطاء على حمام مائي يغلي لمدة 30 دقيقة 0 جفف قاعدة الطبق وانقله هو والغطاء الى فرن ذي وسيلة تهوية جيدة على درجة حرارة 98-110 0

بعد 3 ساعات غط الطبق قبل اخراجه من الفرن وانقله الى مجفف نشط (دسكيتير Discature) بعد 30 دقيقة زن الطبق والغطاء ثم اعدهما الى الفرن مع رفع الغطاء عن الطبق والتسخين لمدة نصف ساعة 0

انقل الطبق مغطى الى المجفف وبرد وزن كما سبق ثم كرر هذه العملية لو لزم الامر حتى تصل الى ان يكون الفرق بين وزنين متتاليين لا يزيد عن 0,5 ملغم 0

وزن الطبق مع العينة بعد التجفيف - وزن الطبق فارغ

المواد الصلبة الكلية = ----- × 100

وزن الطبق مع العينة قبل التجفيف – وزن الطبق فارغ

ملحوظات :-

- 1- هذه الطريقة تطبق بالنسبة للحليب الطازج اما في حالة الحليب الذي تزيد نسبة الحموضة عن 0,2% مقدرة كحامض لاكتيك فان جزء من الحامض يفقد اثناء التجفيف لذلك فانه يلزم معادلة الحامض قبل التجفيف 0 ويستعمل لذلك محلول 0,1ع من هيدروكسيد السترنشيوم 0 بحيث يطرح من الوزن الجاف 0,0428غم لكل 1مل من هيدروكسيد السترنشيوم 0,1ع استعمل في التعادل 0
- 2- يجب تجفيف الطبق والغطاء قبل الاستعمال بالتسخين في الفرن لمدة لا تقل عن نصف ساعة ويبرد لمدة نصف ساعة 0
- 3- يفضل عمل مقارنة باستعمال طبق يحوي على ماء مقطر وذلك لملاحظة أي تغيير في الوزن يحدث للطبق اثناء التسخين 0
- 4- يجب ان تكون الاطباق في وضع افقي بحيث ان التجفيف يتم بانتظام بحيث ان المواد الصلبة تكون على هيئة طبقة رقيقة ذات سمك واحد 0
- 5- يجب ملاحظة انه في الافران الكهربائية تكون درجة الحرارة اقل نوعا ما من قاع الفرن كذلك عند الباب 0 بينما تكون اعلى من 100م عند الجدران 0 وبصفة خاصة في الاركان او الزوايا الداخلية 0 لذلك يجب عدم وضع الاطباق بجانب جدران الفرن كذلك يفضل عزلها عن الرفوف باستعمال مثلثات خزفية 0 ويراعى ان يكون الرف المستعمل في منتصف ارتفاع الفرن 0

- 6- يجب ان لايفتح الفرن اثناء فترات التسخين او المجفف اثناء التبريد 0 ولقد ادخلت تعديلات كثيرة على الطريقة الوزنية ومن اهم هذه التعديلات ما قام به Golding حيث استعمل اطباق من الالمنيوم قطرها 44ملم 0 وت تحديد وزن الحليب المستخدم ب 1غم بالضبط مما ادى الى انخفاض الوقت اللازم لاتمام التجربة 0
- ### 2- الطرق الحسابية لتقدير المواد الصلبة الكلية:-

يمكن تقدير المادة الصلبة الكلية في الحليب حسابيا وذلك من خلال معرفة نسبة الدهن والوزن النوعي للحليب باستخدام الطرق التالية:-

أ- مسطرة رتشموند الحاسبة وهي تستعمل للحليب البقري فقط 0

ب- باستخدام جداول خاصة 0

ج- بواسطة معادلات خاصة منها معادلات رتشموند للحليب البقري والجاموسي 0

معادلة رتشموند للحليب الجاموسي:-

$$0,27 \times L$$

المواد الصلبة الكلية = ----- + 1,191 \times د

$$1,032$$

معادلة رتشموند للحليب البقري :-

L

المواد الصلبة الكلية = ----- + 1,2 \times د + 0,14

4

حيث ان L = قراءة اللاكٹوميتر المعدلة 0

د = نسبة الدهن في الحليب 0

كيمياء البان عملي

الدرس العملي الخامس

بروتينات الحليب :-

تقدير بروتينات الحليب :-

تقدر بروتينات الحليب اما مجتمعة كبروتينات كلية او كمكونات فردية حيث يقدر كل من الكازين والالبومين والكلوبيولين كل على حده 0

1- طريقة كداهل :-

تنتشر هذه الطريقة لتقدير النتروجين الكلي في الحليب كطريقة دقيقة وتجرى على خطوتين رئيسيتين هما :-

اولا :- الهضم :-

أ- اوزن دورق معياري سعة 100مل بواسطة ميزان حساس ثم ضع فيه 10مل حليب واعد الوزن لمعرفة وزن الحليب ثم اكمل محتويات الدورق الى حد العلامة بالماء المقطر مع الخلط 0

ب- انقل 10مل من الحليب المخفف الى دورق كداهل (الكمية تعادل 1مل من عينة

او 1/10من الوزن 0

ج-اضف 10مل من حامض الكبريتيك المركز الخالي من النتروجين و2غم من كبريتات الصوديوم او البوتاسيوم مع 0,3غم من كبريتات النحاس 0

د-سخن على لهب هادي في البداية ثم لهب شديد حتى يصبح اللون شفاف ثم استمر بالتسخين لمدة ربع ساعة 0

هـ-برد ثم خفف المحتويات ب(150مل)ماء مقطر ثم امزج 0

ثانيا :- التقطير :-

اضف 25-30مل من محلول 50%هيدروكسيد الصوديوم والتي تصب باحتراس لتكوين طبق تحت المحلول الحامضي 0 يوصل الدورق عن طريق مصيدة بخار بجهاز التقطير 0 ومن الناحية الاخرى يوصل بمستقبل للامونيا الناتجة من التقطير 0 حيث يحتوي دورق الاستقبال على 10مل من 0,1ع حامض الهيدروكلوريك او حامض الكبريتيك وعدة نقط من دليل احمر المثل Methyl red بعد ذلك تقلب محتويات دورق التقطير باحتراس ويجب ان يكون الوسط قاعدي وذلك بتكوين لون بني من هيدروكسيد النحاسيك 0

(او انه يمكن ان يحتوي دورق الاستقبال على 10مل من حامض البوريك وفي هذه الحالة فان

الرقم الناتج من عملية التسحيح مع القاعدة يضرب في 6,38×مباشرة ليعطي نسبة البروتين) 0 يبدأ بالتقطير ويستمر لمدة تكفي لانتقال كل الامونيا لدورق الاستقبال (يجمع بحدود 150مل في

دورق الاستقبال) ويمكن التأكد من ذلك باختزال بعض النقط الناتجة من المكثف باستعمال ورقة

عبد الشمس 0 وفي النهاية تعادل الكمية من الحامض الموجود في الدورق المستقبل للامونيا

