

دکتر مهندس رضا شیخ الاسلامی

روشهای آزمایشگاهی و کاربرد آنها
در کنترل فرایند صنایع غذایی

قند

چاپ دوم با تجدید نظر کلی ۱۳۷۶

روشهای آزمایشگاهی و کاربرد آنها

در کنترل فرآیند در صنایع غذایی (قند)



مترجم و مؤلف: دکتر مهندس رضا شیخ الاسلامی

تجدید نظر، تجدید چاپ ۱۳۷۶



نشر مرسا

نشر مرسا - صندوق پستی ۴۵۴-۱۳۱۴۵ - تلفن: ۶۵۵۷۶۹ دورنویس: ۸۸۵۲۵۰۳

نام کتاب : روشهای آزمایشگاهی و کاربرد آنها در کنترل فرآیند صنایع غذایی (فند)
ترجمه و تألیف : دکتر رضاشیخ الاسلامی عضو هیئت علمی مؤسسه تحقیقات اصلاح و تهیه
بذر چغندر قند

حروفچینی : مؤسسه فرهنگی دانشکده تلفن: ۲۴۶۶۸۰ - ۲۶۱۰

نوبت چاپ دوم : تجدید نظر و تجدید چاپ ۱۳۷۶

تیراژ : ۳۰۰۰ جلد

لیتوگرافی : بشری

چاپ و صحافی : معین

قیمت : ۱۵۰۰ تومان

ISBN : 964-91540-1-9

شابک : ۹۶۴-۹۱۵۴۰-۱-۹

(کلیه حقوق اعم از چاپ، تکثیر، نسخه برداری، اقتباس و غیره برای مترجم و مؤلف محفوظ است) (نقل مطالب با ذکر مأخذ بلامانع است)

مقدمه

□ فصل اول - اصول کلی روشهای آزمایشگاهی

- ۱ - واحدها - مقیاسها ۱
- ۲ - پولاریزاسیون ۹
- ۳ - قند انورت ۲۸
- ۴ - ماده خشک ۳۴
- ۵ - خاکستر ۵۰
- ۶ - پ هاش PH ۶۲
- ۷ - رنگ و تیره گی ۷۵

□ فصل دوم - روشهای تجزیه برای کنترل فرآیند

- ۱ - اطلاعات عمومی ۸۰
- ۲ - نمونه برداری ۹۹
- ۳ - درصد قند یا پولاریزاسیون ۱۰۴
- ۴ - قند انورت ۱۲۰
- ۵ - ماده خشک ۱۳۶
- ۶ - خاکستر ۱۹۱
- ۷ - پ هاش PH ۲۰۶
- ۸ - تعیین رنگ و میزان کدر بودن ۲۱۱

۲۱۸	فصل سوم - آزمایش تولیدات کارخانه قند	۲۱۸
۲۱۹	۱- تحویل چغندر	۲۱۹
۲۲۲	۲- استحصال شربت یا عصاره گیری	۲۲۲
۲۲۶	۳- شربت خام و عصاره چغندر	۲۲۶
۲۳۰	۴- تفاله آبدار و تفاله پرس شده	۲۳۰
۲۳۲	۵- آب دیفوزیون و آب پرس	۲۳۲
۲۳۵	۶- شربت دیفوزیون	۲۳۵
۲۳۶	۷- تصفیه شربت	۲۳۶
۲۵۲	۸- شربت رقیق	۲۵۲
۲۵۸	۹- شربت غلیظ	۲۵۸
۲۶۳	۱۰- پختها	۲۶۳
۲۶۵	۱۱- پس آبها، پس آب نوچ و استاندارد لیکورها	۲۶۵
۲۶۷	۱۲- شکر خام چغندر	۲۶۷
۲۷۱	۱۳- شکر خام نیشکر	۲۷۱
۲۷۱	۱۴- شکر سفید	۲۷۱
۲۷۹	۱۵- شکر مایع - قند مایع	۲۷۹
۲۸۳	۱۶- ملاس چغندر	۲۸۳
۲۸۵	۱۷- ملاس نیشکر	۲۸۵
۲۸۶	۱۸- آب و فاضل آب	۲۸۶
۳۰۳	۱۹- آب کندانس و آب تغذیه	۳۰۳
۳۰۵	۲۰- تعیین آهک فعال و تجزیه سنگ آهک	۳۰۵

۳۱۱	فصل چهارم - آزمایشهای ویژه	□
۳۱۱	۱- تعیین آب به روش کارل فیشر	
۳۱۴	۲- تعیین فرم آلدهید	
۳۱۷	۳- تعیین سولفیت (So2)	
۳۲۰	۴- تعیین ساکاروز و گلوکز به روش پولاریمتری	
۳۲۲	۵- تعیین قندها با HPLC	
۳۲۴	۶- تعیین پروتئین	
۳۲۹	۷- تعیین آهن	
۳۳۲	۸- میزان مواد غیر محلول در آب در شکر سفید	
۳۳۴	منابع مورد استفاده	

بجای مقدمه

در سال ۱۳۶۵ کتابی در دو جلد تحت عنوان کنترل آزمایشگاهی کارخانه قند تألیف پرفسور شنایدر و پرفسور راینه‌فلد ترجمه و تقدیم علاقمندان گردید. از آن تاریخ تا کنون مجموعه‌ای در این رابطه منتشر نشده است. کمبود کتب علمی خارجی، عدم فهم مطالب در زبان بیگانه، همچنین نیاز مبرم علاقمندان و دانشجویان صنایع غذایی به کتب فارسی اینجانب را بر آن داشت که با توجه به پیشرفت علوم آزمایشگاهی و تکمیل و تصحیح روشهای تجزیه در چند سال اخیر نسبت به تجدید نظر و تجدید چاپ کتابهای مذکور با استفاده از منابع جدید و بهره‌گیری از تجربه چندین ساله در امر تحقیقات، تدریس و مدیریت نسبت به تدوین این کتاب در چهار فصل اقدام نمایم.

فصل اول: اصول کلی روشهای آزمایشگاهی

فصل دوم: روشهای تجزیه برای کنترل فرآیند

فصل سوم: آزمایش تولیدات کارخانه قند

فصل چهارم: آزمایشهای ویژه در صنایع غذایی و قند

کاربرد محتویات این کتاب و اعمال ارقام استاندارد برای کنترل فرایند و کاهش ضایعات که به کمال مطلوب نزدیک تر شده‌اند به مدیران کارخانه‌ها این امکان را می‌دهد که کارخانه خود را با اصول فنی روز اداره نمایند.

امید است که این تلاش برای صنایع غذایی کشور مفید بوده باشد و تقاضا دارد از نظرات اصلاحی خود که ممکن است در مجموعه‌های بعدی مورد نظر قرار گیرد اینجانب را آگاه سازید.

مترجم و مؤلف

رضا شیخ‌الاسلامی

تابستان ۱۳۷۶

فصل اول

اصول کلی روشهای تجزیه

۱- واحدهای سیستم بین المللی

واحدهای پایه فیزیکی برای مقیاسهای صنعتی و علوم طبیعی در چهار چوب سیستم واحدهای بین المللی (SIU) بیان گردیده و توسط انستیتوی استاندارد آلمان (DIN) و همچنین اتحادیه بین المللی برای شیمی خالص و شیمی کاربردی (IUPAC) جهت استفاده عمومی توصیه شده است*.

از سال ۱۹۷۷ در روابط تجارتي و مکاتبات رسمی نبايستی از سایر واحدها با استثناء تعداد معدودی (لیتر - تن - بار - دقیقه - ساعت و غیره) استفاده شود.

واحدهای بین المللی که بنام واحدهای (SI) نامیده می شوند از اینقراند:

واحدهای پایه (جدول ۱ ردیف ۱ تا ۷) یا اصلی.

واحدهای مشتق شده از آنها (جدول ۱ ردیف ۸ تا ۲۱) یا واحدهای فرعی.

سیستم واحدها را از طریق ضرب کردن در ارقام اعشاری دهدهی و یا تقسیم کردن بر آنها تکمیل کرده و با افزودن پیشوندهای معینی قبل از نام واحد آنها را بیان می کنند (جدول ۲)

در صورت استفاده از واحدهای بین المللی (SI) لازم است به نکات زیر توجه شود:

هر چند که استفاده از لیتر بجای دسیمتر مکعب برای واحد حجم هنوز هم جائز است ولی در آزمایشهای شیمی آنالیتیک بهتر است حجم با سانتیمتر مکعب بیان گردد زیرا بدینوسیله اجزاء اعشاری واحدهای بین المللی عملاً ساده تر و غالباً بیش از سه رقم نخواهد داشت، بنابر این:

یک لیتر (l) = ۰/۰۰۱ متر مکعب (m³) یک دسیمتر مکعب (dm³) = ۱۰۰۰۰ سانتیمتر مکعب (Cm³).

*- به قانون اوزان و مقیاسها مصوبه ژوئیه ۱۹۷۳ و آئیننامه اجرائی مصوبه ۲۶ ژوئن ۱۹۷۰ مراجعه شود.

یک میلی لیتر ml = ۱ سانتیمتر مکعب Cm^3 .
 یک میکرو لیتر $\mu\text{l} = 0.001$ سانتیمتر مکعب Cm^3 = یک میلیمتر مکعب.
 جدول ۱ - اندازهها و واحدهای بین المللی SI که غالباً مورد استفاده قرار
 میگیرند (DIN 1301, 1304).

شماره	اندازه		واحد		ملاحظات
	نام	علامت	نام	علامت	
۱	طول	l	متر	m	به متن مراجعه شود
۲	جرم	m	کیلوگرم	kg	
۳	زمان	t	ثانیه	s	
۴	شدت جریان	I	آمپر	A	
۵	دمای ترمو	T	کل وین	K	
۶	شدت نور	I, I_v	کاندلا (شمع)	Cd	
۷	مقدار ماده	n, v	مول	mol	
۸	زاویه	α, β, γ	رادیان	rad	یک رادیان = $\frac{180}{\pi}$ درجه
۹	مساحت	A, S	متر مربع	m^2	به متن مراجعه شود
۱۰	حجم	V, τ	مترمکعب	m^3	
۱۱	وزن مخصوص	ρ	$\frac{\text{کیلوگرم}}{\text{مترمکعب}}$	$\frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$	
۱۲	سرعت	ϑ	$\frac{\text{متر}}{\text{ثانیه}}$	$\frac{\text{m}}{\text{s}}$	یک نیوتن = $\frac{\text{M}}{\text{s}^2}$ × کیلوگرم
۱۳	نیرو	F	نیوتن	N	
۱۴	انرژی	E, W	ژول	J	یک ژول = ۱ نیوتن × m
۱۵	کار	P	وات	W	یک وات = $\frac{\text{یک ژول}}{\text{ثانیه}}$
۱۶	فشار	P	پاسکال	Pa	یک پاسکال = $\frac{\text{یک نیوتن}}{\text{m}^2}$ ۱۰ ^۵ پاسکال = یک بار

ادامه جدول ۱

	$\frac{\text{mol}}{\text{m}^3}$	$\frac{\text{مول}}{\text{مترمکعب}}$	C	غلظت	۱۷
				اختلاف پتانسیل	۱۸
یک ولت = یک وات آمپر	v	ولت	U	الکتریکی	
				مقاومت	۱۹
یک اهم = یک آمپر ولت	Ω	اهم	R	الکتریکی	
یک زیمنس = یک آمپر ولت	s	زیمنس	G	هدایت الکتریکی	۲۰
$t = (T-273,15)$	C^0	درجه سانتیگراد	t, ϑ	دما	۲۱

چون توزین با ترازو بر پایه مقایسه جرمها با یکدیگر استوار بوده و به واحد جرم نیز بیان می‌شود (گرم، کیلوگرم و غیره) لذا بایستی مقادیر پایه را نیز به جرم و نه آنطوریکه در گذشته معمول بوده بر پایه وزن نشان داد. بنابراین کلمه مصطلح (درصد وزنی) بایستی به مقدار جرم درصد گرم تبدیل گردد.

یاد آوری می‌کند در حالتیکه در متن تذکری داده نشده باشد منبعی بجای مقدار جرم درصد گرم از کلمه مقدار درصد استفاده خواهد شد.

جدول ۲- اجزاء اعشاری و مضاعف واحدها طبق استاندارد آلمان

DIN ۱۳۰۱

علامت	پیشوند	توان ده	
d	دسی	10^{-1}	اجزاء
c	ستی	10^{-2}	
m	میلی	10^{-3}	
μ	میکرو	10^{-6}	
n	نانو	10^{-9}	
da	دکا	۱۰	مضاف
h	هکتو	10^2	
k	کیلو	10^3	
M	مگا	10^6	
G	گیگا	10^9	

واحدهای اختصاصی کنترل کارخانه قند

در صنعت قند استفاده واحدهای صنعتی زیر معمول می باشد:

 S° (درجه ساکاروز)

یک درجه ساکاروز در شرایط معین (درجه حرارت، طول موج نور، طول لوله) برابر است با یکصدم زاویه چرخش محلول شکر نرمال (۱۶۰/۰۲۶ گرم ساکاروز خالص تصحیح شده بر مبنای وزن در خلاء در ۱۰۰/۰۰۰ سانتیمتر مکعب آب).

 BX° (درجه بریکس)

اساس درجات بریکس رابطه بین درجات ساکاروز و وزن مخصوص محلول ساکاروز خالص می باشد. در محلولهای خالص شکر یک درجه بریکس برابر است با مقدار جرمی که

بطریق دانسیمتری تعیین شده باشد، یک درصد (دانسیمتری) ساکاروز، در حالی که در محلول ناخالص یک درجه بریکس تقریباً با یک درصد ماده خشک مطابق است.

Bg (درجه بالینگ)

درجه بالینگ همان درجه قدیمی بریکس است. هنوز هم از آریومترهایی که به درجات بالینگ تقسیم بندی شده‌اند در تکنولوژی کشاورزی استفاده می‌کنند.

Be (درجه بومه)

یک درجه بومه سابقاً برابر بود با یک پانزدهم اختلاف بین فرو رفتن آریومتر در آب و در محلول ۱۵٪ نمک طعام در دمای ۱۲/۵ درجه سانتیگراد (درجه بومه قدیم).

در آلمان فقط بومه‌هایی (بنام بومه‌های مستدل) قابل استاندارد شدن بودند که با وزن

مخصوص نسبی $d \left(\frac{15}{10} \right)$ رابطه زیر در مورد آنها صدق می‌کرد:

$$X = 144/3 - \frac{144/3}{d}$$

در این رابطه:

X = ماده خشک بر حسب درجه بومه

d = وزن مخصوص نسبی (عبارت است از وزن مخصوص محلول نسبت به وزن مخصوص آب در دمای ۱۵ درجه سانتیگراد).

وزن مخصوص شیر آهک، ملاس و تولیدات نشاسته‌ای و غیره هنوز هم تا حدودی با

درجات بومه اندازه‌گیری می‌شوند. چون درجات بومه هنوز هم بطور یکسان بیان نشده است

نباید حتی المقدور از آن استفاده شود، در عوض می‌توان از وزن مخصوص و یا مقدار ماده

خشک با ارائه روش اندازه‌گیری استفاده نمود.

IEI (واحدهای ایکومزا)*

در سنجش رنگ یک واحد ایکومزا برابر است با یک هزارم سانتیمتر مربع به گرم

$\left(\frac{\text{Cm}^2}{\text{g}} \right)$ ، بنابراین رنگ بر حسب واحد ایکومزا برابر با ضریب شدت کاهش نور

*- ایکومزا (کمسیون بین‌المللی برای بکنواخت کردن روشهای آنالیز شکر. ICUMSA)

(Extinktion Koeffizienten $\in \lambda$) در ماده خشک است. واحد ضریب شدت کاهش نور سانتیمتر مربع می باشد. کیلوگرم

St° (درجه اشتامر)

درجات رنگ اشتامر بر اساس مقایسه ظاهری محلولهای رنگین و شیشه‌های استاندارد شده زرد رنگ پایه‌گذاری شده‌اند، این روش امروزه در صنایع قند دیگر اعمال نمی‌شود.

برای مقایسه ارقام مندرج در کتب قدیمی میتوان از رابطه تقریبی زیر استفاده نمود. یک درجه اشتامر تقریباً با ضریب شدت کاهش نور نسبت به ماده خشک یعنی

$$0.294 \frac{\text{سانتیمتر مربع}}{\text{گرم}} \text{ مطابقت دارد یا بعبارت دیگر:}$$

$$F_{St} \approx 34. \in 560$$

$$F_{IE (560)} = 1000. \in 560 \approx 29,4. F_{St}$$

در این روابط:

$$F_{St} = \text{رنگ به اشتامر}$$

$$F_{IE (560)} = \text{رنگ به واحد ایکومزا در طول موج } 560 \text{ نانومتر}$$

$$\in 560 = \text{ضریب شدت کاهش نور در طول موج } 560 \text{ نانومتر نسبت به ماده خشک}$$

$$\text{برحسب } \frac{\text{سانتیمتر مربع}}{\text{گرم}}$$

ترکیب محلول‌ها مقدار و غلظت (محتوای)

در تجزیه‌های شیمیایی غالباً شناخت مواد متشکله یک جسم علی‌الخصوص محلولها ضروری است. برای بیان ترکیب یک جسم مرکب می‌توان از جرم، حجم و مقدار ماده (تعداد مولکولها) استفاده نمود، چنانچه مقادیر مذکور را نسبت به مجموع کل جسم مرکب و براساس یک واحد بسنجیم مقدار (یا قسمت) مواد متشکله جسم تعیین می‌شود. در جدول شماره ۳ مقادیر واحدهائی که غالباً برای بیان مقدار و غلظت مورد استفاده قرار می‌گیرند جمع‌آوری شده است.

جدول ۳- بیان مقدار و غلظت

اندازه	علامت	مثال برای واحدها
طبق استاندارد آلمان بشماره ۱۳۱۰		
مقدار جرم و یا سهم جرم	W	$\frac{\text{گرم و یا گرم}}{\text{گرم}} = \% \text{ و یا } \frac{\text{کیلوگرم}}{\text{کیلوگرم}}$ $\frac{\text{میلیگرم}}{\text{کیلوگرم}} = \text{یک قسمت در میلیون}$
مقدار حجم و یا سهم حجم	φ	$\% = \frac{\text{سانتیمتر مکعب}}{100 \text{ سانتیمتر مکعب}}$
غلظت جرمی	ρ	$\frac{\text{گرم}}{100 \text{ سانتیمتر مکعب}} \text{ و یا } \frac{\text{گرم}}{1000 \text{ سانتیمتر مکعب}}$
غلظت حجمی	σ	$\frac{\text{سانتیمتر مکعب}}{100 \text{ سانتیمتر مکعب}} \text{ و یا } \frac{\text{سانتیمتر مکعب}}{1000 \text{ سانتیمتر مکعب}}$
غلظت مولکولی	C	$\frac{\text{میلی مول}}{100 \text{ سانتیمتر مکعب}} = \frac{\text{میلی مول}}{1000 \text{ سانتیمتر مکعب}}$ $\frac{\text{میلی مول}}{100 \text{ سانتیمتر مکعب}} = \frac{\text{میلی مول}}{1000 \text{ سانتیمتر مکعب}}$ $\frac{\text{میلی مول}}{100 \text{ سانتیمتر مکعب}} = \frac{\text{میلی مول}}{1000 \text{ سانتیمتر مکعب}}$

تذکراتی در مورد جدول ۳

- واحد ppm (قسمت در میلیون) هنوز هم در رساله‌های مربوط به آزمایشهای

اجسام کمیاب مورد استفاده قرار می‌گیرد (بهتر است از واحد میلی‌گرم استفاده شود).
 - حجم حاصل از اختلاط چند محلول (از طریق حجمی) بخاطر اثر اختلاط غالباً نامعلوم می‌باشد، لذا برای بدست آوردن حجم معینی که بوسیله به حجم رسانیدن بدست می‌آید می‌توان برای حجم نسبی از غلظت‌های حجمی استفاده کرد. در حالتی که در اثر اختلاط چند حجم با یکدیگر کل تغییر نکند مقدار حجم با غلظت حجمی برابر است.
 - غلظت جرمی طبق استاندارد آلمان با علامت ρ نمایش داده می‌شود ولی بخاطر اینکه با علامت وزن مخصوص (جدول ۱) اشتباه نشود در متن از علامت C برای نشان دادن غلظت جرمی استفاده شده است.

- در سیستم بین‌المللی SI مولکول بعنوان پایه برای مقدار ماده تعیین گردیده است. مقدار اکیوالنتهای ماده غالباً بر حسب گرم اکیوالنت و بصورت eq و یا val نشان داده می‌شود.

یک گرم اکیوالنت یک جسم برابر است با یک مولکول گرم آن جسم تقسیم بر ظرفیت شیمیائی و یا ظرفیت الکتروشیمی جسم در رابطه با واکنش معین.

هر چند که گرم اکیوالنت در واحد‌های سیستم بین‌المللی مبین مقدار جسم نیست ولی ارائه غلظتها بر پایه گرم اکیوالنت در شیمی صنعتی رواج کامل یافته و استفاده از آن اجتناب ناپذیر شده است. غلظت اکیوالنتی (با علامت C_{eq}) غالباً بصورت اکیوالنت در هزار سانتیمتر مکعب ($eq/1000 \text{ Cm}^3$) بیان و سپس بعنوان نرمالیت نشان داده می‌شود: یک محلول مولکولی حاوی یک مولکول در هزار سانتیمتر مکعب و یک محلول نرمال حاوی یک اکیوالنت در هزار سانتیمتر مکعب می‌باشد.

طبق استاندارد آلمان بشمار ۳۲۶۲۵ استفاده از علائم 1N و 1M نیز توصیه شده است.

در بعضی موارد بهتر است غلظت اکیوالنتی را بصورت میلی اکیوالنت در هزار و یا صد سانتیمتر مکعب و یا صد گرم نشان داد.

نسبت مقدار و جرم

با توجه باینکه در جریان تهیه شکر مقدار شربتهای تولیدی در اثر کم آب شدن (تبخیر) و یا افزایش آب تغییر می‌کند، توصیه می‌شود که بعنوان پایه جسمی را انتخاب نمود که در خلال جریان تولید مقدار آن ثابت بماند مثل مقدار ساکاروز و یا مقدار مواد غیرقندی از قبیل یونهای قلیائی مخصوصاً پتاسیم.

از این طریق می‌توان ارقام مقایسه‌ای در قسمتی و یا در کلیه مراحل تولید تا ملاس بدست آورد.

ارائه ارقام مربوط به نسبت جرمها در محاسبه و کنترل کار تبلور یا کریستالیزاسیون هم (رقم فوق اشباع، نسبت مواد غیرقندی به آب) معمول شده است.

ارقام مربوط به نسبت جرم دو جسم غالباً به $\frac{\text{گرم}}{\text{گرم}}$ و یا $\frac{\text{گرم}}{100 \text{ گرم}}$ و ارقام مربوط به نسبت مقدار دو جسم بصورت $\frac{\text{مول}}{\text{مول}}$ و یا $\frac{\text{میلی مول}}{\text{میلی مول}}$ بیان می‌شود (استاندارد آلمان بشماره ۱۳۱۰).

۲- پولاریزاسیون کلیات

روش پولاریمتری که برای تعیین مقدار قند مورد استفاده است بر خاصیت فعالیت نوری ساکاروز استوار می‌باشد و عبارت دیگر محلول ساکاروز قادر است صفحه نوسان نور پولاریزه را بچرخاند. میزان زاویه چرخش با استفاده از قانون بیوت (BIOT) بشرح زیر بیان می‌شود.

$$\alpha_{\lambda}^t = [\alpha]_{\lambda}^t \cdot C \cdot l \quad (1)$$

در این رابطه:

$$\alpha_{\lambda}^t = \text{زاویه چرخش تعیین شده بر حسب درجه}$$

$$[\alpha]_{\lambda}^t = \text{چرخش مخصوص بر حسب درجه} \cdot \frac{\text{سانتیمتر مکعب}}{\text{گرم} \cdot \text{دسیمتر}}$$

$$C = \text{غلظت ماده فعال نوری بر حسب} \frac{\text{گرم}}{\text{سانتیمتر مکعب}}$$

$l =$ طول لوله پولاریمتر به دسیمتر

شاخصهای λ (لاندا) و t نشان می‌دهند که زاویه چرخش به طول موج نور و دما بستگی دارد.

نسبت زاویه چرخش به طول لوله کاملاً ثابت است در حالیکه نسبت آن به غلظت کم و بیش تغییر می‌کند. در مورد ساکاروز می‌توان از این اختلاف صرف‌نظر نمود ولی در آزمایشات محلولهای حاوی گلوکز و فرکتوز بایستی از جداول تصحیح استفاده شود. در جدول (۴) زاویه چرخش مخصوص تعدادی از قندها نشان داده شده است. روش پولاریمتری برای تعیین قند غالباً در مورد تولیداتی اعمال می‌گردد که ساکاروز موجود در آن در میزان چرخش صفحه نور پولاریزه بزرگترین سهم را دارا باشد. اصولاً چون سایر قندها نیز از فعالیت نوری برخوردار هستند روشهای پولاریمتری نیز در مورد آنها صادق است با این تفاوت که آن قند بایستی بنهائی وجود داشته باشد.

در روشهای آزمایشگاهی کارخانه قند علاوه بر روش مستقیم پولاریمتری روش پولاریمتری غیر مستقیم هم رل مهمی را بازی می‌کند، این روش بر پایه تجزیه ساکاروز بوسیله اسید و یا آنزیم انورتاز به یک ملکول گلوکز و یک ملکول فرکتوز استوار است. مخلوط گلوکز و فرکتوز (نسبت یک به یک) را قند انورت می‌نامند*، قند انورت بر عکس ساکاروز چپ‌گرا می‌باشد. در اثر فعل و انفعال جهت چرخش ساکاروز عوض شده و از اینجاست که اصطلاح انورسیون (تغییر حالت) معمول شده است.

بهمین ترتیب روشهای پولاریمتری برای تعیین رافینوز (تری ساکاریدی که از یک ملکول فرکتوز، گلوکز و کالاکتوز تشکیل شده) بر پایه تغییر جهت چرخش در اثر هیدرولیز قرار دارد.

* - اخیراً مخلوط گلوکز و فرکتوز را قند انورت می‌نامند.

جدول ۴- درجه چرخش مخصوص تعدادی از محلولهای

آبکی ساکاریدها

$[\alpha]_D^{20} =$ درجه چرخش مخصوص در دمای ۲۰ درجه سانتیگراد و طول موج ۵۸۹ نانومتر (شعله سدیم) بر حسب $\frac{\text{درجه} \times \text{سانتیمتر مکعب}}{\text{دسیمتر} \times \text{گرم}}$

$C' =$ غلظت بر حسب گرم درصد سانتیمتر مکعب

C'	$[\alpha]_D^{20}$	
		ساکاریدهای احیاءکننده:
۲۶	-۹۴/۲۷*	d - فرکتور
۱۰	-۱۳۲/۵*	d - β - فرکتوپیرانوز
۲۶	۵۳/۲۴	d - کلوز
۹	۱۰۸/۲	d - α - کلوز
۹	۲۰/۶	d - β - کلوز
۲۶	-۲۰/۶۰*	قند انورت
۱۱	۱۴۳/۵	ملی بیوز
-	۱۷۹*	α - ملی بیوز
۱۱	۱۲۷/۵*	β - ملی بیوز
		ساکاریدهای غیراحیاءکننده
(%)۲	۱۴۹/۹*	گالاکتینول
		کستوزها
۱/۸	۲۸/۵	کستوز - ۱
۲/۲۷	۲۶/۶	کستوز - ۶
۲/۹۰	۲۱	کستوز - نئو
۱۴/۰۵۱	۱۲۳/۱۷*	رافینوز
۲۶/۰۱۶	۶۶/۵۲۸*	ساکاروز
۲۶/۰۱۶	۷۸/۳۴۶**	ساکاروز
	(در طول موج ۵۴۶ نانومتر)	

* این ارقام بر اساس ارقام مندرج در کتب و رساله‌ها محاسبه گردیده است.

** این رقم مربوط به طول موج جیوه با ۵۴۶ نانومتر است.

مقیاس بین‌المللی درجه شکر مصوبه سال ۱۹۷۰ (برابر با سال ۱۳۴۹)

روش پولاریمتری که در صنعت قند سازی و همچنین در تجارت شکر معمول شده است بر این اساس است که محلولی از نمونه مورد نظر با غلظت معلوم تهیه و زاویه چرخش آن را تحت ضوابط مشخص (درجه حرارت، طول موج و طول لوله) تعیین می‌کنند. در مورد غلظت ۲۶/۰۰۰ گرم (توزین شده با وزنه‌های برنجی در هوا تحت شرایط متعارف و معروف به وزن نرمال) در ۱۰۰/۰۰۰ سانتیمتر مکعب توافق بین‌المللی وجود دارد (ایکومزا).

چرخش نوری محلولی از ساکاروز خالص با چنین غلظتی (محلول نرمال پولاریمتری) و با رعایت ضوابط استاندارد ایکومزا (۲۰/۰۰ درجه سانتیگراد و طول لوله ۲۰۰/۰۰ میلی‌متر) با طول موج = λ نانومتر (خطوط سبز جیوه) * برابر است با:

$$\alpha_{546/2271}^{20} = 40,765^{\circ} \quad (۲)$$

و برای طول موج = ۵۸۹/۴۴۰۰ نانومتر (خطوط D زرد سدیم):

$$\alpha_{589/44}^{20/00} = 34,616^{\circ} \quad (۳)$$

در ساکاریمتر (پولاریمتری که با درجات شکر مدرج شده باشد) نقطه‌ای را که محلول نرمال شکر (۲۶ گرم) در ۲۰ درجه سانتیگراد نشان می‌دهد با صد درجه ساکاروز مشخص می‌نمایند و بین این نقطه که صد نامیده می‌شود و نقطه صفر را صد قسمت می‌کنند، بنابراین رقمی را که یک محلول روی این درجات مشخص می‌نماید مبین درصد چرخش نوری آن محلول نسبت به درجه چرخش محلول ساکاروز مذکوره بالا می‌باشد. در حالتی که ۲۶ گرم نمونه درصد سانتیمتر مکعب حل شده باشد و چرخش صفحه نور پولاریزه بوسیله مواد دیگری تحت تاثیر قرار نگیرد عدد قرائت شده در ساکاریمتر با درصد قند نمونه مطابقت کامل دارد.

از آنجائیکه در محلولهای صنعتی شکر علاوه بر ساکاروز مواد فعال نوری دیگر از قبیل رافینوز، کستوز، قند انورت و اسیدهای آمینه و همچنین سایر مواد غیر قندی مثل

* طول موج مورد قبول ایکومزا ۵۴۰ تا ۵۹۰ نانومتر می‌باشد

الکترولیتها که در چرخش صفحه نور پولاریزه مؤثرند موجود می‌باشد نتایج روشهای پولاریمتری با میزان ساکاروز موجود در نمونه کاملاً مطابقت ندارد. در مورد آزمایشات مورد عمل در کارخانه‌های قند باستثناء مواردیکه ساکاروز هیدرولیزه شده باشد ارقام بدست آمده دارای دقت صنعتی کافی می‌باشند بدین جهت است که در اینجا از قند و یا ساکاروز تعیین شده به روش پولاریمتری و یا بطور اختصار از پولاریزاسیون صحبت می‌شود.

دستگاهها

ساکاریمتر

سابقاً برای تعیین مقادیر قند به روش پولاریمتری از دستگاههایی بنام ساکاریمتر با تیغه کوارتز استفاده می‌کردند زیرا برای اینگونه دستگاهها خلوص طیفی منبع نور در مقایسه با آزمایشهای شیمی فیزیک مانند پولاریمترهای ۳۶۰ درجه از اهمیت کمتری برخوردار است. تکامل دستگاههای نوری و برقی خودکار در رابطه با در دسترس قرار گرفتن لامپها طیفی با غلظت نوری بالاتر موجب این گردید که پولاریمترها ۳۶۰ بیش از پیش در آزمایشهای شکر مود استفاده قرار گیرند.

در آزمایشهای جاری کارخانه که تعداد آزمایشها زیاد و تعداد کارکنان بایستی محدود باشد استفاده از دستگاههای خودکار از جنبه اقتصادی مقرون به صرفه است، علاوه بر این نتایج آزمایش شربت‌های تیره رنگ با اینگونه دستگاهها از دقت بیشتری برخوردار بوده و قرائت ارقام دیجیتال در مقایسه با ساکاریمترهای چشمی بمراتب آسان تر و دقیقتر است و به تازگی خانه نیز احتیاجی نمی‌باشد.

ساکاریمترهای خودکار بعنوان گیرنده ارقام در دستگاههای محاسباتی خودکار و همچنین برای خودکارکردن روشهای آزمایشگاهی مخصوصاً مجهزه تیغه کوارتز یا تعدیل کننده امکان پذیر شده است. امروزه دستگاههایی وجود دارند که با هر دو سیستم مذکور کار می‌کنند و از نظر دقت و اطمینان اندازه‌گیری با هم برابری می‌کنند.

برای ساکاریمتر مانند گذشته استفاده از لوله‌ای بطول ۲۰۰ میلیمتر الزامی نیست ولی طول لوله‌ای که دستگاه ساکاریمتر با آن مدرج شده است بایستی برای استفاده کننده معلوم

باشد تا بتواند با لوله‌های کوارتز مناسب دستگاه را امتحان نماید. طول لوله‌ها معمولاً ۲۰۰ و یا ۱۰۰ میلیمتر می‌باشد.

پولاریمتر ۳۶۰ درجه

در پولاریمترها ۳۶۰ درجه زاویه چرخش در طول موج مشخص تعیین می‌شود (از طریق چرخاندن آنالیزاتور و یا پولاریزاتور)، این عمل دستی و یا بطور خودکار انجام می‌شود. چون زاویه چرخش کاملاً به طول موج بستگی دارد در پولاریمترهای ۳۶۰ درجه باید از نور یکرنگ استفاده شود (مثل نور سبز جیوه و یا نور زرد سدیم) و با توجه باینکه درجه حرارت در درجه‌بندی پولاریمترهای ۳۶۰ درجه اثری ندارد، چنانچه دمای لوله پولاریمتر تنظیم شده باشد احتیاج به تصحیح حرارتی نیست. اگر درجه بندی دستگاهها بر اساس درجات ساکاروز باشد و از لوله استاندارد استفاده شود ارقام قرائت شده مبین رقم پولاریزاسیون می‌باشد.

چنانچه صفحه مدرج پولاریمتر بر حسب درجه زاویه باشد، از لوله‌هایی بطول ۴۹/۰۶۲ و یا ۹۸/۱۲۳ میلیمتر باید استفاده نمود.

رقم چرخش در نور سبز جیوه طبق رابطه شماره ۲ چنین می‌شود:

طول لوله ۴۹/۰۶۲ میلیمتر برای ۱۰۰ درجه ساکاروز، رقم چرخش برابر است با ۱۰ درجه از ۳۶۰ درجه.

و یا: طول لوله ۹۸/۱۲۳ میلیمتر برای ۱۰۰ درجه ساکاروز، رقم چرخش برابر است با ۲۰ درجه از ۳۶۰ درجه.

بنابر این تحت این شرایط از روی درجات صفحه مدرج پولاریمتر ۳۶۰ درجه می‌توان مستقیماً درصد پولاریزاسیون را بر حسب درجات ساکاروز بدست آورد. در مورد اول باید ممیز را یک رقم بطرف راست برد و در مورد دوم علاوه بر آن کار باید نتیجه را بر دو تقسیم نمود و این تقسیم را می‌توان مثلاً با نصب یک کلید در دستگاه مستقیماً انجام داد.

ساکاریمتر مجهز به تعدیل کننده تیغه کوارتز

در این نوع ساکاریمترها چرخش ایجاد شده توسط محلول قندی بوسیله تیغه کوارتز

با همان چرخش ولی بر خلاف جهت چرخش ساکاروز تعدیل می‌شود.

پولاریزاتور و آنالیزاتور در اینجا ثابت هستند و حرکت نمی‌کنند و چون پراکندگی چرخش و یا دورانی کوارتز ساکاروز در قسمت نورهای مرئی با طول موج بلند با یکدیگر تفاوتی ندارند و از لامپهای معمولی که از قسمت مرئی آنها طول موجهای کوتاه (آبی) بوسیله صافی تفکیک شده است استفاده می‌نمایند.

طبق توصیه ایکومزا استفاده از محلول پرکرمات پتاسیم (غلظت ۰.۶٪ و طول لوله ۱۵ میلیمتر) بعنوان صافی نورالزامی است.

در اغلب دستگاهها بجای این محلول از شیشه زرد رنگی که همان خواص نوری محلول پرکرمات را دارد استفاده شده است، این صافی معمولاً بایستی در مسیر تابش نور قرار گیرد. فقط در مواردی که محلول مورد آزمایش تیره رنگ است برای اینکه صفحه دید روشنتر شود بالاجبار آن را از مسیر خارج می‌نمایند.

در اینگونه ساکاریمترها طول لوله در رابطه با درجه بندی دستگاه همان ۲۰۰ میلیمتر می‌باشد.

ساکاریمتر با تعدیل کننده بوبین فاراده

تعدیل کننده این نوع دستگاهها بر اساس اثر فاراده ساخته شده است. اگر شیشه در میدان مغناطیسی قرار گیرد فعالیت نوری نشان می‌دهد، این خاصیت را اثر فاراده می‌نامند. اگر بوسیله بوبین الکتریکی میدان مغناطیسی ایجاد شود رقم چرخشی که شیشه نشان می‌دهد با شدت جریان الکتریکی رابطه مستقیم دارد، در حال حاضر کوچکترین زاویه قابل اندازه‌گیری دو درجه می‌باشد. بنابراین طول لوله برای این دستگاهها باید ۱۰ میلیمتر باشد که این امر برای محلولهای تیره رنگ بسیار مناسب است. تنظیم کردن دستگاه بخاطر کوچک بودن زاویه چرخش در حال حاضر تا اندازه‌ای مسئله ساز می‌باشد، در این مورد دستورالعملی از طرف ایکومزا ارائه شده است.

وسائل شیشه‌ای

بالونهای اندازه‌گیری باید حجمی برابر 0.2 ± 100 سانتیمتر مکعب داشته باشند

(توصیه ایکومزا).

بالونهای معمولی استاندارد شده غالباً دقت کافی را ندارند. خطای قابل قبول رسمی برابر $\pm 0/10$ سانتیمتر مکعب می‌باشد، بنابراین برای آزمایشهای دقیق بایستی این بالونها کنترل شوند. ساده‌ترین روش کنترل پرکردن آنها با آب ۲۰ درجه سانتیگراد می‌باشد، وزن باید برابر $99/714$ گرم (بدون در نظر گرفتن نیروی بالابرنده در هوا) باشد. بالونهایی که حجم دیگری داشته باشند بایستی حجم آنها را تصحیح نمود. لوله‌های سنجش بایستی شرایط مشروحه زیر را داشته باشند:

طول لوله بایستی بیشتر از $0/15 \pm$ ٪ با طول واقعی لوله اختلاف داشته باشد و از لوله‌هایی که خارج از این حد قرار گیرند بایستی استفاده شود. دو سر سمباده‌ای این لوله‌ها بایستی زاویه‌ای کمتر از ده دقیقه عمود بر محور نوری و با همان دقت نسبت به یکدیگر موازی باشند.

انجام ضوابط ارائه شده بالا از نظر فنی بدون هیچ اشکالی امکان پذیر بوده و بوسیله اکثر سازندگان بین‌المللی صحت آنها تضمین می‌شود.

شیشه‌های دو سر لوله بایستی بدون تنش بوده و سطوح آنها در زاویه کمتر از پنج دقیقه نسبت به یکدیگر موازی باشند، موازی بودن شیشه‌ها را به این طریق می‌توان کنترل کرد که آنها را بین انگشت شست و انگشت اشاره قرار داده و به دور محورشان می‌چرخانند و بین دو شیشه را نگاه می‌کنند، در این عمل تصویری که بین دو شیشه دیده می‌شود بایستی نسبت به اجسام مجاور تغییر کند.

مناسبت‌ترین طریق استفاده از خطوط مستقیم است مثل کنار دیوار و سقف، شیشه‌هایی که بوسیله این آزمایش از رده خارج شوند بایستی مورد استفاده قرار گیرند.

در موقع بستن دو سر لوله باید دقت کرد که دو پیچ سر لوله راطوری سفت کرد که لوله کاملاً آب بندی شود، سفت کردن زیاد از حد دو پیچ باعث تنش شیشه می‌شود که در نتایج آزمایش موثر می‌باشد. تغییر نقطه صفر در اثر تنش شیشه را می‌توان با آزمایش لوله خالی و لوله پر آب تعیین و در نتیجه آزمایش تاثیر داد، لوله‌هایی که نقطه صفر دستگاه را بیش از $0/2 \pm$ درجه ساکاروز تغییر دهند بایستی در مرحله نخست دو پیچ سر لوله را امتحان کرده و در صورت لزوم نیز شیشه‌های دو سر لوله را تعویض کرد و چنانچه باز هم نتیجه مطلوب به

دست نیامد بایستی لوله را برای امتحان به شرکت سازنده فرستاد. لوله‌های پولاریمتر که عبور محلول قندی بطور مداوم در آنها امکان پذیر است دارای دو محل ورودی و خروجی محلول است که تا حد امکان نزدیک دو سر لوله واقع شده‌اند، در اثر جابجا شدن محلول در طول لوله می‌توان تعداد زیادی آزمایش را پشت سر هم انجام داد بدون اینکه احتیاج باشد لوله را از دستگاه خارج کنند. در صورتیکه محلولهای مورد آزمایش حدوداً دارای غلظت مشابهی باشند از این طریق می‌توان مدت آزمایش را به حداقل رسانید. در اینجا بایستی توجه نمود که عبور محلول از لوله آنقدر ادامه یابد تا دستگاه رقم ثابتی را نشان دهد و یا عبارت دیگر رقم دستگاه تغییر نکند.

زلال کردن

در اغلب موارد محلولها را زلال می‌کنند، این عمل نه تنها برای این است که در دستگاههای چشمی قابلیت عبور نور را به حداکثر برسانند و دستگاه را تنظیم کنند بلکه بخاطر اینکه کدر بودن محلول اثرات غیر قابل کنترل روی نتایج آزمایش می‌گذارد ضروری می‌باشد. برای زلال کردن مصرف استات سرب قلیائی معمول شده است. مقدار ماده زلال کن را بایستی به حداقل ممکن رسانید زیرا غلظت اضافی نمکهای سرب در چرخش ساکاروز موثر می‌باشند و علاوه بر آن باعث کدر شدن محلول می‌شوند.

تصحیح

تصحیح نقطه صفر

نقطه صفر هر دستگاه پولاریمتر براحتی قابل تنظیم می‌باشد. کجا و چه وسائلی برای اینکار در دستگاه تعبیه شده است، در کتابچه راهنمای دستگاه مذکور است. برای تنظیم دستگاه بهتر آن است که نقطه صفر دستگاه را خالی یعنی بدون لوله پولاریمتر معین و قرائت کرد. دستگاه بایستی هر چند وقت یکبار تنظیم شود، مثلاً هفتگی و یا در مواقعی که صحت دستگاه مشکوک بنظر می‌رسد و یا لامپ جدیدی در دستگاه نصب گردد و یا تغییرات دیگری انجام شده باشد. بخاطر وجود تنش در شیشه‌های لوله پولاریمتر بایستی هر لوله پولاریمتر کنترل شود

که آیا وجود آن (خالی و یا پر از آب) در دستگاه نقطه صفر دستگاه را تغییر می‌دهد یا خیر. این کنترل ضروری است مخصوصاً موقعی که لوله را تمیز کرده و مجدداً آن را سوار می‌کنند. رقم صفر که با قرار دادن لوله در دستگاه نشان داده می‌شود با توجه به علامت جبری آن بایستی در نتایج آزمایش لحاظ نمود و در صورتی که رقم تعیین شده از دقت لازم دستگاه کوچکتر باشد می‌توان از تصحیح نقطه صفر صرف‌نظر نمود.

تصحیح درجات پولاریمتر با صفحات کوارتز

کنترل درجات پولاریمتر هر چند وقت یکبار لازم است زیرا تغییرات تحت شرایط یکنواخت خیلی به کندی پیش می‌رود (عمدتاً در اثر کهنه شدن لامپ).

دستگاه پولاریمتر مخصوصاً وقتی که در آن تغییراتی پیش آمده باشد (تعویض لامپ، تنظیم دستگاه و غیره) بایستی مورد کنترل قرار گیرد. کنترل دستگاه در مواردی که نتایج آزمایش پایه پرداختها قرار گیرد، مثلاً آزمایش شکر خام برای خرید و فروش و یا تعیین عیار چغندر الزامی است.

امتحان دستگاه در حدود ارقام مربوط به نمونه‌های مورد آزمایش معمولاً حدود ۱۰۰ (برای شکر سفید و شکر خام) و ۵۰ (برای شربت غلیظ و شکر مایع) و یا ۲۰ درجه ساکاروز (برای چغندر قند، شربت خام و شربت رقیق و یا ملاس با نسبت رقیق شدن یک به یک) انجام می‌شود.

در دستگاههای پولاریمتر چشمی بایستی کنترل نقطه صفر و درجات پولاریمتر با صفحه‌های کوارتز توسط همان شخص که آزمایشهای مربوط را نیز انجام می‌دهد اعمال گردد در غیر اینصورت ممکن است در اثر دیدهای مختلف در موقع تنظیم و تطبیق رنگ دو نیم دایره رویت اشتباهاتی بیش از ۱/۰ درجه ساکاروز پیش آید.

پایه امتحان دستگاههای ساکاریمتر محلول نرمال شکر است (محلول پولاریمتری نرمال شکر). چون آماده کردن یک چنین محلولی با دقت لازم با اشکالاتی مواجه می‌شود طبق توصیه ایکومزا از صفحات کوارتزس میتوان استفاده کرد. رقم واقعی آنها در صورتی که ضوابط نگهداری دقیقاً رعایت شود تغییری نمی‌کند.

در صورتی که بخواهند در مورد صفحات کوارتز مطمئن باشند که در رابطه با کیفیت

کوارتز و همچنین دقت در ساخت و قاب‌بندی ضوابط ایکومزا کاملاً رعایت شده است از صفحات کوارتزی که توسط آزمایشگاه دولتی (مثل PTB برانشویک) امتحان شده است استفاده می‌کنند.

رقم شکر این صفحات بستگی به طول موج نور و طول لوله دستگاه دارد (به راهنمای دستگاه مراجعه شود). ارقام شکر صفحات کوارتز که توسط آزمایشگاه‌های دولتی ارائه شده است مربوط به دستگاه‌های پولاریومتر مجهز به تیغه کوارتز و طول لوله ۲۰۰ میلی‌متر می‌باشد، چنانچه شرایط غیر از این باشد همانطوریکه ذکر شد ارقام قرانت شده را بایستی در فاکتورهائی که در جدول زیر نوشته شده است ضرب کرد:

طول لوله به میلی‌متر	۲۰۰	۱۰۰	۴۹/۰۶۲	۹۸/۱۲۴
تعدیل کننده کوارتز	۱/۰۰۰	-	-	-
طیف سبز جیوه	۰/۹۹۸۲	۱/۹۹۶۴	۴/۰۶۹۲	۲/۰۳۴۶
طیف زرد سدیم	۱/۰۰۰۱	۲/۰۰۰۲	-	-

بعلت تعریف جدید درجات شکر که در سالهای ۱۹۶۶ و ۱۹۷۰ توسط ایکومزا پذیرفته شده باید انتظار این را داشت که ارقام شکر صفحات کوارتز در آینده بر اساس طول موج استاندارد طیف سبز جیوه یعنی ۵۴۶ نانومتر با استفاده از لوله ۲۰۰ میلی‌متری تعیین گردد. بالنتیجه برای این صفحات فاکتورهای زیر بدست خواهد آمد:

طول لوله به میلی‌متر	۲۰۰/۰	۱۰۰/۰	۴۹/۰۶۲	۹۸/۱۲۴
تعدیل کننده کوارتز	۱/۰۰۱۸	-	-	-
طیف سبز جیوه	۱/۰۰۰۰	۲/۰۰۰۰	۲/۰۷۶۵	۲/۰۳۸۳
طیف زرد سدیم	۱/۰۰۱۹	۲/۰۰۳۸	-	-

در حالتی که در ساکاریمتر رقم نشان داده شده کوارتز P_Q با رقم واقعی آن P_Q تفاوت داشته باشد بایستی ارقام تعیین شده محلولهای شکر را طبق فاکتور زیر تصحیح کرد:

$$f_Q = \frac{P_Q}{P_Q}$$

در اینجا بایستی نقطه صفر ساکاریمتر را مورد توجه قرار داد.

مثال:

نقطه صفر ساکاریمتر	۰/۰۰	درجه ساکاروز
رقم واقعی کوارتز	۹۸/۴۳	درجه ساکاروز
رقم تعیین شده کوارتز	۹۸/۴۶	درجه ساکاروز
رقم محلول شکر	۹۷/۱۰	درجه ساکاروز
رقم لوله خالی	۰/۰۵	درجه ساکاروز

$$P_L = (97/10 - 0/05) f_Q = 97/05 \frac{98/43}{98/46 - 0/00} = 97/02$$

$P_L =$ درصد قند تصحیح شده به درجه ساکاروز

تصحیح دما

در گذشته تصحیح دما رل مهمی را بازی می‌کرد ولی در حال حاضر دستگاه‌هایی وجود دارند بنام ترموستات که با کمک آنها دست کم درجه حرارت محلول مورد آزمایش را با دقت کافی در ۲۰ درجه سانتیگراد تنظیم می‌کنند، بدین جهت بهتر است حتی المقدور طوری کار شود که تصحیح حرارتی در حداقل نگهداشته شود، این عمل بطریق زیر امکان پذیر می‌باشد:

الف - در صورتیکه از لوله‌های دو جداره که به یک ترموستات متصل است استفاده شود، لوله‌ای که دمای آن ۲۰ درجه سانتیگراد است از محلولی با دمای ۲۰ درجه سانتیگراد پر می‌کنند. در این حالت بلافاصله میتوان درجه پولاریزاسیون را قرائت کرد.

ب - در صورتیکه از لوله‌هایی که دمایش قابل تنظیم نیست استفاده شود لوله را بایستی با محلولی که دمایش ۲۰ درجه سانتیگراد است پر کرد. قرائت دستگاه باید در ظرف یک دقیقه انجام داد تا دمای محیط در نتیجه آزمایش تاثیری نگذارد.

در هر دو حالت بایستی دمای محلول را روی ۲۰ درجه سانتیگراد تنظیم کرد و یا بعبارت دیگر قبل از به حجم رساندن دمای بالون را تنظیم و سپس به حجم رسانید. درجه حرارت را با دقت $\pm 0/2$ درجه سانتیگراد تنظیم می‌کنند.

تحت این شرایط که رعایت آنها بدون کوچکترین اشکالی ممکن است، میزان اشتباهی که در اثر تغییرات دمای محلول در موقع تهیه و سنجش بروز خواهد کرد در شرایط خیلی نامساعد بیشتر از $0/15\%$ نمی‌باشد.

تاثیر درجه حرارت روی کوارتس و دستگاه پولاریومتر ۳۶۰ درجه‌ای در موقع تنظیم آن با صفحات کوارتس و برای ساکاریمترهای مجهز به تیغه کوارتس در هر سنجش قابل توجه می‌باشد.

چون صفحات کوارتس و وسائل تعدیل کننده کوارتسی بدون استثناء در کلیه دستگاهها در قابهای غیر قابل تنظیم حرارتی تعبیه شده‌اند تحت تاثیر دمای محیط قرار دارند. تاثیر درجه حرارت روی کوارتس را به سادگی نمی‌توان حذف کرد.

اشتباه حرارتی کوارتس به ازاء هر درجه حدود $0/14\%$ می‌باشد که در بعضی موارد می‌توان از آن صرف‌نظر نمود.

در حالتی که اشتباه سنجش را مثلاً $0/05$ درجه ساکاروز فرض کنیم درجه حرارت محیط کار و در نتیجه درجه حرارت تعدیل کننده کوارتسی دستگاه در اندازه‌گیری ارقام پولاریزاسیون بالا (حدود ۱۰۰ درجه ساکاروز) از ۲۰ درجه سانتیگراد $3/5$ درجه تفاوت خواهد داشت. در اندازه‌گیری ۵۰ درجه ساکاروز نوسانات درجه حرارت برای $0/05 \pm$ درجه ساکاروز برابر $7 \pm$ درجه سانتیگراد است.

در اندازه‌گیریهای عیار چغندر با نوسانات $9 \pm$ درجه سانتیگراد از ۲۰ درجه اشتباهاتی برابر $0/02$ درجه ساکاروز پیش می‌آید، مجدداً تاکید می‌شود که این اشتباهات کوچک در حالتی صحیح است که درجه حرارت محلول قبل از به حجم رساندن روی ۲۰ درجه سانتیگراد تنظیم شده باشد بعبارت دیگر درجه حرارت محلول در نتیجه سنجش تاثیر چندانی نداشته باشد. در سایر درجه حرارتهای نوساناتی بروز خواهد کرد که صرف‌نظر کردن از آنها باعث خطاهای چشمگیری در نتیجه آزمایش می‌شود و بدین جهت در قسمت ذیل برای مواقعی که دمای محلول و محیطی که سنجش در آن اعمال می‌شود غیر از ۲۰ درجه سانتیگراد

باشد فاکتورهای تصحیح جمع‌آوری گردیده است.

مکمل تصحیح حرارتی

برای تعیین تصحیح حرارتی باید دو درجه حرارت که تاثیر آنها در نتایج آزمایش متفاوت است مورد توجه قرار گیرد:

الف - درجه حرارت محلول در موقع به حجم رساندن بالون t_L

ب - درجه حرارت محلول در موقع سنجش t_L

در دستگاههای مجهز به تیغه تعدیل‌کننده کوارتز درجه حرارت دستگاه (عموماً درجه حرارت محیط کار) نیز به آنها اضافه می‌شود (t_Q).

عملاً از لوله‌هایی که درجه حرارت آنها غیر قابل تنظیم بوده و فاقد دستگاه اتصال به ترموستات است و کار کردن با آنها راحتتر می‌باشد استفاده می‌کنند، در این حالت مثلاً اتفاق می‌افتد که محلولی با دمای ۲۰ درجه سانتیگراد در لوله‌ای که دمای محیط کار را دارد ریخته می‌شود، در مرحله نخست درجه حرارت نامعلومی بوجود می‌آید که پس از مدتی به حدود درجه حرارت محیط کار می‌رسد. برای اینکه درجه حرارت محلول با اختلاف کمتر از ۰/۲ درجه سانتیگراد هم تراز دمای محیط کار شود احتیاج به مدتی بیش از یک ساعت است که در عمل رعایت این مدت میسر نیست و اگر بخواهند این شرایط تصحیح حرارتی مطلوب را بدست آورند بایستی درجه حرارت محلول t_L را در موقع قرائت ارقام پولاریومتر تعیین نمایند.

در زیر بشرح حرارتها و تصحیح حرارتی که غالباً در عمل پیش می‌آید می‌پردازیم و در اینجا باید متذکر شد که با چه نوع دستگاهی پولاریومتر ۳۶۰ درجه یا ساکاریمتر مجهز به تعدیل‌کننده تیغه کوارتز کار می‌شود. تاکنون در مورد رابطه بین تعدیل‌کننده فاراده و درجه حرارت اطلاعات دقیقی در دست نیست.

فرمول حرارتی بشرح زیر می‌باشد.

(۴)

$$P_{20} = P \cdot [1 - 0.000270 \cdot (t_L - 20) - 0.0000030 \cdot (t_L - 20)^2 + 0.000467 \cdot (t_L - 20) + 0.000144 \cdot (t_Q - 20)]$$

در این فرمول :

$$P_{20} = \text{پولاریزاسیون تصحیح شده در } 20 \text{ درجه سانتیگراد}$$

$$P' = \text{پولاریزاسیون قرائت شده}$$

در اینجا باید توجه داشت که در پولاریمتر ۳۶۰ درجه در فرمول فوق عضو t_Q حذف می شود بعبارت دیگر همانطوریکه ذکر شد فرمول فوق کلاً در مورد ساکاریمتر مجهز به تعدیل کننده کوارتس صدق می کند.

در صورتی از فرمول ۴ میتوان استفاده کرد که جنس شیشه لوله پولاریمتر و بالون از سلیکات بور (DURAN, PYREX) بوده و در ۲۰ درجه سانتیگراد استاندارد شده باشند و چنانچه جنس این وسایل از شیشه معمولی و یا فلز باشد از فرمول کلی تری که توسط ایکومزا در سال ۱۹۷۸ (موضوع شماره ۵) پیشنهاد شده است باید استفاده کرد.

در فرمول ۴ از عضو $(t_L - 20)^2$ می توان صرف نظر کرد اگر t_L بین ۱۵ و ۲۵ درجه سانتیگراد در نوسان باشد اثر این عضو در نتیجه سنجش کمتر از ۰/۰۱٪ خواهد بود.

فرمول ۴ در صورتی که برای تولیداتی بین ۹۰ تا ۱۰۰ درصد ساکاروز (مثل شکر سفید و یا شکر خام) استفاده شود با توزین ۲۶ گرم شکر درصد سانتیمتر مکعب اشتباهی کمتر از ۰/۰۱ درصد ساکاروز خواهد داشت، البته می توان از این فرمول برای عیارهای کمتر هم استفاده کرد زیرا غلظت ساکاروز روی این ضرائب اثر بسیار ناچیزی دارد.

اعتبار فرمول بین ۱۰ تا ۳۰ درجه سانتیگراد است، خارج از این محدوده عضو

دیگری باید به این فرمول اضافه شود.

پولاریمتر ۳۶۰ درجه‌ای

چون درجات این پولاریمتر بستگی به درجه حرارت دارد در فرمول ۴ آخرین عضو t_Q بایستی حذف شود. در حالتی که درجه حرارت در موقع پر کردن بالون (t_L) و در موقع قرائت دستگاه (t_L) با هم ($t_L = t_L = t$) برابر و هر دو درجه حرارت بین ۱۵ تا ۲۵ درجه سانتیگراد باشند فرمول شماره ۴ بصورت زیر ساده می‌شود:

$$P_{20} = P' [1 + 0.000197.(t - 20)] \quad (5)$$

در حالتی که درجه حرارت در موقع پر کردن محلول ۲۰ درجه سانتیگراد و درجه حرارت در موقع قرائت دستگاه t_L باشد فرمول فوق بصورت زیر در می‌آید:

$$P_{20} = P' [1 + 0.000467.(t_L - 20)] \quad (6)$$

این رابطه بین ۱۵ و ۲۵ درجه سانتیگراد محدود نیست.

در موقع امتحان درجه‌های پولاریمتر ۳۶۰ درجه‌ای با صفحات کوارتس بایستی توجه داشت که رقم واقعی صفحه کوارتس P_Q در رابطه با درجه حرارت تغییر می‌کند، در درجه حرارت t_Q رابطه زیر برقرار است:

$$P'_Q = P_{Q,20} [1 + 0.000144.(t_Q - 20)]$$

در این رابطه $P_{Q,20}$ برابر است با رقم واقعی صفحه کوارتس در ۲۰ درجه سانتیگراد.

ساکاریمتر مجهز به تیغه کوارتس

چون تعدیل کننده تیغه کوارتس بستگی به درجه حرارت دارد در این دستگاهها بایستی t_Q را مورد توجه قرار داد.

در موارد استثنائی فرمول ۴ را بصورت زیر می‌توان ساده کرد.

در حالتی که $t_L = t_L = t_Q = t$ و درجه حرارت بین ۱۵ و ۲۵ درجه سانتیگراد است.

$$P_{20} = P' [1 + 0.000341.(t - 20)] \quad (7)$$

در صورتی که $t_L = 20$ و آن دو درجه حرارت دیگر هم با هم برابر باشند
 $(t_L = t_Q = t)$

$$P_{20} = P \cdot [1 + 0.000611 \cdot (t - 20)] \quad (۸)$$

بالاخره در عمل ممکن است حالتی پیش آید که $20^\circ \text{C} = t_L = t_Q$ و تعدیل کننده کوارتز درجه حرارت محیط کار را داشته باشد فرمول ۴ بصورت زیر خلاصه می شود:

$$P_{20} = P \cdot [1 + 0.000144 \cdot (t_Q - 20)] \quad (۹)$$

چون در رابطه ۴ در حالتی که $t_L = 20^\circ \text{C}$ است عضو $(t_Q - 20)$ حذف می شود بنابراین از رابطه های ۸ و ۹ می توان برای درجات حرارت ۱۰ تا ۲۰ درجه سانتیگراد استفاده کرد.

در صورتیکه دمای تعدیل کننده کوارتز دستگاه و دمای صفحه کوارتز مساوی باشند در موقع امتحان دستگاه از اثرات درجه حرارت می توان صرف نظر کرد، تغییرات چرخش تعدیل کننده و صفحه کوارتز یکدیگر را خنثی کرده و اختلاف بین ضرائب انقباض تیغه کوارتز و درجات دستگاه که در نتیجه آزمایش موثر است بقدری کوچک است که عملاً می توان از آن صرف نظر کرد.

روشهای اختصاصی

روش افزایشی

در بعضی موارد مثل تعیین عیار چغندر روش کار معمول احتیاج به زمان و کار زیاد دارد بدین معنی که چون مقداری از تکه های چغندر را وزن می کنند و در محلولی که بدست می آید مقداری مواد غیر محلول (مارک) وجود دارد، حجم محلول در بالون غیر طبیعی می باشد بدین علت سابقاً بالونهای ساخته می شد که حجم آنها به اندازه حجم مارک ۲۶ گرم چغندر بیشتر نشانه گذاری شده بود. امروزه برای تعیین عیار چغندر و خلال قاعدتاً از روش افزایشی ساکس (SACHS) استفاده می شود، در این روش ۲۶ گرم چغندر و یا خلال را وزن کرده و در دمای اطاق کار و یا در گرما با ۱۷۷ سانتیمتر مکعب استات سرب رقیق مخلوط می کنند تا تعادل غلظت بین نمونه مورد آزمایش و محلول استات سرب برقرار گردد.

حجم ۱۷۷ سانتیمتر مکعب بر این فرض است که ۲۶ گرم خمیر چغندر ۲۳ سانتیمتر مکعب عصاره دارد (توسط سایر محققین حجم‌های دیگری در ۲۶ گرم خمیر چغندر تعیین شده است، بدین جهت است که در بعضی ممالک روش افزایشی با حجم‌های دیگری مورد استفاده می‌باشد). با افزودن ۱۷۷ سانتیمتر مکعب به ۲۶ گرم خمیر چغندر حجمی برابر ۲۰۰ سانتیمتر مکعب که در آن قند موجود در ۲۶ گرم حل شده است بدست می‌آید بعبارت دیگر در صورتیکه طول لوله معمولی باشد رقم قرائت شده را بایستی در دو ضرب کرد. در حالتیکه طول لوله دو برابر شود (یعنی ۴۰۰ میلیمتر) رقم قرائت شده مستقیماً رقم واقعی درصد قند را نشان می‌دهد.

برای سایر تولیدات (تفاله تر، تفاله خشک بدون ملاس، و یا با ملاس و گل فیلتر خلاء) در فصل دوم کتاب مقادیر ذکر شده است. مثلاً برای آزمایش تفاله تر که درصد قند آن کم است برای صد سانتیمتر مکعب بجای ۱۳ گرم، ۲۶ گرم وزن می‌کنند، در اینجا نمی‌توان وزن نرمال را بسادگی دو برابر کرد زیرا ۵۲ گرم تفاله تر تقریباً ۴۶ سانتیمتر مکعب عصاره دارد که با افزودن ۱۷۷ سانتیمتر مکعب حجمی معادل ۲۲۳ سانتیمتر مکعب بدست می‌آید که با حجم استاندارد ۲۰۰ سانتیمتر مکعب مغایر است لذا برای اینکه حجم استاندارد بدست آید بایستی به ۵۲ گرم تفاله تر ۱۵۴ سانتیمتر مکعب اضافه کرد.

چون در عمل از پیت‌های ۱۷۷ سانتیمتر مکعبی استفاده می‌کنند بایستی مقدار تفاله تر طبق محاسبه زیر ۵۹/۸ گرم و یا رقم روند شده ۶۰ گرم باشد:

$$\frac{52 \times 177}{154} = 59/8$$

قند موجود در ۲۶ گرم تفاله در حجمی برابر ۱۰۰ سانتیمتر مکعب حل شده است و در صورتیکه از لوله پولاریومتر معمولی (۲۰۰ میلیمتر) استفاده شود رقم قرائت شده در ساکاریومتر مستقیماً با درصد قند تفاله برابر است.

برای سایر تولیدات (تفاله آبدار و یا تفاله خشک و غیره) می‌توان وزن هر نمونه را از کتب و نشریات مربوطه استخراج کرد.

روش انورسیون

تعیین مقدار قند به روش انورسیون که بر مبنای اندازه گیری قند کلرزه متکی است بدین طریق است که قند انورتی که از ۲۶ گرم ساکاروز بوسیله اسید و یا آنزیم انورتاز تولید می شود پولاریزاسیونی معادل ۳۳- نشان می دهد.

برای وزن نرمال ساکاروز درصد سانتیمتر مکعب تغییر جهت چرخش پولاریزاسیون توسط ساکاروز انورت شده و انورت نشده معادل ۱۳۳- درجه ساکاروز می باشد. بعبارت دیگر:

$$W_s = \frac{P_1 - P_2}{133} \quad (10)$$

در این رابطه:

$$W_s = \text{درصد قند نمونه}$$

$$P_1 = \text{پولاریزاسیون به درجه ساکاروز (نسبت به وزن نرمال)}$$

$$P_2 = \text{پولاریزاسیون بعد از انورسیون به درجه ساکاروز (نسبت به وزن نرمال)}$$

رقم ۱۳۳ در رابطه ۱۰ بنام مخرج کلرزه نامیده می شود.

چون چرخش گلوکز و فروکتوز و همچنین قند انورت شدیداً به غلظت و دمای محلول بستگی دارد فرمولهای کلرزه دارای فاکتورهای تصحیح می باشند، بنابراین مثلاً مخرج کلرزه که توسط "هرتس فلد" در آزمایش انورسیون تعیین شده بشرح زیر است:

$$132.66 + 0.0676 \cdot (C_{TS} - 13) - 0.5 \cdot (t - 20)$$

در اینجا:

$$C_{TS} = \text{غلظت محلول انورت شده به گرم درصد سانتیمتر مکعب}$$

$$t = \text{درجه حرارت به سانتیگراد}$$

رقم ۱۳ در فرمول فوق بر این اساس است که معمولاً آزمایش انورسیون با نصف وزن

نرمال درصد سانتیمتر مکعب انجام می شود.

رافینوز هم توسط اسید تجزیه شده و با روش کار مناسب می توان در حضور ساکاروز

در رابطه با تغییر چرخش صفحه نور پولاریزه مقدار آن را تعیین کرد.

تعیین مقدار ساکاروز به روش کلرزه هنوز هم در بعضی مواقع در تجارت ملاس اعمال

می شود. در این روش بایستی میزان پولاریزاسیون مواد فعال نوری باستانیای ساکاروز قبل و

بعد از انورسیون برابر باشد ولی چون این عمل ممکن نیست نتیجه این روش مخصوصاً در مورد تولیدات ناخالص با اشتباهاتی همراه می‌باشد، این موضوع در مورد تعیین رافینوز به روش انورسیون نیز صدق می‌کند.

هر چند که استفاده از آنزیم برای تجزیه ساکاروز و رافینوز باعث بهتر شدن این روش شده است معذالک به سبب سنجشهای متوالی پولاریزاسیون هنوز هم از این روش در آزمایشهای جاری کنترل کارخانه استفاده نمی‌شود.

روشهای توصیه شده توسط ایکومزا فقط در مورد آزمایشهای اختصاصی اعمال

می‌شود

۳- قند انورت

کلیات

در محلولهای صنعتی شکر و تولیدات قندی، قندهائی وجود دارند که برعکس ساکاروز خاصیت احیاء کنندگی دارند و مهمترین آنها گلوکز و فروکتوز است که قسمتی از طریق چغندر وارد شربتها شده و قسمتی دیگر در اثر تجزیه ساکاروز به گلوکز و فروکتوز (بوسیله انورسیون) تولید می‌شوند. مخلوط گلوکز و فروکتوز را قند انورت می‌نامند، مخصوصاً در چغندره‌های زخمی شده و پژمرده میزان قند انورت سرعت افزایش می‌یابد.

بنابراین کنترل آزمایشگاهی مناسب جزو وظائف آزمایشگاه کارخانه می‌باشد. در اینجا قاعدتاً بایستی مقدار کمی قند انورت را در حضور مقدار زیادی ساکاروز تعیین نمود، دستور کار آزمایشگاهی که در زیر آمده است بر اساس مطلب مذکور انتخاب شده‌اند. عکس این مطلب در مورد کنترل آزمایشگاهی شکر مایع که یا تماماً و یا قسمتی از آن انورت شده باشد نیز صدق می‌کند.

در جدول (۵) روشهای معمولی برای تعیین قند انورت جمع‌آوری شده است. راکتیفهای مناسب برای تعیین اثر احیاء کنندگی قندها، محلول قلیائی نمکهای فلزات سنگین می‌باشند، تاکنون در محیط قلیائی عملاً روشهای احیاء کنندگی نمکهای مرکب مس دو ظرفیتی است که رواج پیدا کرده‌اند (گروه یک).

جدول ۵ - روشهای تعیین قندهای احیاء کننده

گروه	اصول روش
۱	احیاء کنندگی با استفاده از محلولهای قلیائی نمکهای مرکب مس دو ظرفیتی و کمپلکسومتری. روش: یدومتری، فتومتری، پوتانسیومتری
۲	فتومتری بر پایه اثر احیاء کنندگی هگزوزها و با فعل و انفعال گروه آلدئیدرها با زاکتیفهای رنگین. تراسلوبوم (TTC) فروسیانور دوپتاس. اسیددی نیتروسالی سیل، ۴ - آمینو - ۳ - هیدرازینو ۵ - مرکاپتو - ۴،۲،۱ تری آزول
۳	کرما توگرافی
۴	انسومانیک
	کرما توگرافی کاغذی، ستونی، صفحه ای و یا گازی
	تعیین نیکونین آمید - آدنین - دی نیکله اوتید - فسفات، نوع احیاء کننده. N A D P H

روش احیاء کنندگی مس

از زمان گذشته از محلول فهلینک و محلول مولر بعنوان راکتیف های اکسیداسیون استفاده می کنند، در این دو محلول از اسید تارتریک بعنوان سازنده ترکیبات مرکب استفاده می شود، علاوه بر این دو محلول لوف (Luph) نیز استفاده می شود در محلول مذکور از اسید سیتریک بعنوان سازنده ترکیبات مرکب استفاده شده است.

مس دو ظرفیتی این محلولها در حرارت و در مجاورت قندهای احیاء کننده تبدیل به اکسید مس یک ظرفیتی شده و بصورت رسوب قرمز رنگی ته نشین می شود، ارزشیابی بصورت مختلف انجام می گیرد:

الف - بمقدار معینی از محول مرکب نمک مس دو ظرفیتی آنقدر محلول مورد آزمایش اضافه می کنند تا تمام یونهای مس دو ظرفیتی Cu^{++} تبدیل به یک ظرفیتی Cu^{+} گردد (احیاء شود)

ب - از محلول مرکب نمک مس بیش از اندازه به محلول مورد آزمایش اضافه می کنند و سپس یا مقدار اکسید مس یک ظرفیتی را و یا مقدار مس دو ظرفیتی را که احیاء نشده است تعیین می کنند.

این روشها در رابطه با نمونه مورد آزمایش بشرح زیر تقسیم بندی می‌شود:

الف - برای تعیین قند احیاء کننده بیش از ۲٪ (تعیین مقدار کل قند بعد از هیدرولیز) از محلول مرکب نمک مس دو ظرفیتی که شدیداً قلیائی شده است مثل محلول فهلینگ استفاده می‌کنند (روش لین و آنیون)

ب - برای تعیین قند احیاء کننده کمتر از ۱۰٪ و در مجاورت مقدار زیادی ساکاروز از محلول نمک مس دو ظرفیتی که ضعیف قلیائی شده باشد مثل محلول مولر (روش انستیتوت برلین) و یا در آزمایش خوراک دام محلول لوف (روش لوف شورل) استفاده می‌کنند.

ج - برای تعیین مقدار کمی قند احیاء کننده مثلاً در شکر سفید از روش نایت و آلن که در آن هم از محلول مرکب نمک مس دو ظرفیتی که ضعیف قلیائی شده باشد استفاده می‌کنند. سیستم تعادل در واکنش تمام روشهای احیاء (ردوکتومتری) وجود ندارد و هر کدام از قندهای تشکیل دهنده قند انورت دارای قدرت احیاء کنندگی متفاوتی می‌باشند، علت این موضوع آن است که قندها شخصاً در فعل و انفعال شرکت نمی‌کنند بلکه تولیداتی که از تحول و یا تجزیه آنها بدست می‌آید عامل موثر در واکنش می‌باشند، از این جهت است که باید ضوابط و شرایط آزمایش (مدت آزمایش، درجه حرارت، غلظت، پ هاش) را کاملاً رعایت نمود. در حالتی که مقدار گلوکز و فروکتوز برابر نباشند (حالتی که غالباً پیش می‌آید) عملاً مقدار اضافی هر کدام از آنها بصورت قند انورت تعیین می‌گردد علاوه بر این شربتهای صنعتی قند دار دارای مواد احیاء کننده دیگری هستند (در شربت غلیظ حدود ۳۰ درصد قند انورت) که در نتیجه آزمایش تاثیر دارند، لذا آزمایش مبین مقدار واقعی قند انورت نبوده بلکه مقدار مواد احیاء کننده را نشان می‌دهد که بصورت قند انورت بیان می‌گردد.

در بعضی روشها باید از جدولهایی استفاده شود که مقدار اکسید مس یک ظرفیتی را در رابطه با مقدار ساکارید نشان می‌دهد، برای تعیین قند انورت در رابطه با غلظت ساکاروز در نمونه مورد آزمایش بایستی از فاکتورهای تصحیح استفاده شود و این بدان علت است که ساکاروز هم در محیط قلیائی و هم در حالت جوش تحت تاثیر محلول مرکب مس قرار گرفته و قدرت احیاء کنندگی محدودی را نشان می‌دهد.

محلول مرکب مس در محیط قلیائی ضعیف اثر چندانی روی ساکاروز ندارد، لذا استفاده از محلول مولر (روش انستیتوی برلین) برای تعیین مقدار کم و یا متوسط قند انورت

در مجاورت ساکاروز زیاد و در محیط قلیائی قوی ارجحیت دارد. البته در اینجا هم بایستی از فاکتور تصحیح ساکاروز نسبتاً کوچکی استفاده شود.

تعیین قند انورت به روش لین آینون (LANE & EYNON)

در این آزمایش طبق دستورالعمل اصلی به ۲۵ سانتیمتر مکعب محلول فهلینگ توسط بورت آنقدر محلول مورد آزمایش اضافه می‌کنند تا تمام مس احیاء شود، بنابراین غلظت محلول فهلینگ را باید با محلول قند انورت که دارای غلظت معینی است تنظیم نمود. برای اینکه بهتر بتوانند نقطه تغییر رنگ را تشخیص دهند از معرف متیلن بلو که در محیط قلیائی توسط قندهای احیاء کننده بی‌رنگ می‌شود استفاده می‌کنند، این تغییر رنگ موقعی بروز می‌کند که تمام مس دو ظرفیتی احیاء شده باشد.

در رابطه با غلظت قندهای احیاء کننده در خاتمه تیتراسیون حجم‌های متنوعی بدست می‌آید. قبل از حرارت دادن بایستی تقریباً تمام قندهای احیاء کننده به محلول فهلینگ اضافه شود چون نسبت مس احیاء شونده به قندهای احیاء کننده نیز بستگی به نسبت غلظت در مدت حرارت دادن دارد. با توجه باینکه برای تیتراسیون بقیه مس دو ظرفیتی نبایستی بیشتر از یک سانتیمتر مکعب محلول قندی مصرف شود قبل از آزمایش اصلی بایستی مقدار محلول قندی مصرفی را تقریباً معین نمود.

با توجه به متنوع بودن حجم مخلوط برای محاسبه نتایج آزمایش استفاده از جدول ضروری است.

برای ساده شدن دستورالعمل اصلی روشی توسط آزمایشگاه گمرک بریتانیا ارائه شده است که در آن حجم مخلوط در خاتمه تیتراسیون ثابت می‌ماند و در این صورت دیگر به جدول احتیاجی نیست در روش حجم ثابت بایستی قبلاً مقدار محلول مصرفی (محلول مورد آزمایش) را تعیین نمود تا توسط آن بتوان میزان آب مورد نیاز برای رسانیدن مخلوط به حجم ثابت را محاسبه کرد.

در مخلوط حاصل همواره غلظت یونهای مس و غلظت قند انورت ثابت بوده و به غلظت قند انورت در محلول مورد آزمایش بستگی ندارد.

حجم خاتمه تیتراسیون ۷۵ سانتیمتر مکعب تعیین شده است که ۲۰ سانتیمتر مکعب

از این حجم مربوط به محلول فهلینگ است.

تعیین قند انورت روش انستیتوی برلین

در این روش که بر مبنای کارهای اسپنکлер - تود و شویر قرار گرفته است به صد سانتیمتر مکعب محلول مورد آزمایش که رقیق و حنثی شده است ۱۰ سانتیمتر مکعب محلول مولر اضافه کرده و مخلوط را دقیقاً بمدت ۱۰ دقیقه در حمام آب جوش (بن ماری) حرارت می دهند. رسوب اکسید مس یک ظرفیتی را که ته نشین شده است پس از سرد کردن از طریق ید و متری تعیین می کنند (روش گرم).

تحت شرایط معینی مصرف یک سانتیمتر مکعب محلول $\frac{1}{3}$ نرمال ید معادل یک میلی گرم قند انورت در مقدار محلول مورد آزمایش مصرفی است. از رقم ید مصرفی باید رقم مربوط به راکتیفها (رقم آزمایش شاهد و رقم آزمایش سرد) را کسر نمود.

طرز عمل آزمایش سرد شبیه به آزمایش گرم می باشد با این تفاوت که در اینجا آزمایش بدون حرارت دادن انجام می شود.

بوسیله آزمایش سرد اثر موادی که در محلول مورد آزمایش وجود دارند و توسط محلول مولر در دمای آزمایشگاه و همچنین بوسیله محلول ید که در موقع تیتراسیون اکسید می شوند، در نتیجه آزمایش ملحوظ می گردد (در مدت واکنش عملاً در محیط سرد قند انورت اکسید نمی شود).

درحالتی که غلظت ساکاروز در محلول مورد آزمایش بیش از ۰/۲۵ گرم باشد فاکتور تصحیح ساکاروز الزامی است.

سایر روشها

برای روشهای فتومتری گروه ۲ جدول (۵) که بر مبنای ردوکسیون راکتیفهای رنگین آلی و معدنی قرار دارند در رابطه با اختصاصی بودن واکنش همانند روش ردوکسیون مس محدودیت هائی وجود دارد. روش تلفیقی امریش راکتیف اسید دی تیتروفتال طبق دستور موموزه مانند روش نایت و آلن برای تعیین مقدار کمی قند انورت در مجاورت ساکاروز زیاد

مناسب می‌باشد. روش سریع T T C هم برای تعیین قند انورت در چغندر مخصوصاً در چغندر های سیلو شده (کهنه) نتیجه خوبی داده است. روش فتومتری با اسیدی دی تیتروفتال و یا ۴- آمینو - ۳ - هیدرازینو - ۵ - مرکاپتو - ۱، ۲، ۴ تریازول برای آزمایشهای جاری کارخانه مثلاً کنترل شربت غلیظ پیشنهاد شده است.

روشهای کروماتوگرافی و انسوماتیک (گروه ۳ و ۴ جدول شماره ۵) محتاج به صرف وقت و مواد زیادی می‌باشند بدین جهت برای آزمایشهای جاری کارخانه از اهمیت کمتری برخوردارند.

چون با این روشها مقدار گلوکز و فرکتوز جداگانه تعیین می‌شوند نتیجه روشهایی راکه بر مبنای ردوکسیون قرار دارند می‌توان بوسیله این روشها کنترل و میزان دقت آنها را تعیین نمود.

اخیراً روشهای انسوماتیک اهمیت قابل ملاحظه‌ای کسب کرده‌اند زیرا کلیه راکتیفهای لازم توسط شرکتهای مختلف در بازار عرضه می‌شود و استفاده از این راکتیفها انجام آزمایش را سهلتر کرده است.

۴- ماده خشک

کلیات

معمولاً برای تعیین مقدار آب و یا مقدار ماده خشک سه طریقه مشروحه زیر عمل می‌شود:

الف - طریقه وزنی (گراویمتری)

در این روش بوسیله توزین، کسر وزن نمونه را پس از خشک شدن تعیین می‌کنند.

ب - طریقه رفراکتومتری

در این روش از ضریب انکسار نور در شربت‌های صنعتی قنددار که بوسیله رفراکتومتر تعیین می‌شود برای تعیین مقدار تسقیمی ماده خشک استفاده می‌کنند.

ج - طریقه چگالی سنجی

از طریق تعیین وزن مخصوص شربت‌های صنعتی قنددار مثلاً بوسیله آریومتر و یا پیکنومتر می‌توان مقدار ماده خشک را بطور تقریبی تعیین نمود. طریقه اولی را در قدیم الایام ماده خشک واقعی و دو روش آخری را ماده خشک مجازی یا ظاهری می‌نامیدند.

تعیین ماده خشک به روش گراویمتری و یا وزنی

تعیین ماده خشک با این روش محتاج صرف وقت زیادی است مضافاً باینکه عمل خشک کردن نیاز به مراقبت زیادی دارد و هرگونه تجزیه و یا جذب رطوبت بخصوص در تولیدات قنددار ناخالص باعث اشتباهاتی در نتیجه آزمایش خواهد شد.

نمونه را در صورت نیاز پس از خرد کردن خشک می‌کنند، نمونه‌های مایع را بمنظور پخش کردن در سطح بیشتری پس از مخلوط کردن با دانه‌های ریز و مقاوم در مقابل حرارت مثل ماسه و یا خاک فسیل خشک می‌کنند. عمل خشک کردن در اتوساده، اتوخلای دار و یا اتو مجهز به هوای داغ تا رسیدن به وزن ثابت انجام می‌شود، معمولاً رسیدن وزن ثابت در نمونه‌های مرطوب موقعی است که مقدار رطوبت در دو توزین پشت سر هم کمتر از ۰/۱ درصد باشد.

نمونه‌های خشک شده را که غالباً جاذبه الرطوبه هستند باید دراکسی کاتور خنک کرد و بلافاصله با ترازوی حساس و دقیق وزن آن را تعیین نمود. درجه حرارت اتو بین ۷۰ تا ۱۰۵ درجه سانتیگراد می‌باشد.

در حالتی که نمونه‌ها در مقابل حرارت مقاوم باشند (مثل شکر سفید، شکر خام یا خلال) از درجه حرارت بالاتر استفاده می‌کنند، برعکس اگر نمونه‌ها در مقابل حرارت حساس باشند (مثل نمونه‌هایی که دارای قند انورت زیاد هستند و شربت‌ها و ملاس) عمل خشک کردن بایستی در درجه حرارت پایین انجام شود.

زمان خشک شدن نمونه به عوامل زیادی بستگی دارد (مشخصات نمونه مورد آزمایش، نسبت فشار، تهویه و غیره) عموماً هر چه درجه حرارت پائین تر باشد زمان لازم برای خشک کردن طولانی‌تر خواهد بود.

اگر از لامپ ماوراء قرمز بعنوان منبع حرارتی استفاده شود بایستی بمنظور حصول دقت کافی بدو یکسری آزمایشهای مقایسه‌ای (مقایسه با خشک کردن در اتو) برای تعیین فاصله بین منبع حرارتی و نمونه و همچنین مدت لازم برای خشک شدن بدون اینکه به نمونه صدمه‌ای بخورد (امتحان هر نمونه بطوراختصاصی) انجام شود، تحت این شرایط کارآئی این دستگاه قابل قبول خواهد بود.

برای نمونه‌هایی که مقدار آب آنها زیاد است روش تقطیر با حلالهای آلی غیر قابل اختلاط با آب (مثل تری کلراتیلن) توصیه می‌شود، این روش در مورد ملاس و تفاله خشک نتایج خوبی نداده است. اخیراً تیترا کردن با محلول گارل فیشر که مقدار آب مستقیماً تعیین می‌شود معمول گردیده است.

دستور کار برای یکسری تولیدات از شکر سفید گرفته تا ملاس موجود می‌باشد (بفصل سوم مراجعه شود).

تعیین ماده خشک به روش رفراکتومتري

وقتی یک اشعه با زاویه تابش α_1 با سطح تماس دو جسم یک و دو برخورد کند به اندازه زاویه شکست α_2 از جهت اصلی خود منحرف می‌شود. زاویه شکست α_2 در رابطه با نسبت ظرائب شکست نور دو جسم بیکدیگر متغیر

است، در این مورد رابطه مشروحه زیر بر طبق قانون زنه لیوس بر قرار است:

$$n_1 \cdot \sin \alpha_1 = n_2 \cdot \sin \alpha_2 \quad (1)$$

در این رابطه:

n_1 = ضریب انکسار (ضریب شکست) جسم یک (مثلاً $1/333 =$ آب).

α_1 = زاویه تابش در جسم یک بر حسب درجه.

n_2 = ضریب انکسار جسم دو (مثلاً $1/5 =$ شیشه).

α_2 = زاویه تابش در جسم دو بر حسب درجه.

نظر به اینکه زاویه n_1 و ضریب تابش n_2 را میتوان ثابت نگاهداشت ضریب انکسار (ضریب شکست) n_1 جسم یک را از طریق اندازه گیری زاویه انکسار نور در جسم دو می توان تعیین نمود. حالت فوق العاده وقتی پیش می آید که اشعه با سطح تماس دو جسم مماس شود عبارت دیگر زاویه تابش برابر 90° درجه باشد که در این صورت:

$$\sin 90^\circ = 1 \quad (12)$$

زاویه α_2 تحت این شرایط بعنوان زاویه انعکاس کامل مشخص شده است اندازه گیری این زاویه بطور کلی اصول رفاکتومتری را که در آزمایشگاه از آن استفاده می کنند تشکیل می دهد.

چون زاویه انکسار یک محلول بستگی به مقدار مواد حل شده در آن دارد با تعیین زاویه انکسار می توان مقدار مواد حل شده در محلول را بسادگی معین نمود.

در مورد محلولهای آبکی ساکاروز خالص جدول رسمی بین المللی تهیه شده است که مبین رابطه ضریب انکسار نور در هوا و مقدار درصد ساکاروز (تصحیح شده در خلاء) می باشد جدول (۶). میزان دقت ضرایب انکسار نور در جدول (بین صفر و ۶۵ درصد) کمتر از ± 0.000003 (معادل ± 0.0002 درصد ساکاروز) است، خارج از این ارقام بایستی انتظار اشتباهاتی تقریباً تا ± 0.0002 (معادل ± 0.01 درصد ساکاروز) را داشت.

محلولهای قندی صنعتی کم و بیش ناخالص هستند بدین معنی که آنها حاوی مواد غیر قندی می باشند که ضریب انکسارشان همانند ساکاروز بستگی به غلظت آنها دارد، بنابراین اشتباه بزرگی نیست اگر بر اساس جدول شماره ۶ مقدار ماده خشک محلول تعیین شود.

اندازه گیری ضریب انکسار غالباً برای تعیین مقدار ماده خشک محلولهای ساکاروز

مورد استفاده قرار می‌گیرد مضافاً بر اینکه ضریب انکسار بستگی به درجه حرارت و طول موج اشعه دارد، بستگی طول موج را دیس پرسیون یا انتشار و پراکندگی می‌نامند بعلاوه وجود پراکندگی در اندازه‌گیریهای دقیق بهتر است که از لامپهای طیفی (لامپ سدیم و جیوه) استفاده شود، غالباً لامپهای سدیم مصرف می‌کنند و تقریباً کلیه جداول انکسار نور برای این لامپ تهیه شده‌اند.

جدول (۶) را برای نور زرد سدیم با طول موج ۵۸۹ نانومتر (خط D) محاسبه

نموده‌اند

چون وزن مخصوص محلولهای ساکاروز با افزایش درجه حرارت کاهش می‌یابد ضریب انکسار نیز کوچکتر می‌شود بعبارت دیگر ضریب حرارتی منفی است، بنابراین برای اندازه‌گیریهای دقیق تنظیم درجه حرارت محلول و دستگاه ضروری است.

وقتی دقت آزمایش برابر ± 0.00004 باید باشد درجه حرارت اندازه‌گیری نمیبایستی بیشتر از ± 0.2 درجه سانتیگراد از درجه حرارت استاندارد (۲۰ درجه سانتیگراد) تجاوز کند، اگر تنظیم درجه حرارت بطور دقیق انجام نشده باشد تصحیح حرارتی طبق جدول (۱) الزامی است.

