

الفصل الثاني

الاختبارات الفيزيائية والكيميائية

1- تحضير العينة للتحليل الفيزيائي والكيميائي

2- الصفات الفيزيائية للحليب

لون الحليب

اللزوجة

الرائحة

الطعم والمذاق

كثافة الحليب

3- الثوابت الفيزيائية

نقطة التجمد

نقطة الغليان

الناقلية الكهربائية

رقم pH الحليب

4- التحليل الكيميائي للحليب :

1- تقدير المادة الصلبة الكلية .

2- تحديد درجة الحموضة المعايرة

3- تقدير الرماد

4- تقدير المحتوى من المادة الدسمة

5- تحديد المحتوى من الأزوت الكلي

6- تحديد المحتوى من البروتين

7- تحديد المحتوى من اللاكتوز

8- تحديد المحتوى من الكالسيوم

9- تحديد المحتوى من الفوسفور

10 - تحديد المحتوى من الكلور

الفصل الثاني

الاختبارات الفيزيائية والكيميائية

1- تحضير العينة للتحليل الفيزيائي والكيميائي :

Préparation de l'échantillon en vue de l'analyse physique et chimique

1- المبدأ :

تعتمد هذه العملية على جعل العينة متجانسة و الوصول إلى درجة الحرارة المناسبة .

2 – طريقة العمل :

1-2 جعل العينة متجانسة :

إذا كان المطلوب عمل التحليل مباشرة بعد أخذ العينة بمدة 2-3 ساعات فإنه يكفي تطبيق تحريك بسيط للعينة مع إجراء عمليات قلب متتالية لجعل العينة متجانسة بشكل كافٍ . في الحالة التي يتم فيها التحليل في اليوم التالي أو بعد عشرة أيام فإن المادة الدسمة تتجمع على أسطح وجدار الأنبوب أو تشكل سداً ولذلك يجب العمل على جعل المادة الدسمة على شكل معلق متجانس ضمن كتلة العينة الكلية بتطبيق التجانس الميكانيكي أو التجانس اليدوي .

في حالة استخدام المجانس الميكانيكي يجب تجنب تشكل الرغوة وعدم الاحتفاظ بالكازئين والمادة الدسمة ومن الضروري تسخين العينة إلى درجة حرارة 40 إلى 45 °م لصهر المادة الدسمة . في حالة استخدام المجانسة اليدوية يجب رفع درجة الحرارة إلى 20 °م وإجراء عمليات قلب متتالية مع تجنب تشكيل مستحلب الهواء في الحليب ثم افتح السدادة وضع محتويات العينة ضمن كأس يحتوي على مصفاة دقيقة للاحتفاظ في كتل المادة الدسمة وفي المرحلة الأخيرة اخلط محتويات الكأس من الحليب مع الكتل الدسمة المنصهرة للحصول على عينة متجانسة بشكل كاف .

2-2 الوصول إلى درجة الحرارة المناسبة :

يفضل أن تكون حرارة الحليب 20 °م ± 0.2 °م .

2 – الصفات الفيزيائية للحليب :

1-2 لون الحليب : La couleur du lait

للحليب لون ومظهر أبيض معتم نتيجة تبعثر الضوء بفعل جسيمات الكازئين بشكل أساسي وحبيبات المادة الدسمة بدرجة أقل ويضفي وجود الريبوفلافين في المصل اللون الأخضر المصفر. ويعود اللون الأصفر في الحليب إلى الكاروتينات وخاصة بيتاكاروتين المتواجد في المادة الدسمة . للتغذية تأثير هام على شدة اللون

الأصفر في الحليب فعند تقديم الأعلاف الخضراء في الربيع يزداد المحتوى من المادة الدسمة المترافق مع زيادة شدة اللون الأصفر نظراً لغناء الأعلاف الخضراء بالكاروتينات .

يختلف محتوى الحليب من الكاروتين وفقاً للحيوان وقدرته على استخدام الكاروتين فيزداد لدى أبقار الجرسى . يلاحظ عند انخفاض نسبة الكاروتين الجسيمي في الحليب الناتج عن التهاب الضرع أو الحليب الناتج في نهاية موسم الإدرار وحليب السرسوب اكتساب الحليب المظهر المائل إلى اللون الرمادي مع اختلاف في درجة العتامة .

بشكل عام يمتاز حليب السرسوب بلون أصفر مرتفع نسبياً لغنائه وارتفاع محتواه من الكاروتينات أما الحليب الناتج عن التهاب الضرع الحاد يمكن أن يبدي اللون الوردي بسبب وجود الدم .

لا بد من الإشارة إلى وجود ألوان غير طبيعية سببها وجود مرتفع لبعض البكتيريا ، فاللون الأزرق على سطح الحليب المتحمض ناتج عن فعالية *Pseudomonas aeroginosea* أما اللون الأصفر ضمن طبقة القشدة ناتج عن فعالية *Ps.synxatha* واللون الأحمر ناتج عن فعالية *Serratia marcescens* .

2-2 اللزوجة : La viscosité

يؤدي وجود حبيبات المادة الدسمة والمكونات البروتينية إلى إعطاء الحليب لزوجة تعادل ضعفي لزوجة الماء على درجة حرارة 15°م أي تساوي 2.2 سنتي بواز وتنخفض اللزوجة عند ارتفاع في درجة الحرارة وتزداد عندما ينخفض رقم الحموضة ويصل إلى رقم 6 وما دون . يتصف حليب السرسوب بلزوجة أعلى من لزوجة الحليب الطبيعي ويؤدي نمو ونشاط الأحياء الدقيقة في الحليب إلى زيادة اللزوجة وهذا يلاحظ عند وجود البكتيريا الأليفة لدرجة الحرارة المنخفضة مثل *Alcaligenes viscus* حيث تتشكل طبقة لزجة على سطح الحليب وتتصف بعض بكتيريا حمض اللبن في إنتاج مواد سكرية إضافة إلى منتجات ثانوية مرتفعة اللزوجة مما تزيد من صفة التهلم ويمكن الاستفادة منها في صناعة الألبان المتخمرة كاللبن الخائر والقشدة والأجبان الطازجة .

2-3 الرائحة : Odeur

يتميز الحليب برائحة مقبولة ويتصف بقابليته الكبيرة في امتصاص الروائح من الوسط الداخلي والخارجي خاصة في الوسط الذي تتم فيه الحلاية والوسط الداخلي (تأثير التغذية على ظهور بعض الروائح مثل الثوم والبصل) . عندما يتحمض الحليب تظهر عليه الرائحة الحامضية ويعود امتصاص الروائح من الوسط

الخارجي إلى وجود المادة الدسمة وبصورة خاصة الأحماض الدسمة غير المشبعة

4-2 الطعم والمذاق : Flaveur

يشير الطعم إلى مجموعة من العناصر الحسية للطعم والنكهة ومن الصعب الفصل بينهما نظراً لتفاعلها الحسي في الفم والأنف . ينتج طعم الحليب عن عدد كبير من المكونات المطعمة التي تختلف في درجة تطايرها ودرجة تفاعلها مع بعضها وهي موجودة بكميات قليلة جداً . بالرغم من التقدم العلمي في مجال التحليل الكيميائي وخاصة الفصل بالطور الغازي ومقياس طيف الكتلة ومع ذلك لا يمكن استخدام هذه الطرق بدلاً من التحليل الحسي لتقدير طعم الحليب وكشف عيوبه حيث تشكل لجنة تذوق يتم اختيار أعضائها . يتأثر مذاق الحليب بتركيبه وخاصة محتواه من المادة الدسمة ويمكن كشف الفرق بين حليب أبقار الجرسى الذي يحتوي على 4.5-6% من المادة الدسمة وحليب أبقار هولشتاين الذي يحتوي على 3.5% من المادة الدسمة وتعتمد شدة الملاحظة الحسية على الفروق في تركيز المكونات الأخرى . أساس الطعم في الحليب متداخل بين اللاكتوز (الطعم الحلو) وكلوريد الصوديوم (الطعم المالح) ولذلك فطعم الحليب الطازج ليس مرّاً وليس حامضياً إضافة إلى أن الحليب يحتوي على عدة مكونات تمتاز بروائح متباينة حيث تزداد شدتها وفقاً للمعاملات المطبقة (أسيت ألدهيد وميثيل سيتون ولاكتون والأحماض الدسمة قصيرة السلسلة وبعض المكونات الكبريتية). بالنسبة للبروتينات ليس لها طعم ولكنها تخفض وتوازن الطعم وتتصف بروتينات المصل بامتلاكها أماكن تثبت عليها بعض المكونات المسؤولة عن الطعم . بشكل عام تظهر عيوب الطعم في الشتاء والخريف بسبب شروط التربية والتغذية .

ونشير إلى أهم عيوب الطعم وأصلها :

1 – طعم الأعلاف الخضراء : مصدره المواد الغذائية المستهلكة والتي تصل إلى الدم ثم إلى الحليب وذلك عند تقديم سباج سيء النوعية حيث يسبب ظهور الطعم المر وبعض الأعلاف مثل اللفت والملفوف والثوم والبصل التي يسبب ظهور طعمها عند تقديمها إلى الحيوان قبل مدة ساعتين من الحلاية ولتجنبها يجب تقديمها قبل مدة خمس ساعات من الحلاية .

2 – طعم عدم النظافة : الناتج عن عدم النظافة والشروط السيئة للحظائر والمواد الغذائية سيئة التحضير والحفظ .

3 – الطعم المالح : والذي يظهر خاصة في الحليب الناتج في نهاية موسم الإدرار وحليب السرسوب والحليب الناتج عن التهاب الضرع بسبب عدم التوازن في تركيبه والذي يترجم بزيادة المحتوى من الكلور (الطعم المالح) على حساب انخفاض المحتوى من الكازئين واللاكتوز (الطعم الحلو) .

4 – أنواع الطعم الكيميائية والغريبة : تنتج أنواع الطعم الغريبة من الإهمال في وجود الحليب ضمن أماكن بترولية حيث تثبت الروائح أو وجود طعم غير مستساغ يدعى طعم صيدلاني أو طبي ناتج عن استخدام المراهم الكيميائية المستخدمة في معاملة الضرع .

5 – الطعم الحامضي : سببه نشاط بكتريا حمض اللبن في الحليب غير المبرد حيث يتحول اللاكتوز إلى حمض اللبن مسبباً ظهور الطعم الحامضي .

6 – الطعم المطبوخ وطعم الخميرة : سببه نشاط بكتريا *Str.maltigenes* .