بواسطة محلول 0,1ع من هيدروكسيد الصوديوم الى نقطة تعادل دليل احمر المثل 0 يعمل

تجربة مقارنة مماثلة للتجربة الاصلية تماما مع عدم اضافة الحليب في دورق الهضم ومن

المعتاد ان تعطي المقارنة بنتيجة مقدارها 0,3مل من 0,1ع حامض هيدروكلوريك 0

احسب النسبة المئوية للبروتين؟
كمية الحامض 0,1 ع التي تم معادلتها بالامونيا الناتجة عن العينة = (10-حجم NaoH 0,1 ع
التي لزمتم لمعادلة الزيادة من الحامض)-المقارنة =س

$$\text{النسبة المئوية للنتروجين} = \frac{\text{س} \times 0,0014}{100} \times \text{وزن العينة}$$

النسبة المئوية للبروتين = النسبة المئوية للنتروجين $\times 6,38$
ويرجع الرقم 6,38 الذي يستخدم في تحويل النتروجين الى بروتين الى ان الكازين والالبومين
اللذان يمثلان الجزء الاعظم من البروتين يحتويان على حوالي 15,15% نتروجين لذلك فانه
وجد ان النسبة المئوية للبروتين الكلي يمكن الحصول عليها بدرجة مناسبة من الدقة بضرب
النسبة المئوية للنتروجين $\times 6,38$ الا ان ريتشموند اعتبر الرقم منخفض وان الرقم الافضل هو
6,39 او 6,40 يلاحظ انه عند تقدير البروتين الكلي بهذه الطريقة فان النتروجين الغير
البروتيني يدخل في الحساب وذلك بسبب خطأ 0 الا ان قيمته صغيرة ويفقد اهميته عند مقارنة
نتائج عينات مختلفة 0

2- طريقة الفورمول: - The Formol(Aldehyde)Method

من الحقائق الثابتة ان اضافة الفورمدهايد المتعادل للحليب تزداد حموضته بالتعادل بالقاعدة 0
ويرجع ذلك الى اتحاد مجموعة الالدهايد مع مجموعة الامين الموجودة بالبروتين وبذلك يظهر
التاثير الحامضي لمجموعة الكربوكسيل وتتفاعل مع القاعدة 0
وعلى ذلك فانه من المتوقع ان توجد علامة بين نسبة البروتين ومقدار الزيادة في الحموضة
الناشئة عن اضافة الفورمدهايد 0
وقد امكن للكثير من الباحثين ايجاد عامل ثابت للعلامة بين نسبة البروتين في الحليب ومقدار
الحموضة الناتجة من اضافة الفورمدهايد 0
خطوات العمل:-

يوضع 10 مل من الحليب بواسطة ماصة في ورق مخروطي مناسب و يضاف اليها 1 مل من
دليل الفينولفتالين 0

تعادل حموضة الحليب بالتنقيط بمحلول 0,1 NaoH ع حتى يظهر اللون الوردي مع الاحتراس
من زيادة القلوي عن نقطة التعادل 0

عند الوصول الى نقطة التعادل بالضبط يضاف 2 مل من محلول الفورمالين ويقلب الحليب فيزول
اللون الوردي 0 يعاد التعادل ثانية بمحلول هيدروكسيد الصوديوم 0,1 ع حتى يظهر اللون
الوردي وتقدر كمية القلوي التي استعملت في التعادل الاخير 0

تعمل تجربة مقارنة وذلك باستعمال 2 مل من الفورمدهايد 40% و اضافة 10 مل ماء مقطر +
1 مل دليل الفينولفتالين وتعادل بمحلول 0,1 NaoH ع 0

تطرح كمية القلوي التي لزمتم في تجربة المقارنة من الكمية التي لزمتم لمعادلة الحموضة التي
نتجت بعد اضافة الفورمدهايد لعينة الحليب المتعادلة فينتج رقم الفورمول 0

تحسب نسبة البروتين والكازين في الحليب كما يلي :-

$$\% \text{ للكازين بالحليب البقري} = \text{رقم الفورمول} \times 1,36$$

$$\% \text{ للبروتين بالحليب لبقري} = \text{رقم الفورمول} \times 1,67$$

$$\% \text{ للكازين بالحليب الجاموسي} = \text{رقم الفورمول} \times 1,42$$

$$\% \text{ للبروتين بالحليب الجاموسي} = \text{رقم الفورمول} \times 1,66$$

الا ان هذه الطريقة تعتبر طريقة تقديرية (تقريبية) لتقدير البروتين في الحليب 0
ملاحظة:- اقترح Pyne اضافة كمية من اوكزالات البوتاسيوم الى العينة قبل التعادل وذلك
 لمنع التأثير المربك للكالسيوم الذائب على كفاءة التقدير 0

3-طريقة الصبغات:- (Dye-binding(Adsorption)

تتحد البروتينات كمياع بعض الصبغات مثل black – Amido أو Orange – G وتكون
 معقد غير ذائب 0 فعند اضافة كمية معلومة من هذه الصبغات الى وزن معلوم من الحليب تتحد
 كمية من الصبغة مع البروتين و يترسب البروتين ويرشح المصل فإنه من المتوقع أن تقل نسبة
 تركيز أو قوة الصبغة في المحلول عن المحلول الاصلي هذا النقص يتناسب مع كمية البروتين
 في العينة 0

4- طريقة تقدير الحموضة :- Acidiy PH Method:

لقد أشار Harris أن البروتين يمكن تقديره بقياس كمية الحامض و القلوي المعلوم العيارية
 اللازم لتغيير قيمة ال PH لحجم معلوم من العينة من قيمة الى أخرى مع عمل تجربة مقارنة
 لتقدير كمية الحامض و القلوي اللازم لتغيير ال PH بنفس الدرجة في محلول خالي من البروتين
 0 وبطرح قيمة المقارنة من نتيجة التجربة فإن كمية القلوي أو الحامض الناتجة تعبر عن كمية
 البروتين الموجود في العينة 0

وبالنسبة للحليب فان المكونات التي توجد في الحليب يكون لها تأثير على ال PH هي كل من
 البروتين و املاح السترات و الفوسفات و عموما فان في حالة الحليب العادي فان نسبة املاح
 السترات و الفوسفات الى نسبة البروتين تكاد تكون ثابتة كذلك نسبة الكازين الى الالبومين وبذلك
 فان التأثير على ال PH في الحليب العادي يكون مرتبط بكمية البروتين 0
 وبالنسبة للحليب فان تغير ال PH في هذا الاختبار يكون في المنطقة من 4-6,7 0
 لقد وجد انه باستعمال 10مل من الحليب فان عدد المليمترات من حامض الهيدروكلوريك 0,1ع
 التي تلزم لتغير ال PH من 6,65 - 5,20 تساوي عدديا نسبة البروتين في العينة 0
 ولاشك فان هذا الاختبار يعتبر ايضا اختبارا تقريبا ولا يصلح تطبيقه الا في حالة العينات
 الطبيعية 0