جدول ۶ ضریب انکسار در محلولهای آبی ساکاروز و هوا در ۲۰ و ۲۷

درجه سانتیگراد با طول موج $\lambda = 589$

W_s = درصد ساکاروز (تصحیح شده در خلاء)

n_D = ضریب انکسار با طول موج ۵۸۹ نانومتر در هوا

n_D		W_s	n_D		W_s
$27C^0$	$20C^0$		$27C^0$	$20C^0$	
۱/۳۶۰۵۳۹	۱/۳۵۹۶۶۶	۱۸	۱/۳۳۲۲۷۹	۱/۳۳۲۹۸۶	۰
۱/۳۶۲۱۸۵	۱/۳۶۱۳۰۲	۱۹	۱/۳۳۴۴۲۰	۱/۳۳۳۷۰۳	۱
۱/۳۶۳۸۴۲	۱/۳۶۲۹۵۰	۲۰	۱/۳۳۵۸۶۴	۱/۳۳۵۱۳۹	۲
۱/۳۶۵۵۱۳	۱/۳۶۴۶۱۱	۲۱	۱/۳۳۷۳۳۲۰	۱/۳۳۶۵۸۶	۳
۱/۳۶۷۱۹۷	۱/۳۶۶۲۸۵	۲۲	۱/۳۳۸۷۸۶	۱/۳۳۸۰۴۴	۴
۱/۳۶۸۸۹۴	۱/۳۶۷۹۷۲	۲۳	۱/۳۴۰۲۶۴	۱/۳۳۹۵۱۳	۵
۱/۳۷۰۶۰۴	۱/۳۶۹۶۷۲	۲۴	۱/۳۴۱۷۵۳	۱/۳۴۰۹۹۳	۶
۱/۳۷۲۳۲۸	۱/۳۷۱۳۸۶	۲۵	۱/۳۴۳۲۵۳	۱/۳۴۲۴۸۴	۷
۱/۳۷۴۱۱۳	۱/۳۷۴۰۶۵	۲۶	۱/۳۴۴۷۶۵	۱/۳۴۳۹۸۷	۸
۱/۳۷۴۸۵۴	۱/۳۷۵۸۱۵	۲۷	۱/۳۴۶۲۸۹	۱/۳۴۵۵۰۱	۹
۱/۳۷۶۶۰۸	۱/۳۷۷۵۷۹	۲۸	۱/۳۴۷۸۲۴	۱/۳۴۷۰۲۷	۱۰
۱/۳۷۸۳۷۶	۱/۳۷۹۳۵۷	۲۹	۱/۳۴۹۳۷۱	۱/۳۴۸۵۶۵	۱۱
۱/۳۸۰۱۵۸	۱/۳۸۱۱۴۹	۳۰	۱/۳۵۰۹۳۰	۱/۳۵۰۱۱۴	۱۲
۱/۳۸۱۹۵۵	۱/۳۸۳۹۵۵	۳۱	۱/۳۵۲۵۰۱	۱/۳۵۱۶۷۶	۱۳
۱/۳۸۲۷۶۵	۱/۳۸۴۷۷۵	۳۲	۱/۳۵۴۰۸۴	۱/۳۵۳۲۴۹	۱۴
۱/۳۸۵۵۹۰	۱/۳۸۶۶۱۰	۳۳	۱/۳۵۵۶۷۹	۱/۳۵۴۸۳۵	۱۵
۱/۳۸۷۴۲۹	۱/۳۸۸۴۵۹	۳۴	۱/۳۵۷۲۸۷	۱/۳۵۶۴۳۳	۱۶
			۱/۳۵۸۹۰۷	۱/۳۵۸۰۴۲	۱۷

ادامه جدول ۶

ضریب انکسار در محلولهای آبی ساکاروز در هوا در ۲۰ و ۲۷ درجه سانتیگراد با

طول موج $\lambda = 589$ $W_s =$ درصد ساکاروز (تصحیح شده در خلاء) $n_D =$ ضریب انکسار با طول موج 589 نانومتر در هوا

n_D		W_s	n_D		W_s
$27^\circ C$	$20^\circ C$		$27^\circ C$	$20^\circ C$	
1/421008	1/422197	51	1/389282	1/390322	35
1/423126	1/424323	52	1/391150	1/392200	36
1/427410	1/42862	53	1/393333	1/394092	37
1/427410	1/428625	54	1/394931	1/396000	38
1/429577	1/430800	55	1/396844	1/397922	39
1/431761	1/432993	56	1/398772	1/399860	40
1/433962	1/435201	57	1/400715	1/401813	41
1/436179	1/437427	58	1/402674	1/403781	42
1/438413	1/439669	59	1/404648	1/405764	43
1/440665	1/441928	60	1/406638	1/407763	44
1/442933	1/444204	61	1/408643	1/409777	45
1/445218	1/446497	62	1/410664	1/411807	46
1/447520	1/448807	63	1/412700	1/413853	47
1/449840	1/451134	64	1/414753	1/415915	48
1/452177	1/453478	65	1/416822	1/417993	49
1/454531	1/455839	66	1/418907	1/420087	50

مسابقات
روز سه شنبه ۱۳۹۰

ادامه جدول ۶

ضریب انکسار در محلولهای آبی ساکاروز در هوا در ۲۰ و ۲۷ درجه سانتیگراد با طول موج $\lambda = 589$
 $W_s =$ درصد ساکاروز (تصحیح شده در خلاء)
 $n_D =$ ضریب انکسار با طول موج ۵۸۹ نانومتر در هوا

n_D		W_s	n_D		W_s
$27^\circ C$	$20^\circ C$		$27^\circ C$	$20^\circ C$	
۱/۴۶۱۶۹۸	۱/۴۶۳۰۲۶	۶۹	۱/۴۳۳۹۶۲	۱/۴۳۵۲۰۱	۵۷
۱/۴۶۴۱۲۱	۱/۴۶۵۴۵۶	۷۰	۱/۴۳۶۱۷۹	۱/۴۳۷۴۲۷	۵۸
۱/۴۶۶۵۶۲	۱/۴۶۷۹۰۳	۷۱	۱/۴۳۸۴۱۳	۱/۴۳۹۶۶۹	۵۹
۱/۴۶۹۰۲۱	۱/۴۷۰۳۶۸	۷۲	۱/۴۴۰۶۶۵	۱/۴۴۱۹۲۸	۶۰
۱/۴۷۳۹۹۰	۱/۴۷۵۳۴۹	۷۴	۱/۴۴۲۹۳۳	۱/۴۴۴۲۰۴	۶۱
۱/۴۷۳۹۹۰	۱/۴۷۵۳۴۹	۷۴	۱/۴۴۵۲۱۸	۱/۴۴۶۴۹۷	۶۲
۱/۴۷۶۵۰۱	۱/۴۷۷۸۶۶	۷۵	۱/۴۴۷۵۲۰	۱/۴۴۸۸۰۷	۶۳
۱/۴۷۹۰۳۰	۱/۴۸۰۴۰۰	۷۶	۱/۴۴۹۸۴۰	۱/۴۵۱۱۳۴	۶۴
۱/۴۸۱۵۷۶	۱/۴۸۲۹۵۱	۷۷	۱/۴۵۲۱۷۷	۱/۴۵۳۴۷۸	۶۵
۱/۴۸۴۱۳۹	۱/۴۸۵۵۲۰	۷۸	۱/۴۵۴۵۳۱	۱/۴۵۵۸۳۹	۶۶
۱/۴۸۶۷۲۰	۱/۴۸۸۱۰۵	۷۹	۱/۴۵۶۹۰۳	۱/۴۵۸۲۱۷	۶۷
۱/۴۸۹۳۱۸	۱/۴۹۰۷۰۸	۸۰	۱/۴۵۹۲۹۱	۱/۴۶۰۶۱۳	۶۸

یاد آوری: ارقامی که بوسیله ایکومزا منتشر شده است مربوط به درجه حرارت های ۲۰ و ۲۸ درجه سانتیگراد می باشد. ارقام ضریب انکسار مربوط به مناطق گرم که درجه حرارت معمولی (نرمال) آن ۲۷ درجه سانتیگراد تعیین شده بوسیله P T B (موسسه فیزیک صنعتی آلمان) واقع در برانشویک با همکاری انستیتوی قند برانشویک محاسبه شده است.

دستگاهها

رفراکتومتر شکر

رفراکتومترهایی که در آزمایشگاه کارخانه‌های قند از آنها استفاده می‌کنند اختصاصاً برای این صنعت ساخته شده و مستقیماً مقدار ماده خشک را نشان می‌دهد.

برای اندازه‌گیری چند قطره‌ای از نمونه بین دو منشور (منشور مات و منشور صاف) روشنایی و سنجش قرار داده می‌شود و پس از اینکه این دو منشور روی هم قرار گرفت مرز سایه انعکاس کامل اشعه تابش را بوسیله دوربین می‌توان مشاهده نمود و از روی درجات مقدار ماده خشک را مستقیماً قرائت کرد.

نمونه‌های زلال و شفاف را بانور مستقیم و یا بعبارت دیگر با پنجره باز منشور روشنایی و نمونه‌های کدر و یا تاریک را با نور برگشتی یعنی با پنجره باز منشور سنجش آزمایش می‌کنند، بوسیله ترمومتری که در رفراکتومتر نصب شده می‌توان درجه حرارت را بمنظور تعیین رقم تصحیح حرارتی مشخص نمود.

در آزمایشگاهها غالباً از رفراکتومتر ABBE استفاده می‌کنند، در این دستگاهها وسائلی نصب شده بنام تعدیل‌کننده که اثر پراکندگی نور را تعدیل می‌نماید. پراکندگی نور باعث می‌شود که مرز سایه انعکاس کامل بطور واضح دیده نشود و مضافاً بر این درجات این دستگاهها ثابت نبوده و براحتی می‌توان آنها را حرکت داد.

منشورهای دستگاه ABBE را هم با نور خورشید و هم با نور چراغ برق می‌توان روشن کرد. دمای رفراکتور ABBE قابل تنظیم است (دمای سنجش ۲۰ درجه سانتیگراد). رفراکتومتر ABBE را می‌توان با کووت مخصوص عبور محلول مجهز نمود، دقت سنجش این دستگاه برای ضریب انکسار در حدود $0.00015 \pm$ و برای ماده خشک $0.1 \pm$ دصد می‌باشد.

رفراکتومترهای دستی که در کارخانجات برای ارقام تقریبی از آن استفاده می‌شود اکثراً دارای دو ردیف درجه‌بندی از صفر تا ۵۵ و از ۵۰ تا ۸۵ درصد می‌باشند. بمنظور کاهش اثر پراکندگی نور جلو پنجره منشورها صافی زرد نصب شده است. از روی درجات رفراکتومتر می‌توان تقریباً تا 0.1 درصد ماده خشک را تخمین زد.

سایر رفاکتومترها

در مواردی که تعیین میزان ماده خشک با دقت زیاد (تقریباً ± 0.00001) لازم است، از رفاکتومترهای شناور استفاده می‌کنند. در این دستگاهها منشور سنجش را در داخل بشر (لیوان آزمایشگاهی) محتوی محلول مورد آزمایش قرار می‌دهند، اینگونه رفاکتومترها را هم می‌توان در مـواقعی که مقدار نمونه خیلی کم است با منشورهای لولائی و یا کووت عبور نمونه مجهز کرد. دقت قرائت دستگاه بستگی به طول لوله دوربین دارد.

برای اندازه‌گیری غلظتهای بین صفر تا ۹۵٪ بایستی از پنج منشور که همگی قابل تعویض می‌باشند استفاده نمود، چون این منشورهای اختصاصی بر مبنای ضریب انکسار نور درجه‌بندی شده‌اند بایستی برای محاسبه مقدار ماده خشک از جداول مربوط استفاده کرد

برای اندازه‌گیری ماده خشک بطور مسلسل در کارخانه رفاکتومترهای دیفرنسیال خودکار مناسب می‌باشند، در این دستگاهها میزان شکست نور توسط یک فتوسل اندازه‌گیری و از طریق یک مدار الکترونیکی بصورت ارقام دیجیتال و یا ارقام انطباقی (مشابه) نشان داده می‌شود.

چون در این دستگاهها شکست نور حلال تعدیل می‌شود درجه حرارت تاثیر چندانی در نتیجه سنجش ندارد، حساسیت این دستگاهها بر حسب نوع آنها تا ده درصد بیشتر از رفاکتومترهای شناور می‌باشد. محلولهای مورد آزمایش بایستی همواره زلال و شفاف باشند.

خطای سنجش

مواد کدر و رنگین و حبابهای هوا باعث بروز اشتباهات سنجش می‌شوند، در صورت امکان بایستی نمونه را قبل از آزمایش سانتریفوژ و یا صاف کرد و با اضافه کردن ذغال فعال رنگ نمونه‌ها را کاهش داد. حبابهای هوا را نیز بوسیله خنک کردن و چند دقیقه‌ای تحت فشار کم قرار دادن خارج می‌کنند.

غلظت زیاد مواد غیرقندی در نمونه باعث می‌شود که مقدار مواد خشک نمونه بیش از مقدار واقعی نشان داده شود، در هر مورد می‌توان با توجه به فاکتورهای تصحیح که از طریق

مقایسه با نتایج روش توزین بدست می‌آید اشتباه این روش را تصحیح نمود. اگر سریعتر کار شود و سرد کردن نمونه هم با سرعت انجام پذیرد آب تبخیری به حداقل خواهد رسید، نمونه‌های غلیظ و حاوی کریستال را بایستی قبل از آزمایش به نسبت یک به یک با آب رقیق نمود ولی این اصل را نیز باید پذیرفت که در این عمل در نمونه‌های ناخالص مقدار ماده خشک قدری بیشتر از مقدار واقعی تعیین می‌شود.

تعیین ماده خشک به روش چگالی سنجی (دانسیتمتری)

وزن مخصوص محلولهای قندی می‌تواند میزانی برای مقدار قند در محلول باشد، چون در اینجا هم مانند روش رفاکتومتری مواد غیرقندی موجود در شربت‌های صنعتی قنددار در نتایج آزمایش تاثیر دارند ارقام بدست آمده برای ماده خشک نمونه از طریق تعیین وزن مخصوص هم ارقام تقریبی می‌باشند. وزن مخصوص معمولاً به وسیله آریومتر (دوک) و یا پیکنومتر تعیین می‌شود.

روش آریومتری یا هیدرومتری

آریومتر یا چگالی سنج و یا دوک آنقدر در مایع فرو می‌رود تا جرم آن با جرم مایع جابجا شده برابر گردد بعبارت دیگر هر چه قدر وزن مخصوص مایع کمتر باشد آریومتر بیشتر در آن فرو می‌رود.

آریومترها یا چگالی سنجها طبق استاندارد آلمان (DIN 12791) بر پایه واحد وزن مخصوص مثلاً $\frac{\text{گرم}}{\text{سانتیمتر}^3}$ علامت‌گذاری می‌شوند، آریومترهای مخصوص شربت‌های قنددار دارای درجاتی هستند که بر مبنای درجات بالینگ (Bg) و یا بریکس (Bx) را مستقیماً می‌توان روی آریومتر قرائت نمود

در محلولهای خالص قندی این درجات مقدار جرم ساکاروز موجود درصد سانتیمتر مکعب از نمونه را نشان می‌دهند ولی در محلولهای ناخالص این درجات نیز مانند درجات رفاکتومتر مبین مقدار تقریبی جرم مواد خشک موجود درصد سانتیمتر مکعب نمونه می‌باشند.

درجه‌بندی دیگری که رابطه چندانی با غلظت محلولهای قندی ندارد درجه بومه است

که در بعضی موارد هنوز هم از آن استفاده می‌شود بند (۲)، درجه بومه و بریکس در رابطه با وزن مخصوص مربوطه در جدول شماره ۷ با یکدیگر مقایسه شده‌اند.

در رابطه با سعی و کوششی که در سطح بین‌المللی برای یکنواخت کردن سیستم سنجش بعمل می‌آید باید حتی‌الامکان این درجات اختصاصی را تا حدی که قابل اغماض می‌باشند از سیستم سنجش طرد کرد و از بکار بردن درجات بریکس و بالینگ خودداری و بجای آنها مثلاً از درصد ساکاروز و یا درصد ماده خشک استفاده نمود.

وزن مخصوص در رابطه با درجه حرارت متغیر است. اکثر آریومترها و چگالی سنجها را امروزه روی ۲۰ درجه سانتیگراد تنظیم می‌کنند (باستثنای درجات بومه در ۱۵ درجه سانتیگراد).

درصد ماده خشک را پس از قرائت وزن مخصوص طبق فصل دوم کتاب بند (۱) جدول (۴) تعیین و سپس تصحیح حرارتی را طبق جدول (۳) فصل دوم کتاب بند (۴) انجام می‌دهند.

جداول تصحیح که هم اکنون در دسترس هستند مخصوص محلولهای قندی خالص می‌باشند.

در مورد محلولهای ناخالص باید گفت هر چقدر که غلظت مواد غیرقندی و اختلاف درجه حرارت سنجش از درجه حرارت استاندارد افزایش یابد خطای سنجش بیشتر است، بنابراین باید حتی‌المقدور درجه حرارت سنجش با درجه حرارت استاندارد در یک حد باشند و برای این منظور استفاده از چگالی سنجهای مجهز به ترمومتر توصیه می‌شود.

در بعضی موارد ارقام تصحیحی را می‌توان مستقیماً روی ترمومتر قرائت نمود، لازم به تذکر است که این ارقام تصحیحی روی ترمومتر همانطوریکه در بالا گفته شد برای محلولهای قندی خالص و برای محلولهایی که چگالی سنجش تا نصفه در آنها فرو می‌رود معتبر است.

بنابر آنچه که گفته شد استفاده از این وسایل بدون خطا نخواهد بود.

جدول ۷

تبدیل ارقام قدیمی مربوط به مقدار ماده خشک و وزن مخصوص

مطلوهای قندی

$$W_{ts} = \text{درصد ماده خشک (بالینگ و بریکس)} B_e^o$$

$$X = \text{میزان ماده خشک بر حسب بومه قدیم } B_e^o$$

$$X' = \text{میزان ماده خشک بر حسب بومه جدید } B_e^o$$

$$\tau_t^o = \text{نسبت اوزان در دمای } t^o \text{ و نسبت به آب } t \text{ درجه}$$

$$d_t^o = \text{وزن مخصوص نسبی در دمای } t^o \text{ و نسبت به آب } t \text{ درجه}$$

قبل از استفاده از جدول یادآوری‌های فصل دوم (جدول شماره ۴) را کاملاً رعایت

کنید.

d_{15}^o	d_t^o	τ_t^o	$\tau_{17.5/17.5}^o$	X'	X	W_{ts}
۱/۰۰۰۰۰۰	۰/۹۹۸۲۳۴	۱/۰۰۰۰	۱/۰۰۰۰۰	۰/۰۰۰	۰/۰۰۰۰	۰
۱/۰۰۳۸۹۱	۱/۰۰۲۱۲۰	۱/۰۰۳۹	۱/۰۰۳۸۸	۰/۵۶۸	۰/۵۵۷۱	۱
۱/۰۱۱۷۵۵	۱/۰۰۹۹۳۴	۱/۰۱۱۷	۱/۰۱۱۷۳	۱/۷۰۳	۱/۶۷۰۵	۳
۱/۰۱۵۷۲۸	۱/۰۱۳۸۸۱	۱/۰۱۵۷	۱/۰۱۵۷۰	۲/۲۷۰	۲/۲۲۶۷	۴
۱/۰۱۹۷۲۹	۱/۰۱۷۸۵۴	۱/۰۱۹۷	۱/۰۱۹۷۰	۲/۸۳۶	۲/۷۸۲۷	۵
۱/۰۲۳۷۸۵	۱/۰۲۱۸۵۵	۱/۰۲۳۷	۱/۰۲۳۷۳	۳/۴۰۳	۳/۳۳۸۳	۶
۱/۰۲۷۸۱۷	۱/۰۲۵۸۸۵	۱/۰۲۷۷	۱/۰۲۷۷۹	۳/۹۶۹	۳/۸۹۳۶	۷
۱/۰۳۱۹۰۳	۱/۰۲۹۹۴۲	۱/۰۳۱۸	۱/۰۳۱۸۷	۴/۵۳۴	۴/۴۴۸۶	۸
۱/۰۳۶۰۱۹	۱/۰۳۴۰۲۹	۱/۰۳۵۹	۱/۰۳۵۹۹	۵/۱۰۰	۵/۰۰۳۱	۹
۱/۰۴۰۱۶۳	۱/۰۳۸۱۴۳	۱/۰۴۰۰	۱/۰۴۰۱۴	۵/۶۶۵	۵/۵۵۷۲	۱۰
۱/۰۴۴۳۳۸	۱/۰۴۲۲۸۸	۱/۰۴۴۲	۱/۰۴۴۳۱	۶/۲۲۹	۶/۱۱۱۰	۱۱
۱/۰۴۸۴۵۳	۱/۰۴۶۴۶۲	۱/۰۴۸۴	۱/۰۴۸۵۲	۶/۷۹۳	۶/۶۶۴۲	۱۲
۱/۰۵۲۷۷۷	۱/۰۵۰۶۶۵	۱/۰۵۲۶	۱/۰۵۲۷۶	۷/۳۵۶	۷/۲۱۷۱	۱۳
۱/۰۵۷۰۴۳	۱/۰۵۴۹۰۰	۱/۰۵۶۸	۱/۰۵۷۰۳	۷/۹۱۹	۷/۷۶۹۴	۱۴
۱/۰۶۱۳۳۸	۱/۰۵۹۱۶۵	۱/۰۶۱۱	۱/۰۶۱۳۳	۸/۴۸۲	۸/۳۲۱۳	۱۵

ادامه جدول ۷

d_{15}°	d_{20}°	τ_{20}°	$\tau_{17/5}^{17/5}$	X'	X	W_{ts}
۱/۰۶۵۶۶۴	۱/۰۶۳۴۶۰	۱/۰۶۵۴	۱/۰۶۵۶۶	۹/۰۴۴	۸/۸۷۲۷	۱۶
۱/۰۷۰۰۲۳	۱/۰۶۷۷۸۹	۱/۰۶۹۸	۱/۰۷۰۰۲	۹/۶۰۵	۹/۴۲۳۵	۱۷
۱/۷۴۴۱۲	۱/۰۷۲۱۴۷	۱/۰۷۴۱	۱/۰۷۴۴۱	۱۰/۱۶۶	۹/۹۷۳۸	۱۸
۱/۰۷۸۸۳۳	۱/۰۷۶۵۳۷	۱/۰۷۸۵	۱/۰۷۸۸۴	۱۰/۷۲۷	۱۰/۵۲۳۶	۹
۱/۰۸۳۲۸۵	۱/۰۸۰۹۵۹	۱/۰۸۳۰	۱/۰۸۳۲۹	۱۱/۲۸۶	۱۱/۰۷۲۷	۲۰
۱/۰۸۷۷۷۱	۱/۰۸۵۴۱۴	۱/۰۸۷۴	۱/۰۸۷۷۸	۱۱/۸۴۶	۱۱/۶۲۱۳	۲۱
۱/۰۹۲۲۸۸	۱/۰۸۹۹۰۰	۱/۰۹۱۹	۱/۰۹۲۳۱	۱۲/۴۰۴	۱۲/۱۶۹۲	۲۲
۱/۰۹۶۸۳۹	۱/۰۹۴۴۲۰	۱/۰۹۶۵	۱/۰۹۶۸۶	۱۲/۹۶۲	۱۲/۷۱۶۶	۲۳
۱/۱۰۱۴۲۳	۱/۰۹۸۹۷۱	۱/۱۰۱۰	۱/۱۰۱۴۵	۱۳/۵۱۹	۱۳/۲۶۳۲	۲۴
۹/۱۰۶۰۳۹	۱/۱۰۳۵۵۷	۱/۱۰۶۵	۱/۱۰۶۰۷	۱۴/۰۷۶	۱۳/۸۰۹۲	۲۵
۱/۱۱۰۶۸۹	۱/۱۰۸۱۷۵	۱/۱۱۰۳	۱/۱۱۰۷۲	۱۴/۶۳۲	۱۴/۳۵۴۶	۲۶
۱/۱۱۵۳۷۳	۱/۱۱۲۸۲۸	۱/۱۱۴۹	۱/۱۱۵۴۱	۱۵/۱۸۷	۱۴/۸۹۹۲	۲۷
۱/۱۲۰۰۸۹	۱/۱۱۷۵۱۲	۱/۱۱۹۶	۱/۱۲۰۱۳	۱۵/۷۴۱	۱۵/۴۴۳۱	۲۸
۱/۱۲۴۸۴۰	۱/۱۲۲۲۳۱	۱/۱۲۴۴	۱/۱۲۴۸۸	۱۶/۲۹۵	۱۵/۹۸۶۳	۲۹
۱/۱۲۹۶۲۵	۱/۱۲۶۹۸۴	۱/۱۲۹۱	۱/۱۲۹۶۷	۱۶/۸۴۸	۱۶/۵۲۸۷	۳۰
۱/۱۳۴۴۴۵	۱/۱۳۱۷۷۳	۱/۱۳۳۹	۱/۱۳۴۴۹	۱۷/۴۰۰	۱۷/۰۷۰۴	۳۱
۱/۱۳۹۳۰۰	۱/۱۳۶۵۹۶	۱/۱۳۸۸	۱/۱۳۹۳۴	۱۷/۹۵۱	۱۷/۶۱۱۲	۳۲
۱/۱۴۴۱۸۹	۱/۱۴۱۴۵۳	۱/۱۴۳۶	۱/۱۴۴۲۳	۱۸/۵۰۱	۱۸/۱۵۱۲	۳۳
۱/۱۴۹۱۱۳	۱/۱۴۶۳۴۵	۱/۱۴۸۶	۱/۱۴۹۱۵	۱۹/۰۵۱	۱۸/۶۹۰۵	۳۴
۱/۱۵۴۰۷۴	۱/۱۵۱۲۷۵	۱/۱۵۳۵	۱/۱۵۴۱۱	۱۹/۶۰۰	۱۹/۲۲۸۸	۳۵
۱/۱۵۹۰۶۹	۱/۱۵۶۲۳۸	۱/۱۵۸۵	۱/۱۵۹۱۱	۲۰/۱۴۸	۱۹/۷۶۶۳	۳۶
۱/۱۶۴۰۹۹	۱/۱۶۱۲۳۶	۱/۱۶۳۵	۱/۱۶۴۱۳	۲۰/۶۹۵	۲۰/۳۰۳۰	۳۷
۱/۱۶۹۱۶۴	۱/۱۶۶۲۶۹	۱/۱۶۸۵	۱/۱۶۹۲۰	۲۱/۲۴۱	۲۰/۸۳۸۷	۳۸
۱/۱۷۴۱۶۷	۱/۱۷۱۳۴۰	۱/۱۷۳۶	۱/۱۷۴۳۰	۲۱/۷۸۶	۲۱/۳۷۳۵	۳۹

ادامه جدول ۷

d_{15}°	d_{4}°	τ_{4}°	$\tau_{17/5}^{\circ}$	X'	X	W_{ts}
۱/۱۷۹۴۰۵	۱/۱۷۶۴۴۷	۱/۱۷۸۷	۱/۱۷۹۴۳	۲۲/۳۳۰	۲۱/۹۰۷۴	۴۰
۱/۱۸۴۵۸۱	۱/۱۸۱۵۹۲	۱/۱۸۳۹	۱/۱۸۴۶۰	۲۲/۸۷۳	۲۲/۴۴۰۳	۴۱
۱/۱۸۹۷۹۲	۱/۱۸۶۷۷۳	۱/۱۸۹۱	۱/۱۸۹۸۱	۲۳/۴۱۴	۲۲/۹۷۲۳	۴۲
۱/۱۹۵۰۴۰	۱/۱۹۱۹۹۳	۱/۱۹۴۳	۱/۱۹۵۰۵	۲۳/۹۵۷	۲۳/۵۰۳۳	۴۳
۱/۲۰۰۳۳۴	۱/۱۹۷۲۴۷	۱/۱۹۹۶	۱/۲۰۰۳۳	۲۴/۴۹۷	۲۴/۰۳۳۳	۴۴
۱/۲۰۵۶۴۴	۱/۲۰۲۵۴۰	۱/۲۰۴۹	۱/۲۰۵۶۵	۲۵/۰۳۶	۲۴/۵۶۲۳	۴۵
۱/۲۱۱۰۰۴	۱/۲۰۷۸۷۰	۱/۲۱۰۲	۱/۲۱۱۰۰	۲۵/۵۴۷	۲۵/۰۹۰۲	۴۶
۱/۲۱۶۴۰۰	۱/۲۱۳۲۳۸	۱/۲۱۶۵	۱/۲۱۶۳۹	۲۶/۱۱۱	۲۵/۶۱۷۰	۴۷
۱/۲۲۱۸۳۲	۱/۲۱۸۶۴۳	۱/۲۲۱۱	۱/۲۲۱۸۲	۲۶/۶۴۷	۲۶/۱۴۲۸	۴۸
۱/۲۲۷۲۰۲	۱/۲۲۴۰۸۶	۱/۲۲۶۵	۱/۲۲۷۲۸	۲۷/۱۸۲	۲۶/۶۶۷۵	۴۹
۱/۲۳۲۸۱۰	۱/۲۲۹۵۶۷	۱/۲۳۲۰	۱/۲۳۲۷۸	۲۷/۷۱۶	۲۷/۱۹۱۱	۵۰
۱/۲۳۸۳۵۵	۱/۲۳۵۰۸۵	۱/۲۳۷۶	۱/۲۳۸۳۲	۲۸/۲۴۸	۲۷/۷۱۳۶	۵۱
۱/۲۴۳۹۳۸	۱/۲۴۰۶۴۱	۱/۲۴۳۱	۱/۲۴۳۹۰	۲۸/۷۸۰	۲۸/۲۳۴۹	۵۲
۱/۲۴۹۵۵۸	۱/۲۴۶۲۳۴	۱/۲۴۸۷	۱/۲۴۹۵۱	۲۹/۳۱۰	۲۸/۷۵۵۱	۵۳
۱/۲۵۵۲۱۷	۱/۲۵۱۸۶۶	۱/۲۵۴۴	۱/۲۵۵۱۷	۲۹/۸۳۹	۲۹/۲۷۴۱	۵۴
۱/۲۶۰۹۱۳	۱/۲۵۷۵۳۵	۱/۲۶۰۱	۱/۲۶۰۸۶	۳۰/۳۶۷	۲۹/۷۹۱۸	۵۵
۱/۲۶۶۶۴۷	۱/۲۶۳۲۴۳	۱/۲۶۵۸	۱/۲۶۶۵۸	۳۰/۸۹۳	۳۰/۳۰۸۴	۵۶
۱/۲۷۲۴۲۰	۱/۲۶۸۹۸۹	۱/۲۷۱۶	۱/۲۷۲۳۵	۳۱/۴۱۸	۳۱/۸۲۳۷	۵۷
۱/۲۷۸۲۳۱	۱/۲۷۴۷۷۴	۱/۲۷۷۴	۱/۲۷۸۱۶	۳۱/۹۴۲	۳۱/۳۳۷۸	۵۸
۱/۲۸۴۰۷۹	۱/۲۸۰۵۹۵	۱/۲۸۳۲	۱/۲۸۴۰۰	۳۲/۴۶۵	۳۱/۸۵۰۶	۵۹
۱/۲۸۹۹۶۶	۱/۲۸۶۴۵۶	۱/۲۸۹۱	۱/۲۸۹۸۹	۳۲/۹۸۶	۳۲/۳۶۲۲	۶۰
۱/۲۹۵۸۹۱	۱/۲۹۲۳۵۴	۱/۲۹۵۰	۱/۲۹۵۸۱	۳۳/۵۰۷	۳۲/۸۷۲۴	۶۱
۱/۳۰۱۸۵۴	۱/۲۹۸۲۹۱	۱/۳۰۱۰	۱/۳۰۱۷۷	۳۴/۰۲۵	۳۳/۳۸۱۳	۶۲
۱/۳۰۷۸۵۶	۱/۳۰۴۲۶۷	۱/۳۰۶۹	۱/۳۰۷۷۷	۳۴/۴۵۳	۳۳/۸۸۸۸	۶۳

ادامه جدول ۷

d_{15}°	d_{4}°	τ_{4}°	$\tau_{17/5}^{\circ}$	X'	X	W_{ts}
۱/۳۱۳۸۹۶	۱/۳۱۰۲۸۲	۱/۳۱۳۰	۱/۳۱۳۸۱	۳۵/۰۵۹	۳۴/۳۹۵۰	۶۴
۱/۳۱۹۹۷۴	۱/۳۱۶۳۳۴	۱/۳۱۹۰	۱/۳۱۹۸۹	۳۵/۵۳۷	۳۴/۸۹۹۹	۶۵
۱/۳۲۶۰۹۱	۱/۳۲۲۴۲۵	۱/۳۲۵۲	۱/۳۲۶۰۱	۳۶/۰۸۶	۳۵/۴۰۳۳	۶۶
۱/۳۳۲۲۴۶	۱/۳۲۸۵۵۴	۱/۳۳۱۳	۱/۳۳۲۱۷	۳۶/۵۹۸	۳۵/۹۰۳۵	۶۷
۱/۳۳۸۴۳۹	۱/۳۳۴۷۲۲	۱/۳۳۷۵	۱/۳۳۸۳۶	۳۷/۱۰۸	۳۶/۴۰۹۵	۶۸
۱/۳۴۴۶۷۰	۱/۳۴۰۹۲۸	۱/۳۴۳۷	۱/۳۴۴۶۰	۳۷/۶۱۷	۳۶/۹۰۵۱	۶۹
۱/۳۵۰۹۴۰	۱/۳۴۷۱۷۴	۱/۳۵۰۰	۱/۳۵۰۸۸	۳۸/۱۲۴	۳۷/۴۰۲۸	۷۰
۱/۳۵۷۲۴۷	۱/۳۵۳۴۵۶	۱/۳۵۶۳	۱/۳۵۷۰	۳۸/۶۳۰	۳۷/۸۹۹۰	۷۱
۱/۳۶۳۵۹۳	۱/۳۵۹۷۷۸	۱/۳۶۲۶	۱/۳۶۳۵۵	۳۹/۱۳۴	۳۸/۳۹۳۷	۷۲
۱/۳۶۹۹۷۸	۱/۳۶۶۱۳۹	۱/۳۶۹۰	۱/۳۶۹۹۵	۳۹/۶۳۷	۳۸/۸۸۶۹	۷۳
۱/۳۷۶۳۹۹	۱/۳۷۲۵۳۶	۱/۳۷۵۴	۱/۳۷۶۳۹	۴۰/۱۳۸	۳۹/۳۷۸۵	۷۴
۱/۳۸۲۸۵۹	۱/۳۷۸۹۷۱	۱/۳۸۱۹	۱/۳۸۲۸۷	۴۰/۶۳۸	۳۹/۸۶۸۶	۷۵
۱/۳۸۹۳۵۸	۱/۳۸۵۴۴۶	۱/۳۸۸۴	۱/۳۸۹۳۹	۴۱/۱۳۶	۴۰/۳۵۷۱	۷۶
۱/۳۹۵۸۹۳	۱/۳۹۱۹۵۶	۱/۳۹۴۹	۱/۳۹۵۹۵	۴۱/۶۳۲	۴۰/۸۴۴۱	۷۷
۱/۴۰۲۴۶۶	۱/۳۹۸۵۰۵	۱/۴۰۱۵	۱/۴۰۲۵۴	۴۲/۲۱۷	۴۱/۳۲۹۴	۷۸
۱/۴۰۹۰۷۶	۱/۴۰۵۰۹۱	۱/۴۰۸۱	۱/۴۰۹۱۸	۴۲/۶۲۰	۴۱/۸۱۳۱	۷۹
۱/۴۱۵۷۲۴	۱/۴۱۱۷۱۵	۱/۴۱۴۷	۱/۴۱۵۸۶	۴۳/۱۱۱	۴۲/۲۹۵۲	۸۰

روش پیکنومتری

در این روش جرم واحد حجم نمونه (محلول) را (وزن مخصوص) به وسیله ترازو تعیین می‌کنند. تنگهای شیشه‌ای مخصوص که برای اینکار ساخته شده‌اند پیکنومتر یا تنگ چگالی نامیده می‌شوند، از این تنگها اشکال مختلفی وجود دارد. چون درجه حرارت در اینجا هم موثر است پیکنومترها مجهز به یک ترمومتر می‌باشند.

در این روش وزن تنگ خالی، وزن تنگ پر شده از نمونه مورد آزمایش و بالاخره وزن

تنگ پر شده از آب را در یک دمای معین تعیین و ارقام مشروحه زیر را بدست می آورند:

الف - بدون توجه به رانش هوا (یعنی قرائت مستقیم ارقام ترازو) مقایسه

اوزان

ب - با توجه به رانش هوا در موقع توزین و تعیین وزن مخصوص نمونه نسبت

به وزن مخصوص آب با همان درجه حرارت (وزن مخصوص نسبی)

ج - وزن مخصوص محلول از طریق تعیین جرم محلول و جرم آب هم حجم

تنگ

مقدار محلولهای قندی خالص و ناخالص از طریق تعیین وزن مخصوص طبق دستورالعمل مندرج در فصل دوم بند ۴-۱ و با کمک جدول شماره ۴ انجام می شود ناگفته نماند که در موقع استفاده از جدول مذکور بایستی توجه داشت که مبنای وزن مخصوص و یا نسبت دو وزن (بدون تصحیح رانش هوا) است و یا عبارت دیگر ارقام بدست آمده مطلق و یا نسبی هستند. بکار بردن ارقام وزن مخصوص غلط سبب خطائی حدود ۰/۵ درصد ماده خشک و یا بیشتر خواهد شد.

در آزمایشگاههای کارخانه قند می توان مقدار ماده خشک محلول را با دقت کافی بکمک پیکنومتر در ۲۰ درجه سانتیگراد تعیین نمود (بفصل دوم کتاب بند ۱ مراجعه شود). روش پیکنومتری دقیقتر از روش آریومتری است در حالیکه دقت روش آریومتری است در حالیکه دقت روش آریومتری حدود $\pm 0/001$ (معادل $\pm 0/2$ سانتیمتر مکعب $\frac{\text{گرم}}{\text{سانتیمتر مکعب}}$) می باشد.

دقت روش پیکنومتری حدود ۱۰٪ بیشتر است (در رابطه با حجم و دقت در اجرای آزمایش خطای این روش تا چند واحدی در مرتبه چهارم تا پنجم بعد از ممیز می رسد). اجرای دقیق این آزمایش نتیجه ای با دقتی بهتر از $\pm 0/1$ ماده خشک می دهد، عیب این روش مدت زمان زیادی است که بکار می رود.

مقایسه روشها

مبنای تعیین ماده خشک عموماً روش تعیین وزن (گراویمتری) است. بطوریکه گفته شد این روش برای موادی که در حرارت تجزیه می شوند قابل استفاده نمی باشد معهداً چنانچه

در این موارد جریان واکنش (تجزیه) تعقیب و در نتیجه آزمایش ملحوظ شود ارقام قابل استفاده‌ای بدست می‌آید، وقت و کاری که برای این روش مورد احتیاج است آنقدر زیاد است که یک چنین روشی برای کنترل کار کارخانه مناسب نمی‌باشد. از نظر سرعت عمل روش فراکتومتری مناسبترین روش می‌باشد.

در مورد شربت‌های صنعتی با ترکیبات معمولی و شربت‌های استخراجی از چغندر قند روش‌های فراکتومتری و دانسیتمتری در مقایسه با روش توزین (گراویمتری) ارقام بالاتری را نشان می‌دهند، این اختلاف با پائین آمدن درجه خلوص و با بالا رفتن غلظت افزایش می‌یابد. اختلاف ارقام روش فراکتومتری در مقایسه با روش دانسیتمتری کمتر می‌باشد.

۵- خاکستر کلیات

خاکستر به مواد معدنی یک جسم که پس از سوزانیدن مواد آلی آن باقی می‌ماند اطلاق می‌شود، در رابطه با خواص جسم مورد آزمایش و هدف آزمایش مقدار خاکستر را به روش‌های زیر تعیین می‌کنند:

الف - روش تعیین وزن یا گراویمتری یعنی تعیین مواد معدنی یک جسم که پس از سوزانیدن در درجه حرارت معین و بدون افزودن مواد کمکی خاکستر ساز باقی می‌ماند.

ب - روش کنداکتومتری یعنی اندازه‌گیری قابلیت هدایت الکتریکی یک محلول که میزان آن به مواد تشکیل دهنده خاکستر بستگی نزدیک دارد.

روش تعیین وزن باید در مواردی اعمال شود که نمونه دارای مواد معدنی نامحلول در آب است، مثل مواد سوختنی و خوراک دام. به مواد باقیمانده پس از سوزانیدن با این روش "خاکستر تعیین شده به روش وزنی" اطلاق می‌شود.

تعیین خاکستر به روش کندوکتومتری معمولاً در مورد شربت‌ها، عصاره‌ها، ملاس و همچنین شکر اعمال می‌شود چون ترکیب الکترولیت در شربت‌ها مختلف است و رقم قابلیت هدایت الکتریکی با رقم خاکستر تعیین شده به روش وزنی تقریباً مطابقت دارد، خاکستر

روش کندوکتومتری را خاکستر هدایت الکتریکی می‌نامند.

تعیین خاکستر به روش گراویمتری یا وزنی

برای اینکه تمام مواد ذغال شده کلاً به کربن دواکسید تبدیل شود و نتایج آزمایش نیز صحیح باشد و بالاخره از ضایعات تبخیر مواد معدنی که مقدار خاکستر به آنها بستگی دارد (مثل کلریدهای قلیائی) جلوگیری گردد درجه حرارت اشتعال بایستی تا حد کافی بالا باشد. در حالتی که از افزودن مواد کمکی اسید سولفوریک که مواد فرار را بصورت غیر فرار در می‌آورد) مثلاً در مواد سوختنی و خوراک دام صرفنظر شود خاکستر کردن نباید از حرارت ۴۵۰ تا ۵۵۰ درجه سانتیگراد تجاوز نماید، در این مورد صحبت از تعیین خاکستر خام می‌شود.

چون در دمای ۴۵۰ و ۵۵۰ درجه سانتیگراد عمل خاکستر شدن با تأنی و ناقص انجام می‌شود عمل خاکستر شدن را ترجیحاً در مجاورت اسید سولفوریک غلیظ انجام می‌دهند، اسید سولفوریک واکنش اکسیداسیون را سرعت بخشیده و نمکهایش در درجه حرارتهای بالا بصورت فرار در می‌آیند.

در روش کار تعیین خاکستر تولیدات قندی بطریقه وزنی از سولفات‌ها کردن مجدد (سولفات‌ها کردن دوبل) در دمای بین ۵۵۰ تا ۶۵۰ درجه سانتیگراد استفاده می‌شود، چون پس از اسیدی کردن نمونه بیشتر خاکستر بصورت سولفات می‌باشد لذا خاکستر تعیین شده با این روش را خاکستر سولفات‌ها می‌نامند.

معادل این روش طریقه دیگری مرسوم است که با افزودن کربنات آمونیوم قسمت اعظم نمکهای معدنی را بصورت کربنات در می‌آورند (خاکستر کربنات‌ها). در این روش هم مانند روش سولفات‌ها کردن شرایط بهتری نسبت به روش خاکستر خام وجود دارد. چنانچه از خاکسترهای حاصل بایستی آزمایشهای دیگری بعمل آید و سولفات‌ها کردن در نتیجه این آزمایشها موثر باشد (مثل تعیین قلیائی خاکستر، تعیین آنیون‌های اسیدهای معدنی و کاتیون‌های قلیائی خاکی) روش کربنات‌ها درمقایسه با روشهای دیگر ارجحیت دارد.

چون نمکهای اسیدهای معدنی بدون هیچگونه تغییری در خاکستر کربنات‌ها باقی می‌مانند و نمکهای اسیدهای آلی پس از خاکستر شدن بصورت کربنات در می‌آیند. لذا قلیائی

خاکستر میزانی است برای مقدار اسیدهای آلی موجود در نمونه.

در اینجا روش کار بدینصورت است که پس از آماده کردن نمونه (تبخیر، ذغال کردن، خاکستر کردن) مواد باقی مانده مورد آزمایش را تا رسیدن به وزن ثابت چندین دفعه با افزودن محلول کربنات آمونیم در دمای ۴۵۰ درجه سانتیگراد حرارت می دهند، بخاطر جرم ملکولی سنگینی که یونهای سولفات دارند مقدار خاکستر کربوناته تقریباً ۱۰٪ کمتر از خاکستر سولفات می باشد از طرف دیگر چون ترکیب کاتیونها و آنیونها در هر نمونه همواره متفاوت است امکان تعیین ضرائب تبدیلی دقیق امکان پذیر نیست.

وزن نمونه طبق روش بالا تقریباً ۵ گرم تثبیت شده است و در صورتیکه بخواهند دقت نتیجه آزمایش ۰/۰۱ ± وزن نمونه باشد، وزن نمونه را بایستی با دقتی برابر ۰/۵ ± میلیگرم تعیین نمایند. تعیین خاکستر با روش وزنی در صورتی صحیح است که مقدار خاکستر بیش از ۱٪ باشد.

تعیین خاکستر به روش کندکومتوری

برای هدایت الکتریکی بنا به تعریف رابطه زیر برقرار است:

$$G = \frac{1}{R} \quad (13)$$

در این رابطه G معرف هدایت الکتریکی بر حسب زیمنس و R معرف مقاومت الکتریکی بر حسب اهم و R مبین مقاومت الکتریکی "سل اندازه گیری" است.

چون مقاومت بر حسب اهم اندازه گیری می شود واحد سنجش هدایت الکتریکی عکس اهم یعنی $\frac{1}{\Omega}$ و یا زیمنس می باشد، برای قابلیت هدایت الکتریکی بنا به تعریف رابطه زیر را می توان نوشت:

$$K = k \cdot G \quad (14)$$

در این رابطه K^k معرف قابلیت هدایت الکتریکی به زیمنس در سانتیمتر (S/Cm) و k معرف ضریب سل بر حسب cm^{-1} و بالاخره G معرف هدایت الکتریکی بر حسب زیمنس می باشد.

فاکتور نسبی k معرف ضریب ثابت سل است که ظاهراً بوسیله خواص هندسی سل اندازه گیری تثبیت شده است.

$$k = \frac{1}{A} \quad (15)$$

در این رابطه A معرف فاصله الکترودها بر حسب سانتیمتر و A معرف سطح الکترودها بر حسب سانتیمتر مربع می باشد.

ضریب ثابت هر سل را از طریق تعیین هدایت الکتریکی یک محلول با قابلیت هدایت الکتریکی معلوم تعیین می کنند (بند ۲-۳-۵).

طبق توافق بین المللی تولیداتی که درجه خلوص آنها از ۹۰٪ بیشتر باشد قابلیت هدایت الکتریکی خاکستر آنها ۰/۰۰۱۸ برابر قابلیت هدایت الکتریکی محلولی است که در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب آن ۵ گرم نمونه مورد آزمایش وجود داشته باشد (روش استاندارد)

$$W_A = f_5 \cdot k_5 = 0/0018 \cdot k_5 \quad (16)$$

در این رابطه W_A معرف درصد خاکستر به روش کندکومتتری و k_5 فاکتور تبدیل بر حسب درصد $\frac{Cm}{\mu S}$ برای توزین ۵ گرم نمونه در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب و بالاخره k_5 معرف قابلیت هدایت الکتریکی برای توزین ۵ گرم نمونه در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب به $\frac{\mu S}{Cm}$ (میکروزیمنس) می باشد.

در مورد شکر سفید چون درصد خاکستر آن کم است از محلولی با بریکس ۲۸٪ استفاده می کنند، در اینصورت خاکستر کندوکومتتری بقرار زیر می باشد:

$$W_A = f_{28} \cdot k_{28} = 0/0006 \cdot k_{28} \quad (17)$$

اندیس ۵ و ۲۸ در رابطه های فوق مبین مقدار درصد نمونه می باشد.

از فاکتور تبدیلی ۰/۰۰۰۶ (فاکتور = C) هنوز هم در همه جا بطور یکنواخت استفاده نمی کنند، برای مثال در دستورالعملهای بازار مشترک اروپا مربوط به تعیین کیفیت شکر سفید (دستور شماره ۱۲۶۵/۶۹ EWG) برای تعیین خاکستر شکر از فاکتور ۰/۰۰۰۵۶۷ استفاده می شود.

برای تعیین درصد خاکستر تولیداتی که درجه خلوص آنها کمتر از ۹۰٪ است (مثل عصاره چغندر، شربت خام، پس آبها و ملاس) روش استاندارد هنوز هم از دقت لازم برخوردار بوده و برای این نوع نمونه ها مورد استفاده قرار می گیرد.

درصد ماده خشک نمونه های آبدار را بایستی با افزودن مقدار معینی ساکاروز بدون خاکستر تا میزان ۵ گرم در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب تغییر داد و این بدان علت است که مقدار

ماده خشک روی قابلیت هدایت الکتریکی تاثیر گذارده و با افزایش مقدرا ساکاروز قابلیت هدایت الکتریکی کاهش می‌یابد.

از آنجائیکه فقط قابلیت هدایت الکتریکی محلولهای الکترولیت خیلی رقیق به غلظت محلول بستگی دارد، ایکومزا برای قابلیت هدایت الکتریکی در غلظت ۵/ گرم در ۱۰۰/ سانتیمتر مکعب محدودیتی برابر ۵۰۰/ میکروزیمنس در سانتیمتر معادل ۰/۹ درصد خاکستر تعیین کرده است بنابراین در نمونه‌هایی که درصد خاکستر آنها بالا است باید متناسب با مقدار خاکستر وزن نمونه را کاهش داد. در این حالت باید کسری وزن نمونه را تا غلظت ۵/ گرم در ۱۰۰/ سانتیمتر مکعب با افزودن ساکاروز بی خاکستر جبران نمود، بدیهی است که نتیجه آزمایش را باید در فاکتوری که بهمان نسبت از وزن نمونه کاسته شده است ضرب کرد.

تاثیر ماده خشک روی قابلیت هدایت الکتریکی بخاطر ویسکوزیته محلول است که با افزایش غلظت نیز اضافه می‌شود. در حالتی که دو محلول دارای غلظت الکترولیتی برابر باشند قابلیت الکتریکی محلولی با غلظت ۵/ گرم ساکاروز در ۱۰۰/ سانتیمتر مکعب ده درصد کمتر از محلولی است که عاری از ساکاروز باشد.

اگر ماده خشک نمونه کمتر از ۰/۹۵٪ و خطای حاصل از تغییرات ویسکوزیته کمتر از ۰/۵ درصد باشد در غلظت ۵/ گرم در ۱۰۰/ سانتیمتر مکعب افزودن ساکاروز بدون خاکستر الزامی است.

قابلیت هدایت الکتریکی محلول شکر با غلظت الکترولیت ثابت تا حد پانصد میکروزیمنس در سانتیمتر تقریباً نسبت به ماده خشک تابع خطی است بنابراین بجای افزودن ساکاروز می‌توان از یک فرمول ساده برای تصحیح نتیجه آزمایش استفاده کرد، فاکتور تصحیح بقرار زیر است:

$$f_{Ts} = 0.90 + \frac{C_{Ts}}{50} \quad (18)$$

در این رابطه C_{Ts} معرف مقدار ماده خشک در محلول مورد آزمایش بر حسب گرم در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب می‌باشد.

هدایت الکتریکی محلول مورد آزمایش را می‌توان پس از تعیین ضریب ثابت سل از رقم هدایت الکتریکی با کمک رابطه ۱۴ تعیین و آن را با کمک معادله‌های ۱۶ یا ۱۸ با

خاکستر کندوکتومتری مقایسه نمود، فاکتورهای معادله‌های ۱۶ و ۱۷ برای دمای ۲۰ درجه سانتیگراد تعیین شده‌اند و در حالتی که دمای سنجش غیر این باشد بایستی ارقام قابلیت هدایت الکتریکی را تصحیح نمود.

ترتیب سنجش

سلهای سنجش قابلیت هدایت الکتریکی

در رابطه با موارد استفاده سل‌های اندازه‌گیری را با ضرایب مختلف (ضریب ثابت سل) عرضه می‌کنند، این سل‌ها به صورت مختلف سل‌های شناور، سل‌های جریان مداوم، سل‌های پر شونده و سل‌های پی‌پی وجود دارند.

سل اندازه‌گیری آزمایشگاهی عبارت است از یک ظرف شیشه‌ای و یا پلاستیکی با دهانه مخصوص ترمومتر و دو عدد ورقهای کوچک پلاتینی سیاه که با سیم پلاتین به پایه الکترود متصل شده‌اند. ارتباط سل اندازه‌گیری با دستگاه سنجش بوسیله کابلی که دارای قابلیت هدایت الکتریکی بسیار کمی می‌باشد و طول آن حتی‌المقدور کوتاه است برقرار می‌شود.

برای آزمایشهای جاری محلول شکر سلهای جریان مداوم پوشش دار که دمای آنها تا ± 0.2 درجه سانتیگراد قابل تنظیم است مناسب می‌باشد، در حالتی که از سل بدون پوشش استفاده شود نتیجه سنجش را باید یا با ترمومتر مقاومت دار خودکار و یا با کمک فاکتورهای تصحیح نمود.

ضریب ثابت سل باید بین 0.2 و $3 \text{ (Cm}^{-1}\text{)}$ باشد، در موقع انتخاب سل بطور کلی

باید موارد زیر را در نظر گرفت:

- ارقام هدایت الکتریکی کوچک در اثر علائم* سنجش ضعیف احتیاج به ضریب ثابت کوچک (فاصله کم و سطح بزرگ) دارند، ضمناً بخاطر جلوگیری از جذب سطحی باید الکترودها با قشر نازکی از پلاتین سیاه پوشیده باشند.

مقصود از علائم خیر (MESS SIGNAL) فرمانی است که از محیط به دستگاه داده می‌شود مانند تکاٹف یونهای هیدروژن که خود به PH متر فرمان می‌دهد که عقربه در چه محلی بایستد.

- ارقام هدایت الکتریکی بزرگ بمنظور مطابقت با علائم سنجش احتیاج به ضریب ثابت بزرگ دارند، ضمناً برای اینکه پتانسیل پلاریزه شده در سطح الکترودها در حداقل نگهداشته شود بایستی سطح الکترودها با قشر ضخیمی از پلاتین سیاه پوشیده شوند.

- درحالی که ارقام هدایت الکتریکی کوچک باشند باید مقاومت کور دستگاه سنجش را بوسیله کاهش دادن فرکانس افزایش داد، برعکس در حالی که ارقام هدایت الکتریکی بزرگ هستند مقاومت کور دستگاه سنجش باید کوچک باشد (فرکانس بالا).

مخصوص صنایع قند دستگاهائی ساخته شده است که بوسیله آنها طبق روش استاندارد (۵/ گرم در / ۱۰۰ سانتیمتر مکعب) و با ضرایب ثابت سل برابر $0/318 \text{ (Cm}^{-1}\text{)}$ می توان مستقیماً درصد خاکستر را در بیست درجه سانتیگراد تعیین نمود.

تمیز کردن الکترودها طبق بند ۱ فصل دوم کتاب بایستی انجام شود، اگر پوشش الکترودها کهنه شده باشند می توان آنها را بشرح زیر مجدداً قابل استفاده نمود:

الف - پوشش پلاتین

نخست طبق دستورالعمل مذکور الکترودها را با تیزاب سلطانی (مخلوطی از اسید کلرید غلیظ و اسید نیتریک به نسبت حجمی سه به یک) تمیز می کنند (باید توجه داشت که مدت تاثیر اسید بایستی کوتاه باشد)، پس از شستشوی با آب ظرف سنجش را از محلول ۵/۰ گرم Hexa chloro platin saurehexahydrat و ۰/۲ گرم استات سرب در / ۱۰۰ سانتیمتر مکعب آب پر می کنند. سپس دو سر الکترودها را به قطب یک باطری (۴ تا ۶ ولت) وصل کرده و شدت جریان را با یک مقاومت متغیر طوری تنظیم می کنند که گاز کمی بطور یکنواخت متصاعد شود. مدت لازم برای آب کاری سطوح صیقلی الکترودهائی که قبلاً آب داده شده اند ۱ تا ۲ دقیقه می باشد، پس از آب دادن الکتروداولی الکتروودومی را با تعویض دو قطب نیز بهمان ترتیب فوق آب پلاتین می دهند.

ب - ظرف سنجش

ظرف سنجش را پس از شستشو با اسید سولفوریک ده درصد پر کرده و با متصاعد شدن گاز شدید تجزیه الکتریکی شروع می شود و از این طریق کلر جذب شده به وسیله

الکترودها احیاء می‌گردد، پس از این عمل مجدداً قطب را عوض کرده و این عمل را با الکتروُد دیگر بهمان ترتیب انجام می‌دهند و در خاتمه ظرف اندازه‌گیری را با آب کاملاً شستشو می‌دهند.

دستگاههای سنجش قابلیت هدایت الکتریکی

ساده‌ترین دستگاه اندازه‌گیری بر مبنای سنجش مقاومت با پل ویت استون قرار دارد، این دستگاه از یک منبع جریان برق متناوب، یک پل سنجش، یک سل اندازه‌گیری هدایت الکتریکی و دستگاه آشکار کننده علائم صوتی و نوری تشکیل شده است. تاثیرات مزاحم دستگاه را بوسیله یک خازن الکتریکی با ظرفیت قابل تغییر که به یک مقاومت سنج دستی بطور موازی بسته شده است خنثی می‌کنند.

در موقع اندازه‌گیری مقاومت سنج متغیر را که با یک صفحه مدرج استاندارد شده در ارتباط است آنقدر تغییر میدهند تا اینکه جریان برق در پل صفر شود، در این وضع رقم صفحه مدرج در رابطه با نوع درجه‌بندی مبین مقاومت، رقم هدایت و یا قابلیت هدایت محلول اندازه‌گیری است.

در صنعت قند بر اساس اصل فوق دستگاههایی بنام خاکستر سنج سریع و رافینومتر ساخته‌اند که تقسیمات صفحه مدرج آنها با ضریب ثابت سل ظرف اندازه‌گیری طوری تطبیق شده است که مستقیماً از روی درجات می‌توان درصد خاکستر نمونه را قرائت نمود (بند ۱-۳-۵).

دستگاههای الکترونیکی سنجش قابلیت هدایت الکتریکی خودکار این مزیت را دارند که در موقع اندازه‌گیری احتیاج به تطابق نقطه صفر پل سنجش ندارد. مناسبترین دستگاهها برای آزمایشهای جاری آنهایی هستند که ولتاژ سنجش برای تنظیم ضریب ثابت سل از طریق تعدیل‌کننده حرارت در پوتانسیومتر "POTENTIOMETER" و یا بوسیله ترمومتر مقاومت‌دار بطور خودکار و یا دستی انجام شود، از این طریق می‌توان قابلیت هدایت الکتریکی را برای بیست درجه سانتیگراد بدون در نظر گرفتن درجه حرارت و ضریب ثابت سل مستقیماً روی دستگاه قرائت نمود. چون طبق رابطه‌های ۱۶ و ۱۷ قابلیت هدایت الکتریکی یک میکروزیمنس در

سانتیمتر $\frac{\mu S}{Cm}$ برابر با ۰/۰۰۱۸ و یا ۰/۰۰۰۶ درصد خاکستر است در موقع تنظیم این دستگاهها می توان در پوتانسیومتر برای ضریب ثابت سل ۱/۸ و یا ۰/۶ برابر "رقم باید" محلول کلرور پتاسیم را انتخاب و در نتیجه سنجشهای بعدی یک هزارم رقم تعیین شده (بر حسب میکروزیمنس در سانتیمتر) را برابر مقدار خاکستر قرار داد.

تعیین ضریب ثابت سل

ضریب ثابت سل را در موقع راه اندازی دستگاه تعیین و سپس هر از گاهی کنترل می کنند، این ضریب را پس از پر کردن ظرف سنجش با محلول استاندارد کلرور پتاسیم که غلظت آن متناسب با اندازه گیری های بعدی انتخاب شده است در بیست درجه سانتیگراد تعیین می کنند.

در دستگاههایی که دارای پوتانسیومتر تنظیم ضریب ثابت سل می باشند بایست قبلاً پوتانسیومتر را روی رقم یک تنظیم نمود.

$$K = \frac{k_{KCL}}{G_L} \quad (19)$$

در این رابطه K معرف ثابت سل بر حسب Cm^{-1} و k_{KCL} قابلیت هدایت محلول استاندارد کلرور پتاسیم (فصل دوم کتاب) بر حسب میکروزیمنس در سانتیمتر $\frac{\mu S}{Cm}$ و بالاخره G_L رقم هدایت تعیین شده محلول استاندارد کلرور پتاسیم بر حسب میکروزیمنس μS می باشند.

در اندازه گیری های زیر دامنه سنجش نخست قابلیت هدایت آب (آب مورد استفاده) بدون یون را (در عمل با قابلیت هدایت ۱ تا ۲ میکروزیمنس) طبق رابطه ۲۰ بطور تقریبی و با استفاده از رقم ضریب ثابت سل که توسط سازنده دستگاه داده شده و یا با استفاده از معادله ۱۵ تعیین شده است محاسبه کرده پس از آن سل را با محلول استاندارد کلرور پتاسیم تا رسیدن به رقم ثابت شستشو داده و رقم هدایت محلول را در ۲۰ درجه سانتیگراد تعیین می کنند.

با قرار دادن ارقام مربوط به قابلیت هدایت کلرور پتاسیم و رقم خام آب مصرفی و رقم هدایت محلول استاندارد در رابطه ۲۱ می توان رقم ضریب ثابت سل را تعیین نمود، با این رقم طبق رابطه ۲۲ می توان قابلیت هدایت آب را دقیقاً محاسبه کرد.

$$k'_w = K'' \cdot G_w \quad (20)$$

$$K' = \frac{k_{KCL} + k'_w}{G_L} \quad (21)$$

$$k_w = K' \cdot G_w \quad (22)$$

در این رابطه k'_w معرف رقم خام قابلیت هدایت آب بر حسب میکروزیمنس در سانتیمتر و K'' معرف رقم ظاهری ضریب ثابت بر حسب Cm^{-1} (طبق گزارش سازنده و یا معادله ۱۵) و G_w معرف رقم هدایت تعیین شده آب بر حسب میکروزیمنس و K' معرف رقم خام ضریب ثابت سل بر حسب Cm^{-1} و k_{KCL} و G_L در رابطه ۱۹ معرفی شده‌اند و بالاخره k_w معرف قابلیت هدایت آب بر حسب میکروزیمنس در سانتیمتر می‌باشد.

با استفاده از قابلیت هدایت آب k_w بطریق فوق رقم دقیق ضریب ثابت سل را محاسبه می‌کنند:

$$K_{Korr} = \frac{K_{KCL} + K_w}{G_L} \quad (23)$$

در این رابطه K_{Korr} معرف ضریب ثابت سل تصحیح شده می‌باشد. در اندازه‌گیری خیلی دقیق در حالتی که قابلیت هدایت آب مصرفی بطور دقیق معلوم نباشد می‌توان روش کار مذکور را برای تعیین ضریب ثابت سل یک دفعه دیگر تکرار کرد. در مواقعی که تعیین ضریب ثابت سل در ۲۰ درجه سانتیگراد انجام نشود می‌توان با استفاده از رابطه ۲۴ "رقم باید" قابلیت هدایت محلول کلرور پتاسیم را در دمای T و رقم مربوط به ۲۰ درجه سانتیگراد محاسبه نمود، رابطه ۲۴ در دمای بین ۱۵ تا ۲۵ درجه سانتیگراد صادق است:

$$K_t \approx K_{20} \cdot [1 + 0/0217 \cdot (t-20)] \quad (24)$$

در دستگاههایی که پوتانسیومتر تنظیم مخصوص ضریب ثابت سل دارند بتوان پس از پر کردن سل با محلول استاندارد پوتانسیومتر را طوری تنظیم کرد که دستگاه قابلیت هدایت کلرور پتاسیم و آب را مجموعاً نشان دهد، در حالتی که فرکانس سنجش تغییر کند بایستی ضریب ثابت سل را مجدداً تعیین نمود.

ضریب ثابت سل دستگاههای رافینومتر و تعیین کننده سریع خاکستر را بدین طریق

تصحیح می‌کنند که پس از پر کردن سل با محلول استاندارد کلرور پتاسیم ورقهای الکتروود را آنقدر تغییر می‌دهند تا دستگاه "رقم باید خاکستر" را نشان دهد. چون دست زدن به الکتروودها ممکن است باعث صدمه دیدن آنها بشود توصیه می‌شود که نوسانات دستگاه را با استفاده از فاکتورهای تصحیح خنثی نمایند (فصل دوم کتاب بند ۳-۲-۱-۵).

تصحیح کننده‌ها

از نتیجه هر سنجش باید رقم تصحیحی را که مربوط به قابلیت هدایت آب مصرفی می‌باشد کم کرد، چون قابلیت هدایت آب مصرفی تحت تاثیر ماده خشک نمونه قرار دارد بایستی رقم مربوط به قابلیت هدایت آب را نیز بوسیله فاکتوری تصحیح نمود.

ارقام مربوط به تصحیح آب در سطح بین‌المللی بشرح زیر تعیین شده است:

$$-0.09 \text{ Kw} \quad \frac{5 \text{ گرم}}{(100 \text{ سانتیمتر مکعب})}$$

$$-0.35 \text{ Kw} \quad (0.28)$$

در اینجا Kw معرف قابلیت هدایت آب مصرفی بر حسب میکروزیمنس در سانتیمتر می‌باشد.

برای روش ۰.۲۸٪ در همه جا بطور یکنواخت از فاکتور ۰/۳۵ استفاده نمی‌شود، در دستورالعملهای بازار مشترک اروپا برای تعیین کیفیت شکر سفید (دستور شماره ۱۲۶۵/۶۹) مثلاً فاکتور تصحیح آب ۰/۵ تعیین شده است.

در روش استاندارد (۵/گرم در ۱۰۰/ سانتیمتر مکعب) که غالباً برای تولیدات خاکستر بالا از آن استفاده می‌کنند می‌توان از فاکتور تصحیح آب ۰/۹ قاعداً صرف‌نظر نمود. خطای سنجش در حالتی که خاکستر بین ۰/۱ تا ۰/۹ درصد و رقم قابلیت هدایت آب مثلاً ۲ میکروزیمنس باشد، حداکثر ۰/۴٪- نتیجه سنجش است.

رابطه‌های تعیین شده برای تصحیح تاثیر درجه حرارت روی قابلیت هدایت محلولهای قندی برای دمای بین ۱۵ و ۲۵ درجه سانتیگراد معتبر است.

$$(25) \quad 5 \text{ گرم در } 100 \text{ سانتیمتر مکعب}:$$

$$K_t = K_{20} \cdot [1 + 0/023 \cdot (t-20/0)]$$

(۲۶) (۲۸ گرم در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب).

$$K_t = K_{20} \cdot [1 + 0/026 \cdot (t-20/0)]$$

در این رابطه‌ها K_t معرف قابلیت هدایت در t درجه و K_{20} معرف قابلیت هدایت در ۲۰ درجه سانتیگراد است. در حالتی که دستگاه فاقد پوتانسیومتر تنظیم برای ضریب ثابت سل باشد فاکتور تصحیح دیگر مورد لزوم نخواهد بود (ببالا مراجعه شود) و اگر داشته باشد تصحیح لازم است.

خطای سنجش

در دستگاه‌های حساس و دقیق که بر اساس پل ویت استون کار می‌کنند در حالت تنظیم مطلوب حداکثر دقتی که عاید شود حدود $\pm 0/02$ درصد می‌باشد، حداکثر خطای دستگاه‌های سنجش قابلیت هدایت که بطور خودکار نتیجه آزمایش را نشان می‌دهند برابر $\pm 0/2$ نسبت به بالاترین رقم صفحه مدرج است. در حالتی که مقدار خاکستر کم باشد تعیین خاکستر با دستگاه‌های سنجش قابلیت هدایت نسبت به روش وزنی از دقت بالاتری برخوردار است، در آزمایش شکر سفید با فرض اینکه خطای نسبی ± 5 درصد باشد خطای خاکستر کمتر از $\pm 0/0005$ درصد خاکستر نسبت به وزن نمونه خواهد بود.

۶- پ هاش PH کلیات

تعیین پ هاش PH اصولاً به دو روش انجام می‌شود:

الف - اندازه‌گیری ولتاژ که با رقم پ هاش PH در ارتباط است.

ب - اندازه‌گیری و یا تخمین شدت و ضعف رنگ معرفهای شیمیائی.

اندازه‌گیری پ هاش فقط با روشهای الکترومتری که با کمک آنها رقم پ هاش بطور نسبی سریع و دقیق تعیین می‌شود انجام می‌گیرد، نه تنها این روش برای آزمایشگاهها بلکه برای اندازه‌گیریهای پ هاش در تاسیسات صنعتی خودکار هم مناسب می‌باشد. استفاده از روش معرفهای شیمیائی با وجودیکه نسبتاً دقیق هستند و از روش کار ساده‌ای برخوردارند فقط برای اندازه‌گیریهای تقریبی خوب است، بنابراین از این روش برای کنترل کار کارخانه بطور تقریبی می‌توان استفاده کرد. جذب معرفها بوسیله مواد سفیده‌ای و کلوتیدی و همچنین کدر بودن محلول دقت این روش را کم می‌کند.

تعیین پ هاش به روش الکترومتری

پ هاش در اصل بیان‌کننده پتانسیل یون هیدروژن است که با رابطه لگاریتمی زیر پیشنهاد شده است:

$$PH = -1g C_{H^+} \quad (27)$$

در این رابطه C_{H^+} معرف غلظت یون هیدروژن است

(برحسب $\frac{\text{مول}}{1000 \text{ سانتیمتر مکعب}}$).

بنابراین پ هاش مقادیر بدون واحدی برای غلظت یون هیدروژن و یا درجه اسیدیته

یک محلول هستند.

چون عملاً پ هاش تعیین شده کاملاً با غلظت یون هیدروژن مطابقت ندارد (مطابق

رابطه ۲۷) بلکه با غلظت یون هیدروژن فعال در ارتباط است بیان قدیمی

پ هاش اخیراً بوسیله رابطه زیر که دقیقتر است جایگزین شده است:

$$p_aH = -1g (f_{H^+} + C_{H^+}) = -1g a_{H^+} \quad (28)$$

در این رابطه f_{H^+} معرف ضریب فعالیت یون هیدروژن و a_{H^+} معرف فعالیت یونهای

هیدروژن بر حسب $\frac{\text{مول}}{1000 \text{ سانتیمتر مکعب}}$ است.

بوسیله علامت p_aH مشخص می‌شود که رقم پ هاش معرف فعالیت یون هیدروژن در محلول است، فعالیت مطلق تک تک یونها و در نتیجه تعیین رقم دقیق p_aH بسیار مشکل می‌باشد.

در عمل اندازه‌گیری پ هاش بر مبنای مقایسه میزان ولتاژ در دو محلول استاندارد و نمونه که به پ هاش بستگی دارد استوار است، برای این منظور از سیستم زنجیر یا شبکه که معمولاً بصورت زیر وجود دارد استفاده می‌کنند:

الکتروده‌سنجش‌ای	محلول استاندارد و یا	محلول اشباع کلرورپتاسیم	الکتروکالومل
(الکتروده‌سنجش)	محلول مورد آزمایش	(پل الکترولیت)	الکتروده‌فرانس

بین الکتروده‌فرانس و محلول سنجش پل الکترولیتی با غلظت املاح ثابت بوجود می‌آید، لذا جریان الکتریکی در الکتروده‌فرانس بستگی به ترکیب محلول سنجش نداشته و تمام ولتاژ در زنجیر سنجش مربوط به تغییر پتانسیل در ممبران الکتروده‌شیشه‌ای است، بنابراین این چون تغییرات پتانسیل با پ هاش محلول سنجش رابطه نزدیک دارد می‌توان با استفاده از این ترتیب پ هاش را نسبت به یک محلول استاندارد براحتی تعیین نمود. از طرف دیگر چون در مرز فاز محلول کلرور پتاسیم و محلول سنجش یک پتانسیل نفوذی متغیر که بستگی به نوع و غلظت یونهای محلول سنجش دارد ایجاد می‌شود در زنجیرهای شبکه سنجش (با پل ارتباطی) خطای ناچیزی غیر قابل اجتناب می‌باشد.

$$PH = PH_{st} - \frac{U - U_{st}}{U_N} \quad (29)$$

در این رابطه pH معرف پ هاش محلول مورد آزمایش و PH_{st} معرف پ هاش محلول بوفر استاندارد و U معرف پتانسیل زنجیر سنجش در محلول مورد آزمایش (میلی ولت) و U_{st} معرف پتانسیل زنجیره سنجش در محلول بوفر استاندارد (میلی ولت) و بالاخره U_N معرف پتانسیل نرنست و یا بعبارت دیگر ضریب تئوری الکتروده (STEILHEIT) در ۲۰ درجه سانتیگراد برابر 0.0582 (ولت) است.

برای تعیین پ هاش بطریقه الکترومتری طبق رابطه ۳۹ به تعدادی محلول بوفر استاندارد مناسب احتیاج است، در مورد این محلولها بایستی ضوابطی که درجات پ هاش بر آن اساس پایه‌گذاری شده و توسط اداره ملی استاندارد آمریکا

(N B S) تعیین شده است صدق نماید.

ترتیب سنجش الکترودها

استفاده از الکترودهای شیشه‌ای بخاطر کاربرد همه جانبه شان هم در آزمایشگاهها و هم در کارخانجات رواج فراوان یافته است.

طبق استاندارد آلمان بشماره ۱۹۲۶۳ الکترودهای شیشه‌ای استاندارد شده دارای ممبران کروی شکل هستند که در مقابل پ هاش حساس بوده و از شیشه مخصوص ساخته شده‌اند، دسته الکترودها که در داخل گیره نگهدارنده الکترودها قرار دارد بوسیله سیم ایزوله شده و یک دو شاخه برقی استاندارد (طبق استاندارد آلمان ۱۹۲۶۲) به دستگاه پ هاش متر متصل می‌شود. بمنظور ثابت نگهداشتن نقطه صفر زنجیر و یا شبکه الکترودها را از محول بوفری که پ هاش آن به درجه حرارت بستگی چندانی ندارد پر می‌کنند. اختلاف پتانسیلی که در ممبران بوجود می‌آید بوسیله الکترودها انشعابی داخلی به دستگاه پ هاش متر هدایت میشود، ارتباط الکتریک با الکترودها رفرانس (استاندارد آلمان ۱۹۲۶۴) از طریق "پل نمک" برقرار می‌شود. این "پل نمک" الکترولیتی است که معمولاً محلول ۳ تا ۳/۵ مول کلرور پتاسیم می‌باشد. بمنظور جلوگیری از نفوذ محلول کلرور پتاسیم به محلول مورد آزمایش این دو محلول بوسیله یک دیافراگم از یکدیگر جدا شده‌اند.

چنانچه الکترودها رفرانس را در محلول نمک قرار دهند جریان الکتریکی رفرانس ثابتی نشان می‌دهد که به پ هاش محلول مورد آزمایش بستگی ندارد، در رابطه با درجه حرارت انواع مختلفی از الکترودها ساخته شده‌اند:

کالومل	تا ۷۰	درجه سانتیگراد
تالامید	تا ۱۳۵	درجه سانتیگراد
نقره و کلرور نقره	تا ۱۵۰	درجه سانتیگراد

از ترکیب دو الکترودها سنجش و رفرانس در یک الکترودها، الکترودی بنام الکترودها مرکب ساخته‌اند. کار کردن با این الکترودها بسیار ساده است و از این جهت استفاده از آن در عمل رواج فراوان دارد.

الکتروود در رابطه با نوع آنها در دامنه سنجش پ هاش و درجه حرارت نقطه صفر شبکه یا زنجیر و نوع الکتروود رفرانس و انشعابی و بالاخره شکل و جنس شیشه ممبران با یکدیگر تفاوت دارند.

دستگاههای سنجش

برای اندازه گیری میزان دقیق ولتاژ در زنجیر و یا شبکه سنجش بایستی مصرف برق بوسیله دستگاه به حداقل ممکن برسد، این مطلب مخصوصاً در مورد الکتروودهای شیشه‌ای که دارای مقاومت بالائی هستند صدق می‌کند. طبق استاندارد آلمان بشماره ۱۹۲۶۵ مقاومت ورودی دستگاه اندازه گیری بایستی حداقل $10^{-11} \times 15$ اهم باشد.

پ هاش مترها بمنظور تطابق با خواص زنجیر یا شبکه سنجش دارای پتانسیومتر تنظیم (دستگاه تنظیم اختلاف پتانسیل) به شرح زیر می‌باشند:

الف - پتانسیومتر هم پایه برای تعدیل کردن پتانسیل نامتقارن و یا پتانسیل نفوذی (تطبیق نقطه صفر الکتروود با نقطه صفر دستگاه با علامت اختصاری PH_{1s} و یا ΔPH)

ب - پتانسیومتر ضریب الکتروود برای تنظیم ضریب الکتروود (علامت اختصاری du/dPH و یا mv/PH)

ج - پتانسیومتر حرارتی برای تصحیح ضریب الکتروود که بستگی به درجه حرارت دارد (علامت اختصاری θ)

غالباً رقم پ هاش در پ هاش مترهای آزمایشگاهی بوسیله عقربه و صفحه مدرجی که از صفر تا ۱۴ درجه بندی شده است نشان داده می‌شود، البته دستگاههایی هم با ارقام دیجیتال و یا صفر سنج وجود دارد.

تصحیح حرارتی

برای آزمایش دقیق لازم است که سیستم اندازه گیری (پ هاش متر) در درجه حرارت متوسط محلولهای مورد آزمایش تنظیم گردد، نوسانات کوچک حرارتی را می‌توان بوسیله دکمه تعدیل کننده حرارت تعدیل نمود ارقام مربوط به پ هاش محلولهای بوفر استاندارد در

دمای بین ۵ تا ۹۵ درجه سانتیگراد را می توان در جدول شماره ۸ ملاحظه کرد. تنظیم دستگاه پ هاش به روش فوق برای اندازه گیری پ هاش مثلاً شربت های اشباع یک و دو (درجه حرارت ۸۵ و ۹۵ درجه سانتیگراد) در عمل با اشکالاتی مواجه می باشد، در این موارد می توان تنظیم دستگاه را در دمای اطاق انجام داد سپس دکمه تعدیل کننده حرارت را با درجه حرارت محلول تطبیق نمود البته در این روش نمی توان انتظار دقت زیاد را داشت. بدون در نظر گرفتن تصحیح حرارتی زنجیر سنجش بایستی توجه داشت که در درجات حرارت بالا پ هاش تعیین شده محلول های صنعتی با پ هاش اندازه گیری شده در ۲۰ درجه سانتیگراد مطابقت ندارد. تغییر پ هاش شربت های قندی در رابطه با درجه حرارت بستگی به ترکیب شیمیائی مواد مورد آزمایش دارد و بدین جهت بایستی ضرایب حرارتی بشرح زیر را بعنوان رقم استاندارد تلقی نمود:

PH Δ برای ۱۰ درجه سانتیگراد		
تقریباً	-۰/۰۴	شربت خام
	-۰/۲۷ تا -۰/۲۵	شربت آهک خور اول
		شربت های اشباع و
	-۰/۲۱ تا -۰/۱۶	شربت های تصفیه شده

مثال: پ هاش اشباع یک در ۸۵ درجه سانتیگراد برابر ۹/۸ شده است این پ هاش در ۲۰ درجه سانتیگراد تقریباً برابر ۱۱ می باشد.

$$9/8 + \frac{0/19 \times (85 - 20)}{10} = 11$$

خطای سنجش

در اندازه گیری پ هاش کم و بیش خطاهائی پیش می آید که منشاء آنها بشرح زیر می باشد:

الف - بعزل فنی تعیین پ هاش با دقتی کمتر از $\pm 0/001$ مقدر نمی باشد، در شرایط مساعد برای ۲۴ ساعت رقم ثابت صفر دستگاه های پ

هاش متر برابر $0/0015 \pm$ است، چون این خطای نسبتاً کوچک فقط به دستگاههای پ هاش متر حساس مربوط می شود در عمل میتوان در رابطه با نوع دستگاه انتظاری خطای بزرگتر را نیز داشت.

ب - از این گذشته در زنجیر سنجش خطائی وجود دارد که اکثراً مربوطه ولتاژ نفوذی تولید شده در مرز بین پل الکترولیت و محلول بوفر استاندارد می باشد. میزان ولتاژ نفوذی بستگی به ترکیب یونی محلول بوفر دارد، البته این خطا در موقع تنظیم دستگاه در اندازه گیری ملحوظ می شود.

برای محلولهای بوفر (الف تاج) که در بند ۶ مذکور است این خطا کمتر از $0/02 \pm$ و برای محلول بوفر (د) با درجه حرارت استاندارد حداکثر $0/03 -$ می باشد.

ج - چون ترکیب یونی محلول مورد آزمایش قاعداً با ترکیب محلول بوفر که برای تنظیم مصرف شده است فرق میکند ولتاژ نفوذی هم عملاً تغییر کرده و بالنتیجه با توجه به سایر منابع خطا، خطای کلی پ هاش تا $0/1 \pm$ تغییر پیدا می کند.

د - تعیین پ هاش بستگی به دقتی دارد که در امر تهیه محلول بوفر استاندارد اعمال می شود، در این رابطه ارقام زیر توسط اداره استاندارد ملی آمریکا ارائه شده است:

برای درجه حرارت صفر تا ۶۰ درجه سانتیگراد $0/005 \pm$ و
برای درجه حرارت ۷۰ تا ۹۵ درجه سانتیگراد $0/01 \pm$

خطاهای غیر قابل اجتناب بوسیله وجود اشکالاتی در سیستم الکترودها و سیستم سنجش پ هاش بوجود می آید، لذا کار کردن با زنجیر سنجش بایستی با دقت زیاد همراه باشد بنابراین توصیه می شود محلولهای مورد آزمایش با پ هاش های متفاوت از یکدیگر را (مثل پ هاش شربت خام و اشباع یک) بوسیله دو سیستم جدا از هم مورد آزمایش قرار دهند. در حالتی که تنظیم زنجیر سنجش به سختی انجام شود بایستی ممبران شیشه ای را امتحان کرد که آیا ترک یا خراشیدگی دارد یا خیر.

غالباً حرکت عقربه که به تأنی انجام می‌شود بخاطر کهنه شدن الکتروود و یا جذب غیر قابل برگشت اجسام معین در قشر اسید سیلیسیک شیشه ممبران است، در این حالت ضریب الکتروود کاهش می‌یابد (رقم معمولی ۵۷ تا ۵۹ میلی ولت در هر پ هاش و در ۲۵ درجه سانتیگراد) و مقاومت ممبران زیاد می‌شود.

نوسان مداوم عقربه نشانه مسموم شدن هسته الکتروود فرانس می‌باشد، در یک چنین شرایطی تنظیم نقطه صفر دستگاه غیر ممکن است.

قسمت خارجی الکتروود را باید همواره تمیز و عاری از کثافت نگهداشت، از داخل الکتروود رسوبات پتاسیم را نیز باید خارج کرد (به فصل دوم کتاب بند ۱ مراجعه شود).

غالباً خطای سنجش بخاطر بکار بردن محلولهای بوفر غیر استاندارد (نامیزان) بروز می‌کند، از طریق اندازه‌گیری ولتاژ در زنجیر سنجش (میلی ولت) در رابطه با رقم پ هاش و با کمک محلولهای بوفر استاندارد می‌توان محلولهای خراب و غیر استاندارد را تشخیص داد.

چنانچه ارقام بدست آمده از آزمایش مذکور را روی محور مختصات رسم نمایند این محلولها در خارج خط مستقیم ترسیمی قرار خواهند گرفت.

محلولهای بوفر و یا تامپونها

محلولهای بوفر ویژه تعیین پ هاش باید از نظر شیمیائی و میکروبیولوژیکی مقاوم و دارای ضریب حرارتی کوچکی باشند.

مبنای درجات پ هاش طبق توصیه اداره استاندارد ملی آمریکا محلولهایی هستند که در آلمان هم مورد قبول واقع شده‌اند و تعدادی از آنها بوسیله ایکومزا برای کارخانجات قند پیشنهاد شده است که در جدول (۸) جمع آوری گردیده است.

سه محلول استاندارد بوفر تقریباً تمام تولیدات کارخانجات قند را یعنی از پ هاش ۴ تا ۹ می‌پوشانند برای اندازه‌گیری پ هاش بالاتر و همچنین اندازه‌گیری پ هاش متر می‌توان از محلول ردیف (د) استفاده کرد.

در آزمایشهای جاری برای تنظیم دستگاه از محلول بوفر تجارتي که پ هاش آنها معمولاً عدد صحیح است و در درجه حرارت معینی با محلولهای بوفر ااره استاندارد ملی آمریکا و همچنین با محلولهای بوفر طبق استاندارد آلمان بشماره ۱۹۲۶۷ تنظیم شده‌اند استفاده می‌کنند.

تنظیم دستگاه برای محیط قلیائی باید فقط با محلولهای بوفر استاندارد تازه انجام گیرد (جذب گاز اسید دوکربن از هوا).

دستورالعملهایی از استاندارد آلمان بشماره ۱۹۲۶۶

هدایت الکتریکی آب مصرفی باید حداکثر ۲ میکروزیمنس باشد، اکسید دوکربن محلول در آب را بوسیله جوشانیدن باید از آب خارج کرد، پ هاش محلولهای بوفر استاندارد در جدول شماره ۸ مذکور است.

الف - بوفر فتالات PHTHALAT

۱۰/۲۱ گرم بی فنالات پتاسیم خشک را (مدت خشک کردن $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ دو ساعت در ۱۲۰ درجه سانتیگراد) KH-PHTHALAT در قدری آب حل کرده و در ۲۵ درجه سانتیگراد تا حجم ۱۰۰۰/ سانتیمتر مکعب آن را رقیق می‌کنند.

ب - بوفرفسفات

۳/۳۸ گرم بی فسفات پتاسیم خشک KH_2PO_4 و ۳/۵۳ گرم بی فسفات دی سدیم Na_2HPO_4 خشک (مدت خشک کردن دو ساعت در ۱۲۰/ درجه سانتیگراد) را در مقداری آب حل کرده و در ۲۵ درجه سانتیگراد به حجم ۱۰۰۰/ سانتیمتر مکعب می‌رسانند.

د - بوفر بوراکس $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$

۳/۸۱۴ گرم تترا بورات سدیم را در قدری آب حل کرده و در ۲۵ درجه سانتیگراد به حجم ۱۰۰۰/ سانتیمتر مکعب می‌رسانند، این محلول را در مقابل کربن دو اکسید هوا باید محافظت نمود.

ج - بوفر هیدرواکسید کلسیم $\text{Ca}(\text{OH})_2$

۵/ گرم هیدرواکسید کلسیم را در تقریباً ۱۰۰۰/ سانتیمتر مکعب آب ریخته و مخلوط را تا درجه اشباع در ۲۵ درجه سانتیگراد بهم می‌زنند، پس از صاف کردن محلول قابل استفاده می‌باشد. این محلول را در ظروف پلی اتیلن نگهداری می‌کنند و در صورتیکه محلول کدر شود آنر دور می‌ریزند. قاعدتاً طبق استاندارد (DIN) بایستی از بالون‌هائی که در ۲۵ درجه سانتیگراد استاندارد شده‌اند استفاده نمود، ولی چون غلظتهای کم در PH محلولهای بوفر ارائه شده تاثیر چندانی ندارد بدون هیچ اشکالی می‌توان از بالونهای معمولی (استاندارد شده در ۲۰ درجه سانتیگراد) استفاده کرد.

جدول ۸ - پ هاش محلولهای بوفر استاندارد در ارتباط با درجه حرارت
بین ۵ تا ۹۵ درجه سانتیگراد

الف	ب	ج	د	درجه حرارت O _C
۴/۰۵ مول KH-PHTHALAT KH C ₈ H ₄ O ₄	۰/۲۵ مول KH ₂ PO ₄ Na ₂ H PO ₄	۰/۰۱ مول بوراکس Na ₂ H B ₄ O ₇	اشباع Ca(OH) ₂	
۴/۰۰	۶/۹۵	۹/۴۰	۱۳/۲۱	۵
۴۰۰	۶/۹۲	۹/۳۳	۱۳/۰۰	۱۰
۴/۰۰	۶/۹۰	۹/۲۸	۱۲/۸۱	۱۵
۴/۰۰	۶/۸۸	۹/۲۲	۱۲/۶۳	۲۰
۴/۱	۶/۸۶	۹/۱۸	۱۲/۴۵	۲۵
۴/۰۲	۶/۸۵	۹/۱۴	۱۲/۲۹	۳۰
۴/۰۲	۶/۸۴	۹/۱۰	۱۲/۱۳	۳۵
۴/۰۴	۶/۸۴	۹/۰۷	۱۱/۹۸	۴۰
۴/۰۵	۶/۸۳	۹/۰۴	۱۱/۸۴	۴۵
۴/۰۶	۶/۸۳	۹/۰۱	۱۱/۷۱	۵۰
۴/۰۸	۶/۸۳	۸/۹۸	۱۱/۵۷	۵۵
۴/۰۹	۶/۸۴	۸/۹۶	۱۱/۴۵	۶۰
۴/۱۳	۶/۸۴	۸/۹۲	-	۷۰
۴/۱۶	۶/۸۶	۸/۸۸	-	۸۰
۴/۲۰	۶/۸۸	۸/۸۵	-	۹۰
۴/۲۳	۶/۸۹	۸/۸۳	-	۹۵

روش شناسائی با معرفهای شیمیائی یا اندیکاتورها

مواد رنگین معرفها در رابطه با غلظت موثر بودن یون هیدروژن هر محلول تغییر رنگ می دهند که بنا به تعریف این تغییر رنگ با پ هاش نشان داده می شود (بند ۲-۶).

معرفهای مناسب را که دامنه تغییر رنگ آنها از پ هاش ۱ تا ۱۳ می باشد از جداول کتابهای شیمی می توان استخراج نمود.

اندازه گیری پ هاش با این روش یا کمک کلریمتر و یا از طریق رؤیت و مقایسه رنگ با محلولهای استاندارد با پ هاش معین انجام می شود، تعیین پ هاش با این روش با استفاده از نوارهای کاغذی پ هاش سهل تر و عملی تر است و پ هاش را به صورت تخمین تعیین می کند.

دقت معرفهای مخلوط که برای آغشته کردن از آنها استفاده می شود در شرایط مساعد برابر ± 0.1 می باشد. بعنوان استاندارد از تابلوئی که درجات آن مبین پ هاش معینی می باشند استفاده می کنند، تغییر رنگ این معرفها تدریجی بوده و می توان پ هاش هر محلول را با نوارهای کاغذی آغشته و تابلو مربوطه تعیین نمود.

پ هاش محلولهای کدر و آنهایی که از نظر بوفری ضعیف هستند باید با نوارهایی که مواد رنگین معرف بطریق شیمیائی به مواد حامل مربوط می باشند تعیین گردد. این نوارها را می توان مدت زیادی در محلول مورد آزمایش قرار داد و در صورت لزوم موقع قرائت آنها را شست.

برای تعیین پ هاش شربت‌های قنددار نوارهای مخصوص مثل "LYPHAN" ساخته شده اند.

۷- رنگ و تیره‌گی

رنگ

کلیات

تشخیص رنگ یک جسم بستگی به جذب و یا انعکاس مختلف نور در رابطه با طول موج دارد، بنابراین برای مشخص نمودن دقیق یک رنگ اندازه‌گیری جذب و یا انعکاس در تمام طیف قابل رویت ضروری است.

برای آزمایشهای تجزیه بخاطر صرفه جوئی در وقت و کار سنجش تعداد کمی طول موج و غالباً یک طول موج کافی است، معمولاً جذب ماگزیموم را انتخاب می‌کنند.

رنگ زرد مایل به قهوه‌ای تولیدات کارخانه قند بخاطر باند جذبی می‌باشد که ماگزیموم این باند در طیف ماوراء بنفش واقع است و از این طیف بطرف طیف قابلیت رویت یک جناح جذبی کشیده شده است، بنابراین جذب نور از طول موج کوتاه (آبی) تا طول موج بلند (قرمز - یعنی انتهای طیف قابل رویت) بطور یکنواخت کاهش می‌یابد، بدین جهت است که انتخاب طول موج قراردادی می‌باشد.

در سطح بین المللی طبق توصیه ایکومزا طول موج ۴۲۰ نانومتر (آبی) و ۵۶۰ نانومتر (سبز) مورد قبول قرار گرفته است.

اصول

اندازه‌گیری جذب نور منحصراً در محلولهای آبی و با کمک گیرنده‌های فتومتریک که جریان الکتریک تولید شده در آنها و یا مقاومت آنها کاملاً با شدت نور تابیده شده بستگی دارد انجام می‌شود.

انرژی نوری در موقع عبور از کووتی که از محلول رنگین پر شده است به سه طریق

ضعیف می‌شود:

الف - بوسیله انعکاس دیوارهای کووت

ب - بوسیله پخش شدن در اثر ذرات جامد و یا قطرات و خبابهای هوای موجود در مایع

ج - بوسیله جذب در اجسام رنگین محلول

ضایعات انعکاسی را از طریق سنجشهای مقایسه‌ای با کووتی که از حلال (آب) پر شده است تعدیل می‌کنند. بمنظور جلوگیری از پخش نور محلول مورد آزمایش و در بعضی موارد حلال را باید صاف کرد، در آزمایشهای تعیین رنگ بر مبنای سنجش جذب بایستی محلول مورد آزمایش کاملاً زلال و یا بعبارتی دیگر عاری از تیرگی باشد در غیر اینصورت اشکالاتی بروز خواهد کرد که مقایسه صحیح نتایج آزمایشگاههای مختلف را غیر ممکن می‌سازد. اشعه‌ای که از طریق حلال بی‌رنگ به گیرنده نوری می‌رسد با علامت ϕ_1 و ϕ_2 نشان داده می‌شود. نسبت ϕ_1 به ϕ_2 را درجه خلوص انتقال یا τ می‌نامند (صد برابر درجه خلوص عبور را عبور و صد برابر درجه خلوص جذب را جذب می‌نامند).

$$\frac{\phi_2}{\phi_1} = \tau \quad (30)$$

بعبارت دیگر

$$\frac{\phi_1 - \phi_2}{\phi_1} = 1 - \tau = \alpha \quad (31)$$

در رابطه فوق α معرف درجه خلوص جذب می‌باشد، در حالیکه τ مبین مقدار اشعه‌ای است که از محلول عبور می‌کند α مقدار اشعه جذب شده را نشان می‌دهد.

درجه خلوص عبور و جذب پتانسیل (مضرب هندسی) به ضخامت کووت و غلظت محلول مورد آزمایش بستگی دارد، بدین جهت از رابطه زیر (قانون لامبرت و بی‌ریش) برای ارزشیابی نتیجه آزمایشها استفاده می‌کنند:

$$1g \frac{\phi_1}{\phi_2} = 1g \frac{1}{\tau} = E_{\lambda} = \epsilon_{\lambda} \cdot l \cdot c \quad (32)$$

در رابطه فوق E_{λ} معرف کاهش نور و ϵ_{λ} معرف ضریب مولاریته کاهش نور بر حسب سانتیمتر مربع در میلی مول و l معرف ضخامت کووت به سانتیمتر و بالاخره c معرف غلظت بر حسب میلی مول در سانتیمتر مکعب می‌باشد.