7 – الطعم المر والطعم المتحمض : تسبب بكتريا *Ps.fragii* الطعم الثمري أما الطعم المر سببه تحلل البروتينات بفعل بروتيناز ميكروبي ناتج عن حفظ الحليب على درجة حرارة منخفضة وعدم العناية بنظافة المعدات والأجهزة المستخدمة وعدم تطبيق الحلابة بشكل صحيح ومن أهم البكتريا *Pseudomonas* ، *Bacillus* ، *Micrococcus* ، *Flavobacterium* ، وتسبب الخمائر *Torula* amara أيضاً ظهور الطعم المر

8 – الطعم المتزنخ : يشار إلى الطعم المتزنخ الناتج عن تحلل المادة الدسمة بفعل الليباز الطبيعي أو الليباز الميكروبي حيث تتشكل الأحماض الدهنية قصيرة السلسلة . ومن أهم العوامل المساعدة على التحلل العوامل الفيزيولوجية والمرتبطة في شروط التربية وخاصة في نهاية موسم الإدرار وكذلك الأفعال الميكانيكية والحرارية التي يخضع إليها الحليب خلال النقل .

9 – الطعم المؤكسد : ينتج الطعم المؤكسد عن أكسدة القسم الدهني والذي يعبر عنه بتعابير عديدة (طعم الكرتون وطعم الأسماك والطعم المعدني أو الطعم الزيتي) ويظهر الطعم المؤكسد عند تراكم مكونات الدهيدية وسيتونية على أثر أكسدة الأحماض الدسمة غير المشبعة . ترتبط الحساسية إلى الأكسدة بعدد كبير من العوامل الفيزيولوجية كالتربية والإجهاد والعمر وطور الإدرار وتزداد الأكسدة بوجود العناصر المحفزة كالحديد والنحاس وكذلك عند تعريض الحليب إلى الأشعة الشمسية .

5-2 كثافة الحليب Densité de lait :

كثافة الحليب ليست ثابتة كونها تتأثر بعاملين متضادين :

1 – تركيز العناصر الذائبة والموجودة بشكل معلق (المادة الصلبة اللادھنية) حيث تزداد الكثافة طردياً مع تركيز المادة الصلبة اللادھنية () .

2 – محتوى الحليب من المادة الدسمة : تختلف الكثافة بطريقة معاكسة مع ارتفاع محتوى الحليب من المادة الدسمة لأن كثافة المادة الدسمة أقل من الواحد ولذلك تكون كثافة الحليب الفرز أعلى من كثافة الحليب كامل الدسم .

تتراوح كثافة الحليب كامل الدسم بين 1.028 و 1.032 غ/مل . تؤدي إضافة الماء إلى الحليب إلى انخفاض في الكثافة ولكن فرز المادة الدسمة بشكل جزئي أو كلي

يؤدي إلى ارتفاع في الكثافة ولذلك فعند تطبيق غش الحليب المضاعف بإضافة الماء وسحب جزء من المادة الدسمة يمكن الحصول على نفسها الكثافة ولهذا لا يمكن الاعتماد على كثافة الحليب في كشف الغش .

لتقدير الكثافة تستخدم مقاييس الكثافة المتنوعة والتي يمكن أن تحتوي على مقياس حراري لتحديد درجة حرارة الحليب . الشكل (1-2) .
تقدر الكثافة وفق الخطوات التالية :

1 - تنظيم حرارة الحليب وفق درجة حرارة مقياس الكثافة لاكتومتر ضمن مجال حراري $5 \pm$ درجة مئوية .

2 - يسكب الحليب ضمن مخبر زجاجي سعته 500-1000 مل مع الانتباه على إسالة الحليب على الجدار لتجنب تشكيل الرغوة ويملأ المخبر حتى الحافة العلوية .

3 - يوضع مقياس الكثافة ضمن المخبر الزجاجي مع غمره وتدويره .

4 - يترك المقياس حتى يستقر .

5 - تؤخذ قراءة الكثافة عند التدريجة الملامسة لسطح الحليب .

6 - إذا كانت درجة حرارة مقياس الكثافة 20°C م ودرجة حرارة الحليب 20°C م

$$\text{تؤخذ القراءة مباشرة وتصبح الكثافة : الكثافة} = \frac{\text{القراءة المأخوذة}}{1000} + 1$$

$$\text{فإذا كانت قراءة مقياس الكثافة 32 تصبح الكثافة } 1.032 = 1 + \frac{32}{1000} .$$

أما إذا كانت درجة حرارة الحليب أعلى أو أقل فيجب تصحيح القراءة على شرط أن تكون درجة الحرارة ضمن مجال $5 \pm^{\circ}\text{C}$ م أي بين $15-25^{\circ}\text{C}$ م ويطبق التصحيح بإضافة أو طرح 0.0002 من قيمة الكثافة لكل ارتفاع أو انخفاض مقداره درجة مئوية واحدة لدرجة حرارة الحليب عن درجة حرارة مقياس الكثافة . فمثلاً إذا قدرت الكثافة 1.032 على درجة حرارة 24°C م فيجب تصحيح القراءة وفق ما يلي : $24-20=4$ درجة مئوية

$$0.0008 = 0.0002 \times 4$$

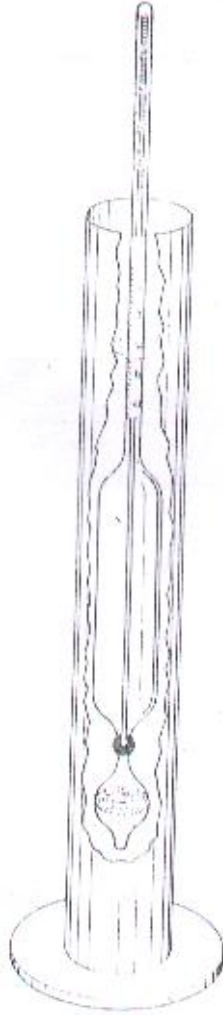
$$\text{تصبح قيمة الكثافة الحقيقية } 1.032 + 0.0008 = 1.0328$$

أما إذا كانت الكثافة 1.032 على درجة حرارة 17°C م فيجب تصحيح الكثافة وفق ما يلي : $20-17=3$ درجة مئوية

$$0.0006 = 0.0002 \times 3$$

$$\text{تصبح قيمة الكثافة الحقيقية } 1.032 - 0.0006 = 1.0314$$

والياً تقدر الكثافة باستخدام مقياس كثافة كهربائي مثل النموذج Mettler - Toledo السويسري حيث تقدر الكثافة على درجة حرارة 20°C م وذلك بعد تعبير الجهاز وتنظيمه مع الهواء والماء المقطر وتبلغ حساسية الجهاز قراءة 0.001 .



الشكل (1-2) : مقياس الكثافة

3 - الثوابت الفيزيائية للحليب : Constantes physiques du lait

3-1 نقطة التجمد : Point de congélation

يتجمد الحليب على درجة حرارة - 0.555° م وتعتبر نقطة التجمد من أكثر الخصائص الثابتة ويتم تحديدها لكشف غش الحليب بإضافة الماء . تؤدي إضافة الماء للحليب إلى رفع نقطة التجمد باتجاه درجة الصفر وإن إضافة 1% من الماء يسبب ارتفاعاً في نقطة التجمد مقداره 0.005° م . تستخدم في الوقت الحالي أجهزة متطورة لقياس نقطة التجمد مثل جهاز Cryscope Mark 2.USA الذي يحتوي على نظام آلي لتجميد العينة حيث يضخ سائل يغمر حوض الأنبوبة مع العينة وعند الوصول إلى درجة التجمد القصوى يتوقف ضخ السائل وتتجمد العينة . ثم ترتفع درجة حرارتها حتى تصل إلى درجة حرارة الانصهار التي تسجل على شاشة الجهاز الالكترونية . يتم قياس نقطة تجمد الحليب بعد تغيير الجهاز باستخدام محلولين المحلول الأول A ويتصف بنقطة تجمد - 0.6° م والمحلول الثاني B ويتصف بنقطة تجمد - 0.4° م . ويتم التأكد من معايرة الجهاز باستخدام محلول C نقطة تجمده - 0.512° م . في الوقت الحالي تعتبر بعض البلدان أن الحليب مغشوش إذا كانت نقطة تجمده أعلى من - 0.514° م كونها تعتبر أن نقطة تجمد الحليب - 0.52° م ، يؤدي ارتفاع درجة الحموضة بفعل بكتريا حمض اللبن إلى انخفاض في نقطة التجمد وكل ارتفاع مقداره D° 16 يتوافق مع انخفاض مقداره 0.005° م وكذلك إن إضافة ثنائي كرومات البوتاسيوم كمادة حافظة يسبب انخفاضاً في نقطة التجمد حيث يؤدي إضافة 1 غ/ في اللتر من الحليب إلى انخفاض مقداره 0.018° م . بالمقابل يؤدي تطبيق المعاملات الحرارية المرتفعة UHT والتخلية إلى ارتفاع في نقطة التجمد نظراً للتغير في التوازن الملحي وفقد CO₂ . يتصف حليب الماعز وحليب الأغنام بنقطة تجمد - 0.58° م في حين أن نقطة تجمد حليب النوق تساوي - 0.57° م .

3-2 نقطة الغليان : Point de l' ébullition

يغلي الحليب على درجة 100° م (100.15-100.17° م) ويتغير التوازن الملحي بفعل التسخين مما يؤثر في خصائص الحليب التكنولوجية :

جسيمات ← أجزاء ← شوارد

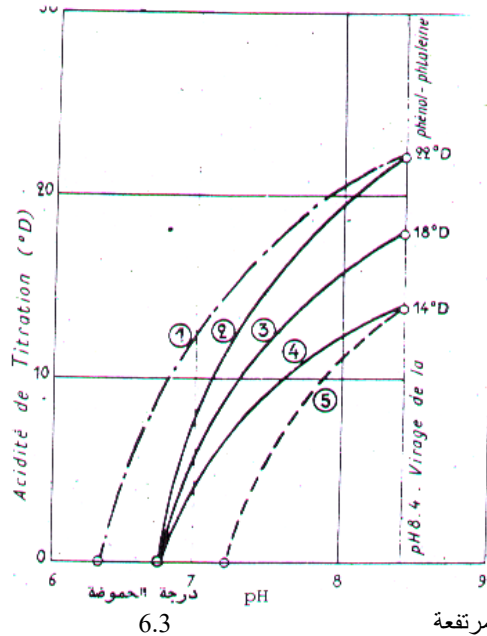
3-3 الناقلية الكهربائية : Conductivité électrique

يبرز الماء مقاومة عند مرور التيار الكهربائي ويتصف بناقلية ضعيفة $10^{-10} \times 0.5$ موز (مقلوب أوم/سم) ، السبب وجود أملاح الكلور والفوسفات والليمونات بشكل أساسي والبروتينات بشكل ثانوي في خفض مقاومة مرور التيار . تختلف الناقلية الكهربائية مع درجة الحرارة وفي الغالب يتم قياسها على درجة حرارة 25° م وتتراوح الناقلية في الحليب بين 10×40 إلى 10×50 ⁴ . تؤدي إضافة الماء إلى انخفاض الناقلية وارتفاع درجة الحموضة يؤدي إلى رفعها ويمتاز الحليب

الناتج عن التهاب الضرع بناقلية أعلى من 10×50 نظراً لارتفاع المحتوى من أملاح الكلور . توجد علاقة إيجابية بين عدد الخلايا الجسدية والناقلية الكهربائية عندما يتخطى عدد الكريات البيض 500.000 خلية/مل . وتؤدي أيضاً إضافة المواد الحافظة والقلوية والمواد المعقمة إلى رفع الناقلية الكهربائية . يتم قياس الناقلية الكهربائية باستخدام جهاز الناقلية بعد تعييره مع محلول عياري من كلور البوتاسيوم . ويعبر عن وحدة الناقلية حالياً بالميكروسيمنس ηS .