المعادلات الكيمياوية التي توضح التفاعلات التي تحدث في مرحلتي الهضم والتقطير في طريقة كلاهل هي :-

- 1- Protein + H₂SO₄ ----- SO₂ + NH₄ + CO₂ + H₂O
 هضم 410-370 ابخرة بيضاء
- 2- NH₄ + H₂SO₄ ----- (NH₄)₂SO₄
 كبريتات الامونيوم
- 3- (NH₄)₂SO₄ + NaOH ----- NH₄OH + Na₂SO₄
 كبريتات الامونيوم قاعدة هيدروكسيد الامونيوم كبريتات الصوديوم
- 4- NH₄OH ----- NH₃ + H₂O
 تقطير
- 5- NH₃ + HCL ----- NH₄CL
 0,1ع كلوريد الامونيوم
- 6- HCL + NaOH ----- Nacl + H₂O
 0,1ع 0,1ع متبقي

كيمياء البان عملي

الدرس العملي السادس

توزيع النتروجين في الحليب بطريقة رولاند :-

اولا:- النتروجين الكلي :-

سبق شرح طريقة تقديره في العملي السابق بطريقة كداهل 0

ثانيا:- النتروجين غير الكازيني :-

1- انقل بماصة 10مل من الحليب الى دورق معياري سعة 100 مل معلوم الوزن 0

2- زن الدورق بما يحتويه من حليب لمعرفة وزن العينة بالضبط 0

3- اضف 70-80مل من الماء درجة حرارته 40م ثم 1مل من محلول حامض الخليك 10%

(لخفض ال PH الى نقطة التعادل الكهربائي) ثم قلب محتويات الدورق واتركه لمدة 10

دقائق 0

4- اضف 1مل من خلات الصوديوم 1ع ثم قلب محتويات الدورق جيدا 0

5- اترك الدورق بمحتوياته حتى يبرد الى درجة حرارة الغرفة ثم اكمل الحجم الى 100 مل

بالماء المقطر ثم قلب ثانية واترك الدورق جانبا حتى يستقر الراسب 0

6- رشح محتويات الدورق مستعملا ورق ترشيح واستقبل الراشح في دورق مخروطي جاف 0

7- انقل 10مل من الراشح (تعادل 1مل من العينة الاصلية و 1/10من وزن العينة) الى دورق

كداهل سعة 300-500مل واحتفظ بالراشح لتقدير نتروجين الكلوبوليون(خامسا) 0

8- اضف 10مل من حامض الكبريتيك المركز و 2غم من كبريتات البوتاسيوم و 2غم كبريتات

النحاس ونقطتين من الزئبق او اوكسي كلوريد السيلينيوم او 2,5غم من مخلوط الهضم المعطى

لك 0

9- اهضم محتويات الدورق حتى تصبح شفافة ثم استمر بالتسخين لمدة 15 دقيقة 0

10- برد ثم انقل دورق كداهل الى جهاز التقطير بعد اضافة 150 مل ماء مقطر بارد ثم 25مل

من محلول هيدروكسيد الصوديوم 50% 0

11- استقبل الامونيا الناتجة اثناء التقطير في دورق مخروطي يحتوي على 10مل حامض

كبريتيك 0,1ع و اضف اليه 2-3 نقاط من دليل احمر المثل 0

12- احسب النسبة المئوية للنتروجين غير الكازيني كما سبق في حساب النتروجين الكلي ودون

النتيجة 0

س $0,0014 \times$

% للنتروجين غير الكازيني = $100 \times$ -----

وزن العينة

س = (10- حجم NaOH و 1ع التي لزمتم لمعادلة الزيادة من الحامض)-المقارنة

13- احسب عدد الكازين مستخدما النتائج التي حصلنا عليها في الدرس العملي السابق على

النحو التالي:-

النتروجين الكازيني = النتروجين الكلي - النتروجين غير الكازيني

النتروجين الكازيني

عدد الكازين = $100 \times$ -----

النتروجين الكلي

ثالثا :- النتروجين غير البروتيني :- NPN Non protein nitrogen

- 1- انقل 10مل من الحليب الى دورق معياري معلوم الوزن سعة 50مل ثم زن الدورق ثانية لمعرفة وزن العينة 0
- 2- اكمل حجم الدورق الى العلامة باستعمال محلول 15% من حامض ثالث كلوريد الخليك TCA ثم قلب بشدة واترك الدورق حتى يستقر الراسب ويصبح المحلول فوقه رائق تماما 0
- 3- رشح باستعمال ورق ترشيح واستقبل الراشح في دورق جاف 0
- 4- انقل 10مل من الراشح (تعادل 2مل من الحليب او 1/5 من وزنه) الى دورق كداهل 0
- 5- ثم اكمل الهضم والتقطير كما سبق 0

رابعا:-النتروجين غير البروتيني+نتروجين البروتيز ببتون:-

- 1-سخن عينة الحليب الى 95م واستمر في التسخين مدة 15 دقيقة 0 وتكفي هذه المعاملة لتغيير طبيعة الالبومين و الكلوبولين بحيث يتم ترسيبها تماما مع الكازين 0
 - 2- يرسب الكازين مع الالبومين والكلوبولين بنفس الطريقة المستخدمة في تقدير النتروجين غير الكازيني (ثانيا) 0
 - 3- رشح ثم اهضم ثم قطر 10مل من الراشح واستقبل الامونيا في 10مل من الحامض 0
- خامسا :- نتروجين الكلوبيولين:-

- 1- انقل بماصة 20مل من الراشح الخالي من الكازين(ثانيا) الى دورق سعة 50مل 0
- 2- اضف بضع قطرات من دليل البروم تايمول الازرق 0 ثم اضف بضع مللترات من محلول هيدروكسيد الصوديوم 0,1ع حتى يتغير لون الدليل ويقع ال PH بين 6,8-7,2 ويلزم حوالي 2-2,5 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم في حالة راشح الحليب الطبيعي 0
- 3- اضف كبريتات المغنيسيوم مع التقليل حتى ينتشع المحلول ويحتاج من 18-20غم 0
- 4- دفي المحلول الى 30م ثم اترك المحلول لمدة 12ساعة على درجة حرارة الغرفة 0 ثم رشح مستخدما ورق ترشيح (مع نقل جميع الراسب الموجود بالكاس الى ورق الترشيح باستخدام محلول مشبع من كبريتات المغنيسيوم) 0
- 5- انقل ورق الترشيح مع الراسب الى دورق كداهل ثم اهضم وقطر كما في (ثانيا) 0

من التقديرات السابقة يمكن حساب نتروجين المكونات التالية:-

النتروجين الكازيني = اولا - ثانيا

نتروجين الالبومين والكلوبيولين= ثانيا - رابعا

نتروجين الالبومين = ثانيا - (رابعا+ خامسا)

نتروجين البروتيز ببتون = رابعا - ثالثا

ويمكن حساب كمية البروتين من كل مكون بضرب النسبة المئوية للنتروجين الذي يوجد

$$0,638 \times$$

كيمياء البان عملي

الدرس العملي السابع

تقدير اللاكتوز في الحليب :-

اولا:- بطريقة اختزالية (طريقة لين- اينون):-

- 1- محلول خلات الزنك :- ويحضر باضافة 3مل من حامض الخليك الثلجي الى 21,9غم خلات الزنك في 100مل /سم 3 ماء مقطر 0