کاهش نور که از نتیجه آزمایش عاید می‌شود (صفحات مدرج دستگاهها غالباً علاوه بر درصد عبور نور شدت کاهش نور را نیز نشان میدهد) با ضخامت کووت و غلظت محلول رابطه مستقیم دارد.

اگر در رابطه ۳۲ رقم غلظت ماده رنگین را قرار دهند ضریب ثابت کاهش نور یا ضریب ثابت جسم که معرف ماده رنگین است بدست می‌آید، بر عکس در آزمایشهای مواد

قندی غلظت رنگ معلوم نیست لذا در اینجا بجای غلظت از ماده خشک محلول استفاده می‌کنند:

$$C'_{Ts} = \frac{W_{Ts} \cdot \rho}{100} \quad (33)$$

در رابطه فوق C'_{Ts} معرف مقدار ماده خشک بر حسب گرم در سانتیمتر مکعب و W_{Ts} معرف درصد ماده خشک (BX) و بالاخره ρ معرف وزن مخصوص بر حسب گرم به سانتیمتر مکعب (فصل دوم بند ۱ و جدول ۴ مراجعه شود) می‌باشد. اگر در رابطه ۳۲ بجای غلظت C مقدار ماده خشک C'_{Ts} را قرار دهند با توجه به رابطه ۳۳ می‌توان رابطه زیر را بدست آورد:

$$\epsilon'_{\lambda} = \frac{E_{\lambda}}{1 \cdot C'_{Ts}} = 100 \cdot \frac{E_{\lambda}}{1 \cdot W_{Ts} \cdot \rho} \quad (34)$$

در این رابطه ϵ_{λ} ضریب شدت کاهش نور نسبت به ماده خشک بر حسب سانتیمتر مربع در گرم و 1 معرف ضخامت کووت بر حسب سانتیمتر می‌باشد.

$$F_{IE(\lambda)} = 1000 \cdot \epsilon'_{\lambda} \quad (35)$$

در این رابطه $F_{IE(\lambda)}$ معرف رنگ بر حسب ایکومزا ($\frac{Cm^2}{Kg}$) می‌باشد. در بعضی کتب و نشریات قدیمی واحد رنگ بر حسب اشتامر st دیده می‌شود، ارقام اشتامر بر مبنای سنجش رنگ با کولوریمتر اشتامر قرار دارند که این ارقام تقریباً با ضریب شدت کاهش نور اندازه‌گیری شده در طول موج ۵۶۰ نانومتر متناسب می‌باشند. بمنظور مقایسه واحدهای مختلف رنگ با یکدیگر فاکتور زیر که بر اساس آزمایشهای مقایسه‌ای با کولوریمتر اشتامر و سایر فتومترها محاسبه شده است ارائه می‌گردد.

$$F_{st}(560) = 34 \cdot \epsilon'_{560} \quad (36)$$

در رابطه فوق $F_{st}(560)$ معرف رنگ بر حسب درجه اشتامر می‌باشد. در مواردی نیز از فاکتور ۴۷ که بر مبنای اندازه‌گیری رنگ با دستگاه اشتامر که مجهز به شیشه اشتامر بعنوان استاندارد می‌باشد استفاده شده است. چون در محاسبه رعایت تمام ضوابط تعیین شده مقدور

نیست استفاده از فاکتور تجربی طبق رابطه ۳۶ ارجحیت دارد.

دستگاهها و شرایط اندازه‌گیری

رنگ سنجی عملاً و بدون استثناء با فتومترهای الکتریکی نوری انجام می‌شود. برای تنظیم طول موج از صافی (فتومتر فیلتری) و یا دستگاههای یکرنگ کننده استفاده می‌کنند، هر چند که انتخاب فیلتر یا صافی تداخلی در فتومترهای فیلتردار محدودیتی ندارد معذالک با این فتومترها می‌توان فقط سنجش‌هایی را انجام داد که فیلتر مخصوص آن طول موج وجود داشته باشد. برعکس در فتومترهای اسپکتروال میتوان هر طول موج دلخواهی را تا آنجائیکه دستگاه اجازه میدهد انتخاب نمود، هر دو نوع فتومتر برای آزمایشهای تولیدات کارخانه قند مناسب می‌باشد. خطای طول موج نبایستی بیش از ۱۰ تا ۱۲ نانومتر باشد و ماگزیمم شدت نور نبایستی از "رقم باید" بیش از $2 \pm$ نانومتر تجاوز نماید.

در حالتی که اندازه‌گیری با محلولهای کمرنگ (مثل محلول شکر، شکر مایع و شربت رقیق) انجام می‌شود باید دستگاه اندازه‌گیری طوری باشد که بتوان در آن از کووت‌هایی با ضخامت حداقل ۳ سانتیمتر استفاده کرد.

در دستگاههای یک اشعه‌ای حلال و محلول مورد آزمایش یکی پس از دیگری در مسیر نور قرار داده می‌شوند، در حالیکه در دستگاههایی که دو کانال نوری دارند حلال و محلول مورد آزمایش همزمان در مسیر دو اشعه که از یک منبع نور سرچشمه گرفته‌اند قرار می‌گیرند. حساسیت نشانگر (DETEKTOR) و تغییرات روشنایی لامپ در این دستگاهها تا اندازه زیادی تعدیل شده است.

امروزه با وجود تثبیت کننده‌های اختلاف پتانسیل و شدت جریان الکتریکی در لامپها، علم نور کمترین عیب و نقص را دارا می‌باشد.

بایستی توجه داشت که فقط باید از کووت‌هایی که ضخامت آنها معلوم است استفاده شود، بکار بردن کووت‌های لوله‌ای کلاً مردود است. در کار کردن با دستگاه باید دستورالعمل سازنده را رعایت نمود.

کدری یا تیرگی

کلیات

کدری موقعی بروز می‌کند که در یک محلول یکنواخت ذرات کلوئیدی تا ذره‌بینی طوری پخش شده باشند که ضریب شکست نور آنان با ضریب شکست نور در آن محلول تفاوت داشته باشد. اشعه تابیده شده به محلول در اثر برخورد با این ذرت به همه جهات پخش می‌شود و از آنجا دو امکان اندازه‌گیری کدری نتیجه می‌شود:

الف - سنجش شدت انتشار نور

ب - سنجش تضعیف نور

عملاً اندازه‌گیری مطلق در هر دو مورد غیر ممکن است، بنابراین مقایسه اندازه‌گیری‌های کدری یا تیره‌گی در حالتی صحیح است که اندازه‌گیریها تحت شرایط یکسان و با یکنوع دستگاه انجام شده باشند. در اینجا اشکالات سنجش بدان علت است که شدت انتشار نور نه تنها به طول موج بلکه به زاویه انتشار نیز بستگی دارد، از اینها گذشته هر دو عامل با اندازه ذرات و همچنین اختلاف ضریب انکسار بین ذرات معلق در محلول و محلول زلال تغییر میکند.

انتشار نور به غلظت محلول نیز بستگی پیدا می‌کند، بنابر این عملاً با این روشها نقطه ارقام نسبی بدست می‌آید.

سنجش انتشار نور

دستگاهها

در اغلب فتومترها وسایل اندازه‌گیری تیره‌گی وجود دارد، اساس این وسایل بر مبنای مقایسه شدت انتشار نور در یک جسم شیشه‌ای استاندارد و محلول مورد آزمایش قرار دارد. ارقام مطلق که بدست می‌آید بستگی به زاویه انتشار نور دارد که نسبت به نور اولیه سنجیده می‌شود.

حتی در حالتی که شرایط آزمایش (غلظت محلول مورد آزمایش و طول موج) یکسان باشد چون زاویه انتشار در دستگاههای مختلف فرق می‌کند نمی‌توان ارقامی را که با دستگاههای مختلف بدست آمده است با یکدیگر مقایسه کرد.

ضوابط سنجش

برای اندازه‌گیری و ارزشیابی بایستی طبق راهنمایی که با هر دستگاه تحویل داده می‌شود عمل کرد، البته در رابطه با نوع دستگاه تکنیک سنجش که در اینجا از بحث ما خارج است فرق می‌کند.

نتیجه آزمایش رقمی است مقایسه‌ای که معمولاً نسبت به شیشه تیره استاندارد سنجیده می‌شود، در بعضی موارد نیز بجای استاندارد از "ارقام مطلق" نیز استفاده می‌کنند. در صحت این ارقام نباید ارجح زیادی نهاد زیرا اولاً این ارقام فقط برای انتشار تندرال (TYNDALL) قابل استفاده است و ثانیاً این فرض باید حاکم باشد که ذرات معلق در محلول در مقابل طول موج خیلی کوچک هستند، این فرض در تیره‌گی محلولهای قندی صادق نیست.

علاوه بر این شدت انتشار در اثر جذب بوسیله محلول کاهش می‌یابد، بنابراین بطور دقیق قابل مقایسه فقط محلولهایی هستند که دارای رنگ یکسان باشند.

اثرات منفی رنگ را می‌توان با استفاده از نوری با طول موج بلند (نور قرمز) تا حدی زیادی کاهش داد. با افزایش طول موج جذب نور بمراتب از شدت انتشار نور کمتر می‌شود و بالاخره باید توجه داشت که شدت انتشار نور به ضریب انکسار محلول نیز بستگی دارد.

بطور خلاصه باید گفت که سنجش انتشار نور فقط موقعی با ارزش است که شرایط زیر

حاکم باشد:

الف - سنجش در طول موج یکسان

ب - سنجش با زاویه انتشار یکسان (یعنی استفاده از یک نوع دستگاه)

ج - رنگ محلول یکسان (جذب یکنواخت)

د - غلظت محلول یکسان

سنجش تضعیف نور

دستگاهها

سنجش تضعیف نور در اثر تیره‌گی با فتومترهای معمولی انجام می‌شود، در اینجا هم همان قواعد و ضوابط جذب نور در اثر رنگ مخصوصاً رابطه ۳۲ (بند ۷) مصداق پیدا می‌کند.

ارقام قرائت شده روی صفحه مدرج دستگاه (شدت کاهش نور (EXTINKTION) با ضخامت کووت و غلظت ذرات معلق در محلول متناسب می‌باشد. لازم به یاد آوری است که اصطلاح شدت کاهش نور (EXTINKTION) و ضریب شدت کاهش نور فقط برای محلولهایی که از نظر نوری زلال هستند مورد استفاده قرار می‌گیرد، بنابراین در سنجشهای تیره‌گی باید از اصطلاح "شدت کاهش نور قرائت شده" صحبت کرد.

ضوابط سنجش

سنجش تیره‌گی بدین طریق است که شدت کاهش نور را در محلول صاف شده تحت شرایط یکسان (طول موج، ضخامت کووت، غلظت) تعیین می‌کنند، اختلاف بین شدت کاهش نور قرائت شده (مربوط به محلول صاف نشده) و شدت کاهش نور (مربوط به محلول صاف شده) میزانی است که برای تیره‌گی محلول مورد آزمایش . این ارقام هم ارقام نسبی هستند، آنها نیز مانند نتایج سنجش انتشار نور به طول موج و شکل هندسی مسیر نور در دستگاه (نوع دستگاه) و همچنین ضریب انکسار (غلظت محلول) بستگی دارند. در اینجا تأثیر رنگ در اثر سنجش محلول صاف شده از بین می‌رود، علاوه بر این می‌توان همانند سنجش انتشار نور با استفاده از نور با طول موج بلند (طول موج بیش از ۶۰۰ نانومتر) تا حد زیادی اثر رنگ را خنثی کرد. البته در هر مورد باید کنترل کرد که آیا می‌توان با این روش از سنجش رنگ صرف‌نظر کرد یا خیر.

فصل دوم

روشهای تجزیه برای کنترل فرایند

۱- اطلاعات عمومی

وسایل اندازه گیری حجم

کلیات

برای تعیین یک حجم نامعلوم دقیقترین روش آن است که آن را با آب و یا جیوه پر کرد و سپس وزن آنرا تعیین نمود. از این روش برای استاندارد کردن وسایل اندازه گیری حجم استفاده می کنند.

$$V_t = \frac{m}{P_t} \quad (1)$$

در این رابطه :

V_t = حجم ظرف در t درجه سانتیگراد

m = جرم مایع بر حسب گرم

P_t = وزن مخصوص مایع در t درجه سانتیگراد بر حسب گرم بر سانتیمتر

مکعب.

قاعدتاً برای اندازه گیری در بیست درجه سانتیگراد ضوابط زیر صادق است:

$$\rho_{20, w} = 0.998203, \rho_{20, Hg} = 13.5459$$

وزن مخصوص آب در بیست درجه حرارت برابر 0.998203 گرم بر سانتیمتر

مکعب و وزن مخصوص جیوه در این درجه حرارت برابر با 13.5459 گرم بر سانتیمتر

مکعب می باشد. چون عمل توزین معمولاً در هوا و با استفاده از وزنه های برنجی انجام می گیرد

بدین جهت بجای وزن مخصوص از تناسب اوزان که برای آب با بیست درجه سانتیگراد

برابر 0.99714 و $T_{20, w}$ برای جیوه در این درجه حرارت برابر

$T_{20} \text{ Hg} = 13.5466$ می باشد، استفاده می کنند.

در صورتیکه درجه حرارت غیر از بیست درجه سانتیگراد باشد بایستی ارقام مربوط به وزن مخصوص را از جداول شیمی اخراج نمود. عملاً در آزمایشگاهها از روشهای ساده حجم سنجی استفاده می شود. در این روشها از وسایلی استفاده می شود که پس از پر کردن آنها تا حد معینی، حجم معینی از مایع بدست می آید و یا آنهایی که پس از پر کردن آنها حجم معینی را می توان از آنها خارج نمود.

اصول زیر برای هر نوع وسایل اندازه گیری حجم معتبر است:

الف - واحد حجم سانتیمتر مکعب (Cm^3) و یا میلی لیتر (ml) می باشد.

ب - حجم اسمی در بیست درجه سانتیگراد تعیین می شود. بدیهی است که درجه حرارت و حرارت استاندارد ظروف بایستی روی آن حک شده باشد.

ج - وسایل اندازه گیری مایعات طبق توافقیهای بین المللی به دو گروه A و B تقسیم شده اند. گروه A برای اندازه گیری بسیار دقیق و گروه B برای اندازه گیریهای با دقتی کمتر. حتی المقدور در آزمایشگاههای کارخانجات قند از وسایل اندازه گیری گروه A باید استفاده نمود. د - وسایل اندازه گیری حجم قابل استاندارد شدن غالباً از جنس شیشه می باشند که در مقابل حرارت و مواد شیمیایی مقاوم بوده در فرم و رنگ آنها تغییری ایجاد نمی شود.

ه - خطوط نشانه بایستی تمیز، ثابت و کاملاً افقی و در حد دقت اندازه گیری از ظرافت خاصی برخوردار باشند. خطوط نشانه بایستی در قسمت استوانه ای ظرف واقع و عمود بر محور استوانه بوده، از قسمت شکم ظرف حداقل ده میلیمتر بالاتر قرار گرفته باشند.

و - برای دقت در اندازه گیری باید چشم و خط نشانه در یک سطح قرار گیرد و وقتی قرائت انجام می شود که پایین ترین سطح مایع با خط بالایی خط نشانه تماس باشد.

وسایلی که برای حجم های معینی نشانه گذاری شده اند

حجم معینی از یک مایع را بوسیله بالونهای نشانه دار که دارای حجم معینی هستند مثل بالونهای نشانه دار با ظرفیت ۵۰ و یا ۱۰۰ سانتیمتر مکعب تعیین می کنند. ظروف دیگری نیز وجود دارند که به شکل استوانه بوده و با علامت "In" مشخص شده اند. با این استوانه ها می توان اضعاف یک حجم را آنطوریکه استوانه مدرج شده است مثل مزورها با

ظرفیت ۵۰ و ۱۰۰ سانتیمتر مکعب که به ۵۰ یا ۱۰۰ قسمت تقسیم شده‌اند، تعیین نمود. حد انحراف برای بالونها با حجم‌های اسمی بین ۵۰ تا ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب در جدول شماره یک جمع آوری شده‌است. برای بالونهای دیگر مانند بالونهای صد، صد و ده حد انحراف معادل نزدیکترین حجم به آن محسوب می‌شود.

جدول ۱ - حد انحراف برای بالونهای حجمی (طبق استاندارد ۱۲۶۶۴) بر حسب سانتیمتر مکعب

ظرفیت اسمی	۵۰	۱۰۰	۲۰۰/۲۵۰	۵۰۰	۱۰۰۰
گروه A Cm ³	± ۰/۰۶	± ۰/۱۰	± ۰/۱۵	± ۰/۲۵	± ۰/۴۰
گروه B Cm ³	± ۰/۱۲	± ۰/۲۰	± ۰/۳۰	± ۰/۵۰	۰/۸۰

بطوریکه از جدول (۲) مشهود است گروه‌بندی بالونهای اندازه‌گیری طبق ضوابط ایکومزا (ICUMSA) (کمیسیون بین‌المللی برای یکنواخت کردن آنالیزهای شکر) از دقت بیشتری برخوردار می‌باشند.

جدول ۲ - حد انحراف برای بالونهای اندازه‌گیری (طبق ضوابط ۱۹۷۸) بر حسب سانتیمتر مکعب

ظرفیت اسمی	۵۰	۱۰۰	۲۰۰	۴۰۰
بالون ایکومزا	± ۰/۰۲	± ۰/۰۵	± ۰/۰۸	± ۰/۱۱
بالون (ایکومزا مخصوص بادقت زیاد)		± ۰/۰۲		

برای اغلب آزمونهای روزانه در کارخانجات قند دقت گروه A طبق استاندارد آلمان کافی می‌باشد جدول (۱). برای آزمونهای دقیق‌تر پولاریمتری از بالونهای صد میلی لیتری با دامنه انحراف ۰/۰۲ + میلی لیتر استفاده می‌کنند جدول (۲). برای تعیین درصد قند شکر خام و یا شکر سفید بایستی از این نوع بالونها استفاده کرد.

پیمان‌گیری

بالون اندازه‌گیری را از مایع مورد آزمایش (با درجه حرارت محیط) تا نزدیکی خط نشانه پر کرده در یک ترموستات که روی ۲۰ درجه سانتیگراد تنظیم شده است به مدت ده تا سی دقیقه (بسته به حجم بالون) قرار می‌دهند، سپس بالون را تا خط نشانه پر کرده درب بالون را بسته محتوی آن را خوب مخلوط می‌کنند.

(برای آزمایشهای حساس قبل از پر کردن بالون تا خط نشانه باید قسمت داخلی گلولی بالون را مثلاً با کاغذ صافی خشک نمود)

وسایلی که پس از پر کردن آنها حجم معینی را می‌توان از آنها خارج نمود

پی پتهای ژوژه با حجمهای مختلف و همچنین پی پتهای مدرج و همچنین بورت‌ها که به کمک آنها اضعاف یک حجم را می‌توان معلوم و به ظرف دیگر منتقل نمود جزء این گروه می‌باشند.

تفاوت بین پی پتها و بورتها در این است که در موقع خالی کردن پی پت نوک آن باید به قسمت داخلی دیواره ظرف شیشه‌ای (بشر) مماس باشد. در حالیکه در موقع خالی کردن بورتها احتیاج به این عمل نیست. مقداری از مایع که در جداره داخلی این ظروف باقی می‌ماند بر حسب وزن مخصوص مایع و کشش سطح مایع و ویسکوزیته آن متفاوت است و تاثیر عوامل مذکور را تا حدی میتوان بوسیله طولانی کردن مدت تخلیه که خود بستگی به قطر دهانه پی پت و یا بورت دارد خنثی نمود.

برای حفظ دقت خاص این وسایل باید تمام قسمت‌های آنان مخصوصاً نوکشان سالم و هیچگونه پریدگی و شکستگی نداشته باشند. در جدول (۳) دامنه انحراف پی پتها و بورت‌های گروه A و B و همچنین گروه اختصاصی AS که از سرعت تخلیه زیادتری برخوردارند جمع آوری شده است.

جدول ۳ - دامنه انحراف برای پی پتها و بورتها (طبق استاندارد
۱۲۷۰۰ و ۱۲۶۹۱ و ۱۲۶۹۰)

حجم اسمی به سانتیمتر مکعب	۱	۵	۱۰	۲۰/۲۵	۵۰	۱۰۰
پی پتها						
گروه A و AS	±۰/۰۰۷	±۰/۰۱۵	±۰/۰۲۰	±۰/۰۳۰	±۰/۰۵۰	±۰/۰۸۰
گروه B	±۰/۰۱۵	±۰/۰۳۰	±۰/۰۴۰	±۰/۰۶۰	±۰/۱۰۰	±۰/۱۶۰
بورتها						
گروه A و AS			±۰/۰۲۰	±۰/۰۳۰	±۰/۰۵۰	
گروه B			±۰/۰۵۰	±۰/۰۵۰	±۰/۱۰۰	

جدول ۴ - دامنه انحراف و مدت تخلیه پی پتهای اتوماتیک
(ایکومزا ۱۹۷۴)

حجم اسمی (سانتیمتر مکعب)	۱۷۵-۱۸۰	۲۵۰-۳۶۰
دامنه انحراف (سانتیمتر مکعب)	±۰/۳۵	±۰/۶۰
مدت تخلیه (ثانیه)	۴۰-۶۰	۴۰-۶۰

طریقه عمل

پی پت خشک و تمیز را تا بالای خط نشانه از محلول با گرمای بیست درجه سانتیگراد پر می کنند (در مورد محلولهای سمی باید از پی پتهای اتوماتیک و یا از پی پتهایی که مجهز به لوله اطمینان و بالن لاستیکی هوا ده هستند، استفاده نمود). بعد از خالی کردن محلول تا خط نشانه قطراتی که به نوک پی پت چسبیده اند بوسیله تماس کردن نوک پی پت با دیواره داخلی بشر تمیز می کنند. پیپتها را باید در موقع تخلیه طوری نگهداشت که در حالت عمودی نوک آن با جدار داخلی بشر تماس باشد. بعد از خارج شدن محتوای پیپتها به مدت ۳ ثانیه باید تامل کرد و سپس نوک پیپتها را به دیواره داخلی

ظرف مالید. برای پیتتهای گروه AS مدت تخلیه ۱۵ ثانیه می باشد.

در موقع کار با بورت باید توجه داشت که بعد از پر کردن مخصوصاً حوالی شیر بورت خالی یا ز حسابهای هوا باشد. خالی کردن بورت های گروه A و B باید با تانی انجام گیرد ولی با بورت های گروه AS میتوان اول قسمت اعظم آنرا سریع خالی کرد و پس از سی ثانیه تامل دوباره به تخلیه ادامه داد.

اشتباه حجم استوانه های مدرج با ظرفیت ده الی یک هزار سانتیمتر مکعب که با علامت "EX" مشخص شده اند بین ۰/۰۴ و ۵/۰ سانتیمتر مکعب می باشد.
برای اطلاعات بیشتر در این مورد به قوانین استاندارد PTB مراجعه شود).

کار کردن با وسایل شیشه ای آزمایشگاهی

ظروف شیشه ای میبایستی تمیز و عاری از مواد چربی باشند. برای این منظور می توان از مواد ظرفشویی یا اسیدنیتریک (بدون آب) و محلول پرمنگنات پتاسیم و یا محلول سولفوکرومیک (مخلوط اکسید کروم CrO_2 و یا کرومات پتاسیم و یا سدیم با اسید سولفوریک غلیظ) استفاده نمود.

طرز تهیه محلول سولفوکرومیک - ۵۰۰ سانتیمتر مکعب اسید سولفوریک غلیظ را در یک ظرف شیشه ای دهان گشاد ریخته و تقریباً ۲۵ گرم پودرکرمات پتاسیم به آن اضافه نموده، خوب بهم می زنند. در ب ظرف را بایستی با یک شیشه ساعت مسدود کرد. در حین مصرف اگر رنگ مخلوط سبز شد، نشانه این است که قدرت اکسیداسیون محلول کم شده و باید آنرا عوض نمود. (این عملیات بایستی در قفس سر پوشیده آزمایشگاهی انجام پذیرد).

رسوب ترکیبات سرب و کلسیم ظروف شیشه ای حجم سنجی را می توان با کمک اسید استیک و یا اسید کلریدریک رقیق بر طرف نمود.

وسایل آزمایشگاهی را بعد از شستن با اتانول و یا متانول و یا مخلوطی از متانول و استن (به نسبت ۱.۱) رای خشک شدن در هوا و یا در گاز ازت قرار می دهند.

وسایل حجم سنجی را می توان بدون اینکه تغییری در فرم و دقت آنها ایجاد شود تا نقطه ذوب آنها حرارت داد ولی امکان این هست که محلولهای آبکی در موقع حرارت داد در اثر هیدرولیز تغییراتی در سطح داخلی این وسایل ایجاد نمایند که باعث کاهش دقت آنها گردد.

راکتیفها

کلیات

درجه خلوص مواد شیمیایی و همچنین خالص بودن آب برای حل کردن مواد شیمیایی و همچنین آبهایی که برای شستشوی وسایل آزمایشگاهی بکار می‌روند بی‌نهایت حائز اهمیت می‌باشد. در صورتیکه در دستورالعمل آزمون موارد بخصوصی ذکر نشده باشد بایستی اصولاً از موادی استفاده نمود که درجه خلوص آنها از طرف کارخانه سازنده تضمین شده باشد. این مواد غالباً با جمله خالص شیمیایی به معنای Zur Analyse, (P.A) و یا Analar, (A.R.) مشخص شده‌اند. آب مصرفی در آزمایشگاهها بایستی دست کم بوسیله مبدل‌های یونی تصفیه شده باشد.

توصیه‌های ایکومزا

ایکومزا برای تعدادی از راکتیفهای مهم آنالیز شکر مثل معرفهای رنگین آزمایش شکر املاح دی سدیم اتیلن دی آمین تترااستیک $C_{10}H_{14}Na_2O_8 \cdot 2H_2O$ (EDTA, Titriplex III, ADTE) و یا (استات سرب قلیایی روش هورن) $Pb(CH_3COO)_2 - PbO$ و همچنین شکر خالص شیمیایی برای تهیه محلولهای استاندارد (طرز تهیه طبق دستورالعمل شماره ۱) ضوابط بخصوصی تعیین نموده است. در موقع خرید باید توجه داشت که این ضوابط دقیقاً مراعات شده باشند.

کنترل مقدار سرب موجود در استات سرب قلیایی هورن دارای اهمیت بسزایی است. مقدار درصد سرب (بصورت PbO دو ظرفیتی) حداقل باید مطابق ارقام زیر باشد:

مقدار سرب کل ۰.۷۵٪

مقدار سرب قلیایی ۰.۳۳٪

روش تعیین سرب در دستورالعمل شماره ۲ مذکور است.

ضمناً بوسیله ایکومزا مقدار آهن موجود در محلول فهلینک و محلول مولر (Mueller) برای تعیین قند انورت مورد بررسی قرار گرفت. طبق این بررسی میزان آهن در راکتیفهای مصرفی بایستی باندازه‌ای باشد که غلظت آهن در محلول آماده از ۳ میکروگرم در سانتیمتر مکعب تجاوز نکند.

دستورالعمل شماره ۱ - تهیه ساکاروز خالص برای تهیه محلول های استاندارد

غالباً شکر سفید تصفیه شده (رافیناد) برای کنترل شیمیایی کارخانه کفایت می نماید ولی در مواردی که انتظار دقت بیشتری مورد نظر باشد باید شکر تصفیه شده مذکور را در آب حل کرده و با کمک الکل سفید C_2H_5OH آنرا دوباره به صورت کریستال ته نشین نمود. در صورت نیاز به ساکاروز خالص با مقدار بسیار کمی قند انورت بایستی PH مصرفی را با افزودن کربنات سدیم Na_2CO_3 به حدود ۸ رسانید. برای تهیه ساکاروزی که فاقد رافینور $C_{18}H_{32}O_{16}$ باشد باید عمل حل کردن در آب و کریستالیزاسیون یا تبلور با اتانول $C_2H_5 OH$ را هر کدام دوبار تکرار نمود. برای جدا کردن ناخالصیهای ملکول بزرگ (Macromolecule) بهتر است که قبل از تبلور (کریستالیزاسیون) و صاف کردن به محلول ۴۰٪، ۱ گرم زغال فعال که قبلاً با اسید کلریدریک تمیز شده و عاری از یونهای کلر می باشد، اضافه کرد.

قبل از اینکه دفعه اول از محلول آبکی کریستال گرفته شود بهتر است برای جدا کردن ناخالصیهای ملکولهای بزرگ (Macromolecule) بدو محلول ۴۰٪ شکر تهیه و با افزودن یک گرم ذغال حیوانی (که با اسید کلریدریک و بعد با آب شسته شده و فاقد کلر شده باشد) صاف شود.

متبلور کردن ساکاروز بوسیله اتانول

از شکری مرغوب در حرارت ۳۵ درجه سانتیگراد محلول آبکی با غلظت ۷۰٪ تهیه می کنند. محلول شکر را از یک صافی با منافذ نسبتاً بزرگ (قطر منافذ ۱۰۰ تا ۱۶۰ میکرومتر) مثل Schott, D₁ عبور داده و به فیلترات یا آبگونه در حالیکه با احتیاط آن را بهم میزنند آنقدر اتانول مطلق $C_2H_5 OH$ اضافه می کنند تا نسبت حجمی آب به اتانول $C_2H_5 OH$ برابر ۳۰ به ۷۰ گردد.

بعد از اضافه کردن اتانول محلول حاصل کمی کدر شده و در حین بهم زدن کم کم دانه های کریستال ته نشین می شوند. عمل بهم زدن به مدت ۱۵ ساعت (یک شب) باید ادامه یابد و بعد از این مدت است که می توان کریستالهای ظاهر شده را بوسیله ساترifiوژ از پس آب

جدا کرده و بعد از شستن با اتانول (۷۰ درصد) آنرا در هوای آزاد خشک نمود. راندمان عمل در حدود ۵۰ تا ۶۰ درصد است.

متبلور کردن مجدد ساکاروز

۸۰۰ گرم شکر را در ۱۲۰۰ گرم آب حل کرده بطوریکه یک محلول ۴۰٪ بدست آید. این محلول را بوسیله یک فیلتر ممبران با منافذ ریز (قطر منافذ ۰/۴۵ میکرومتر) صاف می‌کنند. سپس محلول صاف شده را تحت فشار خفیف (خلأ) در یک دستگاه تقطیر که درجه حرارت آن از ۳۵ درجه سانتیگراد بیشتر نباشد تا غلظت ۸۰ درصد تغلیظ می‌نمایند. یک گرم پودر شکر به بالون تقطیر افزوده به کمک دستگاه بهم‌زن به مدت ۱۵ ساعت آنرا تکان می‌دهند. بعد از این مدت کریستالهای تولید شده را با سانتریفوژ از پس آب جدا کرده و با ۷۵ سانتیمتر مکعب آب مقطر (دو بار تقطیر شده) شسته و در هوای آزاد خشک می‌کنند. باید سعی نمود که حتی المقدور وسایل و محیط کار از آلودگی (میکروباها) برکنار باشد. راندمان اینکار در حدود ۴۰ تا ۵۰ درصد است.

دستورالعمل شماره ۲ - تعیین مقدار سرب کل و سرب قلیایی

۵/۰۰ گرم استات سرب قلیایی جامد و یا ۲۰/۰ سانتیمتر مکعب محلول استات سرب را که طبق دستور ۲-۲-۱ تهیه شده است در بالون با ظرفیت ۵۰۰ سانتیمتر مکعب ریخته و به آن ۲۵۰ سانتیمتر مکعب آب مقطر اضافه می‌کنند. در صورت لزوم برای حل کردن استات سرب با بورت چند قطره اسید استیک یک نرمال CH_3COOH به آن می‌افزایند. سپس ۶۰ سانتیمتر مکعب اسید سولفوریک یک نرمال H_2SO_4 به آن افزوده پس از سرد شدن (۲۰ درجه سانتیگراد) بالون را تا خط نشانه پر کرده و محتوی بالون را بوسیله کاغذ صافی با منافذ خیلی ریز (مثل Blauband) صاف می‌کنند.

از صاف شده حاصل (فیلترات) برای تعیین مقدار سرب کل و سرب قلیایی استفاده

می‌کنند.

تعیین سرب کل

۱۰۰/۰ سانتیمتر مکعب از صاف شده را با پی‌پت در یک بشر با ظرفیت ۴۰۰ سانتیمتر مکعب می‌ریزند. سپس محتوی بالون را تا حد جوش حرارت داده و در حالت جوش اسید سولفوریک اضافی را با احتیاط با ۱۲ سانتیمتر مکعب محلول کلرور باریم ده درصد ته نشین می‌کنند. تا ته نشین شدن کامل رسوب به حرارت دادن ادامه می‌دهند. پس از یک شب رسوب حاصل را با استفاده از قیف چینی (قطر منافذ ۶ میکرومتر) و تحت فشار خفیف از پس آب جدا می‌کنند. رسوب را آنقدر با آب می‌شویند تا آزمایش واکنش کلر با نیترات نقره منفی شود. قیف را مدت یک ساعت در کوره ۸۰۰ درجه سانتیگراد قرار داده و پس از خشک شدن وزن رسوب سولفات باریم را تعیین می‌کنند.

نتیجه:

$$w = \frac{1339 - 0.9563m}{10}$$

محاسبه بر مبنای ۵ گرم جسم جامد:

در این رابطه:

$$W = \text{درصد اکسید سرب دو ظرفیتی}$$

$$m = \text{وزن سولفات باریم به میلیگرم}$$

محاسبه بر مبنای ۲۰ سانتیمتر مکعب محلول:

$$C' = \frac{1339 - 0.9563 m}{40}$$

در این رابطه

$$C' = \text{غلظت اکسید سرب pbo درصد سانتیمتر مکعب}$$

$$m = \text{وزن سولفات باریم به میلیگرم}$$

تعیین سرب قلیایی

۱۰۰ سانتیمتر مکعب از فیلترات فوق را به یک ارلن مایر با ظرفیت ۳۰۰ سانتیمتر مکعب منتقل و دو قطره فنل فتالین به آن افزوده از بورت قطره قطره محلول ۰/۲ نرمال هیدروکسید سدیم روی آن می‌ریزند تا رنگ محلول صورتی کمرنگ شود (برای سرعت عمل می‌توان ۲۵ سانتیمتر مکعب محلول ۰/۲ نرمال هیدروکسید سدیم را قبل از تیتراژ کردن به محتوای ارلن مایر افزود).

نتیجه:

$$W = 2/232 (60 + V_1 - V_2) \quad \text{محاسبه بر مبنای ۵ گرم جسم جامد:}$$

در این رابطه:

$$W = \text{درصد اکسید سرب pbo}$$

$$V_1 = \text{حجم اسید استیک مصرفی در موقع تهیه فیلترات به سانتیمتر مکعب}$$

$$V_2 = \text{حجم هیدروکسید سدیم مصرفی به سانتیمتر مکعب}$$

$$C' = 0/558.(60 + V_1 - V_2) \quad \text{محاسبه بر مبنای ۲۰ سانتیمتر مکعب محلول:}$$

در این رابطه:

$$C' = \text{غلظت اکسید سرب pbo به گرم درصد سانتیمتر مکعب}$$

$$V_1 - V_2 \quad \text{در بالا مذکور است.}$$

آب مصرفی در آزمایشگاه

آب مصرفی در آزمایشگاهها میبایستی بوسیله تقطیر، تعویض یونی، فیلتراسیون و یا روشهای مشابه از ناخالصیها و آلودگیها مبرا و صاف گردد. در استاندارد پیشنهادی شماره ISO ۳۶۹۶ دو نوع آب گروه الف برای تجزیه‌های شیمیایی و گروه ب برای مصارف عمومی آزمایشگاه با مشخصات مختلف تعیین شده است. در جدول شماره ۵ ضوابط این استانداردها مذکور است.

برای بعضی آزمونها (مثل تعیین هدایت الکتریکی و تعیین PHهای خیلی دقیق) حتی کیفیت آب مصرفی گروه الف استاندارد ISO کافی نمی‌باشد. بخصوص در این مورد می‌بایستی هدایت الکتریکی آب کمتر از ۲ میکروزیمنس در

سانتیمتر باشد. این ضوابط سخت با سه گروه از گروه‌های چهارگانه استاندارد آمریکایی Standard, DIN, ASTM شماره ۱۱۹۳ مطابقت دارد.

طبق این ضوابط حداکثر هدایت الکتریکی مخصوص در حرارت ۲۵ درجه سانتیگراد یک میکروزیمنس در سانتیمتر تعیین شده است.

جدول ۵ - ضوابط آب مصرفی در آزمایشگاه طبق استانداردهای (ISO/DIS ۳۶۹۶)

گروه ۲ (II)	گروه ۱ (I)	
بیرنگ و زلال	بیرنگ و زلال	رنگ ظاهری
ماکزیمم ۵	ماکزیمم ۵	رسوب بعد از تبخیر در 110°C بر حسب میلیگرم در هزار سی
ماکزیمم ۲	ماکزیمم ۲	خاکستر باقیمانده در 750°C بر حسب میلیگرم در هزار سی
ماکزیمم ۵	ماکزیمم ۵	هدایت الکتریکی بر حسب میکروزیمنس در سانتیمتر و 20° درجه سانتیگراد
۵/۰-۷/۵	۵/۰-۷/۵	پ هاش
		پرمنگنات مصرفی بر حسب میلی اکریوالنت
ماکزیمم ۰/۱	ماکزیمم ۰/۱	در هزار سی
		آمونیاک (بصورت ازت) بر حسب میلیگرم
ماکزیمم ۰/۱	ماکزیمم ۰/۱	در هزار سی سی
ماکزیمم ۰/۵	ماکزیمم ۰/۱	کلرید بر حسب میلیگرم در هزار سی
ماکزیمم ۱	ماکزیمم ۱	سولفات بر حسب میلیگرم در هزار سی
		کلسیم و منیزیم (بصورت کلسیم) بر حسب
ماکزیمم ۱	ماکزیمم ۱	میلیگرم در هزار سی
		نترات (بصورت ازت) بر حسب
	ماکزیمم ۰/۱	میلیگرم در هزار سی
		فلزات سنگین بر حسب میلیگرم در هزار سی
	ماکزیمم ۰/۰۲	مس
	ماکزیمم ۰/۰۵	آهن و سرب
	ماکزیمم ۰/۲	نیکل و روی
	ماکزیمم ۰/۴	منگنز
	ماکزیمم ۰/۵	کبالت

محلولهای سنجیده (استاندارد)^(۱)

در تجزیه شربتهای صنعتی قند غالباً از محلولهای سنجیده (استاندارد) استفاده می‌کنند.

این محلولها طوری تهیه شده‌اند که به کمک آنها مثلاً از طریق تیتراسیون، غلظت جسم مورد آزمایش را می‌توان تعیین نمود.

مثلاً در آزمونهای خنثی‌سازی اگر از محلول مورد آزمایش ۱۰ سانتیمتر مکعب بردارند روابط زیر صدق می‌کند:

۱ سانتیمتر مکعب محلول سنجیده (استاندارد) $\frac{1}{2/8}$ نرمال مصرفی = ۰/۱ گرم اکسیدکلسیم درصد سانتیمتر مکعب

۱ سانتیمتر مکعب محلول سنجیده (استاندارد) $\frac{1}{28}$ نرمال مصرفی = ۰/۰۱ گرم اکسیدکلسیم درصد سانتیمتر مکعب

رقم ۲۸ و ارقام اعشارش در مخرج مبین جرم اکی والانی اکسیدکلسیم می‌باشند (جرم اکی والانی اکسیدکلسیم = ۲۸/۰۴ گرم).

در محدوده شیمی انالیتیک غلظت را بر مبنای مقدار جسم حل شده (نسبت وزنی و یا نسبت حجمی) بصورت غلظت ملار تیت (تعداد ملکول گرمهای جسم حل شده در ۱۰۰۰ گرم حلال) یا غلظت نرمالتیت (تعداد والانس و یا اکویوالنت یا اکی والان گرمهای جسم حل شده را در یک لیتر غلظت نرمالتیت و یا نرمال می‌نامند)، بیان می‌کنند.

ولی در آزمایشهای انالیتیک غلظت سنجی بهتر است بر عکس آنچه معمول است نتایج آزمایشها را به جای گرم در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب با میلی اکویوالنت در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب بیان نمایند.

1- ICUMSA= International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis

ISO= International Organisation for Standardization

ASTM= American Society for testing and Material

DIN= Deutsche Indrstrienorm, Deutschesinstitut fur Normung

یک چنین تغییری این حسن را دارد که از محلولهای سنجیده یا استاندارد موجود در بازار که غالباً بر اساس غلظت اکویوالنت تهیه می‌شوند می‌توان مستقیماً و یا از طریق رقیق کردن آنها به نسبت یکدهم اکی والنت به عنوان محلول تیتراسیون استفاده کرد. لازم به تذکر است که بین مقدار محلول استاندارد مصرفی و غلظت ماده مورد آزمایش در نمونه رابطه‌ای ساده برقرار می‌باشد.

در دستورالعملهای این کتاب در تعیین نتایج آزمونها همان ضوابط محلولهای سنجیده مراعات شده است زیرا تغییر این ارقام عادی ارزیابی نتایج آزمونها را مشکل خواهد کرد. در آزمونهای تیتراسیون معمولاً نرمالیت و همچنین ملاریت به طریق زیر محاسبه

$$C^X = \frac{C_M^X \cdot V_M}{V} \quad \text{می‌شود:} \quad (۲)$$

در این رابطه:

$$C^X = \text{نرمالیت محلول مورد آزمایش بر حسب اکویوالنت گرم در هزار سانتیمتر}$$

مکعب

$$C_M^X = \text{نرمالیت محلول سنجیده بر حسب اکویوالنت گرم در هزار سانتیمتر مکعب}$$

$$V_M = \text{حجم محلول سنجیده مصرفی به سانتیمتر مکعب}$$

$$V = \text{حجم انتخاب شده محلول مورد آزمون بر حسب سانتیمتر مکعب}$$

جرم و غلظت را می‌توان با کمک فرمول زیر به نرمالیت تبدیل کرد.

$$C^X = 10 \frac{W.S}{M^x} = 10 \frac{C}{M^x}$$

$$C^X = \text{نرمالیت بر حسب میلی اکی والنت در هزار سانتیمتر مکعب}$$

$$W = \text{جرم به درصد}$$

$$S = \text{وزن مخصوص بر حسب گرم}$$

$$C = \text{غلظت بر حسب گرم در صد سانتیمتر مکعب}$$

تهیه محلولهای سنجیده (استاندارد)

در بازار برای مصارف مختلف محلولهای سنجیده آماده و یا تغلیظ شده آنان جهت

تهیه محلولهای استاندارد عرضه می‌شوند. بعضی محلولهای مورد نیاز کارخانجات قند را نیز می‌توان بوسیله رقیق کردن این محلولها تهیه نمود.

مثال

- برای تهیه محلول $\frac{1}{2/8}$ نرمال اسید کلریدریک کافی است ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب اسید کلریدریک یک نرمال را با آب به حجم ۲۸۰۰ سانتیمتر مکعب برسانند و یا اینکه آن را با ۱۸۰۰ سانتیمتر مکعب آب مخلوط کنند.

- برای تهیه محلول $\frac{1}{2/8}$ نرمال اسید کلریدریک باید ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب اسید کلریدریک یک نرمال را با ۲۷۰۰۰ سانتیمتر مکعب آب رقیق نمود.

- برای تهیه محلول $\frac{1}{3}$ نرمال ید باستی ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب محلول ید یکدهم نرمال را با آب به ۳۰۰۰ سانتیمتر مکعب رسانید و یا اینکه با ۲۰۰۰ سانتیمتر مکعب آب آنرا مخلوط نمود.

چنین محلولهای سنجیده تا مدتی که تازه باشند احتیاج به کنترل مجدد ندارند زیرا غلظت این مواد شیمیایی از طرف کارخانه سازنده تضمین شده است.

محلولهای سنجیده‌ای که بصورت آماده در بازار موجود نباشند و یا قیمت محلول آماده آنها بسیار گران باشد می‌توان بدین طریق تهیه کرد که مقدار معینی از آن جسم را که قبلاً محاسبه شده وزن کرده و بعد از حل کردن آن را تا یک حجم معین رقیق نمود.

در این رابطه

$$m = \frac{C^X \cdot M^X \cdot V}{1000}$$

m = وزن جسم به گرم

C^X = نرمالیت بر حسب اکویوالنت گرم در هزار سانتیمتر مکعب

M^X = جرم اکویوالنت بر حسب گرم

V = حجم به سانتیمتر مکعب

در صورت لزوم محلولهای تهیه شده را با محلول تیتراسیون (استاندارد) کنترل و

تنظیم می‌کنند. محلولهای زیر جزء تجهیزات آزمایشگاههای کارخانجات قند می‌باشند:

۱ - محلول $\frac{1}{56}$ نرمال اتیلن دی‌آمین تتراستیک اسید EDTA = EDTE ملح دی سدیم

اتیلن دی آمین تترااستیک (دی هیدرات) را تا وزن ثابت در ۸۰ درجه سانتیگراد خشک کرده سپس ۳/۳۱۹ گرم از آن را به یک بالون یک لیتری منتقل و تا نزدیکی خط نشانه بالون را با آب پر می کنند و بعد از تنظیم درجه حرارت محلول در ۲۰ درجه سانتیگراد بالون را به حجم می رسانند.

۲ - محلول EDTE ۰/۰۱ نرمال

۳ - محلول ۰/۱ نرمال آمونیوم سولفات آهن هگزا هیدرات $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ سه خط ۴۰ تا ۴۲ گرم از آمونیوم سولفات آهن هگزا هیدرات را در آب حل کرده و به آن ۲۰ سانتی متر مکعب اسید سولفوریک غلیظ اضافه نموده بعد از تنظیم حرارت در بیست درجه سانتیگراد با آب حجم آنرا به ۱۰۰۰ سانتی متر مکعب می رسانند. نرمالیه این محلول را قبل از مصرف و یا روزانه با محلول ۰/۲۵ نرمال کرمات پتاسیم تعیین می نمایند. (به ۱-۶-۵-۲ مراجعه شود)

۴ - اسید استیک ۱ نرمال

۵ - محلول ید ۰/۱ نرمال

۶ - محلول ید $\frac{1}{3}$ نرمال: این محلول باید با $\frac{1}{3}$ نرمال تیوسولفات سدیم یا هیوسولفیت سدیم ($Na_2 S_2 O_3$) به طریق زیر کنترل شود:
۲۵ سانتی متر مکعب از محلول ید را بوسیله پی پت به ارلن مایر یا ظرفیت ۳۰۰ سانتی متر مکعب منتقل و بعد از اضافه کردن ۵ سانتی متر مکعب اسید استیک تقریباً ۵ نرمال با محلول تیوسولفات سدیم تا از بین رفتن رنگ معرف (نشاسته) تیترو می کنند.

$$f_j = \frac{V \cdot f}{25}$$

فاکتور محلول ید طبق رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$f_j = \text{فاکتور محلول ید}$$

$V =$ مقدار تیوسولفات مصرفی به سانتیمتر مکعب

$$f = \text{فاکتور محلول تیوسولفات}$$

۷ - محلول ید ۰/۰۱ نرمال

۸ - محلول ید ۰/۰۰۱ نرمال

۹ - محلول بیكرومات پتاسیم $K_2Cr_2O_7$ ۰/۲۵ نرمال

۱۲/۲۵۸ گرم بیكرمات پتاسیم را در آب حل کرده و در ۲۰ درجه سانتیگراد به حجم

۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب می‌رسانند. باید توجه نمود که قبل از توزین کرمات پتاسیم را مدت ۲

ساعت در ۱۰۵ درجه سانتیگراد خشک کرد.

✓ ۱۰ - محلول یدات پتاسیم KIO_3 ۰/۱ نرمال

۱۱ - محلول پرمنگنات پتاسیم K_2MnO_4 ۰/۰۱ نرمال

۱۲ - محلول هیدراکسید سدیم NaOH یک نرمال

۱۳ - محلول هیدراکسید سدیم $\frac{1}{2/8}$ نرمال، در صورتیکه امکان تهیه این محلول از طریق رقیق کردن محلول غلیظ آن نباشد کافی است که ۲۸/۵۳ گرم هیدراکسید سدیم متبلور را در آب حل کرده تا حجم ۲۰۰۰ سانتیمتر مکعب رقیق نمایند. (توجه: تولید حرارت). محلول حاصل را در مجاورت فنل فتالین با اسید کلریدریک $\frac{1}{2/8}$ نرمال دقیقاً تنظیم می‌کنند.

۱۴ - محلول هیدراکسید سدیم NaOH ۰/۲ نرمال

۱۵ - محلول هیدراکسید سدیم NaOH ۰/۱ نرمال

۱۶ - محلول هیدراکسید سدیم $\frac{1}{2/8}$ نرمال

۲۰۰ سانتیمتر مکعب $\frac{1}{2/8}$ نرمال هیدراکسید سدیم را تا حجم ۲۰۰۰ سانتیمتر

مکعب رقیق می‌نمایند.

۱۷ - محلول تیوسولفات سدیم $\frac{1}{3}$ نرمال

این محلول بایستی با ۰/۱ نرمال یدات پتاسیم تنظیم شود.

۲ گرم یدور پتاسیم KI را در ۱۰ سانتیمتر مکعب آب حل کرده و با ۵ سانتیمتر

مکعب اسید کلریدریک ۲ نرمال و ۱۰ سانتیمتر مکعب یدات پتاسیم در یک ارلن مایر مخلوط کرده در ارلن را با یک شیشه ساعت بسته و به مدت ۳۰ دقیقه در تاریکی می گذارند، بعد از این مدت ید جدا شده را با محلول تیو سولفات سدیم تا از بین رفتن رنگ معرف (نشاسته) تیترو می کنند. فاکتور محلول تیو سولفات طبق رابطه زیر محاسبه می شود:

$$f = \frac{30}{V}$$

f = فاکتور محلول تیو سولفات

V = مقدار تیو سولفات مصرفی به سانتیمتر مکعب

۱۸ - محلول تیو سولفات سدیم ۰/۰۱ نرمال

۱۹ - محلول تیو سولفات سدیم $\frac{1}{160}$ نرمال

برای تهیه این محلول ۶۲/۵ سانتیمتر مکعب تیو سولفات سدیم ۰/۰۱ نرمال را با آب جوشیده دریک بالون یک لیتری ریخته و در ۲۰ درجه سانتیگراد بالون را تا خط نشانه پر می کنند.

۲۰ - اسید اکزالیک COOH - COOH ۰/۰۱ نرمال

۲۱ - اسید کلریدریک $\left(\frac{1}{0.28} = \frac{1}{2/8}\right)$ نرمال

برای تهیه این محلول ۹۲۶ سانتیمتر مکعب اسید کلریدریک ۲۵٪ را با آب تا حجم ۲۰۰۰ سانتیمتر مکعب رقیق می نمایند. این محلول بایستی در مجاورت معرف متیل اورانژ تنظیم گردد.

۱/۸۹۰ گرم کربنات سدیم بایستی ۱۰ سانتیمتر مکعب محلول $\frac{1}{0.28}$ نرمال اسید

کلریدریک را خنثی کند.

۲۲ - اسید کلریدریک ۱ نرمال

۲۳ - اسید کلریدریک $\frac{1}{2/8}$ نرمال

در صورتیکه امکان تهیه آن بوسیله رقیق کردن محلولهای سنجیده آماده در بازار میسر نباشد باید ۹۳ سانتیمتر مکعب محلول اسید کلریدریک ۲۵٪ را با آب به حجم ۲۰۰۰ سانتیمتر مکعب رسانیده و برای تنظیم آن می توان از محلول کربنات سدیم که به طریقه زیر تهیه می شود، استفاده کرد.

کربنات سدیم بدون آب در در حرارت ۲۷۰ تا ۳۰۰ درجه سانتیگراد خشک نموده و بعد از سرد کردن در دیسکاتور بلافاصله ۲۰۰ تا ۴۰۰ میلی گرم از آن را وزن کرده و به یک

ارلن مایر منتقل می‌کنند.

بعد از حل کردن در آب با اسید کلریدریک $\frac{1}{2/8}$ نرمال در مجاورت متیل اورانژ تا تغییر رنگ آن را تیترو می‌نمایند. محلول خنثی را مدت کوتاهی جوشانیده و بعد از سرد شدن دوباره آنرا با اسید تیترو می‌کنند. ۱۸۹ میلی گرم کربنات سدیم بایستی ۱۰ سانتیمتر مکعب $\frac{1}{2/8}$ نرمال را خنثی کند.

۲۴ - اسید کلریدریک ۰/۱ نرمال

۲۵ - اسید کلریدریک $\frac{1}{28}$ نرمال

۲۰۰ سانتیمتر مکعب اسید کلریدریک $\frac{1}{2/8}$ نرمال را باید به حجم ۲۰۰۰ سانتیمتر مکعب رسانید.

۲۶ - اسید سولفوریک ۱ نرمال

۲۷ - محلول نیترات نقره AgNO_3 ۰/۰۲ نرمال

محلولهای معرف و یا اندیکاتور

اندیکاتورهای زیر جزء تجهیزات آزمایشگاه کارخانه قند می‌باشند.

۱ - اسید کالکون کربونیک
Calaconcarbon

۲۰۰ میلیگرم اسید کالکون کربونیک را در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب متانول حل کنید.

۲ - اریوکروم بلاک
Eriochromblau

۲۰۰ میلیگرم اریوکروم بلوبلاک را در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب متانول حل کنید.

۳ - محلول فرواین
Ferroin

۱/۴۸۷ گرم ۱/۱۰ - فنان ترولین منوهیدرات Phenanthrolin - 1/10 و ۶۹۵

میلیگرم سولفات آهن $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ را در مقداری آب حل کرده، به حجم ۱۰۰ سانتیمتر مکعب می‌رسانند (مخلوط کمپلس).

۴ - محلول کنگورد
Kongored

۲ گرم کنگورد را در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب آب حل می‌کنند.

۵ - متیلن بلو
Methylenblau

۱ گرم متیلن بلورا در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب آب حل کرده از یک کاغذ صافی ضخیم

آنرا عبور می دهند.

Methylorange

۶ - متیل اورانژ

۲۰۰ میلیگرم متیل اورانژ را در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب آب حل می کنند

(تغییر رنگ $PH=4$)

۷ - محلول اندیکاتور مخلوط: ۱۰۰ میلیگرم بروم گروزول گرین Bromkresolgreen و

۲۰ گرم متیل رد Methylred را در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب اتانول Ethanol حل می نمایند

(تغییر رنگ در $PH=5/1$)

۸ - محلول فنل فتالین

محلول الف: ۱ گرم فنل فتالین را در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب اتانول حل می کنند.

محلول ب: ۱۰۰ میلیگرم فنل فتالین را در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب اتانول حل

می نمایند (تغییر رنگ در $PH=8/2$)

۹ - چسب نشاسته:

۱ گرم نشاسته محلول در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب محلول کلرور سدیم اشباع شده حل

کرده و مدت کمی آنرا می جوشانند.

محلولهای متفرقه

تهیه اینگونه محلولها در دستورالعملهای مربوطه ذکر گردیده است.

نمونه برداری

کلیات

اخیراً مسائل مربوط به نمونه برداری در رابطه با کنترل کیفی محصولات صنعتی مورد

توجه بیشتری قرار گرفته است.

برای نمونه برداری از محصولات قندی بجز محصولاتی که در قسمتهای بعدی از آنها

نام برده می شود تاکنون دستورالعمل و قاعده لازم الاجرائی عرضه نشده است. اطلاعات و

راهنمایی هائیکه بطور خلاصه در زیر آمده نکاتی است کلی در مورد نمونه برداری که رعایت

این نکات در بدست آوردن نتایج صحیح و قابل اطمینان تجزیه ها بسیار موثر است.

از بررسی و مطالعه کامل مسائل مربوط به نمونه برداری با استفاده از اصول آماری و احتمالات در محدوده این نوشته صرفنظر شده است ولی کسانی که مایل به کسب اطلاعات بیشتری در این مورد هستند باید به منابع تخصصی مراجعه نمایند.

اصولی ترین ضابطه در مورد نمونه برداری این است که مقدار نمونه باندازه‌ای باشد که برای همه آزمایشهای پیش‌بینی شده کفایت نماید.

همچنین بایستی نمونه مورد آزمایش میانگین کل جسم مورد آزمایش بوده و خصوصیات آن مبین خصوصیات کل جسم (محموله، بسته، صندوق) باشد. عملاً دسترسی به موارد فوق به سادگی انجام پذیر نیست، زیرا معمولاً نمونه‌ای که گرفته می‌شود نمی‌تواند معرف مشخصات کامل کل جسم مورد آزمایش که بعضی مواقع مقدار آن به صدها تن می‌رسد، باشد.

راهنمایی برای نمونه برداری

مواد مورد آزمایش یکنواخت

نمونه برداری از مواد یکنواخت مثل گازها، محلولها (اجسامی که با یکدیگر خوب مخلوط می‌شوند) و یا مواد جامدی که بصورت پودر هستند نسبتاً به راحتی انجام می‌گیرد. تعداد نمونه‌های لازم برای بدست آوردن نتیجه میانگین می‌توانند کم باشند. غالباً برای آزمایشهای تکراری یا جاری تنها یک نمونه به وزن ۵۰۰ گرم و یا به حجم ۵۰۰ سانتیمتر مکعب کفایت میکند. تعداد نمونه‌های تکراری در یک سیستم مداوم (کنتی نو) بستگی به سرعت تغییر خصوصیات ماده مورد آزمایش و همچنین بستگی به دامنه این تغییرات و اثرات منتج از آنها دارد. قاعدتاً نمونه برداری برای تجزیه در آزمایشگاههای صنایع قند جهت کنترل فنی کارخانه باید هر یک ساعت و یا دو ساعت انجام گیرد. ولی در سیستمهای متناوب و غیر دائم مثل آزمایش موجودی انبارها و یا آزمایش محموله‌ها و غیره حداقل از هر توده و یا محموله یک نمونه باید گرفته شود. از مایعات مثل شربت‌ها بهتر است که نمونه از لوله‌های فرعی که شربت بطور مداوم در آنها جریان دارد گرفته شود. مقرون به صرفه است که لوله‌های مختلفی را در یک مرکز بهم وصل کرده و از آن محل نمونه گرفت. در اینجا بایستی مخصوصاً برای جلوگیری از آلودگی (اینفکسیون) تدابیری اتخاذ گردد. شیر نمونه‌گیری باید در جایی تعبیه شود که در آنجا ماده مورد آزمایش خوب مخلوط گردد (مثل لوله‌ها و یا مخازنی که مجهز

به دستگاه بهمن هستند). قبل از نمونه گرفتن باید شیر را مدتی باز گذاشت تا مواد ساکن در آن تخلیه و مواد تازه در آن جریان یابد.

در مورد مایعات داغ خصوصاً اگر تحت فشار باشند برای جلوگیری از بروز هر نوع سانحه و همچنین برای جلوگیری از ضایعات بخار بایستی نمونه حتی المقدور بعد از دستگاه سردکننده گرفته شود.

در مورد نمونه گرفتن از روی نقاله‌ها، هلیسها و غیره بهتر است که نمونه برداری از قسمت آخر آنها انجام شود.

مواد مورد آزمایش غیر یکنواخت

در مورد موادی که خصوصیات آنها تا حدی با یکدیگر تفاوت دارند نمونه برداری با اشکلاتی مواجه می‌باشد. مثل نمونه برداری از چغندرهای قند و یا خلال چغندر و یا از قشرهای مختلف یک سیلو. در اینمورد صحت نتایج آزمایشها به تعداد آزمایشها و حجم نمونه بستگی داشته و برای آزمایش محمولات بزرگ تعداد نمونه‌های لازم را می‌توان با رابطه زیر تعیین نمود:

$$n = \left(\frac{3 \bar{S}}{E} \right)^2 \quad (5)$$

در این رابطه:

n = تعداد یا وزن نمونه

\bar{S} = انحراف استاندارد تصحیح شده (میانگین حاصله از انحراف استاندارد

چند آزمایش)

E = حداکثر خطای مجاز

فاکتور ۳ در اینرابطه نمایانگر درجه اطمینان ۹۹/۷٪ می‌باشد. در مواردی که انتظار دقت کمتری از نتایج آزمونها باشد فاکتور کوچکتری را می‌توان انتخاب نمود. (مثلاً ۱/۹۶ برای درجه اطمینان ۹۵٪) از آنجائیکه استفاده از رابطه ۵ برای محموله‌های کوچک بعلت اینکه قسمت اعظم آن محموله بصورت نمونه مصرف می‌شود مقرون به صرف نمی‌باشند، برای تعیین تعداد نمونه‌ها در این موارد بجای رابطه ۵ از رابطه ۶ باید استفاده کرد.

$$n' = n \left(\frac{N}{n+N} \right) \quad (6)$$

در این رابطه:

$$n^1 = \text{تعداد یا وزن نمونه}$$

$$n = \text{تعداد نمونه‌ها طبق رابطه ۵}$$

$$N = \text{مقدار کل محموله (تعداد و یا وزن کل)}$$

دقت آزمایش محموله‌های سنگین وزن را می‌توان با کمترین هزینه (در رابطه با تعداد آزمایشها) بوسیله نمونه برداری چند مرحله‌ای افزایش داد. وابستگیهای اصولی برای مثال در آزمایش محموله‌های تحویلی چغندر قند به کارخانه نشان داده شده است. در هر مرحله می‌توان ضوابط زیر را تعیین نمود:

مرحله ۱ - سهم هر محموله مورد آزمایش (n_1) در تعداد کل محموله‌ها (N)

مرحله ۲ - تعداد نمونه‌های گرفته شده از قسمت‌های مختلف یک کامیون (n_2)

مرحله ۳ - تعداد تجزیه‌ها و نتیجه‌ای که از آنها متج گردیده است (n_3)

حاصلضرب $(n_1) \times (n_2)$ نمایانگر تعداد نمونه‌های گرفته شده می‌باشد. نمونه میانگین را بدینصورت تهیه می‌کنند که تک تک نمونه‌ها را با یکدیگر مخلوط کرده و بعد از خرد کردن بصورت خمیر (بوسیله دستگاه خمیر سازی) در آورده آنرا تجزیه می‌کنند. از آنجائی که خطاهای تصادفی آنالیز در مقابل خطاهای تصادفی نمونه برداری خیلی کوچک است برای تجزیه‌های تکراری غالباً تنها یک تجزیه کافی خواهد بود ($n_3 = 1$). چون خصوصیات چغندرها یک محموله با یکدیگر فرق دارند. لذا بایستی تعداد نمونه‌های گرفته شده برابر یک و یا بهتر است، بیش از یک باشد ($n_1 = n_2$). از طرف دیگر چون بین خصوصیات محموله‌ها از یک مزرعه (کل چغندر تحویلی) نیز اختلافاتی وجود دارد، بایستی از هر محموله که به یک کارخانه تحویل داده می‌شود یک نمونه گرفته شود ($n_1 = N$). در موارد بخصوصی می‌توان تعداد نمونه‌های لازم را طبق آنالیز متغیر *Varianzanalyse* تعیین کرد.

در هر حال برای هر کار باید محدودیتی قائل شد. مثلاً در موقع تحویل چغندر از هر محموله نمی‌توان بیش از یک نمونه را تجزیه نمود زیرا هر چه تعداد نمونه‌ها افزایش یابد به همان نسبت مقدار چغندرها خرد شده بعد از ماشین خمیرگیری زیادتر شده و مآلاً باعث افزایش ضایعات و هزینه اضافی خواهد شد. نمونه برداری و تجزیه اجسام خشک و روان

بدینصورت انجام می‌گیرد که از هر محموله در موقع تخلیه و در فواصل معین نمونه گرفته می‌شود مثلاً (از هر یک تن یک نمونه).

در بعضی موارد از دستگاههای نمونه برداری خودکار استفاده می‌کنند. برای نمونه برداری از توده‌های بزرگ باید بطور اتفاقی از تمام قشرهای مختلف جسم مورد آزمایش طبق ضوابط زیر نمونه گرفت:

تا ۲ تن حداقل	۵ نمونه
۲ تا ۵ تن	۱۰ نمونه
بیشتر از ۵ تن	۲۰ نمونه

این نمونه‌ها را با یکدیگر خوب مخلوط کرده و سپس از طریق تقسیم کردن (مثلاً به چهار قسمت مساوی) نمونه میانگینی بدست می‌آید. عمل تقسیم کردن را آنقدر ادامه می‌دهند تا اینکه نمونه آخری وزنی بین ۲ تا ۴ کیلوگرم داشته باشد.

آماده کردن نمونه

پس از برداشتن و انتخاب نمونه آن را در ظرفهای خشک و یا در صورت امکان در ظروفی که قبلاً با نمونه مورد آزمایش شسته شده باشند نگهداری می‌کنند. از بشر، بطری و یا قوطیهای پولی اتیلن می‌توان استفاده کرد. برای تجزیه‌ای میکروبیولوژیکی بایستی از ظروف قابل استریلیزه شدن (شیشه پولی اتیلن، پولی متیل پن تولن Polymethylentylene) استفاده نمود.

برای جلوگیری از تغییر رطوبت و یا آلودگی مواد رادیواکتیو بایستی از ظروف دربدار استفاده شود. ظروف حامل نمونه آزمایشگاهی باید با خط خوانا نوشته و در صورت لزوم قبل از خالی کردن آنها را در حمام آب گرم ۲۰ درجه سانتیگراد قرار داد (برای نمونه‌های پخت درجه حرارت حمام آب گرم باید ۴۰ درجه سانتیگراد باشد). اگر بخواهند نمونه‌های گرفته شده را مدت زیادی نگهداری و یا به نقاط دیگر حمل نمایند، آنها را بصورت یخ زده در آورده و یا اینکه با اضافه کردن مواد نگهدارنده‌ای که تاثیری روی ترکیبات نمونه نداشته باشد مانع فساد آنها می‌شوند.

نمونه‌هایی که برای تجزیه‌های میکروبیولوژیکی در نظر گرفته شده‌اند بایستی بلافاصله

بعد از آماده کردن نمونه تجزیه شوند. همچنین نمونه‌هایی که درصد ماده خشک آنها زیاد باشد بایستی در کمتر از چند ساعت عملیات تجزیه آنان به پایان برسد.

تذکراتی در مورد دستورالعملهای اختصاصی در رابطه با نمونه برداری

نمونه برداری شکر خام - ملاس

انتشارات سالنامه قند سازی ۱۹۶۵/۶۶ هامبورگ صفحه ۵۸۸-۵۹۵

۲- درصد قند یا پولاریزاسیون

وسایل و دستگاهها

- سه پایه (با ارتفاع تقریباً ۱۱ سانتیمتر، قطر حفره ۶ سانتیمتر و با ظرفیت ۳۰۰ سانتیمتر مکعب.
- بالون مدرج (بالون ژوزه) با حجم ۱۰۰ سانتیمتر مکعب (حد انحراف $\pm 0.1\%$ برای تجزیه شکر سرخ و شکر سفید، رقم مذکور $\pm 0.2\%$ است.
- بالون مدرج ۱۱۰/۱۰۰ سانتیمتر مکعب (استاندارد شده طبق دستورالعمل فصل اول)
- استوانه مدرج (مزور - سیلندر) با حجم ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب
- شیشه ساعت
- پیپتها با حجم ۱۷۷ سانتیمتر مکعب، حتی المقدور با دستگاه تنظیم نقطه صفر اتوماتیک (استاندارد شده)
- بشر فلزی دربدار و آببندی شده با حجم حدود ۳۰۰ سانتیمتر مکعب.
- دستگاه مخلوط کن (۱۲۰۰۰ تا ۱۵۰۰۰ دور در دقیقه) یا ساعت اتوماتیک (رله) که در زمان معین دستگاه را خاموش می‌کند. همراه با ظروف مخلوط کن (از نوع کوتاه)
- پولاریمتری با درجات ساکاریمتری (ساکاریمتر)، لوله پولاریمتر (حد انحراف طول لوله $\pm 0.15\%$) لوله کوارتس برای کنترل ساکاریمتر (یکسری با درجات حدود ۲۰-۵۰ و ۱۰۰ درجه ساکاروز)
- دو دستگاه ترازوی دقیق آزمایشگاهی با دقت قرائت یک میلیگرم و یکدهم گرم

- کپسول فلزی توزین با مجرا

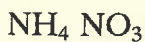
- رفراکتومتر با ترمواستات

- قیف با ظرفیت حدود ۱۰۰ سانتیمتر مکعب (طول دم قیف باید به اندازه‌ای باشد که در موقع فیلتراسیون نوک آن به داخل فیلترات نرود) کاغذ صافی (با سرعت فیلتراسیون زیاد و قطر ۱۸ سانتیمتر). برای محلولهای رنگین و کدر بایستی از کاغذهای صافی که دارای ذغال حیوانی و یا خاک فسیل می‌باشند، استفاده کرد.

- دو دستگاه حمام آبگرم با درجات $2/0 \pm$ و 20 و 80 درجه سانتیگراد.

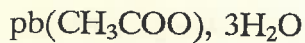
راکتیفها و محلولها

راکتیفها:

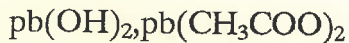


- نیترات آمونیم متبلور

- اتر



- استات سرب دو ظرفیتی با سه مولکول آب



- اکسید سرب قلیایی به روش هورن



- اکسید سرب

- آب مقطر عاری از اکسید دوکربن (طرز تهیه مثلاً از طریق جوشاندن آب خالص بدون

یون)

محلولها:

- محلول نیترات آمونیم:

۱۰۰ گرم نیترات آمونیم متبلور را در ۹۰۰ سانتیمتر مکعب آب حل می‌کنند.

محلولهای استات سرب قلیایی (سواستات)

الف - طرز تهیه طبق استاندارد (DAB 6) (کتاب داروسازی آلمان شماره ۶) ۳۰۰ گرم استات سرب متبلور با سه مولکول آب را دقیقاً وزن کرده و با ۱۰۰ گرم اکسید سرب در یک هاون خوب می‌سایند (اینعمل زیر هواکش انجام می‌شود). مخلوط حاصل را سپس با ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب آب عاری از اکسید دوکربن در ظرفی درب دار تکان داده و سپس به مدت یک هفته آن را به حال خود می‌گذارند تا اینکه رنگش سفید و متمایل به قرمز شده و تقریباً

تمامی مواد جامد در آن حل شود. محلول حاصل چون کمی کدر است، آن را مدتی در ظرفی دربسته نگه می‌دارند تا مواد معلق آن ته نشین گردد، سپس آنرا صاف می‌کنند. فیلترات بایستی زلال و بیرنگ باشد تا رنگ کاغذ تریباتین (لاکاموس) را آبی و رنگ فنل فتالئین را تغییر ندهد. وزن مخصوص فیلترات بایستی بین $1/232$ و $1/237$ گرم در سانتی‌مترمکعب باشد. در صورتیکه مخلوط را در حمام آب گرم به مدت چند ساعت حرارت دهند بدهی است که سرعت حلالیت اکسید سرب افزایش یافته و از این طریق می‌توان محلول استات سرب قلیایی را زودتر تهیه کرد. در این روش بایستی مخلوط را در حین حرارت دادن بهم زد. آنرا در ظرف در بسته بمدت یک روز بحال خود گذاشت و سپس آنرا صاف نمود. در صورت لزوم قبل از صاف کردن بایستی آب تبخیر شده را به مخلوط اضافه کرد.

در سال ۱۹۷۸ ایکومزا (کمیسیون بین‌المللی برای یکنواخت کردن آنالیزهای شکر) توصیه نمود که غلظت سرب (به صورت PbO) در محلولهای استات سرب قلیایی بایستی برابر مقادیر زیر باشد:

مقدار سرب کل = 5 ± 205 گرم در ۱۰۰۰ دسی‌مترمکعب

مقدار سرب قلیائی $0/5 \pm 36$ درصد سرب کل

ب - طرز تهیه محلول به روش هورن (طبق توصیه ایکومزا)

۵۶۰ گرم مخلوط (هیدراکسید سرب $Pb(OH)_2$ و استات سرب) هورن را در یک لیتر آب عاری از کربن دواکسید حل می‌کنند. قسمت زلال مخلوط را با دقت جدا کرده و با تقریباً ۸۵۰ سانتیمتر مکعب آب عاری از اکسید و کربن آنرا رقیق می‌کنند. وزن مخصوص محلول حاصل باید برابر $1/24$ گرم در سانتیمتر مکعب باشد. غلظت سرب بصورت (pbo) باید $9/5$ تا $10/5$ درصد سانتیمتر مکعب باشد.

محلولهای رقیق شده استات سرب قلیایی

مخلو الف - ۱۵۰ سانتیمتر مکعب از محلول استات سرب قلیایی را با ۸۵۰ سانتیمتر

مکعب آب مخلوط می‌کنند

مخلو ب - ۲۵ سانتیمتر مکعب از محلول استات سرب قلیایی را با ۹۷۵ سانتیمتر

مکعب آب مخلوط می‌نمایند.

حتی المقدور از تماس محلولهایی که دارای سرب هستند با اکسید دوکربن موجود در هوا باید جلوگیری نمود. برای نگهداری محلولهای استات سرب توصیه می شود که یک لوله خشک که از هیدراکسید پتاسیم و یا کربنات سدیم و کلسیم پر شده است روی ظرف استات سرب تعبیه گردد. بدیهی است که استفاده از محلولهای استات سرب که کدر هستند مجاز نمی باشند. کلیه ضوابط ایمنی معتبر در مورد کار کردن با محلولهایی که دارای سرب می باشند بایستی مراعات گردد.

طریقه عمل و ارزشیابی

روشهای استاندارد

آماده کردن محلول برای آزمایش

برای جلوگیری از اشتباهاتی که در اثر تغییر مقدار آب نمونه (در اثر تبخیر) بوجود می آید بایستی نمونه را بعد از اینکه درجه حرارتش مطابق درجه حرارت محیط شد، مدت کوتاهی خوب مخلوط کرده و بلافاصله مقدار ۲۶ گرم (وزن نرمال) آنرا با دقت لازم توزین نمود. عمل توزین باید سریع بطوریکه ذکر گردید بلافاصله بعد از باز کردن درب ظرف نمونه انجام گیرد.

دقت لازم برای تعیین پولاریزاسیون	$\pm 0.1\%$	$\pm 0.05\%$	$\pm 0.01\%$
دقت لازم در توزین (میلی گرم)	± 10	± 5	± 5

نمونه توزین شده را بلافاصله بعد از توزین به بالونی با ظرفیت ۱۰۰ سانتیمتر مکعب منتقل و تقریباً ۶۰ سانتیمتر مکعب آب به آن می افزایند.

در صورت لزوم برای تصفیه می توان از محلول استات سرب استفاده کرد. (مقدار استات سرب لازم در بخش دوم ذکر شده است).

محتوای بالون را خوب مخلوط کرده سپس در حالیکه بالون را می چرخانند آنرا با آب تا نزدیکی خط نشانه پر می کنند. در صورتیکه در سطح مایع کف ایجاد شود و مانع تشخیص خط نشانه گردد، برای از بین بردن آن بایستی چند قطره ۱ تر در بالون ریخت. بالون را تا

بیست درجه سانتیگراد سرد می‌کنند (با استفاده از حمام با ترمواستات که روی بیست درجه سانتیگراد تنظیم شده باشد) و بعد از خشک کردن گلوی بالون (با کاغذ صافی) آنرا به حجم می‌رسانند.

محتوی بالون را خوب مخلوط کرده و در صورت لزوم آنرا صاف می‌کنند. برای صاف کردن مخلوط بایستی دقت نمود که حجم قیف و فیلتر به قدری باشد که تمام محتوای بالون یکمرتبه در آن جای گیرد. برای جلوگیری از تغییر غلظت در اثر تبخیر بهتر است که روی قیف را با شیشه ساعت بپوشانند.

اشکالاتی که در حین فیلتراسیون (صاف کردن) بروز می‌کند اغلب با افزودن خاک فسیل به مخلوط و یا با استفاده از کاغذهای صافی که دارای خاک فسیل می‌باشند بر طرف می‌گردد. از آنجایی که کاغذهای صافی خاک فسیل دار در موقع فیلتراسیون مقداری از خاک فسیل خود را از دست می‌دهند، توصیه می‌شود که یک کاغذ صافی معمولی در زیر آن قرار دهند.

به سبب کدر بودن، اولین قطرات محلول رد شده از صافی را (حدود ده الی بیست سانتیمتر مکعب) دور می‌ریزند. در مواقعی که مقدار فیلترات برای شستن لوله پولاریمتر کافی نباشد بایستی مقدار نمونه را دو برابر کرد (دو برابر وزن نرمال یعنی ۵۲ گرم در ۲۰۰ سانتی متر مکعب)

سنجش زاویه انحراف

قبل از شروع سنجش با ساکاریمترهایی که مجهز به صفحه کوارتس می‌باشند بایستی توجه نمود که فیلتر زرد در مسیر نور قرار داشته باشد. فقط در صورتیکه محلول مورد آزمایش رنگین باشد می‌توان فیلتر را از مسیر خارج نمود ولی در موقع کنترل نقطه صفر با لوله خالی بایستی فیلتر در مسیر نور قرار گیرد. ضمناً باید مطمئن شد که طول لوله پولاریمتر با طول لوله‌ای که برای دستگاه در نظر گرفته شده است کاملاً مطابقت دارد. در موقع سنجش با پولاریمترهای چشمی (Visuel) باید سعی نمود که هر دو قسمت صفحه رویت از نظر شدت نور به صورت هم‌رنگ تنظیم گردند. در پولاریمترهای اتوماتیک عمل سنجش از طریق الکتریکی انجام می‌شود. در هر آزمایش در ابتدا درجه صفر دستگاه را خوانده و در صورت لزوم آن را تنظیم می‌کنند و سپس لوله پولاریمتر خالی و یا با آب پر شده آن را در مسیر نور قرار داده و دوباره رقم لوله را قرائت می‌کنند. در این باره لازم است به موارد زیر توجه شود:

الف - در صورتیکه لوله پولاریمتر تمیز و خشک باشد احتیاج به شستن لوله با محلول مورد آزمایش نیست

ب - در حالتیکه لوله قبلاً محلولی دیگر و یا آب داشته باشد بایستی لوله را با محلول مورد آزمایش حداقل دویار شست و بعد آنرا از نمونه پر کرد.

عمل قرائت دستگاههای پولاریمتر چشمی بستگی به دقت آزمایش دارد و برای هر نمونه دو الی چند بار تکرار می شود.

نتیجه

ارقام قرائت شده در پولاریمتر را بایستی در صورت لزوم بوسیله فاکتورهای زیر تصحیح نمود.

الف - تصحیح نقطه صفر

برای تصحیح نقطه صفر از رقمی که در موقع استفاده از لوله خالی بدست آمده است استفاده می کنند (علامت مثبت و منفی فراموش نشود). رقم تصحیح نقطه صفر نبایستی بزرگتر از ± 0.2 درجه ساکاروز باشد. (فصل اول)

ب - تصحیح درجات

رقم قرائت شده را بعد از تصحیح نقطه صفر در فاکتوری که از طریق کنترل پولاریمتر با لوله کوارتس بدست آمده است، ضرب می کنند. (فصل اول)

پ - تصحیح حجم بالون اندازه گیری (با ظرفیت ۱۰۰ سانتیمتر مکعب)

نتیجه آزمایش و یا سنجش را بایستی در کسر $\frac{V}{100}$ ضرب کرد (باید توجه داشت که تا چهار رقم بعد از ممیز را در محاسبه ملحوظ نمود). در اینجا V حجم واقعی بالون اندازه گیری (۱۰۰ سانتیمتر مکعب) می باشد. (فصل اول)

ت - در حالتی که تهیه نمونه (محلول) و عمل سنجش در ± 0.2 درجه سانتیگراد انجام شود، از تصحیح درجه حرارت می توان حتی برای آزمایشهای بسیار دقیق صرف نظر کرد. (فصل اول)

با در نظر گرفتن موارد فوق درصد قند یا پولاریزاسیون نمونه را بر حسب درجه ساکاروز (Os) می توان معین کرد.

روشهای اختصاصی

توزینهای استثنائی (غیر نرمال)

در بعضی موارد ایجاد می‌کند که از وزن نرمال صرفنظر کرده و وزنهای دیگری را انتخاب نمود. مثلاً برای آزمایش درصد قند موادی که دارای درصد قند کمتری می‌باشند، بهتر است که بجای ۲۶ گرم وزن نرمال دو برابر وزن نرمال یعنی ۵۲ گرم وزن کرده و تا حجم صد سانتی متر مکعب آن را رقیق نمود و یا برعکس بعضی از نمونه‌ها رنگین هستند و بایستی از آنها نصف وزن نرمال را وزن کرد و به حجم صد سانتیمتر مکعب رسانید (مثل ملاس). بدیهی است که در هر دو حالت در ارزیابی بایستی مقدار نمونه وزن شده را مد نظر داشت و در محاسبات ملحوظ نمود.

باید توجه کرد که هرچقدر وزن نمونه بیشتر باشد نتیجه آزمایش از دقت بیشتری برخوردار خواهد بود و برعکس اگر وزن نمونه کم باشد مسلماً نتیجه آزمایش دارای اشتباهات بزرگتری می‌باشد. تاثیر وزن نمونه کم را می‌توان در حالتی که محلول مورد آزمایش از شفافیت خوبی برخوردار باشد، بوسیله استفاده از لوله پولاریومتر بلند خنثی کرد.

روشهای افزایشی

به ۲۶ گرم نمونه خرد شده ۱۷۷ سانتیمتر مکعب محلول رقیق شده استات سرب قلیائی اضافه کرده و سپس طبق ضوابط زیر عمل می‌کنند:

الف - روش دیژسیون آبکی سرد

طبق این روش مخلوط فوق را در ظرفی در بسته به مدت پنج دقیقه تکان داده و سپس آنرا صاف می‌کنند.

ب - روش خرد کردن

طبق این روش مخلوط فوق را در یک دستگاه مخلوط کن Mixer با تقریباً ۱۵۰۰۰ دور در دقیقه به مدت دو دقیقه (با استفاده از ساعت اتوماتیک که در زمان معین دستگاه را خاموش کند) خرد و مخلوط کرده و سپس آنرا صاف می‌کنند.

پ - روش دیژسیون آبکی گرم

مخلوط فوق را در یک ظرف فلزی دربار آب بندی شده، ریخته خوب تکان داده و مدت ۳۰

دقیقه در حمام آب گرم با دمای ۸۰ درجه سانتیگراد قرار می‌دهند. سپس ظرف را تا ۲۰ درجه سانتیگراد سرد کرده، پس از تکان دادن مخلوط را صاف می‌کنند. در صورت استفاده از لوله ۲۰۰ میلی متری - ارقام قرائت شده را باید دو برابر کرد (۱۳ گرم نمونه در ۱۰۰ سانتی متر مکعب). در مورد یکسری از تولیدات کارخانه قند (خلال - تفاله پرس شده - تفاله خشک یا گل صافی) بایستی اوزان دیگری را انتخاب کرد (اطلاعات بیشتر در بخش دوم).

روش صد و صد و ده

آزمایش محلولهایی که دارای قند کمتری هستند (کمتر از ۲۵٪ و احتیاج به تصفیه نیز دارند، بدین صورت انجام می‌شود که صد سانتیمتر مکعب آنرا در یک بالون مخصوص با خط نشانه‌های ۱۰۰ و ۱۱۰ سانتیمتر مکعب ریخته، چند قطره مواد تصفیه کننده (محلول استات سرب قلیایی، در مورد مقدار لازم به بخش دوم مراجعه شود)، به آن افزوده در بیست درجه سانتیگراد بالون را تا خط نشانه ۱۱۰ پر می‌کنند. بعد از مخلوط کردن و صاف کردن درصد قند آنرا با پولاریمتر تعیین می‌کنند. عدد خوانده شده در پولاریمتر را باید در فاکتور زیر ضرب نمود تا مقدار درصد قند نمونه بدست آید:

$$f = \frac{26}{100 \rho} \frac{110}{100} = \frac{0.286}{\rho}$$

در این رابطه:

ρ = وزن مخصوص نمونه به گرم در سانتیمتر مکعب می‌باشد

روش ساده‌تر استفاده از جدول مخصوصی که بر اساس جدول اشیتس و پار, Schmitz Paar تهیه شده است، می‌باشد. (جدول شماره یک)

روش آزمایش در مورد محلولهایی که احتیاج به تصفیه ندارند مثل شربت رقیق، بدین صورت است که لوله پولاریمتر را مستقیماً از نمونه پر کرده و رقم قرائت شده در پولاریمتر را در فاکتور زیر ضرب می‌کنند:

$$f = \frac{26}{100 \rho} = \frac{0.26}{\rho}$$

مقدار ماده خشک درصد سانتیمتر مکعب محلول برابر با $(\rho \cdot 100)$ گرم می‌باشد. وزن مخصوص را بهتر است از طریق تعیین درصد ماده خشک به روش رفاکتومتری و با استفاده از جدول شماره ۴ تعیین نمود.

جدول ۱: تعیین درصد قند به روش صد - صد و ده

ارقام در جدول مبین درصد قند O_S P' رقم صحیح قرائت شده در پلاریمتر P'' رقم اعشاری قرائت شده در پلاریمتر w_{TS} درصد ماده خشک (به روش رفاکتومتری)

رقم مقابل ارقام اعشاری قرائت شده در پلاریمتر را باید به رقم مندرج در جدول افزود.

P' °S	w_{TS} in %								
	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0	3,5	4,0	4,5
1	0,29	0,29	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28
2		0,57	0,57	0,57	0,57	0,57	0,57	0,56	0,56
3		0,86	0,86	0,85	0,85	0,85	0,85	0,85	0,85
4			1,14	1,14	1,14	1,13	1,13	1,13	1,13
5			1,43	1,42	1,42	1,42	1,41	1,41	1,41
6				1,70	1,70	1,70	1,70	1,69	1,69
7 Zehntel-				1,99	1,99	1,98	1,98	1,98	1,97
8 grade					2,27	2,27	2,26	2,26	2,25
9 am Pola-						2,55	2,55	2,54	2,54
10 rimeter		Korr.				2,83	2,83	2,82	2,81
11 ,1		0,03					3,11	3,11	3,10
12 ,2		0,06					3,40	3,39	3,38
13 ,3		0,09						3,67	3,66
14 ,4		0,11						3,95	3,95
15 ,5		0,14							4,23
		0,17							
		0,20							
		0,23							
		0,26							

ادامه جدول ۱

P' °S	w_{TS} in %									
	10,0	10,5	11,0	11,5	12,0	12,5	13,0	13,5	14,0	14,5
15	4,14	4,13	4,12	4,11	4,10	4,10	4,09	4,08	4,07	4,06
16	4,41	4,40	4,39	4,39	4,38	4,37	4,36	4,35	4,34	4,33
17	4,69	4,68	4,67	4,66	4,65	4,64	4,63	4,62	4,61	4,60
18	4,96	4,95	4,94	4,93	4,92	4,91	4,90	4,89	4,89	4,88
19	5,24	5,23	5,22	5,21	5,20	5,19	5,18	5,17	5,16	5,15
20	5,52	5,50	5,49	5,48	5,47	5,46	5,45	5,44	5,43	5,42
21	5,79	5,78	5,77	5,76	5,74	5,73	5,72	5,71	5,70	5,69
22	6,07	6,05	6,04	6,03	6,02	6,01	5,99	5,98	5,97	5,96
23	6,34	6,33	6,32	6,30	6,29	6,28	6,27	6,25	6,24	6,23
24	6,62	6,61	6,59	6,58	6,57	6,55	6,54	6,53	6,51	6,50
25	6,89	6,88	6,87	6,85	6,84	6,83	6,81	6,80	6,78	6,77
26	7,17	7,16	7,14	7,13	7,11	7,10	7,08	7,07	7,06	7,04
27	7,45	7,43	7,42	7,40	7,39	7,37	7,36	7,34	7,33	7,31
28	7,72	7,71	7,69	7,67	7,66	7,64	7,63	7,61	7,60	7,58
29	8,00	7,98	7,97	7,95	7,93	7,92	7,90	7,89	7,87	7,85
30	8,27	8,26	8,24	8,22	8,21	8,19	8,17	8,16	8,14	8,13
31	8,55	8,53	8,51	8,50	8,48	8,46	8,45	8,43	8,41	8,40
32	8,82	8,81	8,79	8,77	8,75	8,74	8,72	8,70	8,68	8,67
33	9,10	9,08	9,06	9,05	9,03	9,01	8,99	8,97	8,96	8,94
34	9,38	9,36	9,34	9,32	9,30	9,28	9,26	9,25	9,23	9,21
35	9,65	9,63	9,61	9,59	9,57	9,56	9,54	9,52	9,50	9,48

ادامه جدول ۱

P' °S	w_{TS} in %									
	15,0	15,5	16,0	16,5	17,0	17,5	18,0	18,5	19,0	19,5
25	6,76	6,74	6,73	6,72	6,70	6,69	6,68	6,66	6,65	6,63
26	7,03	7,01	7,00	6,98	6,97	6,96	6,94	6,93	6,91	6,90
27	7,30	7,28	7,27	7,25	7,24	7,22	7,21	7,19	7,18	7,17
28	7,57	7,55	7,54	7,52	7,51	7,49	7,48	7,46	7,45	7,43
29	7,84	7,82	7,81	7,79	7,77	7,76	7,74	7,73	7,71	7,70
30	8,12	8,09	8,08	8,06	8,04	8,03	8,01	7,99	7,98	7,96
31	8,38	8,36	8,34	8,33	8,31	8,29	8,28	8,26	8,24	8,23
32	8,65	8,63	8,61	8,60	8,58	8,56	8,54	8,53	8,51	8,49
33	8,92	8,90	8,88	8,87	8,85	8,83	8,81	8,79	8,78	8,76
34	9,19	9,17	9,15	9,13	9,11	9,10	9,08	9,06	9,04	9,02
35	9,46	9,44	9,42	9,40	9,38	9,36	9,35	9,33	9,31	9,29
36	9,73	9,71	9,69	9,67	9,65	9,63	9,61	9,59	9,57	9,55
37	10,00	9,98	9,96	9,94	9,92	9,90	9,88	9,86	9,84	9,82
38	10,27	10,25	10,23	10,21	10,19	10,17	10,15	10,13	10,10	10,08
39	10,54	10,52	10,50	10,48	10,46	10,43	10,41	10,39	10,37	10,35
40	10,81	10,79	10,77	10,75	10,72	10,70	10,68	10,66	10,64	10,62
41	11,08	11,06	11,04	11,01	10,99	10,97	10,95	10,93	10,90	10,88
42	11,35	11,33	11,31	11,28	11,26	11,24	11,21	11,19	11,17	11,15
43	11,62	11,60	11,56	11,55	11,53	11,51	11,48	11,46	11,43	11,41
44	11,89	11,87	11,84	11,82	11,80	11,77	11,75	11,72	11,70	11,68
45	12,16	12,14	12,11	12,09	12,06	12,04	12,02	11,99	11,97	11,94
46	12,43	12,41	12,38	12,36	12,33	12,31	12,28	12,26	12,23	12,21
47	12,70	12,68	12,65	12,63	12,60	12,58	12,55	12,52	12,50	12,47
48	12,97	12,95	12,92	12,89	12,87	12,84	12,82	12,79	12,76	12,74
49	13,24	13,22	13,19	13,16	13,14	13,11	13,08	13,06	13,03	13,00

ادامه جدول ۱

P' °S	w _{TS} in %									
	20,0	20,5	21,0	21,5	22,0	22,5	23,0	23,5	24,0	24,5
40	10,59	10,57	10,55	10,53	10,51	10,48	10,46	10,44	10,42	10,40
41	10,86	10,84	10,81	10,79	10,77	10,75	10,72	10,70	10,68	10,66
42	11,12	11,10	11,08	11,05	11,03	11,01	10,99	10,96	10,94	10,92
43	11,39	11,36	11,34	11,32	11,29	11,27	11,25	11,22	11,21	11,18
44	11,65	11,63	11,61	11,58	11,56	11,53	11,51	11,49	11,46	11,44
45	11,92	11,89	11,87	11,84	11,82	11,79	11,77	11,75	11,72	11,70
46	12,18	12,16	12,13	12,11	12,08	12,06	12,03	12,01	11,98	11,96
47	12,45	12,42	12,40	12,37	12,35	12,32	12,29	12,27	12,24	12,22
48	12,71	12,69	12,66	12,63	12,61	12,58	12,55	12,53	12,50	12,48
49	12,98	12,95	12,92	12,90	12,87	12,84	12,82	12,79	12,76	12,73
50	13,24	13,21	13,19	13,16	13,13	13,12	13,08	13,05	13,02	13,00
51	13,51	13,48	13,45	13,42	13,40	13,37	13,34	13,31	13,28	13,26
52	13,77	13,74	13,72	13,69	13,66	13,63	13,60	13,57	13,55	13,52
53	14,03	14,01	13,98	13,95	13,92	13,89	13,86	13,84	13,81	13,78
54	14,30	14,27	14,24	14,21	14,18	14,15	14,12	14,10	14,07	14,04
55	14,56	14,54	14,51	14,48	14,45	14,42	14,39	14,36	14,33	14,30
56	14,83	14,80	14,77	14,74	14,71	14,68	14,65	14,62	14,59	14,56
57	15,09	15,06	15,03	15,00	14,97	14,94	14,91	14,88	14,85	14,82
58	15,36	15,33	15,30	15,27	15,23	15,20	15,17	15,14	15,11	15,08
59	15,62	15,59	15,56	15,53	15,50	15,46	15,43	15,40	15,37	15,34
60	15,89	15,86	15,83	15,79	15,76	15,73	15,69	15,66	15,63	15,60
61	16,15	16,12	16,09	16,05	16,02	15,99	15,96	15,92	15,89	15,86
62	16,42	16,39	16,35	16,32	16,28	16,25	16,22	16,18	16,15	16,12
63	16,68	16,65	16,62	16,58	16,55	16,51	16,48	16,45	16,41	16,38
64	16,95	16,91	16,88	16,84	16,81	16,78	16,74	16,71	16,67	16,64
65	17,21	17,18	17,14	17,11	17,07	17,04	17,00	16,97	16,93	16,90
66	17,48	17,44	17,41	17,37	17,34	17,30	17,26	17,23	17,19	17,16
67	17,74	17,71	17,67	17,63	17,60	17,56	17,52	17,49	17,45	17,42
68	18,01	17,97	17,94	17,90	17,86	17,82	17,79	17,75	17,71	17,68
69	18,27	18,24	18,20	18,16	18,12	18,09	18,05	18,01	17,97	17,94

۳- قندر انورت

تعیین قند انورت به روش لین - آینون

روش لین - آینون (Lane, Eynon) برای غلظتهای متوسط و بالای قند انورت (بیشتر از ۲٪) مورد استفاده قرار می‌گیرد.