4-3 رقم الحموضة pH :

يعبر رقم الحموضة pH عن اللوغاريتم السلي لشوارد الهيدروجين في الحليب بقياس رقم الحموضة باستخدام جهاز مقياس رقم الحموضة بعد تنظيمه وضبطه وتعبيره مع محلول نظامي على رقم pH 7 أو على رقم pH 4 . تؤخذ القراءة بوضع القطب النظيف والمجفف في كأس يحتوي على الحليب على درجة حرارة $20^\circ C$. يعتبر الحليب طبيعياً إذا كان رقم الحموضة يتراوح بين 6.6 و 6.8 ويعتبر الحليب حامضياً إذا كان رقم الحموضة أقل من 6.6 أما إذا كان رقم الحموضة أعلى من 6.9 فيعتبر قلوياً ويكون ناتجاً عن مرض التهاب الضرع . فيما يتعلق بالعلاقة بين رقم الحموضة pH ودرجة الحموضة ، يعتبر رقم الحموضة pH الحليب أكثر دلالة من درجة الحموضة فثباتية الحليب يمكن أن تكون لعدة عينات لها رقم الحموضة نفسه أي تبرز الثباتية نفسها إزاء المعاملات الصناعية بالرغم من أنها تتصف بدرجات حموضة مختلفة . يمكن لبعض عينات الحليب أن تكون لها درجات الحموضة نفسها ولكن بأرقام حموضة مختلفة (الشكل 2-2) .



22	6.7	2- حليب غني
18	6.7	3- حليب طبيعي
14	6.7	4- حليب فقير
14	7.2	5- حليب قروي (ناتج عن التهاب الضرع)

الشكل (2-2) : دلالة رقم الحموضة pH ودرجة الحموضة

4 – التحليل الكيميائي للحليب :

Analyse chimique du lait

1 – تقدير المادة الصلبة الكلية: D9termination de la matière sèche

1-1 – تقدير المادة الصلبة الكلية بطريقة التجفيف :

1 – التعريف : يقصد بالمادة الجافة للحليب المادة الناتجة عن تجفيف الحليب ضمن شروط محددة .

2 – المبدأ : تجفيف بالتبخير لكمية معينة من الحليب ووزن القسم المتبقي .

3 – الأدوات والأجهزة :

1-3 بوتقة من البورسلان أو البلاتين لا تتحلل في شروط التجربة لها شكل دائري مسطح ومزودة بغطاء قطرها من 55 إلى 60 مم مع ارتفاع مقداره 20-25 مم .

2-3 حمام مائي له غطاء معدني ومستودع ماء محدد يسمح في وضع البوتقات مع أغطيتها دون أن يغمرها الماء .

3-3 حاضنة أو مجفف كهربائي على درجة حرارة $103 \pm 2^\circ \text{C}$.

4-3 مجفف زجاجي مجهز بمادة مجففة فعالة .

5-3 ماصة 5 مل .

6-3 ميزان حساس .

4- طريقة العمل :

1-4 تحضير العينة للتحليل الفيزيائي والكيميائي .

2-4 زن البوتقة وهي فارغة ثم أضف 5 مل من الحليب وزن إلى أقرب مغ حوالي 5 غ من الحليب .

3-4 ضع البوتقة خلال ثلاثين دقيقة ضمن الحمام المائي على درجة حرارة الغليان ثم ضع البوتقة ضمن المجفف أو الفرن الكهربائي لمدة 5-7 ساعات . برد البوتقة ضمن المجفف الزجاجي وزنها إلى أقرب 1 مغ . طبق عملية التقدير بمعدل مرتين مع التأكد من ثباتية الوزن .

5- التعبير عن النتائج :

1-5 يعبر عن المادة الصلبة غ في اللتر وفق المعادلة التالية :

$$(M_1 - M_0) = \frac{1000}{V}$$

حيث M_0 وزن البوتقة في الغرام وهي فارغة .
 M_1 وزن البوتقة في الغرام مع وزن العينة بعد التجفيف .
 V حجم عينة الحليب /مل .

2-5 يعبر عن النتائج كنسبة مئوية (غ في 100 غرام) وفق المعادلة التالية :

$$\frac{(M_1 - M_0) \times 100}{M_2 - M_0}$$

حيث M_0 وزن البوتقة في الغرام وهي فارغة .
 M_1 وزن البوتقة في الغرام مع العينة بعد التجفيف .
 M_2 وزن العينة في الغرام مع العينة قبل التجفيف .

يجب ألا يتعدى الفرق أكثر من 0.5 غ في اللتر أو 0.05 غ في 100 غ من الحليب.

1-2- حساب المادة الصلبة اللا دهنية والمادة الصلبة الكلية - المادة الدسمة :

المادة الصلبة اللا دهنية = المادة الصلبة الكلية - المادة الدسمة :

حيث تقدر المادة الدسمة وفقاً لطريقة جربير أما المادة الصلبة الكلية يتم تقديرها بطريقة التجفيف المشار إليها سابقاً . عند تقدير التحليل السريع يمكن تحديد المادة الصلبة اللا دهنية بطرح المادة الدسمة المقدرة بطريقة جربير من المادة الصلبة الكلية المقدرة حسابياً وفق طريقة فليشمان .

أما الصلبة اللا دهنية المصححة فإنها تتأثر بمعدل المادة الدسمة ولذلك من الضروري عند حساب إضافة الماء يجب أخذ المادة الصلبة اللا دهنية بعين الاعتبار . إن قيمة المادة الصلبة اللا دهنية تابعة لمحتوى الحليب من المادة الصلبة الكلية وللمحتوى من المادة الدسمة وأن قيمة 0.92 تتوافق مع الكثافة المتوسطة للمادة الدسمة في الحليب :

$$\frac{(\text{المادة الصلبة الكلية} - \text{المادة الدسمة}) \times 1000}{\frac{\text{المادة الدسمة}}{0.92} - 1000} = \text{المادة الصلبة اللا دهنية المصححة}$$

حيث أن المادة الصلبة الكلية غ/التر
وأن المادة الدسمة غ/التر

$$\text{وأن } F = \frac{1000}{\frac{\text{المادة الدسمة}}{0.92} - 1000} \text{ حيث يمثل } F \text{ عامل التصحيح لمحتوى الحليب}$$

من المادة الدسمة والذي للحليب يتراوح بين 20 و 40 غ/التر .

ونوضح في الجدول التالي قيم F لحساب المادة الصلبة اللا دهنية المصححة :

المادة الدسمة Matiere grasse (MG)	F Facteur	المادة الدسمة Matiere grasse (MG)	F Facteur	المادة الدسمة Matiere grasse (MG)	F Facteur	المادة الدسمة Matiere grasse (MG)	F Facteur
20	1.0222	25	1.0279	30	1.0337	35	1.0395
20.5	1.0228	25.5	1.0285	30.5	1.0342	35.5	1.0401
21	1.0233	26	1.0290	31	1.0348	36	1.0407
21.5	1.0239	26.5	1.0296	31.5	1.0354	36.5	1.0413
22	1.0245	27	1.0302	32	1.0360	37	1.0419
22.5	1.0250	27.5	1.0308	32.5	1.0366	37.5	1.0426
23	1.0256	28	1.0313	33	1.0372	38	1.0433
23.5	1.0260	28.5	1.0320	33.5	1.0377	38.5	1.0437
24	1.0267	29	1.0325	34	1.0383	39	1.0442
24.5	1.0273	29.5	1.0331	34.5	1.0389	39.5	1.0445
						40	1.0454

3-1 حساب الثابت الجزيئي المبسط : C.M.S

يعتمد قياس الثابت الجزيئي المبسط على ثباتية التركيز الجزيئي للمصل في الحليب ويتدخل في ذلك المكونات الأكثر أهمية والتي تمتاز بوجودها على شكل شوارد وأجزاء ذائبة في المحلول مثل أملاح الكلور والمقدرة على أساس كلور الصوديوم واللاكتوز المقدر على أساس اللاكتوز المائي آخذين بعين الاعتبار أن كل واحد غرام من الكلور يتوافق تناضحياً مع 11.9 غ من اللاكتوز .

الثابت الجزيئي المبسط الظاهري = اللاكتوز المائي + 11.9 × كلور الصوديوم
حيث يقدر اللاكتوز المائي وكلور الصوديوم بـ غ/ في لتر من الحليب .

ولكن الثابت الجزيئي المبسط الظاهري يقدر في لتر من الحليب كامل الدسم وذلك من الضروري إرجاع هذا الثابت إلى لتر من المصل كون أن اللاكتوز والكلور موجودان على الحالة الذائبة في المصل وأن المصل عبارة عن حليب منزوع المادة الدسمة والمادة البروتينية وعندها نحصل على الثابت الجزيئي المبسط الحقيقي .

للحصول على الثابت الجزيئي الحقيقي يجب إدخال العامل 1.35 المتوافق مع الكثافة المتوسطة للبروتينات في الحليب والعامل 0.92 المتوافق مع كثافة المادة الدسمة في الحليب .