- 2- محلول حديدوسيانييد البوتاسيوم:- ويحضر باضافة 10,6غم من حديد وسيانييد البوتاسيوم في 100مل ماء مقطر 0
- 3- محلول فهلنك أ :- ويحضر باذابة 34,639غم من كبريتات النحاس المتبلورة النقية $CUSO_4 \cdot 5H_2O$ ويكمل الى 500مل في دورق معياري بالماء المقطر 0
- 4- محلول فهلنك ب:- يحضر باذابة 173غم ملح روشل Rochel Salt (طرطرات الصوديوم والبوتاسيوم) ثم يضاف 51-55غم $NaOH$ مذابة في الماء وتخلط جيدا ثم يكمل الحجم الى 500مل بالماء المقطر 0
- 5- دليل ازرق المثلين 0,1% حديث التحضير 0
- 6- محلول لاكتوز :- تجفف بلورات اللاكتوز النقية في مجفف مفرغ يحتوي على H_2SO_4 مركز لمدة 6ساعات ويوزن 5غم من هذه البلورات وتذاب في الماء المغلي بعد تبريده ثم يكمل الى لتر 0
- خطوات العمل:-

اولا:- معايرة محلول فهلنك:-

- 1- انقل بماصة 10مل من محلول فهلنك أ+10مل من محلول فهلنك ب الى دورق مخروطي سعة 300-400مل 0
- 2- املا سحاحة بمحلول اللاكتوز 0,5% ثم اضع الى الدورق المخروطي 25مل من محلول اللاكتوز الموجود في السحاحة 0
- 3- ضع الدورق فوق شبكة معدنية وسخن للغليان 0 استمر في التسخين مدة دقيقتين بعد بدء الغليان 0
- 4- اضع 3-5نقط من دليل ازرق المثلين ثم امسك السحاحة باليد و اضع منها نقط من محلول اللاكتوز كل 10 ثواني مع استمرار التسخين وحتى يختفي لون الدليل الازرق 0
- 5- اعد التجربة مستعملا كمية من محلول اللاكتوز تقل بمقدار نصف مل عن المستعمل في التجربة السابقة ثم سخن للغليان واستمر دقيقتين و اضع الدليل ثم اضع محلول لاكتوز بنفس الطريقة حتى اختفاء لون الدليل 0 مع ملاحظة الا تزيد مدة الغلي عن 4 دقائق 0
- 6- احسب كمية محلول 0,5% لاكتوز التي لزمتم لمعايرة 10مل من كل من محلول فهلنك أ و ب 0

ثانيا:- تقدير اللاكتوز في عينة الحليب :-

- 1- ضع 25مل من الحليب في دورق معياري سعة 250مل ثم اضع 50مل ماء مقطر و 5مل من محلول خلات الزنك و 5مل من محلول حديد وسيانييد البوتاسيوم 0 قلب مع كل اضافة ثم اضع قليلا من بلورات او كزالات البوتاسيوم (0,1-0,2غم) لازالة ايونات الكالسيوم والرصاص لتوضيح نقطة النهاية 0 ثم اكمل الحجم الى 250مل بالماء المقطر ثم رشح 0
- 2- ضع في دورق مخروطي سعة (300-400مل) 10مل من محلول فهلنك أ +10مل من محلول فهلنك ب 0
- 3- اضع الى محتويات الدورق المخروطي 25مل من الحليب المخفف (2,5مل حليب مركز) وسخن الى الغليان 0 استمر في الغليان لمدة دقيقتين 0
- 4- اضع 3-5 نقط من دليل ازرق المثلين ثم اضع محلول 0,5% لاكتوز من السحاحة حتى اختفاء لون الدليل 0 (الازرق) 0
- 5- اعد التجربة مستعملا 10مل من فهلنك أ + 10مل من فهلنك ب +25مل حليب مخفف اخرى 0
- 6- احسب النسبة المئوية للاكتوز في الحليب كما يلي :-

إذا فرضنا ان كمية محلول اللاكتوز 0,5% التي عادلته فهناك = 27,5 مل
 وإذا = = = = لمعادلة 25 مل حليب مخفف + فهناك = 3,5 مل
 اذن كمية اللاكتوز 0,5% التي توجد في 25 مل حليب مخفف هي 24 مل
 25 مل حليب مخفف = 2,5 مل حليب اصلي قبل التخفيف
 0,50

النسبة المئوية للاكتوز في الحليب = $24 \times \frac{0,5}{2,5} \times 100 = 4,8\%$

عدد مل من المحلول السكري \times تركيز المحلول السكري

بعبارة اخرى % للاكتوز = $100 \times \frac{\text{وزن الحليب}}{\text{عدد مل من المحلول السكري}}$

ثانيا بطرق لونية :-

طريقة بارنيت وتواب :- Barnett and Tawab

وهي طريقة سريعة تستغرق حوالي ربع ساعة تعتمد على مزج الحليب بحامض الكبريتيك والفينول ثم قياس تركيز اللون الذي يتكون 0 ويتناسب تركيزه طرديا مع نسبة اللاكتوز 0 المحاليل اللازمة :-

- 1- محلول فينول 80% يحضر باضافة 80 غم من بلورات الفينول الى 20 مل ماء مقطر والتسخين حتى تمام الذوبان ثم يبرد ويحفظ في زجاجة بنية 0
- 2- حامض كبريتيك نقي ومركز 0
- 3- محلول قياسي من اللاكتوز يحضر باذابة 0,05 غم من اللاكتوز النقي في لتر ماء مقطر 0

طريقة العمل :-

اولا:- عمل منحنى قياسي (بياني) لمحلول اللاكتوز القياسي 0

- 1- خذ الحجم التالي من محلول اللاكتوز القياسي 0
 0,2 - 0,4 - 0,8 - 1,2 - 1,6 مل ثم ضعها في الانابيب الخاصة بجهاز تقدير الالوان ثم اكمل حجم كل منها الى 2 مل باضافة ماء مقطر 0
- 2- جهز انبوتان اخريتان ضع في الاولى 2 مل ماء مقطر (تجربة مقارنة) وفي الثانية 2 مل من محلول لاكتوز قياسي 0
- 3- اضع الى الانابيب جميعها (7 أنابيب) 6 نقط من محلول الفينول بواسطة ماصة مدرجة ساعة 1 مل 0
- 4- اضع 5 مل من حامض الكبريتيك المركز بواسطة ماصة مع النفخ بقوة ونزول الحامض مباشرة فوق المحلول بالانابيب ليختلط جيدا (لاينزل الحامض على جدار الانبوبة) 0 لاحظ تكون لون اصفر (بني مصفر) ثابت لمدة ساعة على الاقل 0
- 5- اترك الانابيب حوالي 10 دقائق حتى تبرد 0 ثم قس تركيز اللون المتكون على موجة طولها 490 ملي مايكرون (490 nm) مع ضبط الجهاز على الصفر بانبوبة البلايك في جهاز تقدير الالوان السبيكتروفوتومتر 0
- 6- استخدم القراءات المتحصل عليها في رسم خط بياني لمنحني اللاكتوز مقابل التراكيز السابقة 0

