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

كيمياء البا ن 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 فحصه0 اذ لا تجدي طرق التحليل مهما بلغت دقتها مالم تؤخذ العينة بطريقة صحيحة مع حفظها بعناية0

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 العينة0

ويجب مراعات مايلي عند اخذ العينة :-

1- عندما يكون الحليب في عبوة واحدة :-

تتضمن هذه العملية مرحلتين هما خلط الحليب جيدا ثم سحب العينة0 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 القسط0

يجري التقليب بتحريك المقلب من الاعلى الى الاسفل وبالعكس عشرة مرات على الاقل على ان يبقى المقلب اسفل سطح الحليب طول الوقت0

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 لايحدث 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 الاقل0

2- عندما يكون الحليب في عدة عبوات :-

كما يحدث عندما يراد اخذ العينة من الحليب الذي يباع في المزرعة 0 فاذا كانت الدبات متشابهه 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 الماخوذة من عبوة ما متناسبة مع ما تحتويه من حليب0

تؤخذ العينة بنسبة ما يؤخذ في كل دبة من حليب0 فيؤخذ مثلا 1مل لكل1كغم حليب 0فاذا احتوت دبة الحليب على 40كغم يؤخذ منها 40مل واذا احتوت اخرى على 25كغم حليب يؤخذ منها 25مل وتخلط العينتين مع بعضها لتمثل الكمية في الدبتين0

3- أخذ العينة من حوض الميزان:-

يفرغ الحليب البارد في حوض الميزان ثم الحليب الاكثر دفئا0 واذا كان الحليب كله بارد يفرغ الحليب الاقدم (القديم) ثم الحليب الطازج0 حيث ان الاخير لم يكتمل تكوين القشدة على سطحه0 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 به0

أخذ العينة من احواض التخزين :-

قبل ان تؤخذ العينة يمزج الحليب جيدا بواسطة مقلبات تدار بواسطة ماطور كهربائي يمكن بواسطته تنظيم سرعة المقلبات0 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 التاكد 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 تحاليل في الاسبوع وهذا يحتاج الى جهد ووقت كبير بالاضافة الى زيادة تكاليف التحليل المختبرية 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 التحاليل العملية واستهلاك الادوات والمواد الكيمياوية 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 اصعب0ويؤدي 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 جميعه0
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 الايثر0
صب الطبقة الايثرية في جفنة وضعها في مكان دافئ حتى يتبخر الايثر ثم قارن النتيجة في كل من التجربتين أ و ب0
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 البروتين0
ثانيهما :- ان الدهن يسبح في مصل الحليب الذي لا يختلط به الايثر بسهولة0 وباضافة الامونيا تتكسر الرابطة الشديدة بين كريات الدهن والغشاء المحيط بها ويذيب الايثر الدهن بمساعدة الكحول الذي يعمل كمذيب للماء والايثر0
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 35م0 ضع 20مل من حامض الخليك 10% وقلب بلطف ثم اترك الخليط لمدة 10 دقائق 0 اضف بعدها 20مل من محلول خلاص الصوديوم اساس (1ع) 0 وتؤدي اضافة الحامض والخلات الى تحميض المحلول الى نقطة تعادل شحنات الكازين Iso electric point (Iep) وهي عند PH 4,6 0
قلب المخلوط بلطف ثم اتركه ليسكن (ليركد)0 صب اكبر كمية من السائل الرائق ثم انقل الباقي الى ورق ترشيح0
اغسل مرة باستعمال ماء بارد ثم اعمل الاختبارات التالية على الكازين المبتل0
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 الازرق0
ب- اخلط كميتين متساويتين من كاربونات الصوديوم اللامائية ونترات البوتاسيوم على قطعة من الخزف وضع عليها قليل من الكازين واخلط جيدا0
سخن على لهب ضعيف اولا ثم بشدة حتيسيح المخلوط ويشتعل الكازين 0عندما يتم الاحتراق ولا يتخلف كربون برد 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 الكازين0
اضف الى الجزء الثاني محلول مولبيدات الامونيوم فيتكون راسب اصفر من الفوسفات دليل على وجود فوسفور في جزئي الكازين0

ج- خذ قليلا من الكازين المترسب واذبه في محلول مركز من الصودا الكاوية (NaoH)0
اضف نقطة او اثنين من محلول كبريتات النحاس المخفف0
قارن بين الالوان الازرق والبنفسجي الداكن المتكون ولون تجربة البلانك0 هذا الاختبار خاص بالبروتينات0

د- ضع حوالي 5غم من الكازين في هاون واضف اليه 20سم من NaoH 0,1ع ثم قلب باليد حتى يذوب الكازين تماما وانقل المحتويات الى جفنة (أ) 0
ضع 5غم اخرى في الهاون واضف اليها 10مل حامض الهيدروكلوريك المركزHCL 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 عادل محتوياتهم باستخدام NaoH 0,1ع فيتكون في كلا الحالتين راسب من الكازين0 وهذا يعني ان الكازين يذوب في كل من الحامض والقاعدة ويترسب عند نقطة تعادل شحناته0
2- ضع 300مل من الحليب الفرز في كاس وسخن الى 35م 0 اضف 30مل من حامض الخليك 10% ثم 30مل خلات الصوديوم اساس(1ع) 0 رشح بعد حوالي 10 دقائق ولاحظ اللون الاخضر المصفر للراشح لوجود الرايبوفلافين 0 رشح واحتفظ بالراشح0
اغسل الراسب على ورقة الترشيح بقليل من الماء البارد 0
أ- اضغط على الكازين بين الاصابع في جفنة بها ماء ساخن0 لاحظ ان الخثرة تتخذ تركيب صلب ومطاطي0 جفف جيدا بين ورقتي ترشيح وضعها في انبوبة اختبار ثم غطها بالفورمالين 40% وسد الانبوبة0 لاحظ بعد ايام صلابة الكازين0 اترك الكازين المعامل ليجف الى طبيعته التي تشبه العظم وتستخدم هذه الخاصية في صناعة البلاستيك0
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 اضافة0
سخن الى 30م ثم اترك الخليط لمدة ساعة مع التقليب المتقطع ويتكون بذلك غراء الكازين0
<u>ثالثا:- فصل الالبومين والكلوبيولين:-</u>
استعمل الراشح الناتج من ترسيب الكازين عند PH 4,6 0
اضف بضع نقط من دليل الفينولفثالين (ph0ph) ثم عادل باستعمال محلول هيدروكسيد الكالسيوم 5% 0 يتكون راسب مع فوسفات الكالسيوم2 Ca3(po4) 0 رشح ثم عادل باحتراس مستعمل حامض خليك مخفف0
اذا زادت نقطة التعادل يعاد باضافة صودا كاوية مخففة0
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 متعادل0
يظهر الكلوبيولين كراسب خفيف جدا 0 رشح واضف الى الراشح حامض كبريتيك 0,2ع نقطة نقطة مع التقليب جيدا0 بعد كل نقطةلاحظ تعكير محتويات الكاس تدريجيا0
استمر حتى يتم ترسيب الالبومين0
ج- ضع 50مل اخرى من الراشح في انبوبة (بيكر) واضف اليها 1مل من حامض الخليك 10% وسخن على حمام مائي0
سجل درجة الحرارة التي يبدأ عندها المحلول في التعكير 0 لاحظ كذلك درجة الحرارة التي يظهر عندها الراسب0