وسایل و دستگاهها

- یک مشعل گاز و سه پایه با توری آزبست و یا (اجاق برقی)
 - بورت با ظرفیت ۵۰ سانتیمتر مکعب با شیر غیر مستقیم و نوک خمیده (زاویه دار)
 بین بورت تا شیر آن بایستی چندین سانتیمتر فاصله باشد، به جهت اینکه در موقع کار کردن در حالتی که نوک بورت روی مخلوط جوشان مورد آزمایش قرار می‌گیرد شیر بورت از گرمای بخار متصاعد شده از مخلوط در امان باشد و ضمناً باعث سوختگی دست هم نشود.
 شیرهای زاویه دار تفلون برای این منظور بسیار مناسب هستند. موسسه انگلیسی تیدولیل Tate & Lyle دستگاه گرم کن و نوردهی (اجاق و چراغ در یک دستگاه) مخصوص برای این روش ساخته است.

- بالون ارلن مایر با ظرفیت ۳۰۰ سانتیمتر مکعب

- بالون ژوزه با ظرفیت ۱۰۰، ۲۰۰، ۲۵۰، ۱۰۰۰، ۲۰۰۰ سانتیمتر مکعب

- پیپتها مدرج با ظرفیت ۱۰ و ۲۵ سانتیمتر مکعب

- استوانه مدرج

- پیپت ژوزه با ظرفیت ۱۰، ۲۰، ۲۵، ۵۰، ۲۰۰ سانتیمتر مکعب

راکتیفها و محلولها

راکتیفها

- سنگ پا خرد شده با قطر ۸/۰ تا ۲ میلیمتر

- اسید بنزوئیک (جوهر حسن لیه)

- تارتارات مضاعف سدیم و پتاسیم تتراهیدرات (سل دوسینت)

- سولفات مس پنتاهیدرات

- هیدراکسید سدیم (سود محرق)

- ساکاروز خالص (رافیناد درجه یک)

- اسید کلریدریک غلیظ (وزن مخصوص ۱/۱۶ گرم در سانتیمتر مکعب)

محلولها:

- محلول فهلینگ (به روش سوکس لت)

محلول الف - ۶۹/۲۸ گرم سولفات مس را در آب مقطر حل کرده آنرا تا حجم ۱۰۰۰

سانتیمتر مکعب رقیق می‌کنند.

محلول ب - ۳۴۶ گرم تارتارات مضاعف سدیم و پتاسیم و ۱۰۰ گرم سود را در حالی که

مرتب آنها را تکان می‌دهند در آب مقطر حل کرده و تا حجم ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب رقیق

نمایند. هر دو محلول الف و ب را در موقع آزمایش به نسبت یک به یک مخلوط می‌کنند.

- محلول استاندارد قند انورت (به روش ایکومزا)

۲۳/۷۵ گرم ساکاروز خالص را در بالونی باظرفیت ۲۵۰ سانتیمتر مکعب در ۱۲۰

سانتی متر مکعب آب حل کرده و سپس ۹ سانتیمتر مکعب اسید کلریدریک غلیظ به مخلوط

اضافه می‌کنند. این محلول را مدت ۸ روز در درجه حرارت محیط آزمایشگاه (۲۵-۲۰ درجه

سانتیگراد) بحال خود می‌گذارند. بعد از این مدت بالون را با آب مقطر ۲۰ درجه سانتیگراد.

تا خط نشانه پر کرده و به روش پولاریمتری انجام انورزیون کامل Inversion را کنترل

میکنند:

۲۰۰ سانتیمتر مکعب از این محلول را بوسیله پی پت در بالونی با ظرفیت ۲۰۰۰ سانتیمتر

مکعب ریخته و با آب مقطر آنرا رقیق می‌کنند. سپس در حالیکه بالون را تکان می‌دهند،

محتوی بالون را با سود نرمال طوری خنثی می‌کنند که بعد از به حجم رساندن بالون غلظت

اسید باقیمانده تقریباً ۰/۰۰۱ نرمال باشد. برای این منظور قاعدتاً ۷۱/۵ سانتیمتر محلول سود

۰/۱ نرمال لازم می‌باشد. مقدار دقیق سود را بوسیله آزمایش باید قبلاً تعیین نمود. بعد از

اضافه کردن سود به محتوی بالون (در ۷۵ درجه سانتیگراد) مقداری محلول اسید بنزوئیک (

۴ گرم اسید در ۲۰۰ سانتیمتر مکعب آب گرم) اضافه کرده و تا نزدیکی خط نشانه بالون را پر

می‌کنند. پس از مخلوط کردن و رسانیدن درجه حرارت به بیست درجه سانتیگراد بالون را به

حجم می‌رسانند.

این محلول را مدت زیادی می‌توان نگهداری نمود. غلظت آن یک گرم در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب می‌باشد. البته با آب می‌توان محلولهای رقیق‌تری نیز تهیه کرد.

محلولهای رقیق شده استاندارد "الف"

۶۰ سانتیمتر مکعب از محلول مذکور را در ۲۰ درجه سانتیگراد به بالون ژوژه با ظرفیت ۲۰۰

سانتیمتر مکعب منتقل و با آب تا خط نشانه آنرا رقیق می‌کنند (غلظت قند انورت برابر ۳۰۰

میلیگرم در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب است)

محلولهای رقیق شده استاندارد "ب"

۵۰ سانتیمتر مکعب از محلول استاندارد "ب" را در ۲۰ درجه سانتیگراد به بالون ژوژه با

ظرفیت ۲۰۰ سانتیمتر مکعب منتقل و با آب تا خط نشانه آنرا رقیق می‌نمایند (غلظت قند

انورت در این محلول برابر است با ۲۵۰ میلیگرم در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب).

محلول سولفات مس

۱۰ گرم سولفات مس را در آب حل کرده و به حجم ۱۰۰ سانتیمتر مکعب می‌رسانند. محلول

متیلن بلو.

محلول سود ۰/۱ نرمال.

طریقه عمل و ارزشیابی

روش اصلی

در این روش مقدار معینی از محلول فهلینگ "الف" و "ب" را انتخاب کرده و در حالت جوش

در مجاورت معرف متیلن بلو آنرا با محلول مورد آزمایش تیترو می‌کنند. بوسیله آزمایشهای

مقدماتی فاکتور محلول فهلینگ را باید تنظیم کرده و مقدار محلول مورد آزمایش لازم را

تقریبی تعیین نمود. برای ارزیابی نتایج آزمایشها بایستی از جدول شماره یک استفاده کرد.

تنظیم محلول فهلینگ:

استفاده صحیح از جدول شماره یک متضمن این است که محلول فهلینگ درست تنظیم شده

باشد، بدین صورت که در مقابل ۲۵ سانتیمتر مکعب محلول فهلینگ مقدار ۴۱/۶ سانتیمتر

مکعب محلول استاندارد "الف" مصرف شود. بدیهی است که غلظت قند انورت در این حجم

برابر با ۱۲۴/۸ میلیگرم می‌باشد.

برای آزمایش مقدماتی بوسیله پی پت ۲۵ سانتیمتر مکعب مخلوط تازه محلولهای فهلینگ "الف" و "ب" (به نسبت ۱.۱) را برداشته و به ارلن مایر با ظرفیت ۳۰۰ سانتیمتر مکعب منتقل می‌کنند. سپس بوسیله بورت ۴۰ سانتیمتر مکعب محلول استاندارد "الف" را به آن افزوده، مخلوط را روی شعله‌گاز و یا هیت پلیت (اجاق برقی) حرارت می‌دهند تا در مدت ۲/۵ دقیقه بجوش آید. سپس در حالیکه به حرارت دادن ادامه می‌دهند دقیقاً به مدت دو دقیقه مخلوط را در حالت جوش نگه می‌دارند. شروع جوشیدن موقعی است که از تمام سطح مخلوط حبابهای بخار بطور یکنواخت متصاعد شود. برای اینکه از غلیان و پرتاب مخلوط به خارج جلوگیری شود، تعدادی سنگ پا خرد شده در ارلن مایر می‌ریزند. بعد از گذشت دو دقیقه، دو سه قطره محلول متیلن بلو به مخلوط اضافه کرده و عمل تیتراسیون را با افزودن مجدد محلول استاندارد "الف" ادامه می‌دهند. در تمام مدت تیتراسیون بایستی عمل حرارت دادن را ادامه داد، بطوریکه مخلوط مرتب در حالت جوش باشد. در غیر اینصورت به واسطه جذب اکسیژن هوا متیلن بلو که بیرنگ شده است مجدداً به رنگ آبی بر می‌گردد. خاتمه تیتراسیون وقتی است که رنگ آبی معرف به کلی از بین برود. آزمایش اصلی نیز به طریقه فوق عمل می‌شود با این تفاوت که مقدار محلول استاندارد که قبل از حرارت دادن به مخلوط فهلینگ "الف" و "ب" اضافه می‌کنند. یک سانتیمتر مکعب کمتر از مقداری است که در آزمایش مقدماتی مصرف شده است. تیتراسیون را باید طوری انجام داد که حتی المقدور رنگ متیلن بلو سه دقیقه بعد از شروع جوشیدن مخلوط زایل گردد. در صورتیکه مقدار محلول استاندارد مصرف شده کمتر و یا بیشتر از ۴۱/۶ سانتیمتر مکعب باشد بایستی غلظت مس در محلول فهلینگ را به وسیله اضافه کردن مقدار معینی آب (بیشتر از ۴۱/۶) و یا اضافه کردن محلول سولفات مس (کمتر از ۴۱/۶) تعدیل نمود. انحراف از رقم ۴/۶ سانتیمتر مکعب نباید بزرگتر از ± 0.1 سانتیمتر مکعب باشد

آماده کردن نمونه

برای تعیین قند انورت نمونه مورد آزمایش را باید طوری آماده نمود که هر ۱۰۰ سانتیمتر مکعب آن بین ۲۵ تا ۵۰۰ میلیگرم قند انورت داشته باشد.

آزمای مقدماتی:

در این جا طرز عمل شبیه آزمایش تنظیم محلول فهلینگ می باشد. به ۲۵ سانتیمتر مکعب مخلوط فهلینگ "الف" و "ب" (به نسبت ۱.۱) بوسیله بورت ۴۰ سانتیمتر مکعب محلول مورد آزمایش را اضافه کرده، سپس مخلوط را حرارت می دهند تا بجوش آید. بعد از اینکه مدت دو دقیقه جوشید عمل تیتراسیون را با محلول مورد آزمایش تکمیل می کنند. در صورتیکه بعد از دو دقیقه رنگ متیلن بلو زایل گردد، آزمایش را باید تکرار کرد با این تفاوت که مقدار محلول مورد آزمایش را که به مخلوط فهلینگ اضافه می کنند بایستی کمتر از ۴۰ سانتیمتر مکعب انتخاب کرد. اگر باز هم رنگ متیلن بلو بعد از دو دقیقه زایل گردید بایستی محلول مورد آزمایش را رقیق تر کرده و آزمایش را مجدداً تکرار نمود.

آزمایش اصلی

از محلول مورد آزمایش به میزان یک سانتیمتر مکعب کمتر از آنکه در آزمایش مقدماتی مصرف شده، برداشته و به ۲۵ سانتیمتر مکعب از مخلوط فهلینگ "الف" و "ب" اضافه می کنند. بعد از بهم زدن مخلوط را حرارت می دهند تا بجوش آید. بعد از اینکه به مدت دو دقیقه جوشید، دو تا سه قطره معرف متیلن بلو به آن اضافه کرده و دقیقاً به مدت یک دقیقه عمل تیتراسیون را با افزودن محلول مورد آزمایش تا تغییر رنگ معرف ادامه می دهند. رنگ مخلوط در پایان تیتراسیون نارنجی تا قهوه ای قرمز است که مخلوطی از رنگهای محلول مورد آزمایش و اکسید مس می باشد.

نتیجه:

$$W_I = 10 \frac{f_{In}}{c' V}$$

$$W_I = \text{درصد قند انورت}$$

$$f_{In} = \text{فاکتور قند انورت از جدول (۱)}$$

$$c' = \text{غلظت نمونه در محلول تیتراسیون به گرم درصد سانتیمتر مکعب}$$

$$V = \text{حجم محلول تیتراسیون مصرف شده به سانتیمتر مکعب}$$

جدول ۱ - فاکتور تبدیل برای تعیین قند انورت بروش لین و آینون (روش اصلی)

$$V = \text{حجم محلول شکر لازم}$$

$$f_I^0 = \text{فاکتور قند انورت به میلیگرم نسبت به ۲۵ سانتیمتر مکعب محلول فهلینگ}$$

(بدون ساکاروز).

$$f_I^1 = \text{فاکتور قند انورت به میلی گرم در ۲۵ سانتیمتر مکعب محلول فهلینگ (یک}$$

گرم ساکاروز در صد سانتیمتر مکعب)

برای احیاء مس موجود در ۲۵ سانتیمتر مکعب محلول فهلینگ آنقدر میلیگرم قند

انورت لازم است که فاکتور قند انورت نشان می دهد.

f_I^1	f_I^0	V (سانتیمتر مکعب)
۱۲۲/۶	۱۲۳/۶	۱۵
۱۲۲/۷	۱۲۳/۶	۱۶
۱۲۲/۷	۱۲۳/۶	۱۷
۱۲۲/۷	۱۲۳/۷	۱۸
۱۲۲/۸	۱۲۳/۷	۱۹
۱۲۲/۸	۱۲۳/۸	۲۰
۱۲۲/۸	۱۲۳/۸	۲۱
۱۲۲/۹	۱۲۳/۹	۲۲
۱۲۲/۹	۱۲۳/۹	۲۳
۱۲۲/۹	۱۲۴/۰	۲۴
۱۲۳/۰	۱۲۴/۰	۲۵
۱۲۳/۰	۱۲۲/۱	۲۶
۱۲۳/۰	۱۲۴/۱	۲۷

ادامه جدول ۱-

۱۲۳/۱	۱۲۴/۲	۲۸
۱۲۳/۱	۱۲۴/۲	۲۹
۱۲۳/۱	۱۲۴/۳	۳۰
۱۲۳/۲	۱۲۴/۳	۳۱
۱۲۳/۲	۱۲۴/۴	۳۲
۱۲۳/۲	۱۲۴/۴	۳۳
۱۲۳/۳	۱۲۴/۵	۳۴
۱۲۳/۳	۱۲۴/۵	۳۵
۱۲۳/۳	۱۲۴/۶	۳۶
۱۲۳/۴	۱۲۴/۷	۳۷
۱۲۳/۴	۱۲۴/۷	۳۸
۱۲۳/۴	۱۲۴/۷	۳۹
۱۲۳/۴	۱۲۴/۸	۴۰
۱۲۳/۵	۱۲۴/۸	۴۱
۱۲۳/۵	۱۲۴/۹	۴۲
۱۲۳/۵	۱۲۴/۹	۴۳
۱۲۳/۶	۱۲۵	۴۴
۱۲۳/۶	۱۲۵/۰	۴۵
۱۲۳/۶	۱۲۵/۱	۴۶
۱۲۳/۷	۱۲۵/۱	۴۷
۱۲۳/۷	۱۲۵/۲	۴۸
۱۲۳/۷	۱۲۵/۲	۴۹
۱۲۳/۸	۱۲۵/۳	۵۰

روش حجم ثابت (ایکومسا)

مقدار معینی از مخلوط محلولهای فهلینگ "الف" و "ب" را در حالت جوش و در مجاورت متیل بلو بایستی با محلول مورد آزمایش تا زایل شدن رنگ معرف تیترا کرد. محلول فهلینگ را بایستی قبل از تیتراسیون طوری رقیق نمود که بعد از تیتراسیون حجم معینی به دست آید. در این روش بوسیله آزمایشهای مقدماتی محلول فهلینگ را تنظیم کرده و مقدار محلول مورد آزمایش لازم را معین و از این نتایج مقدار آب اضافی لازم را محاسبه می‌کنند. در صورت وجود ساکاروز در نمونه مورد آزمایش ارقام حاصل را باید تصحیح نمود.

تنظیم محلول فهلینگ

محلول فهلینگ را بایستی طوری تنظیم کرد که در مقابل ۲۰ سانتیمتر مکعب آن دقیقاً ۴۰ سانتیمتر مکعب از محلول استاندارد قند انورت "ب" مصرف شود. ۲۰ سانتیمتر مکعب از محلول فهلینگ "الف" و "ب" را بوسیله پی‌پت در ارلن مایر به ظرفیت ۳۰۰ سانتیمتر مکعب ریخته و توسط پی‌پت ۱۵ سانتیمتر مکعب آب به آن اضافه می‌کنند. بعد از مخلوط کردن توسط بورت ۳۹ سانتیمتر مکعب از محلول رقیق شده استاندارد "ب" را به آن افزوده و مخلوط حاصل را حرارت داده بطوریکه در مدت ۲/۵ دقیقه بجوش آید (با استفاده از مشعل گاز یا اجاق برقی) سپس دو دقیقه می‌گذارند بجوشد. شروع جوشیدن موقعی است که از تمام سطح مایع حبابهای بخار آب متصاعد شود. بعد از گذشت دو دقیقه به مخلوط ۲ تا ۳ قطره متیلن بلو افزوده و عمل تیتراسیون را با افزودن مجدد محلول مورد آزمایش بوسیله بورت تکمیل می‌نمایند. باید دقت نمود که از شروع جوشیدن مخلوط تا پایان عمل تیتراسیون بیش از سه دقیقه بطول نیانجامد.

غلظت مس را در مخلوط فهلینگ "الف" و "ب" بایستی بوسیله اضافه کردن آب و یا اضافه کردن محلول سولفات مس طوری تنظیم کرد که مقدار محلول استاندارد مصرفی برابر $0/1 \pm 40$ سانتیمتر مکعب باشد.

آماده کردن نمونه

برای تعیین قند انورت نمونه را باید طوری رقیق کرد که ۱۰۰ سانتیمتر مکعب آن (محلول تیتراسیون، ۲۰۰ تا ۴۰۰ میلیگرم قند انورت داشته باشد). آزمایش مقدماتی:

مقدار آب لازمی را که به ۲۰ سانتیمتر مکعب محلول فلهینگ "الف" و "ب" اضافه باید نمود تا حجم کل مخلوط ۷۵ سانتیمتر مکعب بشود در آزمایش مقدماتی تعیین می‌کنند. در این مورد توصیه شده است که مقدار معینی از محلول فلهینگ "الف" و "ب" را مثلاً ۲۰ سانتیمتر مکعب آنرا با ۱۰ سانتیمتر مکعب آب رقیق کرده و به مخلوط ۴۰ سانتیمتر مکعب محلول مورد آزمایش اضافه نمود. مخلوط را حرارت داده تا بجوش آید سپس در حالتی که به حرارت دادن ادامه می‌دهند دو سه قطره محلول متیلن بلو به آن افزوده و عمل تیتراسیون را تکمیل می‌کنند (به قسمت تنظیم محلول فلهینگ مراجعه شود). در صورتیکه بعد از دو دقیقه جوشیدن رنگ معرف زایل شد، آزمایش را باید تکرار کرد. به همان مقدار که از حجم محلول مورد آزمایش کم می‌شود به محلول فلهینگ بایستی آب اضافه کرد. در حالتی که رنگ متیلن بلو حتی با استفاده از ۲۵ سانتیمتر مکعب محلول مورد آزمایش باز هم بعد از دو دقیقه زایل گردید بایستی محلول مورد آزمایش را مجدداً رقیق کرد.

آزمایش اصلی

در اینجا مقدار آب لازم را بدین طریق تعیین می‌کنند که حجم محلول فلهینگ "الف" و "ب" (۲۰ سانتیمتر مکعب) و همچنین حجم محلول مورد آزمایش را که در آزمایش مقدماتی تعیین کرده‌اند از حجم کل مخلوط (۷۵ سانتیمتر مکعب) کم می‌کنند. ۲۰ سانتیمتر مکعب خلوط فلهینگ "الف" و "ب" را با مقداری آب که در آزمایش مقدماتی معین گردیده رقیق می‌کنند. سپس از محلول مورد آزمایش یک سانتیمتر مکعب کمتر از مقداری که در آزمایش مقدماتی مصرف شده است، به آن اضافه کرده، بعد از مخلوط کردن بالون را حرارت می‌دهند تا مخلوط بجوش آید. بعد از اینکه مدت دو دقیقه جوشید، دو تا سه قطره متیلن بلو به آن اضافه کرده و دقیقاً به مدت سه دقیقه (از شروع به جوشیدن تا پایان تیتراسیون) با اضافه کردن محلول مورد آزمایش عمل تیتراسیون را تکمیل می‌کنند. رنگ مخلوط در پایان

تیتراسیون نارنجی تا قهوه‌ای سرخ خواهد شد. (مخلوطی از رنگ نمونه و اکسید مس)

نتیجه:

$$W_I = 1000 \frac{f_s}{c' V}$$

W_I = درصد قند انورت

f_s = فاکتور تصحیح برای ساکاروز طبق جدول شماره ۲

c' = غلظت نمونه در محلول تیتراسیون بر حسب گرم در سانتیمتر مکعب

V = حجم محلول تیتراسیون مصرف شده به سانتیمتر مکعب

برای تعیین فاکتور تصحیح f_s غلظت ساکاروز در حجم محلول تیتراسیون مصرف

شده (V) را باید محاسبه کرد.

مثال:

غلظت نمونه در محلول تیتراسیون بر حسب گرم در صد سانتیمتر مکعب $c = 5/00$

$W_s = 60/0$

درصد ساکاروز در نمونه:

حجم محلول تیتراسیون مصرف شده به سانتیمتر $V = 35/5$

غلظت ساکاروز در مخلوط احیاء به گرم $1/07 = \frac{5 \times 60 \times 35/5}{100 \times 100}$

فاکتور از جدول شماره ۲: $f_s = 0/970$

درصد قند انورت: $W_I = 1000 \times \frac{0/970}{5 \times 35/5} = 5/46$

جدول ۲- فاکتور تصحیح ساکاروز بوسیله آقای امریش برای تعیین قند انورت به روش لین و آینون (روش حجم ثابت)

فاکتور تصحیح	مقدار ساکاروز در مخلوط واکنش به گرم
۱/۰۰۰	۰/۰
۰/۹۸۲	۰/۵
۰/۹۷۱	۱/۰
۰/۹۶۲	۱/۵
۰/۹۴۵	۲/۰
۹۴۶	۲/۵
۰/۹۳۹	۳/۰
۰/۹۳۳	۳/۵
۰/۹۲۶	۴/۰
۰/۹۲۰	۴/۵
۰/۹۱۵	۵/۰
۰/۹۰۹	۵/۵
۰/۹۰۴	۶/۰
۰/۸۹۸	۶/۵
۰/۸۹۳	۷/۰
۰/۸۸۸	۷/۵
۰/۸۸۳	۸/۰
۰/۸۷۸	۸/۵
۰/۸۷۴	۹/۰
۰/۸۶۹	۹/۵
۰/۸۶۴	۱۰/۰

تعیین قند انورت به روش انستیتوت برلین

این روش برای تعیین قند انورت با غلظت‌های کم و متوسط (تا ۱۰٪) اعمال می‌شود.

وسایل و دستگاهها

- ۱ - بشر شیشه‌ای با ظرفیت ۵۰ سانتیمتر مکعب
- ۲ - بورت با ظرفیت ۵۰ سانتیمتر مکعب (حتی‌الامکان اتوماتیک) و برای محلول ید با شیشه قهوه‌ای.
- ۳ - ازلن مایر دهان باریک با ظرفیت ۳۰۰ سانتیمتر مکعب
- ۴ - بالون ژوزه با ظرفیت ۱۰۰ سانتیمتر مکعب
- ۵ - پی‌پت ژوزه با ظرفیت ۱۰ سانتیمتر مکعب
- ۶ - مزور - سیلندر با ظرفیت ۱۰۰ سانتیمتر مکعب
- ۷ - شیشه ساعت
- ۹ - پیپتها (استاندارد شده)
- ۱۰ - سه پایه با گیره‌های لازم
- ۱۱ - حمام آب گرم (با ظرفیت ۱۰ لیتر) با منبع حرارتی زیاد (مثلاً بونسن برنر چهار شعله)

راکتیفها و محلولها

راکتیفها:

- ۱ - اسید استیک ۹۶٪
- ۲ - تارتارات مضاعف سدیم و پتاسیم
- ۳ - سولفات مسی پتاهیدرات
- ۴ - کربنات سدیم بدون آب

محلولها:

- ۱ - اسید استیک، تقریباً ۵ نرمال

۳۰۰ سانتیمتر مکعب اسید استیک ۹۶٪ را با آب تا حجم ۱۰۰۰

سانتیمتر مکعب رقیق می‌کنند

۲ - اسید استیک، تقریباً یک نرمال

۶۰ سانتیمتر مکعب اسید استیک ۹۶٪ را با آب تا حجم ۱۰۰۰

سانتیمتر مکعب رقیق می‌نمایند

۳ - محلول ید $\frac{1}{30}$ نرمال

۴ - محلول مولر

۳۵ گرم سولفات مس را در ۴۰۰ سانتیمتر مکعب آب داغ حل

می‌کنند. در ظرفی دیگر ۱۷۳ گرم تارتارات مضاعف سدیم و پتاسیم و

۶۸ گرم کربنات سدیم را در ۵۰۰ سانتیمتر مکعب آب داغ حل

می‌نمایند. بعد از سرد شدن هر دو محلول را در بالون یک لیتری با

یکدیگر مخلوط کرده و بالون را تا خط نشانه با آب مقطر پر می‌کنند. به

محتوای بالون ۲ گرم ذغال حیوانی افزوده و بعد از بهم زدن، چندین

ساعت آنرا در محلی گذاشته و سپس بوسیله صافی ممبران آنرا صاف

می‌کنند. در صورت وجود مقدار کمی اکسید مس آنرا بوسیله

فیلتراسیون مجدد جدا باید کرد. PH محلول بایستی کنترل و برابر

۱۰/۲ باشد.

۵ - محلول کربنات سدیم تقریباً یک نرمال

۵۳ گرم کربنات سدیم را در آب حل کرده و حجم آنرا به ۱۰۰۰

سانتیمتر مکعب می‌رسانند.

۶ - محلول تیوسولفات سدیم $\frac{1}{30}$ نرمال (به بند ۱ مراجعه شود)

۷ - محلول فنل فتالتین (به بند ۱ محلول "ب" مراجعه شود)

۸ - کلریدریک تقریباً ۲ نرمال

۹ - محلول نشاسته (چسب نشاسته، به بند ۱ مراجعه شود).

طریقه عمل و ارزشیابی

در این روش سه نوع آزمایش گرم، سرد و شاهد اعمال می‌گردد، بدیهی است در اینجا

هم فاکتور تصحیح برای ساکاروز را باید در نتیجه آزمایش ملحوظ داشت.

روش گرم

نمونه مورد آزمایش را که حداکثر ۲۸ میلی‌گرم و حداقل ۱۰ میلی‌گرم قند انورت باید داشته باشد در یک ارلن مایر دهان باریک با ظرفیت ۳۰۰ سانتیمتر مکعب با قدری آب مقطر رقیق و یا حل می‌کنند. نمونه‌های قلیایی را با اسید استیک یک نرمال و نمونه‌های اسیدی را با محلول کربنات سدیم یک نرمال در مجاورت فنل فتالین خنثی باید کرد. حجم محلول حاصل را با استفاده از یک مزور (سیلندر) با آب به ۱۰۰ سانتیمتر مکعب رسانیده و به وسیله پیمپتها ۱۰ سانتیمتر مکعب محلول مولر را با آن اضافه کرده و بعد از مخلوط کردن (بوسیله چرخاندن ارلن مایر) بمدت ۱۰ دقیق و ± 5 ثانیه مخلوط را در حمام آب جوش آویزان می‌کنند. باید دقت نمود که با قرار دادن ارلن مایر در حمام آب از جوشیدن باز نایستد. ارلن مایر را باید در حمام طوری آویزان کرد که سطح آب حمام دو سانتیمتر بالاتر از سطح مایع در ارلن مایر باشد. بعد از حرارت دادن درب ارلن مایر را بوسیله یک بشر با ظرفیت ۵۰ سانتیمتر مکعب می‌بندند و زیر شیر آب آنرا سرد می‌کنند. باید توجه نمود که محتوی ارلن مایر حتی المقدور تکان نخورد، در غیر اینصورت در اثر جذب اکسیژن موجود در هوا قسمتی از رسوب اکسید مسی دوباره حل می‌شود.

به محتوی ارلن مایر بعد از سرد شدن ۵ سانتیمتر مکعب اسید استیک ۵ نرمال و سپس بلافاصله بدون اینکه ارلن مایر را تکان بدهند مقداری محلول ید $\frac{1}{3}$ نرمال (۲۰ تا ۴۰ سانتیمتر مکعب) به آن اضافه می‌کنند. سپس بوسیله چرخاندن ارلن مایر رسوب اکسید مس را حل کرده و محلول ید اضافی را از طریق تیتراسیون با محلول تیوسولفات سدیم $\frac{1}{3}$ نرمال تعیین می‌کنند. کمی قبل از پایان تیتراسیون ۱ تا ۲ سانتیمتر مکعب محلول نشاسته به محتوی ارلن مایر اضافه کرده و عمل تیتراسیون را تا زایل شدن رنگ آبی معرف ادامه می‌دهند. در تمام تیتراسیونها بایستی فاکتورهای محلولهای ید و تیوسولفات در نظر گرفته شود (به بند ۱ مراجعه)

آزمایش سرد

طرز عمل آزمایش سرد شبیه آزمایش گرم می‌باشد با این تفاوت که در اینجا نمونه را بدون اینکه حرارت بدهند با محلول مولر مخلوط کرده و قبل از اضافه کردن اسید استیک به مدت ده دقیقه در حرارت محیط کار (۲۰ تا ۲۵ درجه سانتیگراد) می‌گذارند.

آزمایش شاهد

در آزمایشگاه شاهد بجای نمونه از ۱۰۰ سانتیمتر مکعب آب استفاده می‌کنند و طرز عمل شبیه آزمایش گرم می‌باشد، آزمایش شاهد را معمولاً برای کنترل محلول مولر انجام می‌دهند و معمولاً برای هر محلول مولر که تازه تهیه می‌شود این آزمایش را یکبار انجام می‌دهند. برای راکتیف‌های خالص رقم تصحیحی بیشتر از ۰/۱ سانتیمتر مکعب نمی‌باشد. محلول مولر را بایستی همیشه قبل از مصرف صاف نمود.

فاکتو تصحیح ساکاروز

با ملحوظ نمودن فاکتور تصحیح ساکاروز اثر احیائی ساکاروز را در شرایط فوق می‌توان خنثی نمود. در مقابل یک گرم ساکاروز ۰/۲ سانتیمتر مکعب محلول ید مصرف می‌شود. بدیهی است که در مقابل ساکاروز بیشتر مقدار ید مصرفی به همان نسبت تغییر کرده و برای هر غلظت مقدار ید مصرفی در آزمایش گرم و تاثیر فاکتور تصحیح ساکاروز یک سانتیمتر مکعب محلول ید $\frac{1}{3}$ نرمال مصرفی برابر است با یک میلیگرم قند انورت در مقدار نمونه وزن شده.

$$W_I = \frac{V_{\text{korr.}}}{10 m_E}$$

در این رابطه:

$$W_I = \text{درصد قند انورت } (\%)$$

$V_{\text{korr.}}$ = مقدار محلول ید مصرفی بعد از کم کردن نتایج آزمایش سرد و شاهد

و تاثیر فاکتو تصحیح ساکاروز (به سانتیمتر مکعب)

m_E = وزن نمونه (گرم)

نتایج آزمایشها را معمولاً در آزمایشهای مقایسه‌ای مختلف یک پروسه به نسبت صد

قسمت ساکاروز یا صد قسمت ماده خشک نمونه محاسبه و عرضه می‌نمایند.

برای مثال:

m_E	۱۰ گرم	وزن نمونه
	۱/۵ گرم	مقدار ساکاروز در نمونه
	۲۰/۰ سانتیمتر مکعب	مقدار ید اضافی به نمونه
F_j	۰/۹۹۵	فاکتور محلول ید
f	۱/۰۰۰	فاکتور محلول تیو سولفات

مقدار ید اضافی به نمونه × فاکتور ید	۱۹/۹- (آزمایش گرم) سانتیمتر مکعب
تیوسولفات مصرفی × فاکتور تیوسولفات	۱۷/۹ (آزمایش گرم) سانتیمتر مکعب
مقدار ید مصرفی	۲۰/۰ (آزمایش گرم) سانتیمتر مکعب
مقدار ید اضافی به نمونه × فاکتور ید	۱۹/۹- (آزمایش سرد) سانتیمتر مکعب
تیوسولفات مصرفی × فاکتور تیوسولفات	۱۹/۵ (آزمایش سرد) سانتیمتر مکعب
مقدار ید مصرفی	۰/۴ (آزمایش سرد) سانتیمتر مکعب
مقدار ید اضافی به نمونه × فاکتور ید	۱۹/۹- (آزمایش شاهد) سانتیمتر مکعب
تیوسولفات مصرفی × فاکتور تیوسولفات	۱۷/۹ (آزمایش شاهد) سانتیمتر مکعب
مقدار ید مصرفی	۰/۱ (آزمایش گرم) سانتیمتر مکعب
فاکتور تصحیح ساکاروز (۱/۵ × ۰/۲)	۰/۳ سانتیمتر مکعب
V_{Korr}	$۱/۲ = ۲/۰ - ۰/۴ - ۰/۱ - ۰/۳$ حجم تصحیح شده
W_1	$۰/۰۱۲ = \frac{۱/۲}{۱۰ \times ۱۰}$ درصد قند انورت

۴- ماده خشک

تعیین ماده خشک از طریق توزین (کراویمتری)

وسایل و دستگاهها

- ترازوی آنالیتیک حساس و یا ترازوی آنالیتیک معمولی (بسته به دقت اندازه گیری لازم)

- اتو، اتو خلاء دار و ترازوی رطوبت سنج (با دستگاه هوای داغ)

- ظرف توزین: در صورت امکان دریدار از جنس مواد غیر قابل تحلیل (آلومینیم و یا شیشه) وسیله بهمن آزمایشگاهی
- حمام آب گرم

طریقه عمل و ارزشیابی

از نمونه های جامد مستقیماً استفاده می شود، ظرف توزین را بایستی قبلاً تا وزن ثابت خشک کرد. قطر ظرف توزین بایستی به اندازه ای باشد که ضخامت قشر مورد آزمون در آن بیشتر از یک سانتیمتر نشود، برای اینکه از تبخیر آب نمونه جلوگیری شود حتی المقدور عمل توزین بایستی به سرعت انجام گیرد.

نمونه های مایع را برای اینکه در سطح بیشتری پخش شود با شن دریایی مخلوط می کنند. برای این منظور تقریباً ۲۵ گرم شن را در ظرف توزین ریخته و همراه با میله آزمایشگاهی ظرف را توزین می کنند، سپس در درجه حرارتی که نمونه را بخواهند خشک کنند ظرف توزین همراه با محتویات آن را قرار می دهند و غالباً بعد از یک تا دو ساعت وزن ثابت حاصل را تعیین می کنند، سپس نمونه را حتی المقدور بطور یکنواخت در سطح شن پخش می کنند. مقدار نمونه را باید به اندازه ای انتخاب کرد که بعد از خشک کردن بیشتر از دو گرم با مجموع وزن ظرف و میله و شن اختلاف نداشته باشد. نمونه های مایع را بعد از اینکه با شن دریایی به وسیله میله خوب مخلوط کردند روی حمام آب گرم قسمت اعظم آب آن را خشک می کنند، وقتی که نمونه بطور یکنواخت در کف ظرف پخش شد و سپس برای خشک کردن تا وزن ثابت ظرف را در اتو قرار می دهند.

در صورت استفاده از اتو خلاء دار با فشار تنظیم شده در دستگاه بایستی کمتر از ۱۰۰

میلی بار (۷۵ میلیمتر جیوه) باشد، اطلاعات بیشتر در باره مقدار و طرز رقیق کردن نمونه بطور جداگانه در بخش دوم ذکر شده است.

بعد از اینکه نمونه خشک شد آن را به مدت سی دقیقه برای سرد شدن در اکسی - کاتور قرار داده و سپس وزن آن را تعیین می‌کنند، بعد از توزین ظرف را مجدداً به مدت یکساعت خشک کرده و پس از قرار دادن در اکسی‌کاتور آن را دوباره توزین می‌کنند، این عمل را آنقدر ادامه می‌دهند تا اختلاف بین دو توزین کمتر از یکدهم درصد وزن ظرف بشود.

لازم بتذکر است که برای موادی که دارای رطوبت کمتری هستند ضوابط دیگری وجود دارد. در صورت استفاده از ترازوی رطوبت سنج بایستی طبق ضوابطی که از طرف سازندگان این نوع ترازوها توصیه شده است، عمل کرد. مخصوصاً باید دقت کرد که این ترازوها هم مثل سایر ترازوها کاملاً افقی قرار گرفته باشند. کنترل این حالت بوسیله ترازوی در خود دستگاه عیبی شده است و یا با ترازهای دیگر انجام می‌گیرد. صحت اندازه‌گیری دستگاه را بایستی با وزنه‌های استاندارد شده کنترل نمود.

در صورتیکه برای خشک کردن از لامپ مادون قرمز به عنوان منبع حرارتی استفاده شود بایستی ضوابط و دستورالعملهای دیگری را که فصل اول بند ۲-۴ به آنها اشاره شده است مورد توجه قرار داد.

$$W_{TS} = 100 \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \quad \text{نتیجه:}$$

در این رابطه:

$$W_{TS} = \text{درصد ماده خشک}$$

$$m_2 = \text{وزن غیر خالص نمونه به گرم بعد از خشک شدن}$$

$$m_0 = \text{وزن ظرف + میله (به گرم)}$$

$$m_1 = \text{وزن غیر خالص نمونه به گرم قبل از خشک شدن}$$

$$W_w = 100 - W_{TS} \quad (۲)$$

$$W_w = \text{درصد آب}$$

$$W_{TS} = \text{درصد ماده خشک}$$

تعیین ماده خشک به روش رفراکتومتری

روش رفراکتومتری فقط برای تعیین ماده خشک فرآورده‌های مایع که یکنواخت و تا

حد کافی شفاف هستند مثل آبها، شربت‌ها، شیرها و ملاسها مناسب می‌باشند.

وسایل و دستگاهها

- رفاکتومتر دستی با درجات ساکارز (در مورد دقت لازم برای این دستگاهها
- کاغذ صافی، میله کائوچویی، آب فشان (پی پت)
- ترمواستات (۲/۰ ± ۲۰ درجه سانتیگراد) و با دستگاه ایجاد حرارت یکنواخت

طریقه عمل و ارزشیابی

تنظیم دستگاهها سنجش

در صورتیکه رفاکتومتر قابل اتصال به ترمواستات باشد آنها را متصل کرده و ترمواستات را روی ۲۰ درجه سانتیگراد تنظیم می‌کنند. منشورهای دستگاه بایستی قبلاً کاملاً تمیز شده باشند. بعد از قرار دادن چند قطره آب (دو الی سه قطره) روی منشور اندازه‌گیری (منشور تحتانی) منشور روشنایی (منشور فوقانی) را که بوسیله یک لولا به دستگاه متصل شده است دقیقاً بوسیله چرخاندن دکمه مخصوص تنظیم پراکندگی نور را تنظیم می‌کنند، سپس بعد از تنظیم دستگاه می‌توان میزان درصد ماده خشک که در اینصورت صفر درصد و یا ضریب انکسار نور را که برابر $1/3330$ می‌باشد از روی درجات دستگاه قرائت نمود. بنا بر این:

٪ صفر = درصد ماده خشک

$$\text{(در } 20 \text{ درجه سانتیگراد)} \quad \pi_{20}^{20} = 1/3330 = \text{ضریب انکسار}$$

در صورتیکه درجه حرارت اندازه‌گیری غیر از بیست درجه سانتیگراد باشد بایستی حتی در مورد آب هم رقم قرائت شده در دستگاه را طبق جدول شماره یک تصحیح نمود (اگر در درجه حرارت آزمایشگاه بیشتر از ۲۰ درجه سانتیگراد باشد رقم قرائت شده مربوط به مائه خشک حتی در موقع تنظیم دستگاه بایستی کمتر از صفر درصد باشد).

اگر درصد ماده خشک قرائت شده غیر از این بود بایستی به کمک پیچ‌گوشتی با چرخاندن دکمه مخصوص نقطه صفر دستگاه را تنظیم کرد، قاعدتاً نقطه صفر دستگاه برای مدت زیادی ثابت می‌ماند. علاوه بر آنچه گفته شد دستگاه رفاکتومتر را می‌توان بوسیله صفحه شیشه‌ای با ضریب انکسار معین که از طرف سازندگان این دستگاهها تحویل می‌گردد

و یا با محلول ساکاروز خالص با غلظت معلوم تنظیم کرد.

سنجش

نمونه‌های داغ را بایستی تا درجه حرارت آزمایشگاه سرد کرده و سپس برای رفراکتومتری استفاده نمود. اگر نمونه غلیظ، پررنگ و یا حاوی کریستال بود بایستی آنرا با آب به نسبت و یک به یک وزنی رقیق کرد. پس از کنترل درجه حرارت ترمواستات دو الی سه قطره از مخلوط را روی منشور اندازه‌گیری ریخته و پس از برگرداندن منشور نوری و تنظیم پراکندگی نور درصد ماده خشک و یا ضریب انکسار نور را از روی درجات مربوطه قرائت می‌کنند. اگر نمونه مورد آزمایش کدر و پررنگ باشد مثل شربت خام و ملاس در اینصورت از انعکاس نور استفاده می‌شود این عمل بدین طریق است که دریچه نورانی را بسته و نور را بوسیله آئینه به داخل منشور اندازه‌گیری می‌فرستند.

نتیجه:

درصد ماده خشک بعد از تنظیم دستگاه مستقیماً قرائت می‌شود (در صورتیکه نمونه رقیق شده باشد فاکتور رقیق کردن را باید در نظر داشت). اگر بخواهند ضریب انکسار را در رفراکتومتری که دارای درجه بندی ساکاروز نباشد، تعیین کنند از جدول شماره ۲ استفاده می‌نمایند. اگر درجه حرارت اندازه‌گیری کمتر و یا بیشتر از ۲۰ درجه سانتیگراد باشد نتیجه را بایستی طبق جدول شماره یک تصحیح نمود.

جدول ۱ - تصحیح درجه حرارت برای رفاکتومتر

$$W_{TS} = \text{درصد ماده خشک}$$

$$t = \text{درجه حرارت سنجش}$$

اگر درجه حرارت بالاتر از ۲۰ درجه سانتیگراد باشد رقم مندرج در جدول را بایستی به رقم خوانده شده در رفاکتومتر اضافه نمود و برعکس اگر درجه حرارت کمتر از بیست درجه سانتیگراد بود رقم مذکور را بایستی کسر کرد.

t °C	w_{TS} in %								
	0	5	10	15	20	25	30	35	40
15	0,29	0,31	0,32	0,33	0,34	0,35	0,36	0,37	0,37
16	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,28	0,29	0,30	0,30
17	0,18	0,19	0,20	0,20	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23
18	0,12	0,13	0,13	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15
19	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08
20	0	0	0	0	0	0	0	0	0
21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08
22	0,13	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16
23	0,20	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23
24	0,27	0,28	0,29	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31
25	0,34	0,35	0,36	0,37	0,38	0,38	0,39	0,39	0,40
26	0,42	0,43	0,44	0,45	0,46	0,46	0,47	0,47	0,48
27	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,55	0,56	0,56
28	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,64	0,64
29	0,66	0,67	0,68	0,69	0,70	0,71	0,72	0,73	0,73
30	0,74	0,75	0,77	0,78	0,79	0,80	0,81	0,81	0,81
31	0,83	0,84	0,85	0,87	0,88	0,89	0,89	0,90	0,90
32	0,91	0,93	0,94	0,95	0,96	0,97	0,98	0,99	0,99
33	1,00	1,02	1,03	1,04	1,05	1,06	1,07	1,08	1,08
34	1,10	1,11	1,12	1,13	1,15	1,15	1,16	1,17	1,17
35	1,19	1,20	1,22	1,23	1,24	1,25	1,25	1,26	1,26
36	1,29	1,30	1,31	1,32	1,33	1,34	1,35	1,35	1,35
37	1,38	1,40	1,41	1,42	1,43	1,44	1,44	1,44	1,44
38	1,48	1,50	1,51	1,52	1,53	1,53	1,54	1,54	1,53
39	1,59	1,60	1,61	1,62	1,62	1,63	1,63	1,63	1,63
40	1,69	1,70	1,71	1,72	1,72	1,73	1,73	1,73	1,72

ادامه جدول ۱ -

t °C	w_{TS} in %								
	45	50	55	60	65	70	75	80	85
15	0,38	0,38	0,38	0,38	0,38	0,38	0,38	0,37	0,37
16	0,30	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,30	0,30	0,30
17	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,22
18	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
19	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,07
20	0	0	0	0	0	0	0	0	0
21	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,07
22	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,15	0,15	0,15	0,15
23	0,24	0,24	0,24	0,24	0,23	0,23	0,23	0,23	0,22
24	0,32	0,32	0,32	0,32	0,31	0,31	0,31	0,30	0,30
25	0,40	0,40	0,40	0,40	0,39	0,39	0,39	0,38	0,37
26	0,48	0,48	0,48	0,48	0,47	0,47	0,46	0,46	0,45
27	0,56	0,56	0,56	0,56	0,55	0,55	0,54	0,53	0,52
28	0,65	0,65	0,64	0,64	0,64	0,63	0,62	0,61	0,60
29	0,73	0,73	0,73	0,72	0,72	0,71	0,70	0,69	0,68
30	0,82	0,81	0,81	0,81	0,80	0,79	0,78	0,77	0,75
31	0,90	0,90	0,90	0,89	0,88	0,87	0,86	0,84	0,83
32	0,99	0,99	0,98	0,97	0,96	0,95	0,94	0,92	0,90
33	1,08	1,07	1,07	1,06	1,05	1,03	1,02	1,00	0,98
34	1,17	1,16	1,15	1,14	1,13	1,12	1,10	1,08	1,06
35	1,25	1,25	1,24	1,23	1,21	1,20	1,18	1,16	1,13
36	1,35	1,34	1,33	1,32	1,30	1,28	1,26	1,24	1,21
37	1,44	1,43	1,42	1,40	1,38	1,36	1,34	1,32	1,29
38	1,53	1,52	1,51	1,49	1,47	1,45	1,42	1,39	1,36
39	1,62	1,61	1,60	1,58	1,56	1,53	1,50	1,47	1,44
40	1,71	1,70	1,69	1,67	1,64	1,62	1,59	1,55	1,52

جدول ۲ - جدول بین المللی ضریب شکست نور (n_D) در محلول ساکاروز در ۲۰ درجه سانتیگراد (ICUMSA - ایکومزا ۱۹۷۴)

Ws (Vac) = غلظت ساکاروز تعیین شده در خلاء

0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
1,332986	1,333129	1,333272	1,333415	1,333558	1,333702	1,333845	1,333989	1,334132	1,334276
1,334420	1,334564	1,334708	1,334852	1,334996	1,335141	1,335285	1,335430	1,335574	1,335719
1,335864	1,336009	1,336154	1,336300	1,336445	1,336590	1,336736	1,336882	1,337028	1,337174
1,337320	1,337466	1,337612	1,337758	1,337905	1,338051	1,338198	1,338345	1,338492	1,338639
1,338786	1,338933	1,339081	1,339228	1,339376	1,339524	1,339671	1,339819	1,339967	1,340116
1,340264	1,340412	1,340561	1,340709	1,340858	1,341007	1,341156	1,341305	1,341454	1,341604
1,341753	1,341903	1,342052	1,342202	1,342352	1,342502	1,342652	1,342802	1,342952	1,343103
1,343253	1,343404	1,343555	1,343706	1,343857	1,344008	1,344159	1,344311	1,344462	1,344614
1,344765	1,344917	1,345069	1,345221	1,345373	1,345526	1,345678	1,345831	1,345983	1,346136
1,346289	1,346442	1,346595	1,346748	1,346902	1,347055	1,347209	1,347362	1,347516	1,347670
1,347824	1,347978	1,348133	1,348287	1,348442	1,348596	1,348751	1,348906	1,349061	1,349216
1,349371	1,349527	1,349682	1,349838	1,349993	1,350149	1,350305	1,350461	1,350617	1,350774
1,350930	1,351087	1,351243	1,351400	1,351557	1,351714	1,351871	1,352029	1,352186	1,352343
1,352501	1,352659	1,352817	1,352975	1,353133	1,353291	1,353449	1,353608	1,353767	1,353925
1,354084	1,354243	1,354402	1,354561	1,354721	1,354880	1,355040	1,355199	1,355359	1,355519
1,355679	1,355840	1,356000	1,356160	1,356321	1,356482	1,356642	1,356803	1,356964	1,357126
1,357287	1,357448	1,357610	1,357772	1,357933	1,358095	1,358257	1,358420	1,358582	1,358744
1,358907	1,359070	1,359232	1,359395	1,359558	1,359722	1,359885	1,360048	1,360212	1,360376
1,360539	1,360703	1,360867	1,361032	1,361196	1,361360	1,361525	1,361690	1,361854	1,362019
1,362185	1,362350	1,362515	1,362681	1,362846	1,363012	1,363178	1,363344	1,363510	1,363676
1,363842	1,364009	1,364176	1,364342	1,364509	1,364676	1,364843	1,365011	1,365178	1,365346

ادامه جدول ۲

	ws(vac) %									
	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
21	1,365513	1,365681	1,365849	1,366017	1,366185	1,366354	1,366522	1,366691	1,366859	1,367028
22	1,367197	1,367366	1,367535	1,367705	1,367874	1,368044	1,368214	1,368384	1,368554	1,368724
23	1,368894	1,369064	1,369235	1,369406	1,369576	1,369747	1,369918	1,370090	1,370261	1,370432
24	1,370604	1,370776	1,370948	1,371120	1,371292	1,371464	1,371637	1,371809	1,371982	1,372155
25	1,372328	1,372501	1,372674	1,372847	1,373021	1,373194	1,373368	1,373542	1,373716	1,373890
26	1,374065	1,374239	1,374414	1,374588	1,374763	1,374938	1,375113	1,375288	1,375464	1,375639
27	1,375815	1,375991	1,376167	1,376343	1,376519	1,376695	1,376872	1,377049	1,377225	1,377402
28	1,377579	1,377756	1,377934	1,378111	1,378289	1,378467	1,378644	1,378822	1,379001	1,379179
29	1,379357	1,379536	1,379715	1,379893	1,380072	1,380251	1,380431	1,380610	1,380790	1,380969
30	1,381149	1,381329	1,381509	1,381689	1,381870	1,382050	1,382231	1,382412	1,382593	1,382774
31	1,382955	1,383137	1,383318	1,383500	1,383682	1,383863	1,384046	1,384228	1,384410	1,384593
32	1,384775	1,384958	1,385141	1,385324	1,385507	1,385691	1,385874	1,386058	1,386242	1,386426
33	1,386610	1,386794	1,386978	1,387163	1,387348	1,387532	1,387717	1,387902	1,388088	1,388273
34	1,388459	1,388644	1,388830	1,389016	1,389202	1,389388	1,389575	1,389761	1,389948	1,390135
35	1,390322	1,390509	1,390696	1,390884	1,391071	1,391259	1,391447	1,391635	1,391823	1,392011
36	1,392200	1,392388	1,392577	1,392766	1,392955	1,393144	1,393334	1,393523	1,393713	1,393903
37	1,394092	1,394283	1,394473	1,394663	1,394854	1,395044	1,395235	1,395426	1,395617	1,395809
38	1,396000	1,396192	1,396383	1,396575	1,396767	1,396959	1,397152	1,397344	1,397537	1,397730
39	1,397922	1,398116	1,398309	1,398502	1,398696	1,398889	1,399083	1,399277	1,399471	1,399666
40	1,399860	1,400055	1,400249	1,400444	1,400639	1,400834	1,401030	1,401225	1,401421	1,401617
41	1,401813	1,402009	1,402205	1,402401	1,402598	1,402795	1,402992	1,403189	1,403386	1,403583
42	1,403781	1,403978	1,404176	1,404374	1,404572	1,404770	1,404969	1,405167	1,405366	1,405565
43	1,405764	1,405963	1,406163	1,406362	1,406562	1,406762	1,406961	1,407162	1,407362	1,407562
44	1,407763	1,407964	1,408165	1,408366	1,408567	1,408768	1,408970	1,409171	1,409373	1,409575
45	1,409777	1,409980	1,410182	1,410385	1,410588	1,410790	1,410994	1,411197	1,411400	1,411604

ادامه جدول ۲-

ردیف	نسبت (w/w) %									
	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
46	1,411807	1,412011	1,412215	1,412420	1,412624	1,412828	1,413033	1,413238	1,413443	1,413648
47	1,413853	1,414059	1,414265	1,414470	1,414676	1,414882	1,415089	1,415295	1,415502	1,415708
48	1,415915	1,416122	1,416330	1,416537	1,416744	1,416952	1,417160	1,417368	1,417576	1,417785
49	1,417993	1,418202	1,418411	1,418620	1,418829	1,419038	1,419247	1,419457	1,419667	1,419877
50	1,420087	1,420297	1,420508	1,420718	1,420929	1,421140	1,421351	1,421562	1,421774	1,421985
51	1,422197	1,422409	1,422621	1,422833	1,423046	1,423258	1,423471	1,423684	1,423897	1,424110
52	1,424323	1,424537	1,424750	1,424964	1,425178	1,425393	1,425607	1,425821	1,426036	1,426251
53	1,426466	1,426681	1,426896	1,427112	1,427328	1,427543	1,427759	1,427975	1,428192	1,428408
54	1,428625	1,428842	1,429059	1,429276	1,429493	1,429711	1,429928	1,430146	1,430364	1,430582
55	1,430800	1,431019	1,431238	1,431456	1,431675	1,431894	1,432114	1,432333	1,432553	1,432773
56	1,432993	1,433213	1,433433	1,433653	1,433874	1,434095	1,434316	1,434537	1,434758	1,434980
57	1,435201	1,435423	1,435645	1,435867	1,436089	1,436312	1,436534	1,436757	1,436980	1,437203
58	1,437427	1,437650	1,437874	1,438098	1,438322	1,438546	1,438770	1,438994	1,439219	1,439444
59	1,439669	1,439894	1,440119	1,440345	1,440571	1,440796	1,441022	1,441248	1,441475	1,441701
60	1,441928	1,442155	1,442382	1,442609	1,442836	1,443064	1,443292	1,443519	1,443747	1,443976
61	1,444204	1,444432	1,444661	1,444890	1,445119	1,445348	1,445578	1,445807	1,446037	1,446267
62	1,446497	1,446727	1,446957	1,447188	1,447419	1,447650	1,447881	1,448112	1,448343	1,448575
63	1,448807	1,449039	1,449271	1,449503	1,449736	1,449968	1,450201	1,450434	1,450667	1,450900
64	1,451134	1,451367	1,451601	1,451835	1,452069	1,452304	1,452538	1,452773	1,453008	1,453243
65	1,453478	1,453713	1,453949	1,454184	1,454420	1,454656	1,454893	1,455129	1,455365	1,455602
66	1,455839	1,456076	1,456313	1,456551	1,456788	1,457026	1,457264	1,457502	1,457740	1,457979
67	1,458217	1,458456	1,458695	1,458934	1,459174	1,459413	1,459653	1,459893	1,460133	1,460373
68	1,460613	1,460854	1,461094	1,461335	1,461576	1,461817	1,462059	1,462300	1,462542	1,462784
69	1,463026	1,463268	1,463511	1,463753	1,463996	1,464239	1,464482	1,464725	1,464969	1,465212
70	1,465456	1,465700	1,465944	1,466188	1,466433	1,466678	1,466922	1,467167	1,467413	1,467658

کار کردن با دستگاههای سنجش

با توجه به مقدار کم نمونه باید دقت کرد که سطوح منشورها کاملاً تمیز و خشک باشند. حساسیت شیشه منشور اندازه‌گیری از شیشه‌های معمولی خیلی بیشتر است و بدین لحاظ باید از ریختن محلول‌های داغ روی آن جلوگیری شود. اجسام غیر محلول در نمونه را باید قبلاً صاف کرد. حمل نمونه روی منشور بایستی بوسیله میله کائوچوئی انجام شود تا از خراشیدگی شیشه منشور جلوگیری گردد.

بعد از انجام آزمایش و تنظیف منشورها بین دو منشور یک قطعه کاغذ صافی قرار می‌دهند محل قرار دادن دستگاه باید جایی باشد که در کوران هوای گرم و سرد هوای مرطوب واقع نشده باشد که این عوامل در قسمت‌های نوری (اپتیکی) دستگاه موثر خواهند بود.

تعیین ماده خشک بر اساس چگالی سنجی

روش آریومتر یا هیدرومتری

وسایل و دستگاهها

- آریومتر مخصوص محلولهای شکر (از اطلاق نام ساکاریمتر و یا ساکارومتر به آریومتر شکر به علت تشابه با ساکاریمتر مخصوص تعیین درصد قند باید خودداری شود) و یا آریومتر وزن مخصوص طبق استاندارد آلمان شماره ۱۲۷۹۰ تا ۱۲۷۹۳ با درجات لازم:

- سیلندر شیشه‌ای با لبه سمباده‌ای (برای آب آهک بایستی سیلندر فلزی و یا از مواد مصنوعی باشد).

- میز آزمایشگاهی که کاملاً افقی قرار گرفته باشد.

- ترمومتر (در صورتیکه فاقد ترمومتر باشد)

طریقه عمل و ارزشیابی

نمونه مورد آزمایش را در سیلندری که قبلاً تمیز و خشک شده است و با محلول مورد آزمایش شستشو شده باشد، می‌ریزند. سطح محلول در سیلندر باید بقدری باشد که نوک آریومتر به کف سیلندر نخورد. علاوه بر این سیلندر باید به اندازه‌ای باشد که فاصله دیوار به

کف سیلندر با آریومتر از هر طرف ۳ سانتیمتر باشد. نمونه‌هایی که خوب مخلوط شده باشند باید تا خارج شدن هوا مدتی به حالت سکون نگهداری شوند (بخاطر صعود همه حبابهای هوا از سطح نمونه) آریومتر تمیز و خشک شده را از قسمت بالای آن گرفته و به آرامی و دقت در نمونه فرو می‌کنند. وقتی که درجه حرارت ترمومتر مطابق درجه گرمای محلول شد از روی درجات آریومتر وزن مخصوص نمونه را تعیین می‌کنند. معیار سطح محلول در سیلندر است نه سطح مقعری که محلول دور آریومتر بخاطر کشش سطحی ایجاد کرده است. خواندن درجات آریومتر به آسانی خوانده نمی‌شود و باید آنها را تقریبی تعیین کرد.

اگر محلول مورد آزمایش کف داشته باشد سیلندر را لب به لب پر می‌کنند. بطوریکه موقع فرو رفتن آریومتر در سیلندر مقداری از محلول سرریز شده و از این طریق سطح محلول عاری از کف خواهد شد (مثلاً در مورد شیر آهک). در صورتیکه بخواهند دقت قرائت در آریومتر را به حداکثر حد خود برسانند میبایستی از یکسری فاکتورهای تصحیحی استفاده نمایند (انبساط شیشه در اثر حرارت، ارتفاع برجستگی در محلولهای کدر). اطلاعات بیشتر در این مورد را می‌توان از استاندارد آلمان بشماره ۱۲۷۹۱ کسب نمود.

نتیجه:

با آریومترهایی که بر مبنای درجه بریکس و یا درصد ماده خشک مدرج شده‌اند مستقیماً می‌توان از ارقام روی آریومتر استفاده کرد. در صورتیکه دمای محلول سوای دمائی که آریومتر مدرج شده است باشد بایستی ارقام قرائت شده روی آریومتر را با کمک جدول شماره ۳ تصحیح نمود. ارقام مربوط به وزن مخصوص را می‌توان با کمک جدول شماره ۴ به درصد ماده خشک تبدیل کرد. در صورت عدم تطابق درجه حرارت مثل بالا طبق جدول شماره ۳ عمل می‌کنند.

جدول ۳ - تصحیح درجه حرارت برای آریومتر

$$W_{TS} = \text{درصد ماده خشک (برحسب ساکاروز)}$$

$$t = \text{دمای سنجش}$$

اگر درجه حرارت بالاتر از ۲۰ درجه سانتیگراد باشد رقم مندرج در جدول را بایستی به رقم خوانده شده روی آریومتر اضافه نمود و برعکس اگر درجه حرارت کمتر از بیست درجه سانتیگراد بود رقم مذکور را بایستی کسر کرد.

t°c	W _{TS} in %							
	0	5	10	15	20	25	30	35
0	0.28	0.47	0.63	0.76	0.87	0.97	1.06	1.15
5	0.35	0.45	0.55	0.64	0.72	0.79	0.85	0.91
10	0.32	0.37	0.42	0.47	0.51	0.56	0.60	0.64
11	0.31	0.34	0.39	0.43	0.47	0.51	0.54	0.58
12	0.28	0.31	0.35	0.39	0.42	0.46	0.49	0.52
13	0.26	0.28	0.32	0.35	0.38	0.41	0.43	0.46
14	0.23	0.25	0.28	0.30	0.33	0.35	0.37	0.39
15	0.20	0.21	0.24	0.26	0.28	0.30	0.31	0.33
16	0.16	0.18	0.19	0.21	0.23	0.24	0.25	0.27
17	0.12	0.13	0.15	0.16	0.17	0.18	0.19	0.20
18	0.08	0.09	0.10	0.11	0.12	0.12	0.13	0.13
19	0.04	0.05	0.05	0.06	0.06	0.06	0.07	0.07
20	0	0	0	0	0	0	0	0
21	0.05	0.05	0.06	0.06	0.06	0.06	0.07	0.07
22	0.10	0.11	0.11	0.12	0.12	0.13	0.14	0.14
23	0.15	0.16	0.17	0.18	0.19	0.20	0.21	0.22
24	0.21	0.22	0.23	0.24	0.26	0.26	0.28	0.29

ادامه جدول ۳

	W _{Ts} in %								
25	0.27	0.28	0.30	0.31	0.32	0.33	0.35	0.36	
26	0.33	0.34	0.36	0.38	0.39	0.41	0.42	0.44	
27	0.40	0.40	0.42	0.44	0.46	0.48	0.50	0.51	
28	0.46	0.47	0.49	0.51	0.54	0.55	0.58	0.59	
29	0.53	0.54	0.56	0.58	0.61	0.63	0.65	0.67	
30	0.60	0.61	0.63	0.66	0.68	0.71	0.73	0.75	
35	0.99	0.99	1.02	1.06	1.09	1.13	1.16	1.17	
40	1.41	1.43	1.46	1.50	1.54	1.57	1.60	1.61	
50	2.46	2.47	2.50	2.53	2.55	2.57	2.58	2.58	
60	2.69	2.71	2.73	2.73	3.72	3.70	3.67	3.64	
70	5.1	5.1	5.1	5.1	5.0	5.0	4.9	4.9	
80	7.1	7.0	7.0	6.9	6.8	6.7	6.6	6.5	

	W _{Ts} in %								
t°c	40	45	50	55	60	65	70	75	
0	1.24	1.30	1.36	1.40	1.43	1.45	1.48	1.5	
5	0.97	1.01	1.04	1.07	1.09	1.11	1.13	1.1	
10	0.67	0.69	0.71	0.73	0.74	0.75	0.76	0.8	
11	0.61	0.63	0.65	0.66	0.67	0.68	0.69	0.7	
12	0.54	0.56	0.58	0.59	0.60	0.61	0.61	0.6	
13	0.48	0.49	0.51	0.52	0.53	0.53	0.54	0.5	
14	0.41	0.43	0.44	0.44	0.45	0.46	0.46	0.5	
15	0.35	0.36	0.37	0.37	0.38	0.38	0.39	0.4	
16	0.28	0.29	0.29	0.30	0.30	0.31	0.31	0.3	
17	0.21	0.22	0.22	0.22	0.23	0.23	0.23	0.2	
18	0.14	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.16	0.2	

ادامه جدول ۳-

t°c	W _{Ts} in %							
	40	45	50	55	60	65	70	75
19	0.07	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.1
20	0	0	0	0	0	0	0	0
21	0.07	0.07	0.07	0.08	0.08	0.08	0.08	0.1
22	0.14	0.15	0.15	0.15	0.16	0.16	0.16	0.2
23	0.22	0.22	0.23	0.23	0.23	0.24	0.24	0.2
24	0.30	0.30	0.30	0.31	0.31	0.32	0.32	0.3
25	0.37	0.38	0.38	0.39	0.39	0.40	0.39	0.4
26	0.45	0.45	0.46	0.47	0.47	0.48	0.47	0.5
27	0.53	0.53	0.54	0.55	0.55	0.56	0.56	0.6
28	0.61	0.61	0.62	0.63	0.64	0.64	0.64	0.6
29	0.69	0.70	0.70	0.71	0.72	0.72	0.27	0.7
30	0.77	0.78	0.79	0.80	0.80	0.80	0.80	0.8
35	1.19	1.20	1.21	1.22	1.22	1.22	1.21	1.2
40	1.63	1.64	1.64	1.65	1.65	1.65	1.63	1.6
50	2.58	2.57	2.57	2.57	2.55	2.54	2.50	2.5
60	3.61	3.59	3.57	3.54	3.50	3.46	3.41	3.4
70	4.8	4.7	4.7	4.6	4.6	4.5	4.4	4.3
80	6.3	6.2	6.1	6.0	4.9	5.8	5.6	5.5

Lit.: domke, j.:z. Ver.dt. Zucker-Ind. 62 (1912) Techn. T., 302-3

روش پیکنومتری
وسایل و دستگاهها

- ترازوی آنالیتیک با حساسیت ۰/۰۰۱ گرم

- پیکنومتر (تمیز و خشک) با کلاهک سمباده‌ای و گنجایش حدود ۵۰ سانتیمتر مکعب
- ترمواستات (۱/۰ ± ۲۰ درجه سانتیگراد)

طریقه عمل و ارزشیابی

پیکنومتر خالی را وزن کرده و سپس با محلول مورد آزمایش آنرا پر می‌کنند بطوریکه در موقع قرار دادن درب پیکنومتر محلولهای اضافی از آن خارج گردد. پیکنومتر را تا یک درجه زر درجه حرارت اندازه‌گیری (مثلاً با قرار دادن زیر شیر آب سرد) سرد کرده و سپس درب پیکنومتر را روی آن می‌گذارند. سپس درب پیکنومتر را روی آن می‌گذارند. پس از خشک کردن پیکنومتر آنرا در ترمواستاتی که درجه حرارتش مطابق با درجه حرارت اندازه‌گیری تنظیم شده است، قرار می‌دهند.

تقریباً سی دقیقه بعد قطراتی که از نمونه را که در اثر گرم شدن از لوله موئی درب سمباده‌ای بالا می‌آید با یک کاغذ صافی خشک می‌کنند. در اینجا باید دقت کرد که سطح محلول در لوله موئی با سطح درب سمباده‌ای پیکنومتر در یک سطح قرار داشته باشند. پیکنومتر را از ترمواستات خارج کرده و بعد از خشک کردن و قرار دادن کلاهک سمباده بمدت سی دقیقه (تا ایجاد تعادل حرارتی) صبر می‌کنند. سپس وزن پیکنومتر را تعیین می‌کنند.

$$t_{20}^{20} = \frac{G_2 - G_0}{G_1 - G_0} \quad (3)$$

در این رابطه

$$t_{20}^{20} = \text{نسبت توزین در هوا و در } 20 \text{ درجه سانتیگراد}$$

$$G_2 = \text{وزن پیکنومتر همراه با محلول مورد آزمایش}$$

$$G_0 = \text{وزن پیکنومتر خالی}$$

$$G_1 = \text{وزن پیکنومتر همراه با آب}$$

(باید توجه داشت که عمل توزین در هوا و در بیست درجه سانتیگراد انجام می‌شود)

برای تعیین وزن مخصوص نسبی نسبت به آب با همان دما بایستی توزین در خلاء

تصحیح گردد. برای تعیین وزن مخصوص ساده ترین روش که با دقت زیادی نیز همراه است

این است که ضریب " $(1-\tau) \times 0.0012$ " را (که نسبت توزین در هوا و در بیست درجه سانتیگراد است)، کم کنند. بنابراین:

$$d_{20}^{20} = \tau_{20}^{20} - 0.0012 (\tau_{20}^{20} - 1) = 0.9988 \cdot \tau_{20}^{20} + 0.0012 \quad (4)$$

در این رابطه:

d_{20}^{20} = وزن مخصوص نسبی (در بیست درجه سانتیگراد) نسبت به وزن

مخصوص آب بیست درجه

کافی است برای تعیین وزن مخصوص نمونه، وزن مخصوص تعیین شده از رابطه ۴ را

در وزن مخصوص آب ضرب کرد.

و یا به عبارت دیگر:

$$\rho_{20} = d_{20}^{20} (\text{وزن مخصوص نسبی}) \times 0.998206 \quad (5)$$

نتیجه گیری

ماده خشک نمونه را با کمک جدول شماره ۴ (بند ۴-۱) تعیین می‌کنند. لازم به تذکر است که ماده خشک ثبت شده در جدول بر مبنای توزین در هوا محاسبه شده در حالیکه ارقام مربوط به وزن مخصوص در ۲۰ درجه سانتیگراد و بر اساس توزین در خلاء تصحیح شده‌اند.

وزن مخصوص را می‌توان بوسیله تعیین جرم محلول مورد آزمایش در پیکنومتر و

تعیین حجم پیکنومتر نیز تعیین نمود.

برای این منظور بایستی جرم $G_2 - G_0$ را بر مبنای وزن در خلاء تصحیح نمود که در

اینصورت رابطه $m_2 - m_0$ بدست می‌آید. حجم پیکنومتر در حرارت ۲۰ درجه سانتیگراد

$$V_{20} = \frac{G_1 - G_0}{0.99714} \quad \text{برابر است با:}$$

در این رابطه:

$$V_{20} = \text{حجم پیکنومتر در بیست درجه سانتیگراد}$$

$$G_1 = \text{وزن پیکنومتر همراه با آب}$$

$$G_2 = \text{وزن پیکنومتر خالی}$$

با توجه به آنچه گفته شده اگر بجای $G_1 - G_0$ رابطه $m_2 - m_0$ را قرار دهند، رابطه

زیر بدست می آید:

$$\rho_{20} = \frac{m_2 - m_0}{V_{20}}$$

(۶)

در این رابطه:

ρ_{20} = وزن مخصوص نمونه در بیست درجه سانتیگراد

m_2 = وزن پیکنومتر همراه با محلول مورد آزمایش (تصحیح شده)

m_0 = وزن پیکنومتر خالی (تصحیح شده)

V_{20} = حجم پیکنومتر در بیست درجه سانتیگراد

تصحیح نیروی بالا برنده در هوا

هر حجم در موقع توزین ظاهراً به اندازه هوای هم حجم آن از جرمش کاسته می شود. در حالتی که نمونه مورد آزمایش و سنگهای توزین از مواد مختلفی که دارای وزن مخصوصهای متفاوتی هستند، تشکیل شده باشند. بدیهی است که اگر دارای جرم مساوی هم باشند، حجم آنها مختلف و در نتیجه نیروئی که در هوا در موقع توزین بر آنها وارد می شود متفاوت می باشد. بنابر این توزین در هوا مبین وزن واقعی جسم نیست لوی چون توزین اجسام در خلاء پر در دسر است عمل توزین را در هوا انجام داده و اشتباهی که در موقع توزین در هوا بوسیله نیروی بالا برنده ایجاد می شود از طریق محاسبه تصحیح می کنند. (جدول شماره ۵)

$$m = G + \rho_L (V - V')$$

(۷)

در این رابطه:

m = جرم نمونه به گرم در خلاء

G = وزن نمونه به گرم در هوا

V = حجم نمونه به سانتیمتر مکعب

V' = حجم سنگهای توزین به سانتیمتر مکعب

ρ_L = وزن مخصوص هوا (گرم به سانتیمتر مکعب

با کمک رابطه های $V' = \frac{G}{p'}$ و $V = \frac{m}{p}$ و رابطه ۷ می توان نوشت:

$$m = G + p_L \left(\frac{m}{p} - \frac{G}{p'} \right)$$

(۸)

در این رابطه:

$P =$ وزن مخصوص نمونه به گرم در سانتیمتر مکعب

$P' =$ وزن مخصوص سنگهای توزین (غالب) وزنه‌های برنجی با وزن مخصوص

$m/G/\rho_1$ (۸/۴) عیناً مانند رابطه ۷

از تبدیل رابطه ۸، رابطه ۹ بدست می‌آید:

$$m = G \cdot \frac{1 - \frac{P_L}{P_1}}{1 - \frac{P_L}{P}} = G \left[1 - \frac{P_L}{P_1} + \frac{P_L}{P} \right] \quad (9)$$

وزن مخصوص هوا تحت شرایط متعارفی (۲۰ درجه سانتیگراد و ۵۰٪ رطوبت

نسبی و فشار ۱/۰۱۳۲۵ بار) در سطح دریا برابر با ۰/۰۰۱۱۹۹

گرم سانتیمتر مکعب و در ارتفاع ۵۰۰ متر برابر ۰/۰۰۱۱۳۱ گرم سانتیمتر مکعب می‌باشد.

برای تصحیح دقیق‌تر نیروی بالا برنده هوا بایستی وزن مخصوص هوا را در شرایطی

که عمل توزین تحت آن شرایط انجام می‌شود، تعیین نمود. برای اینکار بطور مثال می‌توان

رابطه زیر که نسبتاً دقیق هم است، استفاده کرد:

$$\rho_L = \frac{293/15}{1013.25} \cdot \frac{P}{T} \cdot (P_L' \cdot n - 1.05 \cdot 10^{-7} \cdot u) \quad (10)$$

$\rho_L =$ وزن مخصوص هوا g/cm^3

$u =$ رطوبت نسبی هوا %

$\rho_{Ln} =$ وزن مخصوص هوای خشک g/cm^3

$P =$ فشار بر حسب میلی بار mbar

$T =$ درجه حرارت مطلق k

وزن مخصوص هوای خشک ρ_{Ln} در فشار ۱۰۱۳/۲۵ میلی بار و درجه حرارت

مطلق ۲۹۳/۱۵ برابر با $(1/2050 \times 10^{-3})$ می‌باشد.

به مثال زیر توجه کنید:

$$G = 50/45$$

وزن تعیین شده به گرم بوسیله ترازو

$$\rho = 1/05914$$

وزن مخصوص نمونه به گرم بر سانتیمتر مکعب

$$P = 730$$

فشار بارومتر به میلیمتر جیوه (تصحیح شده)

$$P = 730 \times 1/333224 = 973/3 \quad \text{فشار به میلی بار}$$

$$u = 70 \quad \text{درصد رطوبت نسبی هوا}$$

$$t = 23/0 \quad \text{درجه حرارت آزمون به سانتیگراد}$$

$$T = 23/0 + 273/15 = 296/15 \quad \text{درجه حرارت مطلق}$$

$$\text{وزن مخصوص هوا} = \frac{293/15}{1013/25} \times \frac{973/3}{296/15} \times (1.205 \times 10^{-3} - 1.05 \times 10^{-7} \times 70) = 1.1388 \times 10^{-3}$$

و بنابراین

$$\text{جرم نمونه به گرم} = 50/451 \times (1 - \frac{1.1388 \times 10^{-3}}{1.4} + \frac{1.1388 \times 10^{-3}}{1.05914}) = 50/498$$

جدول ۴- وزن مخصوص محلولهای آبکی ساکاروز در ۲۰ درجه سانتیگراد

$$\omega_s = \text{درصد قند}$$

d_4^{20} وزن مخصوص نسبی در ۲۰ درجه سانتیگراد (نسبت به آب با دمای ۴ درجه سانتیگراد)

ρ_{20} وزن مخصوص در ۲۰ درجه سانتیگراد
 $(= d_4^{20} \cdot \rho_w \cdot \frac{1}{1.000028})$

t_{20}^{20} تناسب اوزان در ۲۰ درجه سانتیگراد (نسبت به آب با دمای ۲۰ درجه سانتیگراد)

$C'S$ غلظت ساکاروز
 $(= \omega_s \cdot \rho_{20})$

ارقام مربوط به وزن مخصوص و غلظت بر مبنای ساکاروز وزن شده در خلاء محاسبه شده‌اند برعکس ارقام به تناسب اوزان بر مبنای ساکاروز وزن شده در هوا تعیین گردیده است. در صورت لزوم می‌توان مقدار ساکاروز توزین شده در هوارا با کمک جدول شماره ۵ به ساکاروز توزین شده در خلاء تبدیل نمود.

در مورد محلولهای ناخالص ارقام مربوط به وزن مخصوص به نسبت ماده خشک نمونه محاسبه شده‌اند.