ثانياً :- تقدير اللاكتوز في عينة الحليب :-

- 1- ضع 1مل حليب في دورق معياري سعة لتر واكمل الى العلامة بالماء المقطر مع الرج جيداً (او 0,5مل----<500مل) 0
- 2- انقل 2مل من الحليب المخفف الى انبوبة الاختبار ثم اصف اليها 6 نقط من محلول الفينول ثم 5مل من حامض الكبريتيك المركز 0
- 3- استكمل الاختبار كما سبق واقرأ تركيز اللون في الجهاز 0
- 4- استخرج ما يقابل القراءة من اللاكتوز مستخدماً المنحنى البياني 0
- 5- احسب مقدار اللاكتوز الذي يقابل قراءة العينة الاخيرة كما يلي :-
مقدار اللاكتوز في 2مل عينة الحليب المخفف بالميكرو غرام =
قراءة عينة الحليب المخفف x مقدار اللاكتوز بالميكرو غرام في انبوبة المحلول القياسي

قراءة انبوبة المحلول القياسي

مقدار اللاكتوز بالميكرو غرام في 2مل من عينة الحليب المخفف

وتكون النسبة المئوية للاكتوز في عينة الحليب = -----

20

<u>سكر اللاكتوز (غم)</u>	<u>ماء مقطر (مل)</u>
0,05	1000
x	2
2×0,05	
= X = ----- = 0,0001 غم = 10 مايكرو غرام	
1000	

تركيب سكر اللاكتوز C12H22O11

1 غم لاكتوز = 1000 مليغرام

1 غم لاكتوز = 1000000 مايكرو غرام

0,05 غم = 50000 مايكرو غرام

50000 مايكرو غرام 1000 ماء مقطر

X

2×50000

= X = ----- = 100 مايكرو غرام مقدار اللاكتوز في 2مل محلول قياسي

1,4 (قراءة السبيكترو) × 100

1000

مقدار اللاكتوز في 2مل عينة حليب مخففة بالميكرو غرام = -----

2(قراءة السبيكترو)

140

= ----- = 70

اذن النسبة المئوية للاكتوز = ----- = 3,5%

كيمياء البان عملي

الدرس العملي الثامن

اولا: تقدير الرماد الكلي في الحليب:-

- 1- زن حوالي 5غم بالضبط من عينة الحليب في جفنة حرق جافة معلومة الوزن ونظيفة 0
- 2- ضع الجفنة على حمام مائي يغلي او على حمام رملي او على مسخن كهربائي حتى تجف محتوياتها تماما 0
- كسر القشدة المتكونة على السطح حتى لايفور الحليب مع مراعات ان يكون التسخين هينا 0
- 3- انقل الجفنة الى فرن الحرق على درجة حرارة 550م واستمر في الحرق حتى الحصول على رماد ابيض 0
- 4- برد الجفنة في مجفف (دسكيتير) ثم زنها 0
- 5- احسب النسبة المئوية للرماد في العينة 0

وزن الرماد

وهي = 100 × -----

وزن عينة الحليب

ثانيا: تقدير الكلور في الحليب:-

أ: الطريقة المباشرة:-

1- محلول 10% كرومات البوتاسيوم

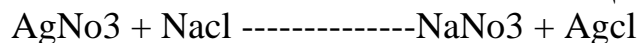
ع

2- محلول ----- (0,05) نترات الفضة

20

خطوات العمل:-

- 1- انقل 10مل من عينة الحليب الى دورق مخروطي سعة 250مل 0
- 2- خفف محتويات الدورق باضافة 30مل ماء مقطر خالي من الكلور 0
- 3- اضف 1مل من محلول كرومات البوتاسيوم 10% كدليل 0
- 4- عادل محتويات الدورق بواسطة محلول نترات الفضة 0,05ع مع الرج المستمر حتى ظهور لون احمر طوبي باهت ويتم التعادل طبقا للمعادلتين التاليتين:-



نترات الفضة

نترات الصوديوم

كلوريد الفضة



نترات الفضة غير المتفاعلة

كرومات الفضة راسب احمر طوبي نترات البوتاسيوم

احسب النسبة المئوية للكلور في الحليب على اساس ان كل 1مل من محلول نترات الفضة 0,05ع تكافئ 0,00177غم كلور 0

عدد مل من نترات الفضة × 0,00177

وتكون النسبة المئوية للكلور = ----- × 100

عينة الحليب (10مل)

طريقة الهضم :-

المحاليل اللازمة :-

محلول نترات الفضة 0,05ع

حامض نترريك مركز 10%

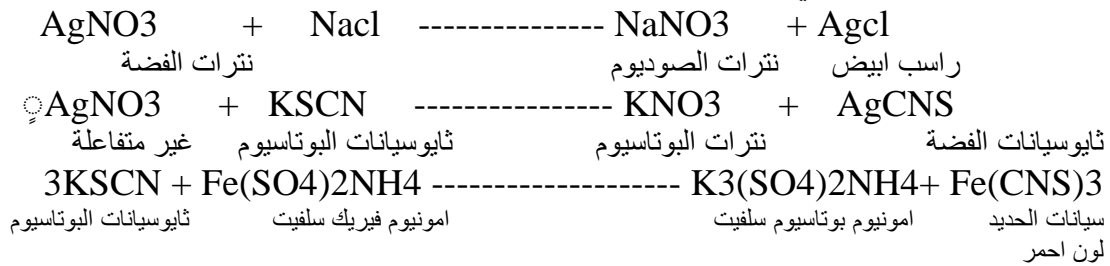
محلول ثايوسيانات البوتاسيوم 0,05ع (KSCN)

اسيتون

دليل شب الحديد Fe(SO₄)₂NH₄ Amonium Ferric Sulfate

خطوات العمل:-

- 1- انقل بواسطة ماصة (10مل) من عينة الحليب الى دورق مخروطي سعة 250مل0
- 2- اضع بماصة الى الدورق (10مل) من محلول نترات الفضة 0,05ع 0
- 3- اضع (10مل) من حامض النترريك المركز الى الدورق 0
- 4- سخن الدورق تسخيناً هيناً ولاحظ تصاعد غازات اكاسيد النتروجين 0
- 5- استمر في الغلي لمدة 3-4 دقائق حتى يقف تصاعد الابخرة 0
- 6- برد محتويات الدورق واضف 100مل ماء مقطر ثم 6مل من الاسيتون لتحسين ظهور نقطة التعادل ثم 1مل من دليل شب الحديد 0
- 7- عادل الزيادة من نترات الفضة باستخدام محلول ثيوسيانات البوتاسيوم 0,05ع حيث يتم التفاعل على 3 مراحل هي :-