هذا الراسب عبارة عن راسب الالبومين والكلوبيولين المتجبن بالحرارة0 استمر بالتسخين بعد ان يغلي الماء في الحمام لبضعة دقائق0 رشح واحتفظ بالراشح لتحضير اللاكتوز0
<u>رابعا : فصل اللاكتوز :-</u>
أ- ركز الراشح الناتج عن تحضير الالبومين والكلوبيولين بالتسخين على حمام مائي حتى يسمك قوامه(يثخن) ثم اتركه جانبا ليتبلور0

افحص البلورات المتكونة بواسطة عدسة او تحت الميكروسكوب ولاحظ شكلها العام0 (تكون على شكل بلورات ابرية) 0
افحص بعض البلورات واذبها في الماء ثم اختبرها باستعمال محلول فهلنك0
ب- يمكن تحضير اللاكتوز باضافة 150مل من محلول الكحول الى 50مل في الحليب الفرز0 ثم رج ورشح وبخر على حمام مائي حتى الجفاف0 استخلص بماء ساخن ثم رشح واتركه ليتبلور0
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 كدليل0 وبذلك سوف تترسب فوسفات الكالسيوم الثلاثية مع الالبومين والكلوبيولين0
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 رمادي0
برد الجفنة ثم قسم الرماد الى قسمين0
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- اضف 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 اضف اوكزالات الامونيوم بتركيز10%0
اغسل ولاحظ ترسيب اوكزالات الكالسيوم الابيض 0 رشح واختبر الراشح الذي يجب ان يكون خاليا من الكالسيوم0 اضف محلول امونيا ثم محلول فوسفات الصوديوم 5%0
برد ثم رج الانبوبة ليتكون راسب ببطئ من فوسفات المغنيسيوم والامونيوم0
ج- اضف محلول كلوريد الباريوم 5% الى 5مل من المحلول ليتكون راسب ابيض من الكبريتات So4 الناتجة من احتراق البروتينات0
د- اضف 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:- اضف محلول نترات الفضة2% الى 10مل من المحلول ليتكون راسب ابيض دليل على وجود الكلور 0Cl
ب- الكشف عن الفوسفات :- اضف 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 الكثافة0 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 ويستفال 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 اللاكتوميتر (المكثاف) 0

أ- تقدير الوزن النوعي للحليب بأستخدام قنينة الكثافة : -

1- زن قنينة الكثافة وهي نظيفة وجافة 0
2- أنزع غطاء القنينة وأملاها بالحليب الممزوج جيدا على درجة 20م 0 ثم ضع غطاء القنينة باحتراس مع أزالةأي 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 كالاتي :-

$$\text{الوزن النوعي} = \frac{\text{وزن الحليب اللازم لملئ حجم معين على در جة حرارة معينة}}{\text{وزن الماء المقطر اللازم لملئ نفس الحجم على نفس درجة الحرارة}}$$

$$\text{الوزن النوعي} = \frac{\text{الكثافة للحليب}}{\text{الكثافة للماء}}$$

استعمال اللاكتوميتر :-

وهي الطريقة الاكثر شيوعا في معامل الالبان نظرا لسهولتها وسرعة اجراءها مع دقتها0
اللاكتوميتر 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 اللاكتوميتر في وضع راسي عند وضعه في الحليب اثناء الاختبار0 كما يوجد انتفاخ اخر فارغ يساعده على الطفو0
اما الجزء العلوي عبارة عن ساق مدرج من اعلى الى اسفل (من15-45)0 وان اللاكتوميتر يكون مزود بمقياس لدرجة الحرارة (محرار) 0

ويعطي اللاكتوميتر قراءة صحيحة فقط على درجة حرارة (15,5 م) اما اذا استعمل على درجة حرارة مختلفة فانه يجب تعديل القراءة0

طريقة استعمال اللاكتوميتر :-

1- يقلب الحليب برفق قبل اخذ العينة وذلك لتوزيع الدهن في الحليب مع الاحتياط لمنع تكوين رغوة او فقاعات0

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 الكثافة0
3- يغمر اللاكتوميتر في الحليب ويحرك حركة دائرية ويترك حتى يثبت ثم يلاحظ بعد ذلك الدرجة التي عندها يلتقي التدريج مع سطح الحليب واضف قراءة نصف درجة (0,5) لاكتومترية نظير الشد السطحي0
4- قدر درجة حرارة الحليب بواسطة المحرار المرفق مع اللاكتوميتر فاذا كانت درجة حرارته اعلى من(15,5م) فيضاف 0,18درجة لاكتومترية عن كل درجة حرارة زائدة(1م)
او يطرح 0,18درجة لاكتومترية عن كل (1م)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 32فان الوزن النوعي للحليب يكون 1,032 0

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

ملاحظات يجب مراعاتها عند استخدام اللاكتوميتر :-

1- ان اللاكتوميتر لايعطي وزن نوعي حقيقي ولكن العكس0 بانه يعطي حجم نوعي وبالتالي فان طرق اللاكتوميتر المدرجة لاتنقسم الى اجزاء متساوية من الناحية النظرية 0 الا ان الفرق بين اقسام التدريج يكون صغير جدا 0 لذلك فانه من الناحية العملية تنفذ هذه التقسيمات بحيث تكون متساوية على التدريج0
2- النقطة الحقيقية لتلاقي مستوى سطح السائل بساق اللاكتوميتر تكون غير محددة حيث ان السائل يميل للارتفاع حول ساق اللاكتوميترويرجع ذلك الى قوة الجذب السطحي 0
ودرجة الارتفاع هذه تختلف من سائل الى اخر حسب طبيعته0 وبما ان التغير في تركيب الحليب يكون ضمن حدود ضيقة فانه من الناحية العملية لا يوجد فرق بين عينة واخرى بالنسبة للشد السطحي0 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 0S T والمواد الصلبة غير الدهنية 0 SNF

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

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

ثانيا:- 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 محلول0

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،525الى - 0,565م) والتي يمكن بواسطتها الاستدلال على غش الحليب باضافة الماء0

اساس فكرة الاختبار:-

ان اساس فكرة الاختبار هي انه عند تبريد سائل فانه يحدث له انخفاض في درجة تجمده ويسمى هذا الشئ ب Super cooling وعندما يبدا تكون البلورات الثلجية توضع نواة من الثلج ترفع درجة حرارة المحلول فجأة بسرعة الى ان تثبت 0 ويستخدم جهاز Hortvet لقياس نقطة تجمد الحليب0

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 ذلك0 تجرى عملية تقليب للحليب ويستمر بالتقليب حتى تصل درجةحرارة العينة الى (-1م) 0 عندها يضاف كمية قليلة من بلورات الثلج وتسمى هذه العملية ب Seedingوذلك للمساعدة في تجميد العينة0

بعد اضافة البلورات يرتفع عمود الزئبق داخل المحرار وتوقف عملية التقليب ويلاحظ عمود الزئبق حيث انه يستمر بالارتفاع ثم يثبت لفترة دقيقة واحدة تقريبا0 خلالها يجب اخذ القراءة والتي تمثل نقطة تجمد العينة0

تؤدي اضافة الماء الى ارتفاع نقطة التجمد(الرقم يقل ويقترب من الصفر) كما ان زيادة الحموضة تؤدي الى انخفاض نقطة التجمد(الرقم يزداد ويبتعد عن الصفر) عكس تاثير اضافة الماء0 حيث انه في حالة الحموضة فان اللاكتوز يتحول الى حامض لاكتيك وبذلك يزيد من المواد الذائبة والمتاينة0

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 0,0034درجة الى نقطة التجميد للعينة لكل زيادة في الحموضة مقدارها 0،1% فوق 0,18%0

