كلية: الصيدلة Faculty of Pharmacy	مقرر: عملي كيمياء الأغذية Practical Food Chemistry
الرمز: PHAC855	مدرس المقرر: الدكتورة مي خضر

كيمياء غذائية

القسم العملي

Practical Food Chemistry

الفهرس

التجربة العملية الأولى – معايرة المواد الدسمة	الصفحة 3
التجربة العملية الثانية – معايرة الدابوق	الصفحة 5
التجربة العملية الثالثة – قياس الحموضة	الصفحة 6
التجربة العملية الرابعة – غش الزيوت	الصفحة 7
التجربة العملية الخامسة – معايرة اللاكتوز في الحليب	الصفحة 8
التجربة العملية السادسة – معايرة الغلوكوز	الصفحة 8
التجربة العملية السابعة – معايرة الفيتامين C	الصفحة 10
التجربة العملية الثامنة – قرينة البيروكسيد	الصفحة 11
التجربة العملية التاسعة – قرينة اليود	الصفحة 12
التجربة العملية العاشرة – معايرة النتريت بالسبانخ	الصفحة 15
التجربة العملية الحادية عشر – القساوة والشوارد	الصفحة 16

التجربة العملية الأولى

معايرة المواد الدسمة

المبدأ:

يعتمد على استخلاص المادة الدسمة بمذيب عضوي ثم تبخير المذيب، ووزن البقية (المادة الدسمة).

1- في الجبن:

يؤخذ 2غ من الجبن وتسحق في هاون مع 5غ من كبريتات الصوديوم اللامائية حتى يصبح بشكل مسحوق متجانس وجاف لا يلصق بجدار الهاون.

تدخل بعد ذلك قطعة من القطن في قمع زجاجي أسطواني، وتبلل بقليل من الايتر، ثم يلقى المزيج المتجانس في القمع وتكدس طبقاته جيداً بالضرب على جدران القمع اليد.

يستر المسحوق بقطعة من القطن، ثم يستخلص بالايتر (20مل)، ويتابع الاستخلاص حتى لا تعود قطرة من الايتر المنصب تترك بعد تبخيرها على ورقة الترشيح أي أثر.

تجمع الخلاصة في جفنة نظيفة، جافة، وموزونة وتبخر على حمام مائي حتى الوصول إلى وزن ثابت.

يحسب وزن المادة الدسمة في الأخيذة، ثم تحسب النسبة المئوية للمادة الدسمة في الجبن.

2- في الدقيق:

يؤخذ 10غ من الدقيق وتوضع في القمع الأسطواني وتستخلص بالايتر (بنفس الطريقة السابقة) تحسب النسبة المئوية للمادة الدسمة بالدقيق.

3- **في الحليب:**

(وفق خطة آدم).

نضع 10مل من الاحليب في حبابة إبانة، ونضيف لها 10مل من الغول النشادري. نحرك بلطف ثم نضيف 12مل من الايتر ونستخلص جيداً (مع الحذر من الاستحلاب) مدة ربع ساعة، نضع بعدها الحبابة بوضع قائم حتى تنفصل إلى طبقتين. ترمى الطبقة السفلية ثم تغسل الطبقة الايترية وحبابة الإبانة بوضع قائم مرتين بالماء، كل مرة 10 مل وترمى الغسالات.

تلقى الطبقة الإيترية من أعلى الحبابة إلى جفنة نظيفة، جافة وموزونة. تغسل الحبابة بعدها بالايتر 5مل وتلقى الغسالة فوق الجفنة. تبخر الجفنة على حمام مائي حتى الوزن الثابت... فيكون وزن المادة الدسمة في 10مل حليب. تحسب الكمية في الليتر.

كمية المادة الدسمة:

في الدقيق: 0.75-1.25غ في 100غ

في الجبن الأبيض: 10-15غ في 100غ

في الحليب: البقر 35-45غ/ل

الماعز 37غ/ل

الغنم 56غ/ل

التجربة العملية الثانية

معايرة الدابوق

الدابوق مادة آزوتية تحوي مزيج من الغلياديين، الغلوتنين والكونغلوتين.

نسبة تميه الدابوق: عبارة عن مقدار الماء في 100غ من الدابوق الرطب، والدقيق الجيد تكون نسبة التميه فيه 65%-85%.