8- احسب النسبة المئوية في العينة بنفس الطريقة السابقة 0

ملاحظة:-

استخدم النسبة المئوية للاكتوز في عينة الحليب التي تم الحصول عليها في الدرس العملي السابق (تقدير اللاكتوز) في حساب عدد (Koostler) وهو =
% للكلوريدات

$$\text{عدد Koostler} = \frac{\text{عدد الكالسيوم}}{100} \times 100 = \text{عدد الكالسيوم} \%$$

كيمياء البان عملي

الدرس العملي التاسع

تقدير الكالسيوم والمغنيسيوم باستخدام دليل الكالسين :-

يمكن تقدير الكالسيوم والمغنيسيوم في الحليب بالتنقيط بمحلول EDTA بوجود دليل الكالسين 0 ويعمل EDTA على تجميع العناصر الفلزية والارتباط بها 0 ويتوقف تقدير الفلز على ال PH والدليل المستخدم 0

وفي حالة تقدير الكالسيوم بمفرده فإنه يقدر على PH مقداره 13,5 0

اما الكالسيوم والمغنيسيوم فإنهما يقدران معا على PH مقداره 12 0

المحاليل اللازمة :-

1- محلول EDTA 0,05ع وذلك بوزن(9,307غم) من مادة اثيلين داي أمين تنرا أسيتك أسد داي صوديوم(فوسفات الصوديوم) في لتر من ماء مقطر خالي من الايونات 0

2- محلول قياسي من الكالسيوم(0,05ع) وذلك بوزن(2,5025غم) كربونات الكالسيوم النقية(سبق تجفيفها على100م) حتى ثبات الوزن في قليل من الماء المقطر ثم يضاف لها حوالي 20مل من حامض HCL المركز النقي لاذابتها ثم يكمل الحجم بالماء المقطر الخالي من الايونات 0

3- محلول KOH(8ع) ويحضر باذابة(448 غم) في الماء ثم يكمل الحجم الى لتر 0

4- محلول دليل الكالسين الذي يحضر باذابة (2,0غم) منه في 25مل NaoH 0,1ع ثم يخفف المحلول الى 100مل من الماء ويحفظ في زجاجة معتمة 0

خطوات العمل :-

1- ينقل 25مل من عينة الحليب الى دورق معياري سعة 500مل ثم يكمل بالماء الى العلامة 0

2- يؤخذ 50مل من الحليب المخفف سابقا (تعادل 2,5مل من عينة الحليب الاصلية)في دورق مخروطي سعة 100مل ويضاف اليها 5مل من محلول EDTA 0

لتقدير الكالسيوم والمغنيسيوم :-

3- وعادة يضاف كمية من KOH (8ع) الى محتويات الدورق تكفي لرفع رقم الPH الى 12 يضاف حوالي (15،0-2،0مل) ثم يضاف 3 نقط من دليل الكالسين 0 ويلاحظ ان لون العينة يكون وردي 0

4- يجري عمل تعادل رجعي لمعادلة الزيادة من EDTA وذلك بمحلول الكالسيوم القياسي حتى الوصول الى اللون الاخضر الثابت وتسمى هذه النقطة بنقطة التعادل الاولى (ح 1) 0

لتقدير الكالسيوم:-

5- يضاف الى نفس محتويات الدورق السابق كمية من (KOH) (8ع) تكفي لرفع الPH الى 13,5 (حوالي 1,5مل منها) ويلاحظ تحول اللون مرة اخرى الى اللون الوردي 0

6- تجرى عملية تنقيط باستخدام محلول الكالسيوم القياسي حتى اللون الاخضر مرة اخرى وتسمى هذه بنقطة التعادل الثانية (ح 2) ولسهولة تمييز نقطة التعادل توضع ارضية سوداء اسفل الدورق المحتوي على المحلول 0

الحساب:- (حجم EDTA-حجم محلول الكالسيوم ح 1)×ع

مليمكافئات (Ca+Mg)/100مل حليب = ----- ×100

حجم عينة الحليب المستخدم

(حجم EDTA-حجم محلول Ca القياسي)ح 1+ح 2

مليمكافئات Ca/100مل حليب = ----- ×100

حجم العينة

ملغم كالسيوم = مليمكافئات الكالسيوم (السابقة) $20 \times$

ملغم $100/Mg+Ca$ = مليمكافئات $100/Mg+Ca$ مل-مليمكافئات Ca

اذن ملغم للمغنيسيوم = مليمكافئات المغنيسيوم $12 \times$

كيمياء البان عملي

الدرس العملي العاشر

الخواص الكيمياوية لدهن الحليب :-

رقم ريخارت ميسل :- هو عدد الملترات من محلول قلوي قوته 0,1 ع اللازم لمعادلة الاحماض الدهنية الطيارة (في بخار الماء) القابلة للذوبان في الماء والنااتجة من تقطير (5غم) دهن باتباع طريقة ذات مواصفات خاصة وفي اجهزة ذات مقاييس خاصة 0

طريقة العمل:-

اولا :- عملية التصبن :-

1- اوزن (5غم) من الدهن النقي في دورق بولنك 0
2- اضف 20مل كلسرين و 2مل محلول $50\%NaOH$ (فائدة الكلسرين هي المساعدة في بدء عملية التصبن ورفع درجة الغليان ومنع احتراق الدهن) 0
3- سخن محتويات الدورق فوق اللهب المباشر تسخيننا هينا مع الرج الخفيف المستمر حتى يتم تصبن الدهن بما في ذلك النقط الملتصقة بالاجزاء العلوية من الدورق ويصبح المحلول رائقا تماما) وتستغرق عملية التصبن السابقة من 5-8 دقائق تقريبا واحيانا تصل الى 10 دقائق 0
بعدها غط فوهة الدورق بزجاجة ساعة وتترك لتبرد 0

ثانيا:- التقطير :-

4- يضاف بعد عملية التبريد وقبل ان يجمد الصابون 93مل ماء مقطر ساخن على درجة 85-90م وذلك لاذابة الصابون 0
5- يضاف 0,1غم مسحوق حجر خفاف يليها مقدار 50مل محلول حامض كبريتيك مخفف (2,5%) ثم يوصل الدورق في الحال بجهاز التقطير بعد وضع دورق معياري ذو علامتين من 100 و 110 مل اسفل المكثف 0
6- سخن ببطى اولاً دون ان تغلي محتويات الدورق حتى يتم انصهار جميع الاحماض غير الذائبة ثم يقوى اللهب وينظم بحيث يتم تقطير وجمع 110مل من المقطر مدة تتراوح ما بين 19-21 دقيقة 0
7- بمجرد وصول السائل المتكثف الى علامة 110مل يرفع اللهب كما يرفع ايضا الدورق المعياري ويوضع بدلا منه بيكر سعة 25مل لجمع ما قد يتكثف من قطرات 0
8- يسد الدورق المعياري ثم يوضع في حمام مائي على درجة 15م لمدة 10 دقائق بحيث يغمر في الماء الى العلامة 110مل 0
9- يرفع الدورق وتقلب محتوياته 4-5 مرات دون رج شديد 0
10- ترشح محتويات الدورق خلال ورق ترشيح قطرها 9سم واستبعد القطرات الاولى من المترشح (نحو 5مل) ثم يستقبل باقي المترشح في دورق معياري جاف سعة 100مل ويجمع به 100مل من المترشح 0 يغطى الدورق ويحتفظ به لتقدير رقم ريخارت 0
11- تفك توصيلة الجهاز ويغسل المكثف غسلا جيدا باستخدام 15 مل من الماء المقطر البارد ثم يجمع ماء الغسيل في الدورق المدرج السابق وضعه اسفل المكثف ثم يغسل به الدورق المعياري (110مل) ثم ورقة الترشيح 0