يتم حساب نسبة الماء المضاف كما يلي :-

$$\%\text{للماء المضاف} = \frac{\text{ث- ث1}}{\text{ث}} \times (100 - \text{المواد الصلبة الكلية})$$

حيث ان ث1= نقطة انجماد الحليب الطبيعية0

= = ث = نقطة انجماد العينة 0

ثالثا :- معامل انكسار الحليب :-

عندما يمر شعاع ضوئي من وسط ذو كثافة أكبر فأنه ينحرف مساره الاصلي 0 ويطلق على النسبة بين جيب زاوية السقوط وجيب زاوية الانكسار بمعامل الانكسار 0
هذه النسبة تكون ثابتة للسوائل النقية عند نفس درجة الحرارة وبنفس طول الموجة للضوء 0 ويقاس معامل الانكسار بأستخدام جهاز الريفراكتومتر 0
معامل الانكسار للماء المقطر عند 20م هو تقريبا 1,3329 0 أما السوائل المحتوية على مواد ذائبة مثل الحليب فأن معامل الانكسار لها ترتفع قيمته عن معامل أنكسار الماء حسب كمية ونوعية المواد الذائبة وعلى هذا الاساس فان تقدير معامل ا لانكسار يعتبر ذو فائدة في تحديد نسبة المواد الصلبة الذائبة 0
ولتقدير معامل الانكسار في الحليب يجب ان يزال البروتين ومعه الدهن للحصول على السيرم الشفاف ولاجراء ذلك يضاف3مل من حامض الخليك 25% الى 25 مل من الحليب ويرشح من خلال ورقة الترشيح وباستعمال جهاز الريفراكتوميتر من نوع ذايس يمكن تقدير معامل الانكسار0
ان متوسط معامل الانكسار للحليب البقري1,3443 0
ان متوسط معامل الانكسار للحليب الجاموسي 1,3454

رابعا: لزوجة الحليب :-

تعرف اللزوجة بانها المقاومة الناتجة عن احتكاك داخلي تبديه السوائل لقوة تغيير شكلها أي مقاومة الانسياب والسيولة 0
الوحدة المطلقة للزوجة هي البويز Poise وهي عبارة عن القوة التي اذا ما وقعت على وحدة المساحة بين مستويين متوازيين مساحة كل منهما 1سم3 ويبعدان عن بعضهما مسافة 1سم يحدث اختلاف في سرعة الانسياب بين المستويين مقداره 1سم في الثانية 0
والسنتيبويز هو 100/1 بويز 0
اللزوجة النسبية تعبر عن اللزوجة بالنسبة الى مواد قياسية مثل الماء الذي له لزوجة مطلقة مقدارها 1,005 سنتيبويز عند 20م 0
فعلى ذلك فان السنتيبويز الواحد يعرف بانه لزوجة الماء 0والجهازان الشائعان لتقدير اللزوجة هما :-

1- جهاز ازوالد Ostwald ذو الانبوبة الشعرية 0
2- جهاز هوبلر Hoppler ذو الكرات الساقطة0

ولتقدير اللزوجة باستعمال جهاز هوبلر يستخدم القانون التالي:-
ز= ت(وك-وس)×ث
ز= اللزوجة المطلقة مقدرة بالسنتيبويز
ت= الوقت الذي استغرقته الكرة بالسقوط بالثانية0
وك= الكثافة النوعية للكرة0
وس= الكثافة النوعية للسائل المختبر عند درجة الاختبار0
ث= ثابت خاص بالكرة المستخدمة 0
متوسط لزوجة الحليب البقري 1,9285سنتيبويز0
= = = الجاموسي 2,3252سنتيبويز0

خامسا:- 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 0

كيمياء البان عملي

الدرس العملي الرابع :-

تقدير حموضة الحليب :-

تنقسم حموضة الحليب الى نوعين :-

1- الحموضة الاصلية :- وترجع الى التاثير الحامضي لبعض مكونات الحليب مثل الكازين واملاح الفوسفات والسترات و0CO2

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 اللاكتيك0 وقد اتخذ هذا الحامض كاساس رغم ان الحليب الطازج لا يحتوي على نسبة تذكر منه0 واثناء اجراء التعادل على عينة من الحليب الطازج تحدث بعض التفاعلات الثانوية والتي يمكن تلخيصها بالمعادلتين التاليتين:-

Ca(H2po4)2+2NaoH------ CaHpo4+NaHpo4+2H2o ----------

فوسفات الكالسيوم الحامضية — قاعدة فوسفات الكالسيوم الحامضية الغروية

Ca3(po4)2+H3PO4

حامض الفوسفريك فوسفات الكالسيوم

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

حموضة اصلية

حموضة الكازين	املاح حامضية وCO_2	ريع
$\frac{2}{5}$	$\frac{2}{5}$	$\frac{1}{5}$

طرق تقدير الحموضة:-

1- طريقة الروزانيلين:- Rosaniline Method

وفيها تقدر حموضة 10مل من الحليب باستخدام هيدروكسيد الصوديوم 0,1ع بوجود 1مل من دليل الفينولفثالين 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 (R0S)والتي تعني Rosaniline Standered0

وبصفة عامة فانه يلزم 1,7-2ملم من القلوي 0,1ع لمعادلة الحليب الطازج0 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) 0اي ان الحليب الذي يحتاج الى 2مل قلوي 0,1ع لكل 10مل من نفس الحليب تكون حموضته20 درجة 0

1مل Naoh أساسي = 1لتر حليب

$$\frac{N}{1} = \frac{100}{N} \text{ مل حليب}$$

$$\frac{10}{1} = \frac{\text{Naoh}}{10} \text{ مل حليب}$$

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

N

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

1 ×2
س = ---- = 20درجة الحموضة
0,1
الوزن الجزيئي ل NaoH = 40
أذن عند اذابة 40 غم من القاعدة في دورق زجاجي سعة ا لتر ويكمل الحجم الى لتر بالماء المقطر نحصل على محلول أساسي 0 (1N) 0

N 40
---- =4,4غم تذوب في 1 لتر ماء مقطر نحصل على محلول قوته ----
9 9
N 40
---- = 4غم تذوب في 1 لتر ماء مقطر نحصل على محلول قوته ----
10 10

N 40
---- = 10غم تذوب في 1 لتر ماء مقطر نحصل على محلول قوته (--- أو 0,25ع)
4 4

1 لتر 1 أساسي NaoH = 90 غم حامض اللاكتيك (CH3CHOCOOH)
N
1لتر --- NaoH = 10 غم حامض اللاكتيك C= 12
9
N
1مل ---- NaoH = 0,01غم حامض اللاكتيك H=1
9

N
وبما أن 10مل حليب من العينة أحتاجت 1,9 مل قاعدة --- O=16
9
أذن عدد غم حامض اللاكتيك تحسب كما يلي :
N
1مل قاعدة --- تعادل 0,01 غم حامض اللاكتيك
9
1,9 س

0,01 × 1,9
س = ---------- = 0,019 غم
1
وعند حسابها ل 100 مل حليب يكون الناتج :-

0,019× 100 = 0,19 غم اللاكتيك
أي أن النسبة المئوية للحموضة هي 0,19 %

عدد مل القاعدة9 /N
أي أن الحموضة = ----------
10

2- طريقة سوكسلت 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 10مل في جفنة 0
2- أضف 1مل من دليل الفينولفثالين الى الجفنة ثم أضف 1مل 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 20ثانية 0

عدد المليلترات من هيدروكسيدالصوديوم1/9ع
النسبة المئوية لحامض 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 حسابية0