1- الدابوق الرطب:

تعجن 10غ من الدقيق مع 5 مل من محلول كلور الصوديوم الألفي، حتى الحصول على عجينة متماسكة. تنقل إلى قطعة قماش، وتفرك تحت تيار من الماء حتى زوال اللون الأبيض (نتأكد عندما قطرة من سائل الغسيل لا تعطي لون أزرق مع قطرة من محلول اليود).

تعصر وتوزن على ورقة ترشيح جافة وموزونة.

الوزن × 10 هو وزن الدابوق الرطب في 100غ دقيق.

2- الدابوق الجاف:

يوضع الدابوق الرطب على ورقة الترشيح والموزون سابقاً في محم 100 درجة مئوية لمدة ساعة... حتى الوصول لوزن ثابت. فيكون:

الوزن × 10 هو وزن الدابوق الجاف في 100غ دقيق.

التجربة العملية الثالثة

قياس الحموضة

1- الحليب: (حمض اللبن :$CH_3CHOHCOOH$ الوزن الجزئي: 90)

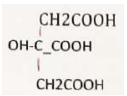
الطريقة: يوضع 10مل من الحليب في بيشر جاف ونظيف، ويضاف قطرتين من الفنول فتالئين كمشعر ثم يستل من الصود 0.1ن حتى ظهور لون وردي ثابت لمدة 10 ثانية. فإذا كان المصروف n مل من الصود، تكون حموضة الحليب مقدرة بحمض اللبن هي:

$$n \times 0.009 \times 100 \quad g/l$$

2- الزيت: (حمض الزيت $CH_3(CH_2)7CH=CH(CH_2)7COOH$ الوزن الجزئي: 282غ)

الطريقة: يوضع 5غ زيت في بيشر مع 25 مل مزيج محضر سابقاً (غول + ايتر معدل)، يحرك جيداً حتى تمام الانحلال.. ثم تعاير الحموضة بالصود 0.1ن حتى عودة اللون الوردي. فإذا كان المصروف n مل تكون الحموضة في الزيت (مقدر بحمض الزيت) هي:

$$g/100g \frac{nx0.0282x100}{5}$$

3- العصير: 

(حمض الليمون الوزن الجزئي: 210غ)

الطريقة: يؤخذ 10مل من العصير وتسدد بإضافة 20مل من ماء مقطر، ثم يضاف قطرتين من الفنول فتالنين ثم يستل من الصود 0.1ن حتى ظهور لون وردي... فإذا كان المصروف n تكون مقدار الحموضة في العصير (مقدرة بحمض الليمون) هي:

$$n \times 0{,}007 g/L$$

التجربة العملية الرابعة

غش الزيوت

تغش الزيوت النباتية بطرق عديدة وذلك بإضافة زيوت نباتية أرخص ثمناً، أو زيوت معدنية كالبرافين... فمن أجل التحقق من نقاوة الزيت لابد من الرجوع للقرائن والثوابت الخاصة... وهنالك زيوت متعددة يمكن كشفها بتفاعلات ملونة مثل:

زيت القطن:

مع كاشف هالفن (1غ زهر الكبريت + 100مل كبريت الفحم + 100 غول اميلي $C_5H_{11}OH$) يوضع في أنبوب اختبار 1مل من الزيت المطلوب فحصه + 2مل من كاشف هالفن ثم يوضع الأنبوب في حمام مائي يغلي لمدة ساعة... فيعطي لون أحمر برتقالي دليل وجود زيت القطن.

زيت السمسم:

بتفاعل بودوان Boudouin.

يوضع 0.1غ سكاروز في أنبوب اختبار + 0.5مل حمض كلور الماء الكثيف + 1مل من الزيت المفحوص، ويخض جيداً لمدة دقيقة، ثم يترك المزيج فترة فيلاحظ ظهور لون أحمر قرمزي واضح في الطبقة الحمضية دليل وجود زيت السمسم، وإذا كانت الكمية كبيرة يظهر اللون القرمزي في الطبقتين الحمضية والزيتية.

زيت البرافين:

هو زيت معدني يكشف عنه بأخذ 0.5مل من الزيت + 5مل غول + 3-4 أقراص بوتاس يسخن على نار هادئة (حتى لا يلتهب) لمدة 2-3 دقيقة حتى انتهاء التصبن.