ω_s	d_4^{20}	ρ_{20}	t_{20}^{20}	$C'S$
%		g/cm ³		g/100 cm ³
0.0	0.998234	0.998206	1.00000	0.000
0.1	0.998622	0.998594	1.00039	0.100
0.2	0.999010	0.998982	1.00078	0.200
0.3	0.999398	0.999370	1.00117	0.300
0.4	0.999786	0.999758	1.00156	0.400
0.5	1.000174	1.000146	1.00194	0.500
0.6	1.000563	1.000535	1.00233	0.600

ادامه جدول ۴-

ω_s %	d_{20}^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c's g/100 cm ³
0.7	1.000952	1.000924	1.00272	0.701
0.8	1.001342	1.001314	1.00312	0.801
0.9	1.001731	1.001703	1.00351	0.902
1.0	1.002120	1.002092	1.00390	1.002
1.1	1.002509	1.002481	1.00429	1.103
1.2	1.002897	1.002869	1.00468	1.203
1.3	1.003286	1.003258	1.00507	1.304
1.4	1.003675	1.003647	1.00546	1.405
1.5	1.004064	1.004036	1.00585	1.506
1.6	1.004453	1.004425	1.00624	1.607
1.7	1.004844	1.004816	1.00663	1.708
1.8	1.005234	1.005206	1.00702	1.809
1.9	1.005624	1.005596	1.00741	1.911
2.0	1.006015	1.005987	1.00780	2.012
2.1	1.006405	1.006377	1.00819	2.113
2.2	1.006796	1.006768	1.00859	2.215
2.3	1.007188	1.007160	1.00898	2.317
2.4	1.007580	1.007552	1.00937	2.418
2.5	1.007972	1.007944	1.00977	2.520
2.6	1.008363	1.008335	1.01016	2.662
2.7	1.008755	1.008727	1.01055	2.724
2.8	1.009148	1.009120	1.01094	2.826
2.9	1.009541	1.009513	1.01134	2.828

ادامه جدول ۴-

ω_s	d_{20}^{20}	ρ_{20}	τ_{20}^{20}	c's
%		g/cm ³		g/100 cm ³
3.0	1.009934	1.009906	1.01173	3.030
3.1	1.010327	1.010299	1.01213	3.132
3.2	1.010721	1.010693	1.01252	3.234
3.3	1.011115	1.011087	1.01292	3.337
3.4	1.011510	1.011482	1.01331	3.439
3.5	1.011904	1.011876	1.01371	3.542
3.6	1.012298	1.012270	1.01410	3.644
3.7	1.012694	1.012666	1.01450	3.747
3.8	1.013089	1.013061	1.01490	3.850
3.9	1.013485	1.013457	1.01529	3.952
4.0	1.013881	1.013853	1.01569	4.055
4.1	1.014277	1.014249	1.01609	4.158
4.2	1.014673	1.014645	1.01649	4.262
4.3	1.015070	1.015042	1.01688	4.365
4.4	1.015467	1.015439	1.01728	4.468
4.5	1.015864	1.015836	1.01768	4.571
4.6	1.016261	1.016233	1.01808	4.675
4.7	1.016659	1.016630	1.01848	4.778
4.8	1.017058	1.017030	1.01888	4.882
4.9	1.017456	1.017428	1.01928	4.985
5.0	1.017854	1.017826	1.01968	5.089
5.1	1.018253	1.018224	1.02008	5.193
5.2	1.018625	1.018623	1.02048	5.297

ادامه جدول

ω_s	d_{20}^{20}	ρ_{20}	t_{20}^{20}	c's
%		g/cm ³		g/100 cm ³
5.3	1.019052	1.019023	1.02088	5.401
5.4	1.019452	1.019422	1.02128	5.505
5.5	1.019851	1.019822	1.02168	5.609
5.6	1.020251	1.020222	1.02208	5.713
5.7	1.020651	1.020622	1.02248	5.818
5.8	1.021053	1.021024	1.02289	5.922
5.9	1.021454	1.021425	1.02329	5.026
6.0	1.021855	1.021826	1.02369	6.131
6.1	1.022257	1.022228	1.02409	6.236
6.2	1.022650	1.022630	1.02450	6.340
6.3	1.023061	1.023032	1.02490	6.445
6.4	1.023463	1.023434	1.02530	6.550
6.5	1.023867	1.023838	1.02571	6.655
6.6	1.024270	1.024241	1.02611	6.760
6.7	1.024673	1.024644	1.02652	6.865
6.8	1.025077	1.025048	1.02692	6.970
6.9	1.025481	1.025452	1.02733	7.076
7.0	1.025885	1.025856	1.02773	7.181
7.1	1.026289	1.026260	1.02814	7.286
7.2	1.026694	1.026665	1.02854	7.392
7.3	1.027099	1.027070	1.02895	7.498
7.4	1.027504	1.027475	1.02936	7.603
7.5	1.027910	1.027881	1.02976	7.709

ادامه جدول ۴-

ω_s	d_{20}^{20}	ρ_{20}	τ_{20}^{20}	c's
%		g/cm ³		g/100 cm ³
7.6	1.028316	1.028287	1.03017	7.815
7.7	1.028722	1.028693	1.03058	7.921
7.8	1.029128	1.029099	1.03098	8.027
7.9	1.029535	1.029506	1.03139	8.133
8.0	1.029942	1.029913	1.03180	8.239
8.1	1.030349	1.030320	1.03221	8.346
8.2	1.030757	1.030728	1.03262	8.452
8.3	1.031165	1.031136	1.03303	8.558
8.4	1.031573	1.031544	1.03344	8.665
8.5	1.031982	1.031953	1.03385	8.772
8.6	1.032391	1.032362	1.03426	8.878
8.7	1.032800	1.032771	1.03467	8.985
8.8	1.033209	1.033180	1.03508	9.092
8.9	1.033619	1.033590	1.03549	9.199
9.0	1.034029	1.034000	1.03590	9.306
9.1	1.034439	1.034410	1.03631	9.413
9,2	1,034850	1,034821	1,03672	9,520
9,3	1,035260	1,035231	1,03713	9,628
9,4	1,035671	1,035642	1,03755	9,735
9,5	1,036082	1,036053	1,03796	9,843
9,6	1,036494	1,036465	1,03837	9,950
9,7	1,036906	1,036877	1,03879	10,058
9,8	1,037318	1,037289	1,03920	10,165
9,9	1,037730	1,037701	1,03961	10,273
10,0	1,038143	1,038114	1,04003	10,381

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	r_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
10,1	1,038556	1,038527	1,04044	10,489
10,2	1,038970	1,038941	1,04086	10,597
10,3	1,039383	1,039354	1,04127	10,705
10,4	1,039797	1,039768	1,04169	10,814
10,5	1,040212	1,040183	1,04210	10,922
10,6	1,040626	1,040597	1,04252	11,030
10,7	1,041041	1,041012	1,04293	11,139
10,8	1,041456	1,041427	1,04335	11,247
10,9	1,041872	1,041843	1,04377	11,356
11,0	1,042288	1,042259	1,04418	11,465
11,1	1,042704	1,042675	1,04460	11,574
11,2	1,043121	1,043092	1,04502	11,683
11,3	1,043537	1,043508	1,04544	11,792
11,4	1,043954	1,043925	1,04585	11,901
11,5	1,044370	1,044341	1,04627	12,010
11,6	1,044788	1,044759	1,04669	12,119
11,7	1,045206	1,045177	1,04711	12,229
11,8	1,045625	1,045596	1,04753	12,338
11,9	1,046043	1,046014	1,04795	12,448
12,0	1,046462	1,046433	1,04837	12,557
12,1	1,046881	1,046852	1,04879	12,667
12,2	1,047300	1,047271	1,04921	12,777
12,3	1,047720	1,047691	1,04963	12,887
12,4	1,048140	1,048111	1,05005	12,997
12,5	1,048559	1,048530	1,05047	13,107
12,6	1,048980	1,048951	1,05090	13,217
12,7	1,049401	1,049372	1,05132	13,327
12,8	1,049822	1,049793	1,05174	13,437
12,9	1,050243	1,050214	1,05216	13,548
13,0	1,050665	1,050636	1,05259	13,658

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
13,1	1,051087	1,051058	1,05301	13,769
13,2	1,051510	1,051481	1,05343	13,880
13,3	1,051933	1,051904	1,05386	13,990
13,4	1,052356	1,052326	1,05428	14,101
13,5	1,052778	1,052748	1,05470	14,212
13,6	1,053202	1,053173	1,05513	14,323
13,7	1,053626	1,053597	1,05556	14,434
13,8	1,054050	1,054020	1,05598	14,545
13,9	1,054475	1,054445	1,05641	14,657
14,0	1,054900	1,054870	1,05683	14,768
14,1	1,055325	1,055295	1,05726	14,880
14,2	1,055751	1,055721	1,05769	14,991
14,3	1,056176	1,056146	1,05811	15,103
14,4	1,056602	1,056572	1,05854	15,215
14,5	1,057029	1,056999	1,05897	15,326
14,6	1,057455	1,057425	1,05940	15,438
14,7	1,057882	1,057852	1,05982	15,550
14,8	1,058310	1,058280	1,06025	15,663
14,9	1,058737	1,058707	1,06068	15,775
15,0	1,059165	1,059135	1,06111	15,887
15,1	1,059593	1,059563	1,06154	15,999
15,2	1,060022	1,059992	1,06197	16,112
15,3	1,060451	1,060421	1,06240	16,224
15,4	1,060880	1,060850	1,06283	16,337
15,5	1,061308	1,061278	1,06326	16,450
15,6	1,061738	1,061708	1,06369	16,563
15,7	1,062168	1,062138	1,06412	16,676
15,8	1,062598	1,062568	1,06455	16,789
15,9	1,063029	1,062999	1,06499	16,902
16,0	1,063460	1,063430	1,06542	17,015

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
16,1	1,063892	1,063862	1,06585	17,128
16,2	1,064324	1,064294	1,06629	17,242
16,3	1,064756	1,064726	1,06672	17,355
16,4	1,065188	1,065158	1,06715	17,469
16,5	1,065621	1,065591	1,06759	17,582
16,6	1,066054	1,066024	1,06802	17,696
16,7	1,066487	1,066457	1,06845	17,810
16,8	1,066921	1,066891	1,06889	17,924
16,9	1,067355	1,067325	1,06933	18,038
17,0	1,067789	1,067759	1,06976	18,152
17,1	1,068223	1,068193	1,07020	18,266
17,2	1,068658	1,068628	1,07063	18,380
17,3	1,069093	1,069063	1,07107	18,495
17,4	1,069529	1,069499	1,07151	18,609
17,5	1,069964	1,069934	1,07194	18,724
17,6	1,070400	1,070370	1,07238	18,839
17,7	1,070836	1,070806	1,07282	18,953
17,8	1,071273	1,071243	1,07325	19,068
17,9	1,071710	1,071680	1,07369	19,183
18,0	1,072147	1,072117	1,07413	19,298
18,1	1,072585	1,072555	1,07457	19,413
18,2	1,073023	1,072993	1,07501	19,528
18,3	1,073461	1,073431	1,07545	19,644
18,4	1,073900	1,073870	1,07589	19,759
18,5	1,074338	1,074308	1,07633	19,875
18,6	1,074777	1,074747	1,07677	19,990
18,7	1,075217	1,075187	1,07721	20,106
18,8	1,075657	1,075627	1,07765	20,222
18,9	1,076097	1,076067	1,07809	20,338
19,0	1,076537	1,076506	1,07853	20,454

ادامه جدول ۴-

w_s	d_4^{20}	ρ_{20}	τ_{20}^{20}	c'_s
%		g/cm ³		g/100 cm ³
19,1	1,076978	1,076948	1,07898	20,570
19,2	1,077419	1,077389	1,07942	20,686
19,3	1,077860	1,077830	1,07986	20,802
19,4	1,078302	1,078272	1,08030	20,918
19,5	1,078744	1,078714	1,08075	21,035
19,6	1,079187	1,079157	1,08119	21,151
19,7	1,079629	1,079599	1,08164	21,268
19,8	1,080072	1,080042	1,08208	21,385
19,9	1,080515	1,080485	1,08252	21,502
20,0	1,080959	1,080929	1,08297	21,619
20,1	1,081403	1,081373	1,08342	21,736
20,2	1,081848	1,081818	1,08386	21,853
20,3	1,082292	1,082262	1,08431	21,970
20,4	1,082737	1,082707	1,08475	22,087
20,5	1,083182	1,083152	1,08520	22,205
20,6	1,083628	1,083598	1,08565	22,322
20,7	1,084074	1,084044	1,08609	22,440
20,8	1,084520	1,084490	1,08654	22,557
20,9	1,084967	1,084937	1,08699	22,675
21,0	1,085414	1,085384	1,08744	22,793
21,1	1,085861	1,085831	1,08789	22,911
21,2	1,086309	1,086279	1,08834	23,029
21,3	1,086757	1,086727	1,08879	23,147
21,4	1,087205	1,087175	1,08923	23,266
21,5	1,087652	1,087622	1,08968	23,384
21,6	1,088101	1,088071	1,09013	23,502
21,7	1,088550	1,088520	1,09058	23,621
21,8	1,089000	1,088970	1,09103	23,740
21,9	1,089450	1,089420	1,09149	23,858
22,0	1,089900	1,089869	1,09194	23,977

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
22,1	1,090351	1,090320	1,09239	24,096
22,2	1,090802	1,090771	1,09284	24,215
22,3	1,091253	1,091222	1,09329	24,334
22,4	1,091704	1,091673	1,09375	24,453
22,5	1,092155	1,092124	1,09420	24,573
22,6	1,092607	1,092576	1,09465	24,692
22,7	1,093060	1,093029	1,09511	24,812
22,8	1,093513	1,093482	1,09556	24,931
22,9	1,093966	1,093935	1,09602	25,051
23,0	1,094420	1,094389	1,09647	25,171
23,1	1,094874	1,094843	1,09693	25,291
23,2	1,095328	1,095297	1,09738	25,411
23,3	1,095782	1,095757	1,09784	25,531
23,4	1,096236	1,096205	1,09829	25,651
23,5	1,096691	1,096660	1,09875	25,772
23,6	1,097147	1,097116	1,09921	25,892
23,7	1,097603	1,097572	1,09966	26,012
23,8	1,098058	1,098027	1,10012	26,133
23,9	1,098514	1,098483	1,10058	26,254
24,0	1,098971	1,098940	1,10104	26,375
24,1	1,099428	1,099397	1,10149	26,495
24,2	1,099886	1,099855	1,10195	26,616
24,3	1,100344	1,100313	1,10241	26,738
24,4	1,100802	1,100771	1,10287	26,859
24,5	1,101259	1,101228	1,10333	26,980
24,6	1,101718	1,101687	1,10379	27,102
24,7	1,102177	1,102146	1,10425	27,223
24,8	1,102637	1,102606	1,10471	27,345
24,9	1,103097	1,103066	1,10517	27,466
25,0	1,103557	1,103526	1,10564	27,588

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
25,1	1,104017	1,103986	1,10610	27,710
25,2	1,104478	1,104447	1,10656	27,832
25,3	1,104938	1,104907	1,10702	27,954
25,4	1,105400	1,105369	1,10748	28,076
25,5	1,105862	1,105831	1,10795	28,199
25,6	1,106324	1,106293	1,10841	28,321
25,7	1,106786	1,106755	1,10887	28,444
25,8	1,107248	1,107217	1,10934	28,566
25,9	1,107711	1,107680	1,10980	28,689
26,0	1,108175	1,108144	1,11027	28,812
26,1	1,108639	1,108608	1,11073	28,935
26,2	1,109103	1,109072	1,11120	29,058
26,3	1,109568	1,109537	1,11166	29,181
26,4	1,110033	1,110002	1,11213	29,304
26,5	1,110497	1,110466	1,11260	29,427
26,6	1,110963	1,110932	1,11306	29,551
26,7	1,111429	1,111398	1,11353	29,674
26,8	1,111895	1,111864	1,11400	29,798
26,9	1,112361	1,112330	1,11447	29,922
27,0	1,112828	1,112797	1,11493	30,046
27,1	1,113295	1,113264	1,11540	30,169
27,2	1,113863	1,113832	1,11587	30,296
27,3	1,114229	1,114198	1,11634	30,418
27,4	1,114697	1,114666	1,11681	30,542
27,5	1,114166	1,115135	1,11728	30,666
27,6	1,115635	1,115604	1,11775	30,791
27,7	1,116104	1,116073	1,11822	30,915
27,8	1,116572	1,116541	1,11869	31,040
27,9	1,117042	1,117011	1,11916	31,165
28,0	1,117512	1,117481	1,11963	31,289

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
28,1	1,117982	1,117951	1,12010	31,414
28,2	1,118453	1,118422	1,12058	31,540
28,3	1,118923	1,118892	1,12105	31,665
28,4	1,119395	1,119364	1,12152	31,790
28,5	1,119867	1,119836	1,12199	31,915
28,6	1,120339	1,120308	1,12247	32,041
28,7	1,120812	1,120781	1,12294	32,166
28,8	1,121284	1,121253	1,12341	32,309
28,9	1,121757	1,121726	1,12389	32,418
29,0	1,122231	1,122200	1,12436	32,544
29,1	1,122705	1,122674	1,12484	32,670
29,2	1,123179	1,123148	1,12532	32,796
29,3	1,123653	1,123622	1,12579	32,922
29,4	1,124128	1,124096	1,12627	33,048
29,5	1,124603	1,124572	1,12674	33,175
29,6	1,125079	1,125048	1,12722	33,301
29,7	1,125555	1,125523	1,12770	33,428
29,8	1,126030	1,125998	1,12817	33,555
29,9	1,126507	1,126475	1,12865	33,682
30,0	1,126984	1,126952	1,12913	33,809
30,1	1,127461	1,127429	1,12961	33,936
30,2	1,127939	1,127901	1,13009	34,063
30,3	1,128417	1,128385	1,13057	34,190
30,4	1,128896	1,128864	1,13105	34,317
30,5	1,129374	1,129342	1,13153	34,445
30,6	1,129853	1,129821	1,13201	34,573
30,7	1,130332	1,130300	1,13249	34,700
30,8	1,130812	1,130780	1,13297	34,828
30,9	1,131292	1,131260	1,13345	34,956
31,0	1,131773	1,131741	1,13394	35,084

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	T_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
31,1	1,132254	1,132222	1,13442	35,212
31,2	1,132735	1,132703	1,13490	35,340
31,3	1,133216	1,133184	1,13538	35,469
31,4	1,133698	1,133666	1,13587	35,597
31,5	1,134180	1,134148	1,13635	35,726
31,6	1,134663	1,134631	1,13683	35,854
31,7	1,135146	1,135114	1,13732	35,983
31,8	1,135628	1,135596	1,13780	36,112
31,9	1,136112	1,136080	1,13829	36,241
32,0	1,136596	1,136564	1,13877	36,370
32,1	1,137080	1,137048	1,13926	36,499
32,2	1,137565	1,137533	1,13974	36,629
32,3	1,138049	1,138017	1,14023	36,758
32,4	1,138534	1,138502	1,14072	36,887
32,5	1,139020	1,138988	1,14120	37,017
32,6	1,139506	1,139474	1,14169	37,147
32,7	1,139993	1,139961	1,14218	37,277
32,8	1,140479	1,140447	1,14267	37,407
32,9	1,140966	1,140934	1,14316	37,537
33,0	1,141453	1,141421	1,14364	37,667
33,1	1,141941	1,141909	1,14413	37,797
33,2	1,142429	1,142397	1,14462	37,928
33,3	1,142916	1,142884	1,14511	38,058
33,4	1,143405	1,143373	1,14560	38,189
33,5	1,143894	1,143862	1,14609	38,319
33,6	1,144384	1,144352	1,14658	38,450
33,7	1,144874	1,144842	1,14708	38,581
33,8	1,145363	1,145331	1,14757	38,712
33,9	1,145854	1,145822	1,14806	38,843
34,0	1,146345	1,146313	1,14855	38,975

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	T_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
34,1	1,146836	1,146804	1,14904	39,106
34,2	1,147328	1,147296	1,14954	39,238
34,3	1,147820	1,147788	1,15003	39,369
34,4	1,148313	1,148281	1,15052	39,501
34,5	1,148805	1,148773	1,15102	39,633
34,6	1,149298	1,149266	1,15151	39,765
34,7	1,149792	1,149760	1,15201	39,897
34,8	1,150286	1,150254	1,15250	40,029
34,9	1,150780	1,150748	1,15300	40,161
35,0	1,151275	1,151243	1,15350	40,294
35,1	1,151770	1,151738	1,15399	40,426
35,2	1,152265	1,152233	1,15449	40,559
35,3	1,152760	1,152728	1,15498	40,691
35,4	1,153256	1,153224	1,15548	40,824
35,5	1,153752	1,153720	1,15598	40,957
35,6	1,154249	1,154217	1,15648	41,090
35,7	1,154746	1,154714	1,15698	41,223
35,8	1,155242	1,155210	1,15747	41,357
35,9	1,155740	1,155708	1,15797	41,490
36,0	1,156238	1,156206	1,15847	41,623
36,1	1,156736	1,156704	1,15897	41,757
36,2	1,157235	1,157203	1,15947	41,891
36,3	1,157733	1,157701	1,15997	42,026
36,4	1,158233	1,158201	1,16047	42,159
36,5	1,158733	1,158701	1,16098	42,293
36,6	1,159233	1,159201	1,16148	42,427
36,7	1,159733	1,159701	1,16198	42,561
36,8	1,160233	1,160201	1,16248	42,695
36,9	1,160734	1,160702	1,16298	42,830
37,0	1,161236	1,161203	1,16349	42,965

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
37,1	1,161738	1,161705	1,16399	43,099
37,2	1,162240	1,162207	1,16449	43,234
37,3	1,162742	1,162709	1,16500	43,369
37,4	1,163245	1,163212	1,16550	43,504
37,5	1,163748	1,163715	1,16601	43,639
37,6	1,164252	1,164219	1,16651	43,775
37,7	1,164756	1,164723	1,16702	43,910
37,8	1,165259	1,165226	1,16752	44,046
37,9	1,165764	1,165731	1,16803	44,181
38,0	1,166269	1,166236	1,16853	44,317
38,1	1,166775	1,166742	1,16904	44,453
38,2	1,167281	1,167248	1,16955	44,589
38,3	1,167786	1,167753	1,17006	44,725
38,4	1,168293	1,168260	1,17056	44,861
38,5	1,168800	1,168767	1,17107	44,998
38,6	1,169307	1,169274	1,17158	45,134
38,7	1,169815	1,169782	1,17209	45,271
38,8	1,170322	1,170289	1,17260	45,407
38,9	1,170831	1,170798	1,17311	45,544
39,0	1,171340	1,171307	1,17362	45,681
39,1	1,171849	1,171816	1,17413	45,818
39,2	1,172359	1,172326	1,17464	45,955
39,3	1,172869	1,172836	1,17515	46,092
39,4	1,173379	1,173346	1,17566	46,230
39,5	1,173889	1,173856	1,17618	46,367
39,6	1,174400	1,174367	1,17669	46,505
39,7	1,174911	1,174878	1,17720	46,643
39,8	1,175423	1,175390	1,17772	46,781
39,9	1,175935	1,175902	1,17823	46,918
40,0	1,176447	1,176414	1,17874	47,057

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	t_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
40,1	1,176960	1,176927	1,17926	47,195
40,2	1,177473	1,177440	1,17977	47,333
40,3	1,177987	1,177954	1,18029	47,472
40,4	1,178501	1,178468	1,18080	47,610
40,5	1,179014	1,178981	1,18132	47,749
40,6	1,179527	1,179494	1,18183	47,887
40,7	1,180044	1,180011	1,18235	48,026
40,8	1,180560	1,180527	1,18287	48,166
40,9	1,181076	1,181043	1,18339	48,305
41,0	1,181592	1,181559	1,18390	48,444
41,1	1,182108	1,182075	1,18442	48,583
41,2	1,182625	1,182592	1,18494	48,723
41,3	1,183142	1,183109	1,18546	48,862
41,4	1,183660	1,183627	1,18598	49,002
41,5	1,184178	1,184145	1,18650	49,142
41,6	1,184696	1,184663	1,18702	49,282
41,7	1,185215	1,185182	1,18754	49,422
41,8	1,185734	1,185701	1,18806	49,562
41,9	1,186253	1,186220	1,18858	49,703
42,0	1,186773	1,186740	1,18910	49,843
42,1	1,187293	1,187260	1,18962	49,984
42,2	1,187814	1,187781	1,19014	50,124
42,3	1,188335	1,188302	1,19062	50,265
42,4	1,188856	1,188823	1,19119	50,406
42,5	1,189379	1,189346	1,19171	50,547
42,6	1,189901	1,189868	1,19224	50,688
42,7	1,190423	1,190390	1,19276	50,830
42,8	1,190946	1,190913	1,19329	50,971
42,9	1,191469	1,191436	1,19381	51,113
43,0	1,191993	1,191960	1,19434	51,254

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
43,1	1,192517	1,192484	1,19486	51,396
43,2	1,193041	1,193008	1,19539	51,538
43,3	1,193565	1,193532	1,19591	51,680
43,4	1,194090	1,194057	1,19644	51,822
43,5	1,194616	1,194583	1,19697	51,964
43,6	1,195141	1,195108	1,19749	52,107
43,7	1,195667	1,195634	1,19802	52,249
43,8	1,196193	1,196160	1,19855	52,392
43,9	1,196720	1,196686	1,19908	52,535
44,0	1,197247	1,197213	1,19961	52,677
44,1	1,197775	1,197741	1,20013	52,820
44,2	1,198303	1,198269	1,20066	52,963
44,3	1,198832	1,198798	1,20119	53,107
44,4	1,199360	1,199326	1,20172	53,250
44,5	1,199890	1,199856	1,20226	53,394
44,6	1,200420	1,200386	1,20279	53,537
44,7	1,200950	1,200916	1,20332	53,681
44,8	1,201480	1,201446	1,20385	53,825
44,9	1,202010	1,201976	1,20438	53,969
45,0	1,202540	1,202506	1,20491	54,113
45,1	1,203071	1,203037	1,20545	54,257
45,2	1,203603	1,203569	1,20598	54,401
45,3	1,204136	1,204102	1,20651	54,546
45,4	1,204668	1,204634	1,20705	54,690
45,5	1,205200	1,205166	1,20758	54,835
45,6	1,205733	1,205699	1,20812	54,980
45,7	1,206266	1,206232	1,20865	55,125
45,8	1,206801	1,206767	1,20919	55,270
45,9	1,207335	1,207301	1,20972	55,415
46,0	1,207870	1,207836	1,21026	55,560

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
46,1	1,208405	1,208371	1,21080	55,706
46,2	1,208940	1,208906	1,21133	55,851
46,3	1,209477	1,209443	1,21187	55,997
46,4	1,210013	1,209979	1,21241	56,143
46,5	1,210549	1,210515	1,21295	56,289
46,6	1,211086	1,211052	1,21349	56,435
46,7	1,211623	1,211589	1,21402	56,581
46,8	1,212162	1,212128	1,21456	56,728
46,9	1,212700	1,212666	1,21510	56,874
47,0	1,213238	1,213204	1,21564	57,021
47,1	1,213777	1,213743	1,21618	57,167
47,2	1,214317	1,214283	1,21673	57,314
47,3	1,214856	1,214822	1,21727	57,461
47,4	1,215395	1,215361	1,21781	57,608
47,5	1,215936	1,215902	1,21835	57,755
47,6	1,216476	1,216442	1,21889	57,903
47,7	1,217017	1,216983	1,21943	58,050
47,8	1,217559	1,217525	1,21998	58,198
47,9	1,218101	1,218067	1,22052	58,345
48,0	1,218643	1,218609	1,22106	58,493
48,1	1,219185	1,219151	1,22161	58,641
48,2	1,219729	1,219695	1,22215	58,789
48,3	1,220272	1,220238	1,22270	58,938
48,4	1,220815	1,220781	1,22324	59,086
48,5	1,221360	1,221326	1,22379	59,234
48,6	1,221904	1,221870	1,22434	59,383
48,7	1,222449	1,222415	1,22488	59,532
48,8	1,222995	1,222961	1,22543	59,681
48,9	1,223540	1,223506	1,22598	59,829
49,0	1,224086	1,224052	1,22652	59,979

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
49,1	1,224632	1,224598	1,22707	60,128
49,2	1,225180	1,225146	1,22762	60,277
49,3	1,225727	1,225693	1,22817	60,427
49,4	1,226274	1,226240	1,22872	60,576
49,5	1,226823	1,226789	1,22927	60,726
49,6	1,227371	1,227337	1,22982	60,876
49,7	1,227919	1,227885	1,23037	61,026
49,8	1,228469	1,228435	1,23092	61,176
49,9	1,229018	1,228984	1,23147	61,326
50,0	1,229567	1,229533	1,23202	61,477
50,1	1,230117	1,230083	1,23257	61,627
50,2	1,230668	1,230634	1,23313	61,778
50,3	1,231219	1,231185	1,23368	61,929
50,4	1,231770	1,231736	1,23423	62,079
50,5	1,232322	1,232288	1,23478	62,231
50,6	1,232874	1,232839	1,23534	62,382
50,7	1,233426	1,233391	1,23589	62,533
50,8	1,233979	1,233944	1,23645	62,684
50,9	1,234532	1,234497	1,23700	62,836
51,0	1,235085	1,235050	1,23756	62,988
51,1	1,235639	1,235604	1,23811	63,139
51,2	1,236194	1,236159	1,23867	63,291
51,3	1,236748	1,236713	1,23922	63,443
51,4	1,237303	1,237268	1,23978	63,596
51,5	1,237859	1,237824	1,24034	63,748
51,6	1,238414	1,238379	1,24089	63,900
51,7	1,238970	1,238935	1,24145	64,053
51,8	1,239527	1,239492	1,24201	64,206
51,9	1,240084	1,240049	1,24257	64,359
52,0	1,240641	1,240606	1,24313	64,512

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
52,1	1,241198	1,241163	1,24369	64,665
52,2	1,241757	1,241722	1,24425	64,818
52,3	1,242315	1,242280	1,24481	64,971
52,4	1,242873	1,242838	1,24537	65,125
52,5	1,243433	1,242398	1,24593	65,278
52,6	1,243992	1,243957	1,24649	65,432
52,7	1,244552	1,244517	1,24705	65,586
52,8	1,245113	1,245078	1,24761	65,740
52,9	1,245673	1,245638	1,24818	65,894
53,0	1,246234	1,246199	1,24874	66,049
53,1	1,246795	1,246760	1,24930	66,203
53,2	1,247358	1,247323	1,24987	66,358
53,3	1,247920	1,247885	1,25043	66,512
53,4	1,248482	1,248447	1,25099	66,667
53,5	1,249046	1,249011	1,25156	66,822
53,6	1,249609	1,249574	1,25212	66,977
53,7	1,250172	1,250137	1,25269	67,132
53,8	1,250737	1,250702	1,25325	67,288
53,9	1,251301	1,251266	1,25382	67,443
54,0	1,251866	1,251831	1,25439	67,599
54,1	1,252431	1,252396	1,25495	67,755
54,2	1,252997	1,252962	1,25552	67,911
54,3	1,253563	1,253528	1,25609	68,067
54,4	1,254129	1,254094	1,25666	68,223
54,5	1,254697	1,254662	1,25723	68,379
54,6	1,255264	1,255229	1,25780	68,536
54,7	1,255831	1,255796	1,25836	68,692
54,8	1,256400	1,256365	1,25893	68,849
54,9	1,256967	1,256932	1,25950	69,006
55,0	1,257535	1,257500	1,26007	69,163

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c_s' g/100 cm ³
55,1	1,258104	1,258069	1,26064	69,320
55,2	1,258674	1,258639	1,26122	69,477
55,3	1,259244	1,259209	1,26179	69,634
55,4	1,259815	1,259780	1,26236	69,792
55,5	1,260385	1,260350	1,26293	69,949
55,6	1,260955	1,260920	1,26350	70,107
55,7	1,261527	1,261492	1,26408	70,265
55,8	1,262099	1,262064	1,26465	70,423
55,9	1,262671	1,262636	1,26522	70,581
56,0	1,263243	1,263208	1,26580	70,740
56,1	1,263816	1,263781	1,26637	70,898
56,2	1,264390	1,264355	1,26695	71,057
56,3	1,264963	1,264928	1,26752	71,215
56,4	1,265537	1,265502	1,26810	71,374
56,5	1,266112	1,266077	1,26868	71,533
56,6	1,266686	1,266651	1,26925	71,692
56,7	1,267261	1,267226	1,26983	71,852
56,8	1,267837	1,267802	1,27041	72,011
56,9	1,268413	1,268377	1,27098	72,171
57,0	1,268989	1,268953	1,27156	72,330
57,1	1,269565	1,269529	1,27214	72,490
57,2	1,270143	1,270107	1,27272	72,650
57,3	1,270720	1,270684	1,27330	72,810
57,4	1,271299	1,271263	1,27388	72,970
57,5	1,271877	1,271841	1,27446	73,131
57,6	1,272455	1,272419	1,27504	73,291
57,7	1,273035	1,272999	1,27562	73,452
57,8	1,273614	1,273578	1,27620	73,613
57,9	1,274194	1,274158	1,27678	73,774
58,0	1,274774	1,274738	1,27736	73,935

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
58,1	1,275354	1,275318	1,27794	74,096
58,2	1,275936	1,275900	1,27853	74,257
58,3	1,276517	1,276481	1,27911	74,419
58,4	1,277098	1,277062	1,27969	74,580
58,5	1,277680	1,277644	1,28028	74,742
58,6	1,278262	1,278226	1,28086	74,904
58,7	1,278844	1,278808	1,28145	75,066
58,8	1,279428	1,279392	1,28203	75,228
58,9	1,280011	1,279975	1,28262	75,391
59,0	1,280595	1,280559	1,28320	75,553
59,1	1,281179	1,281143	1,28379	75,716
59,2	1,281764	1,281728	1,28437	75,878
59,3	1,282349	1,282313	1,28497	76,041
59,4	1,282935	1,282899	1,28556	76,204
59,5	1,283521	1,283485	1,28614	76,367
59,6	1,284107	1,284071	1,28672	76,531
59,7	1,284694	1,284658	1,28731	76,694
59,8	1,285281	1,285245	1,28789	76,858
59,9	1,285869	1,285833	1,28849	77,021
60,0	1,286456	1,286420	1,28908	77,185
60,1	1,287044	1,287008	1,28966	77,349
60,2	1,287633	1,287597	1,29025	77,513
60,3	1,288222	1,288186	1,29084	77,678
60,4	1,288811	1,288775	1,29143	77,842
60,5	1,289401	1,289365	1,29203	78,007
60,6	1,289991	1,289955	1,29262	78,171
60,7	1,290581	1,290545	1,29321	78,336
60,8	1,291172	1,291136	1,29380	78,501
60,9	1,291763	1,291727	1,29439	78,666
61,0	1,292354	1,292318	1,29498	78,831

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	T_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
61,1	1,292946	1,292910	1,29559	78,997
61,2	1,293539	1,293503	1,29618	79,162
61,3	1,294131	1,294095	1,29677	79,328
61,4	1,294725	1,294689	1,29736	79,494
61,5	1,295318	1,295282	1,29796	79,660
61,6	1,295911	1,295875	1,29855	79,826
61,7	1,296506	1,296470	1,29915	79,992
61,8	1,297100	1,297064	1,29975	80,159
61,9	1,297696	1,297660	1,30034	80,325
62,0	1,298291	1,298255	1,30093	80,492
62,1	1,298886	1,298850	1,30153	80,659
62,2	1,299483	1,299447	1,30212	80,826
62,3	1,300079	1,300043	1,30273	80,993
62,4	1,300677	1,300641	1,30334	81,160
62,5	1,301274	1,301238	1,30393	81,327
62,6	1,301871	1,301835	1,30453	81,495
62,7	1,302470	1,302434	1,30513	81,663
62,8	1,303068	1,303032	1,30573	81,830
62,9	1,303668	1,303632	1,30633	81,998
63,0	1,304267	1,304230	1,30694	82,166
63,1	1,304867	1,304830	1,30754	82,335
63,2	1,305467	1,305430	1,30815	82,503
63,3	1,306068	1,306031	1,30875	82,672
63,4	1,306669	1,306632	1,30936	82,840
63,5	1,307271	1,307234	1,30994	83,009
63,6	1,307872	1,307835	1,31055	83,178
63,7	1,308475	1,308438	1,31117	83,348
63,8	1,309077	1,309040	1,31177	83,517
63,9	1,309680	1,309643	1,31237	83,686
64,0	1,310282	1,310245	1,31297	83,856

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	T_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
64,1	1,310885	1,310848	1,31359	84,025
64,2	1,311489	1,311452	1,31418	84,195
64,3	1,312093	1,312056	1,31479	84,365
64,4	1,312699	1,312662	1,31540	84,535
64,5	1,313304	1,313267	1,31600	84,706
64,6	1,313909	1,313872	1,31661	84,876
64,7	1,314515	1,314478	1,31723	85,047
64,8	1,315121	1,315084	1,31784	85,217
64,9	1,315728	1,315691	1,31845	85,388
65,0	1,316334	1,316297	1,31905	85,559
65,1	1,316941	1,316904	1,31966	85,730
65,2	1,317549	1,317512	1,32028	85,902
65,3	1,318157	1,318120	1,32089	86,073
65,4	1,318766	1,318729	1,32150	86,245
65,5	1,319374	1,319337	1,32210	86,417
65,6	1,319983	1,319946	1,32271	86,588
65,7	1,320593	1,320556	1,32332	86,761
65,8	1,321203	1,321166	1,32393	86,933
65,9	1,321814	1,321777	1,32455	87,105
66,0	1,322425	1,322388	1,32516	87,278
66,1	1,323036	1,322999	1,32577	87,450
66,2	1,323648	1,323611	1,32638	87,623
66,3	1,324259	1,324222	1,32699	87,796
66,4	1,324872	1,324835	1,32759	87,969
66,5	1,325484	1,325447	1,32820	88,142
66,6	1,326097	1,326060	1,32884	88,316
66,7	1,326711	1,326674	1,32945	88,489
66,8	1,327325	1,327288	1,33007	88,663
66,9	1,327940	1,327903	1,33068	88,837
67,0	1,328554	1,328517	1,33129	89,011

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	T_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
67,1	1,329170	1,329133	1,33192	89,185
67,2	1,329785	1,329748	1,33254	89,359
67,3	1,330401	1,330364	1,33315	89,533
67,4	1,331017	1,330980	1,33377	89,708
67,5	1,331633	1,331596	1,33438	89,883
67,6	1,332250	1,332213	1,33500	90,058
67,7	1,332868	1,332831	1,33562	90,233
67,8	1,333485	1,333448	1,33625	90,408
67,9	1,334103	1,334066	1,33686	90,583
68,0	1,334722	1,334685	1,33748	90,759
68,1	1,335342	1,335305	1,33810	90,934
68,2	1,335961	1,335924	1,33872	91,110
68,3	1,336581	1,336544	1,33935	91,286
68,4	1,337200	1,337163	1,33997	91,462
68,5	1,337821	1,337783	1,34059	91,638
68,6	1,338441	1,338404	1,34121	91,815
68,7	1,339063	1,339026	1,34183	91,991
68,8	1,339684	1,339646	1,34245	92,168
68,9	1,340306	1,340268	1,34309	92,344
69,0	1,340928	1,340890	1,34371	92,521
69,1	1,341551	1,341513	1,34433	92,699
69,2	1,342174	1,342136	1,34495	92,876
69,3	1,342798	1,342760	1,34558	93,053
69,4	1,343421	1,343383	1,34621	93,231
69,5	1,344046	1,344008	1,34684	93,409
69,6	1,344671	1,344633	1,34746	93,586
69,7	1,345296	1,345258	1,34809	93,764
69,8	1,345922	1,345884	1,34871	93,943
69,9	1,346547	1,346509	1,34934	94,121
70,0	1,347174	1,347136	1,34997	94,300

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	T_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
70,1	1,347801	1,347763	1,35060	94,478
70,2	1,348427	1,348389	1,35123	94,657
70,3	1,349055	1,349017	1,35186	94,836
70,4	1,349682	1,349644	1,35248	95,015
70,5	1,350311	1,350273	1,35311	95,194
70,6	1,350939	1,350901	1,35375	95,374
70,7	1,351568	1,351530	1,35438	95,553
70,8	1,352197	1,352159	1,35501	95,733
70,9	1,352827	1,352789	1,35564	95,913
71,0	1,353456	1,353418	1,35627	96,093
71,1	1,354087	1,354049	1,35691	96,273
71,2	1,354717	1,354679	1,35754	96,453
71,3	1,355349	1,355311	1,35817	96,634
71,4	1,355980	1,355942	1,35881	96,814
71,5	1,356612	1,356574	1,35944	96,995
71,6	1,357245	1,357207	1,36008	97,176
71,7	1,357877	1,357839	1,36072	97,357
71,8	1,358511	1,358473	1,36135	97,538
71,9	1,359144	1,359106	1,36198	97,720
72,0	1,359778	1,359740	1,36261	97,901
72,1	1,360413	1,360375	1,36324	98,083
72,2	1,361047	1,361009	1,36389	98,265
72,3	1,361682	1,361644	1,36452	98,447
72,4	1,362317	1,362279	1,36516	98,629
72,5	1,362953	1,362915	1,36579	98,811
72,6	1,363590	1,363552	1,36643	98,994
72,7	1,364226	1,364188	1,36707	99,176
72,8	1,364864	1,364826	1,36771	99,359
72,9	1,365501	1,365463	1,36836	99,542
73,0	1,366139	1,366101	1,36900	99,725

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
73,1	1,366777	1,366739	1,36964	99,909
73,2	1,367415	1,367377	1,37028	100,092
73,3	1,368054	1,368016	1,37092	100,276
73,4	1,368693	1,368655	1,37156	100,459
73,5	1,369333	1,369295	1,37220	100,643
73,6	1,369973	1,369935	1,37283	100,827
73,7	1,370613	1,370575	1,37347	101,011
73,8	1,371254	1,371216	1,37411	101,196
73,9	1,371894	1,371856	1,37476	101,380
74,0	1,372536	1,372498	1,37541	101,565
74,1	1,373178	1,373140	1,37605	101,750
74,2	1,373820	1,373782	1,37669	101,935
74,3	1,374463	1,374425	1,37733	102,120
74,4	1,375105	1,375067	1,37798	102,305
74,5	1,375749	1,375710	1,37864	102,490
74,6	1,376392	1,376353	1,37928	102,676
74,7	1,377036	1,376997	1,37993	102,862
74,8	1,377680	1,377641	1,38057	103,048
74,9	1,378326	1,378287	1,38122	103,234
75,0	1,378971	1,378932	1,38187	103,420
75,1	1,379617	1,379578	1,38252	103,606
75,2	1,380262	1,380223	1,38316	103,793
75,3	1,380909	1,380970	1,38381	103,980
75,4	1,381555	1,381516	1,38445	104,166
75,5	1,382203	1,382164	1,38510	104,353
75,6	1,382851	1,382812	1,38575	104,541
75,7	1,383499	1,383460	1,38640	104,728
75,8	1,384148	1,384109	1,38705	104,915
75,9	1,384796	1,384757	1,38770	105,103
76,0	1,385446	1,385407	1,38835	105,291

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
76,1	1,386096	1,386057	1,38902	105,479
76,2	1,386745	1,386706	1,38967	105,667
76,3	1,387396	1,387357	1,39032	105,855
76,4	1,388045	1,388006	1,39097	106,044
76,5	1,388696	1,388657	1,39162	106,232
76,6	1,389347	1,389308	1,39228	106,421
76,7	1,389999	1,389960	1,39293	106,610
76,8	1,390651	1,390612	1,39358	106,799
76,9	1,391303	1,391264	1,39423	106,988
77,0	1,391956	1,391917	1,39489	107,178
77,1	1,392610	1,392571	1,39554	107,367
77,2	1,393263	1,393224	1,39619	107,557
77,3	1,393917	1,393878	1,39685	107,747
77,4	1,394571	1,394532	1,39750	107,937
77,5	1,395226	1,395187	1,39816	108,127
77,6	1,395881	1,395842	1,39882	108,317
77,7	1,396536	1,396497	1,39949	108,508
77,8	1,397192	1,397153	1,40014	108,699
77,9	1,397848	1,397809	1,40080	108,889
78,0	1,398505	1,398466	1,40146	109,080
78,1	1,399162	1,399123	1,40211	109,272
78,2	1,399819	1,399780	1,40277	109,463
78,3	1,400477	1,400438	1,40344	109,654
78,4	1,401134	1,401095	1,40409	109,846
78,5	1,401793	1,401754	1,40475	110,038
78,6	1,402452	1,402413	1,40541	110,230
78,7	1,403111	1,403072	1,40607	110,422
78,8	1,403771	1,403732	1,40674	110,614
78,9	1,404430	1,404391	1,40740	110,806
79,0	1,405091	1,405052	1,40806	110,999

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
79,1	1,405752	1,405713	1,40872	111,192
79,2	1,406412	1,406373	1,40938	111,385
79,3	1,407074	1,407035	1,41005	111,578
79,4	1,407735	1,407696	1,41072	111,771
79,5	1,408398	1,408359	1,41138	111,965
79,6	1,409061	1,409022	1,41204	112,158
79,7	1,409723	1,409684	1,41270	112,352
79,8	1,410387	1,410348	1,41337	112,546
79,9	1,411051	1,411011	1,41404	112,740
80,0	1,411715	1,411675	1,41471	112,934
80,1	1,412380	1,412340	1,41537	113,128
80,2	1,413044	1,413004	1,41603	113,323
80,3	1,413709	1,413669	1,41670	113,518
80,4	1,414374	1,414334	1,41737	113,712
80,5	1,415440	1,415400	1,41804	113,940
80,6	1,415706	1,415666	1,41872	114,103
80,7	1,416373	1,416333	1,41937	114,298
80,8	1,417039	1,416999	1,42004	114,494
80,9	1,417707	1,417667	1,42072	114,689
81,0	1,418374	1,418334	1,42138	114,885
81,1	1,419043	1,419003	1,42205	115,081
81,2	1,419711	1,419671	1,42272	115,277
81,3	1,420380	1,420340	1,42339	115,474
81,4	1,421049	1,421009	1,42406	115,670
81,5	1,421719	1,421679	1,42474	115,867
81,6	1,422390	1,422350	1,42541	116,064
81,7	1,423059	1,423019	1,42608	116,261
81,8	1,423730	1,423690	1,42675	116,458
81,9	1,424400	1,424360	1,42742	116,655
82,0	1,425072	1,425032	1,42810	116,853

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	T_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
82,1	1,425744	1,425704	1,42878	117,050
82,2	1,426416	1,426376	1,42946	117,248
82,3	1,427089	1,427049	1,43013	117,446
82,4	1,427761	1,427721	1,43080	117,644
82,5	1,428435	1,428395	1,43148	117,843
82,6	1,429109	1,429069	1,43214	118,041
82,7	1,429782	1,429742	1,43282	118,240
82,8	1,430457	1,430417	1,43350	118,439
82,9	1,431131	1,431091	1,43417	118,637
83,0	1,431807	1,411767	1,43486	118,837
83,1	1,432483	1,432443	1,43553	119,036
83,2	1,433158	1,433118	1,43621	119,235
83,3	1,433835	1,433795	1,43688	119,435
83,4	1,434511	1,434471	1,43756	119,635
83,5	1,435188	1,435148	1,43824	119,835
83,6	1,435866	1,435826	1,43894	120,035
83,7	1,436543	1,436503	1,43961	120,235
83,8	1,437222	1,437182	1,44029	120,436
83,9	1,437900	1,437860	1,44097	120,636
84,0	1,438579	1,438539	1,44165	120,837
84,1	1,439259	1,439219	1,44234	121,038
84,2	1,439938	1,439898	1,44302	121,239
84,3	1,440619	1,440579	1,44370	121,441
84,4	1,441299	1,441259	1,44438	121,642
84,5	1,441980	1,441940	1,44507	121,844
84,6	1,442661	1,442621	1,44575	122,046
84,7	1,443342	1,443302	1,44643	122,248
84,8	1,444024	1,443984	1,44712	122,450
84,9	1,444705	1,444665	1,44780	122,652
85,0	1,445388	1,445348	1,44848	122,855

ادامه جدول ۲-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
85,1	1,446071	1,446031	1,44917	123,057
85,2	1,446754	1,446713	1,44985	123,260
85,3	1,447438	1,447397	1,45054	123,463
85,4	1,448121	1,448080	1,45123	123,666
85,5	1,448806	1,448765	1,45191	123,869
85,6	1,449491	1,449450	1,45260	124,073
85,7	1,450175	1,450134	1,45329	124,276
85,8	1,450860	1,450819	1,45397	124,480
85,9	1,451545	1,451504	1,45466	124,684
86,0	1,452232	1,452191	1,45535	124,888
86,1	1,452919	1,452878	1,45604	125,093
86,2	1,453605	1,453564	1,45673	125,297
86,3	1,454292	1,454251	1,45741	125,502
86,4	1,454980	1,454939	1,45810	125,707
86,5	1,455668	1,455627	1,45879	125,912
86,6	1,456357	1,456316	1,45949	126,117
86,7	1,457045	1,457004	1,46018	126,322
86,8	1,457735	1,457694	1,46087	126,528
86,9	1,458424	1,458383	1,46156	126,733
87,0	1,459114	1,459073	1,46225	126,939
87,1	1,459805	1,459764	1,46294	127,145
87,2	1,460495	1,460454	1,46364	127,352
87,3	1,461186	1,461145	1,46433	127,558
87,4	1,461877	1,461836	1,46502	127,764
87,5	1,462568	1,462527	1,46572	127,971
87,6	1,463260	1,463219	1,46641	128,178
87,7	1,463953	1,463912	1,46710	128,385
87,8	1,464645	1,464604	1,46780	128,592
87,9	1,465338	1,465297	1,46849	128,800
88,0	1,466032	1,465991	1,46919	129,007

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	τ_{20}^{20}	c_s' g/100 cm ³
88,1	1,466726	1,466685	1,46989	129,215
88,2	1,467420	1,467379	1,47058	129,423
88,3	1,468115	1,468074	1,47128	129,631
88,4	1,468810	1,468769	1,47198	129,839
88,5	1,469504	1,469463	1,47267	130,047
88,6	1,470200	1,470159	1,47337	130,256
88,7	1,470896	1,470855	1,47407	130,465
88,8	1,471592	1,471551	1,47477	130,674
88,9	1,472289	1,472248	1,47547	130,883
89,0	1,472986	1,472945	1,47616	131,092
89,1	1,473684	1,473643	1,47686	131,302
89,2	1,474381	1,474340	1,47756	131,511
89,3	1,475080	1,475039	1,47826	131,721
89,4	1,475779	1,475738	1,47897	131,931
89,5	1,476477	1,476436	1,47967	132,141
89,6	1,477176	1,477135	1,48037	132,351
89,7	1,477876	1,477835	1,48107	132,562
89,8	1,478575	1,478534	1,48177	132,772
89,9	1,479275	1,479234	1,48247	132,983
90,0	1,479976	1,479935	1,48317	133,194
90,1	1,480677	1,480636	1,48388	133,405
90,2	1,481378	1,481336	1,48458	133,617
90,3	1,482080	1,482039	1,48529	133,828
90,4	1,482782	1,482740	1,48599	134,040
90,5	1,483484	1,483442	1,48669	134,252
90,6	1,484187	1,484145	1,48740	134,464
90,7	1,484890	1,484848	1,48810	134,676
90,8	1,485593	1,485551	1,48881	134,888
90,9	1,486297	1,486255	1,48951	135,101
91,0	1,487002	1,486960	1,49022	135,313

ادامه جدول ۴-

w_s	d_4^{20}	ρ_{20}	T_{20}^{20}	c'_s
%		g/cm ³		g/100 cm ³
91,1	1,487707	1,487665	1,49093	135,526
91,2	1,488411	1,488369	1,49164	135,739
91,3	1,489117	1,489075	1,49234	135,953
91,4	1,489823	1,489781	1,49305	136,166
91,5	1,490528	1,490486	1,49376	136,379
91,6	1,491234	1,491192	1,49447	136,593
91,7	1,491941	1,491899	1,49518	136,807
91,8	1,492647	1,492605	1,49588	137,021
91,9	1,493355	1,493313	1,49659	137,235
92,0	1,494063	1,494021	1,49730	137,450
92,1	1,494771	1,494729	1,49801	137,665
92,2	1,495479	1,495437	1,49872	137,879
92,3	1,496188	1,496146	1,49944	138,094
92,4	1,496897	1,496855	1,50015	138,309
92,5	1,497606	1,497564	1,50086	138,525
92,6	1,498316	1,498274	1,50157	138,740
92,7	1,499026	1,498984	1,50228	138,956
92,8	1,499736	1,499694	1,50299	139,172
92,9	1,500447	1,500405	1,50371	139,388
93,0	1,501158	1,501116	1,50442	139,604
93,1	1,501870	1,501828	1,50513	139,820
93,2	1,502582	1,502540	1,50585	140,037
93,3	1,503293	1,503251	1,50656	140,253
93,4	1,504006	1,503964	1,50728	140,470
93,5	1,504719	1,504677	1,50799	140,687
93,6	1,505432	1,505390	1,50871	140,905
93,7	1,506146	1,506104	1,50942	141,122
93,8	1,506859	1,506817	1,51014	141,339
93,9	1,507574	1,507532	1,51086	141,557
94,0	1,508289	1,508247	1,51157	141,775

ادامه جدول ۴-

w_s %	d_4^{20}	ρ_{20} g/cm ³	T_{20}^{20}	c'_s g/100 cm ³
94,1	1,509004	1,508962	1,51229	141,993
94,2	1,509720	1,509678	1,51301	142,212
94,3	1,510435	1,510393	1,51372	142,430
94,4	1,511151	1,511109	1,51444	142,649
94,5	1,511868	1,511826	1,51516	142,868
94,6	1,512585	1,512543	1,51588	143,087
94,7	1,513302	1,513260	1,51660	143,306
94,8	1,514019	1,513977	1,51732	143,525
94,9	1,514737	1,514695	1,51804	143,745
95,0	1,515455	1,515413	1,51876	143,964

جدول ۵ - تبدیل وزن تعیین شده در خلاء به وزن معادل آن در هوا

$$W_L = W_{vac} \frac{0.999383}{1.000143 - \rho_L / \rho}$$

W_L = وزن در هوا تعیین شده با وزنه‌های برنجی

W_{vac} = وزن معادل در خلاء

ρ_L = وزن مخصوص هوا در شرایط عادی =

ρ = وزن مخصوص محلول از جدول ۴

$W_{vac} \%$	$W_L \%$
۱۰	۱۰/۰۰۳۹
۲۰	۲۰/۰۰۷۰
۳۰	۳۰/۰۰۹۲
۴۰	۴۰/۰۱۰۴
۵۰	۵۰/۰۱۰۸
۶۰	۶۰/۰۱۰۴
۷۰	۷۰/۰۰۹۲
۸۰	۸۰/۰۰۷۲

۵- خاکستر

تعیین خاکستر به روش وزنی (کراویمتری)

وسایل و دستگاهها

- ترازوی آنالیتیک
- اجاق گاز (برنر)
- اکسی کاتور (دسیکاتور)
- هاون کوچک
- کوره الکتریکی (تا ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد)
- قیف و کاغذ صافی بدون خاکستر
- کپسول پلاتین با حجم ۵۰ و ۱۰۰ سانتیمتر مکعب
- حمام آب گرم (بن ماری)

راکتیفها و محلولها

راکتیفها:

- محلول غلیظ هیدراکسید آمونیم
- نیترات آمونیم
- کربنات آمونیم
- محلولها

- محلول کربنات آمونیم:

برای تهیه محلول کربنات آمونیم بایستی ۱۰ گرم کربنات آمونیم خشک را در صد سانتیمتر مکعب آب حل نمود.

- محلول نیترات آمونیم:

برای تهیه این محلول ۱۰ گرم نیترات آمونیم خشک را در مقداری آب حل کرده و با ۱۰ سانتیمتر مکعب هیدراکسید آمونیم مخلوط می‌کنند. مخلوط حاصل را سپس با آب تا حجم تقریباً صد سانتیمتر مکعب رقیق می‌نمایند.

طریقه عمل و ارزشیابی

خاکستر سولفات

مقدار نمونه لازم برای آزمایش بستگی به نوع و ترکیب مواد مورد آزمایش دارد. در صورتیکه ماده مورد آزمایش بصورت مایع و رقیق باشد، بایستی اول مقدار معینی از آنرا در یک کپسول پلاتینی با کمال مراقبت روی حمام آب گرم حرارت داده تا بصورت شربت نسبتاً غلیظی در آید. سپس چند قطره اسید سولفوریک غلیظ به آن افزوده و در حالیکه کپسول را کج و راست می نمایند آن را به آرامی روی اجاق گاز با شعله خفیف حرارت می دهند. مقدار اسید سولفوریک مصرفی بر حسب مقدار و نوع نمونه بین ۵/۰٪ الی ۱۰ سانتیمتر مکعب تفاوت می نماید.

بعد از ذغال کردن نمونه کپسول پلاتینی را در کوره الکتریکی با حرارت ۵۵۰ درجه سانتیگراد قرار میدهند تا تمامی کربنهای موجود در نمونه عیناً سوخته شود، بعد از سرد شدن کپسول مواد باقی مانده در کپسول را با چند قطره اسید سولفوریک مرطوب نموده و دوباره کپسول را در کوره قرار داده و در حرارت ۴۵۰ درجه سانتیگراد تا وزن ثابت حرارت می دهند. بعد از سرد شدن کپسول در اکسی کاتور وزن مواد باقیمانده در کپسول را طبق رابطه زیر تعیین می کنند:

$$W_A = 100 \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \quad (۱)$$

در این رابطه:

$$W_A = \text{درصد خاکستر سولفات}$$

$$m_0 = \text{وزن کپسول بر حسب گرم}$$

$$m_1 = \text{وزن ناخالص نمونه خاکستر نشده بر حسب گرم}$$

$$m_2 = \text{وزن ناخالص نمونه خاکستر شده بر حسب گرم}$$

خاکستر کربناته

عملیات توزین و تغلیظ نمونه در این روش طبق روال ذکر شده انجام می شود. نمونه تغلیظ شده را در کپسول پلاتینی با حجم صد سانتیمتر مکعب ریخته و در کوره با حرارت کمتر از ۴۵۰ درجه سانتیگراد به آرامی حرارت می دهند تا تبدیل به خاکستر شود. در موقع

سوزاندن از کف کردن و پاشیدن نمونه که باعث کسر وزن خواهد شد، بایستی جلوگیری بعمل آید. ضمناً باید مراقبت نمود که پروسه ذغال شدن نمونه بدون شعله باشد. پس از سرد شدن نمونه خاکستر شده را با آب گرم مرطوب نموده و بدون هیچ نوع ضایعاتی به هاون آزمایشگاهی منتقل و آنرا خوب می‌سایند. این ماده را که نرم سائیده شده است به داخل کاغذ صافی بدون خاکستر ریخته و سه مرتبه آنرا با آب داغ می‌شویند. سپس کاغذ صافی همراه با رسوب محتوی آن را به ظرف پلاتینی منتقل نموده، پس از خشک کردن و ذغال کردن، آنقدر حرارت می‌دهند تا رنگ مواد باقی مانده سفید و یا ارغوانی گردد. در غیر اینصورت عمل سائیدن و شستن با ب بایستی تکرار شود. خاکستر تولیدی از رسوبات صافی همراه با مایعات حاصل از شستشورا مخلوط کرده و آنرا حرارت می‌دهند تا آب آن کاملاً خشک شود. سپس در کوره الکتریکی در ۴۵۰ درجه سانتیگراد آنرا تبدیل به خاکستر می‌کنند.

سولفورهایی را که بر اثر احیاء سولفات‌ها، هنگام سرخ شدن در مجاورت کربن تولید می‌شوند، می‌توان پس از مرطوب کردن با محلول آمونیاکی نیترات آمونیم روی حمام آب گرم خشک کرده، سپس در حرارت ۴۵۰ درجه سانتیگراد قرار داد تا به سولفات تبدیل گردند. بالاخره خاکستر حاصل را با محلول کربنات آمونیم مرطوب کرده و پس از خشک کردن (حمام آب گرم) در کوره با حرارت ۴۵۰ درجه سانتیگراد قرار می‌دهند. این عمل را آنقدر تکرار می‌کنند تا نتیجه عمل به وزن ثابت باقی مانده برسد. در این حالت بعد از سرد شدن در اکسی‌کاتور وزن خاکستر باقیمانده را تعیین می‌کنند.

$$W_A = 100 \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \quad \text{نتیجه:}$$

در این رابطه:

$$W_A = \text{درصد خاکستر کربناته}$$

$$= m_0, m_1, m_2 = \text{عیناً مانند رابطه یک است.}$$

تعیین خاکستر به طریقه کندوکتومتری (هدایت جریان الکتریکی)

وسایل و دستگاهها

وسایل شیشه‌ای:

- بالون کولراوش (Kohlrausch) با گنجایش ۱۰۰ سانتیمتر مکعب
- بالون ژوزه دربار سر سمباده‌ای به ظرفیت صد سانتیمتر مکعب (نوسان دقت $\pm 0/05$ سانتیمتر مکعب) و یک بالون یک لیتری
- پیپت ژوزه با ظرفیت ۱۰ و ۲۰ و ۲۵ سانتیمتر مکعب
- دستگاه اندازه‌گیری هدایت الکتریکی (با دامنه اندازه‌گیری ۰/۵ تا ۵۰۰ میکروزیمنس در سانتیمتر مکعب با حداکثر انحراف اندازه‌گیری $\pm 2\%$ و فرکانس اندازه‌گیری ۵۰ تا ۲۰۰۰ سیکل) مثل دستگاه خاکستر سنج و یا رافینومتر (Raffinometer)

سلهای دستگاه مجهز به دماسنج (با دامنه اندازه‌گیری $0/2 \pm 20$ درجه سانتیگراد) ضریب ثابت سلهای دستگاه خاکستر سنج و یا رافینومتر برابر $cm^{-1} 0/318$ است. این ضریب برای سایر دستگاهها حدود $0/2$ تا $0/4$ (برای اندازه‌گیری درجات هدایت الکتریسته کم مثل شکر سفید) و یا $0/2$ تا 3 (برای اندازه‌گیری درجات هدایت الکتریسته زیاد) می‌باشد.

- بطری پلی اتیلن

راکتیف‌ها و محلولها

راکتیفها:

- کلرور پتاسیم
- ساکاروز کم خاکستر (کمتر از $0/002\%$)
- آب با قابلیت هدایت الکتریکی کمتر از ۲ میکروزیمنس در هر سانتیمتر که برابر است با $0/0036$ درصد خاکستر. کلیه ظروف اندازه‌گیری بایستی قبل از آزمایش با این نوع آب شستشو داده شوند.

محلولها:

محلول مادر:

۷/۴۵۵ گرم کلرور پتاسیم (برابر ۱/۰ مول) را که قبلاً در ۵۰۰ درجه سانتیگراد به منظور بی آب کردن حرارت داده با آب در بالونی با حجم ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب حل کرده و در ۲۰ درجه سانتیگراد بالون را به حجم می‌رسانند.

محلول استاندارد "الف":

۲۵/۰ سانتیمتر مکعب محلول مادر را با پی پت به یک بالون یک لیتری منتقل نموده و در ۲۰ درجه سانتیگراد آن را به حجم می‌رسانند. این محلول ۰/۰۰۲۵ مول (کلرور پتاسیم) در ۲۰ درجه سانتیگراد پس از کسر کردن رقم قابلیت هدایت الکتریکی آب مصرفی دارای هدایت الکتریکی برابر $3 \pm 0/326$ میکروزیمنس در هر سانتیمتر می‌باشد (این رقم در دستگاه خاکستر سنج معادل ۰/۵۹۰٪ خاکستر است).

محلول استاندارد "ب":

۱۰ سانتیمتر مکعب محلول مادر را با پی پت به بالونی با حجم ۱۰۰ سانتیمتر مکعب منتقل و با آب بالون را به حجم می‌رسانند. از این محلول با غلظت ۰/۰۱ مول ۲۰ سانتیمتر مکعب برداشته و در بالونی یک لیتری به حجم می‌رسانند. این محلول ۰/۰۰۰۲ مول کلرور پتاسیم حاصل در ۲۰ درجه سانتیگراد (پس از کسر کردن رقم هدایت الکتریسته آب) دارای هدایت الکتریکی برابر $3 \pm 0/266$ میکروزیمنس در هر سانتیمتر می‌باشد (این رقم روی درجات رافینومتر معادل ۰/۴۷۹ درصد خاکستر است).

محلولهای استاندارد را می‌توان در بطریهای پولی اتیلن مدتی نگهداری نمود. البته توصیه می‌شود محلول مادر پیوسته در موقع کنترل از نو ساخته شود.

تنظیم دستگاه

در مورد آن گروه دستگاههایی که به طریق الکترونیکی و بطور خودکار رقم هدایت الکتریکی را نشان می‌دهند بایستی فاکتور سلها طبق روش مذکوره در فصل اول بند ۵ تعیین و در صورت لزوم آنرا روی دستگاه تنظیم نمود.

برای آزمایش دستگاه خاکستر سنج سلهای آن را بدواً با محلولهای استاندارد "الف" با

حرارت ۲۰ درجه سانتیگراد آنقدر می‌شویند تا عقربه به جای ثابت بایستد. محلول استاندارد الف بایستی رقمی معادل ۰/۵۷۸ درصد خاکستر (بعلاوه خاکستر آب مقطر مصرفی) نشان دهد اختلاف قابل قبول ۰/۰۰۵+ درصد است. برای آزمایش دستگاه رافینومتر بایستی از محلول استاندارد "ب" استفاده شود. عقربه دستگاه در این مورد بایستی رقم ۰/۰۴۷۹ درصد خاکستر را (بعلاوه خاکستر آب مقطر مصرفی) نشان دهد و اختلاف قابل قبول ۰/۰۰۰۵ ± درصد خواهد بود. اگر رقم قرائت شده اختلافی داشت که خارج از حدود مجاز بود، فاکتور خطا را معلوم کرده و در محاسبات و آزمایشات بعدی پیوسته این فاکتور را ملحوظ و نتایج را تصحیح می‌کنند.

$$f_A = \frac{A}{A_{IST}}$$

مثال:

$$۰/۰۴۷۹$$

درصد خاکستر محلول استاندارد "ب"

$$۰/۰۰۲۶$$

درصد خاکستر آب مقطر مصرفی

$$۰/۰۰۵۰۵$$

درصد رقم باید

$$۰/۰۵۱۴$$

درصد رقم هست (قرائت شده)

$$= \frac{۰/۰۵۰۵}{۰/۰۵۱۴} = ۰/۹۸۲$$

فاکتور تصحیح

طریقه عمل و ارزشیابی

روش استاندارد

دقیقاً مقدار پنج گرم (۵/۰۰) از نمونه را توزین کرده و با آب مقطر در بالون صد سانتیمتر مکعبی کل راوش (دهان گشاد) منتقل می‌کنند.

در مورد نمونه‌هایی که مقدار آب آن مورد نظر است بایستی آن مقدرا ساکاروز بی‌خاکستر به نمونه افزوده شود که نتیجتاً درصد ماده خشک آن به ۵ گرم درصد سانتیمتر مکعب برسد.

$$5 - m_E \frac{W_{TS}}{100}$$

ساکاروز اضافی بر حسب گرم

 $m_E =$ وزن نمونه (معمولاً ۵ گرم)

$$W_{TS} = \text{درصد ماده خشک نمونه}$$

بدون افزودن ساکاروز آزمایش تا ده درصد بیشتر تعیین می‌شوند. افزودن ساکاروز مخصوصاً در حالتی که درصد ماده خشک نمونه کمتر از ۹۵ باشد، ضرورت دارد. سبب نمونه را در آب حل کرده و پس از رسانیدن درجه حرارتش به بیست درجه سانتیگراد حجم آن را به صد سانتیمتر مکعب می‌رسانند. پس از اینکه بالون را به شدت تکان دادند سل خاکستر سنج را با مخلوط حاصل چند بار شستشو داده و وقتی عقربه ثابت ماند عمل قرائت را انجام می‌دهند.

در مواردی که سلها مجهز به دستگاه ثابت نگهداشتن حرارت باشند دماسنج بایستی 20 ± 0.2 درجه سانتیگراد را نشان دهد ولی اگر درجه حرارت سوای این رقم شد لازم به رعایت تصحیح حرارتی است.

رقم تصحیح دیگر مربوط به خطای متاثر از قابلیت هدایت الکتریکی آب مصرفی می‌باشند و در مواردی که ساکاروز بدون خاکستر نداشته باشند مقدار این خاکستر را با انجام آزمایش تعیین کرده و در محاسبات ملحوظ دارند.

در مورد انواع نمونه‌هایی که میزان خاکستر آنان بالاتر از ۵۰۰ میکروزیمنس در سانتیمتر معادل با ۰/۹ درصد خاکستر است بایستی وزن نمونه را تقلیل داد و در هر حالت اگر ماده خشک نمونه درصد سانتیمتر مکعب کمتر از ۵ درصد باشد بایستی این کسری را با افزودن ساکاروز تکمیل نمود و نتیجه بدست آمده را در ضریب $\frac{5}{m_E}$ = وزن نمونه بر حسب گرم ضرب نمود. (برای توضیحات در مورد علت بکار بردن این رقم به بخش دوم بند ۲ مراجعه شود).

مثال:

از شربت غلیظی که خاکستر آن ۱/۵ درصد و ماده خشک آن ۶۵ درصد می‌باشد، این نتایج بدست آمده است.

$$m_E = 2/50$$

مقدار وزن نمونه بر حسب گرم

$$2/50 \times \frac{65}{100} = 1/625$$

ماده خشک نمونه توزین شده

$$5 - 2/50 \times \frac{65}{100} = 3/375$$

مقدار ساکاروز افزوده بر حسب گرم

$$5/000$$

مقدار کل ماده خشک

نتیجه را باید طبق رابطه ۳ و یا ۴ در رقم ۲ = $\frac{5}{2/5}$ ضرب نمود.
نتیجه:

حالت اول اگر درصد خاکستر مستقیماً قرائت شده باشد.

$$W_A = f_A f_5^t (A_5 - A_W) \frac{5}{m_E} \quad (3)$$

در این رابطه:

$$W_A = \text{درصد خاکستر}$$

$$f_A = \text{فاکتور تصحیح طبق فصل ۱}$$

$f_5^t =$ فاکتور تصحیح حرارت (بجای فاکتور تصحیح حرارت می توان از جداولی که همراه با دستگاههای خاکستر سنج سریع تحویل داده می شود و یا جدول شماره یک استفاده کرد) برای حرارت t درجه سانتیگراد و ماده خشک ۵ گرم درصد سانتیمتر مکعب

$$\frac{5g}{100cm^3} = \frac{1}{1+0.023(t-20.0)}$$

$A_5 =$ درصد خاکستر قرائت شده روی دستگاه

$A_W =$ درصد خاکستر آب (طبق قرائت دستگاه)

$m_E =$ مقدار نمونه توزین شده بر حسب گرم (معمولاً پنج گرم)

در حالت دوم وقتی رقم هدایت الکتریکی قرائت شده باشد.

$$W_A = 0.0018 f_5^t (K_5 - K_W) \frac{5}{m_E} \quad (4)$$

$W_A' f_5^t m_E =$ عیناً مثل رابطه ۳.

$K_5 =$ هدایت الکتریکی مایع مورد آزمایش بر حسب میکروزیمنس در سانتیمتر

$K_W =$ هدایت الکتریکی آب مصرفی بر حسب میکروزیمنس در هر سانتیمتر

روش ساده برای کارخانه

در این روش تهیه محلول و همچنین اندازه گیری مربوط طبق آنچه ذیل بند

۱-۴-۲-۵-۱ مذکور گردید، انجام می شود ولی ماده خشک نمونه را تا پنج گرم با ساکاروز تکمیل نمی نمایند بلکه با در دست داشتن ماده خشک نمونه نتیجه را با فاکتوری تصحیح می کنند.

مثال:

حالت اول در موردی که رقم قرائت درصد خاکستر باشد.

$$W_A = f_A \cdot f_5^t (A_5 - A_W) \cdot (0.9 + \frac{c_{TS}}{50}) \frac{5}{m_E} \quad (5)$$

$$W_A = f_A \cdot f_5 (A_5 - A_W) \cdot (\frac{4.5}{m_E} + \frac{W_{TS}}{1000}) \quad (6)$$

همان W_A , f_A , f_5^t , A_5 , A_W , m_E همان علامات رابطه ۳. c_{TS} = درصد ماده خشک مایع مورد آزمایش بر حسب گرم درصد سانتیمتر مکعب W_{TS} = درصد ماده خشک نمونه

در حالت دوم که رقم هدایتی الکتریکی قرائت شده باشد.

$$W_A = 0.0018 \cdot f_5^t \cdot (K_5 - K_W) \cdot (0.90 + \frac{c_{TS}}{m_E}) \frac{5}{m_E} \quad (7)$$

$$W_A = 0.0018 \cdot f_5^t \cdot (K_5 - K_W) \cdot (\frac{4.5}{m_E} + \frac{W_{TS}}{1000}) \quad (8)$$

همان علامات رابطه ۳

همان علامات رابطه شماره ۴

همان علامات رابطه های ۵ و ۶ می باشد

مثال:

مطلوب است نتیجه آزمایش شربت غلیظی با ۶۵ درصد ماده خشک

$$m_E = 2/50$$

وزن نمونه بر حسب گرم

$$t = 20/8$$

درجه حرارت بر حسب سانتیگراد

$$f_A = 0/988$$

فاکتور طبق بند ۱

$$f_5^t = \frac{1}{1 + 0/023(20/8 - 20/0)} = 0/982$$

فاکتور تصحیح حرارتی

$$A_5 = 0/785$$

درجه قرائت شده روی دستگاه بر حسب درصد خاکستر

$$A_W = 0/003$$

درجه قرائت روی دستگاه برای آب مقطر مصرفی

درصد خاکستر طبق فرمول (۶)

$$W_A = 0/988 \times 0/982 \times (0/785 - 0/003) + (\frac{4/5}{2/5} + \frac{65/0}{1000}) = 1/415$$

اگر فاکتور تصحیح ماده خشک انجام نمی شد (فرمول ۳) این رقم ۱/۵۱۷ درصد

می شود که ۷ درصد بزرگتر است.

جدول ۱ - تصحیح حرارتی دستگاه خاکستر سنج سریع

w_A درصد خاکستر

t دمای سنجش به سانتیگراد

این جدول بجای فاکتور ۳ ر ۲٪ مصوبه ایکومزا بر مبنای تصحیح حرارتی به ازاء ۲/۲ درصد در هر درجه حرارت مطلق (درجه کلوین) پایه گذاری شده است. (به فصل اول بند ۵ مراجعه شود).

در دمای کمتر از ۲۰ درجه سانتیگراد رقم مندرج در جدول را بایستی به رقم قرائت شده اضافه و در دمای بیشتر از ۲۰ درجه از آن کسر نمود.

w_A %	t in °C					
	20,2 19,8	20,4 19,6	20,6 19,4	20,8 19,2	21,0 19,0	21,2 18,8
0,5	0,002	0,004	0,007	0,009	0,011	0,013
0,6	0,002	0,005	0,008	0,010	0,013	0,015
0,7	0,003	0,006	0,009	0,012	0,015	0,018
0,8	0,003	0,007	0,010	0,014	0,017	0,021
0,9	0,004	0,008	0,012	0,016	0,020	0,024
1,0	0,004	0,009	0,013	0,018	0,022	0,026
1,1	0,005	0,010	0,014	0,020	0,024	0,029
1,2	0,005	0,011	0,016	0,021	0,026	0,031
1,3	0,006	0,011	0,017	0,023	0,028	0,034
1,4	0,006	0,012	0,018	0,024	0,030	0,036
1,5	0,007	0,013	0,020	0,026	0,033	0,039
1,6	0,007	0,014	0,021	0,028	0,035	0,042
1,7	0,008	0,015	0,022	0,030	0,037	0,045
1,8	0,008	0,016	0,024	0,032	0,040	0,048
1,9	0,009	0,017	0,025	0,034	0,042	0,050
2,0	0,009	0,018	0,026	0,035	0,044	0,053
2,1	0,010	0,019	0,028	0,037	0,046	0,055
2,2	0,010	0,020	0,029	0,039	0,048	0,058
2,3	0,010	0,020	0,031	0,041	0,051	0,061
2,4	0,011	0,021	0,032	0,042	0,053	0,064
2,5	0,011	0,022	0,033	0,044	0,056	0,067
2,6	0,012	0,023	0,034	0,046	0,058	0,070
2,7	0,012	0,024	0,036	0,048	0,060	0,072
2,8	0,012	0,025	0,037	0,050	0,062	0,074
2,9	0,013	0,026	0,038	0,051	0,064	0,077
3,0	0,013	0,026	0,040	0,053	0,066	0,079

ادامه جدول ۱-

t in °C						
21,4 18,6	21,6 18,4	21,8 18,2	22,0 18,0	22,2 17,8	22,4 17,6	22,6 17,4
0,015	0,017	0,019	0,022	0,024	0,027	0,029
0,018	0,020	0,023	0,026	0,029	0,031	0,034
0,021	0,024	0,027	0,031	0,035	0,036	0,039
0,024	0,028	0,031	0,035	0,039	0,042	0,045
0,028	0,032	0,036	0,039	0,043	0,047	0,051
0,031	0,035	0,039	0,044	0,048	0,052	0,056
0,034	0,039	0,044	0,048	0,053	0,057	0,062
0,037	0,042	0,047	0,053	0,058	0,063	0,068
0,040	0,046	0,051	0,057	0,063	0,068	0,074
0,043	0,049	0,055	0,061	0,067	0,073	0,079
0,046	0,052	0,059	0,066	0,073	0,079	0,085
0,049	0,056	0,063	0,070	0,077	0,084	0,091
0,052	0,060	0,067	0,075	0,083	0,090	0,097
0,056	0,064	0,072	0,079	0,087	0,095	0,103
0,059	0,067	0,076	0,084	0,093	0,101	0,109
0,062	0,071	0,080	0,088	0,097	0,106	0,115
0,065	0,074	0,083	0,093	0,102	0,111	0,120
0,068	0,078	0,088	0,097	0,106	0,116	0,126
0,071	0,081	0,091	0,102	0,112	0,121	0,131
0,075	0,085	0,095	0,106	0,117	0,127	0,137
0,078	0,089	0,100	0,111	0,121	0,132	0,143
0,081	0,092	0,104	0,115	0,127	0,138	0,149
0,084	0,096	0,108	0,119	0,131	0,143	0,154
0,087	0,099	0,112	0,123	0,135	0,148	0,160
0,090	0,103	0,116	0,128	0,140	0,153	0,166
0,093	0,106	0,119	0,132	0,145	0,158	0,171

ادامه جدول ۱-

w_A %	t in °C				
	22,8 17,2	23,0 17,0	23,2 16,8	23,4 16,6	23,6 16,4
0,5	0,031	0,033	0,035	0,037	0,039
0,6	0,036	0,039	0,042	0,045	0,047
0,7	0,042	0,046	0,049	0,052	0,055
0,8	0,048	0,052	0,056	0,060	0,063
0,9	0,055	0,059	0,063	0,067	0,071
1,0	0,061	0,066	0,070	0,074	0,079
1,1	0,067	0,072	0,077	0,082	0,087
1,2	0,073	0,079	0,084	0,089	0,095
1,3	0,079	0,085	0,091	0,097	0,102
1,4	0,085	0,091	0,097	0,103	0,109
1,5	0,092	0,099	0,105	0,112	0,118
1,6	0,098	0,105	0,112	0,119	0,126
1,7	0,105	0,112	0,119	0,127	0,134
1,8	0,111	0,119	0,127	0,135	0,143
1,9	0,117	0,126	0,134	0,142	0,151
2,0	0,124	0,132	0,142	0,150	0,159
2,1	0,130	0,139	0,148	0,157	0,167
2,2	0,136	0,145	0,155	0,165	0,174
2,3	0,142	0,153	0,163	0,173	0,183
2,4	0,148	0,159	0,170	0,181	0,191
2,5	0,155	0,166	0,177	0,188	0,199
2,6	0,161	0,173	0,184	0,196	0,207
2,7	0,167	0,179	0,191	0,203	0,215
2,8	0,173	0,185	0,197	0,209	0,221
2,9	0,179	0,192	0,204	0,217	0,230
3,0	0,185	0,198	0,211	0,224	0,237

ادامه جدول ۱-

t in °C						
23,8	24,0	24,2	24,4	24,6	24,8	25,0
16,2	16,0	15,8	15,6	15,4	15,2	15,0
0,041	0,044	0,046	0,048	0,050	0,052	0,055
0,049	0,052	0,055	0,057	0,060	0,062	0,065
0,058	0,062	0,065	0,068	0,071	0,074	0,077
0,067.	0,070	0,074	0,077	0,081	0,084	0,087
0,075	0,078	0,082	0,086	0,090	0,094	0,098
0,084	0,087	0,091	0,096	0,100	0,105	0,109
0,092	0,096	0,101	0,106	0,111	0,116	0,120
0,100	0,106	0,111	0,116	0,122	0,127	0,132
0,108	0,114	0,120	0,125	0,131	0,136	0,142
0,115	0,122	0,128	0,134	0,140	0,146	0,152
0,125	0,131	0,138	0,144	0,150	0,157	0,164
0,133	0,140	0,147	0,154	0,161	0,168	0,175
0,142	0,150	0,158	0,165	0,173	0,180	0,187
0,151	0,158	0,166	0,174	0,182	0,190	0,198
0,160	0,168	0,176	0,185	0,193	0,202	0,210
0,168	0,176	0,185	0,194	0,203	0,212	0,220
0,176	0,186	0,195	0,204	0,214	0,223	0,232
0,184	0,194	0,204	0,213	0,223	0,232	0,242
0,193	0,204	0,214	0,224	0,235	0,245	0,255
0,202	0,212	0,223	0,233	0,243	0,254	0,265
0,210	0,222	0,233	0,244	0,255	0,266	0,278
0,218	0,230	0,242	0,253	0,265	0,276	0,288
0,227	0,238	0,250	0,262	0,274	0,286	0,298
0,233	0,246	0,258	0,270	0,283	0,295	0,308
0,243	0,256	0,269	0,282	0,295	0,307	0,320
0,250	0,264	0,277	0,290	0,303	0,317	0,330

روش آزمایش محصولات کم خاکستر

(روش بازار مشترک مخصوص شکر سفید و روش ایکومزا برای شکر سفید، شکر مایع و شربتهای شکر با درجه خلوص بالا)

در این روش باید محلولی با ۲۸٪ ماده خشک تهیه نمود. برای این منظور ۳۱/۳ گرم شکر را وزن کرده و در یک بالون دربدار در مقداری آب مقطر حل می‌کنند. بعد از اینکه بالون را تا نزدیکی خط نشانه پر کرده و درجه حرارت آنرا به ۲۰ درجه سانتیگراد رسانیدند، بالون را تا خط نشانه پر می‌کنند. و یا اینکه ۲۸/۰ گرم شکر را در قدری آب مقطر حل کرده و بعد از اینکه مخلوط حاصل را تا وزن صدگرم رقیق کردند، درجه حرارت مخلوط را به بیست درجه سانتیگراد می‌رسانند.

در مورد آزمایش شربتها و شکر مایع، مقدار نمونه توزین شده بایستی به اندازه‌ای باشد که یا صد سانتیمتر مکعب محلول اندازه‌گیری ۳۱/۳ گرم ماده خشک و یا صدگرم آن ۲۸ گرم ماده خشک، داشته باشد. در اینصورت دیگر احتیاجی به اضافه کردن ساکاروز نمی‌باشد. مقدار خاکستر تعیین شده با این روش چنانکه طبق رابطه‌های (۹) و (۱۰) محاسبه شده باشد بر مبنای صد قسمت ماده خشک می‌باشد. پس از بهم زدن و هم‌وزنه کردن محلول و رسانیدن درجه حرارت آن به ۲۰ درجه سانتیگراد سل دستگاه را چندین مرتبه با آن شستشو داده و پس از آن وقتی عقربه دستگاه رقم ثابتی را نشان داد آنرا یادداشت می‌کنند. در صورتیکه درجه حرارت محلول اندازه‌گیری غیر از این درجه حرارت بود بکار بردن فاکتور تصحیح حرارت الزامی است.

برای تعیین قابلیت هدایت الکتریسته آب همان مقدار آب را که برای تهیه محلول شکر مصرف شده در بالونی دربدار با ظرفیت صد سانتیمتر مکعب ریخته و بعد از رسانیدن درجه حرارتش به ۲۰ درجه سانتیگراد قابلیت هدایت الکتریسته آن را تعیین می‌کنند. (فاکتورهایی که در رابطه‌های (۹) و (۱۰) از آنها استفاده شده است بر اساس توصیه‌های ایکومزا می‌باشد)

ولی اگر برای آزمایش شکر طبق دستورالعمل بازار مشترک اروپا عمل نمایند بایستی از فاکتورهای ۰/۵ (بجای ۰/۳۵)، ۰/۳۲ (بجای ۱/۳) و ۰/۰۰۰۵۷۶ (بجای ۰/۰۰۰۰۶) استفاده نمایند.

نتیجه:

حالت اول وقتی که دستگاه درصد خاکستر را نشان دهد باید توجه داشت که دستگاههای رافینومتر بر اساس ۵ گرم نمونه درصد سانتیمتر مکعب تنظیم گردیده است. در روش ۲۸ گرم درصد گرم محلول بایستی نتیجه را به رقم ۳ تقسیم نمود.

$$W_A = f_A \cdot f_{28}^t \cdot (A_{28} - 0.35 A_W) \cdot \frac{1}{3} \quad (9)$$

W_A = درصد قابلیت هدایت الکتریکی خاکستر

f_A = فاکتور تنظیم دستگاه

f_{28}^t = فاکتور تصحیح حرارتی در دمای t و

۲۸٪ ماده خشک $\frac{1}{1 - 0.026(t - 20/5)}$

A_{28} = رقم قرائت شده خاکستر روی دستگاه مربوط به محلول مورد آزمایش

A_W = درصد خاکستر آب مقطر مصرفی قرائت شده روی دستگاه

در حالت "ب" که رقم قرائت شده همان رقم هدایت الکتریکی است.

$$W_A = 0.0006 \cdot f_{28}^t \cdot (k_{28} - 0.35 K_W) \quad (10)$$

f_{28}^t = همان مفاهیم رابطه (۹) را دارند و رقم هدایت الکتریکی بر حسب

میکروزیمنس به سانتیمتر

k_{28} = رقم هدایت الکتریکی محلول اندازه گیری بر حسب میکروزیمنس

به سانتیمتر

K_W = رقم هدایت الکتریکی آب مصرفی بر حسب میکروزیمنس به سانتیمتر

در مواردی که رقم قابلیت هدایت الکتریکی بالاتر از ۵۰۰ میکروزیمنس یعنی

خاکستر بالاتر از ۰/۳ درصد بایستی طبق روش استاندارد عمل نمود.

طرز کار با دستگاههای اندازه گیری

پس از خاتمه آزمایش بایستی دستگاه را خالی نمود و چندین بار آن را بخوبی با آب

مقطر شستشو داد. الکترودهای دستگاه باید پیوسته در آب مقطر غوطه ور باشند.

الکترودهای پلاتینی از حیث شکل و اندازه و فاصله ثابت می باشند، لذا از دست زدن

به آنها بایستی جلوگیری نمود و در صورتیکه ضربه ای به آن وارد شد لازم است که فاکتور

ثابت سل مربوطه را دوباره تعیین نمایند.

الکترولیتهای قوی مانند اسیدها وقلیایی ها و املاح بسختی بر سطح الکترودها می چسبند، لذا از استعمال این مواد در دستگاه حتی الامکان خودداری باید کرد. وقتی الکترودها خیلی کثیف شده باشند با مخلوطی از دی کرومات دوپتاس و جوهر گوگرد غلیظ آن را تمیز می نمایند. (۲۴ ساعت در این مخلوط می گذارند، بماند) و بالاخره شستشوی کامل دستگاه و کنترل آن بدین ترتیب است که پس از خاتمه شستشو دادن آن را با آب مقطر (K_{Max}) = حداکثر ۲ میکروزیمنس به سانتیمتر) پر کرده و درجه هدایت الکتریکی آب را معلوم و کنترل می کنند.

۶- پ هاش pH

روش الکترومتریک

وسائل و دستگاهها

- لیوان آزمایشگاهی (بشر) با ظرفیت پنجاه سانتیمتر مکعب و یا ظرف دو دهانه که عمل تخلیه نمونه در آن بطور اتوماتیک انجام گیرد.
- سه پایه الکترودها
- الکترودها شیشه‌ای (طبق توصیه ایکومزا باید دامنه اندازه گیری پ هاش دست کم دو الی دوازده و دامنه حرارت سنج حداقل صفر، حداکثر هفتاد درجه سانتیگراد مقاومت داخلی، حداکثر برابر 10^8 اهم باشد) الکترودها فرانس هم با همین ضوابط (الکترودهای نوع کلرور جیوه، کلرور نقره و یا کلرور تالیوم)
- دستگاه پ هاش متر با دامنه اندازه گیری دست کم ۲ الی ۱۲ پ هاش (تقسیم بندی بین درجات یکدهم)، وسائل تعدیل درجه حرارت (مقاومت ورودی دست کم 10^8 اهم).
- تغییرات نقطه صفر دستگاه روی درجات پ هاش در ۲۴ ساعت حداکثر برابر ± 0.05 درجه

راکتیفها و محلولها

- الکترولیت مخصوص پر کردن الکتروود رفرانس (غالباً محلول سه تا سه و نیم مول کلرور پتاسیم، به سطور ثبت شده روی الکتروود نیز باید توجه نمود. در صورت استفاده از الکتروود کلرور نقره بایستی محلول مذکور را با محلول کلرور نقره اشباع نمود).

- بوفر و یا تامپون‌های صنعتی مخصوص اندازه‌گیری‌های الکترومتریک (مثل بوفرهایی با پ هاش ۵ - ۷ - ۹ و ۱۱). برای سنجش‌های دقیق تر pH بایستی از بوفرهای استاندارد سنجش استفاده کرد.

کنترل و تنظیم دستگاه پ هاش متر

دستگاههایی که دارای مدار لامپی هستند یک ساعت بعد از روشن کردن برای اندازه‌گیری آماده می‌باشند ولی دستگاههایی که دارای مدار ترانزیستوری هستند بلافاصله بعد از روشن کردن قابل استفاده هستند.

بعد از اتصال الکتروودها به دستگاه غشاء (ممبران) الکتروود را سه مرتبه با آب بیست درجه سانتیگراد شسته و سپس به مدت پنج دقیقه در آب قرار میدهند. در تمام مراحل شستشو و اندازه‌گیری بایستی دیافراگم الکتروود رفرانس آلوده به مایع باشد. دمای محلولهای بوفر که پ هاش آنان حتی المقدور هفت و یا از پ هاش محلول مورد آزمایش چند درجه پ هاش بالاتر و یا پائین تر باشد (تفاوت حداقل دو پ هاش) به بیست درجه سانتیگراد رسانیده و مقداری از آن را در بشر کوچکی می‌ریزند. الکتروودها را بعد از خشک کردن با کاغذ صافی در بشر مذکور که پ هاش آن قاعدتاً برابر هفت است، قرار می‌دهند. دکمه تنظیم حرارت دستگاه را مطابق با درجه حرارت بوفر که برابر بیست درجه سانتیگراد است روی عدد بیست قرار داده، پس از پنج دقیقه پ هاش محلول بوفر را روی درجات دستگاه تعیین می‌کنند.

در صورت لزوم بوسیله چرخاندن دکمه تنظیم پتانسیل (با علامت pH) عقربه دستگاه را روی عدد پ هاش محلول بوفر قرار می‌دهند. بعد از شستن الکتروودها و خشک کردن با کاغذ صافی آنها را در محلول بوفر دومی قرار می‌دهند. رقم پ هاش را بعد از پنج دقیقه قرائت و در صورت لزوم بوسیله چرخاندن دکمه تنظیم دیگری (با علامت Mv/pH) عقربه دستگاه را روی پ هاش محلول بوفر تنظیم می‌کنند. عمل تنظیم دستگاه را آنقدر تکرار

می‌کنند تا اختلاف بین پ هاش محلول بوفر و پ هاشی که دستگاه نشان می‌دهد کمتر از $\pm 0/02$ بشود. محلولهای بوفر که یک مرتبه از آنها استفاده شده است بایستی دور ریخته شوند و هیچ وقت نباید آنها را با بوفرهای دست نخورده مخلوط کرد. تنظیم دستگاههایی که دارای ظرف تخلیه اتوماتیک هستند نیز به همین روال انجام می‌شود.

در مورد آزمایشهای جاری می‌توان مدت و همچنین تعداد تکرار آزمایشها را بنا به دقتی که مد نظر است تغییر داد. حداقل زمان لازم حدود پنج ثانیه است که این زمان برای محلولهای قلیایی تا یک دقیقه افزایش می‌یابد.

در حالتی که تنظیم دستگاه در دمایی غیر از بیست درجه سانتیگراد انجام شود بایستی با دکمه مخصوص تعدیل حرارت دمای محلول بوفر را روی دستگاه تنظیم کرد. علاوه بر این دستگاه را باید بر اساس پ هاش محلول بوفر در همان درجه حرارت تنظیم نمود.

ارتباط پ هاش بوفرهای استاندارد با درجه حرارت در جدول یک فصل اول ذکر شده است. در مورد محلولهای بوفر بایستی از کتب شیمی و یا اظهارات موسسات سازنده این محلولها استفاده نمود.

سنجش

نمونه‌های غلیظ و آنهایی که حاوی کریستال هستند بایستی قبل از آزمایش تا حدود 30 الی 50 درصد رقیق شوند. بعد از تنظیم دستگاه کنترل و تنظیم الکترودها را شسته و پس از خشک کردن در محلول مورد آزمایش که دمایی برابر بیست درجه سانتیگراد دارد، قرار می‌دهند. پس از پنج دقیقه عدد پ هاش را روی دستگاه می‌خوانند. اندازه‌گیری را آنقدر تکرار می‌کنند تا اختلاف بین دو اندازه‌گیری کمتر از $\pm 0/02$ گردد. البته در مورد محلولهایی که کمی حالت بوفری دارند اختلاف فوق‌الذکر کمتر از $\pm 0/1$ می‌باشد. اندازه‌گیری دستگاههایی که مجهز به دستگاه تخلیه اتوماتیک هستند به همین روال انجام می‌گیرد.

در آزمایشهای جاری می‌توان مدت و همچنین تعداد آزمایشهای تکراری را بنا به دقتی که مد نظر است تغییر داد بعبارت دیگر کم کرد. تنظیم دستگاه باید حداقل یکبار در روز انجام گیرد.

اگر اندازه‌گیری پ هاش در دمایی غیر از بیست درجه سانتیگراد انجام شود لازم است

که درجه حرارت محلول مورد آزمایش را بوسیله دکمه مخصوص تعدیل حرارت روی دستگاه میزان نمود. بدیهی است که پ هاش محلولهای صنعتی با درجه حرارت بالا با پ هاش محلولهای با دمای بیست درجه مطابقت ندارند.

در مورد نمونه‌هایی که پ هاش آنها با یکدیگر اختلاف زیادی دارند از قبیل شربت خام و شربتهای تصفیه شده بهتر است برای هر نمونه الکترواستاندارد شده جداگانه‌ای در نظر گرفته شود.

ضمناً توصیه می‌شود که یک سری الکتروود برای محلولهای خنثی و اسیدی و یک سری برای محلولهای قلیایی همیشه در دسترس باشد.

کار کردن با الکتروودها

در موقع استفاده از الکتروودها بایستی دستورالعمل موسسه سازنده را در نظر داشت. الکتروودهایی که مدتی به حالت خشک نگهداری شده‌اند بایستی آنها را قبل از استفاده به مدت ۲۴ ساعت در آب قرار داد. اگر حباب هوا در داخل ممبران وجود داشت می‌توان با تکان دادن الکتروود آنرا بر طرف نمود. در موقع استاندارد کردن و همچنین اندازه‌گیری بایستی کلاهک لاستیکی که روی مجرای مخصوص پر کردن الکتروود قرار دارد، برداشته و یا در صورت لزوم نوک آنرا برید تا بدینوسیله هوای داخل الکتروود خارج گردد. الکتروودهای یدکی را می‌توان در آب و یا محلول کلرورپتاسیم (با غلظت ۳/۵ مول) مدت زیادی نگهداری نمود. سطح الکتروولیت در الکتروود بایستی همواره از سطح محلول مورد آزمایش در گیلای آزمایشگاهی بالاتر باشد. اکیداً از نفوذ محلول مورد آزمایش به داخل الکتروود باید جلوگیری بعمل آید. زیرا در غیر اینصورت مخزن (پاترون) الکتروود فرانس صدمه خواهد دید. در صورتیکه در داخل الکتروود رسوب کلرورپتاسیم ملاحظه شود با گرم کردن الکتروود می‌توان رسوب را از بین برد. در اینصورت لازم است که الکتروولیت تعویض گردد. اگر جدار خارجی ممبران و یا دیافراگم به موادی آلوده شده باشند، باید سعی نمود که به طریق مکانیکی آنها را تمیز کرد. الکتروودهای شیشه‌ای را می‌توان قاعدتاً برای تمیز کردن مدت کمی در اسید استیک و یا اسید کلریدریک و یا اسید سولفو کرومیک قرار داد و سپس آنها را با آب خوب شستشو داد. بعضی از سازندگان توصیه می‌کنند که برای تمیز کردن الکتروودها از مخلوطی از پپسین و

اسید کلریدریک (۱۰ گرم پپسین و ۸/۳ سانتیمتر مکعب اسید کلریدریک و ۰/۳ سانتیمتر مکعب زفی‌رل (ZepHierol) استفاده شود. در موارد استثنایی می‌توان با قرار دادن الکترودها به مدت چند ثانیه در محلول اسید فلوئیدریک (۰/۱۰٪) آنرا فعال نمود. ممبران الکترودهای شیشه‌ای و یا الکترودهای ادغام شده معمولاً در مقابل ضربات مکانیکی بسیار حساس هستند. لذا بایستی در موقع کار کردن با آنها نهایت مراقبت بعمل آید تا از خراش برداشتن و شکسته شدن ممبران جلوگیری شود.

تعیین پ هاش با استفاده از معرفهای شیمیایی (روش‌های اندیکاتور)

راکتیفها

- کاغذ اندیکاتور (کاغذی که به یک معرف آغشته شده باشد) با تقسیمات

پ هاش کمتر از ۰/۳

سنجش

برای اندازه‌گیری سریع و تقریبی پ هاش محلولها، نوارهای کاغذی معرف یا اندیکاتور که مخصوصاً برای محلولهای شکر هم ساخته شده‌اند، مثل کاغذ معرف لیفان از شرکت کلوتس برلین) مناسب می‌باشند. کاغذ معرف را از قسمت پائین آن مشخص شده است در محلول مورد آزمایش فرو می‌کنند. مدت تماس کاغذ با نمونه بستگی به نوع نمونه دارد. زمان تماس در نمونه‌هایی که کمی حالت بوفری دراند نسبت به نمونه‌هایی که حالت بوفری بیشتری دارند، زیادتر است. بعد از خارج کردن کاغذ و تمیز کردن محلولهای اضافی آن (کاغذهایی را که رنگشان به قرمزی خون نیست می‌توان با آب شست) رنگ کاغذ را با رنگ کاغذ را با رنگ تابلو استاندارد مقایسه کرده و پ هاش محلول را از روی درجات استاندارد تعیین می‌کنند. از آنجائیکه کاغذهای معرف در هوا به سرعت سرد می‌شوند از آنها می‌توان برای تعیین پ هاش نمونه‌های داغ در محیط آزمایشگاه، استفاده کرد.

معمولاً باید از کاغذهایی استفاده شود که پ هاش تعیین شده نزدیک پ هاش وسط

تابلو استاندارد باشد.

۷- تعیین رنگ و میزان کدر بودن

وسائل و دستگاهها

وسائل شیشه‌ای:

- کووت با ضخامت یک تا پنج سانتیمتر با نوسان ۰/۱ درصد (برای شکر سفید حداقل سه سانتیمتر، البته ۱۰ سانتیمتر خیلی بهتر است)
- بالون اندازه‌گیری، مزور (سیلندر) مدرج و پیت برای تهیه محلولهای رقیق
- دستگاه صافی خلاء با حجم ۲۵۰ و یا ۵۰۰ سانتیمتر مکعب مثل دستگاه صافی ویت Witt (ارتفاع ۱۶ سانتیمتر)
- ارلن مایر دهان گشاد با حجم ۲۰۰ سانتیمتر مکعب
- وسائل مربوط به صافیهای ممبران و فیلتر با منافذ ۰/۴۵ میکرومتر
- دستگاه نورسنجی Spectral photometer با طول موج چهار صد تا هفتصد نانومتر (nm) و یا فتومتر فیلتردار (طول موج ۴۲۰ و ۵۶۰ نانومتر). برای تعیین میزان کدورت محتاج به فتومتری است که طول موجش در طیف باند قرمز باشد (در صورتیکه بخواهند از دستگاه فتومتر علاوه بر اندازه‌گیری رنگ و کدورت اندازه‌گیریهای دیگری انجام دهند. به طول موجهای ۴۰۵ - ۴۵۰ و ۸۲۰ نانومتر احتیاج خواهند داشت).
- پهنی باند بایستی حداکثر ۲۰ نانومتر باشد. جذب نور در دستگاه در ساعت بایستی برای تثبیت نقطه صفر بهتر از ۰/۲ ± درصد باشد.

راکتیوها و محلولها

- استن Aceton
- سولفوکرومیک
- خاک فسیل
- محلول هیدراکسید سدیم یکدهم نرمال و یک نرمال NaOH
- اسید کلریدریک یکدهم نرمال و یک نرمال CLH

طریقه عمل و ارزشیابی

رنگ

آماده کردن محلولها

از مواد جامد و شیرها و شکر مایع محلولهایی با غلظت ۵۰٪ تهیه می‌کنند. معمولاً شربت‌های رقیق و غلیظ، احتیاج به رقیق کردن ندارند. نمونه‌های پر رنگ مثل شربت‌های غلیظ پر رنگ و یا ملاس بایستی با آب رقیق شوند. غلظت و طول کووت را باید طوری انتخاب نمود که جذب اشعه بین ۲۰ تا ۸۰٪ و یا کاهش شدت نور Extinktion بین ۱/۰ تا ۷/۰ باشد. اطلاعات لازم در مورد غلظت هر نمونه در قسمت نمونه مربوطه مذکور است (بخش دوم). کلیه محلولها بایستی طوری صاف شوند که کاملاً شفاف و هیچگونه کدري نداشته باشند (محلول عاری از کدورت در اینجا محلولی است که تاثیر کدورت در مقایسه با تاثیر جذب نور روی رنگ خیلی کم باشد). برای صاف کردن محلول شکر سفید توصیه می‌شود که از صافی‌هایی با منافذ متوسط حدود ۰/۴۵ میکرومتر استفاده شود. محلولهایی را که ظاهراً پر رنگ هستند بایستی بوسیله صافیهای کاغذی با منافذ ریز صاف نمود. خاک فسیل ذوب شده را می‌توان به عنوان مواد کمکی برای صاف کردن پیشنهاد نمود. علاوه بر این از فیلترهایی که با خاک فسیل آغشته شده‌اند نیز میتوان استفاده کرد ولی بایستی زیر این صافیها، صافی‌های کاغذی دیگری با منافذ ریز قرار داد زیرا ممکن است در حین صاف شدن ذرات ریز خاک فسیل وارد فیلترت شوند. از محلول صاف شده (فیلترت) برای تعیین درصد ماده خشک نمونه به طریقه رفاکتومتری استفاده می‌شود. آبی که بعنوان مقایسه از آن استفاده می‌شود بایستی کاملاً زلال و هیچ نوعی کدري نداشته باشد. برای اینکار بهترین روش این است که آب را هم به همان روال تهیه محلول صاف کرد. آبی که در کووت مقایسه ریخته می‌شود بایستی حداقل روزانه تعویض گردد تا از اشکالاتی که در اثر فعالیت میکروارگانیسم‌ها ایجاد خواهد شد، جلوگیری شود.

معمولاً در آزمایشهای روزانه رنگ تولیدات را در همان pH خود نمونه تعیین می‌کنند. زیرا مقدار عبور نور به pH محیط بستگی دارد. برای تنظیم pH از محلول یکدهم نرمال اسید

کلریدریک و یا محلول یکدهم نرمال هیدراکسید سدیم استفاده می‌کنند. برای محلولهای بوفر قویتر می‌توان اسیدکلریدریک یک نرمال مصرف نمود. در این حالت از pH متر بایستی استفاده کرد. pH محلول را قاعدتاً روی ± 0.2 تنظیم می‌کنند.

سنجش

در صورت لزوم ماده مورد آزمایش را کاملاً به هم میزنند تا حبابهای هوای آن خارج شود. مخصوصاً مخلوط کردن محلولهای غلیظ از اهمیت بسزایی برخوردار است. محلول بایستی فاقد هر گونه موج بوده و کاملاً یکنواخت و یک دست باشد. دو سطحی از کووت که نور از آنها عبور می‌کند بایستی کاملاً تمیز و اثر انگشت روی آنها نباشد.