1- الطريقة الوزنية لتقدير المواد الكلية:-

وهذه تعتمد على تبخير الماء من عينة معلومة الوزن ثم زن المتبقي وتقدير نسبته الى العينة الاصلية0

خطوات العمل:-

زن حوالي 5مل بالضبط من عينة الحليب بعد مزجها جيدا في طبق معدني ذو قاعدة مسطحة قطره من 7-8سم وعمقه 2سم وله غطاء محكم ولكنه سهل القفل والفتح على ان يكون سبق غسل وتجفيف ووزن هذا الطبق وغطاءه0

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 3ساعات غط الطبق قبل اخراجه من الفرن وانقله الى مجفف نشط(دسكيترDiscature)

بعد 30دقيقة زن الطبق والغطاء ثم اعدهما الى الفرن مع رفع الغطاء عن الطبق والتسخين لمدة نصف ساعة0

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 0,5ملغم0

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 التجفيف0 لذلك فانه يلزم معادلة الحامض قبل التجفيف0 ويستعمل لذلك محلول 0,1ع من هيدروكسيد السترنشيوم0 بحيث يطرح من الوزن الجاف 0,0428غم لكل 1مل من هيدروكسيد السترنشيوم 0,1ع استعمل في التعادل0

2- يجب تجفيف الطبق والغطاء قبل الاستعمال بالتسخين في الفرن لمدة لا تقل عن نصف ساعة ويبرد لمدة نصف ساعة0

3- يفضل عمل مقارنة باستعمال طبق يحوي على ماء مقطر وذلك لملاحظة أي تغيير في الوزن يحدث للطبق اثناء التسخين0

4- يجب ان تكون الاطباق في وضع افقي بحيث ان التجفيف يتم بانتظام بحيث ان المواد الصلبة تكون على هيئة طبقة رقيقة ذات سمك واحد0

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 الجدران0 وبصفة خاصة في الاركان او الزوايا الداخلية 0 لذلك يجب عدم وضع الاطباق بجانب جدران الفرن كذلك يفضل عزلها عن الرفوف باستعمال مثلثات خزفية0 ويراعى ان يكون الرف المستعمل في منتصف ارتفاع الفرن0

6- يجب ان لايفتح الفرن اثناء فترات التسخين او المجفف اثناء التبريد0

ولقد ادخلت تعديلات كثيرة على الطريقة الوزنية ومن اهم هذه التعديلات ما قام به Golding حيث استعمل اطباق من الالمنيوم قطرها 44ملم0 وت تحديد وزن الحليب المستخدم ب 1غم بالضبط مما ادى الى انخفاض الوقت اللازم لاتمام التجربة0

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 فقط0

ب- باستخدام جداول خاصة0

ج- بواسطة معادلات خاصة منها معادلات رتشموند للحليب البقري والجاموسي0

معادلة رتشموند للحليب الجاموسي:-

$$\text{المواد الصلبة الكلية} = \frac{0{،}27 \times \text{ل}}{1{،}032} + 1{،}191 \times \text{د}$$

معادلة رتشموند للحليب البقري :-

$$\text{المواد الصلبة الكلية} = \frac{\text{ل}}{4} + 1{،}2 \times \text{د} + 0{،}14$$

حيث ان ل = قراءة اللاكتوميتر المعدلة0

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 حده0

1- طريقة كلداهل:-

تنتشر هذه الطريقة لتقدير النتروجين الكلي في الحليب كطريقة دقيقة وتجرى على خطوتين رئيستين 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 الخلط0

ب- انقل 10مل من الحليب المخفف الى دورق كلداهل (الكمية تعادل 1مل من عينة او1/10من الوزن0

ج-اضف 10مل من حامض الكبريتيك المركز الخالي من النتروجين و2غم من كبريتات الصوديوم او البوتاسيوم مع 0,3غم من كبريتات النحاس0

د-سخن على لهب هادي في البداية ثم لهب شديد حتى يصبح اللون شفاف ثم استمر بالتسخين لمدة ربع ساعة0

ه-برد ثم خفف المحتويات ب(150مل)ماء مقطر ثم امزج0

ثانيا:-التقطير:-

اضف 25-30مل من محلول 50%هيدروكسيد الصوديوم والتي تصب باحتراس لتكوين طبق تحت المحلول الحامضي0 يوصل الدورق عن طريق مصيدة بخار بجهاز التقطير0ومن الناحية الاخرى يوصل بمستقبل للامونيا الناتجة من التقطير0 حيث يحتوي دورق الاستقبال على 10مل من0,1ع حامض الهيدروكلوريك او حامض الكبريتيك وعدة نقط من دليل احمر المثيل Methyl redبعد ذلك تقلب محتويات دورق التقطير باحتراس ويجب ان يكون الوسط قاعدي وذلك بتكوين لون بني من هيدروكسيد النحاسيك0

(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 ×6,38مباشرة ليعطي نسبة البروتين)0

يبدا بالتقطير ويستمر لمدة تكفي لانتقال كل الامونيا لدورق الاستقبال (يجمع بحدود 150مل في دورق الاستقبال)ويمكن التاكد 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 محلول0,1ع من هيدروكسيد الصوديوم الى نقطة تعادل دليل احمر المثيل0 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 هيدروكلوريك0

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

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

النسبة المئوية للبروتين =النسبة المئوية للنتروجين×6,38
ويرجع الرقم 6,38الذي 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 ×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 خطا0 الا ان قيمته صغيرة ويفقد اهميته عند مقارنة نتائج عينات مختلفة0

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

من الحقائق الثابتة ان اضافة الفورملدهايد المتعادل للحليب تزداد حموضته بالتعادل بالقاعدة0
ويرجع ذلك الى اتحاد مجموعة الالدهايد مع مجموعة الامين الموجودة بالبروتين وبذلك يظهر التاثير الحامضي لمجموعة الكربوكسيل وتتفاعل مع القاعدة0
وعلى ذلك فانه من المتوقع ان توجد علامة بين نسبة البروتين ومقدار الزيادة في الحموضة الناشئة عن اضافة الفورملدهايد0
وقد امكن للكثير من الباحثين ايجاد عامل ثابت للعلامة بين نسبة البروتين في الحليب ومقدار الحموضة الناتجة من اضافة الفورملدهايد 0

خطوات العمل:-
يوضع 10مل من الحليب بواسطة ماصة في دورق مخروطي مناسب و يضاف اليها1مل من دليل الفيتولفثالين0
تعادل حموضة الحليب بالتنقيط بمحلول NaOH 0,1ع حتى يظهر اللون الوردي مع الاحتراس من زيادة القلوي عن نقطة التعادل0
عند الوصول الى نقطة التعادل بالضبط يضاف2مل من محلول الفورمالين ويقلب الحليب فيزول اللون الوردي0 يعاد التعادل ثانية بمحلول هيدروكسيد الصوديوم 0,1ع حتى يظهر اللون الوردي وتقدر كمية القلوي التي استعملت في التعادل الاخير0
تعمل تجربة مقارنة وذلك باستعمال 2مل من الفورملدهايد 40% واضافة 10مل ماء مقطر + 1مل دليل الفينولفثالين وتعادل بمحلول NaOH 0,1ع 0
تطرح كمية القلوي التي لزمت في تجربة المقارنة من الكمية التي لزمت لمعادلة الحموضة التي نتجت بعد اضافة الفورملدهايد لعينة الحليب المتعادلة فينتج رقم الفورمول0