12- تكرر عملية الغسيل السابقة ثلاث مرات متتالية وبنفس النظام المشار اليه مع ملاحظة عدم البدء في الغسيل للمرة التالية قبل الانتهاء تماما من المرة السابقة 0
 13- يوضع اسفل القمع دورق مخروطي جاف ثم تكرر عملية الغسيل بنفس النظام السابق ثلاث مرات باستخدام 15مل كحول متعادل في كل مرة وذلك لاذابة الاحماض الدهنية الطيارة الغير ذائبة في الماء 0

14- يجمع المترشح الكحولي في الدورق المخروطي ثم يسد ويحتفظ به لتقدير رقم بولنك 0
 15- تعاد التجربة من البداية على هيئة تجربة صورية بدون عينة الدهن وذلك للمقارنة 0Blank

أ- تقدير رقم ريخارت :-

صب محتويات الدورق المعياري 100مل والمحتوي على الاحماض الدهنية الطيارة والذائبة في الماء الى دورق مخروطي ثم اضعف (0,1مل) دليل فينولفتالين 0 وعادل باستخدام محلول (0,1ع) هيدروكسيد الصوديوم حتى قرب نهاية التعادل حيث يغسل بالمحلول القريب من التعادل في الدورق المعياري الذي كان به المحلول ثم يستكمل التعادل حتى تتلون محتويات الدورق باللون الوردي 0
 يجرى التعادل ايضا مع تجربة المقارنة :-

110

رقم ريخارت = (رقم تعادل الدهن - رقم تعادل المقارنة) × -----

100

ب- تقدير رقم بولنك :-

يعادل المحلول الكحولي للاحماض الدهنية الطيارة غير الذائبة في الماء بمحلول هيدروكسيد الصوديوم 0,1ع مع استعمال (0,25مل) دليل فينولفتالين ph0ph ويجرى نفس الشئ مع تجربة المقارنة 0

110

رقم بولنك = (رقم تعادل الدهن - رقم تعادل المقارنة) × -----

100

1000

مل قاعدة للدهن - مل قاعدة للبلانك

أو ----- × عيارية الحامض × 56 × -----

وزن العينة

1000

كيمياء البان عملي

الدرس العملي الحادي عشر

تقدير الفوسفور الغير العضوي في الحليب :-

من اكثر الطرق استخداما لتقدير الفوسفور الغير العضوي في الحليب هي
OSnell and Snell

المحاليل :-

- 1- محلول موليبيدات الامونيوم Amonium Molbydate :-
اذب 25غم من موليبيدات الامونيوم في 300مل ماء مقطر و 75مل حامض كبريتيك مركز ثم يكمل الحجم الى 500مل بالماء المقطر 0
- 2- محلول هيدروكينون Hydro quinone :-
اذب (5,0غم) من الهيدروكينون في 100مل ماء واضف نقطة من حامض الكبريتيك المركز وذلك لمنع الاكسدة 0
- 3- محلول 20% من كبريتات الصوديوم 0
- 4- دليل بارا نيتروفينول P-Nitro phenol :-
اذب (0,5غم) من دليل البارا نيترو فينول في 100 مل من كحول الايثانول 50% 0
- 5- محلول 20% من حامض ثلاثي كلوريد الخليك 0
- 6- محلول هيدروكسيد الامونيوم (ع1) 0

خطوات العمل :-

- 1- خفف عينة الحليب بواسطة الماء لتعطي تركيز فوسفور نهائي يتراوح من 0,02-0,08 ملغم/مل 0 لذلك يضاف 5مل من الحليب الى 45مل لاعطاء تخفيف مقداره 1/10 0
- 2- اضف الى 2مل من هذا التخفيف 6مل ماء مقطر و 2مل محلول 10% من حامض ثلاثي كلوريد الخليك ثم رج المخلوط جيدا ورشح وبذلك يكون كل 5مل من هذا المترشح تكافئ 1مل من الحليب المخفف أو تكافئ 1,0مل من الحليب الاصلي 0
- 3- انقل 5مل من المترشح الرائق الى دورق معياري سعة 50مل ثم اضف حوالي 20مل ماء 0
- 4- عادل الزيادة من حامض ثلاثي كلوريد الخليك بواسطة محلول (ع1) من هيدروكسيد الامونيوم باستعمال دليل بارانيتروفينول 0
- 5- اضف 5مل من محلول موليبيدات الامونيوم ثم رج محتويات الدورق واتركها لعدة دقائق ثم اضف 5مل من محلول الهيدروكينون ثم رج ثانية 0
- 6- اضف بعد ذلك 5مل من محلول كبريتيت الصوديوم واكمل الحجم الى 50مل بالماء 0 رج محتويات الدورق بشدة ثم اتركه لمدة 30 دقيقة على درجة حرارة الغرفة 0
- 7- تقاس كثافة اللون الازرق المتكون على موجة طولها 640نانومتر في جهاز السبيكتروفوتوميتر 0
- 8- يقدر تركيز الفوسفور بمقارنة قراءة جهاز السبيكتروفوتوميتر بما يقابلها من تركيز الفوسفور على المنحنى القياسي الذي يتم اعداده باستعمال تركيزات معلومة 0
- 9- تحضر المحاليل القياسية اللازمة لعمل المنحنى القياسي باذابة (0,4393غم) من فوسفات البوتاسيوم احادية القاعدة في (300مل) من الماء و(200مل) من محلول حامض كبريتيك تركيزه (2,75%) 0

ثم يكون بذلك كل (1مل) من هذا المحلول يحتوي على (0,1) ملغم فوسفور 0 يستعمل هذا المحلول في تحضير تخفيفات مختلفة تتراوح بين (0,02-0,08) ملغم فوسفور 0 ثم تقاس هذه المحاليل على جهاز السيكر وفوتومتر وتدون قراءة الجهاز المقابلة لكل تخفيف وبذلك يتكون المنحنى القياسي 0

كيمياء البان عملي

الدرس العملي الثاني عشر

تجنيس الحليب:-

عند ترك كمية من الحليب ساكنة بدون تحريك لفترة عدة ساعات سوف تصعد حبيبات الدهن الى السطح مكونة بذلك طبقة رقيقة فيها نسبة مرتفعة من الدهن 0 وهذه الظاهرة تلعب دور هام في تسويق الحليب لان المستهلك يعتقد ان الحليب الجيد هو الذي يكون طبقة كريم اكبر على السطح وخاصة في الدول النامية ومنها العراق 0