يضاف على جدران الأنبوب ماء مقطر، فإذا ظهر عكر أبيض... أو وجود طبقتين منفصلتين فهذا يدل على وجود زيت البرافين.

التجربة العملية الخامسة

معايرة اللاكتوز في الحليب

يجرد الحليب من بروتيناته بمزيج من فرو سيانور البوتاسيوم 15%وخلات التوتياء30% ثم يعاير اللاكتوز في الرشاحة بطريقة كوس وبونان.

يوضع في بالون معاير 100مل: 10 مل حليب

1 مل فروسيانور البوتاسيوم 15%

1مل خلات التوتياء 30% ثم يكمل الحجم حتى 100مل بالماء المقطر.

يخض ويرشح ويعاير اللاكتوز في الرشاحة على خطة كوس وبونان كما يلي:

يغلي في فيول مزيج مؤلف من 5مل من كل من فهلنغ A وفهلنغ B مع 2.5مل من محلول فروسيانور البوتاسيوم 5%، ثم ينقط من المحلول السكري المطلوب معايرته مع المثابرة على الغلي أثناء العمل حتى زوال اللون الأزرق واصفرار المحلول ثم اسمراره.

فإذا صرف n مل من المحلول السكري يكون الليتر حاوي على:

$$\frac{0.05x1.46x100x0.82x100}{2n}$$ غ سكر لاكتوز

معايرة الكلور في الحليب

يجرد الحليب من بروتيناته بمعالجته بمزيج من فروسيانور البوتاسيوم وخلات التوتياء السابق الذكر، ثم يؤخذ 50مل من الرشاحة.

5مل من نترات الفضة 0.1ن

2مل من HNO_3

2مل من شب الحديد النشادري 10%

ثم تعاير زيادة نترات الفضة بمحلول تيوسيانات البوتاسيوم 0,1 ن حتى ظهور لون أحمر. فإذا كان المصروف n يكون مقدار الكلور في ليتر من الحليب هو:

(5-n) x 0.00585 x 100 x 2 g

$NaCl + AgNO_3 \rightarrow AgCl + NaNO_3$

$AgNO_3 + KSCN \rightarrow AgSCN + KNO_3$

$6KSCN + Fe_2(SO_4)_3 \rightarrow 3K_2SO_4 + 2Fe(SCN)_3$

التجربة العملية السادسة

معايرة الغلوكوز

معايرة الغلوكوز بطريقة لوف شورل Luff Schoorl:

نضع 20مل من محلول سكري في وعاء إشباع مع 24مل من كبريتات النحاس، يغلى المحلول لمدة 10 دقائق ثم يبرد بتيار من الماء البارد، يضاف لها 8مل من محلول يود البوتاسيوم 30% و20مل محمض الكبريت 25% نحرك ثم نعاير بتحت كبريتيت الصوديوم 0.1نم فإذا كان المصروف نً.

تجرى نفس التجربة على شاهد (بدون وجود محلول سكري) وليكن المصروف له من تحت كبريتيت ن.

نحسب (ن – نً) ثم من خلال جدول مرجعي يعرف كمية الغلوكوز مقدرة (مغ).

(ن – نً)	غلوكوز (مغ)	(ن – نً)	غلوكوز (مغ)
1	2.4	9	22.4
2	4.8	10	25
3	7.2	11	27.6
4	9.7	12	30.3
5	12.125	13	33
6	14.7	14	35.7
7	17.2	15	38.5
8	19.8		

التجربة العملية السابعة

معايرة الفيتامين C

يؤخذ 10مل من العصير بممص معاير إلى بيشر، ثم يضاف 10 مل حمض الكبريت الممدد، تمدد بعد ذلك بـ 25 مل ماء مقطر.

نعاير بمحلول اليود 0.1ن... فإذا كان المصروف (n) مل.

يكون مقدار الفيتامين C في ليتر من العصير هو:

n×0.0088×100 g/l

التجربة العملية الثامنة

قرينة البيروكسيد

هي عدد الميكروغرامات من الأوكسجين المثبتة على 1غ مادة دسمة.

$$RO_2 + 2HI \rightarrow H_2O + I_2 + R0$$

الطريقة:

يوضع في فيول 0.5عغ مادة دسمة، يضاف إليها 10مل كلوروفورم ويحرك بشكل جيد ثم يضاف 15مل حمض الخل الكثيف ويحرك ثم يضاف 1مل يودور البوتاسيوم المشبع وينتظر 5 دقائق بالظلام.