تحسب نسبة البروتين والكازين في الحليب كما يلي :-

% للكازين بالحليب البقري = رقم الفورمول × 1،36
% للبروتين بالحليب لبقري = رقم الفورمول × 1,67
% للكازين بالحليب الجاموسي = رقم الفورمول × 1,42
% للبروتين بالحليب الجاموسي = رقم الفورمول × 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 التاثير المربك للكالسيوم الذائب على كفاءة التقدير0

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

تتحد البروتينات كميامع بعض الصبغات مثل Amido – black أو Orange –G وتكون معقد غير ذائب 0 فعند أضافة كمية معلومة من هذه الصبغات الى وزن معلوم من الحليب تتحد كمية من الصبغة مع البروتين و يترسب البروتين ويرشح المصل فأنه 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 آخرى مع عمل تجربة مقارنة لتقدير كمية الحامض والقلوي اللازم لتغيير ال PH بنفس الدرجة في محلول خالي من البروتين 0 وبطرح قيمة المقارنة من نتيجة التجربة فأن كمية القلوي أوالحامض الناتجة تعبر عن كمية البروتين الموجود في العينة 0
وبالنسبة للحليب فان المكونات التي توجد في الحليب يكون لها تاثير على ال PHهي كل من البروتين واملاح السترات والفوسفات وعموما فان في حالة الحليب العادي فان نسبة املاح السترات والفوسفات الى نسبة البروتين تكاد تكون ثابتة كذلك نسبة الكازين الى الالبومين وبذلك فان التاثير على الPH في الحليب العادي يكون مرتبط بكمية البروتين 0
وبالنسبة للحليب فان تغير ال PH في هذا الاختبار يكون في المنطقة من 6,7-4 0
لقد وجد انه باستعمال 10مل من الحليب فان عدد المليمترات من حامض الهيدروكلوريك 0,1ع التي تلزم لتغير ال PHمن 6,65- 5,20تساوي عدديا نسبة البروتين في العينة0
ولاشك فان هذا الاختبار يعتبر ايضا اختبارا تقريبيا ولا يصلح تطبيقه الا في حالة العينات الطبيعية0

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

1- Protein + H2SO4 ---------- SO2 + NH4 +CO2 +H2O
هضم 370-410 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 كلداهل 0

ثانيا:- النتروجين غير الكازيني :-

1- انقل بماصة 10مل من الحليب الى دورق معياري سعة 100 مل معلوم الوزن0

2- زن الدورق بما يحتويه من حليب لمعرفة وزن العينة بالضبط0

3- اضف 70-80مل من الماء درجة حرارته 40م ثم 1مل من محلول حامض الخليك 10% (لخفض الPH الى نقطة التعادل الكهربائي) ثم قلب محتويات الدورق واتركه لمدة 10 دقائق0

4- اضف 1مل من خلات الصوديوم 1ع ثم قلب محتويات الدورق جيدا0

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 الراسب0

6- رشح محتويات الدورق مستعملا ورق ترشيح واستقبل الراشح في دورق مخروطي جاف0

7- انقل 10مل من الراشح (تعادل 1مل من العينة الاصلية و1/10من وزن العينة) الى دورق كلداهل سعة 300-500مل واحتفظ بالراشح لتقدير نتروجين الكلوبيولين(خامسا)0

8- اضف 10مل من حامض الكبريتيك المركز و2غم من كبريتات البوتاسيوم و 2غم كبريتات النحاس ونقطتين من الزئبق او اوكسي كلوريد السيلينيوم او 2,5غم من مخلوط الهضم المعطى لك0

9- اهضم محتويات الدورق حتى تصبح شفافة ثم استمر بالتسخين لمدة 15 دقيقة0

10- برد ثم انقل دورق كلداهل الى جهاز التقطير بعد اضافة 150 مل ماء مقطر بارد ثم 25مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم 50%0

11- استقبل الامونيا الناتجة اثناء التقطيرفي دورق مخروطي يحتوي على 10مل حامض كبريتيك 0,1ع واضف اليه 2-3نقاط من دليل احمر المثيل0

12- احسب النسبة المئوية للنتروجين غير الكازيني كما سبق في حساب النتروجين الكلي ودون النتيجة0

$$\% \text{ للنتروجين غير الكازيني} = \frac{\text{س} \times 0{,}0014}{\text{وزن العينة}} \times 100$$

س= (10- حجم NaOH0و1ع التي لزمت 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

$$\text{عدد الكازين} = \frac{\text{النتروجين الكازيني}}{\text{النتروجين الكلي}} \times 100$$

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 العينة0
2- اكمل حجم الدورق الى العلامة باستعمال محلول 15% من حامض ثالث كلوريد الخليك TCAثم قلب بشدة واترك الدورق حتى يستقر الراسب ويصبح المحلول فوقه رائق تماما0
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 كلداهل 0
5- ثم اكمل الهضم والتقطير كما سبق 0
رابعا:-النتروجين غير البروتيني+نتروجين البروتيوز ببتون:-
1-سخن عينة الحليب الى 95م واستمر في التسخين مدة 15 دقيقة0 وتكفي هذه المعاملة لتغيير طبيعة الالبومين و الكلوبيولين بحيث يتم ترسيبها تماما مع الكازين0
2- يرسب الكازين مع الالبومين والكلوبيولين بنفس الطريقة المستخدمة في تقدير النتروجين غير الكازيني (ثانيا)0
3- رشح ثم اهضم ثم قطر 10مل من الراشح واستقبل الامونيا في 10مل من الحامض0
خامسا :- نتروجين الكلوبيولين:-
1- انقل بماصة 20مل من الراشح الخالي من الكازين(ثانيا) الى دورق سعة 50مل0
2- اضف بضع قطرات من دليل البروم ثايمول 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 من 2-2,5 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم في حالة راشح الحليب الطبيعي0
3- اضف كبريتات المغنيسيوم مع التقليب حتى يتشبع المحلول ويحتاج من 18-20غم 0
4- دفئ المحلول الى 30م ثم اترك المحلول لمدة 12ساعة على درجة حرارة الغرفة0 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 كلداهل 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 البروتيوز ببتون = رابعا – ثالثا
ويمكن حساب كمية البروتين من كل مكون بضرب النسبة المئوية للنتروجين الذي يوجد × 6,38 0

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 /سم3 ماء مقطر 0

2- محلول حديدوسيانيد البوتاسيوم:- ويحضر باضافة 10,6غم من حديد وسيانيد البوتاسيوم في 100مل ماء مقطر 0
3- محلـول فهلنـك أ :- ويحضـر باذابـة 34,639غـم مـن كبريتـات النحـاس المتبلـورة النقيـة CUSO4 5H2o ويكمل الى 500مل في دورق معياري بالماء المقطر0
4- محلـول فهلنـك ب:- يحضـر باذابـة 173غـم ملـح روشـل Rochel Salt (طرطـرات الصـوديوم والبوتاسيوم) ثم يضـاف 51-55غم NaoH مذابـة فـي المـاء وتخلـط جيدا ثم يكمل الحجم الى 500مل بالماء المقطر 0
5- دليل ازرق المثيلين 0,1%حديث التحضير0
6- محلـول لاكتـوز :- تجفـف بلـورات اللاكتـوز النقيـة فـي مجفـف مفـرغ يحتـوي علـى H2SO4 مركز لمدة 6ساعات ويوزن 5غم من هذه البلورات وتذاب في الماء المغلي بعد تبريده ثم يكمل الى لتر0