إن الثابت المبسط الحقيقي =
1000

$$\times \left(\frac{\text{المادة البروتينية}}{1.35} + \frac{\text{المادة الدسمة}}{0.92} \right) - 1000$$

حيث إن المادة البروتينية مقدرة غ/لتر من الحليب

والمادة الدسمة مقدرة غ/التر من الحليب

$$\left(\frac{\text{المادة البروتينية}}{0.92} + \frac{\text{المادة الدسمة}}{1.35} \right) - 1000$$

ويوضح الجدول التالي قيم F والذي يساوي :

$$\frac{1000}{\left(\frac{\text{المادة البروتينية}}{0.92} + \frac{\text{المادة الدسمة}}{1.35} \right) - 1000}$$

وذلك عندما يتراوح المحتوى من المادة الدسمة بين 15 و 55 غ/التر
والمحتوى من المواد البروتينية بين 16 و 37 غ/التر

تفسير النتائج :

في حالة الحليب الطبيعي تساوي قيمة الثابت الجزيئي المبسط الحقيقي 70 أو
أعلى وإذا كانت قيمته أقل من 70 فتكون نسبة الماء المضاف كما يلي :

$$\% \text{ للماء المضاف} = \frac{(70 - \text{الثابت الجزيئي المبسط الحقيقي})}{70} \times 100$$

يوضح الجدول التالي قيم F وفقاً للمحتوى من المادة البروتينية 2 ، والمحتوى من
المادة الدسمة 1 :

1	2										
	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37
	1038	1038	1039	1040	1041	1042	1042	1043	1044	1045	1046
16	1.039	1.040	1.040	1.041	1.042	1.043	1.044	1.044	1.045	1.046	1.047
17	1.040	1.041	1.042	1.042	1.043	1.044	1.045	1.046	1.046	1.047	1.048
18	1.041	1.042	1.043	1.044	1.044	1.045	1.046	1.047	1.048	1.048	1.049
19	1.042	1.043	1.044	1.045	1.046	1.046	1.047	1.048	1.049	1.050	1.050

20	1.044	1.044	1.045	1.046	1.047	1.048	1.048	1.049	1.050	1.051	1.052
21	1.045	1.046	1.046	1.047	1.048	1.049	1.050	1.050	1.051	1.052	1.053
22	1.046	1.047	1.048	1.048	1.049	1.050	1.051	1.052	1.052	1.053	1.045
23	1.047	1.048	1.049	1.050	1.050	1.051	1.052	1.053	1.054	1.054	1.055
24	1.048	1.049	1.050	1.051	1.052	1.052	1.053	1.054	1.055	1.056	1.056
25	1.049	1.050	1.051	1.052	1.053	1.054	1.054	1.055	1.056	1.057	1.058
26	1.050	1.052	1.052	1.053	1.054	1.055	1.056	1.057	1.057	1.058	1.059
27	1.052	1.053	1.054	1.054	1.055	1.056	1.057	1.058	1.058	1.059	1.060
28	1.053	1.054	1.055	1.056	1.056	1.057	1.058	1.059	1.060	1.061	1.061
29	1.054	1.055	1.056	1.057	1.058	1.058	1.059	1.060	1.061	1.062	1.063
30	1.056	1.056	1.057	1.058	1.059	1.060	1.060	1.061	1.062	1.063	1.064
31	1.057	1.058	1.058	1.059	1.060	1.061	1.062	1.063	1.063	1.064	1.065
32	1.058	1.059	1.060	1.060	1.061	1.062	1.063	1.064	1.065	1.065	1.066
33	1.059	1.060	1.061	1.062	1.062	1.063	1.064	1.065	1.066	1.067	1.067
34	1.060	1.061	1.062	1.063	1.064	1.065	1.065	1.066	1.067	1.068	1.069
35	1.062	1.062	1.063	1.064	1.065	1.066	1.067	1.067	1.068	1.069	10.70
36	1.063	1.064	1.065	1.065	1.066	1.067	1.068	1.069	1.070	1.070	10.71
37	1.064	1.065	1.066	1.067	1.067	1.068	1.069	1.070	1.071	1.072	1.073
38	1.065	1.066	1.067	1.068	1.069	1.070	1.070	1.071	1.072	10.73	10.74
39	1.067	1.067	1.068	1.069	1.070	1.071	1.072	1.072	1.073	1.074	1.075
40	1.068	1.069	1.069	1.070	1.071	1.072	1.073	1.074	1.075	10.75	1.076
41	1.069	1.070	1.071	1.071	1.072	1.073	10.74	10.75	10.76	10.77	1.078
42	1.070	1.071	1.072	1.073	1.074	1.075	1.075	10.76	10.77	1.078	1.079
43	1.072	1.072	1.073	1.074	1.075	1.076	1.077	1.077	1.078	1.079	1.080
44	1.073	1.074	1.074	1.075	1.076	1.077	1.078	1.079	1.080	1.080	1.081
45	1.074	1.075	1.076	1.077	1.077	1.078	1.079	1.080	1.081	1.082	1.083
46	1.075	1.076	1.077	1.078	1.079	1.080	1.080	1.081	1.082	1.083	1.084
47	1.077	1.077	1.078	1.079	1.080	1.081	1.082	1.083	1.083	1.084	1.085
48	1.078	1.079	1.080	1.080	1.081	1.082	1.083	1.084	1.085	1.086	1.086
49	1.079	1.080	1.081	1.082	1.083	1.083	1.084	1.085	1.086	1.087	1.088
50	1.080	1.081	1.082	1.083	1.084	1.085	1.086	1.086	1.087	1.088	1.089
51	1.082	1.082	1.083	1.084	1.085	1.086	1.087	1.088	1.089	1.089	1.090
52	1.083	1.084	1.085	1.085	1.086	1.087	1.088	1.089	1.090	1.091	1.092
53	1.084	1.085	1.086	1.087	1.088	1.089	1.089	1.090	1.091	1.092	1.093
54	1.085	1.086	1.087	1.088	1.089	1.090	1.091	1.092	1.092	1.093	1.094
55	1.087	1.088	1.088	1.089	1.090	1.091	1.092	1.093	1.094	1.095	1.096

1	2										
	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26
	1029	1030	1031	1031	1032	1033	1034	1034	1035	1036	1037
16	1.030	1.031	1.032	1.032	1.033	1.034	1.035	1.036	1.036	1.037	1.038
17	1.031	1.032	1.033	1.034	1.034	1.035	1.036	1.037	1.038	1.038	1.039
18	1.032	1.033	1.034	1.035	1.036	1.036	1.037	1.038	1.039	1.040	1.040
19	1.034	1.034	1.035	1.036	1.037	1.038	1.038	1.039	1.040	1.041	1.042
20	1.035	1.036	1.036	1.037	1.038	1.039	1.039	1.040	1.041	1.042	1.043
21	1.036	1.037	1.038	1.038	1.039	1.040	1.041	1.042	1.042	1.043	1.044
22	1.037	1.038	1.039	1.039	1.040	1.041	1.042	1.043	1.043	1.044	1.045
23	1.038	1.039	1.040	1.041	1.041	1.042	1.043	1.044	1.045	1.045	1.046
24	1.039	1.040	1.041	1.042	1.043	1.043	1.044	1.045	1.046	1.047	1.047

25	1.041	1.041	1.042	1.043	1.044	1.045	1.045	1.046	1.047	1.048	1.049
26	1.042	1.043	1.043	1.044	1.045	1.046	1.047	1.047	1.048	1.049	1.050
27	1.043	1.044	1.045	1.045	1.046	1.047	1.048	1.049	1.049	1.050	1.051
28	1.044	1.045	1.046	1.047	1.047	1.048	1.049	1.050	1.051	1.051	1.052
29	1.045	1.046	1.047	1.048	1.049	1.049	1.050	1.051	1.052	1.053	1.053
30	1.047	1.047	1.048	1.049	1.050	1.051	1.051	1.052	1.053	1.054	1.055
31	1.048	1.049	1.049	1.050	1.051	1.052	1.053	1.053	1.054	1.055	1.056
32	1.049	1.050	1.051	1.051	1.052	1.053	1.054	1.055	1.055	1.056	1.057
33	1.050	1.051	1.052	1.053	1.053	1.054	1.055	1.056	1.057	1.057	1.058
34	1.051	1.052	1.053	1.054	1.055	1.055	1.056	1.057	1.058	1.059	1.060
35	1.053	1.053	1.054	1.055	1.056	1.057	1.057	1.058	1.059	1.060	1.061
36	1.054	1.055	1.055	1.056	1.057	1.058	1.059	1.059	1.060	1.061	1.062
37	1.055	1.056	1.057	1.057	1.058	1.059	1.060	1.061	1.061	1.062	1.063
38	1.056	1.057	1.058	1.059	1.059	1.060	1.061	1.062	1.063	1.064	1.064
39	1.057	1.058	1.059	1.060	1.061	1.061	1.062	1.063	1.064	1.065	1.066
40	1.059	1.059	1.060	1.061	1.062	1.063	1.064	1.064	1.065	1.066	1.067
41	1.060	1.061	1.061	1.062	1.063	1.064	1.065	1.066	1.066	1.067	1.068
42	1.061	1.062	1.063	1.064	1.064	1.065	1.066	1.067	1.068	1.069	1.069
43	1.062	1.063	1.064	1.065	1.066	1.066	1.067	1.068	1.069	1.070	1.071
44	1.063	1.064	1.065	1.066	1.067	1.068	1.069	1.069	1.070	1.071	1.072
45	1.065	1.066	1.066	1.067	1.068	1.069	1.070	1.071	1.071	1.072	1.073
46	1.066	1.067	1.068	1.068	1.069	1.070	1.071	1.072	1.073	1.074	1.074
47	1.067	1.068	1.069	1.070	1.071	1.071	1.072	1.073	1.074	1.075	1.076
48	1.068	1.069	1.070	1.071	1.072	1.073	1.074	1.074	1.075	1.076	1.077
49	1.070	1.070	1.071	1.072	1.073	1.074	1.075	1.076	1.076	1.077	1.078
50	1.071	1.072	1.073	1.073	1.074	1.075	1.076	1.077	1.078	1.079	1.079
51	1.072	1.073	1.074	1.075	1.076	1.076	1.077	1.078	1.079	1.080	1.081
52	1.073	1.074	1.075	1.076	1.077	1.078	1.079	1.079	1.080	1.081	1.082
53	1.075	1.076	1.076	1.077	1.078	1.079	1.080	1.081	1.082	1.082	1.083
54	1.076	1.077	1.078	1.078	1.079	1.080	1.081	1.082	1.083	1.084	1.085
55	1.077	1.078	1.079	1.080	1.081	1.081	1.082	1.083	1.084	1.085	1.086

1-4-1 تقدير المادة الدسمة الكلية حسابياً :

توجد نماذج عديدة ولكن تعتبر طريقة فليشمان Fleschmann الأفضل . تعتمد كل النماذج على المبدأ الآتي أن محتوى الحليب من المادة الصلبة الكلية مرتبط مباشرة مع الكثافة والمحتوى من المادة الدسمة .

1-4-1 طريقة فليشمان :

تقدر المادة الصلبة الكلية اعتباراً من العلاقة التالية :

$$EST = 1.2 \text{ MG} + 2665 (D-1)$$

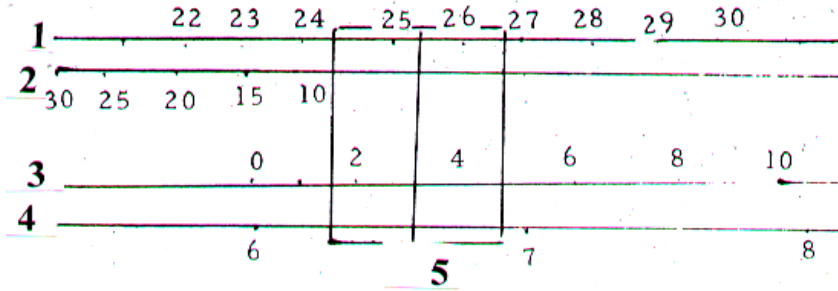
حيث EST المادة الصلبة الكلية غ/التر .
D الكثافة على درجة حرارة 15°م

إذا أردنا أن نعبر عن المادة الصلبة الكلية غ/كغ فإنه يكفي أن نقسم المحتوى من الصلبة الكلية والمادة الدسمة على الكثافة ، أما إذا كانت أنبوية جربير في الكغ فإنه يكفي أن نقسم المحتوى من المادة الدسمة على الكثافة .