از یک کووت می‌توان برای محلولهای متعددی استفاده کرد ولی بایستی هر دفعه کووت را با محلول شستشو داد. در این جا هم بایستی دقت کرد سطوحی که نور از آنها عبور می‌کند آلوده به محلول نباشد.

بدیهی است که از یک کووت هم برای محلول و هم برای آب نمی‌توان استفاده نمود و بایستی دقت کرد که کووتهایی که مخصوص محلول و مخصوص آب هستند هیچگونه تفاوتی با یکدیگر نداشته باشند و چنانکه جای آنها را عوض کنند، نتیجه آزمایش تغییر نکند.

در صورتیکه کووتها با یکدیگر اختلاف داشتند، بایستی فاکتور تصحیح تعیین گردد. در اثر تبخیر، سطح محتویات کووتها موجدار به نظر می‌رسند. لذا توصیه می‌شود که از کووتهای دربدار استفاده شود. محلولهای شکر در اثر فعالیت میکرو ارگانیسمها باعث تولید رسوب در سطح و جدار کووتها می‌شوند که با شستن با آب از بین نمی‌روند. برای شستشوی این رسوبات پس از شستن با آب آنان را از سولفورکرومیک پر کرده و به حال خود می‌گذارند. پس از مدتی کووت را با آب می‌شویند. در صورتیکه بخواهند کووت فوراً خشک شود آن را با استن Aceton خیس کرده و با فشار هوا و گاز ازت خشک می‌کنند. برای خشک کردن سطح خارجی کووت از پارچه‌های مخصوص عینک باید استفاده کرد.

نتیجه‌گیری

برای تعیین رنگ رقم کاهش شدت نور قرائت شده روی دستگاه Extinktion و

ضخامت کووت و همچنین غلظت محلول و طول موج اندازه‌گیری را در رابطه‌های زیر قرا می‌دهند.

$$F_{IE} = 1000 \cdot E' \quad (۱)$$

$$E' = 100 \cdot \frac{E}{L \cdot C_{TS}} = \frac{E}{L \cdot W_{TS} \cdot \rho}$$

در این رابطه:

F_{IE} = رنگ بر اساس واحد ایکومزا (یکواحد ایکومزا در طول موج لاندا

λ) مساوی سانتیمتر مربع به کیلوگرم

E' = ضریب کاهش شدت نور بر حسب سانتیمتر مربع به گرم

E = کاهش شدت نور در طول موج λ (لاندا بر حسب نانومتر)

L = ضخامت کووت به سانتیمتر

C'_{TS} = غلظت بر حسب گرم درصد سانتیمتر مکعب

W_{TS} = درصد ماده خشک

ρ = وزن مخصوص بر حسب گرم به سانتیمتر مکعب

حاصل ضرب $(C'_{TS} = W_{TS} \cdot \rho)$ را می‌توان بوسیله تعیین درصد ماده خشک به

روش رفراکتومتری و با کمک جدول چهار محاسبه نمود.

در بعضی از دستگاهها امکان قرائت جذب نور و یا مقدار عبور نور دقیقتر از قرائت

کاهش شدت نور می‌باشد که در اینصورت برای تبدیل این ارقام می‌توان از جدول (۱) استفاده نمود.

میزان کدر بودن

میزان کدر بودن برابر است با اختلاف بین ارقام قرائت شده کاهش شدت نور قبل و

بعد از صاف کردن نمونه. روش کار همان دستورالعملهایی است که برای تعیین رنگ ذکر

گردید، در اینجا هم بایستی برای صاف کردن از فیلترهای ممبران با منافذ ۰/۴۵ میکرومتر

استفاده نمود. برای اندازه‌گیری میزان کدر بودن بهتر است که از امواجی با طول موج بیشتر از

۶۰۰ نانومتر (مثل فیلتر قرمز) استفاده شود. اختلاف کاهش شدت نور E با میزان کدر بودن

رابطه مستقیم دارد.

چون در عمل محاسبه و مقایسه ارقام خیلی کوچک با یکدیگر با اشکالاتی مواجه

می‌شود، لذا عدد بدست آمده را در عدد هزار ضرب می‌کنند.

$$\Delta E \times 1000 = \text{میزان کدر بودن}$$

$$\Delta E = E - E_0 \text{ (محلول صاف شده) - } E_0 \text{ (محلول صاف نشده)}$$

در بعضی از دستگاههای فتومتر لوازم اضافی تعبیه شده است که بوسیله آنها می‌توان میزان پخش نور را نیز اندازه گرفت. البته دستورالعملهای لازم در کتابچه‌هایی که همراه هر دستگاه می‌باشد، ذکر گردیده است.

لازم به تذکر است که این نوع اندازه‌گیری‌ها ارقام نسبی هستند حتی اگر کدورت‌های استاندارد که برای آنها ارقام کدورت مطلق ذکر شده هم موجود باشد. مقایسه ارقام تعیین شده مثلاً در کارخانجات مختلف وقتی ممکن است که همه ضوابط آزمایش از قبیل غلظت محلولها

طول موج

ضخامت کووت

و روش کار و همچنین نوع دستگاه در همه جا یکنواخت باشد.

جدول ۱ = تبدیل مقدار عبور نور (ترانس میسیون) و جذب نور (آبزیوسیون) به شدت کاهش نور (اکستینکسیون)

$$E = 2 - \lg (100 - A) = 2 - \lg A$$

A = درصد جذب نور. Absorption

T = درصد عبور نور. Transmission

E = کاهش شدت نور Extinktion ارقام مندرج در جدول

T %	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	
99	0,0044	0,0039	0,0035	0,0031	0,0026	0,0022	0,0017	0,0013	0,0009	0,0004	0
98	0,0088	0,0083	0,0079	0,0074	0,0070	0,0066	0,0061	0,0057	0,0052	0,0048	1
97	0,0132	0,0128	0,0123	0,0119	0,0114	0,0120	0,0106	0,0101	0,0097	0,0092	2
96	0,0177	0,0173	0,0168	0,0164	0,0159	0,0155	0,0150	0,0146	0,0141	0,0137	3
95	0,0223	0,0218	0,0214	0,0209	0,0205	0,0200	0,0195	0,0191	0,0186	0,0182	4
94	0,0269	0,0264	0,0259	0,0255	0,0250	0,0246	0,0241	0,0237	0,0232	0,0227	5
93	0,0315	0,0311	0,0306	0,0301	0,0297	0,0292	0,0287	0,0283	0,0278	0,0273	6
92	0,0362	0,0357	0,0353	0,0348	0,0343	0,0339	0,0334	0,0329	0,0325	0,0320	7
91	0,0410	0,0405	0,0400	0,0395	0,0391	0,0386	0,0381	0,0376	0,0372	0,0367	8
90	0,0458	0,0453	0,0448	0,0443	0,0438	0,0434	0,0429	0,0424	0,0419	0,0414	9
89	0,0506	0,0501	0,0496	0,0491	0,0487	0,0482	0,0477	0,0472	0,0467	0,0462	10
88	0,0555	0,0550	0,0545	0,0540	0,0535	0,0531	0,0526	0,0521	0,0516	0,0511	11
87	0,0605	0,0600	0,0595	0,0590	0,0585	0,0580	0,0575	0,0570	0,0565	0,0560	12
86	0,0655	0,0650	0,0645	0,0640	0,0635	0,0630	0,0625	0,0620	0,0615	0,0610	13
85	0,0706	0,0701	0,0696	0,0691	0,0685	0,0680	0,0675	0,0670	0,0665	0,0660	14
84	0,0757	0,0752	0,0747	0,0742	0,0737	0,0731	0,0726	0,0721	0,0716	0,0711	15
83	0,0809	0,0804	0,0799	0,0794	0,0788	0,0783	0,0778	0,0773	0,0768	0,0762	16
82	0,0862	0,0857	0,0851	0,0846	0,0841	0,0835	0,0830	0,0825	0,0820	0,0814	17
81	0,0915	0,0910	0,0904	0,0899	0,0894	0,0888	0,0883	0,0878	0,0872	0,0867	18
80	0,0969	0,0964	0,0958	0,0953	0,0947	0,0942	0,0937	0,0931	0,0926	0,0921	19
79	0,1024	0,1018	0,1013	0,1007	0,1002	0,0996	0,0991	0,0985	0,0980	0,0975	20
78	0,1079	0,1073	0,1068	0,1062	0,1057	0,1051	0,1046	0,1040	0,1035	0,1029	21
77	0,1135	0,1129	0,1124	0,1118	0,1113	0,1107	0,1101	0,1096	0,1090	0,1085	22
76	0,1192	0,1186	0,1180	0,1175	0,1169	0,1163	0,1158	0,1152	0,1146	0,1141	23
75	0,1249	0,1244	0,1238	0,1232	0,1226	0,1221	0,1215	0,1209	0,1203	0,1198	24
74	0,1308	0,1302	0,1296	0,1290	0,1284	0,1278	0,1273	0,1267	0,1261	0,1255	25
73	0,1367	0,1361	0,1355	0,1349	0,1343	0,1337	0,1331	0,1325	0,1319	0,1314	26
72	0,1427	0,1421	0,1415	0,1409	0,1403	0,1397	0,1391	0,1385	0,1379	0,1373	27
71	0,1487	0,1481	0,1475	0,1469	0,1463	0,1457	0,1451	0,1445	0,1439	0,1433	28
70	0,1549	0,1543	0,1537	0,1530	0,1524	0,1518	0,1512	0,1506	0,1500	0,1494	29
69	0,1612	0,1605	0,1599	0,1593	0,1586	0,1580	0,1574	0,1568	0,1561	0,1555	30
68	0,1675	0,1669	0,1662	0,1656	0,1649	0,1643	0,1637	0,1630	0,1624	0,1618	31
67	0,1739	0,1733	0,1726	0,1720	0,1713	0,1707	0,1701	0,1694	0,1688	0,1681	32
66	0,1805	0,1798	0,1791	0,1785	0,1778	0,1772	0,1765	0,1759	0,1752	0,1746	33
65	0,1871	0,1864	0,1858	0,1851	0,1844	0,1838	0,1831	0,1824	0,1818	0,1811	34
64	0,1938	0,1931	0,1925	0,1918	0,1911	0,1904	0,1898	0,1891	0,1884	0,1878	35
63	0,2007	0,2000	0,1993	0,1986	0,1979	0,1972	0,1965	0,1959	0,1952	0,1945	36
62	0,2076	0,2069	0,2062	0,2055	0,2048	0,2041	0,2034	0,2027	0,2020	0,2013	37
61	0,2147	0,2140	0,2132	0,2125	0,2118	0,2111	0,2104	0,2097	0,2090	0,2083	38
60	0,2218	0,2211	0,2204	0,2197	0,2190	0,2182	0,2175	0,2168	0,2161	0,2154	39
59	0,2291	0,2284	0,2277	0,2269	0,2262	0,2255	0,2248	0,2240	0,2233	0,2226	40
58	0,2366	0,2358	0,2351	0,2343	0,2336	0,2328	0,2321	0,2314	0,2306	0,2299	41
57	0,2441	0,2434	0,2426	0,2418	0,2411	0,2403	0,2396	0,2388	0,2381	0,2373	42
56	0,2518	0,2510	0,2503	0,2495	0,2487	0,2480	0,2472	0,2464	0,2457	0,2449	43
55	0,2596	0,2588	0,2581	0,2573	0,2565	0,2557	0,2549	0,2541	0,2534	0,2526	44
54	0,2676	0,2668	0,2660	0,2652	0,2644	0,2636	0,2628	0,2620	0,2612	0,2604	45
	1,0	0,9	0,8	0,7	0,6	0,5	0,4	0,3	0,2	0,1	A %

ادامه جدول ۱-

T %	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	
53	0.2757	0.2749	0.2741	0.2733	0.2725	0.2716	0.2708	0.2700	0.2692	0.2684	46
52	0.2840	0.2832	0.2823	0.2815	0.2807	0.2798	0.2790	0.2782	0.2774	0.2765	47
51	0.2924	0.2916	0.2907	0.2899	0.2890	0.2882	0.2874	0.2865	0.2857	0.2848	48
50	0.3010	0.3002	0.2993	0.2984	0.2976	0.2967	0.2958	0.2950	0.2941	0.2933	49
49	0.3098	0.3089	0.3080	0.3072	0.3063	0.3054	0.3045	0.3036	0.3028	0.3019	50
48	0.3188	0.3179	0.3170	0.3161	0.3152	0.3143	0.3134	0.3125	0.3116	0.3107	51
47	0.3279	0.3270	0.3261	0.3251	0.3242	0.3233	0.3224	0.3215	0.3206	0.3197	52
46	0.3372	0.3363	0.3354	0.3344	0.3335	0.3325	0.3316	0.3307	0.3298	0.3288	53
45	0.3468	0.3458	0.3449	0.3439	0.3429	0.3420	0.3410	0.3401	0.3391	0.3382	54
44	0.3565	0.3556	0.3546	0.3536	0.3526	0.3516	0.3507	0.3497	0.3487	0.3478	55
43	0.3665	0.3655	0.3645	0.3635	0.3625	0.3615	0.3605	0.3595	0.3585	0.3575	56
42	0.3768	0.3757	0.3747	0.3737	0.3726	0.3716	0.3706	0.3696	0.3686	0.3675	57
41	0.3872	0.3862	0.3851	0.3840	0.3830	0.3820	0.3809	0.3799	0.3788	0.3778	58
40	0.3979	0.3969	0.3958	0.3947	0.3936	0.3925	0.3915	0.3904	0.3893	0.3883	59
39	0.4089	0.4078	0.4067	0.4056	0.4045	0.4034	0.4023	0.4012	0.4001	0.3990	60
38	0.4202	0.4191	0.4179	0.4168	0.4157	0.4145	0.4134	0.4123	0.4112	0.4101	61
37	0.4318	0.4306	0.4295	0.4283	0.4271	0.4260	0.4248	0.4237	0.4225	0.4214	62
36	0.4437	0.4425	0.4413	0.4401	0.4389	0.4377	0.4365	0.4353	0.4342	0.4330	63
35	0.4559	0.4547	0.4535	0.4522	0.4510	0.4498	0.4486	0.4473	0.4461	0.4449	64
34	0.4685	0.4672	0.4660	0.4647	0.4634	0.4622	0.4609	0.4597	0.4584	0.4572	65
33	0.4815	0.4802	0.4789	0.4776	0.4763	0.4750	0.4737	0.4724	0.4711	0.4698	66
32	0.4949	0.4935	0.4921	0.4908	0.4895	0.4881	0.4868	0.4855	0.4841	0.4828	67
31	0.5086	0.5072	0.5058	0.5045	0.5031	0.5017	0.5003	0.4989	0.4976	0.4962	68
30	0.5229	0.5214	0.5200	0.5186	0.5171	0.5157	0.5143	0.5129	0.5114	0.5100	69
29	0.5376	0.5361	0.5346	0.5331	0.5317	0.5302	0.5287	0.5272	0.5258	0.5243	70
28	0.5528	0.5513	0.5498	0.5482	0.5467	0.5452	0.5436	0.5421	0.5406	0.5391	71
27	0.5686	0.5670	0.5654	0.5638	0.5622	0.5607	0.5591	0.5575	0.5560	0.5544	72
26	0.5850	0.5834	0.5817	0.5800	0.5784	0.5768	0.5751	0.5735	0.5719	0.5702	73
25	0.6021	0.6003	0.5986	0.5969	0.5952	0.5935	0.5918	0.5901	0.5884	0.5867	74
24	0.6198	0.6180	0.6162	0.6144	0.6126	0.6108	0.6091	0.6073	0.6055	0.6038	75
23	0.6383	0.6364	0.6345	0.6326	0.6308	0.6289	0.6271	0.6253	0.6234	0.6216	76
22	0.6576	0.6556	0.6536	0.6517	0.6498	0.6478	0.6459	0.6440	0.6421	0.6402	77
21	0.6778	0.6757	0.6737	0.6716	0.6696	0.6676	0.6655	0.6635	0.6615	0.6596	78
20	0.6990	0.6968	0.6946	0.6925	0.6904	0.6882	0.6861	0.6840	0.6819	0.6799	79
19	0.7212	0.7190	0.7167	0.7144	0.7122	0.7100	0.7077	0.7055	0.7033	0.7011	80
18	0.7447	0.7423	0.7399	0.7375	0.7352	0.7328	0.7305	0.7282	0.7258	0.7235	81
17	0.7696	0.7670	0.7645	0.7620	0.7595	0.7570	0.7545	0.7520	0.7496	0.7471	82
16	0.7959	0.7932	0.7905	0.7878	0.7852	0.7825	0.7799	0.7773	0.7747	0.7721	83
15	0.8239	0.8210	0.8182	0.8153	0.8125	0.8097	0.8069	0.8041	0.8013	0.7986	84
14	0.8539	0.8508	0.8477	0.8447	0.8416	0.8386	0.8356	0.8327	0.8297	0.8268	85
13	0.8861	0.8827	0.8794	0.8761	0.8729	0.8697	0.8665	0.8633	0.8601	0.8570	86
12	0.9208	0.9172	0.9136	0.9101	0.9066	0.9031	0.8996	0.8962	0.8928	0.8894	87
11	0.9586	0.9547	0.9508	0.9469	0.9431	0.9393	0.9355	0.9318	0.9281	0.9245	88
10	1.0000	0.9957	0.9914	0.9872	0.9830	0.9788	0.9747	0.9706	0.9666	0.9626	89
9	1.046	1.041	1.036	1.032	1.027	1.022	1.018	1.013	1.009	1.004	90
8	1.097	1.092	1.086	1.081	1.076	1.071	1.066	1.060	1.056	1.051	91
7	1.155	1.149	1.143	1.137	1.131	1.125	1.119	1.114	1.108	1.102	92
6	1.222	1.215	1.208	1.201	1.194	1.187	1.180	1.174	1.167	1.161	93
5	1.301	1.292	1.284	1.276	1.268	1.260	1.252	1.244	1.237	1.229	94
4	1.398	1.387	1.377	1.367	1.357	1.347	1.337	1.328	1.319	1.310	95
3	1.523	1.509	1.495	1.481	1.469	1.456	1.444	1.432	1.420	1.409	96
2	1.699	1.678	1.658	1.638	1.620	1.602	1.585	1.569	1.553	1.538	97
1	2.000	1.959	1.921	1.886	1.854	1.824	1.796	1.770	1.745	1.721	98
	1.0	0.9	0.8	0.7	0.6	0.5	0.4	0.3	0.2	0.1	A %

فصل سوم

آزمایش تولیدات کارخانه قند

دستورالعملهایی که ارائه می‌گردد روش کار آزمایشاتی است که معمولاً در چهارچوب کنترل تولید در کارخانجات قند اعمال می‌شود. روشهای کنترل آزمایشگاهی که در فصل اول با آنها آشنا شدیم در رابطه با هر نمونه دوباره بطور اختصار تکرار شده است. روش آزمایشهای اختصاصی غالباً طوری نوشته شده‌اند که کارکنان آزمایشگاه با کمی تجربه آزمایشگاهی و یا بعد از راهنمایی‌های لازم بدون هیچ‌گونه اشکالی قادر خواهند بود بدون آنکه مجبور باشند هر بار به فصل گذشته مراجعه کنند این آزمایشها را بخوبی انجام دهند. بخصوص وقتیکه وسایل و محلولهای لازم در آزمایشگاه آماده و تمام دستگاههای مورد نیاز تنظیم شده باشند.

دستورالعمل و آزمایشهای تکراری و شبیه بهم بطور اختصار در رابطه با نوع نمونه فقط یکبار نوشته شده است.

با کمک راهنمایی که برای هر نمونه وجود دارد امکان پیدا کردن هر دستورالعملی به آسانی میسر شده است. علاوه بر این تا آنجائی که لازم بود اطلاعات بیشتری، مثلاً در مورد نمونه گیری داده شده و ارقام استاندارد نیز برای نتایج آزمایشها ارائه گردیده است.

۱- تحویل چغندر

چغندر قند

نمونه برداری از هر محموله بوسیله دست و یا با کمک نمونه بردار اتوماتیک بنام روپرو انجام می شود. تعداد چغندره‌های هر نمونه بایستی باندازه کافی باشد.

خاک و برگ چغندر (افت)

افت بمواد اطلاق می شود که در هر محموله همراه چغندر تحویل داده می شود مثل خاک، سنگ، برگ، طوقه و غیره.

برای تعیین مقدار افت باید دقت کرد که نمونه از تمام طبقات محموله گرفته شود زیرا در اثر ترانسپورت مواد زائد و چغندر از یکدیگر جدا می شوند.

نمونه برداشته شده در مرحله نخست توزین می گردد (وزن اولیه = m_1) و سپس بعد از شستشو با آب و گرفتن خاک و گل آن دوباره توزین می شود (وزن ثانوی = m_2).

$$W_{sz} = 100 \frac{m_1 - m_2}{m_1} \quad \text{نتیجه:}$$

$$W_{sz} = \text{درصد افت}$$

$$m_1 = \text{وزن اولیه (چغندر + خاک چسبیده + خاک آزاد) به کیلوگرم}$$

$$m_2 = \text{وزن ثانوی (چغندر) به کیلوگرم}$$

در بعضی مواقع افت را نظری نیز تعیین می کنند.

ضمائم خاکی چغندر

این ضمائم شامل خاکی است که در شیارهای چغندر وجود دارد و در اثر ترانسپورت

از آن جدا نمی شود. تعیین مقدار آن رابطه زیر انجام می شود

$$q_{sz} = 100 \frac{m_1 - m_2}{m_2} \quad \text{نتیجه:}$$

در این رابطه:

$$q_{sz} = \text{درصد خاک چسبیده}$$

$$m_1 = \text{وزن اولیه (چغندر + خاک چسبیده) به کیلوگرم}$$

$m_2 =$ وزن ثانوی (چغندر) به کیلوگرم

چغندرها در حین شستشو آب جذب می‌کنند، مخصوصاً در مناطقی که دارای آب و هوای خشک هستند.

درصد قند یا باصطلاح پولاریزاسیون و یا عیار سنجی

تهیه خمیر چغندر: از چغندره‌های شسته شده بوسیله اره مخصوص (ساخت کارخانه Amawerk) با ۳۰۰۰ دور در دقیقه یک نمونه متوسط خمیر تهیه می‌کنند. اره‌ها را بایستی مرتب کنترل نمود و در صورت لزوم آنها را تیز کرد. تکه‌های درشت چغندر را بایستی بوسیله الک سیمی جدا نمود. از نمونه خمیر استحصالی که خوب مخلوط شده است حدود دویست گرم برداشته و حتی‌المقدور هر چه زودتر آنرا برای آزمایش مصرف می‌کنند.

در صورتیکه نمونه‌های مناطق مختلف در آزمایشگاه مرکزی مورد تجزیه قرار گیرند بایستی هر نمونه را بلافاصله بعد از تهیه در یک ظرف دربدار لب به لب پر کرد و آنرا در جای سردی نگهداری نمود. اگر آزمایش در فاصله دوازده ساعت بعد از نمونه‌گیری انجام شود نگهداری نمونه در یخچال (درجه حرارت ۲ الی ۴ درجه سانتیگراد) کافی خواهد بود ولی اگر نمونه مدت بیشتری بایستی نگهداری شود آنرا تا بیست درجه سانتیگراد زیر صفر سرد می‌کنند.

روش کار و ارزشیابی

درصد قند و یا پولاریزاسیون نمونه بروش افزایشی از طریق دیژسیون آبکی سرد و یا روش مخلوط کن تعیین می‌گردد روش افزایشی مراجعه شود.

دیژسیون آبکی سرد

۲۶/۰ گرم خمیر چغندر را روی کاغذ پرکامنت (کاغذی که رطوبت جذب نمی‌کند) وزن کرده و با کاغذ آنرا در ظرف فلزی دربدار انداخته و سپس ۱۷۷ سانتیمتر مکعب سواستات رقیق به آن اضافه نموده و مدت ۵ دقیقه آنرا تکان داده و یا بوسیله‌ای آنرا بهم می‌زنند.

روش مخلوط کن

در صورتیکه از یک مخلوط کن استفاده شود $۲۶/۰$ گرم خمیر را روی کاغذ پرکامنت وزن کرده و سپس آنرا در ظرف مخلوط کن انداخته و ۱۷۷ سانتیمتر مکعب سواستات رقیق (مثل بالا) به آن می‌افزایند و به مدت دو دقیقه با بکار انداختن دستگاه مخلوط کن خمیر و سواستات را خوب با هم مخلوط می‌کنند.

مخلوط دیژسیون استحصالی به یکی از دو روش فوق را صاف می‌کنند. در رابطه با طول لوله پولاریمتر (۲۰۰ میلیمتر) رقم خوانده شده در پولاریمتر را باید دو برابر کرد (چونکه ۲۶ گرم خمیر در ۲۰۰ سی سی معادل ۱۳ گرم درصد سانتیمتر مکعب است).

(لازم به تذکر است که ۱۷۷ سانتیمتر مکعب استاندارد آلمان است و در اینبار یک قرار داد بین‌المللی وجود ندارد. برای اطلاعات بیشتر در این باره به مجله صنایع قند ایران شماره خرداد و تیر ۱۳۵۷ مراجعه شود).

در آزمایشات جاری توصیه می‌شود که از دستگاههایی که عمل توزین، مخلوط شدن و صاف شدن را بطور نیمه اتوماتیک انجام می‌دهند استفاده گردد. با این نوع دستگاهها می‌توان درصد قند، مقدار سدیم و پتاسیم و همچنین مقدار اسید آمینه (عدد آبی) هر نمونه را تعیین نمود.

در صورت استفاده از ترازوی نسبی رایرز، اگر حدود ۲۶ گرم خمیر توزین شود مقدار سواستات لازم بطور اتوماتیک به نسبت ۲۶ گرم خمیر و $۱۷۷/۶$ گرم سواستات تعیین می‌شود. این ترازو را می‌توان با وزنه استاندارد شده ۲۶ گرم کنترل نمود. برای این کار یک ورقه کاغذ پرکامنت را روی کفه ترازو گذاشته و وزنه ۲۶ گرمی را روی آن قرار می‌دهند. بعد از آنکه وزن لیوانی که سواستات در آن می‌ریزد را تعیین کردند دکمه دستگاه را فشار داده وزن سواستات را تعیین می‌کنند. وزن سواستات بایستی $(۱۷۷/۰ \pm ۰/۲)$ گرم و یا به عبارت دیگر $(۱۷۷/۰ \pm ۰/۲)$ سانتیمتر مکعب باشد.

۲- استحصال شربت یا عصاره گیری

خلال چغندر

نمونه برداری از خلال بعد از ماشین خلال از روی نوار ترانسپورت انجام می‌شود. در موقع نمونه برداری بایستی از تمام نقاط نوار مقداری خلال برداشت و با یکدیگر مخلوط کرد. وزن نمونه بایستی حدود یک کیلوگرم باشد. در موقع نمونه برداری باید دقت کرد که فقط از خلالهای دراز که در رو قرار دارند نمونه گیری نشود. پس از اینکه نمونه‌های خلال چغندر درون ظرف نمونه کاملاً بهم خورده و مخلوط شدند از آن برای آزمایش استفاده می‌کنند. اگر بخواهند نمونه را مدتی نگهداری کنند بایستی درب ظرف را خوب بسته و در جای سرد آنرا قرار دهند.

درصد قند و یا پولاریزاسیون تهیه خمیر چغندر

حدود ۵۰۰ گرم خلال را بوسیله ماشین خردکن (مثل چرخ گوشت) بصورت خرده چغندر در می‌آورند. از جدا شدن عصاره و خمیر بایستی جلوگیری شود. پس از اینکه خرده چغندرها کاملاً بهم خورده و مخلوط شدند ۲۰۰ گرم از آن برداشته و یک ظرف دربدار را از آن کاملاً پر می‌کنند.

در صورتیکه مستقیماً از خلال برای آزمایش استفاده شود نتیجه آزمایش میانگین تمام خلالها نخواهد بود.

روش کار و ارزشیابی

تعیین درصد قند بروش افزایشی با استفاده از مخلوط کن و یا از طریق دیژسیون آبکی داغ انجام می‌شود روشهای افزایشی مراجعه شود

روش مخلوط کن

۲۶/۰ گرم نمونه را روی کاغذ پرکامنت وزن کرده و همراه با کاغذ در ظرف مخلوط کن (نوع کوتاه آن) انداخته مقدار ۱۷۷ سانتیمتر مکعب سواستات رقیق (۲۵ سانتیمتر مکعب سو

استات را کتیفا و محلولها ۹۷۵ سانتیمتر مکعب آب) به آن اضافه کرده به مدت دو دقیقه آنها را مخلوط می‌کنند.

دیژسیون آبکی داغ

۲۶/۰ گرم نمونه را روی کاغذ پرگامنت توزین کرده و با کاغذ آنرا در ظرف فلزی دریدار انداخته و سپس ۱۷۷ سانتیمتر مکعب سواستات رقیق به آن می‌افزایند. پس از اینکه درب ظرف را محکم بستند و مدتی آنرا تکان دادند به مدت ۳۰ دقیقه ظرف را در حمام آبگرم با درجه حرارت حدود ۸۰ درجه سانتیگراد قرار می‌دهند. بعد از این مدت ظرف را تا ۲۰ درجه سانتیگراد سرد کرده و دوباره آنرا تکان می‌دهند.

مخلوط دیژسیون استحصالی به یکی از دو روش فوق را صاف می‌کنند. در رابطه با طول لوله پولاریومتر (۲۰۰ میلیمتر) رقم خوانده شده در پولاریومتر را باید دو برابر کرد (چونکه ۲۶ گرم خمیر در ۲۰۰ سانتیمتر مکعب معادل ۱۳ گرم درصد سانتیمتر مکعب است).

مقدار ماده خشک

ماده خشک بروش تعیین وزن (کراویمتری) معین می‌شود:

۱۰/۰۰ گرم نمونه را در یک ظرف توزین وزن کرده و بطور یکنواخت آنرا در کف ظرف پخش می‌کنند. درجه حرارت خشک کردن ۱۰۵ درجه سانتیگراد می‌باشد. برای خشک کردن تا وزن ثابت، مدت‌های زیر لازم می‌باشد:

اتوهای که با هوای داغ کار می‌کنند بین ۲ تا ۳ ساعت

اتوهای که با خلاء کار می‌کنند حداکثر ۴ ساعت

اتوهای معمولی بین ۴ تا ۶ ساعت

بعد از خشک شدن بایستی ظرف را بمدت سی دقیقه در اکسی کاتور و یا دسی کاتور

قرار داد و بعد وزن آنرا تعیین نمود.

در صورت استفاده از دستگاههای خشک کننده سریع بایستی طبق دستورالعمل‌های

مخصوص به آنها عمل نمود.

$$W_{Ts} = 10. (m_1 - m_2)$$

نتیجه:

در این رابطه:

$$W_{Ts} = \text{درصد ماده خشک}$$

 $m_1 =$ وزن ظرف و نمونه به گرم قبل از خشک کردن

 $m_2 =$ وزن ظرف و نمونه به گرم بعد از خشک کردن

pH هاش

پ هاش به روش الکترومتری تعیین می شود. محلول لازم را بدین طریق تهیه می کنند که تقریباً ۵۰ گرم خلال را با ۵۰ گرم آب گرم در مخلوط کن بمدت یکی دو دقیقه مخلوط می کنند.

پ هاش خلالهای چغندر تازه بین ۶/۳ تا ۶/۴ بایستی باشد. در صورتیکه چغندرها پوسیده باشند پ هاش آنها از ۶ کمتر خواهد بود.

کیفیت خلال

برای تعیین کیفیت خلال بایستی نمونه میانگینی حدود ۱۰۰ گرم خلال تهیه و به گروه های زیر تقسیم نمود:

خلالهایی که طولشان بیشتر از پنج سانتیمتر است m_1

خلالهایی که طولشان بین یک و پنج سانتیمتر است m_2

خلالهایی که طولشان کمتر از یک سانتیمتر است m_3

وزن کل هر یک از این گروه ها را تعیین می کنند.

نتیجه: عدد سوئدی $\frac{m_1}{m_2}$

$$100 \times \frac{m_3}{m_1 + m_2 + m_3} = \text{درصد خرده چغندر یا موس}$$

برای تعیین رقم سلین بایستی ۱۰۰ گرم خلال بدون موس را پشت سرهم قرار داد و

طول آنها را تعیین کرد.

عدد زیلن = طول صد گرم خلال به متر

عدد سوئدی معیاری است برای عبور شربت از لابلای خلالها. عدد سلین بایستی

بزرگتر از ۱۰ باشد. مقدار موس بایستی از ۵٪ تجاوز کند.

عدد سلین معرف ظرافت و یا بعبارت دیگر معرف سطح خلالها است. عدد مطلوب آن بستگی به نوع دستگاه عصاره گیری دارد. این عدد برای دیفوزیون عمودی (برج) بین ۸ تا ۱۰ متر (برای هر صد گرم خلال) میباشد.

در صورتیکه خلالها خیلی درشت باشند بایستی درصد خلالهاایی که بهم چسبیده اند و به نام شانه و یا تخته معروف هستند نیز تعیین نمود. شانه ها را از میان یک کیلوگرم خلال جدا کرده و درصد آنها را تعیین میکنند.

مواد خشبی و یا مارک چغندر

مارک قسمتی از بافت چغندر است که بعد از عصاره گیری با مقدار معینی آب داغ در مدت معینی به صورت غیر محلول باقی میماند. مقدار مارک را به روش گراویمتری (توزین) تعیین میکنند.

۲۵/۰ گرم خمیر چغندر را در ظرفی شیشه ای (بش) که تا حجم ۴۰۰ سانتیمتر مکعب علامت گذاری شده است ریخته و چهار مرتبه هر بار به مدت دو دقیقه از آن عصاره گیری میشود. هر دفعه ظرف را بایستی تا حجم ۴۰۰ سانتیمتر مکعب از آب جوش پر کرده و بعد از ته نشین شدن خمیر، آب آن را با دقت خالی نمود. معمولاً برای این کار از یک پارچه کتانی و یا نایلونی که روی یک قیف بسته شده است استفاده میکنند. سوراخهای پارچه بایستی بین ۴۰ تا ۹۰ میکرومتر باشد. برای سرعت عمل از پمپ خلأ نیز برای صاف کردن استفاده میکنند. بعد از آخرین عصاره گیری مواد باقیمانده را با یک قیف بوختر Buchner همراه با کاغذ صافی و یا باقیف شیشه ای کوچ با منافذ ۴۰ تا ۹۰ میکرومتر جدا کرده و بعد از شستشو با الکل و یا استن Aceton آنرا خشک میکنند.

$$W_{mk} = 4(m_1 - m_0)$$

نتیجه:

در این رابطه:

$$W_{mk} = \text{درصد مارک چغندر}$$

$$m_1 = \text{وزن کاغذ صافی همراه با مارک بعد از خشک شدن}$$

$$m_0 = \text{وزن کاغذ صافی خشک}$$

در صد مارک چغندر، بستگی به شرایط اقلیمی و نوع چغندر دارد. معمولاً در شرایط

عادی بین ۴ تا ۵٪ وزن چغندر می باشد.

۳- شربت خام و عصاره چغندر

شربت خام بایستی بعد از نمونه‌گیری فوراً آزمایش شود. جمع کردن نمونه‌های مختلف برای بدست آوردن نمونه میانگین به خاطر بی دوام بودن شربت توصیه نمی‌شود. در موقع نمونه برداری بایستی شیر نمونه را مدتی باز گذاشت و سپس اقدام به نمونه‌گیری نمود. نمونه گرفته شده را بایستی تا بیست درجه سانتیگراد سرد کرد.

برای تهیه عصاره چغندر مقداری خلال چغندر را در پارچه پرس قرار داده و بوسیله پرس دستی و یا پرس هیدرولیکی عصاره آنرا میگیرند. قبل از آزمایش بایستی عصاره چغندر برای خروج هوا از آن بمدت ۱۵ دقیقه به حال خود گذاشت.

در صد قند و یا پولاریزاسیون

در صد قند به روش استاندارد و یا به روش صد و صد و ده تعیین میگردد.

روش استاندارد

۲۶/۰ گرم شربت را در کپسول توزین وزن کرده و با مقداری آب در یک بالون با حجم صد سانتیمتر مکعب میریزند. سپس حدود ۲ سانتیمتر مکعب محلول استات سرب قلیایی (سواستات) به آن افزوده و بعد از مخلوط کردن، بالون را تا نزدیکی خط نشانه پر می‌کنند. بعد رسانیدن درجه حرارت به ۲۰ درجه سانتیگراد، بالون را به حجم میرسانند. محتوی بالون را خوب مخلوط کرده، آنرا صاف میکنند. در صورت استفاده از لوله ۲۰۰ میلیمتری، رقم خوانده شده در پولاریومتر مقدار درصد قند نمونه را نشان می‌دهد.

در صورتی که مقدار بیشتری فیلترات (محلول صاف شده) مورد احتیاج باشد می‌توان بجای ۲۶ گرم شربت ۵۲ گرم وزن کرد و بجای بالون صد، از بالون ۲۰۰ استفاده نمود.

روش صد و صد و ده

بالون صد و صد و ده را تا نزدیکی خط نشانه صد از نمونه مورد آزمایش پر کرده و بعد از رساندن درجه حرارتش به بیست درجه سانتیگراد آنرا تا خط نشانه صد پر می‌کنند. سپس حدود هشت سانتیمتر مکعب سواستات در بالون ریخته و با آب آنرا تا خط نشانه صد و ده به

حجم می‌رسانند. در مورد عصاره چغندر در صورت لزوم می‌توان ده سانتیمتر مکعب سواستات مصرف نمود. محتوی بالون را خوب مخلوط کرده و سپس آنرا صاف می‌کنند. (برای تعیین درصد قند بایستی رقم خوانده شده در پولاریومتر را در کسر $\frac{0.286}{\rho}$ وزن مخصوص نمونه از جدول شماره ۴ ضرب کرد و یا با کمک جدول شماره یک با در نظر گرفتن ماده خشک نمونه درصد قند آن را از روی جدول پیدا کرد. در صورتیکه شناسایی خط نشانه بخاطر وجود کف امکان پذیر نباشد بایستی با چند قطره اتر Ether کف را از بین برد.

ماده خشک

درصد ماده خشک بوسیله رفاکتومتر تعیین می‌شود. بعد از کنترل درجه حرارت رفاکتومتر (۲۰ درجه سانتیگراد) دو الی سه قطره از نمونه را با یک میلی‌کائوچوئی روی منشور اندازه‌گیری که کاملاً تمیز شده است ریخته و درصد ماده خشک را تعیین می‌کنند.

پ هاش pH

پ هاش را به روش الکترومتری تعیین می‌کنند:

پ هاش متر را بایستی با دو محلول بوفر با دمای بیست درجه سانتیگراد تنظیم نمود. پ هاش بوفرها یکی هفت و دیگری حدود چهار می‌باشد. موقع اندازه‌گیری الکترودها را با آب شسته و در نمونه‌ایکه دمایش نسبت درجه سانتیگراد می‌باشد قرار می‌دهند. قرائت عدد پ هاش وقتی انجام می‌شود که عقربه دیگر حرکتی نکند و در یک نقطه ثابت بماند. در صورتیکه دمای سنجش غیر از بیست درجه سانتیگراد باشد اثر درجه حرارت را بایستی با دکمه مخصوص که روی pH نیز قرار دارد خنثی کرد. برای تعیین پ هاش (۵/۲-۶/۶) از کاغذ مخصوص نیز می‌توان استفاده کرد. پ هاش شربت خام استحصالی از چغندرهای سالم و تازه بین ۶/۳ تا ۶/۴ قرار دارد (پ هاش عصاره چغندر بین ۶/۳ تا ۶/۵ می‌باشد). شربت خامی که از چغندرهای پوسیده بدست می‌آید، پ هاشش کمتر از ۶ خواهد بود.

اسیدیته

۱۰/۰ سانتیمتر مکعب شریت (با پی پت یا مزور) را با همان اندازه آب جوشیده (بدون کربنات) رقیق می‌کنند تا تغییر رنگ در موقع تیتراسیون بخوبی مشخص شود. پس از افزودن چند قطره فنل فتالین با محلول هیدراکسید سدیم $\frac{1}{28}$ نرمال تا تغییر رنگ از سفید به قرمز کم رنگ تیتراسیون می‌نمایند. در صورتیکه باز هم تغییر رنگ بخوبی مشخص نشود. تیتراسیون را تا پ هاش ۸/۲ با کمک پ هاش متر انجام می‌دهند.

$$C_{Ac} = \frac{V}{100}$$

نتیجه:

در این رابطه:

$$C_{Ac} = \text{اسیدیته بصورت } CaO \text{ بر حسب گرم در صد سانتیمتر مکعب}$$

$$V = \text{مقدار محلول استاندارد مصرفی به سانتیمتر مکعب}$$

مقدار خاکستر

مقدار خاکستر را به روش ساده شده کندوکتومتری تعیین می‌کنند معمولاً از محلولی با غلظت ۵ گرم شریت در صد سانتیمتر مکعب استفاده می‌شود. نمونه وزن شده را با آب (یا قابلیت هدایت الکتریکی کمتر از ۲ میکروزیمنس در سانتیمتر) در بالون صد، کل راوش ریخته و تا نزدیکی خط نشانه بالون را پر می‌کنند. بعد از رسانیدن دمای بالون به بیست درجه سانتیگراد آن را تا خط نشانه پر می‌نمایند. سپس محتوی بالون را خوب مخلوط کرده و بعد از اینکه سل دستگاه را چندین مرتبه با محلول شستند، سل را پر کرده و روی دستگاه عدد مربوطه را می‌خوانند. در مواردیکه درجه حرارت اندازه‌گیری غیر از بیست درجه سانتیگراد باشد، فاکتور تصحیح حرارت را بایستی در نظر گرفت.

در مواردیکه هدایت الکتریک محلول بیشتر از ۵۰۰ میکروزیمنس در سانتیمتر و یا به عبارت دیگر در صد خاکستر بیشتر از ۰/۹ باشد، بهتر است که غلظت محلول را تقلیل داد (مثلاً بجای ۵ گرم ۲/۵ گرم وزن کرد).

نتیجه:

در صورتیکه اندازه‌گیری با خاکستر سنج انجام شود مقدار خاکستر بر اساس رابطه

زیر تعیین می‌گردد.

$$W_A = f_A f_5^{\dagger} (A_5 - A_W) \left(\frac{4.5}{m_E} + \frac{W_{TS}}{1000} \right)$$

در این رابطه:

W_A = درصد قابلیت هدایت الکتریکی خاکستر موجود در شربت

f_A = فاکتور تصحیح (در صورتیکه دستگاه دقیق تنظیم شده باشد، حذف

می شود)

f_5^{\dagger} = فاکتور تصحیح (در صورتیکه دستگاه روی 20 ± 0.2 سانتیگراد شده

باشد، حذف می شود)

A_5 = درصد خاکستر قرائت شده روی دستگاه

m_E = مقدار نمونه توزین شده به گرم

W_{TS} = درصد ماده خشک نمونه

در مواردیکه نمونه توزین شده ۵ گرم و دستگاه دقیق تنظیم شده باشد و دمای دستگاه

نیز ۲۰ درجه سانتیگراد باشد فرمول فوق را می توان بصورت زیر ساده کرد.

$$W_A = (A_5 - A_W) \left(0.9 + \frac{W_{TS}}{1000} \right)$$

مقدار قند انورت

قند انورت را به روش انستیتو برلین تعیین می کنند. مقدار نمونه برای آزمایش های سرد

و گرم هر کدام ۱۰/۰ گرم می باشد. در مواردیکه مقدار ید مصرفی بیشتر از ۳۰ سانتیمتر

مکعب بشود، بایستی بجای ده گرم شربت پنج گرم و یا کمتر توزین نمود.

در اروپای مرکزی مقدار قند انورت در شربت خام و عصار چغندر استحصالی از

چغندرهای سالم معمولاً بین ۰/۴ تا ۰/۶ درصد قسمت ماده خشک در نوسان است. در

سالهای خشک، این مقدار افزایش می یابد و در چغندرهای پوسیده و خراب، به مراتب بیشتر

می باشد.

مقدار نیتريت

برای تعیین سریع مقدار نیتريت، می توان از نوارهای نیتريت (مثلاً از شرکت بورنیک

و برک) استفاده کرد. برای اطلاعات بیشتر در این مورد بایستی به فصل سوم این کتاب مراجعه

نمود.

در صورتیکه لازم باشد تعداد باکتریهای شربت را تعیین کرد، بایستی طبق آب پرس و آب تازه عمل شود. برای تعیین اسید لاکتیک بفصل چهارم مراجعه شود.

۴- تفاله آبدار و تفاله پرس شده

نمونه گیری از تفاله آبدار بعد از خروجی دستگاه دیفوزیون و یا از روی نوار حمل تفاله به دستگاههای پرس انجام می شود. تفاله پرس شده از روی نوار حمل تفاله به خشک کن (تفاله خشک کنی) و یا از زیر تک تک پرس ها نمونه گیری می شود. نمونه های مختلف گرفته شده را در یک ظرف جمع آوری (جمعاً حدود یک کیلو گرم) و پس از مخلوط کردن برای آزمایش آماده می کنند.

تفاله حاصل از خللهای تخته را بایستی قبلاً با ماشین خرد کن بصورت ریز در آورد.

درصد قند یا پولاریزاسیون

تعیین درصد قند به روش دیژسیون گرم و یا به روش مخلوط کن انجام می شود.

روش دیژسیون گرم

۶۰/۰ گرم نمونه خرد شده را روی کاغذ پرگامنت وزن می کنند. نمونه را همراه کاغذ در ظرف فلزی دربدار مخصوص انداخته و ۱۷۷ سانتیمتر مکعب سواستات رقیق (۱۵۰ سانتیمتر مکعب استات سرب قلیایی غلیظ با ۸۵۰ سانتیمتر مکعب آب) به آن اضافه می کنند. سپس درب ظرف را محکم بسته و پس از تکان دادن آنرا در حمام آبگرم ۸۰ درجه سانتیگراد به مدت سی دقیقه قرار می دهند. بعد از این مدت ظرف را تا بیست درجه سانتیگراد به مدت سی دقیقه قرار می دهند. بعد از این مدت ظرف را تا بیست درجه سانتیگراد سرد کرده و مجدداً آنرا تکان می دهند.

روش مخلوط کن

۶۰/۰ گرم نمونه خرد شده را روی کاغذ پرگامنت وزن می‌کنند. نمونه را همراه کاغذ در ظرف مخلوط کن انداخته ۱۷۷ سانتیمتر مکعب سواستات رقیق (مثل بالا) به آن می‌افزایند. سپس مدت دو دقیقه، با زمان سنج مجهز به رله الکتریکی دستگاه را روشن می‌کنند. مخلوط دیژسیون حاصل از دو روش فوق را پس از صاف کردن برای تعیین درصد قند استفاده می‌کنند. در صورت استفاده از لوله ۲۰۰ میلیمتری رقم خوانده شده در پولاریمتر مبین درصد قند نمونه می‌باشد.

مقدار ماده خشک

مقدار ماده خشک را به روش وزنی (کراویمتری) تعیین می‌کنند. البته بایستی از نمونه‌های خرد شده استفاده کرد.

خلال خشک شده ملاس دار و بدون ملاس (پلت Pellets)

قبل از آزمایش حدود صد گرم نمونه را در ماشین خردکن آسیاب می‌کنند. مناسبترین وسیله برای خرد کردن نمونه دستگاههای آسیاب و یا خردکن هستند که با آب سرد می‌شوند. (از دستگاههای مخلوط کن برای این منظور فقط در موارد استثنائی می‌توان استفاده نمود، زیرا از گرم شدن و از دست دادن رطوبت نمونه بایستی جلوگیری شود. در صورت استفاده از مخلوط کن، زمان خرد کردن از ۳ دقیقه نباید تجاوز کند.) نمونه را چندین بار آسیاب می‌کنند تا اینکه نمونه حاصل بصورت پودر نرمی در آید (قطر دانه‌ها بایستی کمتر از یک میلیمتر باشد). در هر بار دانه‌های ریز را از الک گذرانده و فقط دانه‌های درشت را دوباره آسیاب می‌کنند. نمونه آماده را تا شروع آزمایش بایستی در ظرف در بسته‌ای نگهداری نمود.

درصد قند یا پولاریزاسیون

تعیین درصد قند به روش مخلوط کن و یا به روش دیژسیون گرم انجام می‌شود.

روش مخلوط کن

۱۱/۵۷ گرم نمونه خرد شده را روی کاغذ پرگامنت وزن می‌کنند (این رقم در مورد خلال چغندر* و یا خلال استفن** برابر ۱۱/۷۴ گرم است). نمونه را همراه با کاغذ در ظرف مخلوط کن انداخته و ۱۷۷ سی سی سواستات دقیق (۱۵۰ سانتیمتر مکعب استات سرب قلیایی غلیظ با ۸۵۰ سانتیمتر مکعب آب) به آن اضافه می‌کنند. مدت ۲۰ دقیقه مخلوط را به حال خود گذاشته و سپس به مدت دو دقیقه با زمان سنج مجهز به رله الکتریکی دستگاه را روشن می‌کنند.

روش دیژسیون گرم

۱۱/۵۷ گرم نمونه خرد شده را روی کاغذ پرگامنت وزن می‌کنند (این رقم در مورد خلال چغندر و یا خلال استفن برابر ۱۱/۷۴ گرم می‌باشد). نمونه را همراه کاغذ در ظرف فلزی درب‌دار مخصوص انداخته و مثل بالا ۱۷۷ سانتیمتر مکعب سواستات به آن اضافه می‌کنند. سپس درب ظرف را محکم بسته و پس از تکان دادن آنرا در حمام آبگرم با ۸۰ درجه سانتیگراد به مدت سی دقیقه قرار می‌دهند. بعد از این مدت ظرف را تا بیست درجه سانتیگراد سرد کرده و مجدداً آنرا تکان می‌دهند.

(در روش دیژسیون گرم از بالون ۲۰۰ سانتیمتر مکعبی نیز می‌توان استفاده کرد ولی به جای ۱۱/۵۷ گرم بایستی ۱۲/۶۲ گرم نمونه توزین نمود. در اینجا هم بایستی طبق دستورالعمل بالا عمل نمود. مخلوط دیژسیون را بعد از سرد کردن به حجم (۲۰۰ سانتی متر مکعب) می‌رسانند.

مخلوط دیژسیون حاصل از یکی از سه روش فوق را بعد از مخلوط کردن صاف می‌کنند. در صورت استفاده از لوله ۲۰۰ میلیمتری رقم خوانده شده در پولاریمتر را بایستی در چهار ضرب کرد تا درصد قند تعیین شود.

مقدار ماده خشک

* - خلال خشک شده چغندر

** - خلال چغندر پرس شده

مقدار ماده خشک به روش توزین (کراویمتری) تعیین می‌گردد. در اینجا هم بایستی از نمونه پودر شده استفاده کرد. (طبق ضوابط رسمی خوراک دام ضوابط قانونی ۷۱/۳۹۳ بازار مشترک اروپا) بایستی خوراک دام جامد را در اتو خلاء دار با دمای بین ۸۰ تا ۸۵ درجه سانتیگراد تا رسیدن به وزن ثابت خشک نمود، در حالیکه این عمل در صنایع قند در ۱۰۵ درجه سانتیگراد انجام می‌شود).

درصد ماده خشک خلال خشک معمولاً ۹۰ درصد است، در صورتیکه از نظر قانونی درصد ماده خشک خوراک دام حداقل برابر ۸۷/۵ درصد باید باشد.

۵- آب دیفوزیون و آب پرس

معمولاً قبل از نمونه‌گیری شیر مخصوص نمونه‌برداری را مدتی باز می‌گذارند و بعد نمونه بر می‌دارند. مخصوصاً نقاطی که نمونه بطور دائم در آنجا جریان دارد برای این منظور مناسب می‌باشند، مثل محلی که الکتروود پ هاش متر در آن قرار دارد. نمونه را بایستی در حمام آب تا ۲۰ درجه سانتیگراد سرد کرد.

درصد قند یا پولاریزاسیون

تعیین درصد قند طبق به روش صد و صد و ده انجام می‌شود. برای زلال کردن نمونه معمولاً ۲ سانتیمتر مکعب و یا بیشتر از محلول سواستات قلیایی مصرف می‌کنند.

مقدار ماده خشک

مقدار ماده خشک به روش رفاکتومتری تعیین می‌گردد.

پ هاش pH

پ هاش به روش الکترومتری تعیین می‌شود.

درحالی که برای اسیدی کردن آب تازه از اکسید گوگرد SO_2 استفاده شود، تعیین پ هاش با کاغذ به خاطر اینکه تطابق رنگ کاغذ با پ هاش‌های استاندارد ممکن نیست، صحیح نمی‌باشد و لذا در این حالت بایستی حتماً از پ هاش متر استفاده کرد.

شمارش باکتری

در موقع نمونه برداری ضوابط بخصوصی را که برای آزمایشات میکروبیولوژیکی وضع شده‌اند بایستی کاملاً رعایت شود. ساده ترین روش تعیین تعداد باکتریها، روش کنکوروت Kongorot می باشد که به ما امکان شمردن مستقیم باکتریهای رنگ نشده در یک نمونه رنگ شده را می دهد. (بنام رنگ آمیزی منفی)

در یک لوله آزمایش یک سانتیمتر مکعب محلول کنکوروت و یک سانتیمتر مکعب محلول مورد آزمایش را با یکدیگر مخلوط کرده و مدت ده دقیقه آنرا به حال خود می گذارند. با یک میکروپی پت یک دهم سانتیمتر مکعب (۰/۰۱۰) از مخلوط را برداشته و روی یک لام (تمیز و بدون چربی) با مساحت ده سانتیمتر مربع بطور یکنواخت پخش می کنند. لام را در هوای آزاد می گذارند تا خشک شود. سپس آنرا در یک محلول اسیدی (۲/۲۵ سانتیمتر مکعب اسید کلریدریک غلیظ درصد سانتیمتر مکعب اتانوال Athanol ۹۶٪) فرو می کنند و بلافاصله رنگ مخلوط روی لام از قرمز به آبی تبدیل می شود. لام آماده شده را با دقت با کاغذ صافی خشک کرده و تقریباً در بزرگ نمایی هزار برابر (عدسی شیئی با ایمرسیون روغنی) زیر میکروسکوپ آنرا می بینند. باکتریهای زنده به رنگ سفید روی زمینه آبی دیده می شوند. باکتریهای مرده کم و بیش رنگ آبی درآند. باکتریهای سفید رنگ را که فرم مربع مستطیل دارند در میدان دیدهای مختلف (حداقل ۲۵ قسمت) ملاحظه و می شمارند. انتخاب میدان دید بطور اتفاقی و با تغییر دادن لام انجام می شود. بدیهی است که هر چه تعداد میدانهای دید بیشتر باشد، رقم میانگین از درجه اطمینان بالاتری برخوردار خواهد بود.

$$K = 200000 \frac{\bar{k}}{A}$$

نتیجه گیری

در این رابطه:

K = تعداد باکتریها در هر سانتیمتر مکعب

 \bar{k} = میانگین تعداد باکتریهای شمرده شده

A = سطح میدان دید به میلیمتر مربع (مثلاً ۰/۰۲ میلیمتر مربع)

در حالتی که تعداد باکتریهای موجود در یک سانتیمتر مکعب حدود ده میلیون باشد می توان از شروع آلودگی (انفکسیون) صحبت کرد. این روش مخصوصاً برای تعیین باکتری

در وسط دستگاههای عصاره‌گیری) صرف‌نظر از تاثیر ناچیز خللهای ظریف موجود در نمونه) بسیار مناسب می‌باشد.

تعداد باکتری‌هایی که به روش کنکورد تعیین می‌شوند غالباً حدود صد تا هزار برابر بیشتر از تعدادی است که به روش صفحه‌ای کوخ Koch (روشنی است پر زحمت به فصل سوم کتاب مراجع شود) تعیین می‌گردد.

۶- شربت دیفوژیون

نمونه برداری از نقاط مختلف دستگاه عصاره‌گیری (دیفوژیون) انجام می‌شود. برای کنترل مرتب‌الودگی در دیفوژیون مناسب‌ترین محل نمونه برداری وسط آن می‌باشد.

پ هاش pH

پ هاش طبق به روش الکترومتری تعیین می‌شود.

پ هاش‌های کمتر از ۶/۲ مبین آلودگی در دستگاه می‌باشند. در صورت اظهار نظر دقیق‌تر در باره درجه آلودگی بایستی تعداد باکتریها را مثلاً به روش کنکورد تعیین نمود.

شمارش باکتریها

شمارش باکتریها به روش کنکورد اعمال می‌شود.

۷- تصفیه شربت

قبل از نمونه گیری شیر مخصوص نمونه برداری را مدتی باز می گذارند و بعد نمونه برمی دارند. مخصوصاً محلهائی که نمونه بطور دائم در آنها جریان دارد برای این منظور مناسب می باشند، مثل محلی که الکتروود پ هاش متر در آن قرار دارد. نمونه را بایستی در حمام آب تا ۲۰ درجه سانتیگراد سرد کرد. شربتهایی که دارای مواد جامد و معلق می باشند بایستی قبل از آزمایش آنها را خوب بهم زد.

شربت مخلوط (مخلوطی از شربت خام و شربت گل دار کانتور)

پ هاش pH

پ هاش pH را طبق روش الکترومتری معین می کنند.

مقدار آهک کل

مقدار آهک کل را به روش تیتراسیون تعیین می کنند.

۱۰/۰ سانتیمتر مکعب از شربت صاف نشده را با یک پیمانه اندازه گیری در یک ارلن مایر دهان گشاد می ریزند. سپس بوسیله پی پت مقدار معینی اسید کلریدریک $\frac{1}{2/8}$ نرمال به آن افزوده و ارلن مایر را تا زمانیکه خروج گاز پایان نیافته، تکان می دهند. بعد از اضافه کردن دو الی سه قطره معرف مخلوط تا تغییر رنگ از قرمز به آبی مایل به سبز، اسید اضافی را با هیدراکسید سدیم $\frac{1}{2/8}$ نرمال خنثی می کنند. در حالتی که مقدار هیدراکسید سدیم مصرفی کمتر از پنج سانتیمتر مکعب باشد بایستی آزمایش را دوباره تکرار کرده مقدار اسید کلریدریک را حدود پنج سانتیمتر مکعب اضافه نمود.

$$C'_{GK} = \frac{\Delta V}{10}$$

نتیجه گیری

در این رابطه:

$$C'_{GK} = \text{مقدار آهک کل بصورت } CaO \text{ به گرم درصد سانتیمتر مکعب}$$

$$V = \text{اختلاف بین مقدار اسید و مقدار سود مصرف شده به سانتیمتر مکعب}$$

مثال:

حجم نمونه	۱۰ سانتیمتر مکعب
اسید کلریدریک اضافه شده	۱۵ سانتیمتر مکعب
هیدراکسید سدیم مصرفی	۶/۵ سانتیمتر مکعب
اختلاف	ΔV
مقدار آهک کل	$\frac{8/5}{10} = 0/85 (C'_{GK})$
	$\frac{8/5}{10}$ سانتیمتر مکعب گرم
	صد سانتیمتر مکعب

شربت آهک خور اول (شربت بریگل مولر - پوشولاژ)

پ هاش

پ هاش به روش الکترومتری تعیین می‌گردد. (پ هاش متر بایستی با دو محلول بوفر با دمای بیست درجه تنظیم شده باشد. پ هاش بوفر اولی حدود ۷ و دیگری حدود ۱۰ باید باشد).

(برای تعیین پ هاش محلولهای اسیدی و یا بازی بهتر است که از الکترودهای جداگانه و یا دستگاههایی که دارای دو کانال جداگانه الکتروده می‌باشند و هر کدام با بوفرهای مخصوصی به خود تنظیم شده‌اند، استفاده شود).

قبل از تعیین پ هاش نمونه را تا بیست درجه سانتیگراد سرد کرده و الکترودها را که با آب شسته‌اند در نمونه مورد آزمایش قرار میدهند.

قرائت دستگاه وقتی انجام می‌شود که عقربه دستگاه تقریباً در نقطه‌ای ثابت بایستد. اندازه‌گیری پ هاش را آنقدر تکرار می‌کنند تا اختلاف بین ارقام حاصله قابل اغماض باشد، البته بایستی هر دفعه نمونه را عوض کرد. در حالتی که اندازه‌گیری در بیست درجه سانتیگراد انجام نشود، بایستی درجه حرارت محلول را با دکمه مخصوص جبران حرارت تعبیه شده روی دستگاه تنظیم کرد.

می‌توان از کاغذهای اندیکاتور با پ هاش‌های مختلف (۶/۶ تا ۸/۰ و ۸/۷ - ۷/۳ و ۸/۶ تا ۱۰/۰ و بالاخره ۱۱/۶ - ۱۰/۴) برای تعیین pH نیز استفاده کرد.

پ هاش مطلوب برای شربت آهک خور اول پ هاشی است که در آن پ هاش، خط مرزی بین شربت و رسوب، آشکارا دیده شود. این پ هاش تحت شرایط عادی حدود ۱۱ می‌باشد (در ۲۰ درجه سانتیگراد)

پ هاش اولین مرحله آهک خوری شربت بایستی به علل میکروبیولوژی طوری تنظیم شده باشد که حتی المقدور هر چه سریعتر از رقم ۹ بگذرد (خطر آلودگی مخصوصاً در دمای کمتر از ۵۰ درجه سانتیگراد).

قلیایی

دو قطره فنل فتالئین (محلول الف) را در ده سانتیمتر مکعب (با استفاده از پیمانۀ اندازه گیری) شربت صاف نشده ریخته و با محلول $\frac{1}{28}$ نرمال اسید کلریدریک تیتراسیون را تا بیرنگ شدن معرف فنل فتالئین ادامه می دهند. خاتمه تیتراسیون را نیز میتوان از طریق الکترومتری تعیین کرد ($\text{pH} = 8/2$).

$$C'_{AK} = \frac{V}{10}$$

نتیجه گیری:

$C'_{AK} =$ قلیایی بصورت CaO به گرم درصد سانتیمتر مکعب

$V =$ مقدار اسید مصرفی به سانتیمتر مکعب

مقدار آهک کل

مقدار آهک کل به روش تیتراسیون تعیین می گردد.

شربت آهک خور دوم (شولاژ - آهک خور اصلی)

قلیایی

قلیایی به روش تیتراسیون تعیین می شود:

با استفاده از پیمانۀ اندازه گیری ده سانتیمتر مکعب نمونه صاف نشده را برداشته و به آن دو الی سه قطره محلول فنل فتالئین (محلول الف) اضافه کرده و در حالیکه آنرا بهم می زنند با محلول اسید کلریدریک $\frac{1}{28}$ نرمال تیتراسیون را تا اولین دفعه بیرنگ شدن فنل فتالئین ادامه می دهند. خاتمه تیتراسیون را نیز میتوان از طریق الکترومتری تعیین کرد ($\text{pH} = 8/2$).

رنگ قرمزی که پس از خاتمه تیتراسیون ظاهر می شود بواسطه وجود اکسید کلسیم غیر فعالی است که در نمونه وجود دارد. مقدار آن در موقع تیتراسیون آهک کل تعیین می شود.

$$C'_{AK} = \frac{V}{10}$$

نتیجه گیری:

$$C'_{AK} = \text{قلیایی بصورت اکسید کلسیم به گرم درصد سانتیمتر مکعب}$$

$$V = \text{مقدار اسید مصرفی هب سانتیمتر مکعب}$$

مقدار آهک کل

مقدار آهک کل به روش تیتراسیون تعیین می‌گردد.

شربت اشباع یک (کربونات‌سیون اول، شربت گل داریک)

تعیین پ هاش

پ هاش به روش الکترومتری تعیین می‌گردد.

(کاغذ pH لازم مثل LypHan L 686)

پ هاش مطلوب اشباع یک تحت شرایط عادی حدود ۱۰/۸ تا ۱۱/۰ و قلیایی آن ۰/۰۷ تا ۰/۰۹ گرم اکسید کلسیم درصد سانتیمتر مکعب است. البته در همین پ هاش بعضی مواقع مخصوصاً در سالهای خشک و کم باران، قلیایی به ارقامی بین ۰/۱۰ تا ۰/۱۳ گرم اکسید کلسیم درصد سانتیمتر مکعب شربت می‌رسد. لذا قلیایی را در رابطه با کیفیت چغندر بایستی تعیین نمود.

قلیایی

روش کار در اینجا هم، همان روش قلیائی شربت آهک خور اول است، با این تفاوت که نمونه را بایستی قبلاً صاف نمود.

مقدار آهک کل

مقدار آهک کل به روش تیتراسیون تعیین می‌گردد.

ضریب صاف شدن

ضریب صاف شدن را بایستی حتی المقدور در دمای معادل دمای اشباع یک تعیین کرد. بدین جهت توصیه می‌شود که اندازه‌گیری در فابریک و یا بلافاصله در آزمایشگاه انجام

گیرد. وسائل لازم:

- دستگاه تعیین ضریب صاف شدن بریگل مولر (به تصویر مراجعه شود)

- کاغذ صافی با قطر ۲۰ میلیمتر (Schleir & Schull Nr.604)

- ظرف شیشه‌ای با قطر ۱۱۵ میلیمتر (ظرف کریستال)

- کرنومتر

تنظیم دستگاه:

اختلاف سطح بین ظرف بالای ثابت (ظرف E) و ظرف متحرک (ظرف F) در حین اندازه‌گیری بایستی ۴۰۰ میلیمتر باشد. در حالتیکه ظرف F از قلاب C آویزان است بجای کاغذ صافی یک صفحه لاستیکی در مدخل صافی B قرار می‌دهند. بعد از آنکه مدخل لوله صافی آب بندی شد، ظرف F را از قلاب H آویزان و قلاب را در نقطه‌ای که اختلاف سطح مطلوب را ایجاد کند محکم می‌کنند. سپس ظرف F را دوباره از قلاب G آویزان می‌نمایند. اندازه‌گیری:

نخست کاغذ صافی را روی واشر لاستیکی پیچ N گذاشته و سپس پیچ را با دقت روی مادگی M سوار می‌کنند. ظرفی که روی صفحه L قرار دارد از شربت کل دار داغ تا حدود ۴۰۰ سانتیمتر مکعب پر کرده و مدخل لوله صافی را در داخل آن (تقریباً تا وسط ظرف) قرار داده و بهم زن را روشن می‌کنند. سپس ظرف متحرک F را از قلاب G آویزان می‌کنند. با کرنومتر زمان صعود شربت را در فواصل مختلف بورت با ظرفیت ۵ سانتیمتر مکعب تعیین می‌کنند. از صفر تا یک سانتیمتر مکعب با (a) از ۰.۲ تا ۳ سانتیمتر مکعب با (b) و از ۴ تا ۵ سانتیمتر مکعب با (c) مشخص شده‌اند. بعد از این عمل بلافاصله بایستی ظرف F را دوباره از قلاب آویزان کرد. در غیر اینصورت محلول صاف شده (فیلترات) بداخل ظرف E خواهد رفت. در حالتی که صاف شده کدر باشد علتش ناقص بودن کاغذ صافی و یا آب بندی نبودن مدخل لوله صافی می‌باشد. بدیهی است که بعد از رفع اشکال اندازه‌گیری مجدداً باید انجام گیرد.

قاعدتاً اندازه‌گیری a و c کفایت می‌کند. مخصوصاً در نمونه‌هایی که زود صاف

می‌شوند، امکان اندازه‌گیری b میسر نخواهد بود.

$$Fk = (b - a) + (c - b) = c - a$$

نتیجه‌گیری:

در این رابطه

$$Fk = \text{ضریب صاف شدن}$$

(a و b و c در بالا شرح داده شده است)

در مورد شربتهائیکه به سختی صاف می‌شوند بایستی مدت اندازه‌گیری را کوتاه نمود و این عمل با حذف کردن فاصله c میسر خواهد شد.

$$Fk = 2(b - a)$$

در این حالت:

اختلاف بین رابطه‌های (b - a) و (c - b) بایستی برابر باشند. در حالتی که اختلاف

رابطه دومی به مراتب بزرگتر از رابطه اولی باشد میانگین ضریب صاف شدن در فابریک هم به مراتب بزرگتر از ضریبی است که با روش فوق (بریگل مولر) تعیین می‌شود.

سرعت ته نشین شدن

یک سیلندر یک لیتری را به تقسیمات سانتیمتر مکعب و سانتیمتر نشانه گذاری کرده (نشانه صفر سانتیمتر بایستی مقابل خط نشانه هزار سانتیمتر مکعب باشد) و آن را از شربت گل دار یک تا خط نشانه هزار سانتیمتر مکعب پر می‌کنند. بعد از آنکه شربت گل دار را مثلاً با یک سیم که سرش یک چوب پنبه نصب شده است بهم زدند، با یک کرنومتر زمان ته نشین شدن گل را در شربت تعیین می‌نمایند. زمان شروع وقتی است که مرز بین گل و شربت زلال کاملاً مشخص گردد. در مورد گلهائی که به کندی ته نشین می‌شوند زمان ته نشین شدن را بعد از یک، دو، سه دقیقه معین می‌کنند. اگر گل به سرعت رسوب کند زمان ته نشین شدن را یک، یک و نیم و دو دقیقه انتخاب می‌نمایند. در صورت لزوم می‌توان مدت کوتاهتری نیز برگزید.

نتیجه گیری:

مسافتی را که رسوب در مدت‌های مختلف طی کرده است به مدت مربوط تقسیم

می‌کنند. نتیجه سومین اندازه‌گیری مبین سرعت ته نشین شدن به سانتیمتر در دقیقه است.

دو رقم اولی جهت کنترل روند آزمایش می‌باشد.

مثال:

مسافت طی شده روی سیلندر بعد از یک دقیقه: $۴/۲ = ۴/۲$ سانتیمتر $۴/۲:۱ = ۴/۲$

مسافت طی شده روی سیلندر بعد از دو دقیقه: $۸/۴ = ۴/۲$ سانتیمتر $۸/۴:۲ = ۴/۲$

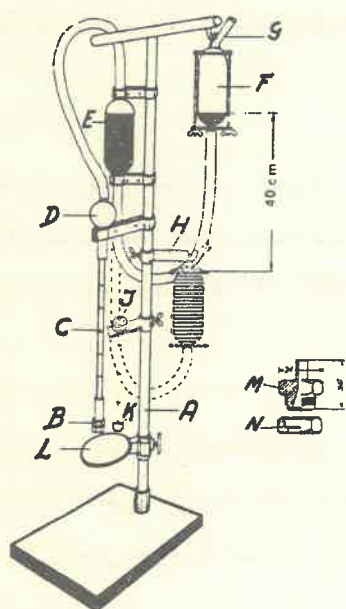
مسافت طی شده روی سیلندر بعد از سه دقیقه: $۱۲/۳ = ۴/۱$ سانتیمتر $۱۲/۳:۳ = ۴/۱$

سرعت ته نشین شده

$۴/۱$ سانتیمتر
دقیقه

یاد آوری: ته نشین شدن گل بدو مرحله تقسیم می شود. مرحله اول زمانی است که ذرات گل به سرعت به طرف پائین حرکت می کنند. و بعد از آن مرحله انبساط آنها است که با تانی صورت می گیرد. بدین جهت برای اینکه جلو هر نوع اشتباهی گرفته شود لازم است که اندازه گیری زمان فقط در مرحله اول انجام گیرد. شروع مرحله دوم آشکارا در طولانی شدن مدت اندازه گیری مشهود است. در این حالت بایستی مدت اندازه گیری کوتاه تری را انتخاب کرد. انبساط با جمع شدن ذرات گل را عیناً می توان دید.

طرح دستگاه میکروفیلتر ساخت بریگل مولر



- A - پایه
- B - سر صافی
- C - بورت
- D - گیرنده
- E - تراز جیوه ثابت
- F - تراز جیوه متحرک
- G - گیره فوقانی
- H - گیره تحتانی
- J - موتور محرکه
- K - بهمن
- L - صفحه قرارگاه
- M - پیچ تو خالی
- N - مهره یا واشر

حجم گل

بعد از اندازه گیری سرعت ته نشین شدن (به بالا مراجعه شود) از همان نمونه و سیلندر برای اندازه گیری حجم گل استفاده می کنند. بدین صورت که پس از گذشت ۲۵ دقیقه از شروع ته نشین شدن حجم گل را در روی سیلندر، بر حسب سانتیمتر مکعب خوانده و بصورت حجم نسبی گل نسبت به حجم کل شربت محاسبه می کنند.

برای تعیین حجم گل به نسبت حجم گل شربت حجم گل را بعد از ۲۵ دقیقه که از شروع ته نشین شدن گذشت یادداشت و بصورت درصد حجمی محاسبه می کنند. (۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب = ۱۰۰٪)

مثال:

قرائت حجم گل بعد از ۲۵ دقیقه:

$$V_{rel} = \frac{150 \times 100}{1000} = 15\%$$

حجم نسبی گل V_{rel} برابر است با ۱۵٪

قلیایی مؤثر

به نظر بریگل مولر قلیایی مؤثر اختلافی است که بین قلیایی شربت کربوناتاسیون یک (اشباع یک) تا پ هاش ۹/۲۵ و سختی کل شربت مذکور وجود دارد.

قلیایی

قلیایی به روش تیتراسیون تعیین می‌شود. در اینجا بایستی نمونه را قبل از آزمایش صاف کرد. خنک‌سازها تیتراسیون را می‌توان با پ هاش متر نیز تعیین کرد (تا $pH = 9/25$).

سختی کل

سختی کل را به روش کمپلکسومتری تعیین می‌کنند. در حالتی که شناخت تغییر رنگ میسر نباشد و یا سختی خیلی زیاد باشد بایستی نمونه را رقیق کرد. فاکتور رقیق کردن را در نتیجه آزمایش بایستی در نظر گرفت.

کدورت یا کدوری

کدورت را در محلولهای صاف شده و یا فیلتراتها با اندازه‌گیری کاهش شدت نور در طول موجی بالاتر از ۶۰۰ نانومتر تعیین می‌کنند. طرز عمل بدین ترتیب است که بعد از اینکه کاهش شدت نور نمونه مورد آزمایش را تعیین کردند بقیه نمونه را از فیلتر ممبران با منافذ ۰/۴۵ میکرومتر رد کرده و کاهش شدت نور را مجدداً در صاف شده حاصل تعیین می‌کنند.

نتیجه‌گیری $1000 (E_{unfiltr.} - E_{filtr.}) = \text{کدورت}$

که در این رابطه:

$$E_{unfiltr.} = \text{شدت کاهش نور نمونه صاف نشده}$$

$$E_{filtr.} = \text{شدت کاهش نور نمونه صاف شده}$$

با این طریق می‌توان کدوریهائی را تعیین کرد که چشم قادر به تشخیص آنها نیست. اعداد مطلق در این رابطه نمی‌توان ارائه داد زیرا نتیجه آزمایش به نوع دستگاه فتومتر و طول موج اندازه‌گیری بستگی دارد. در رابطه با نوع دستگاه مورد استفاده توصیه می‌شود که بر

اساس نتایج بدست آمده در کارخانه حدوداً عدد مطلوب را تعیین نمایند.

شربت گل دار غلیظ (گل دکانتور)

مقدار آهک کل

مقدار آهک کل را به روش تیتراسیون تعیین می‌کنند. پیمانه اندازه‌گیری را بایستی با آب شستشو داد و بجای $\frac{1}{2/8}$ نرمال اسید کلریدریک برای حل کردن آهک می‌توان از اسید کلریدریک $1/28$ نرمال استفاده نمود.

نسبت تغلیظ (در دکانتور)

منظور از نسبت تغلیظ نسبت مقدار مواد جامد در شربت گل دار غلیظ (گل دکانتور) به مقدار مواد جامد در شربت کربوناتاتسیون و یا اشباع یک می‌باشد. مقدار مواد جامد از طریق توزین، سانتی‌فوژ کردن و سریعتر بوسیله تیتراسیون آهک کل تعیین می‌شود. در کنترل جاری خط تولید، تعیین مقدار آهک کل برای محاسبه مواد جامد کفایت می‌کند ولی برای تعیین ارقام دقیقتر بایستی درجه قلیائیت شربت صاف شده کربوناتاتسیون یک را از دو رقم بدست آمده مربوط به مقدار آهک کل کسر نمود*.

گل اشباع یک (گلی کربوناتاتسیون یا گل صافی)

از هر فیلتر بایستی نمونه برداری و نمونه‌های گرفته شده را برای تهیه یک نمونه میانگین با یکدیگر مخلوط کرد. علاوه بر این لازمست که گل رقیق شده را نیز مورد آزمایش قرار داد. دستورالعملهای زیر را می‌توان برای آزمایش کربوناتاتسیون (بصورت خشک) نیز اعمال نمود.

درصد قند (پولاریزاسیون)

تعیین درصد قند به روش افزایشی با استفاده از مخلوط کن انجام می‌شود.

* - مقدار آهک در شربت گل دار غلیظ و در شربت کربوناتاتسیون یک - مترجم

۵۳/۰ گرم گل سرد شده را روی کاغذ توزین وزن کرده و با کاغذ در دستگاه مخلوط کن می‌اندازند. ۱۷۷ سانتیمتر مکعب محلول نیترات آمونیم به آن افزوده و به مدت دو دقیقه (زمان سنج همراه با رله الکتریکی) دستگاه را روشن می‌کنند. بعد از دیژسیون (هضم) مخلوط را صاف کرده و در لوله دویست درصد قند را مستقیماً تعیین می‌کنند. (۲۶ گرم در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب) ارقام فوق بر اساس ۵۰ درصد ماده خشک محاسبه شده‌اند. در صورتیکه بخواهند گلهایی را که درصد ماده خشک آنها متغیر است آزمایش کنند و نتیجه را بر اساس ۵۰ درصد محاسبه نمایند بایستی درصد قند تعیین شده را به روش فوق در فاکتور مربوطه طبق جدول (۱) زیر ضرب کنند.

جدول ۱ - تصحیح برای پولاریزاسیون گل

فاکتور	درصد ماده خشک
۱/۷۵	۳۰
۱/۴۸	۳۵
۱/۲۸	۴۰
۱/۱۲	۴۵
۱/۰۰	۵۰
۰/۹۰	۵۵
۰/۸۱	۶۰
۰/۷۴	۶۵
۰/۶۸	۷۰
۰/۶۲	۷۵

مقدار ماده خشک

تعیین ماده خشک به روش کراویمتریک انجام می‌شود:

۱۰/۰۰ گرم گل را در یک ظرف توزین وزن کرده و بلافاصله بطور یکنواخت آنرا در کف ظرف پخش می‌کنند. درجه حرارت خشک کردن ۱۰۵ درجه سانتیگراد می‌باشد. برای

خشک کردن تا وزن ثابت مدتهای زیر لازم است:

۲ الی ۳ ساعت	اتو پنکه دار
حداکثر ۴ ساعت	اتو خلاء دار
۴ الی ۶ ساعت	اتو معمولی

بعد از خشک شدن و قبل از توزین نمونه را به مدت سی دقیقه در اکسی کاتور قرار می دهند. در صورت استفاده از رطوبت سنج سریع مجهز به ترازو بایستی ضوابط اختصاصی دستگاه را مورد توجه قرار داد.

$$W_{Ts} = 10 (m_1 - m_0)$$

نتیجه گیری:

در این رابطه:

$$W_{Ts} = \text{درصد ماده خشک}$$

$$m_1 = \text{وزن ظرف و نمونه بعد از خشک شدن به گرم}$$

$$m_2 = \text{وزن ظرف به گرم}$$

شربت اشباع دو (کربوناتاسیون دو)

پ هاش

پ هاش را به روش الکترومتری تعیین می کنند (کاغذ پ هاش مناسب

(lypHab L 676/8)

قلیایی

تعیین قلیایی به روش تیتراسیون انجام می شود. (یادآوری: نمونه بایستی قبلاً صاف

شود)

مقدار آهک کل

مقدار آهک کل را به روش تیتراسیون معین می کنند.

قلیایی مطلوب

روش سطلی: در یک ظرف (سطل) که از شربت داغ و صاف شده کربوناتاتسیون یک پر شده است، بعد از اضافه کردن چند قطره فنل فتالین گاز CO_2 هدایت کرده و تا پ هاش $8/2$ تا $8/3$ این عمل را ادامه می دهند. در خلال هدایت گاز از شربت حدود هشت تا دوازده نمونه برداشته و پس از صاف کردن و سرد کردن تا بیست درجه سانتیگراد آزمایشات زیر را با هر نمونه انجام می دهند.

تعیین قلیایی

تعیین سختی کل

تعیین پ هاش

ارقام بدست آمده (قلیایی و سختی) را روی محور مختصات XY معین کرده و منحنی مربوط را رسم و نقطه مینیمم منحنی را نیز مشخص می نمایند (قلیایی روی محور Y و سختی روی محور X). قلیایی نقطه مینیمم بعنوان قلیایی مطلوب انتخاب شده و این قلیایی را در کربوناتاتسیون دو نگاه می دارند (کنترل قلیایی معمولاً بوسیله رقم پ هاش مربوطه انجام می شود). این روش دقیقترین نتیجه را می دهد.

روش ساده تر فوق کربوناتاتسیون (فوق اشباع)

سریعتر و آسانتر می توان قلیایی مطلوب را به روش زیر تعیین کرد:

در یک بالون سر سمباده ای یک لیتری حدود سیصد سانتیمتر مکعب شربت صاف شده و داغ اشباع یک را ریخته و بعد از افزودن چند قطره فنل فتالین (محلول الف) تا از بین رفتن رنگ قرمز گاز CO_2 به داخل شربت می فرستند ($\text{pH} = 8/2 - 8/3$) سپس شربت را با استفاده از کندانسور برگشتی حدود ۵ دقیقه در حالت جوش نگه می دارند تا بدین وسیله بی کربنات های تولید شده از بین بروند. پس از صاف کردن شربت قلیایی آنرا تعیین و به عنوان قلیایی مطلوب آنرا در اشباع دو نگاه می دارند.

این آزمایشات را بایستی بارها تکرار نمود تا بتوان حتی المقدور قلیایی مطلوب را با تغییرات مواد اولیه (چغندر قند) هماهنگ کرد.

شیر آهک

قبل از آزمایش بایستی شیر آهک را خوب مخلوط کرد.

وزن مخصوص

وزن مخصوص شیر آهک را با آریومتر تعیین می‌کنند:

نمونه مورد آزمایش را در یک ظرف استوانه‌ای مناسب می‌ریزند. از روی آریومتر وزن مخصوص و یا رقم بومه و یا درجه بریکس را معین می‌کنند. در حالتی که بخواهند مقدار اکسید کلسیم و یا هیدراکسید کلسیم را با کمک جدول زیر محاسبه کنند بایستی نمونه را تا بیست درجه سانتیگراد سرد نمایند.

در صورتیکه شیر آهک خیلی غلیظ باشد، قرائت ارقام روی آریومتر مشکل و خالی از اشتباه نخواهد بود، لذا توصیه می‌شود که برای کنترل شیر آهک از روش تیتراسیون استفاده شود.

شیر آهک

قرائت آریومتر در ۲۰ درجه سانتیگراد و مقدار آهک موجود در شیر آهک

رقم قرائت شده روی آریومتر			مقدار			
$^{\circ}\text{Bé}$ (,alt“)	$^{\circ}\text{Bg}$ ($^{\circ}\text{Bx}$)	T_{20}^{20}	CaO g/dm^3	%	Ca (OH)_2 g/dm^3	%
1,5	2,7	1,0085	10	0,99	13,2	1,31
2,7	4,8	1,017	20	1,96	26,4	2,59
3,7	6,7	1,0245	30	2,93	39,6	3,87
4,7	8,4	1,0315	40	3,88	52,8	5,13
5,7	10,3	1,039	50	4,81	66,1	6,36
6,7	12,0	1,046	60	5,74	79,3	7,58
7,6	13,7	1,0535	70	6,65	92,5	8,79
8,5	15,3	1,0605	80	7,54	105,7	9,96
9,5	17,1	1,0675	90	8,43	118,9	11,14
10,35	18,7	1,075	100	9,30	132,1	12,29
11,2	20,3	1,0825	110	10,16	145,3	13,43
12,1	21,9	1,0895	120	11,01	158,6	14,55
13,0	23,6	1,0965	130	11,86	171,8	15,67
13,9	25,1	1,104	140	12,68	185,0	16,76
14,7	26,7	1,111	150	13,50	198,2	17,84
15,55	28,2	1,1185	160	14,30	211,4	18,90
16,4	29,7	1,1255	170	15,10	224,6	19,95
17,2	31,3	1,1325	180	15,89	237,9	21,00
18,0	32,7	1,140	190	16,67	251,1	22,03
18,8	34,2	1,1475	200	17,43	264,3	23,03
19,6	35,7	1,1545	210	18,19	277,5	24,04
20,35	37,1	1,1615	220	18,94	290,7	25,03
21,1	38,5	1,1685	230	19,68	303,9	26,01
21,85	39,9	1,176	240	20,41	317,1	26,96
22,65	41,4	1,1835	250	21,12	330,4	27,91
23,3	42,8	1,1905	260	21,84	343,6	28,86
24,1	44,1	1,1975	270	22,55	356,8	29,80
24,8	45,5	1,205	280	23,24	370,0	30,71
25,5	46,8	1,2125	290	23,92	383,2	31,61
26,2	48,1	1,2195	300	24,60	396,4	32,51

قلیایی

قلیایی را به روش تیتراسیون تعیین می‌کنند. پیمانانه اندازه‌گیری نمونه را بایستی با آب پر کرده و به محلول مورد آزمایش اضافه کرد. برای تیتراسیون از اسید کلریدریک $\frac{1}{2/8}$ نرمال استفاده می‌شود.

$$C'_{AK} = V$$

نتیجه‌گیری:

مقدار آهک کل

مقدار آهک کل را به روش تیتراسیون تعیین می‌کنند.

پیمانانه اندازه‌گیری نمونه را بایستی با آب پر کرد و به محلول مورد آزمایش اضافه نمود.

بجای اسید کلریدریک $\frac{1}{2/8}$ نرمال می‌توان برای حل کردن آهک از اسید کلریدریک $\frac{1}{2/8}$ نرمال استفاده کرد. در محاسبه بایستی توجه داشت که یک سانتیمتر مکعب اسید کلریدریک $\frac{1}{2/8}$ نرمال معادل ده سانتیمتر مکعب اسید کلریدریک $\frac{1}{2/8}$ نرمال می‌باشد. در حالتی که کوره آهک خوب کار کند و تهیه شیر آهک نیز به بهترین وجهی انجام شود اختلاف بین قلیایی و مقدار آهک کل، بسیار کوچک خواهد بود.

مقدار کلسیم و منیزیم

مقدار کلسیم و منیزیم را به روش کمپلکسیومتر یک تعیین می‌کنند ده سانتیمتر مکعب شیر آهک (با پیمانانه اندازه‌گیری) را همراه با آب شستشوی پیمانانه به یک بالون با حجم دوپست سانتیمتر مکعب منتقل می‌کنند. سپس آنقدر اسید کلریدریک به آن می‌افزایند تا آهک به کلی حل شود. بعد از رسانیدن گرمای مخلوط به بیست درجه سانتی‌گراد بالون را به حجم می‌رسانند (محول الف). از این مخلوط با پی‌پت ده سانتیمتر مکعب برداشته و در یک بالون آنرا تا حجم صد سانتیمتر مکعب رقیق می‌کنند (محول ب).

ده سانتیمتر مکعب از (محول ب) را با پی‌پت به یک بالون ارلن مایر با حجم ۳۰۰ سانتیمتر مکعب منتقل کرده، ده سانتیمتر مکعب محلول بفر و همچنین ۱ تا ۲ سانتیمتر مکعب محلول اری کروم بلوبلاک به آن افزوده با محلول EDTE ($\frac{1}{56}$ نرمال) آنرا تیتراسیون می‌کنند.

نتیجه

$$C_{Ca} \cdot Mg = V$$

در این رابطه:

$C_{Ca} \cdot Mg$ = مقدار کلسیم و منیزیم بصورت CaO به گرم درصد سانتیمتر

مکعب

V = مقدار محلول EDTE مصرفی

برای آزمایش سنگ آهک، تعیین مقدار گاز CO_2 ، گاز کوره به فصل سوم این کتاب

مراجعه شود.

۸- شربت رقیق

آزمایش شربت رقیق را می‌توان با یک نمونه و یا مخلوطی از چند نمونه انجام داد. قبل از اینکه نمونه گیری شیر نمونه برداری را مدتی باز گذاشته و سپس نمونه می‌گیرند. نمونه گرفته شده را تا بیست درجه سانتیگراد سرد می‌کنند.

درصد قند (پولاریزاسیون)

تعیین درصد قند طبق روش استاندارد انجام می‌شود:

روش استاندارد

۲۶/۰ گرم شربت رقیق را در ظرف توزین وزن کرده و با آب به یک بالون با حجم صد سانتیمتر مکعب منتقل می‌کنند. در صورت لزوم حدود یک سانتیمتر مکعب استات سرب قلیائی به آن افزوده و بعد از مخلوط کردن تا نزدیکی خط نشانه بالون را پر می‌نمایند. بعد از رساندن دمای بالون به بیست درجه سانتیگراد آن را به حجم رسانیده و عدد قرائت شده روی دستگاه مبین درصد قند نمونه است.

در صورت لزوم می‌توان بجای ۲۶/۰ گرم، ۵۲ گرم وزن کرد و در بالون دویست به

حجم رسانید.

روش صد و صد و ده

بالون صد و صد و ده را تا نزدیکی خط نشانه صد با شربت رقیق پر می‌کنند و بعد از

رسانیدن درجه حرارت بالون به بیست درجه سانتیگراد بالون را با شربت رقیق به حجم صد می‌رسانند. حدود دو سانتیمتر مکعب استات سرب قلیایی به آن افزوده و با آب تا خط نشانه صد و ده بالون را پر می‌نمایند. سپس محتوای بالون را خوب مخلوط کرده و صاف می‌کنند. برای تعیین درصد قند نمونه، عدد خوانده شده روی پولاریومتر را در ضریب $\frac{0.286}{p}$ (P وزن مخصوص از جدول ۴) ضرب می‌کنند و یا با در نظر گرفتن درصد ماده خشک، درصد قند نمونه را با کمک جدول شماره یک (بند ۲-۱) معین می‌نمایند.

شربتهای رقیق روشن را می‌توان مستقیماً در لوله پولاریومتر ریخت و برای تعیین درصد قند کافی است عدد خوانده شده روی پولاریومتر را در فاکتور $f = \frac{0.26}{p}$ ضرب کرد.

مقدار ماده خشک

درصد ماده خشک را به روش رفاکتومتری تعیین می‌کنند:

بعد از تنظیم درجه حرارت رفاکتومتر روی بیست درجه سانتیگراد دو تا سه قطره شربت رقیق را با یک میله کائوچوئی روی منشور اندازه‌گیری می‌ریزند. در صورت استفاده از رفاکتور شکر نتیجه به دست آمده برابر درصد ماده خشک نمونه می‌باشد.

پ هاش

پ هاش شربت رقیق را طبق به روش الکترومتری تعیین می‌کنند. در صورت لزوم از کاغذ پ هاش نیز می‌توان استفاده کرد (مثل LypHan L 676.8).

قلیایی

قلیایی به روش تیتراسیون تعیین می‌شود. برای اندازه‌گیری نمونه از یک پی‌پت و یا پیمانه استاندارد شده استفاده می‌کنند.

مقدار خاکستر

خاکستر شربت رقیق را بروش ساده شده کنداکتومتری تعیین می‌کنند معمولاً غلظت محلول مورد آزمایش را ۵ گرم شربت درصد سانتیمتر مکعب انتخاب می‌کنند. شربت رقیق

توزین شده را با آب مقطر (با قابلیت هدایت الکتریکی کمتر از ۲ میکروزیمنس) به یک بالون کول راوش با حجم صد سانتیمتر مکعب منتقل و بعد از سرد کردن تا بیست درجه سانتیگراد بالون را به حجم می‌رسانند. پس از مخلوط کردن با محتوای بالون سل دستگاه را چند بار با آن شسته و سپس قابلیت هدایت الکتریکی آن را تعیین می‌کنند. در حالتی که اندازه‌گیری در بیست درجه سانتیگراد انجام نشود لازم است که رقم خوانده شده تصحیح گردد (به پائین مراجعه شود).