خطوات العمل:-

اولا:- معايرة محلول فهلنك:-

1- انقـل بماصـة 10مـل مـن محلـول فهلنـك أ+10مـل مـن محلـول فهلنـك ب الـى دورق مخروطي سعة 300-400مل0
2- املا سحاحة بمحلول اللاكتوز 0،5% ثم اضف الى الدورق المخروطي 25مل من محلول اللاكتوزالموجود في السحاحة 0
3- ضع الدورق فوق شبكة معدنية وسخن للغليان 0 استمر في التسخين مدة دقيقتين بعد بدء الغليان 0
4- اضف 3-5نقط من دليل ازرق المثيلين ثم امسك السحاحة باليد واضف منها بضع نقط من محلول اللاكتوز كل 10 ثواني مع استمرار التسخين وحتى يختفي لون الدليل الازرق0
5- اعد التجربة مستعملا كمية من محلول اللاكتوز تقل بمقدار نصف مل عن المستعمل في التجربة السابقة ثم سخن للغليان واستمر دقيقتين واضف الدليل ثم اضف محلول لاكتوز بنفس الطريقة حتى اختفاء لون الدليل0 مع ملاحظة الا تزيد مدة الغلي عن 4 دقائق 0
6- احسب كمية محلول 0،5% لاكتوز التي لزمت 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 اضف 50مل ماء مقطر و 5مل من محلول خلات الزنك و 5مل من محلول حديد وسيانيد البوتاسيوم0 قلب مع كل اضافة ثم اضف قليلا من بلورات اوكزالات 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 ب0
3- اضف الى محتويات الدورق المخروطي 25مل من الحليب المخفف (2,5مل حليب مركز) وسخن الى الغليان0 استمر في الغليان لمدة دقيقتين 0
4- اضف 3-5 نقط من دليل ازرق المثيلين ثم اضف محلول 0,5% لاكتوز من السحاحة حتى اختفاء لون الدليل0 (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 :-

اذا فرضنا ان كمية محلول اللاكتوز 0،5% التي عادلت فهلنك = 27,5مل
واذا = = = = = لمعادلة 25مل حليب مخفف + فهلنك = 3,5مل
اذن كمية اللاكتوز 0,5% التي توجد في 25مل حليب مخفف هي 24مل
25مل حليب مخفف = 2,5مل حليب اصلي قبل التخفيف

النسبة المئوية للاكتوز في الحليب= $\frac{0،50}{2,5} \times 24 \times 100 = 4،8\%$

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

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 اللاكتوز0

المحاليل اللازمة :-
1- محلول فينول80% يحضر باضافة 80غم من بلورات الفينول الى 20مل ماء مقطر والتسخين حتى تمام الذوبان ثم يبرد ويحفظ في زجاجة بنية 0
2- حامض كبريتيك نقي ومركز0
3- محلول قياسي من اللاكتوز يحضر باذابة 0,05غم من اللاكتوز النقي في لتر ماء مقطر0

طريقة العمل :-

اولا:- عمل منحنى قياسي (بياني) لمحلول اللاكتوز القياسي0
1- خذ الحجوم التالية من محلول اللاكتوز القياسي0
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 2مل باضافة ماء مقطر0
2- جهز انبوبتان اخريتان ضع في الاولى 2مل ماء مقطر (تجربة مقارنة) وفي الثانية 2مل من محلول لاكتوز قياسي0
3- اضف الى الانابيب جميعها (7 أنابيب) 6 نقط من محلول الفينول بواسطة ماصة مدرجة سعة 1مل 0
4- اضف 5مل 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 تبرد0 ثم قس تركيز اللون المتكون على موجة طولها 490 ملي مايكرون(490 nm) مع ضبط الجهاز على الصفر بانبوبة البلانك في جهاز تقدير الالوان السبيكتروفوتومتر0
6- استخدم القراءات المتحصل عليها في رسم خط بياني لمنحني اللاكتوز مقابل التراكيز السابقة0

ثانيا :- تقدير اللاكتوز في عينة الحليب :-

1- ضع 1مل حليب في دورق معياري سعة لتر واكمل الى العلامة بالماء المقطرمع الرج جيدا(او 0,5مل----> 500مل) 0
2- انقل 2مل من الحليب المخفف الى انبوبة الاختبار ثم اضف اليها 6 نقط من محلول الفينول ثم 5مل من حامض الكبريتيك المركز 0
3- استكمل الاختبار كما سبق واقرأ تركيز اللون في الجهاز0
4- استخرج ما يقابل القراءة من اللاكتوز مستخدما المنحنى البياني 0
5- احسب مقدار اللاكتوز الذي يقابل قراءة العينة الاخيرة كما يلي :-

مقدار اللاكتوز في 2مل عينة الحليب المخفف بالمايكرو غرام =

قراءة عينة الحليب المخفف × مقدار اللاكتوز بالمايكروغرام في انبوبة المحلول القياسي

= ----------

قراءة انبوبة المحلول القياسي

مقدار اللاكتوز بالميكروغرام في 2مل من عينة الحليب المخفف

وتكون النسبة المئوية للاكتوز في عينةالحليب = ----------

20

سكر اللاكتوز(غم)	ماء مقطر (مل)
0,05	1000
x	2

2×0,05

X = ------- = 0,0001غم = 10 مايكروغرام

1000

تركيب سكر اللاكتوز C12H22O11

1 غم لاكتوز = 1000 مليغرام

1غم لاكتوز = 1000000مايكروغرام

0,05غم = 50000 مايكروغرام

50000مايكروغرام 1000ماء مقطر

X 2

2×50000

X = --------- = 100 مايكروغرام مقدار اللاكتوز في 2مل محلول قياسي

1000 1،4 (قراءة السبيكترو) ×100

مقدار اللاكتوز في 2مل عينة حليب مخففة بالمايكروغرام= ----------

2(قراءة السبيكترو)

140

= -------- =70

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 ونظيفة0
2- ضع الجفنة على حمام مائي يغلي او على حمام رملي او على مسخن كهربائي حتى تجف محتوياتها تماما0
كسر القشدةالمتكونة على السطح حتى لايفور الحليب مع مراعات ان يكون التسخين هينا0
3- انقل الجفنة الى فرن الحرق على درجة حرارة 550م واستمر في الحرق حتى الحصول على رماد ابيض0
4- برد الجفنة في مجفف (دسكيتر) ثم زنها0
5- احسب النسبة المئوية للرماد في العينة 0

وزن الرماد
وهي =----------×100
وزن عينة الحليب

ثانيا:تقدير الكلور في الحليب:-

أ:الطريقة المباشرة:-

المحاليل اللازمة:- 1-محلول10%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 الكلور0
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:-

$$AgNo3 + Nacl \text{ ----------} NaNo3 + Agcl$$

نترات الفضة — نترات الصوديوم — كلوريد الفضة

$$2AgNo3 + K2Cro4 \text{ ----------} 2KNo3 + Ag2Cro4$$

نترات الفضة غير المتفاعلة — كرومات البوتاسيوم — نترات البوتاسيوم — كرومات الفضة راسب احمرطوبي

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

وتكون النسبةالمئوية للكلور = ---------- × 100 عدد مل من نترات الفضة×0,00177

عينة الحليب(10مل)

طريقة الهضم :-

المحاليل اللازمة :-

محلول نترات الفضة0،05ع

حامض نتريك مركز10%

محلول ثايوسيانات البوتاسيوم 0،05ع (KSCN)