1-4-2 مسطرة جربير :

تحتوي مسطرة جربير على :

- 1 - قسم متحرك في الوسط توجد عليه تدريجات درجات الحرارة من 10 إلى 30°م على الجزء العلوي ، أما تدريجات المادة الدسمة 0-10% موجودة على الجزء السفلي .
- 2 - القسم الثابت وتوجد عليه تدريجات الكثافة من 20 وحتى 40 على القسم العلوي وتدرجات المادة الصلبة اللا دهنية 4-10.5% موجودة على الجزء السفلي . وجود مربع زجاجي عليه خط أحمر يفيد في أخذ قراءة المادة الدسمة والمادة الصلبة اللا دهنية (الشكل 2-3) .



الشكل (2-3) : مسطرة جربير

- 1- تدريجات الكثافة .
- 2- تدريجات درجات الحرارة .
- 3- تدريجات المادة الدسمة .
- 4- تدريجات الماد الصلبة اللا دهنية .
- 5- المربع الزجاجي

يستفاد من مسطرة جربير في تقدير المحتوى من المادة الصلبة اللا دهنية كنسبة مئوية اعتباراً من : - كثافة الحليب .

- درجة حرارة قياس الكثافة .

- محتوى عينة الحليب من المادة الدسمة كنسبة مئوية.

مثال : إذا كان لديك المعطيات التالية :

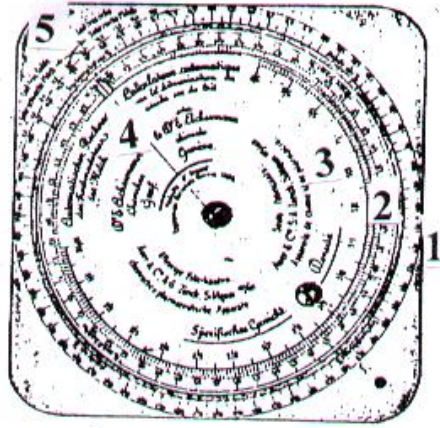
كثافة الحليب 1.0282 على درجة حرارة 18.5°م والمحتوى من المادة الدسمة 3.5% : نقدر محتوى الحليب من المادة الصلبة الكلية وفق الخطوات التالية :

- 1 - نحرك القسم الأول والذي يحتوي على تدريجات الحرارة حتى تقابل 18.5°م مع تدريجة الكثافة 282 على القسم الثابت في الجزء العلوي .
 - 2 - نحرك المربع الزجاجي حتى يتقابل الخط مع 3.5% المادة الدسمة على القسم المتحرك ، نقرأ قيمة المادة الصلبة اللاذهنية المقابلة للخط على الجزء السفلي للقسم الثابت والتي تساوي 8.18 .
- $11.68 = 3.5 + 8.18$ المادة الصلبة الكلية للحليب

قرص اكرومان :

يتكون قرص اكرومان من قسمين :

- 1 - القسم المتحرك : أصغر من الثابت ويحتوي على تدريجات الكثافة 1.025-1.037 ويوجد عليه أيضاً سهم لونه أسود ليعطي قراءة المادة الصلبة الكلية عند تطابق قيمة الكثافة مع قيمة المادة الدسمة .
 - 2 - القسم الثابت : توجد عليه من الخارج تدريجات المادة الصلبة الكلية للأرقام الطبيعية والتي تتراوح بين 8.7-15% أما الأرقام المتطرفة للحليب الغني تتراوح بين 15.1 حتى 15.5% ومن 8.7 حتى 8.2% للحليب الفقير .
- توجد داخل تدريجات المادة الصلبة الكلية تدريجات المادة الدسمة من 0.7 حتى 6% ولكن باتجاه معاكس انظر الشكل 4-2 .



الشكل (4-2) : قرص اكرومان

- 1- تدريجات المادة الصلبة الكلية .
- 2- تدريجات المادة الدسمة .
- 3- تدريجات الكثافة .
- 4- السهم .
- 5- تدريجات المادة الصلبة المتطرفة .

مثال : إذا كان لديك قراءة المصححة 1.033 والمحتوى من المادة الدسمة 3.5% لحساب المادة الصلبة الكلية نقوم بتحريك القسم المركزي حتى تتطابق قراءة الكثافة

1.33 مع المحتوى من المادة الدسمة 3.5% فنقرأ الرقم المقابل للسهم ويساوي 12.71% للمادة الصلبة الكلية .
أما المادة الصلبة اللادهنية = 12.71 - 3.5 = 9.21% .

2-2 : تحديد درجة الحموضة: D9termination de l'acidit9 titrable

1 – التعريف :

يقصد بدرجة الحموضة ، الحموضة المعايرة والمقدرة ضمن شروط محددة ويعبر عنها أيضاً بحمض اللبن .

2 – مجال التطبيق :

تطبق الطريقة على الحليب الطازج الطبيعي أو على الحليب المحفوظ خلال عدة أيام بإضافة الفورمول بمعدل نقطتين 35% ضمن 250 مل حليب .

3 – المبدأ :

معايرة الحموضة بماءات الصوديوم في وجود دليل فينول فتالين كمشعر .

4 - مواد التفاعل : 1-4 محلول فينول فتالين 1% ضمن الكحول 95% .

2-4 محلول معايرة من ماءات الصوديوم 0.111 نظامي

أو 9/1 نظامي حيث يتوافق امل من المحلول مع 0.1 غ من حمض اللبن وهو خاص لتقدير درجة الحموضة بالدرجة الدورنيكية ويمكن المعايرة بماءات الصوديوم 0.1 النظامي.

5 – الأدوات :

1-5 ماصة 10 مل .

2-5 ميزان حساس

3-5 كأس 100 مل .

4-5 سحاحة مدرجة 0.05 مل أو 0.1 مل .

6 – طريقة العمل :

1-6 جهاز العينة الموجهة للتحليل الكيميائي والفيزيائي .

2-6 ضع في الكأس 10 مل حليب أو زن حوالي 10 غ .

3-6 المعايرة : أضف عدة نقاط من فينول فتالين ضمن الكأس وعابر بالمحلول القلوي 0.111 نظامي حتى يصبح اللون وردياً بالمقارنة مع الشاهد . وتعتبر المعايرة مقبولة عند ثبات اللون الوردي لمدة عشر ثوانٍ ، يجب أن تطبق عمليتي معايرة .

7 – التعبير عن النتائج :

1-7 يعبر عن النتائج بـ غ من حمض اللبن في لتر من الحليب وفق العلاقة التالية :

$$V_1 \times 0.01 \times \frac{1000}{V_0}$$

حيث V_0 حجم الحليب المستخدم في مل .
 V_1 حجم ماءات الصوديوم 0.111 نظامي الضرورية للمعايرة .

2-7 يعبر عن النتائج بـ غ من حمض اللبن في 100 غ من الحليب وفق العلاقة التالية :

$$V_1 \times 0.01 \times \frac{100}{E}$$

حيث V_1 حجم ماءات الصوديوم 0.111 نظامي الضرورية للمعايرة .
 E وزن العينة في الغرام .

يجب ألا يكون الفرق بين عمليتي التقدير أكثر من 0.05 غ من حمض اللبن في اللتر أو 0.005 غ في 100 غ من الحليب .

2-3 تقدير الرماد : D9termination des cendres

1 – **التعريف** : يعرف الرماد بأنه المادة الناتجة عن ترميد المادة المجففة ضمن شروط محددة .

2 – **المبدأ** : ترميد المادة الجافة للحليب على درجة حرارة 530°م في وجود تيار هوائي خفيف .

3- الأجهزة :

- 1- بوتقة من البورسلان غير قابلة للتفكك أو التحلل ضمن شروط التجربة .
- 2- مرمدة على درجة حرارة 530°م .
- 3- مجفف زجاجي مجهز بمادة فعالة في امتصاص الرطوبة .
- 4- ميزان حساس .
- 5- ماصة للحليب سعتها 5 مل .

4 – طريقة العمل :

1-4 **أخذ العينة** : تستخدم المادة الصلبة الناتجة عن تقدير محتوى الحليب من المادة الصلبة الكلية على شرط استخدام بوتقة خاصة بالترميز .

2-4 ضع البوتقة المحتوية على المادة الجافة ضمن المرمدة على درجة حرارة 530°م لمدة 5-7 ساعات وبرد البوتقة وزنها إلى أقرب 0.1 مغ مع تطبيق عمليتي تقدير على نفس العينة .

5 – التعبير عن النتائج :

- يعبر عن الرماد غ في اللتر . $(M_1 - M_0) \frac{1000}{V}$

حيث M_0 وزن البوتقة وهي فارغة في الغرام .

M_1 وزن البوتقة مع الرماد في الغرام .
 V حجم الحليب في /مل للعينة المأخوذة .

- يعبر عن الرماد غ في 100 غ : $\frac{(M_1 - M_0) \times 100}{M_2 - M_0}$

حيث أن M_0 وزن البوتقة في الغرام وهي فارغة .
 M_1 وزن البوتقة مع الرماد في الغرام .

M_2 وزن البوتقة مع عينة الحليب المأخوذة في الغرام .
يجب أخذ متوسط النتائج مع الانتباه إلى أن الفرق يجب ألا يتجاوز 0.1 غ في 100 غ من الحليب .

2-4 تقدير المحتوى من المادة الدسمة :

D9termination de la teneur en matière grasse

طريقة جربير :

ينصح باستخدام هذه الطريقة لدفع ثمن الحليب وفقاً لتركيبه ونوعيته وتعتبر طريقة مناسبة عندما تطبق على حليب كامل الدسم يتصف بمحتوى متوسطي من المادة الدسمة وبكثافة طبيعية على درجة حرارة 20° م ويعبر عن المحتوى ب غ في 100 غ أو في 100 مل .

1 - المبدأ :

فصل المادة الدسمة بالطرد المركزي لأنابيب جربير بعد هضم مكونات الحليب بحمض الكبريت وتحرير المادة الدسمة .

2 - مواد التفاعل :

1-2 حمض الكبريت المركز كثافته 1.82 ± 0.005 غ/مل .
2-2 كحول ايزو اميلي خال من الفورفورال كثافته 0.811 ± 0.002 غ/مل ونقطة الغليان 130° م ± 2 ° م .