يضاف 50 مل ماء ويعاير بتحت كبريتيت الصوديوم 0.01ن، فإذا كان المصروف للمجهول n وكان المصروف للشاهد m تكون قرينة البيروكسيد هي:

$$\frac{(n-m)x160}{0.5}$$

تفاعل كرايس

نستخدم كاشف كرايس للكشف عن الزنخ في المواد الدسمة (كشف عن المركبات الانشطارية).

الطريقة:

يوضع 1مل زيت في أنبوب ويضاف إليه 1 مل حمض كلور الماء الكثيف، ثم يمزج بشكل جيد. ويضاف 1مل فلوروغليسين ايتري ألفي... فيعطي لون زهري إلى أحمر عند إيجابية التفاعل.

التجربة العملية التاسعة

قرينة اليود

هي مقدار اليود مقدر بالغرامات التي يتم تثبيته على 100غ من المادة دسمة.

$HgCl_2 + 2I_2 \rightarrow HgI_2 + 2ICl$

$4Kl + HgCl_2 \rightarrow K_2Hgl1_4 + 2Kl$

$L_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow Na_2S_4O_6 + 2Nal$

الطريقة:

يوضع في دورق مخروطي 0.25غ مادة دسمة، يضاف لها 15مل كلوروفورم ويحرك حتى تمام الذوبان. ثم يضاف 10مل يود غولي 5% (بممص معاير) و10مل محلول السليماني 6% يحرك الدورق ويسدد بسدادة ويوضع في مكان مظلم.... ساعتين، مع التحريك من آن لآخر. يضاف 12.5 مل من محلول يود البوتاسيوم 20% يحرك... ثم يضاف 50 مل ماء مقطر. ويعاير بتحت كبرتيت الصوديوم 0.1ن... وليكن المصروف n تجرى نفس الخطوات السابقة (بدون وجود مادة دسمة) كشاهد وليكن المصروف.... m فتكون قرينة اليود:

$$\frac{m-n}{w} \text{ X } 1.27$$

قرينة رايشر مايسل
Richer Messl

هي عدد الميليمترات من القلوي 0.1 ن اللازمة لتعديل الحموض الطيارة المنحلة المستحصلة من 5 غ مادة دسمة.

خطة العمل:

يوضع في الدورق 5 غ مادة دسمة + 2 مل صود 44% + 16 مل غليسرول

يغلى على نار هادئة حتى الحصول على طبقة رائقة ومتجانسة، يترك الدورق لتنخفض درجة حرارته إلى 90 درجة مئوية.

يضاف وببطء ومع التحريك 100 مل ماء ساخن (90 درجة مئوية)، يضاف عدة قطرات من الهليانتين، ثم يضاف 50 مل من حمض الكبريت 0.5 ن وبضع أحجار لتنظيم الغليان.

يوصل الدورق ببقية أقسام الجهاز، يسخن وتستقبل القطارة على بالون سعة 100–110 وعندما تجتمع 110 مل من القطارة، تطفأ النار ويستعاض عن الدورق بمخبار صغير.

يضاف للبالون قليل من التالك، ويخض بشكل جيد ثم يرشح على بالون 100 مل، حيث تعاير الرشاحة بالصود 0.1 ن بوجود الفنول فتالئين كمشعر.

فإذا كان المصروف من الصود للمعايرة ن

والمصروف للشاهد (بدون وجود مادة دسمة) هو نً

فتكون قرينة رايشر مايسل = (ن ـ نً) X 1.1

قرينة بولنسك

Polenske

هي عدد المليلترات من القلوي 01 ن اللازمة لتعديل الحموض الطيارة غير المنحلة المستحصلة من 5غ مادة دسمة.

الطريقة:

يغسل كل من وصلة بولنسك والمبرد والبالون سعة (100–110) مل مرتين، كل مرة 15 مل ماء وتستقبل الغسالة على ورقة الترشيح، سالفة الذكر... وترمى الغسالة المائية.

تعاد عملية الغسل بواسطة الكحول مرتين، كل مرة 15 مل... وتستقبل الغسالة في بيشير ثم نأخذ ورقة الترشيح بما عليها وتضاف للبيشر وتعاير بواسطة الصود 0.1ن بوجود الفنول فتالئين.