اسيتون

دليل شب الحديد Amonium Ferric Sulfate Fe(So4)2NH4

خطوات العمل:-

1- انقل بواسطة ماصة (10مل) من عينة الحليب الى دورق مخروطي سعة250مل0

2- اضف بماصة الى الدورق (10مل) من محلول نترات الفضة 0،05ع 0

3- اضف(10مل)من حامض النتريك المركز الى الدورق0

4- سخن الدورق تسخينا هينا ولاحظ تصاعد غازات اكاسيد النتروجين0

5- استمر في الغلي لمدة 3-4 دقائق حتى يقف تصاعد الابخرة0

6- برد محتويات الدورق واضف 100مل ماء مقطر ثم 6مل من الاسيتون لتحسين ظهور نقطة التعادل ثم 1مل من دليل شب الحديد0

7- عادل الزيادة من نترات الفضة باستخدام محلول ثيوسيانات البوتاسيوم 0,05ع حيث يتم التفاعل على 3 مراحل هي :-

$$AgNO_3 + Nacl \text{ ---------- } NaNO_3 + Agcl$$

نترات الفضة — نترات الصوديوم — راسب ابيض

$$AgNO_3 + KSCN \text{ ---------- } KNO_3 + AgCNS$$

غير متفاعلة — ثايوسيانات البوتاسيوم — نترات البوتاسيوم — ثايوسيانات الفضة

$$3KSCN + Fe(SO_4)2NH_4 \text{ ---------- } K_3(SO_4)2NH_4 + Fe(CNS)_3$$

ثايوسيانات البوتاسيوم — امونيوم فيريك سلفيت — امونيوم بوتاسيوم سلفيت — سيانات الحديد لون احمر

8- احسب النسبة المئوية في العينة بنفس الطريقة السابقة0

ملاحظة:-

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

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

كيمياء البان عملي

الدرس العملي التاسع

تقدير الكالسيوم والمغنيسيوم باستخدام دليل الكالسين :-

يمكن تقدير الكالسيوم والمغنيسيوم في الحليب بالتنقيط بمحلول EDTAبوجود دليل الكالسين0 ويعمل EDTAعلى تجميع العناصر الفلزية والارتباط بها0 ويتوقف تقدير الفلز على ال PHوالدليل المستخدم0

وفي حالة تقدير الكالسيوم بمفرده فانه يقدر على PH مقداره 13,5 0
اما الكالسيوم والمغنيسيوم فانهما يقدران معا على PH مقداره 12 0

المحاليل اللازمة :-

1- محلول EDTA 0،05ع وذلك بوزن(9,307غم) من مادة اثيلين داي أمين تترا أسيتك أسد داي صوديوم(فوسفات الصوديوم) في لتر من ماء مقطر خالي من الايونات0

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 HCLالمركز النقي لاذابتها ثم يكمل الحجم بالماء المقطر الخالي من الايونات0

3- محلول KOH(8ع) ويحضر باذابة(448 غم) في الماء ثم يكمل الحجم الى لتر0

4- محلول دليل الكالسين الذي يحضر باذابة (0،2غم) منه في 25مل NaoH 0,1ع ثم يخفف المحلول الى100مل من الماء ويحفظ في زجاجة معتمة0

خطوات العمل :-

1- ينقل 25مل من عينة الحليب الى دورق معياري سعة 500مل ثم يكمل بالماء الى العلامة0

2- يؤخذ 50مل من الحليب المخفف سابقا (تعادل 2,5مل من عينة الحليب الاصلية)في دورق مخروطي سعة 100مل ويضاف اليها 5مل من محلول EDTA0

لتقدير الكالسيوم والمغنيسيوم :- 3- وعادة

يضاف كمية من KOH (8ع) الى محتويات الدورق تكفي لرفع رقم الPHالى 12 يضاف حوالي (0،15-0،2مل) ثم يضاف 3 نقط من دليل الكالسين 0 ويلاحظ ان لون العينة يكون وردي0

4- يجري عمل تعادل رجعي لمعادلة الزيادة من EDTAوذلك بمحلول الكالسيوم القياسي حتى الوصول الى اللون الاخضر الثابت وتسمى هذه النقطة بنقطة التعادل الاولى (ح1) 0

لتقدير الكالسيوم:-

5- يضاف الى نفس محتويات الدورق السابق كمية من (KOH) (8ع) تكفي لرفع الPHالى 13,5 (حوالي 1,5مل منها) ويلاحظ تحول اللون مرة اخرى الى اللون الوردي0

6- تجرى عملية تنقيط باستخدام محلول الكالسيوم القياسي حتى اللون الاخضر مرة اخرى وتسمى هذه بنقطة التعادل الثانية (ح2) ولسهولة تمييز نقطة التعادل توضع ارضية سوداء اسفل الدورق المحتوي على المحلول0

الحساب:- (حجمEDTA-حجم محلول الكالسيوم ح1)×ع

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

حجم عينة الحليب المستخدم

(حجم EDTA-حجم محلول Caالقياسي)ح1+ح2

ملليمكافئات Ca/100مل حليب = ----------×100

حجم العينة

ملغم كالسيوم = مليمكافئات الكالسيوم(السابقة) ×20

ملغمMg/100مل حليب = ملليمكافئاتCa+Mg/100مل-مليمكافئات Ca

اذن ملغم للمغنيسيوم = مليمكافئات المغنيسيوم ×12

كيمياء البان عملي

الدرس العملي العاشر

الخواص الكيمياوية لدهن الحليب :-

رقم ريخارت ميسل :- هو عدد الملليترات من محلول قلوي قوته 0,1ع اللازم لمعادلة الاحماض الدهنية الطيارة (في بخار الماء) القابلة للذوبان في الماء والناتجة من تقطير (5غم) دهن باتباع طريقة ذات مواصفات خاصة وفي اجهزة ذات مقاييس خاصة0

طريقة العمل:-

اولا :- عملية التصبن :-

1- اوزن (5غم) من الدهن النقي في دورق بولنك0

2- اضف 20مل كلسرين و 2مل محلول NaoH50%(فائدة الكلسرين هي المساعدة في بدء عملية التصبن ورفع درجة الغليان ومنع احتراق الدهن)0

3- سخن محتويات الدورق فوق اللهب المباشر تسخينا هينا مع الرج الخفيف المستمر حتى يتم تصبن الدهن بما في ذلك النقط الملتصقة بالاجزاء العلوية من الدورق ويصبح المحلول رائقا تماما0 وتستغرق عملية التصبن السابقة من 5-8 دقائق تقريبا واحيانا تصل الى 10 دقائق0 بعدها غط فوهة الدورق بزجاجة ساعة وتترك لتبرد0

ثانيا:- التقطير :-

4- يضاف بعد عملية التبريد وقبل ان يجمد الصابون 93مل ماء مقطر ساخن على درجة 85-90م وذلك لاذابة الصابون0

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 ببطئ اولا 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 دقيقة0

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 110مل0

9- يرفع الدورق وتقلب محتوياته 4-5 مرات دون رج شديد0

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 المترشح0 يغطى الدورق ويحتفظ به لتقدير رقم ريخارت0

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 الترشيح0

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 السابقة0
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 بولنك0
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 اضف(0,1مل) دليل فينولفثالين0 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 الوردي0

يجرى التعادل ايضا مع تجربة المقارنة :-

$$\text{رقم ريخارت} = (\text{رقم تعادل الدهن} - \text{رقم تعادل المقارنة}) \times \frac{110}{100}$$