3 - الأدوات والأجهزة اللازمة :

3-1 أنابيب جربير مجهزة بسدادات مناسبة ويتم اختيار الأنابيب وفقاً للتدرج المناسب لمحتوى الحليب من المادة الدسمة .

3-2 ماصة 11 مل .

3-3 ماصة أو سحاحة آلية لحمض الكبريت 10 مل .

3-4 ماصة أو سحاحة آلية لكحول إيزو اميلي 1 مل .

3-5 حمام مائي درجة حرارته 65-70° م

3-6 جهاز طرد مركزي قطره 25 سم $\pm$ 1 سم والتسارع 50 ± 350 والذي يتم حسابه وفق ما يلي :

$$g = 11.81 \times r \times m^2 \text{ حيث } g \text{ التسارع}$$

r : نصف المسافة الفاصلة بين طرفي الأنبوبتين من الخارج .

m : عدد الدورات في الدقيقة ويساوي 1100 ± 50 مقسوماً على 1000 .

4 - طريقة العمل :

4-1 حضر وجهاز العينة .

4-2 تحديد المحتوى .

4-2-1 : جهاز أنبوبة جربزر وضع فيها على التسلسل :

- 10 مل حمض كبريت مركز مع تجنب ترك الحمض على رقبة الأنبوبة .

- 11 مل من الحليب الذي يتم إسالته بهدوء على قاعدة رقبة الأنبوبة مع تجنب خلط الحليب مع الحمض بشدة .

- 1 مل كحول ايزواميلي ثم ضع السدادة الخاصة بالأنبوبة .

4-2-2 : تحريك الأنبوبة لهضم الكازئين المتخثر بالحمض حتى الإذابة الكاملة مع

تطبيق عدة عمليات قلب متتالية والانتباه إلى عدم وضع الأنبوبة في سائل مبرد لأن

درجة حرارتها 80° م حيث توضع عمودياً في الحمام المائي على درجة حرارة 67° م .

4-2-3 : تطبيق الطرد المركزي لمدة 5 دقائق على سرعة 1100 دورة/دقيقة مع

الانتباه إلى وضع الأنابيب بشكل متقابل وأن يكون تدرج الأنبوبة باتجاه المركز .

4-2-4 : توضع الأنابيب بعد الطرد المركزي في الحمام المائي عمودياً ويمكن

أخذ القراءة للمادة الدسمة بعد عدة ثواني .

4-2-5 : التعبير عن النتائج :

يعبر عن محتوى الحليب من المادة الدسمة غ/التر وفق ما يلي :

$$(M' - M) \times 10$$

حيث M' القيمة العليا لمستوى المادة الدسمة .

M قيمة المادة الدسمة عند المستوى السفلي .

لتقدير المادة الدسمة غ/100 يجب تطبيق الحساب على أساس الكثافة أو اختيار

أنبوبة جربزر الخاصة بذلك .

ملاحظة : عند استخدام الفورمول كمادة حافظة فإنه يتطلب ترك أنابيب جربزر في

الحمام المائي حتى الإذابة الكاملة للكازئين ويمكن تطبيق الطرد المركزي بعد ذلك .

فيما يتعلق بالحليب المتعرض إلى عملية تجنيس يجب تطبيق عدة عمليات طرد

مركزي مع إبقاء الأنابيب في الحمام المائي للوصول إلى قيمة ثابتة .

5-2 تحديد المحتوى من الآزوت الكلي :

D9termination de la teneur en azote total

1 – المبدأ :

يقدر الآزوت الكلي في الحليب أو في الأجبان بالمعايرة بعد الهضم وفقاً لطريقة كداهل والتقطير .

2 – المواد اللازمة :

- 1-2 حمض كبريت مركز كثافته 1.83 غ/مل .
- 2-2 حمض كبريت ممدد 0.1 مول .
- 3-2 ماءات الصوديوم 8-10 نظامي (الكثافة 1.33 غ/مل) .
- 4-2 محلول حمض البوريك مع الدليل المشعر ويتكون من :
 - حمض البوريك 40 غ .
 - الماء المغلي 1000 مل بعد التبريد يضاف 10 مل من المشعر المناسب فمثلاً :
 - 0.05 غ من أحمر الميثيل في 100 مل من الكحول 95% .
 - أو خليط يتكون من 80 مل من محلول كحولي لأحمر الميثيل 0.05% و 20 مل من محلول مائي لأزرق الميثيلين 0.1% .
 - أو خليط من 0.06 غ من أحمر الميثيل بالإضافة إلى 0.095 غ من أخضر بروموكريزول في 100 مل كحول إيثانول 95% .

5-2 محفز خليط متكون من :

- أوكسيد الزئبق 10 غ HgO
- كبريتات النحاس المتبلورة 10 غ $CuSO_4.5H_2O$.
- كبريتات البوتاسيوم 10 غ K_2SO_4 .

3 – الأجهزة والأدوات :

- 1-3 دوارق أو أنابيب كداهل 300 مل .
- 2-3 جهاز تقطير للأمونيак : يجب أن يتصف الجهاز المستخدم في التقطير بالخصائص التالية :
 - تجنب فقد الأمونيак إما بالتبخير في الوسط عند إضافة المادة القلوية أو الفقد خلال التقطير .
 - تأمين التقطير الكامل للأمونيак .
 - تجنب الحمولة الزائدة من ماءات الصوديوم .
- 3-3 ماصات للحليب .
- 4-3 ميزان حساس .
- 5-3 نظام تسخين يسمح في الغليان لكمية 25 مل من الماء خلال دقيقة ونصف الموجودة ضمن أنبوبة كداهل ويتصف نظام التسخين بوجود حامل يسمح في تجنب التسخين الزائد على جدران دوارق كداهل غير المحتوية على السائل .

4- طريقة العمل :

4-1 تحضير عينات الحليب :

4-1-1 الأزوت الكلي :

- أدخل 10 مل من الحليب ضمن دورق معياري 100 مل وأكمل الحجم بالماء المقطر .
- خذ 1 مل من الحليب الممدد وضعه ضمن أنبوبة كلباهل .
- أضف 2 مل من حمض الكبريت المركز .
- أضف المحفز على شكل قرص محدد .
- طبق الهضم حيث يصبح السائل عديم اللون بعد التسخين لمدة ساعتين على درجة حرارة 400° م .

4-1-2 الأزوت غير الكازيني ANC .

- أدخل 20 مل من الحليب ضمن دورق معياري 50 مل .
- أضف 20 مل من الماء المقطر .
- أضف 2 مل من حمض الخل 10% وحرك .
- أضف بعد مدة خمس دقائق 2 مل من خلات الصوديوم 1 مول وحرك .
- أكمل الحجم إلى 50 مل بالماء المقطر . حرك ورشح .
- خذ 2 مل من الرشاحة وضعها داخل أنبوبة كلباهل وأضف حمض الكبريت المركز وقرص من المحفز كما طبق في الأزوت الكلي . طبق الهضم أيضاً بنفس الطريقة المطبقة في الأزوت الكلي .

4-1-3 الأزوت غير البروتيني ANP :

- ضمن دورق معياري 50 مل أدخل 20 مل من الحليب .
- أضف إليها 20 مل من حمض ثلاثي كلور الخل 24% ، حرك .
- أكمل بالحمض ثلاثي كلور الخل 12% حتى علامة 50 مل .
- رشح .
- طبق الهضم مع 2 مل من الرشاحة كما طبق سابقاً في الأزوت الكلي والأزوت غير الكازيني .

4-2 تحضير عينات الأجبان :

4-2-1 تجهيز عينة الأجبان :

- زن 5 غ من الأجبان أي وزن محدد ، وضع الكمية ضمن الخلاط .
- أضف 60 مل من سترات ثلاثية الصوديوم 0.5 مول .
- استخدم الخلاط لمدة 5 دقائق للحصول على محلول متجانس .
- انقل المحلول إلى دورق معياري وأكمل الحجم إلى 100 مل بمحلول سترات ثلاثية الصوديوم 0.5 مول .

2-4-2 الأزوت الكلي :

- خذ 1 مل من المحلول المتبعثر الناتج وضعها ضمن أنبوبة كداهل .
- أضف 2 مل من حمض الكبريت المركز مع قرص من المحفز .
- لتطبيق عملية الهضم والتمعدن :

2-4-3 الأزوت غير الكازيني :

- أضف كمية من حمض كلور الماء 1 نظامي إلى 40 مل من محلول السترات للأجبان حتى يصبح رقم الحموضة pH 4.4 .
- انقل المجموع إلى دورق معياري 50 مل وأكمل الحجم حتى العلامة .
- رشح وطبق الهضم على 2 مل من الرشاحة كما طبق سابقاً على الأزوت الكلي بعد إضافة 2 مل من حمض الكبريت المركز والمحفز على شكل قرص .

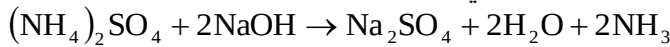
2-4-4 الأزوت غير البروتيني :

- خذ 20 مل من محلول سترات الأجبان .
- أضف إليها 20 مل من محلول ثلاثي كلور حمض الخل 24% .
- رشح وطبق الهضم على 2 مل من الرشاحة كما طبق سابقاً بعد إضافة 2 مل من حمض الكبريت المركز وقرص من المحفز .

5 – التقدير :

1-5 المبدأ :

- إن منتجات عملية الهضم والتمعدن عبارة عن مواد آزوتية موجودة في العينة مكونة من كبريتات الأمونيوم بشكل أساسي $(NH_4)_2SO_4$.
- عند التقطير يضاف إلى محتويات أنبوبة كداهل ماءات الصوديوم 10 نظامي (10 مل) ويحدث التفاعل التالي :



إن الأمونياك المنطلقة ترتبط أنياً بالبخار لتعطي ماءات الأمونيوم NH_4OH التي تؤخذ مع البخار وتتكاثر بوجود جهاز تبريد حيث تستعاد ضمن محلول حمض البوريك 5 مل/ المحتوي على المشعر الملون (أخضر بروموكريزول وأحمر الميثيل) حيث يكون اللون أخضراً في الوسط القلوي ووردياً في الوسط الحامضي . وتتشكل بورات الأمونيوم $(NH_4)_3BO_3$ ويصبح لون المحلول أخضر نظراً لخاصية البورات القلوية ولذلك عند المعايرة يتم إحلال هذا الملح بحمض قوي (حمض الكبريت 0.01 نظامي) حيث يصبح اللون وردياً ويتوافق حجم حمض الكبريت المستخدم على كمية الأمونيوم الموجودة في أنبوبة كداهل منذ البداية أي أزوت القسم المهضوم .

2-5 طريقة العمل :

2-5-1 ادخل محتويات أنبوبة كلداهل ضمن قمع جهاز التقطير مع الانتباه إلى قطع وصول البخار ضمن الحجرة الداخلية . اغسل الأنبوبة بالماء المقطر وأضف المجموع إلى قمع جهاز التقطير .