نتیجه‌گیری:

در صورت استفاده از دستگاه خاکستر سنج سریع طبق رابطه زیر مقدار خاکستر نمونه را تعیین می‌کنند.

$$W_A = f_A \times f_5^t \times (A_5 - A_w) \times \left(\frac{4.5}{m_E} + \frac{W_{Ts}}{1000} \right)$$

= درصد خاکستر شربت رقیق

f_A = فاکتور تصحیح (در صورتیکه دستگاه کاملاً تنظیم شده باشد این فاکتور حذف می‌شود)

f_5^t = فاکتور تصحیح حرارت (در 20 ± 0.2 درجه سانتیگراد حذف می‌شود).

A_5 = درصد خاکستر محلول اندازه‌گیری (رقم قرائت شده روی دستگاه)

A_w = درصد خاکستر آب مصرفی (رقم قرائت شده روی دستگاه)

m_E = وزن شربت رقیق به گرم

W_{Ts} = درصد ماده خشک شربت رقیق

در حالتیکه وزن نمونه ۵ گرم و دستگاه دقیق تنظیم شده باشد و درجه حرارت

اندازه گیری بیست درجه سانتیگراد باشد رابطه فوق بصورت زیر ساده می شود:

$$W_A = (A_S - A_w) \times \left(0.9 + \frac{W_{Ts}}{1000} \right)$$

سختی کل (مجموع کلسیم و منیزیم)

سختی کل را به روش کمپلکسیومتر یک تعیین می کنند:

محلولا:

محلول ADTE یا $\frac{1}{56}$ نرمال (اتیلن دی آمین تتراستات منیزیم) EDTE

معرف محلول اری کروم بلوبلاک

محلولهای بوفر (تامپونها)

۵۴ گرم کلرور آمونیم ($Cl NH_4$) و ۳۵۰ سانتیمتر مکعب محلول غلیظ آمونیاک، ۲

گرم کمپلکس اتیلن دی آمین تتراستات منیزیم (ملح منیزیمی) و ۵ گرم سولفید سدیم

SNa_2 بدون آب را در مقداری آب ریخته و در یک بالون یک لیتری به حجم می رسانند. دوام

این محلول یک تا دو ماه می باشد.

دستور کار:

در یک ارلن مایر با حجم سیصد سانتیمتر مکعب با پی پت ۵۰ سانتیمتر مکعب از

شریت رقیق وارد می کنند. ده سانتیمتر مکعب محلول بوفر و همچنین یک تا دو سانتیمتر

مکعب معرف (اندیکاتور) به آن افزوده و با محلول $\frac{1}{56}$ نرمال ADTE تا تغییر رنگ از قرمز

به آبی تیتراسیون را ادامه می دهند. برای اینکه نقطه تغییر رنگ را بخوبی تشخیص دهند از

نمونه دیگری که قدری بیشتر تیترا شده باشد، استفاده می کنند. وضع روشنایی و نور کافی مثلاً

با استفاده از یک جعبه چراغ دار که یک سطح آن با شیشه مات پوشیده باشد در تشخیص

تغییر رنگ کمک زیادی می کنند.

- یک سانتیمتر مکعب محلول $\frac{1}{56}$ نرمال ADTE معادل ۰/۵ میلیگرم اکسید کلسیم

می باشد.

در حالتی که تغییر رنگ از قرمز به آبی مشخص نباشد تیتراسیون را بایستی با محلول

بوفر تازه تکرار کرد (اثر سولفید سدیم در محلولهای کهنه از بین می رود). اگر وجود آلومینیم

مانع تشخیص تغییر رنگ گردد می توان با اضافه کردن حدود ۵ سانتیمتر مکعب تری اتانول آمین Triathanolamin (قبل از اضافه کردن معرف) اثر آنرا خنثی نمود. نمونه های سیاه و تاریک را قبلاً بایستی مثلاً با ۵۰ سانتیمتر مکعب آب رقیق نمود. اگر سختی کل زیاد باشد بهتر است که مقدار نمونه را کمتر انتخاب کرد، در این حالت بایستی ضریب رقیق کردن را در نظر داشت و در نتیجه آزمایش ملحوظ نمود.

$$C'_{Ca.Mg} = \frac{V}{1000}$$

نتیجه گیری:
در این رابطه:

$$C'_{Ca.Mg} = \text{سختی کل بصورت } CaO \text{ بر حسب گرم درصد سانتیمتر مکعب}$$

$$C'_{Gh} = \text{سختی کل بصورت } CaO \text{ بر حسب سختی آلمانی (یک درجه سختی آلمانی = ۱ میلیگرم } CaO \text{ درصد سانتیمتر مکعب)}$$

$$V = \text{حجم محلول استاندارد مصرف شده}$$

برای تعیین سختی کل درصد قسمت ماده خشک عدد سختی کل را در فاکتور $100/W_{TS}$ ضرب می کنند. حاصل ضرب ρW_{TS} را که C'_{TS} می باشد از جدول ۴ می توان استخراج نمود.

رنگ

رنگ شربت رقیق را به روش فتومتری با استفاده از طول موج ۵۶۰ نانومتر تعیین می کنند. برای اینکار شربت را باید صاف کرد. در دستگاه فتومتر طول موج ۵۶۰ نانومتر و یا فیلتر مناسب را تنظیم کرده و بعد از پر کردن کووت با نمونه صاف شده کاهش شدت نور یا Extinktion را در مقایسه با آب (بدون کلورت) می سنجند. عدد کاهش شدت نور حتی المقدور نبایستی بیشتر از ۰/۷ باشد. در حالتی که عدد بالاتری بدست آید لازمست از کووت هایی که ضخامت کمتری دارند، استفاده شود. اگر باز هم با تعویض کووت عدد کاهش شدت نور بالاتر از ۰/۷ شد بایستی نمونه را با آب زلال رقیق نمود.

$$F_{IE(560)} = 1000. \frac{100. E_{560}}{1. W_{Ts}. \rho}$$

نتیجه گیری:
در این رابطه:

$$F_{IE(560)} = \text{رنگ شربت رقیق بر حسب واحد ایکومزا}$$

E_{560} = کاهش شدت نور یا اکستینکسیون محلول اندازه‌گیری در ۶۰ نانومتر

$1 =$ ضخامت کووت بر حسب سانتیمتر

$W_{Ts} =$ درصد ماده خشک محلول اندازه‌گیری

$\rho =$ وزن مخصوص محلول اندازه‌گیری بر حسب گرم بر سانتیمتر مکعب

در بعضی ممالک اندازه‌گیری کاهش شدت نور در طول موج ۴۲۰ نانومتر انجام

می‌شود.

مقدار قند انورت

قند انورت به روش انسیتو برلین تعیین می‌گردد.

از شربت رقیق برای روش گرم و سرد هر کدام ده گرم وزن می‌کنند. در حالتی که بیشتر از ۳۰ سانتیمتر مکعب محلول ید مصرف شود بایستی ۵ گرم شربت رقیق و یا کمتر توزین نمود. در شرتهای مقاوم حرارتی (بعد از آهک زنی اصلی) غلظت قند انورت درصد قسمت ماده خشک نبایستی بیشتر از ۰/۰۸ باشد.

مقدار اکسید گوگرد

اکسید گوگرد را به روش یدومتری تعیین می‌کنند:

نمونه برداری قبل و بعد از سولفیتاتسیون انجام می‌شود. از هر نمونه ۵۰ سانتیمتر مکعب (با پی پت) برداشته و در دو بالن الن مایر می‌ریزند. پس از افزودن ۲ الی ۳ قطره محلول نشاسته محتوی بالونها را با ۰/۱ نرمال محلول ید تیترو می‌کنند. از اختلاف دو نتیجه بدست آمده مقدار اکسید گوگرد در شربت را محاسبه می‌نمایند. یک سانتیمتر مکعب محلول ید یکدهم نرمال معادل ۳/۲ میلیگرم اکسید گوگرد می‌باشد.

$$C'_{So_2} = 0.00641 \times \Delta V$$

نتیجه گیری:

$$C'_{So_2} = \text{مقدار اکسید گوگرد به گرم درصد سانتیمتر مکعب}$$

$$\Delta V = \text{اختلاف بین ارقام بدست آمده از دو تیتراسیون}$$

برای تعیین مقدار آهن به فصل سوم مراجعه کنید.

۹- شربت غلیظ

آزمایش شربت غلیظ را می‌توان با یک نمونه و یا مخلوطی را چند نمونه انجام داد. قبل از نمونه‌گیری شیر نمونه برداری را مدتی باز می‌گذارند و سپس نمونه بر می‌دارند. مخصوصاً نمونه‌گیری از جاهائیکه شربت همواره در آنجا در جریان است از قبیل صافی‌ها و یا ظروفی که شربت از داخل آنها می‌گذرد و مخصوص تعیین درصد ماده خشک می‌باشند، از همه مناسبتر هستند. نمونه شربت غلیظ را در حمام آب تا بیست درجه سانتیگراد سرد کرد و قبل از آزمایش آنرا خوب مخلوط می‌کنند.

توصیه می‌شود که شربتهائی را که ماده خشک آنها بیشتر از ۶۵٪ است به نسبت یک به یک وزنی با آب رقیق نمایند.

درصد قند (پولاریزاسیون)

تعیین درصد قند طبق روش استاندارد انجام می‌شود:

۲۶/۰۰ گرم شربت غلیظ را در ظرف توزین وزن کرده و با آب به یک بالون با حجم صد سانتیمتر مکعب منتقل می‌کنند. در صورت لزوم تقریباً یک سانتیمتر مکعب استات سرب قلیایی به آن می‌افزایند و بعد از مخلوط کردن تا نزدیکی خط نشانه بالون را به حجم رسانیده و پس از مخلوط کردن محتوی آن را صاف می‌کنند. در صورت استفاده از لوله دویمت میلیمتری عدد قرائت شده روی دستگاه مبین درصد قند نمونه می‌باشد.

اگر نمونه به نسبت یک به یک با آب، رقیق شده باشد یا بایستی ۵۲ گرم وزن کرد و یا عدد قرائت شده روی دستگاه را دو برابر نمود (چنانکه مقدار محلول صاف شده کافی نباشد ۵۲ گرم نمونه وزن کرده و در بالونی با حجم ۲۰۰ سانتیمتر مکعب به حجم می‌رسانند.

مقدار ماده خشک

درصد ماده خشک را به روش رفاکتومتری تعیین می‌کنند:

بعد از تنظیم درجه حرارت رفاکتومتر روی بیست درجه سانتیگراد دو الی سه قطره شربت غلیظ را با یک میله کائوچوئی روی منشور اندازه‌گیری می‌ریزند. در صورت استفاده از رفاکتومتر شکر عدد بدست آمده برابر درصد ماده خشک می‌باشد. در حالتی که نمونه رقیق

شده باشد (نسبت یک به یک) عدد خوانده شده را بایستی دو برابر کرد.

پ هاش

پ هاش شربت را به روش الکترومتری تعیین می‌کنند:

الکترودها بایستی با دو محلول بوفر تنظیم شده باشند. دمای سنجش بیست درجه سانتیگراد و پ هاش محلولهای بوفر یکی حدود هفت و دیگری حدود ده باید باشد. برای اندازه گیری پ هاش الکترودها را با آب شسته و در نمونه‌ای که دمایش ۲۰ درجه سانتیگراد می‌باشد قرار می‌دهند. قرائت پ هاش وقتی است که عقربه دستگاه تقریباً عدد ثابتی را نشان دهد. اندازه‌گیری را آنقدر بایستی با نمونه‌های تازه تکرار کرد تا اختلاف بین نتایج حاصله قابل اغماض باشد. در حالتی که دمای محلول بیست درجه سانتیگراد نباشد بدیهی است که درجه حرارت محلول اندازه‌گیری را باید با دکه مخصوص روی دستگاه پ هاش متر تنظیم نمود.

پ هاش شربت رقیق شده را نیز میتوان با کاغذ پ هاش مثل کاغذ لیفان با دامنه پ هاش ۷/۳ تا ۸/۷ و یا ۸/۶ تا ۱۰/۰ تعیین نمود.

- پ هاش شربت غلیظ در بیست درجه سانتیگراد بایستی حدود ۹ باشد. در این حالت است که در اوپراسیون قند انورت تولید نخواهد شد (در صورتیکه غلظت قند انورت کمتر ۰/۱ درصد ماده خشک باشد خطر خوردگی در اوپراسیون کاهش خواهد یافت).

قلیایی

قلیایی را به روش تیتراسیون تعیین می‌کنند:

ده سانتیمتر مکعب شربت غلیظ را با اسید کلریدریک $\frac{1}{48}$ نرمال بعد از افزودن دو الی سه قطره فنل فتالین (محلول الف) تا بی رنگ شدن معرف (اندیکاتور) تیتراسیون می‌کنند. خاتمه تیتراسیون را نیز می‌توان به روش الکترومتری تعیین کرد (pH = ۸/۲).

لازم به تذکر است که پیمانانه اندازه‌گیری شربت را بایستی با آب شست و آب شستشو را به نمونه اضافه کرد.

$$C'_{AK} = \frac{V}{100}$$

نتیجه گیری

در این رابطه:

$$C'_{AK} = \text{قلیایی بصورت اکسید کلسیم برحسب گرم درصد سانتیمتر مکعب}$$

$$V = \text{حجم محلول استاندارد مصرفی بر حسب سانتیمتر مکعب}$$

در حالتی که از نمونه رقیق شده (۱:۱) استفاده شود نتیجه را بایستی دو برابر کرد.

مقدار خاکستر

خاکستر شربت غلیظ را به روش ساده شده کندانکتومتری تعیین می‌کنند:

معمولاً غلظت محلول مورد آزمایش را ۲/۵۰ گرم شربت درصد سانتیمتر مکعب انتخاب می‌کنند. شربت غلیظ توزین شده را با آب مقطر (با قابلیت هدایت الکتریکی کمتر از ۲ میکروزیمنس) به یک بالون کول راوش با حجم صد سانتیمتر مکعب منتقل و بعد از سرد کردن تا بیست درجه سانتیگراد بالون را به حجم می‌رسانند. پس از مخلوط کردن محتوای بالون سل اندازه‌گیری دستگاه را چند مرتبه با آن شسته و قابلیت هدایت الکتریکی را تعیین می‌کنند اندازه‌گیری را آنقدر باید تکرار کرد تا عدد ثابتی بدست آید. در حالتی که اندازه‌گیری در بیست درجه سانتیگراد انجام نشود بایستی عدد خوانده شده روی دستگاه تصحیح گردد. اگر قابلیت هدایت الکتریکی محلول مورد آزمایش بیشتر از ۵۰۰ میکروزیمنس و یا به عبارت دیگر بیشتر از ۰/۹ درصد خاکستر شد مقدار نمونه توزین شده را بایستی کمتر انتخاب کرد (مثلاً ۱/۲۵ گرم درصد سانتیمتر مکعب).

نتیجه‌گیری:

در صورت استفاده از دستگاه خاکستر سنج سریع طبق رابطه زیر می‌توان مقدار خاکستر نمونه را تعیین کرد.

$$W_A = f_A \times f_5^t \times (A_5 - A_w) \times \left(\frac{4.5}{m_E} + \frac{W_{Ts}}{1000} \right)$$

۰/۶

در این رابطه:

$$W_A = \text{درصد خاکستر}$$

$$f_A = \text{فاکتور تصحیح (در حالتی که دستگاه کاملاً تنظیم شده باشد این فاکتور}$$

حذف می‌شود).

$$f_5^t = \text{فاکتور تصحیح حرارت (در } 20 \pm 0.2 \text{ درجه سانتیگراد حذف}$$

می شود).

A_S = درصد خاکستر محلول اندازه گیری (عدد قرائت شده روی دستگاه)

A_W = درصد خاکستر آب مصرفی (عدد قرائت شده روی دستگاه)

m_E = وزن نمونه به گرم

W_{T_8} = درصد ماده خشک نمونه

در حالتی که وزن نمونه ۲/۵ گرم و دستگاه درست تنظیم شده باشد و درجه حرارت

اندازه گیری بیست درجه سانتیگراد باشد رابطه فوق را بصورت زیر می توان ساده نمود:

$$W_A = (A_S - A_W) \times \left(1.8 + \frac{W_{T_8}}{1000}\right)$$

سختی کل (مجموع کلسیم و منیزیم)

سختی کل را به روش کمپلکسیومتری تعیین می کنند.

۲۵/۰ گرم شربت غلیظ را در ظرف توزین وزن کرده و با آب به یک ارلن مایر با حجم

سیصد سانتیمتر مکعب منتقل می کنند. ده سانتیمتر مکعب محلول بوفر و همچنین یک تا دو

سانتیمتر مکعب معرف (اندیکاتور) اری کروم بلوبلاک به آن افزوده و بلافاصله با محلول $\frac{1}{56}$

نرمال EDTE تا تغییر رنگ از قرمز به آبی تیتراسیون را ادامه می دهند. از نمونه دیگری که

قدری بیشتر تیترا شده باشد استفاده می کنند. وضع روشنایی و نور کافی مثلاً با استفاده از یک

جعبه چراغ دار که یک سطح آن با شیشه مات پوشیده باشد در تشخیص تغییر رنگ کمک

بزرگی می کند. یک سانتیمتر مکعب محلول EDTE $\frac{1}{56}$ نرمال مبین ۰/۵ گرم اکسید کلسیم

می باشد.

-در حالتی که تغییر رنگ از قرمز به آبی بخوبی مشخص نباشد، تیتراسیون را بایستی مجدداً

با محلول بوفر تازه انجام داد (اثر سولفید سدیم در محلولهای کهنه از بین می رود). اگر وجود

آلومینیم مانع تشخیص تغییر رنگ گردد می توان قبل از افزودن معرف با اضافه کردن حدود

پنج سانتیمتر مکعب تری اتانوال آمین اثر آلومینیم را خنثی کرد. نمونه های سیاه و تاریک را

قبلاً با ۵۰ سانتیمتر مکعب اب رقیق می کنند. چنانکه سختی کل نمونه زیاد باشد بهتر است که

وزن نمونه را کمتر گرفت ولی در نتیجه ضریب رقیق شدن را ملحوظ داشت.

$$W_{Ca.Mg} = \frac{V}{500}$$

$$C'_{Gh} = 2.V.\rho$$

نتیجه گیری

در این رابطه

$$W_{Ca.Mg} = \text{سختی کل بصورت Cao بر حسب گرم درصد سانتیمتر مکعب}$$

$$C'_{Gh} = \text{سختی کل به صورت Cao بر حسب سختی آلمانی (یک درجه سختی آلمانی = ۱ میلیگرم اکسید کلسیم درصد سانتیمتر مکعب)}$$

$$V = \text{حجم محلول استاندارد مصرف شده}$$

$$\rho = \text{وزن مخصوص}$$

برای تعیین سختی کل درصد قسمت ماده خشک کافی است که عدد سختی کل را در فاکتور $(\frac{100}{W_{Ts}})$ ضرب نمایند. درصد ماده خشک یعنی W_{Ts} را به روش رفراکتومتری طبق بند ۱-۷-۴-۲ تعیین می‌کنند.

رنگ

رنگ شریت غلیظ را به روش فتومتری با استفاده از طول موج ۵۶۰ نانومتر تعیین می‌کنند (بند ۱-۷-۳-۴).

شریت را بایستی قبلاً صاف نمود. در دستگاه فتومتر طول موج ۵۶۰ نانومتر را تنظیم و یا فیلتر مناسب آنرا انتخاب می‌کنند. کووت را از نمونه پر کرده و کاهش شدت نور یا درجه اکستینکسیون را در مقایسه با آب می‌سنجند (آب بایستی کاملاً زلال باشد). عدد تعیین شده حتی المقدور نبایستی بیشتر از ۰/۷ باشد. در حالتی که این عدد بیشتر از ۰/۷ بشود بایستی از کووتهایی که دارای ضخامت کمتری هستند استفاده کرد و اگر باز هم با تعویض کووت نتیجه مطلوب حاصل نشد نمونه را با آب زلال به نسبت معینی رقیق می‌کنند.

$$F_{IE(560)} = 1000 \times \frac{100 \cdot E_{560}}{1 \cdot W_{Ts} \cdot \rho} \quad \text{نتیجه گیری:}$$

در این رابطه:

$$F_{IE(560)} = \text{رنگ شریت بر حسب واحد ایکومزا } IE_{(560)}$$

$$E_{560} = \text{درصد ماده خشک محلول اندازه گیری}$$

$$\rho = \text{وزن مخصوص محلول اندازه گیری بر حسب گرم بر سانتیمتر مکعب}$$

$$\text{حاصل ضرب } \rho \cdot W_{Ts} \text{ که برابر } C'_{Ts} \text{ می باشد با کمک جدول ۴ و تعیین درصد ماده}$$

خشک محلول اندازه گیری به روش رفراکتومتری بدست می‌آید. در بعضی ممالک به جای طول موج ۵۶۰ نانومتر از طول موج ۴۲۰ نانومتر استفاده می‌کنند.

مقدار قند انورت

تعیین قند انورت طبق روش انستتو برلین انجام می‌گیرد.
 مقدار نمونه توزین شده برای روش سرد و گرم ده گرم می‌باشد ولی اگر در روش گرم بیش از ۳۰ سانتیمتر مکعب محلول ید مصرف شد، بایستی ۵ گرم و یا کمتر توزین نمود. در اوپراسیون بایستی از ایجاد قند انورت جلوگیری نمود و یا عبارت دیگر در شربت‌های مقاوم حرارتی، مقدار قند انورت درصد قسمت ماده خشک بایستی کمتر از ۱/۰ باشد.
 برای تعیین مقدار آهن به فصل چهارم مراجعه کنید.

۱۰- پختها

نمونه‌گیری پخت از مایشه یا مالاکسور و یا سردکن انجام می‌شود. نمونه گرفته شده را در ظروف دربدار می‌ریزند. ریختن نمونه در ظروف باز به خاطر تبخیر باعث اشتباهاتی در نتیجه آزمایش خواهد شد. در حالتی که امکان نمونه‌برداری از سردکنها نباشد بهتر است که از پختها در شروع و خاتمه تخلیه نمونه‌گیری شود (بخاطر مقادیر مختلف کریستال در شروع و خاتمه تخلیه). بعد از مخلوط کردن نمونه تا وقتی که نمونه هنوز گرم است، ۲۵۰ گرم وزن کرده و در همان مقدار آب (با استفاده از حمام آبگرم حدود ۸۰ درجه) آنرا حل می‌کنند. معمولاً برای اینکار از ظرف دربدار استفاده می‌کنند. و یا اینکه مقدار آب تبخیر شده را بعد از سرد شدن به آن می‌افزایند.
 با نمونه‌هایی که به نسبت یک به یک (از نظر وزنی) رقیق شده‌اند آزمایشات زیر انجام می‌شوند.

درصد قند (پولاریزاسیون)

تعیین درصد قند به روش استاندارد انجام می‌شود. بخاطر رقیق شدن نتیجه حاصله را بایستی در دو ضرب کرد.

مقدار ماده خشک

ماده خشک را به روش رفاکتومتری تعیین می‌کنند. به خاطر رقیق شدن نتیجه حاصله

را بایستی در دو ضرب کرد.

پ هاش

پ هاش را به روش الکترومتری تعیین می کنند.



مقدار خاکستر

خاکستر را به روش ساده شده کندوکتومتری تعیین می کنند. معمولاً غلظت محلول اندازه گیری را ۰/۵۰ گرم پخت C درصد ساتیتر مکعب آب انتخاب می کنند. برای اینکار از محلول رقیق شده (یک به یک) یک گرم وزن کرده و تا حجم صد ساتیتر مکعب آنرا رقیق می کنند. در مورد نمونه های خالص تر (درجه خلوص بالا) وزن نمونه را بیشتر انتخاب کرد.

۱۱- پس آبها، پس آب نوچ و استاندارد لیکورها

درحالتی که نمونه گیری از شیر ممکن باشد بایستی شیر را مدتی باز گذاشت و بعد نمونه برداری نمود. نمونه را بایستی در ظرف دربدار ریخت. قبل از آزمایش ۲۵۰ گرم نمونه را با همان مقدار آب رقیق کرده و از محلول حاصل برای آزمایشهای زیر استفاده می کنند:

تهیه پس آب نوچ بایستی بوسیله نوچ فشاری انجام شود، زیرا در صورت استفاده از نوچ مکنده در اثر تبخیر آب ضایعات وزنی بوجود خواهد آمد.

درصد قند (پولاریزاسیون)

تعیین درصد قند به روش استاندارد انجام می شود. بخاطر رقیق کردن نمونه نتیجه را بایستی دو برابر کرد.

مقدار ماده خشک

درصد ماده خشک را به روش رفراکتومتری تعیین می کنند. نتیجه را بایستی دو برابر کرد.

پ هاش

پ هاش را به روش الکترومتری تعیین می کنند.

مقدار خاکستر

مقدار خاکستر را به روش ساده شده کندانکتومتری تعیین می کنند. معمولاً غلظت نمونه را ۲۵/۰ گرم پس آب درصد سانتیمتر مکعب انتخاب می کنند. برای اینکار ۵۰/۰ گرم نمونه رقیق شده (به نسبت یک به یک) را توزین و با آب در بالونی با ظرفیت صد سانتیمتر مکعب به حجم می رسانند. اگر درجه خلوص نمونه بالا باشد می توان مقداری بیشتر انتخاب کرد.

مقدار کلسیم و منیزیم (در روش کوتنین)

مجموع کلسیم و منیزیم

۲۰/۰ گرم شربت رقیق شده (به نسبت وزنی یک به یک) را در ظرف توزین وزن کرده و به یک بالون با حجم صد سانتیمتر مکعب منتقل و پس از تنظیم دمای آن (بیست درجه سانتیگراد) بالون را به حجم می‌رسانند. (۱۰ گرم شربت درصد سانتیمتر مکعب) ده سانتیمتر مکعب از این محلول را با پی‌پت در یک ارلن مایر دهان‌گشاد ریخته و پس از افزودن حدود صد سانتیمتر مکعب آب و چند قطره محلول اندیکاتور و محلول بوفر آنرا تیترو می‌کنند.

$$W_{Ca.Mg} = \frac{V}{20}$$

نتیجه‌گیری:

در این رابطه:

$$W_{Ca.Mg} = \text{درصد کلسیم و منیزیم بصورت اکسید کلسیم}$$

$$V = \text{حجم محلول استاندارد مصرف شده به سانتیمتر مکعب}$$

مقدار کلسیم

محلولها:

محلول هیدراکسید پتاسیم حدود ۸ نرمال KOH:

۴۴۹ گرم هیدراکسید پتاسیم را در یک بالون یک لیتری با آب حل کرده (مواظب

باشید ایجاد حرارت) و پس از سرد شدن بالون را به حجم می‌رسانند.

محلول DETE $\frac{1}{56}$ نرمال

محلول اسید کالکون کربونیک

دستورالعمل:

۱۰ سانتیمتر مکعب محلول رقیق شده را (۱۰ گرم درصد سانتیمتر مکعب، به بالا

مراجعه شود) با پی‌پت به یک ارلن مایر منتقل و پس از افزودن حدود صد سانتیمتر مکعب

آب و ۴ سانتیمتر مکعب محلول هیدراکسید پتاسیم ۸ نرمال مخلوط را به هم می‌زنند (رسوب

هیدراکسید منیزیم $[Mg(OH)_2]$ ، ارلن مایر را حدود ۳ تا ۵ دقیقه بحال خود می‌گذارند.

(هر از گاهی آنرا تکان می‌دهند) و سپس با قاشقک یا کاردک آزمایشگاهی (اشپاتل) قدری

سولفور سدیم SNa_2 و هیدراکسید آمونیم کلراید و همچنین یک تا دو سانتیمتر مکعبمحلول اسید کالکون کربونیک بعنوان معرف به مخلوط افزوده و با $\frac{1}{56}$ نرمال محلول DETE

تا تغییر رنگ از قرمز به آبی تیترومی کنند. (در حالتی که وجود آلومینیم مانع تشخیص رنگ گردد بایستی قبل از افزودن اندیکاتور حدود ۵ سانتیمتر مکعب تری اتانول آمین به نمونه اضافه شود).

$$W_{Ca} = \frac{V}{20}$$

نتیجه گیری:

در این رابطه:

$$W_{Ca} = \text{درصد کلسیم بصورت } CaO$$

$$V = \text{حجم محلول استاندارد مصرفی به سانتیمتر مکعب}$$

$$W_{Mg} = 0.719 (W_{Ca.Mg} - W_{Ca})$$

تعیین مقدار منیزیوم:

$$W_{Mg} = \text{درصد منیزیم بصورت } MgO \text{ (در حالتی که بخواهند درصد منیزیوم}$$

بصورت Mg و یا Mg^{++} باشد بایستی نتیجه بدست آمده را طبق رابطه فوق در ضریب 0.603 ضرب نمایند).

رنگ

رنگ به روش فتومتری تعیین می گردد.

۱۲- شکر خام چغندر

شکر خام بایستی بلافاصله بعد از نمونه برداری مورد آزمایش قرار گیرد. نمونه گرفته شده را در یک ظرف چینی ریخته و خوب آنرا مخلوط می کنند. در صورتی که نمونه دارای کریستال های بهم چسبیده باشد بایستی آنها را خرد کرد. بعد از مخلوط کردن نمونه را در یک ظرف دربدار نگهداری می نمایند.

درصد قند (پولاریزاسیون)

تعیین درصد قند به روش استاندارد انجام می شود:

۲۶/۰۰ گرم شکر خام را در ظرف توزین وزن کرده و با حدود ۶۰ سانتیمتر مکعب آب به یک بالون با حجم صد سانتیمتر مکعب (با نوسان $\pm 0/2$ سانتیمتر مکعب) منتقل می کنند. سپس حدود یک سانتیمتر مکعب استات سرب قلیایی به آن افزوده (در موارد استثنائی حداکثر می توان ۲ سانتیمتر مکعب سواستات مصرف کرد) و بعد از مخلوط کردن بالون را تا نزدیکی خط نشانه با آب پر می کنند. کف ایجاد شده در بالون را با چند قطره اتر از بین برده و پس از تنظیم دمای بیست درجه بالون را به حجم می رسانند. محتوی بالون را مخلوط کرده و آنرا صاف می کنند. در صورت استفاده از لوله ۲۰۰ میلی متری درصد قند را مستقیماً از روی دستگاه می خوانند.

میزان رطوبت

رطوبت را به روش کراویمتری تعیین می کنند:

۵/۰۰ گرم شکر خام را در ظرف توزین وزن کرده و با یک قاشقک آزمایشگاهی آن را در کف ظرف بطور یکنواخت پخش می کنند. دمای خشک کردن ۱۰۵ درجه سانتیگراد می باشد. زمان خشک شدن تا وزن ثابت بقرار زیر می باشد:

آون یا اتو با هوای داغ	۲ تا ۳ ساعت
آون اتو خلاء دار	حداکثر ۴ ساعت
آون یا اتو معمولی	۴ تا ۶ ساعت

بعد از خشک شدن ظرف توزین را حدود سی دقیقه در اکسی کاتور قرار می دهند. در

صورت استفاده از دستگاههای رطوبت سنج سریع با ترازو بایستی ضوابط مربوط به این دستگاهها را در نظر گرفت.

$$W_w = 20 (m_1 - m_2)$$

نتیجه گیری:

در این رابطه:

$$W_w = \text{درصد رطوبت}$$

$$m_1 = \text{وزن نمونه قبل از خشک شدن}$$

$$m_2 = \text{وزن نمونه بعد از خشک شدن}$$

- رطوبت شکر خام معمولاً حدود یک درصد می باشد.

پ هاش pH

پ هاش را با پ هاش متر تعیین می کنند. محلول اندازه گیری را بدین طریق تهیه می کنند که ۱۰ گرم از نمونه را وزن کرده و آنرا در صد سانتیمتر مکعب آب جوشیده (با قابلیت هدایت الکتریکی کمتر از ۲ میکروزیمنس در سانتیمتر) حل می نمایند. برای جلوگیری از نفوذ گاز کربنیک موجود در هوا از یک ارلن مایر دریدار استفاده می کنند. برای حل کردن شکر به ارلن مایر در یک سطح حرکت دورانی می دهند.

- پ هاش شکر خامی که برای سیلو کردن در نظر گرفته می شود بایستی کمتر از ۷/۹ باشد.

مقدار خاکستر

مقدار خاکستر (روش استاندارد) به روش کندوکتومتری تعیین می گردد. معمولاً غلظت محلول مورد آزمایش را ۵ گرم شکر خام در صد سانتیمتر مکعب انتخاب می کنند. شکر توزین شده را با آب مقطر (با قابلیت الکتریکی کمتر از ۲ میکروزیمنس) به یک بالون کول راوش با حجم صد سانتیمتر مکعب منتقل می نمایند. بعد از حل کردن شکر، بالون را تا نزدیکی خط نشانه پر کرده و بعد از سرد کردن تا بیست درجه سانتیگراد بالون را به حجم می رسانند. محتوای بالون را خوب مخلوط کرده و سل اندازه گیری دستگاه را چندین مرتبه با آن شسته و سپس قابلیت هدایت الکتریکی را تعیین می کنند. سنجش را باید آنقدر تکرار کرد تا دستگاه

رقم ثابتی را نشان دهد. در حالتی که دمای سنجش کمتر و یا بیشتر از بیست درجه سانتیگراد باشد بایستی رقم خوانده شده را تصحیح کرد (به پائین مراجعه شود).

اگر قابلیت هدایت الکتریکی محلول مورد آزمایش بیشتر از ۵۰۰ میکروزیمنس و یا به عبارت دیگر بیش از ۰/۹ درصد خاکستر شد (مثل پخت). مقدار نمونه توزین شده بایستی مقدار ماده خشک محلول اندازه‌گیری را با ساکاروز کم خاکستر تا ۵ گرم در صد ساتیتر مکعب تکمیل نمود.

نتیجه‌گیری:

در حالت استفاده از دستگاه خاکستر سنج سریع بایستی طبق رابطه زیر مقدار خاکستر را محاسبه کرد:

$$W_A = F_A F_5^t (A_5 - A_w) \frac{5}{m_E}$$

در این رابطه:

$$W_A = \text{درصد خاکستر}$$

$$F_A = \text{فاکتور تصحیح (در صورتیکه دستگاه اندازه‌گیری دقیقاً تنظیم شده باشد از این فاکتور صرف‌نظر می‌شود).}$$

$$F_5^t = \text{فاکتور تصحیح حرارت}^* (\text{در } 20 \pm 0/2 \text{ درجه سانتیگراد حذف می‌شود).}$$

می‌شود).

$$A_5 = \text{عدد خاکستر محلول اندازه‌گیری (درصد خاکستر قرائت شده روی دستگاه)}$$

$$A_w = \text{عدد خاکستر آب مصرفی (درصد خاکستر قرائت شده روی دستگاه)}$$

$$m_E = \text{وزن شکر خام به گرم}$$

درحالی که وزن نمونه ۵ گرم، دستگاه دقیقاً تنظیم و دمای سنجش ۲۰ درجه سانتی

گراد باشد، رابطه فوق به رابطه زیر تبدیل می‌شود:

$$W_A = A_5 - A_w$$

مقدار قند انورت

تعیین قند انورت طبق روش انستیتو برلین انجام می‌گیرد.

* می‌توان از جدولی که همراه دستگاههای خاکستر سنج سریع ارائه می‌گردد، استفاده نمود.

مقدار نمونه توزین شده برای روش گرم و سرد $10/0$ گرم شکر خام میباشد. برای حل کردن تا حجم صد سانتیمتر مکعب تقریباً ۹۵ سانتیمتر مکعب آب لازم است. محلول را بایستی بلافاصله مورد آزمایش قرار داد. در حالتی که در روش گرم بیش از 30 سانتی متر مکعب محلول ید مصرف شود، بایستی $5/0$ گرم و یا کمتر شکر خام توزین نمود.

- مقدار قند انورت شکر خام چغندر قند بایستی کمتر از $0/05$ ٪ باشد.

۱۳- شکر خام نیشکر

در مورد نمونه برداری و روش آزمایش چنانکه تذکری داده نشده باشد، بایستی دستورالعمل قبلی عمل نمود.

مقدار قند انورت

قند انورت طبق روش انستیتو برلین تعیین می‌گردد:

مقدار نمونه توزین شده برای روش گرم و سرد $2/0$ گرم شکر خام است که در تقریباً صد سانتیمتر مکعب آب حل می‌کنند. محلول حاصل را بایستی بلافاصله مورد آزمایش قرار داد. در حالتی که در روش گرم بیش از 30 سانتیمتر مکعب محلول ید مصرف شود، بایستی $1/0$ گرم و یا کمتر شکر توزین نمود.

- مقدار قند انورت در شکر خام نیشکر بین $0/4$ تا $1/5$ درصد می‌باشد.

۱۴- شکر سفید

قبل از آزمایش بایستی نمونه شکر سفید را خوب مخلوط کرد و اگر تعیین میزان رطوبت مورد نظر است بایستی نمونه را در ظرف در بسته نگهداری نمود.

آزمایش طبق ضوابط بازار مشترک (در مورد تعیین کیفیت شکری که بوسیله مراکز خرید شکر خریداری می‌گردد) اعمال می‌شود (ضوابط رسمی را می‌توان در دستورات بازار مشترک شماره $1265/69$ مورخ 1 جولای 1969 ملاحظه نمود).

درصد قند یا پولاریزاسیون

تعیین درصد قند طبق روش استاندارد انجام می‌شود:

$26 \pm 0/002$ گرم شکر را وزن کرده تقریباً 60 سانتیمتر مکعب آب به یک بالون استاندارد شده با ظرفیت صد سانتیمتر مکعب (با نوسان $0/2 \pm$ سانتیمتر مکعب) منتقل می‌کنند. شکر را بدون حرارت دادن حل می‌نمایند. در حالتی که احتیاج به مواد تصفیه کننده باشد $0/5$ سانتیمتر مکعب محلول استات سرب قلیایی (راکتیف هورن) به محتوای بالون اضافه می‌کنند. محتوی بالون را خوب مخلوط کرده و تا نزدیکی خط نشانه بالون را پر می‌کنند. کف احتمالی را با چند قطره الکل و یا اتر ازین میبرند. سپس بالون را مدت 15 دقیقه در حمام آب با دمای $20 \pm 0/2$ درجه سانتیگراد (اندازه‌گیری با پولاریومتر 360 درجه) و یا در حمامی که دمایش با دمای دستگاه سنجش مطابق است (اندازه‌گیری در ساکاریمتر کوارتزس دار Quartz) قرار می‌دهند. دیواره داخلی گلولی بالون را با کاغذ صافی، خشک کرده و سپس با پی‌پت نوک تیز، بالون را دقیقاً به حجم می‌رسانند. محتوی بالون را با برگرداندن بالون حداقل پنج مرتبه خوب مخلوط کرده و در صورتی که از مواد تصفیه کننده استفاده شده باشد، آنرا صاف می‌کنند. درب قیف را بایستی با شیشه ساعت مسدود نمود. $\frac{2}{3}$ حجم لوله پولاریومتر تمیز و خشک را دو مرتبه از محلول پر کرده و خالی می‌کنند. سپس لوله را بدون حباب هوا از محلول پر کرده و در پولاریومتر قرار می‌دهند. درصد قند را پنج مرتبه با دقت $0/05$ درجه ساکاروز قرائت می‌کنند.

در صورت استفاده از پولاریومتر 360 درجه با درجات شکر و استفاده از لوله دو جداره با دمای $20 \pm 0/2$ درجه سانتیگراد از فاکتور تصحیح حرارت صرفنظر می‌شود. اگر ضوابط اندازه‌گیری سوای آنچه ذکر گردید باشد بایستی به فصل اول مراجعه نمود. یاد آوری: تعیین حجم یک بالون بوسیله توزین دقیق تر است از به حجم رسانیدن آن. در صورت انصراف از دستورات بازار مشترک می‌توان طبق دستورالعمل مشروح زیر عمل نمود: وزن بالون پر شده را در بیست درجه سانتیگراد تعیین و پس از کسر کردن وزن بالون خالی وزن مایع هم حجم بالون را معین می‌کنند. حجم مربوطه و همچنین عدد تصحیحی در رابطه با عدد خوانده شده در پولاریومتر در جدول زیر ذکر شده‌اند.

جدول تصحیح برای پولاریزاسیون شکر سفید

m = وزن محلول در هوا (بدون احتساب فاکتور تصحیح نیروی بالا برنده) به گرم

V = حجم محلول به سانتیمتر مکعب

m	V	Kor- rektur	m	V	Kor- rektur
109,457	99,800	-0,200	109,657	100,000	± 0
109,467	99,810	-0,190	109,667	100,010	+0,010
109,477	99,820	-0,180	109,677	100,020	+0,020
109,487	99,830	-0,170	109,687	100,030	+0,030
109,497	99,840	-0,160	109,697	100,040	+0,040
109,507	99,850	-0,150	109,707	100,050	+0,050
109,517	99,860	-0,140	109,717	100,060	+0,060
109,527	99,870	-0,130	109,727	100,070	+0,070
109,537	99,880	-0,120	109,737	100,080	+0,080
109,547	99,890	-0,110	109,747	100,090	+0,090
109,557	99,900	-0,100	109,757	100,100	+0,100
109,567	99,910	-0,090	109,767	100,110	+0,110
109,577	99,920	-0,080	109,777	100,120	+0,120
109,587	99,930	-0,070	109,787	100,130	+0,130
109,597	99,940	-0,060	109,797	100,140	+0,140
109,607	99,950	-0,050	109,807	100,150	+0,150
109,617	99,960	-0,040	109,817	100,160	+0,160
109,627	99,970	-0,030	109,827	100,170	+0,170
109,637	99,980	-0,020	109,837	100,180	+0,180
109,647	99,990	-0,010	109,847	100,190	+0,190
109,657	100,000	± 0	109,857	100,200	+0,200

رقم تصحیح را مستقیماً از نتیجه آزمایش کسر کرده و یا به آن می‌افزایند. از این طریق می‌توان دقت نتایج آزمایشها را از $\pm 0/01$ تا $\pm 0/02$ درجه ساکاروز رسانید. در حالی که یک چنین دقتی ضرورت نداشته باشد، می‌توان از توزین و تاثیر فاکتور تصحیح صرف‌نظر نمود.

میزان رطوبت

میزان رطوبت را از طریق توزین (کراویمتری) تعیین می‌کنند:

حداقل ۲۰۰ گرم شکر خرد نشده را به یک جام آلومینیومی دریدار که قبلاً خشک شده توزین گردیده است و یا به یک ظرف شیشه‌ای سر سمباده‌ای دریدار منتقل کرده، وزن آنرا بوسیله ترازوی آنالیتیک با حساسیت ۰/۱ میلی‌گرم تعیین می‌کنند. ظروف مذکور را بایستی طوری انتخاب کرد که ضخامت قشر شکر از یک سانتیمتر تجاوز نکند. برای ۲۰ گرم نمونه قطر ظرف حداقل بایستی ۶ سانتیمتر باشد. نمونه را به مدت ۳ ساعت در اتو با ۱۰۵ درجه سانتیگراد خشک می‌کنند. در خلال خشک شدن درب ظرف بایستی برداشته شود. جام را بعد از آنکه درب آنرا بستند، برای سرد شدن در اکسی کاتور قرار می‌دهند. بعد از سرد شدن تا درجه حرارت محیط کار وزن آنرا تعیین می‌کنند (قبل از توزین درب ظرف را برداشته و دو باره می‌بندند).

$$W_w = 100 \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0}$$

نتیجه گیری:

$$W_w = \text{میزان رطوبت } \%$$

$$m_1 = \text{وزن ظرف و نمونه به گرم قبل از خشک کردن}$$

$$m_2 = \text{وزن ظرف و نمونه به گرم بعد از خشک کردن}$$

$$m_0 = \text{وزن ظرف به گرم}$$

مقدار قند انورت

مقدار قند انورت را به روش انسیتو برلین تعیین می‌کنند.

مقدار شکر برای روش گرم و سرد ۱۰/۰ گرم است. برای حل کردن تا حجم صد سانتیمتر مکعب تقریباً ۹۵ سانتیمتر مکعب آب لازم است.

مقدار خاکستر

مقدار خاکستر را برای تولیدات کم خاکستر به روش کندوکتومتری تعیین می‌کنند.

۲۸/۰ گرم شکر سفید را در یک بالون دریدار در آب (با قابلیت هدایت الکتریکی

کمتر از ۲ میکروزیمنس در سانتیمتر) حل کرده و تا صد گرم آنرا رقیق می‌کنند. البته می‌توان

۳۱/۳ گرم شکر هم وزن کرد و در یک بالون دریدار حل کرده و در بیست درجه سانتیگراد تا حجم صد سانتیمتر مکعب آنرا رقیق نمود. محتوای بالون را خوب مخلوط کرده و در بیست درجه سانتیگراد سل اندازه گیری دستگاه را چندین مرتبه با آن شسته و سپس قابلیت هدایت الکتریکی را تعیین می کنند. اندازه گیری باید آنقدر تکرار شود تا دستگاه رقم ثابتی را نشان دهد. در حالتی که اندازه گیری در بیست درجه سانتیگراد انجام نشود بایستی رقم خوانده شده را تصحیح کرد (به پائین مراجعه شود).

فاکتور تصحیح برای قابلیت هدایت آب را بدین طریق تعیین می دانند که نمونه ای از آب مورد استفاده را برداشته و به همان روال ذکر شده در مورد محلول شکر عمل می نمایند.

نتیجه گیری:

برای اندازه گیری مقدار خاکستر سنج سریع و یا رافینومتر از رابطه زیر استفاده

$$W_A = f_A \times f_5^t \times (A_{28} - 0.5 \cdot A_w) \times 0.32$$

می کنند.

در این رابطه:

$$W_A = \text{درصد خاکستر}$$

f_A = فاکتور تصحیح (در حالتی که دستگاه اندازه گیری دقیقاً تنظیم شده باشد،

حذف می گردد).

f_5^t = فاکتور تصحیح حرارت (در $\pm 0/2$ درجه سانتیگراد حذف می شود)

A_{28} = رقم خاکستر محلول اندازه گیری (رقم قرائت شده روی دستگاه)

A_w = رقم خاکستر آب (رقم قرائت شده روی دستگاه)

در حالتی که دستگاه دقیقاً تنظیم و درجه حرارت اندازه گیری ۲۰ درجه سانتیگراد

باشد رابطه فوق به رابطه زیر تبدیل می شود:

$$W_A = (A_{28} - 0/5W_A)0/32$$

بر خلاف دستورات بازار مشترک اروپا، ایکومزا توصیه می کند که برای تصحیح رقم

هدایت الکتریکی آب و برای محاسبه مقدار خاکستر از فاکتورهای دیگری استفاده شود

(۳۵/۰ را بایستی به جای ۵/۰ و $\frac{1}{3}$ را بجای ۳۲/۰ جایگزین کرد به فصل اول و فصل دوم

مراجعه کنید).

رنگ محلول شکر

رنگ محلول شکر را به روش فتومتری در ۴۲۰ نانومتر تعیین می‌کنند 0.1 ± 0.5 گرم شکر را در یک بالون ارلن مایر دهان گشاد وزن کرده و سپس ۵۰ گرم آب به آن افزوده و آنقدر بالون را تکان می‌دهند تا شکر به کلی حل شود. محلول حاصل را از یک فیلتر ممبران (قطر منافذ ۰/۴۵ میکرومتر) که حداقل مدت دو دقیقه آب دیده و روی دستگاه صافی قرار دارد عبور می‌دهند. محلول صاف شده را قدری بهم زده و پس از اینکه درصد ماده خشک آنرا به روش رفراکتومتری معین نمودند، کووت دستگاه فتومتر (ضخامت کووت حداقل ۳ سانتیمتر) را از آن پر می‌کنند. برای جلوگیری از لرد بستن بایستی بلافاصله درب کووت را بست. کووت مقایسه‌ای را از آبی که قبلاً از صافی ممبران گذارنده‌اند پر می‌کنند. در دستگاه فتومتر طول موج ۴۲۰ نانومتر و یا فیلتر مناسب آن را تنظیم و سپس در مقایسه با آب کاهش شدت نور Extinktion را می‌سنجند.

$$F_{IE(420)} = 1000 \frac{100 E_{420}}{1 W_{Ts} \rho} \times \frac{\text{عدد ایکسکترومتر} \times 100}{\text{برقکس} \times \text{حداقل}}$$

نتیجه:
در این رابطه:

$F_{IE(420)}$ = رنگ محلول شکر به واحد ایکومزا (IE420)

$= 1$ = ضخامت کووت به سانتیمتر

W_{Ts} = درصد ماده خشک محلول اندازه‌گیری

ρ = وزن مخصوص محلول اندازه‌گیری به گرم بر سانتیمتر مکعب

حاصلضرب (C'_{Ts}) $W_{Ts} \cdot \rho$ را بوسیله تعیین درصد ماده خشک محلول

اندازه‌گیری به روش رفراکتومتری و با کمک جدول (۴) تعیین می‌کنند.

تیپ رنگ (رنگ ظاهری)

وسایل لازم:

ردیف تیپهای رنگ برانشوایک* از صفر تا شش

یک منبع نوری (لامپ نوری شبیه نور خورشید) را در جعبه‌ای که جلو آن باز است و

* محل تهیه انسیتور تکنولوژی کشاورزی و صنایع قند برانشوایک Braunschweig

عمق آن ۲۰ سانتیمتر، ارتفاعش ۵۰ سانتیمتر و طول آن ۱۲۰ سانتیمتر می‌باشد، طوری قرار می‌دهند که فاصله عمودی بین لامپ و نمونه شکر حدود ۳۵ سانتیمتر باشد. برای اینکه از برخورد نور به چشم نظاره‌کننده جلوگیری شود یک باند نازک با پهنای ۱۵ سانتیمتر جلوی لامپ نصب می‌نمایند. منبع نوری مناسب لامپ فیلیپس Typ25W/55 می‌باشد. استفاده از سایر لامپها خالی از اشکال نیست زیرا در اینجا تقسیمات طیفی نور رل مهمی را بازی می‌کنند.

برای اینکه رنگ زرد تا رنگ قهوه‌ای نمونه‌های شکر حتی‌المقدور به خوبی مشخص گردند سطوح داخلی جعبه را با رنگ قهوه‌ای مات رنگ‌آمیزی می‌کنند (مثلاً به رنگ چوب گردو تاریک). کف جعبه را با کاغذ سفید صاف برای نشان دادن رنگ شکر می‌پوشانند. جعبه را طوری قرار می‌دهند که چشم نظاره‌کننده و لامپ در یک سطح قرار گیرند. در موقع تعیین رنگ هیچ نوع نور مستقیمی، چه نور خورشید و چه نور لامپ دیگر نباید روی نمونه شکر بتابد زیرا درجه بندی نمونه مشکل می‌شود.

دستورالعمل

شکر را در قوطیهای مربع شکل که به رنگ آبی می‌باشند (طول قوطی ۶۰ میلیمتر و ارتفاع آن ۲۸ میلیمتر) ریخته و سطح شکر در قوطی را مسطح می‌کنند. باید توجه نمود که قوطی نمونه و قوطی شکر استاندارد لب به لب از شکر پر باشند. رنگ قوطی‌ها بایستی همگی یکنواخت و یکدست باشند، در غیر اینصورت نتایج اشتباهی بدست خواهد آمد. قوطی‌های گرد برای اینکار مناسب نیستند.

جای نمونه شکر را در مرحله اول با مقایسه با شکرهای استاندارد تعیین می‌کنند سپس وقتی که جای تقریبی آن را در ردیف شکرهای استاندارد معین کردند تا با شکرهای استاندارد مجاور مقایسه می‌کنند. برای اینکار نمونه را چندین دفعه در طرف چپ و راست نمونه استاندارد قرار می‌دهند. از نتایج آزمایش دو نفر که بدون ارتباط با یکدیگر آزمایش را انجام داده‌اند میانگین تعیین می‌کنند. رقم میانگین را تا یکدهم تیب رنگ ارائه می‌دهند. در مورد دانه‌های کریستال که با دانه‌های کریستال استاندارد تفاوت دارند بایستی رنگ شکر را و نه سایه کریستالها را در نظر گرفت.

کیفیت

در دستورات بازار مشترک اروپا (شماره ۱۲۶۵/۶۹، ۲۱۰۳/۷۷ و ۷۹۳/۷۲) بازاء هر ۱۸۰۰۰ درصد خاکستر، هر ۷/۵ واحد رنگ ایکومزا و هر ۵/۰ واحد تیپ رنگ ظاهری یک پوئن تعیین شده است.

در چهارچوب دستورات بازار شکر اروپا شکر سفید را به چهار گروه تقسیم می‌کنند. (دستور بازار مشترک اروپا به شماره‌های ۱۲۸۰/۷۱ و ۷۹۳/۷۲). شکر سفید از گروه یک تا سه دارای مشخصات زیر می‌باشد:

سالم، باب بازار، خشک، کریستالی دارای دانه بندی یکنواخت و روان. سه گروه مذکور را با در نظر گرفتن جهات دیگر به شرح زیر تقسیم بندی نموده‌اند.

گروه بندی شکر سفید در بازار مشترک اروپا

گروه سه	گروه دو	گروه یک	
-	حداکثر ۲۲	حداکثر ۸	مجموع پوئن‌ها
-	حداکثر ۱۵	حداکثر ۶	تعداد پوئن‌ها برای خاکستر
-	حداکثر ۶	حداکثر ۳	رنگ محلول
حداکثر ۱۲	حداکثر ۹	حداکثر ۴	تیپ رنگ
			درصد قند یا پولاریزاسیون
حداقل ۹۹/۷	حداقل ۹۹/۷	حداقل ۹۹/۷	درجه ساکاروز
حداکثر ۰/۰۶	حداکثر ۰/۰۶	حداکثر ۰/۰۶	رطوبت %
حداکثر ۰/۰۴	حداکثر ۰/۰۴	حداکثر ۰/۰۴	قند انورت %

مشخصات شکر گروه دو و مبین شکری است با کیفیت استاندارد (معمولی). شکر سفید

گروه ۴ شکری است که در گروه‌های ۱ تا ۳ قرار نگیرد.

بر اساس دستورات مربوط به انواع شکرها مورخ ۸ مارس ۱۹۷۶ بایستی کیفیت

شکری که برای خرید و فروش عرضه می‌شود. دارای ضوابط زیر باشد:

شکر تصفیه شده، شکر سفید تصفیه شده یا رافیناد.

درصد قند یا پولاریزاسیون	حداقل ۹۹/۷ درجه ساکاروز
درصد قند انورت	حداکثر ۰/۰۴
درصد ضایعات موقع خشک کردن	حداکثر ۰/۱
تعداد پوئنها	مثل گروه یک بازار مشترک اروپا
شکر و یا شکر سفید	
درصد قند	حداقل ۹۹/۷ درجه ساکاروز
مقدار قند انورت	حداکثر ۰/۰۴
ضایعات خشک کن	حداکثر ۰/۱
تعداد پوئن برای تیپ رنگ (رنگ ظاهری)	حداکثر ۱۲
شکر سفید متوسط (مختلط)	
درصد قند	حداقل ۹۹/۵ درجه ساکاروز
مقدار قند انورت	حداکثر ۰/۱
ضایعات خشک کن	حداکثر ۰/۱

علاوه بر این مقدار اکسید گوگرد مجاز برای انواع شکرها کمتر از ۱۵ میلیگرم در یک کیلوگرم شکر می باشد.

۱۵- شکر مایع - قند مایع

آزمایش شکر مایع و تولیدات مربوط از چغندر قند و نیشکر طبق استانداردهای تعیین شده بوسیله سازمان استاندارد مواد غذایی و سازمان علوم غذایی آلمان فدرال) انجام می شود.

تعیین درصد قند

درصد قند را به روش پولاریمتری تعیین می کنند. نمونه توزین شده ۲۶/۰۰ گرم شکر

مایع می باشد.

مقدار ماده خشک

مقدار ماده خشک نمونه را به روش رفاکتومتری تعیین می نمایند. در اینجا از محلولی

که به نسبت یک به یک (وزنی) رقیق شده است، استفاده می‌کنند. نتیجه آزمایش شکر مایعی که دارای قند انورت می‌باشد، بایستی تصحیح گردد.

$$W_{Ts/Korr.} = W_{Ts} \times (1 + 0.00031 \times W_I)$$

در این رابطه:

$$W_{Ts/Korr.} = \text{درصد ماده خشک شکر مایع تصحیح شده}$$

$$W_{Ts} = \text{درصد ماده خشک تعیین شده بوسیله رفاکتومتر}$$

$$W_I = \text{درصد قند انورت شکر مایع}$$

- نتایج نمونه‌های رافیناد مایع، شربت‌های مخصوص شکر با درجه خلوص کمتر از ۹۵٪ و همچنین پس آبها نیازی به تصحیح ندارند.
مقدار ماده خشک شکر مایع نبایستی کمتر از ۶۵٪ باشد.

پ هاش

پ هاش طبق به روش الکترومتری تعیین می‌گردد. نمونه را طوری رقیق می‌کنند که درصد ماده خشک آن ۶۰٪ گردد (با رفاکتومتر). الکترودها می‌بایستی قبلاً با محلولهای بوفر با پ هاش ۷ و ۴ کنترل شده باشند.

مقدار خاکستر

تعیین مقدار خاکستر به طریق کندوکتومتری (روش تولیدات کم خاکستر) انجام می‌شود. از نمونه آنقدر توزین می‌کنند تا صد سانتیمتر مکعب محلول اندازه‌گیری ۳۱/۳ گرم ماده خشک و یا صد گرم آن ۲۸ گرم ماده خشک داشته باشد.
محاسبه وزن نمونه:

$$m_E = 100. \frac{31/3}{W_{Ts}}$$

(درصد سانتیمتر محلول):

$$m_E = 100. \frac{28/0}{W_{Ts}}$$

(درصد گرم محلول):

در این رابطه:

$$m_E = \text{وزن شکر مایع به گرم}$$

$$W_{Ts} = \text{درصد ماده خشک شکر مایع}$$

مقدار خاکستر را در صد قسمت ماده خشک شکر مایع محاسبه می‌کنند.

- از این روش می‌توان برای رافیناد مایع، شکر مایع، شیر قند انورت به شماره یک سفید و قند انورت متبلور به شماره یک سفید نیز استفاده کرد. برای سایر تولیدات از روش استاندارد استفاده می‌کنند.

رنگ

رنگ را به روش فتومتر تعیین می‌کنند. درصد ماده خشک محلول اندازه‌گیری بایستی برابر 5 ± 0.5 باشد، لذا برای اینکار بایستی نمونه را رقیق نمود. (رفراکومتر)

مقدار قند انورت

قند انورت را به روش انسیتو برلین تعیین می‌کنند. وزن نمونه برای روش گرم و سرد برابر $1/00$ گرم است که آنرا تقریباً با 100 سانتیمتر مکعب آب رقیق می‌نمایند. در حالتی که درصد قند انورت شکر مایع بیشتر از 2 باشد مقدار آنرا به روش لین آینون تعیین می‌کنند. $2/00$ گرم از نمونه رقیق شده (به نسبت یک به یک) را به بالونی با ظرفیت صد سانتیمتر مکعب منتقل و سپس بالون را به حجم می‌رسانند. محلول حاصل برای روش اصلی مناسب بوده و غلظت قند انورت بین 25 تا 50% می‌باشد. در حالتی که بخواهند از روش حجم ثابت استفاده کنند بایستی نمونه شکر مایع را طبق بند $1-9-4-1$ بدون افزودن محلول EDTE رقیق نمایند.

مقدار شکر کل

برای تعیین شکر کل، نمونه را بایستی قبلاً هیدرولیز اسیدی نمود و سپس به روش لین آینون عمل نمود. هیدرولیز اسیدی به شرح زیر انجام می‌شود:

وسایل لازم:

بالون اندازه‌گیری با ظرفیت 200 و 250 سانتیمتر مکعب

پی پت

ترمواسنات

راکتیفها و محلولها:

اسید کلریدریک غلیظ ($\rho = 1/16$ $\frac{\text{گرم}}{\text{سانتیمتر مکعب}}$)

اسید کلریدریک رقیق ($\rho = 1/1029$ $\frac{\text{گرم}}{\text{سانتیمتر مکعب}}$)

۶۲ سانتیمتر مکعب اسید کلریدریک غلیظ را در بالون اندازه گیری تا حجم صد سانتیمتر مکعب رقیق می کنند. وزن مخصوص را با استفاده از آریومتر مناسب تعیین می نمایند. در صورت لزوم بایستی با افزودن اسید و یا آب وزن مخصوص را تصحیح نمود.

اسید کلریدریک تقریباً ۰/۵ نرمال

محلول هیدراکسید سدیم تقریباً ۲ نرمال

محلول فنل فتالین (محلول الف)

روش کار

نمونه را بایستی به نسبت یک به یک (وزنی) با آب رقیق نمود ۲۰/۰۰ گرم از نمونه رقیق شده را برداشته و با آب در بالون اندازه گیری با حجم ۲۰۰ سانتیمتر مکعب تا حجم ۱۹۰ سانتیمتر مکعب رقیق می کنند. بعد از مخلوط کردن و رسانیدن درجه حرارت بالون به ۲۰ درجه سانتیگراد آن را به حجم می رسانند. با پی پت ۲۵/۰ سانتیمتر مکعب از این محلول را که درصد سانتیمتر مکعبش ۵ گرم نمونه دارد به یک بالون با حجم ۲۵۰ سانتیمتر مکعب منتقل و در حالیکه بالون را تکان می دهند، ۵ سانتیمتر مکعب اسید کلریدریک به محتوی بالون می افزایند. سپس بالون را به مدت سه دقیقه در حمام آب و با ترمواسناتی که روی ۶۰ درجه سانتیگراد تنظیم شده باشد (از دماسنجی که کنترل و تنظیم شده باشد، استفاده شود) حرکت داده تا دمای محلول به سرعت به دمای انورسیون برسد. سپس دقیقاً مدت ۱۲ دقیقه دیگر بالون را در حمام آب قرار می دهند (از تماس با آلماهای حرارتی باید جلوگیری کرد). بهتر است که بالون را با اضافه کردن حلقه های فلزی سنگین نمود. بعد از ۱۲ دقیقه بالون را زیر شیر آب سرد می کنند. سپس مخلوط را تا حدود ۱۲۵ سانتیمتر مکعب رقیق کرده و با

اضافه کردن دو قطره محلول فنل فتالتین در حالیکه بالون را تکان می دهند بنا محلول هیدراکسید ۲ نرمال آنرا تا تغییر رنگ خنثی می کنند. بعد از این که مخلوط را با چند قطره اسید کلریدریک ۰/۵ نرمال قدری اسیدی (از بین رفتن رنگ قرمز) کردند، بالون را تا نزدیکی خط نشانه پر کرده و پس از رسانیدن دمایش به بیست درجه سانتیگراد آنرا به حجم می رسانند این محلول در هر صد سانتیمتر مکعبش ۰/۵ گرم نمونه دارد.

نتیجه

درصد شکر کل را به صورت قند انورت تعیین میکنند. با ضرب کردن عدد بدست آمده مذکور در فاکتور ۰/۹۵ نتیجه را می توان بصورت ساکاروز (شکر) محاسبه کرد.

۱۶- ملاس چغندر

پس از مخلوط کردن نمونه ملاسی که هنوز گرم است تقریباً ۲۵۰ گرم آنرا وزن کرده و در گرما با همان مقدار آب مخلوط می کنند (حمام آبگرم ۸۰ درجه سانتیگراد). برای اینکار یا از ظرفهای دربار استفاده می شود و یا اینکه بعد از سرد کردن مقدار آب تبخیر شده را به مخلوط می افزایند (محلول الف). ۲۰/۰۰ گرم از محلول الف را در بالون اندازه گیری با ظرفیت صد سانتیمتر مکعب ریخته و در بیست درجه سانتیگراد بالون را به حجم می رسانند (محلول ب).

درصد قند یا پولاریزاسیون

تعیین درصد قند به روش استاندارد انجام می شود.

۲۶/۰ گرم از محلول الف را وزن کرده و برای صاف کردن تقریباً ۸ سانتیمتر مکعب محلول استات سرب قلیائی به آن اضافه می کنند (برای ملاسی که درصد ماده خشکش بیشتر از ۸۰ باشد تقریباً ۱۰ سانتیمتر مکعب باید مصرف کرد). نتیجه را به خاطر رقیق شدن بایستی دو برابر نمود.

مقدار ماده خشک

مقدار ماده خشک را به روش رفاکتومتری تعیین می کنند. از محلول الف (به بالا مراجعه شود) بعنوان محلول اندازه گیری استفاده می شود.

نتیجه را بخاطر رقیق شدن بایستی دو برابر نمود.
ماده خشک را می‌توان به روش وزنی و یا چگالی سنجی نیز تعیین نمود.

پ هاش pH

پ هاش را به روش الکترومتری تعیین می‌کنند. از محلول الف برای اندازه‌گیری استفاده می‌نمایند.

مقدار خاکستر

تعیین مقدار خاکستر به روش ساده شده کندوکتومتری انجام می‌شود. معمولاً از محلولی با غلظت ۰/۲۵ گرم ملاس در صد سانتیمتر مکعب استفاده می‌کنند. این محلول را بدین صورت تهیه می‌کنند که از محلول الف ۱/۰۰ گرم وزن کرده و با آب (قابلیت هدایت الکتریکی کمتر از ۲ میکروزیمنس) در بالونی با حجم دویست سانتیمتر مکعب آنرا رقیق می‌کنند (در بیست درجه سانتیگراد).

مقدار کلسیم و منیزیم

مقدار کلسیم و منیزیم را به روش کمپلکسیومتری تعیین می‌کنند. از محلول ب ۱۰/۰ سانتیمتر مکعب که برابر ۱ گرم ملاس می‌باشد، برداشته و برای تیتراسیون استفاده می‌کنند. ملاس استحصالی از دستگاههای تبادل یونی کونتین را بایستی یک به یک رقیق نمود و سپس نتیجه را دو برابر کرد.

رنگ

رنگ را به روش فتومتری تعیین می‌کنند. محلول اندازه‌گیری را بدین طریق تهیه می‌کنند که ۵/۰ گرم محلول الف را وزن کرده (در مورد ملاسهای سیاه بایستی کمتر وزن کرد) و در بالونی با ظرفیت صد سانتیمتر آن را رقیق می‌کنند.

قند انورت

مقدار قند انورت را به روش انستیتو برلین تعیین می‌کنند:

برای روش سرد و گرم از محلول ب (به بالا مراجعه کنید) ۲۰/۰ سانتیمتر مکعب بر می‌دارند. در حالتی که در روش گرم بیشتر از ۳۰ سانتیمتر مکعب محلول پد مصرف شود بایستی ۱۰/۰ سانتیمتر مکعب از محلول ب و یا کمتر توزین کرد. در موقع محاسبه نسبت رقیق کردن بایستی در نظر داشت.

مقدار شکر کل

برای تعیین شکر کل نمونه را بایستی قبلاً هیدرولیز اسیدی نمود و سپس به روش لین‌آینون عمل نمود. هیدرولیز اسیدی را به روش بالا انجام می‌دهند. برای خنثی کردن اثر یون کلسیم لازمست که به محلول هیدرولیز شده قبل از به حجم رسانیدن ۴ سانتیمتر مکعب محلول EDTE افزود. برای تعیین سدیم، پتاسیم، رافینوز و نیتريت به فصل سوم مراجع شود.

۱۷- ملاس نیشکر

روش آزمایش در صورتیکه در پائین ذکر شده باشد همان روش قبل می‌باشد.

قند انورت

قند انورت را به روش لین‌آینون (مثلاً روش حجم ثابت) تعیین می‌کنند. نمونه را به روال زیر آماده می‌کنند:

۵۰/۰ گرم نمونه رقیق شده (یک به یک وزنی) را به یک بالون با ظرفیت ۵۰۰ سانتیمتر مکعب منتقل و بعد از رسانیدن درجه حرارتش به بیست درجه سانتیگراد تا خط نشانه پر کرده و پس از مخلوط کردن محتوای بالون آنرا از طریق کاغذ صافی خاک فسیل‌دار صاف می‌نمایند. ۲۰ سانتیمتر مکعب محلول صاف شده اول را دور می‌ریزند و از بقیه صاف شده در رابطه با مقدار قند انورت محلولهای زیر را تهیه می‌کنند.

۴۰/۰ سانتیمتر مکعب + ۶ سانتیمتر مکعب محلول EDTE تا حجم ۲۰۰ سانتیمتر

مکعب = یک گرم ملاس در صد سانتیمتر مکعب، دامنه اندازه‌گیری ۲۰ تا ۴۰٪ قند انورت.

۶۰٪ سانتیمتر مکعب + ۹ سانتیمتر مکعب محلول EDTE تا حجم ۲۰۰ سانتیمتر مکعب = ۱/۵ گرم ملاس در صد سانتیمتر مکعب، دامنه اندازه‌گیری ۱۳ تا ۲۷٪ قند انورت.

۸۰٪ سانتیمتر مکعب + ۱۲ سانتیمتر مکعب محلول EDTE تا حجم ۲۰۰ سانتیمتر مکعب = ۲ گرم ملاس در صد سانتیمتر مکعب، دامنه اندازه‌گیری ۱۰ تا ۲۰٪ قند انورت.

- برای تهیه محلول EDTE بایستی ۴ گرم محل دی سدیم اتیلن دی آمین تتراستیک (دی هیدرات) را در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب آب حل نمود (با استفاده از سیلندر اندازه‌گیری).

۱۸- آب و فاضل آب

آب آشامیدنی و مصرفی

آب آشامیدنی و مصرفی بایستی فاقد هر گونه موجودات بیماری زا باشند و مجاز نیست که دارای خواصی باشند که برای سلامتی ضرر دارند. این آبها بایستی بیرنگ، زلال، سرد و بدون بو بوده و همچنین از مزه خوبی برخوردار و تعداد میکروبهای موجود در آنها بسیار ناچیز و سرچشمه آنها از نظر بهداشتی مطمئن باشد.

مقدار مواد محلول در آب بایستی محدود باشد. نمک فراوان و سختی زیاد طالب فراوان ندارد. حتی المقدور غلظت آهن و منگان به ترتیب از ۱/۰ میلیگرم و ۰/۰۵ میلیگرم در هزار سانتیمتر مکعب نبایستی تجاوز نماید. آب خام مصرفی برای تهیه آب تغذیه کوره نبایستی بیشتر از ۳/۰ میلیگرم آهن و ۱/۰ میلیگرم منگان در هزار سانتیمتر مکعب داشته باشد.

در باره قابل شرب بودن آبی که از چشمه خودی بدست می‌آید نظر اداره بهداشت شرط است. کیفیت آب مصرفی در قسمت خام کارخانه قند (آب سیلو، آب شستشو و آب دیفوزیون) چندان مطرح نیست و لازم نیست با ضوابط استاندارد مواد غذایی مطابقت کند زیرا موجودات ذره‌بینی و همچنین سایر مواد موجود در آب در مراحل مختلف تولید از بین رفته و در شکر ظاهر نمی‌شوند (کسب موافقت اختصاصی ضوابط آب آشامیدنی ضروری

است).

آب تغذیه و آب کوره بخار

ضوابط لازم برای مشخصات آب تغذیه و آب کوره بخار اصولاً بستگی به فشار کوره، به توان کوره و همچنین به سیستم ساخت کوره دارد. آب تغذیه بایستی کاملاً زلال و حتی المقدور بیرنگ باشد.

ظرف نمونه برداری را بایستی چندین بار با آب مورد آزمایش شستشو داد. نمونه برداری از آب داغ باید حتی المقدور از طریق سردکن مارپیچی که به شیر نمونه برداری پیچ شده است، انجام گیرد. در صورتیکه سردکن نباشد می توان نمونه برداری را از طریق لوله لاستیکی که از داخل یک ظرف آب سرد می گذرد انجام داد.

پ هاش pH

پ هاش را به روش الکترومتری تعیین می کنند.

الکترودها را بایستی با دو محلول بوفر در بیست درجه سانتیگراد تنظیم کرد. پ هاش اولین محلول بوفر ۷ و پ هاش دومین حدود ۱۰ باید باشد. برای اندازه گیری پ هاش الکترودها را با آب عاری از یون شستشو داده و در نمونه آب که دمایش بیست درجه سانتیگراد می باشد قرار می دهند. قرائت پ هاش وقتی انجام می شود که نتایج بدست آمده با یکدیگر اختلاف چندانی نداشته باشند. در حالتی که درجه حرارت اندازه گیری غیر از بیست درجه سانتیگراد باشد لازمست که تاثیر درجه حرارت نمونه را با دکمه حذف تاثیر درجه حرارت روی دستگاه خنثی کرد.

- در رابطه با نوع ساختمان کوره بخار و مقدار مواد خورنده (مثل نمکها، اکسیژن) موجود در آب تغذیه بایستی رقم پ هاش آب بین ۸ تا ۹/۵ باشد.

سختی کل (مجموع کلسیم و منیزیم)

محلولها:

- محلول EDTE $\frac{1}{56}$ نرمال و یا ۰/۰۱ نرمال

-محلول اریوکروم بلوبلاک

-محلول بوفر

دستورالعمل

۵۰/۰ سانتیمتر مکعب نمونه خنثی شده را در یک ارلن مایر دهان گشاد با پی‌پت ریخته و ۱۰ سانتیمتر مکعب محلول بوفر و همچنین ۱ تا ۲ سانتیمتر مکعب معرف اریوکروم بلوبلاک به آن می‌افزایند. بلافاصله با محلول $\frac{1}{56}$ EDTE آنرا تا تغییر رنگ از قرمز به آبی تیتیر می‌کنند. توصیه می‌شود که از نمونه‌ای که بیشتر تیتیر شده است، برای مقایسه رنگ استفاده گردد. اطلاعات بیشتری در مورد تیتراسیون را می‌توان با مراجعه به بخشهای قبلی کسب کرد. در حالتی که سختی آب کمتر از ۱ میلی‌اکی‌والنت (برابر ۲/۸ درجه سختی آلمانی) باشد به جای ۵۰ سانتیمتر مکعب ۱۰۰ سانتیمتر مکعب برای تیتراسیون انتخاب و آنرا با ۰/۰۱ نرمال محول EDTE تیتیر می‌کنند.

نتیجه‌گیری:

در حالت انتخاب ۵۰ سانتیمتر مکعب نمونه و محلول تیتراسیون $\frac{1}{56}$ نرمال

$$C'_{Gh} = V \quad C_{Gh} = 0.357 \times V$$

در حالت انتخاب ۱۰۰ سانتیمتر مکعب نمونه و محلول تیتراسیون ۰/۰۱ نرمال

$$C'_{Gh} = 0.280 \times V \quad C_{Gh} = 0.1 \times V$$

در این رابطه‌ها:

$$C'_{Gh} = \text{سختی کل بصورت CaO بر حسب درجه سختی آلمانی}$$

یک سختی آلمانی = ۱۰ میلی‌گرم در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب

$$C_{Gh} = \text{سختی کل بر حسب میلی‌اکی‌والنت در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب}$$

$$V = \text{حجم محلول تیتراسیون مصرفی به سانتیمتر مکعب}$$

سختی کربنات و غیر کربنات

۱۰۰/۰۰ سانتیمتر مکعب نمونه را بعد از افزودن ۲ قطره معرف مخلوط با محلول

۰/۱ نرمال اسید کلریدریک تا تغییر رنگ از آبی به قرمز تیتیر می‌کنند.

$$C'_{Gh} = 2.8 \times V$$

نتیجه گیری:

$$C_{Gh} = V$$

در این رابطه:

$$C'_{Gh} = \text{سختی کربنات بصورت } CaO \text{ بر حسب درجه سختی آلمانی (۱)}$$

سختی آلمانی = ۱۰ میلیگرم در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب

$$C_{Gh} = \text{سختی کربنات بر حسب میلی اکوالنت در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب}$$

$$V = \text{حجم محلول تیتراسیون مصرف بر حسب سانتیمتر مکعب}$$

$$\text{سختی غیر کربنات} = \text{سختی کل} - \text{سختی کربنات}$$

-در حالتی که سختی کربنات بزرگتر از سختی کل باشد، این اضافه سختی به خاطر نمکهای قلیایی موجود در نمونه می باشد و در این صورت سختی کربنات برابر با سختی کل بوده و سختی غیر کربنات صفر خواهد بود.

قلیایی فنل فتالین و قلیایی متیل اورانژ (عدد p و عدد m)

۱۰۰/۰۰ سانتیمتر مکعب نمونه را بعد از افزودن دو الی سه قطره فنل فتالین (محلول

ب) با اسید کلریدریک ۰/۱ نرمال تا بیرنگ شدن تیتراسیون می کنند. از مقدار محلول تیتراسیون مصرفی به سانتیمتر مکعب عدد p بر حسب میلی اکی والنت در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب بدست می آید.

۱۰۰/۰۰ سانتیمتر مکعب از همان نمونه را بعد از افزودن دو الی سه قطره محلول

متیل اورانژ با محلول اسید کلریدریک ۰/۱ نرمال تا تغییر رنگ به زرد قهوه ای (قهوه ای پوست پیازی) تیتراسیون می کنند.

از مقدار محلول تیتراسیون مصرفی به سانتیمتر مکعب عدد m بر حسب میلی اکوالنت

در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب بدست می آید. از اعداد p و m می توان غلظت کربنات و غلظت بیکربنات را با کمک جدول زیر و همچنین وزن اکویوالنت مربوطه، محاسبه نمود.

جدول مربوط به تعیین غلظت هیدرواکسید سدیم، غلظت کربنات و بی کربنات:

نتیجه تیتراسیون	غلظت هیدرواکسید سدیم	غلظت کربنات	غلظت بی کربنات
P=O	0	0	m
P<0,5.m	0	2.P	m-2.P
P=0,5.m	0	2.P	0
P>0,5.m	2.P-m	2.(m-P)	0
P=m	m	0	0

$$C' = f.M^*$$

غلظت به میلی گرم در لیتر C'

رقم جدول f

وزن اکی والنت به گرم M^*

$$M^*_{NaOH} = 40,0$$

$$M^*_{CO_2} = 30,0$$

$$M^*_{HCO_3} = 61,0$$

مثال:

$$\text{رقم } P = 0,3$$

$$\text{رقم } m = 1/6$$

طبق جدول ردیف دو $P < 0,5.m$

$$\text{غلظت هیدرواکسید سدیم} = 0 \times 40 = 0$$

غلظت کربنات به میلی گرم در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب:

$$(2 \times 0,3) \times 30 = 18$$

غلظت بی کربنات به میلی گرم در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب:

$$(1/6 - 2 \times 0,3) \times 61 = 61$$

وزن مخصوص یا چگالی

وزن مخصوص را با کمک آریومتر تعیین می‌کنند.

عدد وزن مخصوص معیاری است در باره غنی بودن آب کوره بخار از نمک.

آب مورد آزمایش را تا بیست درجه سانتیگراد سرد کرده و بداخل یک سیلندر مناسب می‌ریزند. آب نبایستی قبلاً صاف شده باشد. روی آریومتر وزن مخصوص (τ_{20}^{20}) و یا مقدار نمک را به صورت درجه بومه Be تعیین می‌کنند.

برای محاسبه و تبدیل بومه به وزن مخصوص از جدول ۵ استفاده می‌نمایند:

مقدار نمک (بومه)	τ_{20}^{20}
۰/۰	۱/۰۰۰
۰/۱	۱/۰۰۱
۰/۳	۱/۰۰۲
۰/۴	۱/۰۰۳
۰/۶	۱/۰۰۴
۰/۷	۱/۰۰۵
۰/۹	۱/۰۰۶
۱/۰	۱/۰۰۷
۱/۱	۱/۰۰۸
۱/۳	۱/۰۰۹
۱/۴	۱/۰۱۰
۱/۵	۱/۰۱۱
۱/۷	۱/۰۱۲

یک بومه را تقریباً معادل ۱۰ گرم در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب تخمین می‌زنند.

قابلیت هدایت الکتریکی

قابلیت هدایت الکتریسته را به روش کندوکتومتری تعیین می‌کنند: آب مورد آزمایش

را تا بیست درجه سانتیگراد سرد کرده و سپس سل اندازه‌گیری را از آن پر می‌نمایند.

در حالتی که از دستگاههای اندازه گیری قابلیت هدایت الکتریسته استفاده نمایند، روی دستگاه میزان قابلیت را بر حسب میکروزیمنس قرائت می کنند. قابلیت هدایت الکتریسته آب از فرمول زیر بدست می آید:

$$k = K \times G$$

در این رابطه:

k = قابلیت هدایت به میکروزیمنس در سانتیمتر

K = ضریب ثابت سل در سانتیمتر

G = میزان قابلیت هدایت الکتریکی به میکروزیمنس

در دستگاههای اندازه گیری قابلیت هدایت الکتریکی که ضریب ثابت سل روی دستگاه قابل تنظیم است، قابلیت هدایت الکتریکی را مستقیماً روی دستگاه قرائت می کنند. اگر از خاکستر سنج سریع استفاده شود بایستی میزان خاکستر قرائت شده و یا به عبارت دیگر مقاومت را طبق رابطه زیر محاسبه نمود:

$$k = \frac{A}{0.0018} = 10^6 \frac{k}{R}$$

در این رابطه:

k = قابلیت هدایت به میکروزیمنس در سانتیمتر

A = میزان خاکستر نمونه (قزائت شده روی صفحه مندرج خاکستر به درصد)

K = ضریب ثابت سل خاکستر سنج سریع در سانتیمتر (۰/۳۱۸)

R = مقاومت به اهم

مقدار فسفات

محلولها

محلول فسفات استاندارد

- محلول ما در الف: ۱۴/۷۳ گرم هیدروژن فسفات سدیم و آمونیم تتراهیدرات $(\text{NaH NH}_4 \text{ PO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$ را در بالون یک لیتری ریخته و پس از حل کردن در آب بالون را به حجم می رسانند.

یک سانتیمتر مکعب محلول ما در الف: = ۵ میلیگرم P_2O_5

- محلول ما در ب: ۱۰/۰ سانتیمتر مکعب محلول ما در الف را با پی پت در بالونی با ظرفیت

۵۰۰ سانتیمتر مکعب ریخته سپس آنرا به حجم می‌رسانند.

یک سانتی متر مکعب از محلول ما در ب = ۰/۱ میلیگرم P_2O_5

در رابطه با دامنه سنجش حجم مناسبی از محلول ما در ب انتخاب و تا حجم صد سانتیمتر مکعب آنرا رقیق می‌کنند.

راکتیف به روش اشیپلیت گربر Splittgerber

۱۰/۰ گرم هپتامولیدات هگزاآمونیم تتراهیدرات $(NH_4)_6 Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب آب حل کرده و در حالیکه آنرا سرد می‌کنند به آهستگی ۳۰۰ سانتیمتر مکعب اسید سولفوریک به نسبت یک به یک رقیق شده به آن می‌افزایند. این محلول را بایستی در بطر یهای قهوه‌ای رنگ نگهداری نمود.

راکتیف و انادات مولیدات (راکتیف VM)

به ۲۷۵ سانتیمتر مکعب آب با احتیاط ۱۲۵ سانتیمتر مکعب اسید سولفوریک اضافه می‌کنند.

در ۵۰۰ سانتیمتر مکعب آب جوشیده بدون کربنات و داغ یک گرم وانادات آمونیوم $(NH_4)_4 V_2O_7 \cdot H_2O$ و ۲۵ گرم مولیدات هگزاآمونیم تتراهیدرات را حل کرده، پس از سرد کردن در حالیکه آنرا بهم می‌زنند اسید سولفوریک رقیق به آن اضافه می‌کنند. مخلوط حاصل را در بالونی به ظرفیت ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب با آب جوشیده تا حجم ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب رقیق می‌نمایند.

روش کار

تعیین فسفات به روش اشیپلیت گربر

۱۰/۰ سانتیمتر مکعب نمونه مورد آزمایش را که در صورت لزوم خنثی و صاف شده است در لوله آزمایش می‌ریزند. سپس حدود ۳۰۰ میلیگرم کلرور سدیم به آن افزوده و بعد از حل کردن کلرور سدیم سه قطره محلول راکتیف اشیپلیت گربر و یک نوار قلع (۵۰×۵۰ میلیمتر) به مخلوط اضافه می‌کنند. بعد از آنکه لوله را مدت کمی تکان دادند، آنرا بحال خود

می‌گذارند پس از ده دقیقه نوار قلع را از لوله خارج کرده و رنگ مخلوط حاصل را با رنگ استاندارد فسفات که به همین روش آماده شده است، مقایسه می‌کنند. مقایسه رنگ بایستی در غلظت یک تا دو و نیم میلیگرم در هزار سانتیمتر مکعب انجام پذیرد.

- برای مقایسه رنگ لوله‌های رنگین که به همراه راکتیفها تحویل داده می‌شود نیز مناسب می‌باشند.

تعیین فسفات با راکتیف وانادات مولیبدات

۵۰/۰ سانتیمتر مکعب نمونه صاف شده را با ۱۰/۰ سانتیمتر مکعب وانادات مولیبدات کاملاً مخلوط می‌کنند. بعد از ۱۵ دقیقه کاهش شدت نور Extinktion را در دستگاه فتومتر و در طول موج ۴۰۵ نانومتر می‌سنجند. با کمک دیاگرام استاندارد اعداد بدست آمده را ارزشیابی می‌کنند (غلظت مجاز تا ۳۵ میلیگرم فسفات در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب).

در ارزشیابی عینی رنگ نمونه را با رنگ محلولهای استاندارد شده فسفات که به همان روش تهیه شده‌اند، مقایسه می‌کنند. برای مقایسه رنگ لوله‌های رنگین که به همراه راکتیفها تحویل داده می‌شوند نیز مناسب می‌باشند.

مقدار اسید سیلیسیک

راکتیفها و محلولها:

محلول ملیبدات آمونیم

در بالونی با حجم ۱۰۰ سانتیمتر مکعب ۵/۰ گرم پودر نرم هگزا آمونیم هپتامولیبدات تتراهیدرات $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ را در مخلوطی سرد شده از ۵۰۰ سانتیمتر مکعب آب عاری از اسید سیلیسیک بالون را به حجم می‌رسانند.

محلولهای استاندارد اسید سیلیسیک

- محلول ماده الف

محلول استاندارد سیلیس (آپول یک گرمی) را در بیست درجه سانتیگراد با آب عاری از

اسید سیلیسیک تا حجم ۲۰۰۰ سانتیمتر مکعب رقیق می‌کنند.

یک سانتیمتر مکعب محلول فوق = ۰/۵ میلیگرم $\text{Si} = ۱/۰۷$ میلیگرم SiO_2

- محلول ما در ب

۱۰/۰ سانتیمتر مکعب محلول ما در الف را در بالونی با ظرفیت ۱۰۰۰ سانتیمتر

مکعب ریخته و سپس از آب عاری از اسید سیلیسیک بالون را به حجم می‌رسانند.

یک سانتیمتر مکعب محلول فوق = ۵ میکروگرم $\text{Si} = ۱۰/۷$ میکروگرم SiO_2

در رابطه با دامنه سنجش حجم مناسبی از محلول انتخاب و آنرا تا حجم صد سانتیمتر مکعب رقیق می‌کنند.

اسید اکسالیک

۵/۰ گرم اسید اکسالیک جامد را در صد سانتیمتر مکعب آب عاری از اسید سیلیسیک

حل می‌نمایند.

محلول احیاکننده

۲/۰ گرم تترامتیل آمونیم فنل سولفات یا آمینونفتل سولفونیک اسید

$\text{C}_{14} \text{H}_{20} \text{N}_2 \text{O}_6 \text{S}$ و ۲۰/۵ گرم سولفیت پتاسیم ($\text{K}_2 \text{SO}_3$) را در صد سانتیمتر مکعب

آب عاری از اسید سیلیسیک حل می‌کنند.

آب عاری از اسید سیلیسیک

آب بی یون شده را در صورت لزوم قدری هیدراکسید پتاسیم افزوده و سپس آن را با

دستگاه آب مقطرگیری از جنس V2A و یا تفلون تقطیر می‌کنند. آب مقطر را در بطریهای

پلاستیکی نگهداری می‌نمایند.

دستورالعمل:

برای نمونه برداری از بطریهای پلاستیکی استفاده می‌کنند. ۵۰/۰ سانتیمتر مکعب

نمونه را در سیلندری (از جنس پلاستیک شفاف) با ۲/۰ سانتیمتر مکعب محلول مولیبدات

آمونیم (بوسیله پ پت و یا بورت) مخلوط می‌نمایند. سپس بعد از دقیقاً ۵ دقیقه ۲/۰

ساتیتمتر مکعب اسید اکسلات به مخلوط اضافه می‌کنند. بعد از تکان دادن سیلندر مجدداً مدت یک دقیقه صبر می‌کنند. سپس ۲/۰ ساتیتمتر مکعب محلول احیا کننده به محتوی سیلندر می‌افزایند. پس از ده دقیقه کاهش شدت نور را با فتومتر در طول موج حدود ۸۲۰ نانومتر در مقایسه با هوا می‌سنجند. ارزشیابی یا از طریق مقایسه ارقام و یا کمک منحنی استاندارد انجام می‌شود.

(حد آزمایش تا ۱۰ میلیگرم SiO_2 در ۱۰۰۰ ساتیتمتر مکعب).

برای ارزشیابی عینی از شیشه‌های رنگین که با راکتیفها تحویل داده می‌شوند می‌توان استفاده کرد. اسید سیلیسیک یکی از عوامل خطرناک تولید رسوب در کوره می‌باشند. اگر بدون زیر آب زدن کوره را به کار اندازیم بایستی غلظت اسید سیلیسیک را در آب تغذیه کمتر از ۰/۰۲ میلیگرم SiO_2 در ۱۰۰۰ ساتیتمتر مکعب نگهداریم. در غیر اینصورت بایستی ضوابط تعیین شده برای آب کوره را که بر مبنای عدد P بدست می‌آید رعایت نمود.

ضوابط تعیین شده برای اسید سیلیسیک در آب کوره

۱۶۰	۱۲۵	۸۰	۶۴	۴۰	۲۰	فشار کوره به بار
						حداکثر غلظت اسید
						سیلیسیک (میلیگرم SiO_2)
۰/۴	۱/۲	۴	۱۰	(۳۰+۳×P)	(۷۰+۷×P)	در ۱۰۰۰ سی سی

مقدار اکسیژن

محلولها:

- محلول کلرور منگنز: ۸۰۰ گرم کلرور منگنز Mn Cl_2 تتراهیدرات را در ۱۰۰۰ ساتیتمتر مکعب آب حل می‌کنند.

- محلول هیدراکسید و یدور پتاسیم.

۷۰۰ گرم هیدراکسید پتاسیم KOH را در ۵۵۰ ساتیتمتر مکعب آب حل کرده و ۱۵۰ گرم یدور پتاسیم JK را هم در ۱۵۰ ساتیتمتر مکعب حل می‌کنند. پس از سرد شدن محلول یدور

پتاسیم را به محلول هیدراکسید پتاسیم اضافه می‌نمایند.

- محلول تیوسولفات سدیم $\frac{1}{160}$ نرمال

محلول ید $0/001$ نرمال

- اسید سولفوریک: به ۱۰۰ سانتیمتر مکعب آب با احتیاط ۱۰۰ سانتیمتر مکعب اسید

سولفوریک غلیظ اضافه می‌کنند.

- محلول استات سدیم: ۴۵۰ گرم استات سدیم تری‌هیدرات را در قدری آب حل کرده و تا

حجم ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب آنرا رقیق می‌کنند.

محلول نشاسته

دستورالعمل

برای آزمایش احتیاج به دو بطری مخصوص سر سمباده‌ای مایل با ظرفیت‌های

استاندارد شده ۵۵۰ تا ۶۵۰ سانتیمتر مکعب می‌باشد (بطری اکسیژن). نمونه‌برداری بایستی

طوری انجام گیرد که از ورود هوا به داخل شیشه جلوگیری شود. برای این منظور آب را از

طریق یک لوله لاستیکی تا ته بطری که در داخل سطلی قرار دارد هدایت کرده، می‌گذارند

مدت ده دقیقه آب از بطری سر ریز کند.

اولین بطری را با علامت OX و دومین بطری را با علامت Red نشانه‌گذاری می‌کنند.