اما البلاد الذي تقدم فيها الوعي الغذائي فان المستهلك يفضل توزيع الدهن على كل الحليب بحيث يصبح الحليب متجانس وذلك لتوزيع حبيبات الدهن وكذلك مجموعة الفيتامينات المرافقة للدهن (AEDK) على جميع اجزاء الحليب 0

وتعتبر عملية التجنيس ذات اهمية كبيرة في بعض الصناعات مثل الحليب المعقم والقشطة المعقمة والحليب المكثف غير المحلى (المبخر) لان هذه المواد تحفظ في البيوت لفترة طويلة فلو كانت غير مجنسة سوف تتكون طبقة واضحة من الكريمة على سطحها 0

وتزداد اهمية التجنيس في الايس كريم (المثلجات القشدية) 0 وهنا يلعب التجنيس دورا ثانيا حيث انه سوف تتكون فقاعات اثناء عملية خفق المخلوط وتحاط بحبيبات الدهن 0

فاذا كانت حبيبات الدهن صغيرة سوف تتكون فقاعات متساوية مكونة سلسلة جيدة وكاملة 0 تجرى عملية التجنيس بواسطة جهاز يسمى بالمجنس Homogenizer وهو عبارة عن مضخة ماصة كابسة تضغط الحليب بقوة تصل الى 3000 باوند/انج 2 خلال فتحة ضيقة تؤدي الى تحطيم حبيبات الدهن وهذه الفتحات تعرف بصمام التجنيس كما هو موضح بالرسم 0

انواع المجنسات :-

1- نوع يعمل تحت ضغط عالي:- ويجنس الحليب على مرحلتين وبتراوح الضغط المستخدم من 2000-3000 باوند/انج 2 او قد يكون على مرحلة واحدة 0

2- نوع يعمل تحت ضغط منخفض:- لا يزيد الضغط المستخدم على 1000 باوند/انج 2 0 في حالة الضغط العالي فان استخدام الضغط العالي في التجنيس والذي هو 2000-3000 باوند/انج 2 يجعل حبيبات الدهن تميل الى التجمع مع بعضها مرة اخرى مكونة ما يعرف بكتل الدهن Clumps وهذه الكتل تعيق عملية الخفق عند صناعة الايس كريم مما يؤدي الى تقليل الريع 0 ولهذا يجرى التجنيس مرة ثانية تحت ضغط منخفض قدره 500 باوند/انج 2 للتخلص من كتل الدهن 0

ان انسب درجة حرارية لتجنيس الحليب هي من 60-63م لان الدهن على هذه الحرارة يكون بحالة سائلة مما يسهل عملية التجنيس 0

تأثير التجنيس على صفات الحليب :-

1- المظهر:-

أ- يمنع التجنيس تكوين طبقة القشدة على سطح الحليب 0

ب- تزداد قدرة الحليب على تكوين الرغاوي وذلك لانفراد الفوسفوليبيدات المحيطة بحبيبة الدهن نتيجة تكسير حبيبات الدهن وهذه تساعد على تكوين الرغاوي 0
ج- يعمل التجنيس على تكوين راسب في قعر القنينة ناتجة من فوسفات الكالسيوم الثنائية وبعض المواد الاخرى المحيطة بحبيبات الدهن 0
د- يزداد اللون الابيض في الحليب المجنس وذلك لزيادة انعكاس الاشعة الضوئية على حبيبات الدهن الصغيرة 0
هـ- يساعد التجنيس على عدم التصاق الحليب بجدار الزجاجاة والسبب هو ان حبيبة الدهن بعد التجنيس سوف تحاط بطبقة سميكة من البروتينات تعمل على ربط جزء اكبر من الماء المرتبط والذي يقلل التصاق الحليب بالزجاجاة 0
2- الدهن :-

يعمل التجنيس على تقليل حجم او قطر الحبيبة الدهنية من 3,5 مايكرون الى 2 مايكرون والذي يؤدي الى عدم تجمع حبيبات الدهن نتيجة زيادة الاحتكاك بين حبيبات الدهن والحليب الفرزولزيادة الجذب السطحي على حبيبة الدهن 0
الطعم :-

يبدو الحليب المجنس اكثر دسامة من الحليب غير المجنس وذلك لارتفاع لزوجة الحليب المجنس ولكن يكون اكثر عرضة للترنخ وتكوين الطعم المؤكسد وذلك لزيادة المساحة السطحية للدهن 6مرات عما كانت عليه قبل التجنيس والتي تتعرض للاوكسجين ولانزيم اللايبوز 0
4- صلاحية الحليب المجنس لصناعة الجبن :-

يؤدي تجنيس الحليب الى ضعف قوام الخثرة الناتجة منه عند صناعة الجبن ولكن يقلل الفاقد من الدهن مع الشرش اثناء خطوات صناعة الجبن 0

العوامل التي تؤثر على كفاءة عملية التجنيس :-

1- الضغط المستخدم في التجنيس:- كلما زاد الضغط كلما زادت كفاءة عملية التجنيس الى حد 2500 باوند/انج 2 0
2- الحالة التي توجد عليها صمامات التجنيس :- الصمامات الجديدة تكون ملساء وتكون كفاءة التجنيس عالية 0 اما اذا كانت قديمة وبها شقوق فانها سوف تؤدي الى مرور بعض حبيبات الدهن دون تجزئتها وتقلل كفاءة عملية التجنيس 0
3- درجة حرارة التجنيس :- تجرى عملية التجنيس في حالة البسترة البطيئة على درجة حرارة 60م 0 اما في حالة بسترة الحليب على حرارة مرتفعة لمدة قصيرة H T S T فتجرى عملية التجنيس على درجة حرارة 55م 0
ان تجنيس الحليب على درجة حرارة اقل من 60م تعطي نتائج غير مرضية حيث تساعد على تكوين الكتل الدهنية Clumps ويزداد هذا العيب اذا انخفضت درجة الحرارة الى 43-48م 0
4- المواد الكيماوية:- ان اضافة املاح الكالسيوم وارتفاع نسبها في الحليب وارتفاع الحموضة تؤدي الى خفض كفاءة عملية التجنيس 0 وعكس هذا فان اضافة املاح السترات والفوسفات تؤدي الى ارتفاع كفاءة التجنيس 0

مساوي عملية التجنيس :-

1- تعريض الحليب لعملية التلوث بنسبة مرتفعة في المجنسات 0 لان اجهزة التجنيس تكون مقفلة لتقليل تسرب الحليب نتيجة الضغط وعلى ذلك فان هناك صعوبة في تنظيفها جيدا 0
2- تكوين راسب في قعر العبوات 0
3- صعوبة الاستفادة من الحليب الراجع الى المصنع حيث لايمكن فصل كل الدهن الموجود في الحليب المجنس 0
4- صعوبة تقدير نسبة الدهن في الحليب المجنس 0