2-5-2 أضف 10 مل من ماءات الصوديوم 10 نظامي .

2-5-3 ادخل 5 مل من محلول حمض البوريك مع المشعر ضمن كأس 100 مل وضع الكأس تحت مخرج قسم التبريد مع الانتباه إلى دخول أنبوبة المخرج ضمن السائل .

2-5-4 طبق التقطير للوصول إلى حجم مقداره 60 مل .

2-5-5 اسحب الأنبوبة وطبق تجربة الشاهد .

2-5-6 عاير بـ حمض الكبريت 0.01 نظامي حتى ظهور اللون الوردي .

6 – طريقة الحساب :

إذا كان V_1 حجم حمض الكبريت 0.01 نظامي المستخدم في معايرة العينة. و V_0 حجم حمض الكبريت 0.01 نظامي المستخدم في معايرة الشاهد ، فيعبر عن النتائج في الحليب غ/التر وفق ما يلي :

الآزوت الكلي $Nt = (V_1 - V_0) \times 0.14 \times 10$

الآزوت غير الكازيني $ANC = \frac{(V_1 - V_0) \times 0.14 \times 10}{8}$

الآزوت غير البروتيني $ANP = \frac{(V_1 - V_0) \times 0.14 \times 10}{8}$

وفي الأجبان :

يعبر عن النتائج غ في 100 غ من الأجبان :

الآزوت الكلي $PNt = \frac{(V_1 - V_0) \times 0.14 \times 10}{P}$

الآزوت غير الكازيني $ANC = \frac{(V_1 - V_0) \times 0.14 \times 50}{P \times 8}$

الآزوت غير البروتيني $ANP = \frac{(V_1 - V_0) \times 0.14 \times 10}{P}$

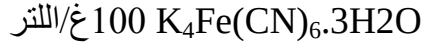
حيث P وزن عينة الأجبان .

2-6 تحديد المحتوى من البروتين بطريقة الفورمول :

2 – المبدأ : تجريد الحليب من بروتيناته بإضافة فيروسيانور البوتاسيوم وخلات الزنك وإرجاع المحلول النحاسي على درجة الحرارة المرتفعة بالرشاحة الناتجة وإعادة إذابة الراسب المتشكل (الأوكسيد النحاسي) بمحلول كبريتات الحديد ومعايرة كبريتات الحديدوز المتشكلة بمحلول البرمنغنات في وجود دليل أورتو فينا نترولين .

3 – مواد التفاعل :

1-3 محلول مائي لمادة هكسا سيانوفيرات البوتاسيوم



2-3 محلول مائي لمادة خلالات الزنك



3-3 المحلول النحاسي

- كبريتات النحاس $40 \text{ CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ غ .

- حمض الكبريت المركز كثافته 1.83 غ/مل 2 مل .

- أكمل بالماء المقطر حتى 1000 مل .

4-3 محلول الطرطرات القلوي :

- طرطرات البوتاسيوم والصوديوم $200 \text{ NaK}(\text{H}_4\text{C}_4\text{O}_6) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ غ .

- ماءات الصوديوم 150 NaOH غ .

- أكمل بالماء المقطر حتى 1000 مل .

5-3 المحلول الحديدي :

- كبريتات الحديد $50 \text{ Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ غ .

- حمض الكبريت المركز كثافته 1.83 غ/مل 200 غ .

- الماء المقطر : أكمل الحجم حتى 1000 مل .

6-3 محلول المعايرة من برمنغنات البوتاسيوم 0.1 نظامي حيث أن 1 مل من

هذا المحلول تتوافق مع 6.35 مع من النحاس .

7-3 محلول الدليل الملون :

- كبريتات الحديد $0.695 \text{ FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ غ .

- أورتو فينا نترولين 1.485 غ .

- الماء المقطر : أكمل الحجم إلى 100 مل .

4 – الأدوات والأجهزة المطلوبة :

الأدوات المستخدمة في المخبر عادة وخاصة :

1-4 ورق معياري 200 مل .

2-4 ماصة للحليب 20 مل .

3-4 ماصات مدرجة 2 مل و 10 مل و 20 مل .

4-4 ماصة دقيقة 10 مل .

- 4-5 قمع مجهز بمرشح مناسب .
- 4-6 دورق مخروطي سعته 250 مل .
- 4-7 نظام ترشيح مجهز بالأميانت أو لوحة الزجاج الصوفي وتمتاز بمسامية مناسبة (5-15 ميكرومتر) .
- 4-8 قمع مخروطي للترشيح .
- 4-9 ميزان حساس .

5 - طريقة العمل :

- 5-1 جهز العينة وحضرها جيداً .
- 5-2 تحديد المحتوى من اللاكتوز .
- 5-2-1 تجريد الحليب من البروتينات :
- ضمن دورق معياري 250 مل أدخل على التسلسل :
- 25 مل من الحليب أو 25 غ من الحليب بدقة .
- 2.5 مل من محلول فيروسيانور البوتاسيوم (1.3) .
- 2.5 مل من خلات الزنك (2.3) .
- أكمل بالماء المقطر حتى العلامة 250 ثم أضف بعد ذلك 2.5 مل من الماء المقطر آخذين بعين الاعتبار حجم الراسب المتشكل .
- حرك جيداً واترك الدورق جانباً لمدة دقيقة ورشح .
- رشح من جديد إذا لم تكن الرشاحة رائقة .
- ملاحظة :** يتم الحصول على نفس الرشاحة عند تحديد المحتوى من الكلور لذلك يكفي تطبيق التجريد من البروتينات واستخدام الرشاحة لتحديد المحتوى من اللاكتوز والكلور .

5-2-2 الإرجاع :

- ضمن دورق مخروطي أضف على التسلسل :
- 10 مل من الرشاحة الناتجة .
- 10 مل من الماء المقطر .
- 20 مل من المحلول النحاسي (3.3) .
- 20 مل من محلول الطرطرات القلوي (4.3) .
- امزج وسخن بلطف حتى الوصول إلى الغليان والمحافظة على هذه الدرجة مدة ثلاث دقائق .
- برد الدورق مباشرة بتيار من الماء واتركه جانباً حتى يرقد الراسب المتشكل (الأكسيد النحاسي)
- يجب أن يكون السائل الطافي يمتاز باللون الأزرق وفي الحالة المعاكسة يجب العمل من جديد مع تمديدات مناسبة .
- 5-2-3 غسيل وإعادة إذابة الأكسيد النحاسي :

- اسكب السائل الطافي على المرشح مع تنشيط الترشيح بالامتصاص وتجنب أخذ الراسب على المرشح وتركه على تماس مع الهواء .
- اغسل بالماء المقطر المغلي والمبرد ثلاث مرات بمعدل 25 مل في كل مرة وتخلص من الرشاحة .
- أعد إذابة الراسب بكمية كافية من محلول الحديد (20-30مل) (5.3) .
- رشح المحلول الناتج على نفس المرشح مع الانتباه إلى إذابة كل الراسب واستبدل الرشاحة ضمن دورق مخروطي نظيف (8.4) .
- اغسل الدورق (6.4) والمرشح ثلاث مرات بالماء المقطر المغلي والمبرد بحجم 25 مل .

2-5- 4- معايرة ملح الحديدوز المتشكل :

- أضف إلى الرشاحة نقطة من الدليل (7.3) وعابر بمحلول برمنغنات البوتاسيوم (6.3) تنتهي المعايرة عندما تحول اللون من البني البرتقالي إلى الأخضر الغامق ويسجل حجم البرمنغنات المستهلك V/مل .
- عند عدم إضافة الدليل الملون يتحول اللون عند انتهاء المعايرة من الأخضر الباهت إلى اللون الوردي .

6 - التعبير عن النتائج :

التعبير عن اللاكتوز غ/التر أو غ/100 غ من الحليب .

$$\frac{M \times 1000 \times 200}{1000 \times 20 \times 10} = M : \text{ يقدر محتوى اللاكتوز غ/التر وفق ما يلي :}$$

$$\frac{M \times 100 \times 200}{1000 \times E \times 10} = \frac{2M}{E} : \text{ ويقدر المحتوى من اللاكتوز غ/100 غ وفق ما يلي :}$$

حيث :

M اللاكتوز مغ ضمن الجدول الملحق وفقاً للحجم V المستهلك من محلول برمنغنات البوتاسيوم /مل .

E وزن عينة الحليب المستخدمة في الغرام .

يجب أن تطبق عمليتي تقدير وبسرعة ضمن الشروط نفسها بحيث لا يكون الفرق أعلى من 0.5 غ من اللاكتوز المائي في اللتر أو أكثر من 0.05 غ في 100 غ من الحليب .

يوضح الجدول التالي العلاقة بين كمية اللاكتوز المقدرة بـ مغ (2) وفقاً للحجم المستهلك من برمنغنات البوتاسيوم V مل 0.1 نظامي (1) :

1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
V mL de LMnO ₄ 0.1N	M mg lactose hydrate	V mL de LMnO ₄ 0.1N	M mg lactose hydrate	V mL de LMnO ₄ 0.1N	M mg lactose hydrate	V mL de LMnO ₄ 0.1N	M mg lactose hydrate	V mL de LMnO ₄ 0.1N	M mg lactose hydrate	V mL de LMnO ₄ 0.1N	M mg lactose hydrate

5.0	23.6	6.7	32.0	8.4	40.5	10.1	49.1	11.8	57.9	13.5	66.8
5.1	24.1	6.8	32.5	8.5	41.0	10.2	49.8	11.9	58.4	13.6	67.3
5.2	24.6	6.9	33.0	8.6	41.5	10.3	50.1	12.0	58.9	13.7	67.8
5.3	25.1	7.0	33.5	8.7	42.0	10.4	50.6	12.1	59.9	13.8	68.4
5.4	25.6	7.1	34.0	8.8	42.5	10.5	51.2	12.2	60.0	13.9	68.9
5.5	26.1	7.2	34.5	8.9	43.0	10.6	51.7	12.3	60.6	14.0	69.4
5.6	26.6	7.3	35.0	9.0	43.5	10.7	52.2	12.4	61.0	14.1	69.9
5.7	27.1	7.4	35.5	9.1	44.0	10.8	52.7	12.5	61.5	14.2	70.5
5.8	27.6	7.5	36.0	9.2	44.5	10.9	53.2	12.6	62.1	14.3	71.0
5.9	28.0	7.6	36.5	9.3	45.0	11.0	53.7	12.7	62.8	14.4	71.5
6.0	28.5	7.7	37.0	9.4	45.5	11.1	54.2	12.8	63.1	14.5	72.0
6.1	29.0	7.8	37.5	9.5	46.0	11.2	54.6	12.9	63.6	14.6	72.6
6.2	29.5	7.9	38.0	9.6	46.5	11.3	55.3	13.0	64.1	14.7	73.1
6.3	30.0	8.0	38.5	9.7	47.1	11.4	55.8	13.1	64.7	14.8	73.6
6.4	30.5	8.1	39.0	9.8	47.6	11.5	56.3	13.2	65.2	14.9	74.1
6.5	31.0	8.2	39.5	9.9	48.1	11.6	56.8	13.3	65.7	15.0	74.7
6.6	31.5	8.3	40.0	10.0	48.6	11.7	57.4	13.4	66.2		

8-2 تحديد المحتوى من الكالسيوم باستخدام مقياس الطيف اللوني بالامتصاص الذري :

D9termination de la teneur en calcium

من المعروف وجود الكالسيوم في الحليب تحت شكلين أساسيين :

- 1 – الكالسيوم الغروي المرتبط في الكازئين تحت شكل فوسفو كازئينات .
- 2 – الكالسيوم الذائب موزع تحت شكل عدة أملاح مختلفة في الطور المائي (ليمونات ، كلور) .