قرينة التصبن

هي عدد مليغرامات البوتاس اللازمة لتصبن 1غ مادة دسمة.

الطريقة:

يوضع في دورق 5غ مادة دسمة + 25 مل بوتاس غولي نظامي، يوصل الدورق بمبرد صاعد ويغلى على نار هادئة مدة نصف ساعة.

يفصل الدورق، وتعاير بعد ذلك زيادة القلوي بمحلول حمض كلور الماء 0.5ن، بوجود الفنول فتالئين كمشعر.

فإذا كان المصروف للشاهد (بدون وجود مادة دسمة) ن مل

والمصروف للمجهول... ن مل

تكون قرينة التصبن = (ن – نً) × 5.6

التجربة العملية العاشرة

معايرة النتريت بالسبانخ

يعتمد مبدأ المعايرة على أن شاردة النتريت تتحد مع السلفانيلاميد في PH=2-2.5 وتشكل ملح دي أزونيوم N=N يتحد في مرحلة لاحقة مع N نفتيل اتيلين دي أمين دي هيدروكلوريد (NED) ويعطي مشتق آزوتي -N=N– ذو لون أحمر تتناسب مع شدته مع كمية النتريت، تقاس الكثافة الضوئية بطول موجة 538nm بمقياس الطيف الضوئي.

العمل:

تغسل عينة الخضار بشكل جيد وتطحن بخلاط كهربائي، ثم يوزن 5غ منها وتوضع في بيشر ويضاف لها 2.5 مل بوراكس مشبع + 50–60 مل ماء ساخن بدرجة 80 درجة مئوية يحرك بكل جيد ثم ياف 1مل فروسيانور البوتاسيوم + 1مل خلات التوتياء فيتشكل كتلة هلامية.

يرشح إلى بالون معاير 100 ويكمل بالماء المقطر الساخن إلى خط العيار.

يؤخذ 1 مل رشاحة + 1 مل سلفانيلاميد + 0.6مل (HCl 5N) ينتظر 5 دقائق في الظلام ثم يضاف 0.1مل من محلول NED ويكمل حتى 10مل ماء مقطر وينتظر دقيقتين... ثم يقرأ اللون الناتج بطول موجة 538 nm بمقياس الطيف الضوئي.

تحضر سلسلة عيارية بتركيز 15–2.5مكغ، منم محلول عياري لنتريت الصوديوم تركيزه (5 ميكروغرام/ مل).

تمثل السلسلة بيانياً ويستنتج التركيز من الخط البياني.

ثم تحسب النتيجة ملغ/ كغ سبانخ.

	شاهد	1	2	3	4
نتريت صوديوم عياري مل	–	0.5	1	2	3
سلفانيلاميد مل	1	1	1	1	1
HCl 5N مل	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6
	ينتظر 5 دقائق بالظلام				
NED مل	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
ماء مقطر مل	8.3	7.8	7.3	6.3	5.3

التجربة العملية الحادية عشر

القساوة والشوارد

إن الماء القاسي هو الماء الذي يحوي على الكير من املاح الكالسيوم والمغنزيوم ومعظمها يشكل فحمات.

1- تحديد القساوة:

يؤخذ 10مل من الماء المراد تحديد قساوته مع 15مل ماء مقطر و1مل وقاء (نشادر وكلور النشادر) و2 قطرة مشعر أسود الايروكروم..

يسأل من محلول EDTA تعادل 1مغ من $CaCO_3$

تحسب كمية فحمات الكالسيوم في الليتر

تحسب القساوة بالدرجة الفرنسية، حيث كل درجة تعادل 10مغ من فحمات الكالسيوم.

2- كشف بعض الشوارد في الماء:

*** النشادر:**

يؤخذ 2مل من الماء المطلوب فحصه، مع قطرة من كاشف نسلر فيعطي لون أصفر إلى برتقالي دليل إيجابية التفاعل.

*** النتريت:**

يؤخذ 2مل من الماء المطلوب فحصه، مع قطرة من كاشف زامبيلي (انتظار).

ثم يضاف 0.5مل نشادر... يخض فيعطي لون أصفر دليل إيجابية التفاعل.

*** الكبريتات:**

يؤخذ 2مل من الماء مع 2 قطرة من كلور الباريوم 10% فيعطي عكر أبيض دليل وجود الكبريتات.