ب- تقدير رقم بولنك :-

يعادل المحلول الكحولي للاحماض الدهنية الطيارة غير الذائبة في الماء بمحلول هيدروكسيد الصوديوم 0,1ع مع استعمال (0،25مل) دليل فينولفثالين ph0ph ويجرى نفس الشئ مع تجربة المقارنة0

$$\text{رقم بولنك} = (\text{رقم تعادل الدهن} - \text{رقم تعادل المقارنة}) \times \frac{110}{100}$$

$$\text{مل قاعدة للدهن} - \text{مل قاعدة للبلانك} \quad \text{أو} \quad \frac{\text{عيارية الحامض} \times 56 \times 1000}{\text{وزن العينة}}$$

كيمياء البان عملي

الدرس العملي الحادي عشر

تقدير الفوسفور الغير العضوي في الحليب :-

من اكثر الطرق استخداما لتقدير الفوسفور الغير العضوي في الحليب هي طريقة Snell and Snell0

المحاليل :-

1- محلول مولبيدات الامونيوم Amonium Molbydate:-

اذب 25غم من مولبيدات الامونيوم في 300مل ماء مقطر و 75مل حامض كبريتيك مركز ثم يكمل الحجم الى 500مل بالماء المقطر0

2- محلول هيدروكينون Hydro quinone :-

اذب (0،5غم) من الهيدروكينون في 100مل ماء واضف نقطة من حامض الكبريتيك المركز وذلك لمنع الاكسدة0

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- محلول20% من حامض ثلاثي كلوريد الخليك0

6- محلول هيدروكسيد الامونيوم (1ع)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 الاصلي0

3- انقل 5مل من المترشح الرائق الى دورق معياري سعة 50مل ثم اضف حوالي 20مل ماء0

4- عادل الزيادة من حامض ثلاثي كلوريد الخليك بواسطة محلول (1ع) من هيدروكسيد الامونيوم باستعمال دليل بارانيتروفينول0

5- اضف 5مل من محلول مولبيدات الامونيوم ثم رج محتويات الدورق واتركها لعدة دقائق ثم اضف 5مل من محلول الهيدروكينون ثم رج ثانية0

6- اضف بعد ذلك 5مل من محلول كبريتيت الصوديوم واكمل الحجم الى 50مل بالماء0 رج محتويات الدورق بشدة ثم اتركه لمدة 30 دقيقة على درجة حرارة الغرفة0

7- تقاس كثافة اللون الازرق المتكون على موجة طولها 640نانومتر في جهاز السبيكتروفوتوميتر0

8- يقدر تركيز الفوسفور بمقارنة قراءة جهاز السبيكتروفوتوميتر بما يقابلها من تركيز الفوسفور على المنحنى القياسي الذي يتم اعداده باستعمال تركيزات معلومة0

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 فوسفور0 يستعمل هذا المحلول في تحضير تخفيفات مختلفة تتراوح بين (0,02-0,08) ملغم فوسفور0
ثم تقاس هذه المحاليل على جهاز السبيكروفوتومتر وتدون قراءة الجهاز المقابلة لكل تخفيف وبذلك يتكون المنحنى القياسي0

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 الدهن0 وهذه الظاهرة تلعب دور هام في تسويق الحليب لان المستهلك يعتقد ان الحليب الجيد هوالذي يكون طبقة كريم اكبر على السطح وخاصة في الدول النامية ومنها العراق0
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 الحليب0
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 سطحها0
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 الدهن0
فاذا كانت حبيبات الدهن صغيرة سوف تتكون فقاعات متساوية مكونة سلسلة جيدة وكاملة0
تجرى عملية التجنيس بواسطة جهاز يسمى بالمجنس Homogenizerوهو عبارة عن مضخة ماصة كابسة تضغط الحليب بقوة تصل الى 3000باوند/انج2 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 ويتراوح الضغط المستخدم من 2000-3000باوند/انج2 او قد يكون على مرحلة واحدة 0
2- نوع يعمل تحت ضغط منخفض:- لا يزيد الضغط المستخدم على1000باوند/انج2 0
في حالة الضغط العالي فان استخدام الضغط العالي في التجنيس والذي هو 2000- 3000 باوند/انج2يجعل حبيبات الدهن تميل الى التجمع مع بعضها مرة اخرى مكونة ما يعرف بكتل الدهن Clumpsوهذه الكتل تعيق عملية الخفق عند صناعة الايس كريم مما يؤدي الى تقليل الريع0 ولهذا يجرى التجنيس مرة ثانية تحت ضغط منخفض قدره 500باوند/انج2 للتخلص من كتل الدهن0
ان انسب درجة حرارية لتجنيس الحليب هي من 60-63م لان الدهن على هذه الحرارة يكون بحالة سائلة مما يسهل عملية التجنيس0

تاثير 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 الفوسفولبيدات المحيطة بحبيبة الدهن نتيجة تكسير حبيبات الدهن وهذه تساعد على تكوين الرغاوي0
ج-يعمل التجنيس على تكوين راسب في قعر القنينة ناتجة من فوسفات الكالسيوم الثنائية وبعض المواد الاخرى المحيطة بحبيبات الدهن0
د- يزداد اللون الابيض في الحليب المجنس وذلك لزيادة انعكاس الاشعة الضوئية على حبيبات الدهن الصغيرة0
ه- يساعد التجنيس على عدم التصاق الحليب بجدار الزجاجة 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 بالزجاجة0

2- الدهن :-

يعمل التجنيس على تقليل حجم او قطر الحبيبة الدهنية من 3,5مايكرون الى 2 مايكرون والذي يؤدي الى عدم تجمع حبيبات الدهن نتيجة زيادة الاحتكاك بين حبيبات الدهن والحليب الفرزولزيادة الجذب السطحي على حبيبة الدهن0

الطعم :-

يبدو الحليب المجنس اكثر دسامة من الحليب غير المجنس وذلك لارتفاع لزوجة الحليب المجنس ولكن يكون اكثر عرضة للتزنخ وتكوين الطعم المؤكسد وذلك لزيادة المساحة السطحية للدهن 6مرات عما كانت عليه قبل التجنيس والتي تتعرض للاوكسجين ولانزيم اللايبيز0

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 الجبن0

العوامل التي تؤثر على كفاءة عملية التجنيس :-

1- الضغط المستخدم في التجنيس:- كلما زاد الضغط كلما زادت كفاءة عملية التجنيس الى حد 2500باوند/انج2 0
2- الحالة التي توجد عليها صمامات التجنيس :- الصمامات الجديدة تكون ملساء وتكون كفاءة التجنيس عالية0 اما اذا كانت قديمة وبها شقوق فانها سوف تؤدي الى مرور بعض حبيبات الدهن دون تجزئتها وتقلل كفاءة عملية التجنيس0
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 Tفتجرى عملية التجنيس على درجة حرارة 55م0
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 43-48م0
4- المواد الكيمياوية:- ان اضافة املاح الكالسيوم وارتفاع نسبها في الحليب وارتفاع الحموضة تؤدي الى خفض كفاءة عملية التجنيس0 وعكس هذا فان اضافة املاح السترات والفوسفات تؤدي الى ارتفاع كفاءة التجنيس0

مساوئ عملية التجنيس:-

1- تعريض الحليب لعملية التلوث بنسبة مرتفعة في المجنسات0 لان اجهزة التجنيس تكون مقفلة لتقليل تسرب الحليب نتيجة الضغط وعلى ذلك فان هناك صعوبة في تنظيفها جيدا0
2- تكوين راسب في قعر العبوات0
3- صعوبة الاستفادة من الحليب الراجع الى المصنع حيث لايمكن فصل كل الدهن الموجود في الحليب المجنس0
4- صعوبة تقدير نسبة الدهن في الحليب المجنس0