يتوزع المغنيزيوم في الحليب أيضاً تحت شكلين ولكن بطريقة أقل تنظيماً من الكالسيوم .

1 – تحضير العينات :

- 1-1 الكالسيوم والمغنيزيوم الكلي :
- للتفريق بين الشكلين يمكن تطبيق الطريقة التالية :
- 1- أدخل 1مل من الحليب ضمن دورق معياري 100مل .
- 2- أضف 50مل من الماء المقطر .

- 3- أضف 10 مل من كلور لانتان LaCl_3 الذي يستخدم لتحرير الكالسيوم كونه يشكل ملحاً مع الفوسفور شديد الثباتية .
- 4- أكمل الحجم إلى 100 مل بالماء المقطر .

1-2 الكالسيوم والمغنزيوم على الشكل الذائب :

- 1- أدخل 50 مل من الحليب ضمن جهاز الترشيح فوق العالي مجهز بأغشية لها مسامات تتراوح بين 10000-100.000 D .
- 2- طبق الترشيح فوق العالي تحت الضغط والتحرير .
- 3- تخلص من 2 مل من الرشاحة في البداية .
- 4- استخدم 2 إلى 3 مل من الرشاحة الناتجة وضعها ضمن كأس ، يفضل عدم تجاوز معدل التركيز 10% بسبب عدم التوازن الشاردي .
- 5- خذ 1 مل من الرشاحة وأدخلها ضمن كأس زجاجي .
- 6- أضف حوالي 50 مل من الماء المقطر و 10 مل من كلور اللانتان .
- 7- أكمل الحجم إلى 100 مل بالماء المقطر .

2- تشكيل الجهاز :

- 1- يشغل الجهاز قبل استخدامه 15-20 دقيقة .
- 2- تنظم طول الموجة للكالسيوم 422.7 نانو متر .
وللمغنزيوم 285.2 نانو متر .
- 3- أشعل اللهب .

- 4- قدر محتوى الكالسيوم ضمن المحلول القياسي لكل منهما وفق التراكيز التالية:

	1	2	3	4	5
الكالسيوم مغ/التر	9.6	11.2	12.0	14.4	16
المغنزيوم مغ/التر	1.2	1.4	1.6	1.8	2

يحضر محلول كلور اللانتان بخلط 118 غ من أكسيد اللانتان مع 250 مل من حمض كلور الماء المركز ويكمل الحجم إلى 1000 مل بالماء المقطر .

2-9 تحديد المحتوى من الفوسفور :

D9termination de la teneur en phosphore

1 – المبدأ : إتلاف المادة العضوية على درجة حرارة مرتفعة وتحول الفوسفور إلى أورثوفوسفات لا عضوية . في الوسط المرجع يتم تفاعل موليبيدات الأمونيوم لتشكيل فوسفوموليبيدات الأمونيوم ذات اللون الأزرق ، ويطبق تقدير الفوسفور على طول موجة 660 ن.م (نانومتر) .

2 – مواد التفاعل :

- حمض الكبريت المركز N10 .
- حمض الكبريت المركز
- موليبيدات الأمونيوم 2.5% في الماء $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
- محلول مرجع حمض اسكوربيك 1% .
- محلول الأم KH_2PO_4 0.0439 غ/التر أي 10مغ من الفوسفور في لتر من المحلول .

3 – ترميد عينة الحليب :

يطبق تقدير الفوسفور بعد إتلاف المادة العضوية في المرمدة على درجة حرارة 520°م .

توضع 5 مل من الحليب ضمن بوتقة من البورسلان وتجفف حتى ثبات الوزن في فرن التجفيف على درجة حرارة 103°م ثم توضع البوتقة في المرمدة 5-7 ساعات حتى ثبات اللون ويصبح لون الرماد أبيضاً ويقدر الرماد وفق العلاقة التالية غ/التر :

$$\frac{(m - m_0)1000}{5}$$

5

حيث m وزن البوتقة بالغرام مع وزن العينة .

m_0 وزن البوتقة وهي فارغة .

- ضع 5مل من حمض الكبريت المركز ضمن بوتقة الترميد .
- أدخل المحلول الناتج ضمن دورق معياري حجمه 250مل .
- اغسل البوتقة عدة مرات بالماء المقطر وأكمل الحجم إلى 250مل بالماء المقطر .

تحضير المحلول المعياري أو القياسي :

- جهز أنابيب اختبار 15×150مم ورقمها حسب التسلسل .
- جهز مقياس الطيف الضوئي عند 660 نانومتر .
- أدخل في الأنابيب الكميات الموضحة حسب الأرقام :

الأنابيب	0	1	2	3	4	5	6	7	الحليب
محلول فوسفور الأم /مل	0	0.4	0.8	1.2	1.6	2.0	2.4	3.0	0
المحلول المعدني /مل	0	0	0	0	0	0	0	0	1مل
حمض الكبريت 10ن/مل	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2

0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	موليبيدات /مل
0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	المحلول المرجع /مل
									الماء المقطر حتى 5 مل (محلول A)
x	6	4.8	4	3.2	2.4	1.6	0.8	0	تركيز الفوسفور مغ/التر من المحلول A

ويقدر تركيز العينة من الفوسفور غ/التر $= \frac{x}{4}$.

10-2 - تحديد المحتوى من الكلور :

D9termination de la teneur en chlorures

يحتوي الحليب على أملاح الكلور والبوتاسيوم ويتعلق ذلك بصورة خاصة في كلور الصوديوم والبوتاسيوم . تتم معايرة وتقدير الكلور ولتبسيط التعبير عن النتائج يعبر عن محتوى الحليب من كلور الصوديوم والذي يتراوح عادة بين 1.6 و 1.8 غ/التر في الحليب الطبيعي وينخفض المحتوى عند إضافة الماء ويزداد حيث يتجاوز 2 غ/التر في حالة الحليب غير الطبيعي مثل الحليب الناتج عن التهاب الضرع وحليب السرسوب .

إن تقدير المحتوى من الكلور له أهمية خاصة لكشف غش إضافة الماء إلى الحليب وذلك بحساب الثابت الجزيئي المبسط .

1 - التعريف :

يقصد بالمحتوى من الكلور النتيجة التي يتم الحصول عليها بمعايرة شوارد الكلور ضمن شروط محددة ويعبر عنها بكلور الصوديوم .

2 - المبدأ :

تجريد الحليب بمادة هكساسيانوفيرات الزنك ومعايرة الكلور وفي الرشاحة بنترات الفضة في وسط حمض الأزوت .

3 - مواد التفاعل :

1-3 محلول مائي من هكساسيانوفيرات البوتاسيوم $K_4Fe(CN)_4 \cdot 3H_2O$ 150 غ في 1000 مل .

2-3 محلول مائي لخلات الزنك $Zn(CH_3COOH)_2 \cdot 2H_2O$ 300 غ/التر .

3-3 حمض الأزوت كثافته 1.38 غ/مل .

- 4-3 محلول مائي مشبع من كبريتات الحديد والأمونيوم
 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
 5-3 محلول للمعايرة من نترات الفضة 0.1 نظامي .
 6-3 محلول من ثيوسينات البوتاسيوم 0.1 نظامي .

4 – الأدوات اللازمة :

- 1-4 دوارق معيارية 200 مل .
 2-4 ماصة من الحليب 20 مل .
 3-4 ماصات مدرجة 2 مل و 10 مل .
 4-4 ماصة دقيقة 5 مل .
 5-4 قمع زجاجي مجهز بأوراق ترشيح مناسبة .
 6-4 ورق مخروطي سعته 500 مل .
 7-4 ماصة دقيقة 100 مل أو ورق معياري 100 مل .
 8-4 سحاحة 10 مل مدرجة بدقة 0.05 مل .
 9-4 ميزان حساس .

5 – طريقة العمل :

- 1-5 تحضير العينة وتجهيزها.
 2-5 تقدير المحتوى .
 ضمن ورق معياري 200 مل أدخل على التسلسل :
 - 20 مل حليب
 - 2 مل من هكساسيانوفيرات البوتاسيوم وحرك .
 - 2 مل من خلات الزنك وحرك .
 وأضف 2 مل من الماء المقطر حتى العلامة وحرك ثم أضف 2 مل من الماء المقطر بدلاً من حجم الراسب .
 - اترك الدورق جانباً لمدة 10-15 دقيقة .
 - رشح مرتين حتى تصبح الرشاحة رائقة .
 أضف ضمن ورق مخروطي سعته 500 مل على التسلسل :
 - 100 مل رشاحة .
 - 1 مل من حمض الآزوت المركز .
 - 5 مل من نترات الفضة .
 - 2 مل من كبريتات الحديد والأمونيوم .
 - حرك المجموع لعدة ثوان أو عرضه إلى درجة الغليان ثم طبق التبريد وعاير بمحلول ثيوسينات البوتاسيوم حتى ظهور صبغة اللون الأحمر البنية والتي تثبت لعدة ثوان وطبق على الأقل عمليتي تقدير .

6 – التعبير عن النتائج :

يعبر عن المحتوى من كلور الصوديوم غ في لتر من الحليب والذي يساوي
وفق ما يلي :

$$0.00585(5 - V_1) \frac{1000}{V_0} \times \frac{200}{100}$$

حيث V_0 الحجم في مل للعينة المأخوذة .
 V_1 الحجم في مل لمحلول ثيوسيانات البوتاسيوم الضرورية .

ويعبر عن المحتوى من كلور الصوديوم غ/في 100 غ من الحليب والذي يساوي
وفق ما يلي :

$$0.00585(5 - V_1) \frac{200}{100} \times \frac{100}{E}$$

حيث V_1 الحجم في مل لمحلول ثيوسيانات .
 E وزن العينة في الغرام .

يجب ألا يكون الفرق بين عمليتي التقدير أكثر من 0.05 غ من كلور الصوديوم في
التر أو 0.005 غ في 100 غ من الحليب .