بطری OX را با اضافه کردن یک حلقه فلزی، سنگین کرده و آنرا در سطلی قرار می‌دهند و

همانطوریکه شرح داده شد آنرا از آب مورد آزمایش پر می‌کنند. افزودن قسمتی از راکتیفها

بلافاصله و زیر آب انجام می‌شود. برای اینکار از داخل آب که بطری را پوشانده بوسیله پی‌پت

اکسیژن و یا بهتر است با آمپول تزریق ۱/۵ سانتیمتر مکعب محلول کلرور منگنز و بلافاصله

۱/۵ سانتیمتر مکعب محلول هیدراکسید پتاسیم (یدیت پتاسیم‌دار) به داخل بطری تزریق

می‌نمایند. بعد از بستن در بطری زیر آب آنرا برای مدت کوتاهی از داخل سطل برداشته و

چندین مرتبه آنرا می‌چرخانند. بعد از ته نشین شدن رسوب بطری OX را برداشته در آب آنرا

باز کرده و به محتوی آن ۵/۵ سانتیمتر مکعب اسید سولفوریک می‌افزایند. اضافه کردن اسید

بایستی چند سانتیمتر از سطح آب پایین تر انجام شود. بعد از بستن در بطری محتوی آنرا

خوب مخلوط کرده و پس با سیلندر اندازه‌گیری ۵۰۰ سانتیمتر مکعب از آنرا به داخل ارلن

مایری که قبلاً ۲۰ سانتیمتر مکعب استات سدیم در آن ریخته‌اند منتقل می‌نمایند. به محتوی ارلن مایر به ترتیب یک گرم یدیت پتاسیم، ۱۰ سانتیمتر مکعب (بابورت) محلول ید ۰/۰۰۱ نرمال (در مورد نمونه‌هایی که مواد احیاء کننده بیشتری دارند بایستی مقدار بیشتری محلول ید اضافه کرد) و بالاخره ۲ سانتیمتر مکعب محلول نشاسته اضافه می‌کنند. سپس مخلوط حاصل را با استفاده از میکروپورت با محلول تیوسولفات سدیم $\frac{1}{160}$ نرمال تیترو می‌کنند. بطری Red را بعد از شستن با آب مورد آزمایش (خارج از سطل) از آب پر می‌کنند. ۵۰۰ سانتیمتر مکعب آنرا برداشته و به داخل ارلن مایری که دارای ۲۰ سانتیمتر مکعب استات سدیم می‌باشد منتقل می‌نمایند. سپس مواد زیر را به ترتیب به محتوی ارلن مایر می‌افزایند:

۳/۵ سانتیمتر مکعب اسید سولفوریک، تقریباً یک گرم یدور پتاسیم، بوسیله بورت ۱۰ سانتیمتر مکعب محلول ید ۰/۰۰۱ نرمال (در مورد نمونه‌هایی که دارای مواد احیاء کننده بیشتری هستند بایستی مقدار بیشتری محلول ید اضافه کرد) و ۲ سانتیمتر مکعب نشاسته. محتوی ارلن مایر را مثل بطری OX با محلول تیوسولفات سدیم $\frac{1}{160}$ نرمال تیترو می‌کنند. نتیجه گیری:

$$C'_{O} = 100 (V_{ox} - V_{Red})$$

C'_{O} = غلظت اکسیژن به میکروگرم در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب

V_{ox} = حجم تیوسولفات مصرفی برای بطری OX به سانتیمتر مکعب

V_{Red} = حجم تیوسولفات مصرفی برای بطری Red به سانتیمتر مکعب

مقدار کلرور

محلولها:

- محلول نترات نقره $\frac{1}{50}$ نرمال $AgNO_3$

- محلول کرومات پتاسیم ۱۰٪ ۱۰ گرم کرومات پتاسیم را در ۹۰ سانتیمتر مکعب

آب حل می‌کنند. K_2CrO_4

دستور العمل

حجم نمونه مورد آزمایش را بایستی طوری انتخاب کرد که در موقع تیتراسیون حداقل

۱/۵ سانتیمتر مکعب و حداکثر ۵۰ سانتیمتر مکعب محلول نیترات نقره $\frac{1}{5}$ نرمال مصرف شود. نمونه را با راکتیفهایی که عاری از کلرور هستند خنثی کرده، سپس یک سانتیمتر مکعب کرومات پتاسیم به آن می‌افزایند و روی صفحه‌ای سفید تا تغییر رنگ از زرد سبز به قهوه‌ای قرمز آن را تیترو می‌کنند.

یک سانتیمتر مکعب محلول نیترات نقره $\frac{1}{5}$ نرمال معادل 0.7091 میلی‌گرم یون کلر می‌باشد.

$$C'_{Cl} = 709 \frac{V_m}{V}$$

نتیجه‌گیری:

در این رابطه:

$$C'_{Cl} = \text{غلظت کلرور به میلی‌گرم در } 1000 \text{ سانتیمتر مکعب}$$

$$V_m = \text{حجم محلول استاندارد مصرفی به سانتیمتر مکعب}$$

$$V = \text{حجم نمونه به سانتیمتر مکعب}$$

شناخت غلظت کلرور در آب خام، آب تغذیه و آب کوره برای کار کوره از اهمیت بسزایی برخوردار است، زیرا بوسیله آن نسبت تعلیظ را می‌توان محاسبه کرد.

$$\text{نسبت تغلیظ} = \frac{\text{غلظت کلرور در آب کوره}}{\text{غلظت کلرور در آب تغذیه}}$$

مقدار هیدراتسین $N_2 H_4$

راکتیفها و محلولها

- محلول دی متیل آمونیم - بنزآلدهید $C_9 H_{11} NO$

محلول الف:

$2/0$ گرم دی متیل آمونیم - بنزآلدهید $(C_9 H_{11} NO)$ را در 100 سانتیمتر مکعب

اتانول مطلق حل میکنند.

محلول ب:

$2/0$ گرم دی متیل آمونیوم بنزآلدهید $(C_9 H_{11} NO)$ را در 100 سانتیمتر مکعب

اسید سولفوریک یک نرمال حل می‌کنند.

محلولهای استاندارد هیدراتسین

۰/۴۰۶ گرم سولفات هیدراتسین را در یک بالون یک لیتری حل کرده و سپس به حجم می‌رسانند. (محلول مادر)

۱ سانتیمتر مکعب محلول مادر = ۰/۱ میلی‌گرم هیدراتسین $N_2 H_4$

در رابطه با دامنه اندازه‌گیری حجم‌های مناسب از محلول مادر را برداشته و تا حجم ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب آنرا رقیق می‌کنند.

- اسیدکلریدریک ۲۵٪

دستورالعمل

درجه حرارت محلولهای مورد آزمایش و استاندارد بایستی بین ۲۰ تا ۲۵ درجه سانتی‌گراد باشد.

روش کولیمتری یارنگ سنجی

۵/۰ سانتیمتر مکعب محلول مورد آزمایش را در لوله آزمایش ریخته و با ۵/۰ سانتیمتر مکعب محلول الف دی متیل آمونیم بنزآلدهید ($C_9 H_{11} NO$) و همچنین ۵/۰ سانتیمتر مکعب اسید کلریدریک مخلوط می‌کنند. سپس رنگ محلول حاصل را با محلول استاندارد هیدراتسین که به همین روش تهیه شده است، مقایسه می‌نمایند. مقایسه رنگ بایستی در غلظتی بین ۰/۰۵ تا ۱/۰ میلی‌گرم در هر ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب انجام پذیرد.

- برای مقایسه رنگ لوله‌های رنگین که همراه با بسته راکتیفها از طرف سازندگان مختلف تحویل داده می‌شوند، مناسب هستند.

روش فتومتری

۵۰/۰ سانتیمتر مکعب نمونه را (در صورت لزوم صاف شده آن را) با ۱۰/۰ سانتیمتر مکعب محلول ب دی متیل آمونیم بنزآلدهید ($C_9 H_{11} NO$) مخلوط کرده و بعد از ده دقیقه میزان کاهش شدت نور را با فتومتر در طول موج حدود ۴۵۸ نانومتر در مقابل هوا می‌سنجند. ارزشیابی از طریق ارقام استاندارد و یا با کمک منحنی استاندارد در محدوده غلظتهای

فوق‌الذکر انجام می‌شود.

پرمنگنات پتاسیم مصرفی

مصرف پرمنگنات پتاسیم میزانی است برای مقدار مواد آلی.

راکتیوها و محلولها

- پورد سنگ پا

- محلول پرمنگنات پتاسیم ۰/۰۱ نرمال

- محلول هیدراکسید سدیم ۳٪ ۳۰ گرم هیدراکسید سدیم را در ۹۷ سانتیمتر مکعب آب حل می‌کنند.

- اسید اکسالیک ۰/۰۱ نرمال

- اسید سولفوریک تقریباً ۲۵٪

دستورالعمل

۱۰۰/۰ سانتیمتر مکعب نمونه مورد آزمایش را در ارلن مایری با حساب خنک کن و با ظرفیت ۳۰۰ سانتیمتر مکعب ریخته و پس از اضافه کردن ۵ سانتیمتر مکعب اسید سولفوریک (۲۵٪) و یک تا دو گرم پودر سنگ پا روی توری آسبست آنرا به جوش می‌آورند. سپس خیلی سریع به مخلوط جوشان ۱۵/۰ سانتیمتر مکعب محلول پرمنگنات پتاسیم ۰/۰۱ نرمال افزوده و به حرارت دادن ادامه می‌دهند تا مخلوط دوباره به جوش آید. مدت ده دقیقه مخلوط را به حالت جوش خفیف نگه می‌دارند. بعد از آن ۱۵/۰ سانتیمتر مکعب اسید اکسالیک (تیتراسیون بایستی با سرعت انجام شود) به مخلوط اضافه کرده و تا زمانیکه مخلوط کاملاً بیرنگ شود به حرارت دادن ادامه می‌دهند. مخلوط بیرنگ شده را با محلول پرمنگنات پتاسیم ۰/۰۱ نرمال تا ظهور و مدت کوتاهی باقی ماندن رنگ صورتی تیترا می‌کنند.

در حالتی که مقدار پرمنگنات پتاسیم مصرف کمتر از ۳ سانتیمتر مکعب باشد بایستی آزمایش را با مقدار بیشتری از نمونه مورد آزمایش تکرار کرد و بر عکس اگر مقدار پرمنگنات مصرفی بیشتر از ۱۰ سانتیمتر مکعب شد بایستی مقدار کمتری از نمونه مورد آزمایش را

انتخاب و با آب جوشیده تا حجم ۱۰۰ سانتیمتر مکعب آنرا رقیق نمود. مقدار پرمنگنات مصرفی آبی که برای رقیق کردن مصرف شده است و همچنین فاکتور محلول پرمنگنات پتاسیم ۰/۰۱ نرمال (فاکتور را با محلول ۰/۰۱ نرمال اسید اکسالیک تعیین می‌کنند) را بایستی در محاسبه ملحوظ داشت.

چنانکه نمونه مورد آزمایش و نمونه رقیق شده بیشتر از ۳۰۰ میلیگرم کلر در لیتر داشته باشد لازم است که روش فوق را به شرح زیر تغییر داد.

۱۰۰/۰ سانتیمتر مکعب آب را بعد از اضافه کردن ۰/۵ سانتیمتر مکعب محلول هیدراکسید سدیم ۳٪ و ۲ گرم پودر سنگ پا ذوب شده بجوش می‌آورند. سپس ۱۵/۰ سانتیمتر مکعب محلول پرمنگنات پتاسیم به مخلوط افزوده و به حرارت دادن ادامه می‌دهند تا محتوی بالون به جوش آید. دقیقاً ده دقیقه مخلوط را به حالت جوش نگه می‌دارند. بعد از این مدت به مخلوط جوشان ۱۵/۰ سانتیمتر مکعب اسید اکسالیک ۰/۰۲ نرمال و بلافاصله ۵ سانتیمتر مکعب اسید سولفوریک (حدود ۲۵٪) می‌افزایند. مخلوط کاملاً بیرنگ شده را با ۱ سانتیمتر مکعب محلول پرمنگنات پتاسیم ۰/۰۱ نرمال = ۰/۳۱۶ میلیگرم تا پرمنگنات تا ظهور در مدت کوتاهی باقیماندن رنگ صورتی تیر می‌نمایند.

$$C_{KMnO_4} = 316 \times (V_1 - V_2 \frac{V_w}{100}) \times \frac{f}{V}$$

نتیجه گیری:
در این رابطه:

$$C_{KMnO_4} = \text{پرمنگنات مصرفی بر حسب میلیگرم در } 1000 \text{ سانتیمتر مکعب}$$

$$V_1 = \text{پرمنگنات مصرفی برای نمونه رقیق شده به سانتیمتر مکعب}$$

$$V_w = \text{حجم آب مصرفی برای رقیق کردن}$$

$$V = \text{حجم نمونه}$$

$$f = \text{فاکتور محلول پرمنگنات}$$

اثبات وجود شکر (قند)

آزمایش وجود شکر در آب کندانس که برای تغذیه کوره بخار مصرف می‌شود از اهمیت بسزائی برخوردار است. به دو سانتیمتر مکعب نمونه مورد آزمایش پنج قطره محلول تازه آلفا نفتول ۲۰ گرم در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب اتانول) افزوده و با احتیاط ۱۰ سانتیمتر مکعب اسید سولفوریک غلیظ از دیواره ظرف به داخل مخلوط وارد می‌کنند. ایجاد

حلقه صورتی رنگ و یا بنفش مبین وجود شکر در نمونه می باشد. با این روش میتوان وجود شکر را تا حداکثر ۱۰ میلیگرم شکر در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب اثبات نمود.
- در آب کوره شکر قابل اثبات نمی باشد ولی تولیدات انشقاقی آنرا بصورت مواد آلی می توان تعیین نمود. برای تعیین مقدار آهن به فصل سوم مراجعه شود.

۱۹- آب کندانس و آب تغذیه

اثبات وجود شکر

اثبات وجود شکر انجام می شود. در حالتی که وجود شکر اثبات گردد توصیه می شود مقدار شکر به روش پولاریمتری نیز تعیین گردد.

درصد قند (پولاریزاسیون)

لوله پولاریمتر را از نمونه مورد آزمایش که تا بیست درجه سانتیگراد سرد کرده اند پر کرده و عدد تعیین شده با پولاریمتر را در رابطه با طول لوله در ضریب ۰/۲۶ ضرب می کنند.

پ هاش pH

پ هاش را به روش الکترومتری تعیین می کنند.

آب سرد

پ هاش

پ هاش را به روش الکترومتری تعیین می کنند.

- عدد پ هاش نبایستی کمتر از ۷/۲ باشد. پ هاش آب برگشتی از برجهای خنک کن نباید از عدد ۸/۳ تجاوز کند، در غیر اینصورت قسمتهای چوبی خنک کن صدمه می بیند.

سختی

- مخصوصاً آب سرد بایستی دارای سختی کربناته کمتری باشد. در رابطه با درجه

حرارت سختی آن نباید از ۸ تا ۱۰ درجه سختی آلمانی (۲/۹ تا ۳/۳ میلی‌اکوالنت در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب) تجاوز نماید. سختی آب برگشتی از برج خنک‌کن هم نباید از ۵ درجه سختی آلمانی (۱۰ میلی‌اکویوالنت در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب) بیشتر باشد. رسوب حاصل بعد از تبخیر

برای تعیین مواد باقی‌مانده تبخیر بایستی نمونه را بوسیله کاغذ صافی و یا فیلتر ممبران با منافذ ۰/۴۵ میکرومتر صاف کرد. مثلاً ۱۰۰/۰ سانتیمتر مکعب از صاف شده را در جام پلاتینی (یا جام چینی و یا سنگی) که وزن آن قبلاً تعیین شده است، روی حمام آب گرم تبخیر می‌کنند. باقی‌مانده تبخیر را سپس در اتو و در ۱۰۵ درجه سانتیگراد تا رسیدن به وزن ثابت خشک می‌نمایند. قبل از توزین لازمست که جام را به مدت ۳۰ دقیقه در اکسی‌کاتور قرار دهند.

$$C' = 1000 \frac{m_1 - m_2}{V} \quad \text{نتیجه‌گیری:}$$

در این رابطه:

$$C' = \text{باقیمانده تبخیر به میلی‌گرم در } 1000 \text{ سانتیمتر مکعب}$$

$$m_1 = \text{وزن نمونه و جام به میلی‌گرم بعد از خشک کردن}$$

$$m_2 = \text{وزن جام به میلی‌گرم}$$

$$V = \text{حجم نمونه به سانتیمتر مکعب}$$

- مقدار باقیمانده تبخیر نبایستی بیشتر از ۳ گرم در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب باشد.

پرمنگنات پتاسیم مصرفی

تعیین مقدار پرمنگنات پتاسیم طبق بند ۱۲-۲-۵-۲ انجام می‌شود.

- بالاترین حد مقدار پرمنگنات پتاسیم مصرفی ۲۵۰ میلی‌گرم در لیتر باید باشد در غیر اینصورت سبب ایجاد قارچ و باکتری خواهد شد.

آب کانال - آب شستشو

pH هاش

پ هاش را طبق بند ۱-۲-۵-۲ به روش الکترومتری تعیین می‌کنند.

پ هاش حدود ۱۱ برای آب کانال، قلیایی شده به منظور جلوگیری از آلودگی (انفکسیون) کافی خواهد بود.

مقدار مواد قابل ته نشین شدن

برای تعیین مقدار مواد قابل ته نشین شدن، بلافاصله بعد از نمونه بردار ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب نمونه مورد آزمایش را با احتیاط و بدون آنکه تکان بخورد در مخروط سدیماتاسیون (مخروط ته نشین ایمبوف Imhoff میریزند. مخروط را در حین ته نشین شدن چندین بار روی محور عمودی اش می‌چرخانند. بعد از دو ساعت حجم مواد ته نشین شده را از روی درجات حک شده روی مخروط قرائت میکنند.

در حالتی که حجم مواد ته نشین شده کمتر از ۲ سانتیمتر مکعب در لیتر باشد ارقام تعیین شده را به ۰/۱ سانتیمتر مکعب گرد مینمایند. ولی اگر حجم مواد ته نشین شده بیشتر از ۲ سانتیمتر مکعب در لیتر شد ارقام مذکور را به ۰/۵ سانتیمتر مکعب گرد میکنند. برای آزمایش دقیق تر میتوان مقدار مواد ته نشین شده آلی و معدنی را بطور جداگانه تعیین نمود. این عمل را طبق روش مشروح زیر انجام میدهند:

نخست محلولی را که در بالا قرار گرفته است با احتیاط از مخروط خارج میکنند. سوزن پس مواد باقیمانده را همراه با آب به گروزه با صافی شیشه‌ای که قبلاً ذوب شده و پس از سرد شدن وزن آن تعیین گردیده است. منتقل میکنند. محتوی گروزه را تا رسیدن به وزن ثابت در ۱۰۵ درجه سانتیگراد خشک کرده و قبل از توزین، گروزه را به مدت ۳۰ دقیقه در اکسی کاتور قرار می‌دهند وزن مواد باقیمانده در گروزه را با دقت یک میلیگرم تعیین می‌کنند وزن تعیین شده مبین وزن کل مواد آلی و معدنی قابل ته نشین شدن بر حسب میلیگرم در لیتر می‌باشد.

برای تعیین وزن مواد آلی و معدنی بطور جداگانه گروزه را به مدت ۳۰ دقیقه در ۵۵۰ درجه سانتیگراد حرارت می‌دهند سپس آنرا در اکسی کاتور وزن کرده وزن مواد باقیمانده را با

دقت یک میلیگرم معین می‌کنند وزن تعیین شده برابر است مقدار مواد معدنی قابل ته‌نشین شدن.

اگر وزن مواد معدنی را از وزن کل که در بالا تعیین گردید کسر نمایند وزن مواد آلی قابل ته‌نشین شدن بدست خواهد آمد مقادیر تعیین شده مذکور را بایستی بر حسب میلیگرم در لیتر یا گرم در متر مکعب ارائه داد.

فاضل آب

اکسیژن شیمیایی لازم CSB یا COD

اکسیژن شیمیایی لازم به مقداری اکسیژن اطلاق می‌شود که بصورت کرومات پتاسیم تحت شرایط معین برای اکسیده کردن مواد آلی موجود در آب مصرف می‌شود.

راکتیف‌ها و محلولها

– محلول سولفات آمونیم آهن $(\text{NH}_4)_2 \text{Fe}(\text{SO}_4)_2$

– محلول معرف فریون

– گلوله شیشه‌ای با قطر ۳ میلیمتر

– سولفات مرکور - پتاسیم ۰.۲۵٪ نرمال

– سولفات مرکور - سولفات جیوه HgSO_4

اسید سولفوریک غلیظ (دارای سولفات نقره $\text{Ag}_2 \text{SO}_4$): ۱۰ گرم سولفات نقره را در

۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب اسید سولفوریک غلیظ حل می‌کنند (به سختی حل می‌شود).

دستورالعمل:

در بالون ته‌گرد سر سمباده‌ای با ظرفیت ۲۵۰ سانتیمتر مکعب به ۲۰ سانتیمتر مکعب

آب مورد آزمایش با پی‌پت ۱۰ سانتیمتر مکعب کرومات پتاسیم ۰/۲۵ نرمال و همچنین ۵

گلوله شیشه‌ای (برای کمک به جوشیدن) ۰/۴ گرم سولفات جیوه* اضافه کرده سپس ۴۰

*- افزودن ۰/۴ گرم سولفات جیوه برای بی‌اثر کردن ۴۰ میلیگرم کلرور و با ۲ گرم کلرور در یک لیتر کفایت

سانتیمتر مکعب اسید سولفوریک غلیظ (دارای سولفات نقره) را در چند قسمت به محتوی بالون می‌افزایند. بعد از اضافه کردن اولین قسمت بالون را آنقدر تکان می‌دهند تا رسوب ایجاد شده به کلی حل شود. روی بالون سرد کن برگشتی (رفرژیران - کندانسور) سر سمباده‌ای را سوار کرده و آنرا بدون استفاده از صفحه آزیست با شعله کم مشعل‌گازی و یا با اجاق برقی حرارت می‌دهند بطوریکه محتوی بالون در حال جوشیدن باشد. در این حالت مدت ده دقیقه نگه می‌دارند (شدت جوشیدن بایستی به اندازه‌ای باشد که از سردکن برگشتی در هر ۲ ثانیه یک قطر آب چکه کند). بعد از این مدت بالون را با سردکن در آب خنک سرد می‌کنند. سردکن برگشتی را با ۵۰ سانتیمتر مکعب آب مقطر مقاوم در مقابل اکسیداسیون شسته و پس از سرد کردن بالون زیر شیر آب، ۲ قطره محلول فریون به محتوی بالون افزوده و با محلول سولفات آمونیم آهن (با استفاده از بورت با حجم ۲۵ سانتیمتر مکعب) تا تغییر رنگ از سبز زرد به آبی سبز و بالاخره به قهوه‌ای سرخ تیترا می‌نمایند. تغییر رنگ را با کم و زیاد کردن یک قطره به خوبی میتوان تشخیص داد. برای تعیین نرمالیت محلول سولفات آهن به محلولی که دقیقاً تیترا شده است، مقدار ۱۰/۰ سانتیمتر مکعب محلول کرومات پتاسیم ۰/۲۵ نرمال افزوده و با محلول سولفات آهن تا ظاهر شدن رنگ اولیه مخلوط (قبل از اضافه کردن محلول کرومات) تیترا می‌کنند. برای محاسبه نرمالیت به فرمول پائین مراجعه شود.

رقم شاهد را تحت شرایط مذکور با ۲۰/۰ سانتیمتر مکعب آب بدون یون تعیین می‌کنند.

نتیجه:

$$C_{CSB} = 8000 \cdot c \cdot \frac{(V_1 - V_2)}{V}$$

در این رابطه:

C_{CSB} = اکسیژن شیمیایی لازم به صورت O_2 به میلی‌گرم در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب

c = نرمالیت محلول

V_1 = حجم محلول سولفات آمونیم آهن مصرفی برای آزمایش شاهد به سانتیمتر

مکعب

می‌کند.

V_2 = حجم محلول سولفات آمونیم آهن مصرفی برای نمونه به سانتیمتر مکعب

V = حجم نمونه به سانتیمتر مکعب

محاسبه نرمالیده:

$$c = 0/25 \frac{V_M}{V_X}$$

در این رابطه:

V_M = حجم محلول کرومات پتاسیم افزوده شده (با پی پت) به سانتیمتر مکعب

V_X = حجم محلول سولفات آمونیم آهن مصرفی به سانتیمتر مکعب

– در این روش تأثیر کلرور مخصوصاً در غلظت‌های زیاد به کلی از بین نمی‌رود. بدینجهت با در نظر گرفتن قوانین فاضل آب گروه تخصصی شیمی آب در انجمن شیمیست‌های آلمان (GDCH) و انستیتو استاندارد آلمان روش جدیدی که در ضمن روش پیچیده‌ای نیز است ارائه داده‌اند.

اکسیژن بیوشیمیایی لازم BSB یا BOD

اکسیژن بیوشیمیایی لازم به مقدار اکسیژن اطلاق می‌شود که بوسیله میکروارگانیسم‌ها در بیست درجه سانتیگراد برای تجزیه مواد آلی موجود در آب به طریق اکسیداسیون مصرف می‌گردد. مدت تأثیر میکروارگانیسم‌ها را معمولاً ۵ روز انتخاب می‌کنند (BOD_5 یا BSB_5). تعیین غلظت اکسیژن بلافاصله بعد از رقیق کردن نمونه و بعد از گذشت زمان تأثیر میکروارگانیسم‌ها انجام می‌شود. اختلاف بین دو رقم تعیین شده با در نظر گرفتن نسبت رقیق کردن نمونه و مدت تأثیر میکروارگانیسم‌ها مبین اکسیژن بیوشیمیایی لازم می‌باشد.

راکتیف‌ها و محلول‌ها

– ۳۶۰ گرم هیدراکسید سدیم، ۲۰۰ گرم یدور پتاسیم و ۵ گرم آزید سدیم (سمی) N_2N_3 در آب بدون یون حل کرده، مخلوط حاصل را تا حجم ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب رقیق می‌کنند.

– محلول کلرور منگان $MnCl_2$

۸۰۰ گرم کلرور منگان تتراهیدرات ($\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) را در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب آب بدون یون حل می‌کنند.

– تیوسولفات سدیم ۰/۰۱ نرمال

– اسید فسفریک تقریباً ۰/۸۵٪ (وزن مخصوص $Q = 1/71$ گرم بر سانتیمتر مکعب)

– محلول نشاسته

– آب برای رقیق کردن

آب برای رقیق کردن آبی بدون یون است که با اکسیژن اشباع شده باشد و ارزش اکسیژن بیوشیمیایی لازم آن ($\text{BOD}_5 =$ اکسیژن بیوشیمیایی مصرفی بعد از ۵ روز) کمتر از یک باشد. به هر لیتر آب مذکور یک سانتیمتر مکعب مواد غذایی زیر اضافه می‌کنند:

محلول یک

– ۸/۵ گرم دی‌هیدروژن فسفات پتاسیم (KH_2PO_4)، ۲۱/۷۵ گرم هیدروژن فسفات پتاسیم (K_2HPO_4)، ۳۳/۴ گرم هیدروژن فسفات دی سدیم (Na_2HPO_4) و ۱/۷ گرم کلرور آمونیم را در ۵۰۰ سانتیمتر مکعب آب بدون یون حل کرده، محلول حاصل را تا حجم ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب رقیق می‌کنند. پ هاش محلول باید ۷/۲ باشد.

محلول دو

– ۲۲/۵ گرم سولفات منیزوم ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) را در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب آب بدون یون حل می‌کنند.

محلول سه

– ۲۷/۵ گرم کلرور کلسیم (CaCl_2) را در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب آب بدون یون حل می‌نمایند.

محلول چهار

– ۰/۲۵ گرم کلرور فریک ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) را در یک لیتر آب بدون یون حل می‌نمایند.

آب مخصوص رقیق کردن را بایستی قبل از مصرف چندین مرتبه هوا داده شود تا قابل مصرف و با اکسیژن اشباع گردد.

آب مذکور در تاریکی بایستی نگهداری شود (خطر ایجاد جلبک)

آماده کردن نمونه:

آبهای کثیف را که اکسیژن آنها حتی بعد از هوا دادن هم برای پوشش اکسیژن بیوشیمیایی لازم کفایت نمی‌کند، بایستی با آب مخصوص رقیق کردن که با اکسیژن اشباع شده است آنقدر رقیق نمود تا غلظت اکسیژن آن بعد از تأثیر میکروارگانیسمها حداقل ۲ میلیگرم در لیتر باشد. آبهایی که از فعالیت اسیدی و یا بازی قوی برخوردارند، بایستی پ هاش آنها را بین ۷ تا ۸ تنظیم نمود.

آبهای عاری از باکتری مثل آب کندانس و یا آبهایی که از حد غایی اسیدی و یا بازی برخوردارند، به هر لیتر نمونه رقیق شده آنها ۰/۳ سانتیمتر مکعب فاضل آب ته نشین شده منازل، ۲ سانتیمتر مکعب آب تصفیه شده بیولوژیکی و یا ۵ تا ۱۰ سانتیمتر مکعب آب رودخانه اضافه می‌کنند. مایع تلقیح را وقتی تزریق می‌کنند که نمونه را حداقل با نصف مقدار آب پیش‌بینی شده مخصوص رقیق کردن، رقیق کرده باشند. آبهایی که پیش‌بینی مقدار اکسیژن بیوشیمیایی لازم آنها به عللی مشکل است، به خاطر اینکه از درجه اطمینان بیشتری برخوردار باشند بایستی آنها را در چندین مرحله رقیق نمود.

آب مورد آزمایش و آب برای رقیق کردن را در بالون‌های اندازه‌گیری با ظرفیت ۵۰۰ و یا ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب با یکدیگر مخلوط می‌کنند. با مخلوط مذکور دو تا سه بطری اکسیژن* را بدون حباب هوا پر می‌کنند. البته می‌توان مقدار معینی از آب مورد آزمایش را در بطری‌ها ریخت و سپس با آب مخصوص رقیق کردن بطریها را پر کرد (بدون اینکه آب مورد آزمایش ضایع گردد). در یک بطری مقدار اکسیژن را بلافاصله تعیین کرده و در بطری دیگر و یا بطریهای دیگر بعد از گذشت ۵ روز (در تاریکی و در ۲۰ درجه سانتیگراد) غلظت اکسیژن را معین می‌کنند. در ضمن بطری دیگری را که با آب مخصوص رقیق کردن پر کرده‌اند و مایع تلقیح نیز به آن تزریق نموده‌اند بعد از گذشت ۵ روز مورد آزمایش قرار می‌دهند.

* - بطریهای سر سمباده‌ای مایل با حجم دقیق ۱۰۰ و یا ۲۵۰ سانتیمتر مکعب

جدول مربوط به حجم نمونه (برای بطریهایی با ظرفیت ۲۵۰ تا ۳۰۰ سانتیمتر مکعب)

تعداد آب مصرفی لازم سانتیمتر مکعب		رقم مورد انتظار BOD ₅ میلی گرم دسیمتر مکعب	
۱۰۰	۵۰	کمتر از ۱۰	
۵۰	۲۰	۱۰ تا ۵۰	
۲۰	۱۰	۵۰ تا ۱۵۰	
۲۰	۱۰	۱۵۰ تا ۳۵۰	
۱۰	۵	۳۵۰ تا ۷۰۰	
۵	۲	۷۰۰ تا ۲۰۰۰	
۲	۱	۲۰۰۰ تا ۳۵۰۰	
۱	۰/۵	۳۵۰۰ تا ۶۵۰۰	
۰/۵	۰/۲	۶۵۰۰ تا ۱۰۰۰۰	
۰/۲	۰/۱	۱۰۰۰۰ تا ۳۰۰۰۰	
۰/۱	۰/۵	۳۰۰۰۰ تا ۱۰۰۰۰۰	
۰/۰۵	۰/۰۲	بیش از ۳۰۰۰۰	

تعیین مقدار اکسیژن

در بطری در باز با ظرفیت ۱۰۰ سانتیمتر مکعب با پی پت ۰/۵ سانتیمتر مکعب (برای بطری‌های با حجم ۲۵۰ سانتیمتر مکعب، ۱ سانتیمتر مکعب) کلرورمنگنز ($MgCl_2$) را کتیف راسب می‌ریزند. در بطری را بلافاصله بسته و محتوی آنرا خوب مخلوط می‌کنند. بعد از ته نشین شدن رسوب در بطری را باز کرده و با پی پت ۲ سانتیمتر مکعب اسید فسفریک به محتوی بطری می‌افزایند. در بطری را دوباره بسته و بطری را آنقدر تکان می‌دهند تا رسوب آن کاملاً حل شود. مدت چند دقیقه‌ای بطری را به حال خود می‌گذارند و سپس با اضافه کردن یک سانتیمتر مکعب محلول نشاسته محتوی بطری را با محلول تیوسولفات

۰/۰۱ نرمال تا بیرنگ شدن مخلوط تیترومی کنند (محلول نشاسته را چند لحظه قبل از پایان تیتراسیون اضافه می کنند).

$$C_0 = 80 \frac{V_M}{V_1 - V_2}$$

$$Z = C_0 (\text{بعد از ۵ روز}) - C_0 (\text{بلافاصله})$$

در این رابطه:

C_0 = غلظت اکسیژن به میلیگرم در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب

Z = اکسیژن مصرف شده به میلیگرم در ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب

V_M = حجم محلول اندازه گیری مصرفی به سانتیمتر مکعب

V_1 = حجم محتویات بطری به سانتیمتر مکعب

V_2 = حجم راکتیف ها به سانتیمتر مکعب

$$BOD_5 = BSB_5 = \frac{V_1}{V} (z_1 - z_2) + z_2$$

BSB_5 = اکسیژن بیوشیمیایی لازم بعد از ۵ روز بصورت O_2 به میلیگرم

V_1 = حجم بالون اندازه گیری (۵۰۰ یا ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب) و یا حجم

محتویات بالون

z_1 = اکسیژن مصرف شده بصورت O_2 به میلیگرم در مایع رقیق شده

z_2 = اکسیژن مصرف شده بصورت O_2 به میلیگرم در لیتر در آب مخصوص رقیق

کردن

V = حجم نمونه رقیق نشده به سانتیمتر مکعب

در حالی که نسبت رقیق کردن ۱ به ۱۰۰ و یا بیشتر باشد، رابطه فوق به رابطه زیر

تبدیل میشود:

$$BSB_5 = \frac{V_1}{V} (z_1 - z_2)$$

مقدار پرمنگنات پتاسیم مصرفی

تعیین مقدار پرمنگنات پتاسیم مصرفی طبق روش قبل انجام می شود.

۲۰- تعیین آهک فعال

اصول: آهک فعال، آهکی است که واکنش نشان می‌دهد و در کربناتاستیون اول و دوم بطور کامل تبدیل به کربنات کلسیم می‌شود و همچنین با ساکاروز تولید سوکرات کلسیم می‌نماید.

لوازم و مواد

ترازوی آنالیتیک با دقت ۰/۰۰۱ گرم
 بورت مدرج با درجات ۰/۰۵ میلی لیتری
 پی پیت ۵۰ میلی لیتری
 بالون ۵۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری
 ارلن مایر ۳۰۰ میلی لیتری
 محلول فنل فتالئین ۱٪ الکلی
 اسید کلریدریک ۱/۲/۸ نرمال (تیرازول) ۱/۱۰ نرمال
 محلول ساکاروز ۲۰٪

روش کار

۲۵۰ گرم پودر آهک یکنواخت را دقیقاً وزن کرده و به یک بالون یک لیتری با آب مقطر منتقل می‌کنند. پس از مخلوط کردن آنرا به حجم می‌رسانند. سپس با پی پیت ۵۰ میلی لیتر از محلول آب آهک را در یک بالون یک لیتری ریخته و آب شستشوی پی پیت را به آن اضافه می‌کنند. پس از اضافه کردن ۵۰۰ میلی لیتر محلول ساکاروز ۲۰٪ بالون را با آب مقطر به حجم رسانیده و مدت ۳۰-۱۵ دقیقه آنرا بحال خود می‌گذارند. در طول این مدت چندین مرتبه بالون را تکان می‌دهند سپس محتوی بالون را صاف کرده و از محلول صاف شده ۵۰ میلی لیتر برداشته و به یک ارلن مایر منتقل و پس از اضافه کردن چند قطره محلول فنل فتالئین آنرا با اسیدکلریدریک ۱/۲/۸ نرمال تیتیر می‌کنند. درصد آهک فعال را طبق رابطه زیر محاسبه می‌کنند.

٪ آهک فعال = میزان اسید مصرف شده $\times 3/2$

مثال: اگر اسید مصرف شده $27/5$ میلی لیتر باشد. آهک فعال برابر است با $27/5 \times 3/2 = 88$

تعیین آهک فعال طبق دین آلمان به شماره ۱۹۶۱۱

$0/1 \pm 1$ گرم پودر آهک را با دقت $0/001$ گرم وزن کرده و بیک بالون یک لیتری منتقل می کنند. بالون را با آب جوشیده و سرد شده بدون اکسید کربن CO_2 به حجم می رسانند و مدت ۵ دقیقه بالون را تکان می دهند پس از این مدت بلافاصله محلول را از یک صافی کاغذی خشک عبور داده آنرا صاف می کنند. ۵۰ میلی لیتر اول را دور ریخته و به ۱۰۰ میلی لیتر بعدی ۵ قطره فنال فتالین الکی $0/01$ افزوده و با اسید کلریدریک $1/10$ نرمال تا تغییر رنگ از ارغوانی به بی رنگ آنرا تیترو می کنند. اسید را باید قطره قطره اضافه کرد و محلول را بایستی مدام تکان داد، در غیر این صورت اسید بیشتری مصرف خواهد شد که نتیجه ای بالا بدست خواهد آمد. زمان صرف شده برای تیتراسیون نبایستی بیش از هشت دقیقه بطول انجامد، درصد آهک فعال را طبق رابطه زیر محاسبه می کنند.

$$\text{درصد آهک فعال} = \frac{\text{وزن نمونه}}{\text{اسید مصرف شده} \times 2/8}$$

۲۱- سنگ آهک

نمونه برداری سنگ آهک را رعایت اصول نمونه برداری بایستی انجام شود.

لوازم و مواد

الک با منافذ $0/2$ میلی متر، بوته نیکلی، اتو (100 تا 120 درجه سانتیگراد) آسیاب پودر آهک، کوره (1000 درجه سانتیگراد)، وسایل شیشه ای آزمایشگاهی، اسپکتروفوتومتر شعله ای برای جذب اتمی، اسید کلریدریک غلیظ، مواد ذوب کننده، 80 ٪ کرینات لیتوم $+20$ ٪ لیتوم محلولهای شاهد استاندارد. بالون پلاستیکی برای تعیین سیلیس.

روش کار

روش معمولی: سنگ آهک را کاملاً نرم کرده از الک گذرانده و پس از مخلوط کردن بشرح زیر عمل می‌کنند:

۱- تعیین درصد آب

۱۰ گرم پودر را در اتودر ۱۲۰ الی ۱۲۵ درجه سانتیگراد (حدود سه ساعت) خشک کرده اختلاف وزن با در نظر گرفتن وزن نمونه برابر است با درصد آب.

۲- تعیین CO_2 :

ده گرم پودر را وزن کرده در کروزه در ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد آن را حرارت می‌دهند (پس از سرد کرده دراکسی کاتور) - (دراکسی کاتور یک ظرف کوچک حاوی قرص‌های NaOH قرار می‌دهند) اختلاف وزن منهای وزن آب = درصد وزن CO_2 .

۳- تعیین SiO_2 :

۵ گرم پودر را وزن کرده با مقداری آب آنرا مرطوب کرده و سپس به یک بالون الی مایر ۵۰۰ میلی لیتری منتقل می‌کنند. آنقدر اسید کلریدریک غلیظ اضافه می‌کنند تا گازی دیگر خارج نشود. سپس با اب داغ آنرا به ظرف چینی دهان گشاد منتقل و روی حمام آب داغ آنرا خشک می‌کنند. پس از خشک کردن ۵ مرتبه با آب داغ و اسیدکلریدریک غلیظ آنرا حل کرده و مجدداً خشک می‌نمایند.

سپس آب و اسید به آن اضافه کرده و در صافی کاغذی رسوب را جدا کرده، (محلول صاف شده را محلول الف نامیده و برای آزمایشهای بعدی نگهداری می‌کنند)، صافی را سوزانیده (در ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد) وزن خاکستر باقیمانده را تعیین می‌کنند

وزن خاکستر باقیمانده ضرب در ۲۰ = درصد SiO_2

۴- اکسید آهن و آلومینیم $Fe_2O_3 + Al_2O_3$:

از محلول الف ۵۰ میلی لیتر (معادل ۱ گرم پودر) در یک ارلن مایر ریخته و پس از

اضافه کردن چند قطره اسید نیتریک آنرا حرارت می دهند سپس در گرما آمونیاک بآن اضافه کرده تا رسوب اکسید آهن و اکسید آلومینیم تولید شود. رسوب حاصل را پس از صاف کردن مجدداً در اسیدکلریدریک رقیق داغ حل کرده مجدداً با افزودن آمونیاک رسوب اکسید آهن و آلومینیم تولید می نمایند. رسوب حاصل را در کاغذ صافی ریخته و پس از خاکستر کردن فیلتر وزن آنرا تعیین می کنند.

$$\text{وزن خاکستر باقیمانده} \times 100 = \text{درصد } \text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ و } \text{Al}_2\text{O}_3$$

۵- تعیین Cao:

Cao صاف شده بند ۴ را در یک ظرف چینی دهان گشاد روی حمام آب گرم تغلیظ کرده و سپس آنرا به یک ارلن مایر منتقل و در حالت جوش به آن آمونیاک اضافه می کنند و در حرارت اسید اکسالیک بآن اضافه کرده محلول حاصل را به مدت ۵ دقیقه جوشانیده و با اسید استیک اسیدی می کنند (با استفاده از کاغذ لاکموس) و سه تا چهار ساعت روی حمام آب گرم بحالت خود می گذارند بماند سپس در یک فیلتر ریخته رسوب حاصل را در کوره و در ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد حرارت می دهند.

$$\text{وزن رسوب باقیمانده} \times 100 = \text{درصد Cao}$$

۶- محلول صاف شده بنده ۵ را با افزودن آمونیاک آمونیاکی کرده و سپس با افزودن فسفات سدیم و پس از گذشت حدود دوازده ساعت رسوب سفید حاصل را بکمک کاغذ صافی جدا کرده و پس از خاکستر کردن در ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد وزن خاکستر حاصل را تعیین می کنند.

$$\text{وزن خاکستر} \times 100 \times \frac{0}{3623} = \text{درصد Mgo}$$

تعیین SO₃

۱۰۰ میلی لیتر از محلول الف را با اسید کلریدریک اسیدی کرده و در حرارت ۱۰ میلی لیتر کلروباریم را قطره قطره بآن اضافه و مدتی روی حمام آب گرم بحال خود می گذارند. پس از دوازده ساعت بکمک یک فیلتر کاغذی رسوب حاصل را جدا کرده و آنرا سوزانیده وزن

خاکستر حاصل را تعیین کنید.

$$\text{وزن خاکستر حاصل} \times 50 \times 0.3430 = \text{درصد SO}_3$$

روش استفاده از اسپکزوفوتومتري شعله‌ای با جذب اتمي

۰/۲ گرم از پودر نرم آهک را با ۰/۸ گرم مواد ذوب کننده در بوتۀ نیکلی ریخته و مخلوط را در دمای ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد در کوره حرارت داده و ظرف ۱۵ دقیقه به آرامی بحالت مذاب در می‌آید. سپس بوتۀ را از کوره خارج کرده و برای سرد شدن تا نصفه بوتۀ را در آب قرار می‌دهند.

پس از سرد شدن ده میلی لیتر اسیدکلریدریک ۲۰٪ به آن افزوده و چند دقیقه‌ای تا حل شدن مذاب بوتۀ را تکان داده و سپس محتوای بوتۀ را به یک بالون صد میلی لیتری منتقل می‌کنند. دوباره ده میلی لیتر اسیدکلریدریک ۲۰٪ به بالون اضافه کرده و آنرا آنقدر تکان می‌دهیم تا محتوای بالون کاملاً حل شود پس از سرد کردن بالون را با آب مقطر به حجم می‌رسانند.

تعیین سیلیوم Si: از محلول مذکور مستقیماً استفاده می‌کنند.

تعیین آلومینم AL: از محلول مذکور مستقیماً استفاده می‌کنند.

تعیین آهن Fe: یک قسمت محلول به ۵ قسمت آب

تعیین منیزیوم Mg: یک قسمت محلول به ۵۰ قسمت آب

تعیین کلسیم Ca: یک قسمت محلول به ۲۵۰ قسمت آب

برای بیان نتایج بر حسب گرم درصد گرم سنگ آهک باید ارقام حاصله در مقادیر زیر

ضرب کرد:

برای SiO_2 ضریب ۰/۱۰۷۰

برای Al_2O_3 ضریب ۰/۰۹۴۵

برای CaCO_3 ضریب ۳۱/۲۱۶۲

برای MgCO_3 ضریب ۸/۷۰۴۱

برای Fe_2O_3 ضریب ۰/۳۵۷۴

فصل چهارم

آزمایشهای ویژه

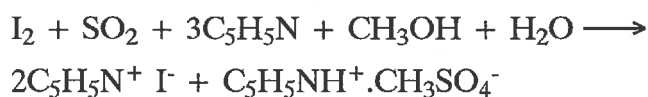
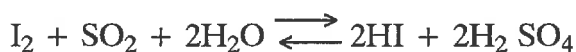
تعیین آب به روش کارل فیشر

مورد استفاده در صنایع غذایی مخصوصاً در چربیها و روغن‌ها و شکر با مقادیر کم

آب.

اصول

کارل فیشر در سال ۱۹۳۵ روش تعیین آب را در اثر واکنش اکسید گوگرد SO_2 با ید I_2 در حضور آب بکار برد. اندازه‌گیری آب با این روش بر مبنای یودومتري با کمک ایندروسولفوریک در حضور باز (پیریدین) و یک الکل (متانول) قرار دارد. پیریدین و متانول بعنوان حلال و تثبیت کننده بوده و در فعل و انفعال مداخله و عامل مساعد برای واکنش هستند.



عمل اندازه‌گیری می‌تواند از طریق فتومتري و یا الکتروشیمی انجام شود. با توجه باینکه پیریدین سمی است اخیراً از سایر آمین‌های قلیائی که خواص همچون پیریدین دارند استفاده شده است.

محلول ۱: دی اتانول آمین + اکسید گوگرد + متانول

محلول ۲: ید + متانول

دستور کار

وسایل و مواد

- دستگاه تیتراسیون برای اندازه‌گیری کارل فیشر
- دستگاه نمایشگر خاتمه واکنش با الکتروود پلاتینی دوبله که بر اساس خاصیت الکتروشیمی کار می‌کند.
- ظرف تیتراسیون با کنجایش ۱۰۰ میلی لیتر با بهمزن مغناطیسی
- بورت اتوماتیک

مواد شیمیایی

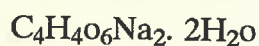
Hydranal - Solvent. شرکت Riedel-de Haen (حلال برای تیتراسیون

کارل فیشر محلول شماره یک)

Hydranal-Titrant5. شرکت Riedel - de Haen (محلول برای تیتراسیون

کارل فیشر محلول شماره ۲ (یک میلی لیتر Hydranal Titrant5 برابر با 0.02 ± 0.05 میلی‌گرم آب)

- تارتارات مضاعف سدیم دی هیدرات (و یا اسید اکسالیک دی هیدرات): P.a.



روش اندازه‌گیری

تیتراسیون مقدماتی

در ظرف تیتراسیون کارل فیشر ۲۰ میلی لیتر Hyranal- Solvent ریخته و با محلول شماره ۲ تا برقراری جریان الکتریکی ثابت در مدت ۳۰ تا ۶۰ ثانیه تیتراسیون می‌کنند. قبل از هر آزمایش باید اطمینان حاصل کرد ظرف تیتراسیون و وسایل مورد استفاده کاملاً خشک باشند.

تعیین عیار محلول کارل فیشر

در ظرف نوزین دستگاه ۵۰۰-۲۰۰ میلیگرم تارتارات مضاعف سدیم دی هیدرات (یا اسید اکسالیک دی هیدرات) با دقت $\pm 0/1$ میلیگرم وزن می‌کنند. سپس آنرا در محلول تیترا شده Hyranal- Solvent حل کرده و بعد با Hyranal-Titrant مجدداً تا نقطه خاتمه واکنش عمل تیتراسیون را انجام می‌دهند. تارتارات مضاعف سدیم معمولاً ۱۵/۶۶٪ آب دارد و ثابت باقی می‌ماند و رطوبت جذب نمی‌کند.

عیار آب محلول کارل فیشر طبق رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$N \text{ (Titrant میلیگرم آب در میلی لیتر)} = \frac{E_T \cdot 0/1566}{a}$$

در این رابطه:

E_T = وزن ماده تیتراسیون بر حسب میلیگرم (تارتارات مضاعف سدیم)

a = مقدار محلول مصرفی Titrant بر حسب میلی لیتر

برای تعیین فاکتور محلول تیتراسیون می‌توان از آب خالص هم استفاده کرد. مقدار آب

باید بین ۳۰ تا ۱۰۰ میلیگرم باشد که باید از میکروپیپت استفاده شود.

مقدار آب در نمونه

نمونه را با دقت $\pm 0/1$ میلیگرم وزن کرده و پس از آنکه نمونه حل شد. آنگاه تیتراسیون را با محلول فیشر شروع می‌کنند و هنگامیکه واکنش تمام شد مقدار محلول مصرفی را بر حسب میلی لیتر یادداشت می‌کنند. وزن نمونه را باید طوری انتخاب کرد که بیش از ۱۰ تا ۲۰ میلی لیتر Hydrand-Titrant (۵۰ حداکثر ۱۰۰ میلی لیتر گرم آب) مصرف نشود. (برای تعیین آب در چربیها و روغنها حدود ۱۰ گرم نمونه را با دقت $\pm 0/1$ میلیگرم در بالون صد وزن کرده در کلروفرم Chloroform حل کرده و به حجم می‌رسانند ۱۰/۰۰ میلی لیتر از این محلول برای آزمایش تیتراسیون استفاده می‌شود. لازم است که میزان آب Chloroform را قبلاً نیز تعیین نمود.

ارزیابی

درصد میزان آب W طبق رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$W[\%] = \frac{b \cdot N}{E \cdot 10}$$

b = Hydrand-Titrant مصرفی بر حسب میلی لیتر ()

N = ضریب محلول Titrant بر حسب میلی گرم آب در میلی لیتر

E = وزن نمونه به گرم

۲- فرم آلدheid

روش اسید کروموتروپ Chromatropacid

فرم آلدheid را از نمونه اسیدی شده تقطیر کرده و با راکتيف اسید کروموتروپ مخلوط می کنند. در حضور اسید سولفوریک و دمای بالا رنگ قرمز بنفش تولید می شود که تحت تأثیر اکسیژن هوا به ماده ای رنگین قوی تبدیل می شود. شدت رنگ با غلظت فرمالین رابطه مستقیم دارد. شدت رنگ را بطریق فتومتر در طول موج ۵۷۰ تا ۵۷۸ نانومتر تعیین می کنند

وسائل

- بورت
- بالن ارلن مایر
- قیف با کاغذ صافی
- بالون اندازه گیری ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب
- لوله آزمایشگاهی با قطر ۲ و طول ۱۸ سانتیمتر با درپوش سر سمباده ای
- پیپت با کنجایش ۵ سانتیمتر مکعب و یک تا ۵۰ سانتیمتر مکعب
- فتومتر با طول موج ۵۷۰ نانومتر
- ترازوی دقیق
- حمام آب گرم برای دمای ۶۰ درجه سانتیگراد
- دستگاه تقطیر بخار آب مطابق طرح Bohm.

مواد شیمیایی لازم

- اسید کروموتروپ دی هیدرات، دی سدیم $(C_{10}H_6O_8S_2Na_2 \cdot 2H_2O)$

- محلول فرمالدهید حدود ۳۷٪ (وزن مخصوص ۱/۰۸)
- محلول ید ۰/۱ نرمال
- محلول هیدراکسید سدیم ۰/۱ مول
- تیوسولفات سدیم ۰/۱ نرمال
- اسید فسفریک
- اسید سولفوریک (وزن مخصوص ۱/۸۴)

محلولها

محلول اسید کروموتروپ

۵۰۰ میلیگرم اسید کروموتروپ را در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب آب حل می‌کنند. این محلول را باید همیشه بصورت تازه مصرف کرد.

اسید سولفوریک ۸۱٪ : ۳۷۵ سانتیمتر مکعب اسید سولفوریک (۱/۸۴) را در ۱۲۵ سانتیمتر مکعب آب در سرما بتدریج وارد می‌کنند.

اندیکانور نشاسته به فصل دوم کتاب مراجعه شود

محلول استاندارد مادر

۵ سانتیمتر مکعب محلول فرم آلدهید (۳۷٪) را با آب مقطر تا حجم ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب رقیق می‌کنند. در این محلول غلظت فرم آلدهید به روش یدومتری تعیین می‌شود. ۱۰ سانتیمتر مکعب از محلول استاندارد را به بالون ارلن مایر منتقل و با ۲۵ سانتیمتر مکعب ۰/۱ نرمال محلول ید مخلوط و سپس قطره قطره محلول ۰/۱ نرمال هیدراکسید سدیم تا ظهور رنگ زرد گندمی به مخلوط اضافه می‌کنند. پس از ده دقیقه ۱۰ سانتیمتر مکعب آب و ۱۰ سانتیمتر اسید سولفوریک رقیق به مخلوط اضافه کرده و مازاد ید را با محلول تیوسولفات سدیم ۰/۱ نرمال تا حذف رنگ محلول نشاسته تیترو می‌کنند. یک سانتیمتر مکعب محلول ید ۰/۱ نرمال مطابق است با ۱/۵۰۱ میلی گرم فرم آلدهید.

محلول رقیق شده استاندارد

۵ سانتیمتر مکعب استاندارد مادر را تا حجم سانتیمتر مکعب رقیق می‌کنند. هر سانتیمتر مکعب این محلول حدود ۸۶ میکروگرم فرم آلدهید دارد. میزان دقیق آنرا طبق روش مذکور تعیین می‌کنند.

آماده سازی نمونه

شربت خام و یا نمونه‌های مایع را برای تقطیر در رابطه با غلظت فرم آلدهید ۱۰ تا ۵۰ سانتیمتر مکعب برای آزمایش برمی‌دارند. قبل از تقطیر یک تا ۲ سانتیمتر مکعب اسید فسفریک به نمونه اضافه می‌کنند. حجم محلول تقطیر شده بایستی ۵۰ سانتیمتر مکعب باشد.

روش کار

در یک لوله آزمایشگاهی ۱۰ سانتیمتر مکعب محلول تقطیر شده را با یک سانتیمتر مکعب محلول اسید کروموتروب مخلوط کرده و با بورت با دقت ۸ سانتیمتر مکعب اسید سولفوریک ۸٪ به آن اضافه می‌کنند. پس از تکان دادن لوله آزمایش آنرا در حمام آب گرم ۶۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲۰ دقیقه قرار می‌دهند. سپس برای سرد شدن لوله آنرا ۴۵ تا ۶۰ دقیقه بحال خود در آزمایشگاه قرار میدهند. پس از آن کووت را با این مخلوط پر کرده و شدت کاهش نور را در ۵۷۰ تا ۵۸۰ نانومتر در مقابل هوا می‌سنجند.

برای رسم منحنی استاندارد از محلول رقیق شده استاندارد برداشته و طبق روش فوق عمل می‌کنند. با استفاده از منحنی استاندارد میزان فرم آلدهید CH_2O را به میلیگرم در کیلوگرم بیان می‌کنند.

۳- تعیین سولفیت (SO₂)

اصول

رنگ کمپلکس سولفیت و پارازانیلین پس از واکنش با محلول فرمالدهید از طریق فتومتری در طول موج نزدیک ۵۶۰ نانومتر تعیین می‌گردد. از رزانیلین هم می‌توان بعنوان ماده رنگین استفاده کرد. این روش برای تعیین SO₂ در شکر سفید توسط ایکومزا بر سمیت شناخته شده است.

لوازم

- اسپکتروفتومتر با طول موج ۵۶۰ نانومتر
- پیت مدرج ده میلیمتری با درجات ۰/۰۵ میلی‌متر
- ارلن مایر سرسمباده‌ای
- بالن اندازه‌گیری ۱۰۰ و ۱۰۰۰ میلی‌متر
- کووت یک سانتیمتری
- مواد و محلولها
- سولفیت سدیم $\text{NO}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- فرمالدهید ۴۰٪
- محلول فرمالدهید با غلظت ۲ گرم در دسیمتر مکعب: ۵ میلی‌لیتر از فرمالدهید ۴۰٪ تا حجم ۱۰۰۰ میلی‌لیتر رقیق می‌کنند.
- محلول ید $\frac{1}{3}$ نرمال
- هیدراکسید سدیم ۱/۱ مول و ۰/۰۰۴ مول
- اسید ارتوفسفریک (۱/۷۵ گرم در میلی‌لیتر)

مواد رنگین

کلریدرات پارازانیلین (Parafuchsin) $\text{C}_{19}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{Cl}$
و یا کلریدرات رزانیلین (Fuchsin) $\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{H}_3\text{Cl}$

این محلولها را بایستی از درجه خلوص بالائی برخوردار باشند.

— محلول اشباع شده کلریدرات پارازرانیلین و یا زرانیلین (مواد رنگین):

یک گرم کلریدرات پارازرانیلین را در ۱۰۰ میلی لیتر آب به حالت تعلیق در می آورند. سپس آنرا تا ۵۰ درجه سانتیگراد گرم کرده و تا وقتی که سرد شود آنرا تکان می دهند (در دستگاه). پس از آن مدت ۴۸ ساعت آنرا بحال خود می گذارند. در این مدت گاه گاهی آنرا تکان می دهند و پس از ۴۸ ساعت آنرا صاف می کنند.

۴ سانتیمتر مکعب از محلول صاف شده را با ۶ سانتیمتر مکعب اسید کلریدریک غلیظ (وزن مخصوص ۱/۱۹ گرم در سانتیمتر مکعب) در یک بالون صد مخلوط کرده و سپس بالون را با آب مقطر به حجم میرسانند. این محلول پس از یک ساعت قابل استفاده است (محلول بیرنگ زرانیلین)

— محلول ساکاروز خالص

۱۰۰ گرم ساکاروز خالص عاری از سولفیت را در محلول هیدراکسید سدیم ۰/۰۰۴ مول حل کرده و با آب آنرا تا حجم ۱۰۰۰ سانتیمتر مکعب رقیق می کنند.

محلول استاندارد سولفیت

۵۰۰ میلی گرم سولفیت سدیم را با محلول ساکاروز به حجم صد سانتیمتر می رسانند. برای تعیین دقیق مقدار سولفیت در محلول ۵ سانتیمتر مکعب از این محلول را با آب مقطر به حجم ۱۰۰ سانتیمتر مکعب رسانیده و به ترتیب سه قطره از اسیدفسفریک و محلول نشاسته به آن افزوده و با محلول ید $\frac{1}{3}$ نرمال آنرا تیتیر می کنند.

یک سانتیمتر مکعب محلول ید $\frac{1}{3}$ نرمال مطابق است با $1/0.68$ میلی گرم SO_2 .

محلول مادر

محلول سولفیتی باید تهیه شود که دقیقاً ۱۰۰ میلی گرم SO_2 در صد سانتیمتر مکعب محلول ساکاروز داشته باشد. وزن سولفیت را طبق رابطه زیر تعیین می کنند

$$W = \frac{100 \times 20}{1/0.68 \times V} = \frac{2341}{V}$$

W = وزن سولفیت سدیم بر حسب میلیگرم (مطابق با ۱۰۰ میلیگرم SO_2)

V = محلول ید مصرفی در محلول استاندارد سولفیت

مثلاً اگر n مقدار ید مصرفی باشد در این صورت رابطه $W \cdot n = 2341$ برقرار است.

برای تهیه محلول مادر بایستی ۵ سانتیمتر مکعب از محلول سولفیت استاندارد را با محلول ساکاروز تا حجم صد سانتیمتر مکعب رقیق نمایند.

یک سانتیمتر مکعب از این محلول مطابق است با ۵۰ میکروگرم SO_2 . تهیه محلول برای ترسیم منحنی استاندارد: از محلول مادر بترتیب یک، دو و ... تا ۶ سانتیمتر مکعب با پیپت برداشته و با ۴ سانتیمتر مکعب ۰/۱ مول محلول هیدراکسید سدیم مخلوط کرده و با محلول ساکاروز به حجم صد سانتیمتر مکعب می‌رسانند. ده سانتیمتر مکعب از این محلولهای تهیه شده به ترتیب ۵، ۱۰ و تا ۳۰ میکروگرم SO_2 دارد.

روش کار

۲۰/۰۰ گرم شکر را در یک بالون صد وزن کرده و در مقداری آب خالص حل می‌کنند. پس از افزودن ۴ سانتیمتر مکعب هیدراکسید سدیم ۰/۱ مول با آب بالون را به حجم می‌رسانند. ۱۰ سانتیمتر از این محلول را در یک ارلن مایر ریخته و ۲ سانتیمتر مکعب محلول بیرنگ رزاتیلین و ۲ سانتیمتر مکعب محلول فرمالدهید به آن افزوده و سپس آنها را مخلوط می‌کنند. پس از ۳۰ دقیقه کووت یک سانتیمتری دستگاه فتومتر را از این محلول پر کرده و شدت کاهش نور Extinction را در طول موج ۵۶۰ نانومتر تعیین می‌کنند.

برای ترسیم منحنی استاندارد ۱۰ سانتیمتر از محلولهای تهیه شده مذکور برداشته و با رزاتیلین بی‌رنگ و محلول فرمالدهید مخلوط کرده و شدت کاهش نور را می‌سنجند. کلیه سنجش‌ها را بایستی بمنظور تعیین فاکتور تصحیح آب تکرار کرد. در این آزمون‌ها باید بجای محلول ساکاروز از آب مصرفی استفاده شود.

ارزیابی

غلظت SO_2 در محلول به کمک یک منحنی شاهد تعیین می‌گردد. برای نوزین ۲۰ گرم شکر غلظت SO_2 بقرار زیر است:

$0/5 \times$ رقم تعیین شده روی منحنی = غلظت سولفیت بر حسب میلیگرم در کیلوگرم.
شکر تجارתי طبق استاندارد بازار مشترک بایستی کمتر از ۱۵ میلیگرم سولفیت سدیم در کیلوگرم داشته باشد.

فاکتور تبدیل SO_2 به SO_3 برابر است با $1/2498$

برای تعیین سولفیت سدیم در شربت‌ها بطریق زیر نیز عمل می‌کنند:

۵۰ میلی لیتر شربت را با ۱۰ میلی لیتر اسید استیک یک نرمال مخلوط و ۲۰ میلی

لیتر $\frac{1}{3}$ نرمال محلول ید و چند قطره محلول نشاسته به آن اضافه می‌کنند. سپس با محلول $\frac{1}{3}$ نرمال تیوسولفات سدیم تا از بین رفتن رنگ آبی آنرا تیترو می‌کنند. یک میلی لیتر تیوسولفات مطابق است با یک میلی گرم SO_2

۴- تعیین ساکاروز و گلوکز به روش پولاریمتری

روش کار

الف: زاویه چرخش قبل از انورسیون

حدود ۱۰ گرم از نمونه را دقیقاً وزن کرده و در یک بالون صد با ۵۰ میلی لیتر آب مقطر داغ مخلوط می‌کنند. به محلول‌های رنگین چند قطره استات سرب خنثی اضافه کرده پس از مخلوط کردن بالون را به حجم می‌رسانند. پس از صاف کردن محلول حاصل را تا دمای $20^{\circ}C$ سرد کرده و درصد پولاریزاسیون را تعیین می‌کنند (در صورتیکه فقط بخواهند ساکاروز را به تنهایی تعیین کنند. از محلول استات سرب قلیائی استفاده می‌کنند). محلول صاف شده را در دمای 20° درجه سانتیگراد سرد کرده و لوله پولاریمتر را از آن پر کرده و زاویه چرخش را تا دقت $0/2$ درجه قرائت می‌کنند. معمولاً پنج بار رقم را قرائت کرده و میانگین آنها را در محاسبات منظور می‌کنند.

زاویه چرخش بعد از انورسیون

۵۰ میلی لیتر از محلول صاف شده بند الف را به یک بالون صد منتقل کرده ۲۵ میلی

لیتر آب مقطر به آنها افزوده و سپس ۵ میلی لیتر اسید کلریدریک (۳۲٪) به مخلوط اضافه می‌کنند. سپس یک ترمومتر در بالون قرار داده و بالون را در حمام آب گرم ۷۰ درجه سانتیگراد قرار می‌دهند. همینه‌که دما در بالون به ۶۷ درجه سانتیگراد رسید (بعد از دو تا سه دقیقه) مدت پنج دقیقه دما را بین ۶۷ تا ۷۰ درجه سانتیگراد نگه می‌دارند. بالون را باید گاهی‌گاهی تکان بدهند. بعد از انورسیون بالون را تا دمای ۲۰ درجه سانتیگراد سرد کرده و ترمومتر را با آب مقطر شستشو داده و سپس چند قطره فنل فتالین به بالون اضافه می‌کنند. برای خنثی کردن اسید با دقت چند قطره محلول هیدرواکسید سدیم (۲۰٪) اضافه کرده و سپس با محلول هیدرواکسید سدیم (۱/۰ مول در لیتر) اسید اضافی را تا ظهور ارغوانی کم رنگ خنثی می‌کنند. رنگ ارغوانی را با اضافه کردن چند قطره اسید استیک غلیظ و یا اسید کلریدریک (۱/۰ مول در لیتر) حذف می‌کنند. سپس بالون را با آب مقطر در دمای ۲۰ درجه سانتیگراد به حجم می‌رسانند و پس از آن زاویه چرخش را تعیین می‌کنند.

ارزیابی

الف: مقدار ساکاروز

غلظت ساکاروز طبق رابطه زیر تعیین می‌شود:

$$C_s = [g/100 ml] = (a-2b) = 0/567$$

a = زاویه چرخش قبل از انورسیون

b = زاویه چرخش بعد از انورسیون

۲ = فاکتور رقیق کردن (از محلول الف فقط ۵۰ میلی لیتر برای انورسیون برداشته شده

است).

ب = مقدار گلوکز

غلظت گلوکز طبق رابطه زیر تعیین می‌شود

$$C_g = [g/100 ml] = 0/986.a - 1/26 C_s$$

۵- تعیین قندها با HPLC

جدا سازی کربوهیدراتها در سالهای اخیر با استفاده از کرموترگرافی (High Presser Liquid Chromotograph) توسعه پیدا کرده است. سیستم فاز - آمینو - Hplc که RI Detection برای تعیین فرکتوز، گلوکز در حضور ساکاروز، مالتوز، لاکتوز و مالتوتریوز از اهمیت والایی برخوردار شده بشرح زیر است:

اصول روش

بعد از رقیق کردن و آماده سازی قندها را با کمک Hplc در فاز آمینو از یکدیگر جدا می کنند. برای RI Detection از RI Detector استفاده می کنند.

روش کار

وسایل و مواد لازم

- دستگاه Hplc با RI Detector و ثبات
- سرنگ شیشه ای مخصوص با ظرفیت ۵ میکرولیتر
- فیلتر ممبران با منافذ ۰/۵ میکرولیتر
- بالون و بشرهای مختلف

مواد شیمیایی

- Actonitril
- آب دو بار تقطیر شده

اندازه گیری

آماده سازی نمونه مورد آزمایش بستگی به میزان مواد سفیده ای و چربی نمونه دارد. در اکثر موارد (بیسکویت، شوکلات، شیرینجات، محلولهای قندی) کافی است که نمونه را در آب مقطر داغ حل کرده و پس از صاف کردن آنرا تا حجم معینی رقیق نمایند. محلول را پس از

رقیق کردن مجدد مستقیماً به ستون Hplc تزریق می‌کنند.

در مواد غذایی که دارای چربی و یا مواد سفیده‌ای می‌باشند، چربی را با Petroleumbenzin و مواد سفیده‌ای را با استفاده از محلول Carvez یک و دو جدا می‌کنند.

محلول Carvez یک

۱۵۰ گرم هگزاآسیانو آهن پتاسیم در آب حل کرده به حجم یک لیتر می‌رسانند.

محلول Carvez دو

۲۳ گرم استات روی را در آب حل کرده و به حجم یک لیتر می‌رسانند.

در مورد محلولهای قندی بایستی محلول مورد آزمایش کدر و یا زیاد رنگین نباشد. برای حذف کدری و یا رنگ نمونه مواد شیمیایی در صورت استفاده از محلولهای Carvez ضایعات قندی افزایش می‌یابد. بطوریکه بهترین محلولها استات سرب و یا اکسید سرب می‌باشند.

محلولهای زلال آبهای میوه پس از رقیق کردن مناسب مستقیماً به دستگاه می‌توانند تزریق شوند. غلظت هر قند بایستی در هر تزریق ۱۰ میکرولیتر بین ۱ تا ۰.۵٪ باشد.

Lichrosorb-NH₂ /5 μm. 200×4/6mm

ستون تجزیه

Acetonitril/H₂O 8+2 (حجم/حجم)

حلال:

۲/۵ میلی لیتر در دقیقه

جریان:

Isokratisch Modus

مودوس:

۲۰-۲۲°C

دما:

RI

دکتور

حجم محلول تزریقی ۱۰ میکرولیتر

ارزیابی

تعیین کمی از طریق تزریق و بدست آمدن منحنی‌ها مربوطه و مقایسه با نمونه انجام می‌شود. غلظت نمونه‌های استاندارد بایستی ۱ تا ۵٪ محلول آبکی باشد. ارتفاع نوک منحنی و یا سطح منحنی برای ارزیابی مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۶- تعیین پروتئین

روشهای تعیین کمی پروتئین بر اصول مختلفی استوار است:

- ۱ - تعیین میزان ازت (روش کجدال)
- ۲ - واکنش شیمیایی ترکیبات Peptid و اندازه‌گیری فتومتری (روش Biuret).
- ۳ - واکنش شیمیایی اسید آمینه معینی از پروتئین و اندازه‌گیری از طریق فتومتری (مثلاً تعیین راکتیف Folinciocalteu که با تیروزین Tyrosin واکنش نشان می‌دهد).
- ۴ - اندازه‌گیری جذب UV (تعیین اسید آمینه‌های معطر مثل Tyrosin, tryptophan و فنل آلانین (حداکثر جذب در ۲۸۰ نانومتر قرار دارد).
- ۵ - تولید رسوب با استفاده از موادی که با پروتئین رسوب می‌دهند و اندازه‌گیری رسوب. در آزمون‌های مواد غذایی روش کجدال برای تعیین میزان پروتئین از اهمیت بیشتری برخوردار است.

پروتئین کل از طریق تعیین ازت بروش کجدال

پروتئین بین ۱۵ تا ۱۸٪ و بطور متوسط ۱۶٪ ازت دارد. برای تعیین پروتئین کل و یا پروتئین خام قاعدتاً مقدار ازت (N) را تعیین می‌کنند. ازت آلی بوسیله اسیدسولفوریک غلیظ و گرم و با حضور کاتالیزور تبدیل به سولفات آمونیم می‌شود. سپس آمونیاک توسط سود غلیظ آزاد شده و سپس این آمونیاک را از طریق تقطیر و با روش تیتراسیون تعیین می‌کنند. پس از تعیین مقدار ازت با استفاده از فاکتور ۶/۲۵ میزان پروتئین محاسبه می‌شود.

وسایل و مواد

— دستگاه تقطیر (دستگاه Panas - wagner و یا مشابه آن)

- وسیله‌ای برای حرارت دادن و خاکستر کردن (زیر دودکش آزمایشگاهی)
- بالون کجدال: ۲۵۰ میلی لیتر
- بورت دقیق
- بالون اندازه‌گیری: ۱۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتر
- سیلندر اندازه‌گیری: ۲۵ میلی لیتر
- بالون ارلن مایر: ۲۵۰ میلی لیتر
- خرده سنگ پا
- قاشقک آزمایشگاه

مواد شیمیایی

- اسیدسولفوریک غلیظ ۹۸٪
- محلول کاتیلازور
- ۳ گرم اکسیدتیتان (TiO_2)، ۳ گرم سولفات مس ($Cu\ SO_4 \cdot 5H_2O$) و ۱۰۰ گرم سولفات پتاسیم (K_2SO_4) را در هاون کوچک آزمایشگاهی خوب با هم مخلوط کرده و مالش می‌دهند.
- محلول هیدروکسید سدیم ۵۰٪ ($NaOH$)
- محلول اسید کلریدریک سنجیده ۱/۰ مول در لیتر
- مخلوط اندیکاتور اسیدبور:

محلول الف

- در یک بالون اندازه‌گیری ۲۵۰ میلی لیتر مواد شیمیایی زیر بترتیب مخلوط و با آب مقطر به حجم می‌رسانند.
- ۰/۳۵ گرم بروموکزرول سبز را تقریباً ۱۰ میلی لیتر اتانول حل می‌کنند
- ۱۰ میلی لیتر محلول هیدراکسیدسدیم (۱/۰ مول در لیتر)
- تقریباً ۱۵۰ میلی لیتر آب مقطر
- ۲۲ میلی لیتر محلول آبکی Neucoccin یک درصد
- ۰/۷۵ گرم P-Nitrophenol (حل شده در ۵ میلی لیتر اتانول).

محلول ب

۲۰ گرم اسیدبور را در یک بالون یک لیتری و در ۸۰۰ میلی لیتر آب حل کرد با ۷/۵ میلی لیتر محلول الف مخلوط و با آب مقطر به حجم می‌رسانند.

روش کار

در رابطه با میزان پروتئین احتمالی در نمونه ۱/۰ تا ۴ گرم از نمونه یکنواخت شده را دقیقاً توزین می‌کنند. معمولاً میزان وزن نمونه بایستی طوری باشد که حداقل ۲۰ میلی گرم ازت داشته باشد. در موارد مختلف مقادیر زیر تقریباً کفایت می‌کند:

چغندر قند (خلال و یا خمیر): ۵ گرم

شریت خام، شریت رقیق: ۱۰ میلی گرم

ملاس: یک گرم

تفاله خشک: ۵۰۰ میلی گرم

این مقادیر را دقیقاً وزن کرده به بالون کجدال منتقل، حدود ۳ گرم مخلوط کاتالیزور و ۲۰ میلی لیتر اسیدسولفوریک غلیظ و چند عدد خرده سنگ پا به محتوای بالون کجدال اضافه می‌کنند. تمام مواد بایستی در داخل اسیدسولفوریک قرار گیرد. در غیر اینصورت احتمال ضایعات ازت وجود دارد. به آرامی بالون را تکان داده و بعد با ملایمت آنرا حرارت دهید. هنگامی که بخارهای سفید رنگ شروع به خارج شدن کرد حرارت را بایستی بنحوی زیاد کرد که قلیان اسیدسولفویک منظم و محتوای بالون بی‌رنگ تا آبی کم زنگ شود.

از هنگامیکه رنگ بکلی از بین رفت محلول را باید بمدت ۱۵ تا ۲۰ دقیقه بگذارند بجوشد. پس از آن حرارت را قطع کرده و می‌گذارند سرد شود و پس از سرد شدن با ملایمت و دقت (با استفاده از عینک ایمنی) با آب مقطر حداکثر ۴۰ میلی لیتر محتوای بالون را رقیق کرده و به یک بالون ۱۰۰ میلی لیتر منتقل می‌نمایند بالون کجدال را با آب مقطر کاملاً شستشو داده و آب شستشوی را به بالون صد میلی لیتری نیز منتقل کرده و با آب مقطر بالون را به حجم می‌رسانند.

تقطیر

محتوای بالون را رقیق کرده و بیک بالون صد میلی لیتری منتقل نمایند. بالون کجدال را با آب مقطر کاملاً شستشو داده و آب شستشوی را به بالون صد میلی لیتری نیز منتقل کرده و با آب مقطر بالون را به حجم میرسانند. ۱۰ میلی لیتر از محلول بالون صد را به بالون تقطیر منتقل و مقداری بیش از حد لازم سود به بالون دستگاه تقطیر وارد می‌کنند. در ارلن مایر مقدار ۲۰ میلی لیتر مخلوط اندیکاتور اسیدبوریک (یا ۲۵ میلی اسید سولفوریک $\frac{1}{14}$ نرمال و چند قطره سبز بروموکروزل) می‌ریزند و دنباله لوله دستگاه تقطیر را داخل آن قرار می‌دهند. سپس آبی که باعث خنک شدن دستگاه تقطیر می‌شود باز کرده و سیستم حرارتی را روشن می‌کنند. پس از آنکه رنگ مخلوط اندیکاتور در ارلن مایر از آبی به سبز تغییر یافت بمدت ده دقیقه دیگر به حرارت دادن ادامه می‌دهند. پس از یک دقیقه دیگر عمل تقطیر خاتمه یافته و خارج و داخل لوله دستگاه تقطیر کننده را با آب مقطر آبکشی و بداخل ارلن مایر می‌ریزند.

تیتراسیون

محتوای بالون ارلن مایر را تا تغییر رنگ (از سبز به آبی) با اسید کلریدریک سریع تیترا کرده و سپس تا تغییر رنگ از آبی به بی رنگ عمل تیتراسیون را با دقت ادامه می‌دهند.

آزمایش شاهد

با مواد شیمیایی مصرفی آزمایش شاهد بهمین طریق انجام می‌شود

ارزیابی

درصد میزان ارت و پروتئین طبق فرمول زیر محاسبه می‌شود:

$$N = \frac{(a-b) \cdot 1/008}{E}$$

$$P = \frac{(a-b) \cdot 1/4008 \cdot F}{E}$$

a = اسید کلریدریک مصرفی (۱/۰ مول در لیتر) در آزمایش اصلی (میلی)

لیتر)

$b =$ اسید کلریدریک مصرف (۰/۱ مول در لیتر) در آزمایش شاهد (میلی لیتر)

$E =$ وزن نمونه (گرم)

$F =$ فاکتور تبدیل برای محاسبه میزان پروتئین (جدول ۱)

تبصره ۱: یک میلی لیتر اسیدکلریدریک (۰/۱ مول در لیتر) مطابق با ۱/۴۰۰۸

میلی گرم ازت است

جدول ۱ - فاکتور محاسبه پروتئین در مواد غذایی (۱ و ۸ و ۱۱)

F	مواد غذایی
۵/۵۵	ژلاتین
۶/۳۸	شیر، لبنیات
۶/۲۵	گوشت، ماهی و تخم مرغ
۵/۴	پسته و فندق و غیره و دانه‌های روغنی
۶/۲۵	سبزی، میوه و غلات (نان و غیره)
۶/۲۵	ذرت و حبوبات

تبصره ۲: میزان اسیدسولفوریک باید به اندازه‌ای باشد که پس از جوشاندن ۵ تا ۶

میلی لیتر اسید هنوز در محلول باقی مانده بماند.

میزان اسید سولفوریک غلیظ لازم برای هر گرم از مواد بشرح زیر می‌باشد:

چربی	حدود	۱۰ میلی لیتر
قندها	حدود	۴ میلی لیتر
پروتئین	حدود	۵ میلی لیتر

تبصره ۳: در صورتیکه مخلوط کف کرد می‌توان مقداری اسید استآرین به آن

اضافه کرد.

۷- آهن

روش فتومتری

اصول: آهن دو ظرفیتی Fe^{++} با اورتوفنانترولین Phenanthrolin - ۱/۱۵ ترکیب شده و تولید رنگ نارنجی قرمز می نماید که بوسیله فتومتری می توان شدت آنرا تعیین کرد در صورتیکه آهن بصورت دیگر باشد پس از حل کردن و عمل آوردن و احیاء توسط هیدرواکسید کلر و آمینویوم به آهن دو ظرفیتی تبدیل و بصورت آهن کل و یا آهن کل محلول آنرا تعیین می کنند غلظت آهن ۰/۱ تا ۶ میلی گرم در کیلوگرم نمونه.

لوازم

کلیه وسائل بایستی قبل از استفاده با اسید کلریدریک (۲۵٪) شسته و با آب مقطر آبکشی شوند.

- اسپکتروفتومتر که با آن بتوان با طول موج ۵۰۰ نانومتر اندازه گیری نمود

- کووت شیشه ای به ضخامت یک سانتی متر و ۵ سانتی متر

- بطری شیشه ای درب دار ۵۰ و ۱۰۰ میلی متر

- بالون مدرج ۱۰۰ میلی متر

- پیپت، ۱، ۲، ۵، ۱۰، ۱۵، ۲۰، ۲۵، ۵۰ میلی متر

- ممبران فیلتر

- سایر وسائل آزمایشگاهی

- مواد و راکتیف ها

- اسید سولفوریک ۹۸٪

- اسید سولفوریک رقیق: یک قسمت اسید سولفوریک غلیظ + سه قسمت آب

(بادقت)

- اسید استیک ۹۶٪

- استات آمونیوم $CH_3 COO NH_4$

- هیدرواکسید کلرور آمونیوم $NH_2 OH \cdot HCl$

- پرکسی دی سولفات پتاسیم $K_2 S_2 O_8$

- ارتوفنان نزولین $C_{12} H_9 CLN_2 \cdot H_2 O$

- سولفات آهن آمونیوم هگزا هیدرات $(NH_4)_2 Fe (SO_4)_2 \cdot 6H_2 O$

- استات آمونیوم و اسیداستیک

۴۰ گرم استات آمونیوم و ۵۰ میلی لیتر اسیداستیک را مخلوط کرده با آب مقطر تا

حجم ۱۰۰ میلی لیتر رقیق می کنند.

- محلول هیدرواکسید کلرور آمونیوم

۲۰ گرم هیدرواکسید کلرور آمونیوم را با آب تا حجم ۱۰۰ میلی لیتر با آب مقطر رقیق

می کنند این محلول یک هفته دوام دارد.

- محلول پراکسید سولفات پتاسیم

۴ گرم پراکسید سولفات پتاسیم در بالون تا حجم ۱۰۰ میلی لیتر رقیق می کنند این

محلول در تاریکی چند ماهی دوام دارد.

- محلول ارتوفنان نزولین

۰/۵ گرم را با آب مقطر تا حجم ۱۰۰ میلی لیتر رقیق می کنند این محلول در تاریکی

یک هفته دوام دارد.

- محلول استاندارد آهن (۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر)

۷/۰۲۱۵ گرم سولفات آهن آمونیوم را وزن کرده و در یک بالون یک لیتری در آب

مقطر و ۳۰ میلی لیتر هیدرواکسید کلرور آمونیوم و ۲ میلی لیتر اسید سولفوریک غیظ (۰/۹۸)

مخلوط کرده و به حجم می رسانند. این محلول حدود ۶ ماه دوام دارد.

- محلول استاندارد شماره یک (غلظت ۲۰ میلی گرم Fe^{++} در لیتر)

۲۰ میلی لیتر از محلول استاندارد را در یک بالون یک لیتری با آب مقطر به حجم

می رسانند.

- محلول استاندارد شماره دو (غلظت ۱ میلی گرم Fe^{++} در لیتر)

یک میلی لیتر محلول استاندارد شماره یک را در یک بالون یک لیتری با آب مقطر به

حجم می رسانند.

نمونه برداری و آماده نمودن نمونه

برای تعیین آهن محلول (Fe^{++})، آهن محلول کل ($Fe^{++} + Fe^{++}$) و همچنین کل آهن در آب و آب معدنی بصورت زیر بایستی نمونه را آماده کرد:

۱- برای تعیین آهن دو ظرفیتی محلول در یک شیشه درب دار صد میلی لیتری نمونه را با یک میلی لیتر اسیدسولفوریک رقیق (۱+۳) مخلوط می کنند (PH=۱).

۲- برای تعیین آهن محلول کل نمونه را بایستی از ممبران فیلتر گذرانیده (۰/۴۵ میکرومتر) و از محلول صاف شده بازا هر صد میلی لیتر یک میلی لیتر اسید سولفوریک اضافه می کنند.

۳- برای تعیین آهن کل: به نمونه آب بازا هر ۱۰۰ میلی لیتر یک میلی لیتر اسیدسولفوریک رقیق اضافه می کنند.

- شکر و شربتها را قبلاً بایستی در آب حل کرد تا ماده خشک آنها به ۱۵٪ برسد (رفراکتومتر).

- در صورتیکه رنگ نمونه روشن نباشد بایستی ۱۰ میلی لیتر از محلول نمونه را با ۵ میلی لیتر اسید کلریدریک (۱/۱۲) روی اجاق برقی حرارت داد تا رنگ روشن حاصل شود. اگر که باز هم رنگ روشن حاصل نشد. ۵ گرم از نمونه را در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد تبدیل به خاکستر سولفات کرده و خاکستر حاصل را با دو میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ مخلوط کرده و با حدود ۱۵ میلی لیتر آب در حمام آب جوش آنرا حرارت می دهند. سپس در رابطه با غلظت آهن آنرا تا حجم ۵۰ یا ۱۰۰ میلی لیتر با آب مقطر به حجم می رسانند. برای غلظت ۰/۱ تا ۶ میلی گرم در کیلوگرم و یا یک میلی گرم در دسیمتر مکعب از کووت ۱۰ میلی متر و برای غلظت ۰/۰۲ تا ۱/۲ میلی گرم در کیلوگرم از کووت ۵۰ میلی متر استفاده می کنند.

روش کار

۲۰ میلی لیتر از نمونه آماده شده ۲/۰۰۰ میلی لیتر محلول استات آمونیوم و اسید استیک و ۱/۰۰ میلی لیتر محلول آماده شده هیدرواکسید کلرید آمونیوم در یک بالون ۵۰ میلی لیتری با هم مخلوط می کنند. PH این محلول باید بین ۳/۴ و ۵/۵ باشد. پس از مخلوط کردن

۲/۰۰ میلی لیتر محلول اورتوفنان ترولین اضافه کرده و بالون را به آب مقطر به حجم می‌رسانند. درب بالون را بسته و آنرا تکان داده و پس از آن در محلی دور از نور بمدت ۱۵ دقیقه قرار می‌دهند. پس از این مدت در طول موج ۵۱۰ نانومتر شدت کاهش نور را می‌سنجند با توجه به عدد قرائت شده و با عنایت به منحنی مقدار آهن را در نمونه تعیین می‌کنند.

۸- میزان مواد غیر محلول در آب شکر سفید اصول

میزان مواد غیر محلول را بوسیله صافی غشائی (ممبران) تعیین می‌کنند.

وسائل و مواد مورد نیاز

- ترازوی آزمایشگاهی دقیق

- ظروف استیل

- دستگاه بهم‌زن

- دسی کاتور

- منبع حرارتی

- صافی غشائی با منافذ ۸ میکرومتر و قطر ۵۰ میلی‌متر و دستگاه مربوط

- آون با دمای ۶۰ و ۱۰۵ درجه سانتیگراد

- الفا نفتول (یک گرم الفا نفتول در صد سانتیمتر مکعب اتانول و ده سانتیمتر مکعب

اسید فسفریک)

- اسید فسفریک ۸۵٪

- آب سختی گرفته و از صافی غشائی گذرانیده شده

آماده سازی صافی غشائی

فیلتر غشائی را بمدت ۳۰ دقیقه در دمای ۴۰ درجه سانتیگراد در آب گرم قرار داده و

پس از شستشو با آب آنرا در جام پتری گذاشته و بمدت یک ساعت در دمای ۶۰ درجه

سانتیگراد خشک می‌کنند. صافی را با دقت ۱/۰ میلی‌گرم توزین و وزن آنرا یادداشت می‌کنند

(m₀).

آماده‌سازی نمونه

ظرف استیل را کاملاً شستشو داده و در آن 1 ± 1000 گرم شکر را وزن می‌کنند. سپس در دمای 40° درجه سانتیگراد در 1500 سانتیمتر مکعب آب آنرا حل می‌کنند.

روش کار

صافی ممبران وزن شده را در دستگاه صافی ممبران قرار داده و آنرا مرطوب می‌کنند. محلول شکر گرم را از آن عبور داده و پس از آن صافی را با آب گرم شستشو می‌دهند تا قندی در فیلتر باقی نماند. سپس صافی را در ظرف پتری قرار داده و بمدت یک ساعت در دمای 60° درجه سانتیگراد قرار می‌دهند تا خشک شود. پس از 30 دقیقه قرار دادن در دسی‌کاتور وزن آنرا تعیین می‌کنند (m_1).

$$W = m_1 - m_0$$

ارزشیابی

$W =$ میزان مواد نامحلول بر حسب میلی‌گرم در کیلوگرم

در صورتیکه $W > 20$ باشد بجای 1000 گرم نمونه 500 گرم توزین و نتیجه را در

دو ضرب می‌کنند.

منابع مورد استفاده

- 1- AS 35 Bd. 1/4 (1983)
- 2- Carruther et.al. Int sugar J. 1965 364
- 3- Carruthers, A.; Wootton, A.E.:Ubt, Sugar J.57(1955)
- 4- Detavernier: ICUMSA methods 1979, 82-102
- 5- Domke, J. : Z.Ver. dt.Zuckerind. 62 (1912)Tech. t. 302-311
- 6- Domke, J.; Horting, H.; Plato, F.: Z.Ver.dt. Zuckerind. 50 (1900) Tech.T., 1079 - 1125
- 7- Emmerich, A:Zucker 20 (1967) 603 - 611
- 8- ICUMSA Rep. Proc. 13th. Sess. Hamburg 1962, Subj.
- 9- ICUMSA Rep. Proc. 15th Sess. London 1970, Subj. 5,36-43;
- 10- ICUMSA Rep. Proc. 15th. Sess. London 1970, Subj.2,2-14
- 11- ICUMSA Rep. Proc. 16th Sess. Ankara 1974, Subj. 5-6,52-84
- 12- ICUMSA Rep. Proc. 16th Sess., Ankara 1974 Subj. 12,148 -149, 144-156
- 13- ICUMSA Rep.Proc. 16th. Sess.; Ankara 1974, Subj.
- 14- Knight, J. Allen, C.H. : Int. Sugar J.62 (1960) 344-346
- 15- Lane,J.H. ; Eynon, L.:J.Soc. chem.Ind. 42 (1923) 32T- 37T
- 16- Lange R. etal. (1979). Die Nahrung 23.
- 17- Luff, G.; Schoorl, N. : Handboek Methoden van onderzoek bij de Java Suikerindustrie 1931
- 18- Mategczek, E.:Z.Ver.Rubenzuckerind. 15(1865) 580 - 608
- 19- Momose, T.; Inaba, A . ; Chem. pharmac. Bull. 7 (1959) 541-542
- 20- Oldfield, J.F.T.; Dutton, J.V.; Teague, H.J. : Int. Sugar J. 73(1971) 3-8

- 21- Reinefeld, E.;Emmerich, A.; Van Malland, H.; Mische, D.:
Zucker 29 (1976) 657 - 664
- 22- Scheibler, C.:Z.Ver. Rubenzuckerind. 20(1870) 263 - 309;
24(1870) 263 309; 24 (1874)950-965;27(1877)32-40
- 23- Schneider, F.; Technologie des zuckers 1968, 2.
- 24- Spengler, O. ; Paar, W. : Z.Ver. dt. Zckerind. 82 (1932)
357-369
- 25- Spengler, O.; Todt , F.; Scheuer, M.Z.: Wirtschaftsgr.
Zuckerind 86 (1936)Tech. T., 130-146; 322-331
- 26- Werner, Erich, Zuckertechniker taschenbuch 1966, 173.
16,213-223 16,53-57 193-194 Aufl., 261
- 27- ICUMSA Rep. Proc. 16th Sess. Ankara 1974, Subj. 5, 52-74;
- 28- OIML International Recommendation 1974, No. 14
- 29- Matissek. Steiner: Lebensmittelanalytik 1992,80
- 30- Detavernier,M: ICUMSA methods 1979. 82-102.
- 31- Carruther. E,InT. sugar J.1965.
- 32- Werner.E. Zuckertechniker Taschenbuch 1966 173.
- 33- Lange.R. (1979). Die Nahrung 23.
- 34- AS35 Bd.1/4 1983.

