



راهنمای آنالیز آزمایشگاهی غذا

مترجمین

دکتر احسان عناصری

دکتر تورج مهدی زاده

دکتر محمود اسماعیلی

دانشکده دامپزشکی دانشگاه ارومیه

۱۴۰۱



سرشناسه:	نیلسن، اس. سوزان Nielsen, S. Suzanne
عنوان و نام پدیدآور:	راهنمای آنالیز آزمایشگاهی غذا/ [اس. سوزان نیلسن]؛ مترجمان احسان عناصری، تورج مهدی‌زاده، محمود اسماعیلی؛ ویراستار علمی جواد علی اکبرلو؛ ویراستار ادبی فاطمه مدرسی
مشخصات نشر:	ارومیه: دانشگاه ارومیه، انتشارات، ۱۴۰۲.
مشخصات ظاهری:	ت، ۴۲۷ص.
فروست:	انتشارات دانشگاه ارومیه؛ ۳۱۲
شابک:	978-622-5791-06-0
وضعیت فهرست نویسی:	فیبیا
یادداشت:	عنوان اصلی: Food analysis laboratory manual, 3rd ed, 2017.
یادداشت:	کتاب حاضر قبلاً با عنوان "روش‌های آزمایشگاهی تجزیه مواد غذایی و خوراکی‌ها قابل استفاده برای دانشجویان رشته‌های مهندسی علوم دامی، علوم آزمایشگاهی، دامپزشکی... " و ترجمه سیدرضا موسوی، مریم کهزادیان توسط انتشارات هاوار در سال ۱۳۹۹ منتشر شده است.
یادداشت:	کتابنامه.
عنوان دیگر:	روش‌های آزمایشگاهی تجزیه مواد غذایی و خوراکی‌ها قابل استفاده برای دانشجویان رشته‌های مهندسی علوم دامی، علوم آزمایشگاهی، دامپزشکی....
موضوع:	مواد غذایی -- تجزیه و آزمایش -- دستنامه‌های آزمایشگاهی
موضوع:	Food -- Analysis-- Laboratory manuals
موضوع:	مواد غذایی -- ترکیب -- دستنامه‌های آزمایشگاهی
موضوع:	Food -- Composition-- Laboratory manuals
موضوع:	مهندسی شیمی Chemical engineering
موضوع:	مواد غذایی -- تکنولوژی زیستی Food -- Biotechnology
موضوع:	طیف‌سنجی Spectrum analysis
شناسه افزوده:	عناصری، احسان، ۱۳۵۹-، مترجم
شناسه افزوده:	مهدی‌زاده، تورج، ۱۳۶۱-، مترجم
شناسه افزوده:	اسماعیلی، محمود، ۱۳۶۸-، مترجم
شناسه افزوده:	انتشارات دانشگاه ارومیه
رده بندی کنگره:	TX۵۴۵
رده بندی دیویی:	۰۷/۶۶۴
شماره کتابشناسی ملی:	۸۸۴۴۴۹۸

مرکز انتشارات دانشگاه ارومیه

ارومیه، کیلومتر ۱۱ جاده سرو، تلفن: ۳۱۹۴۲۲۷۴ - ۳۲۷۷۹۹۳۰ - ۰۴۴، بدوژنگار ۳۲۷۷۹۹۳۰

عنوان: راهنمای آنالیز آزمایشگاهی غذا
 ترجمه: احسان عناصری، تورج مهدی‌زاده، محمود اسماعیلی
 ناشر: انتشارات دانشگاه ارومیه
 لیتوگرافی، چاپ و صحافی: [?]
 نوبت چاپ: اول
 سال چاپ: ۱۴۰۲
 شمارگان: ۲۰۰ نسخه
 قیمت پشت جلد: [?]
 شابک: ۰۶-۰۱-۵۷۹۱-۶۲۲-۹۷۸

پیش‌گفتار و تقدیر و تشکر نویسندگان

کتاب راهنمای آزمایشگاهی به همراه کتاب درسی آنالیز مواد غذایی، ویرایش پنجم نوشته شده است. تمرین‌های آزمایشگاهی با متن مرتبط هستند و ۲۱ فصل از ۳۵ فصل کتاب درسی را پوشش می‌دهند. در مقایسه با ویرایش دوم این کتاب راهنمای آزمایشگاه، ویرایش سوم شامل چهار فصل مقدماتی با اطلاعات اولیه است که هم فصل‌های کتاب درسی و هم تمرین‌های آزمایشگاهی (همانطور که در زیر توضیح داده شده است) را تکمیل می‌کند. سه فصل مقدماتی شامل مثال‌هایی از مسائل و راه‌حل‌های آن‌ها، به‌علاوه مسائل تمرینی اضافی در پایان هر فصل (با پاسخ‌ها در انتهای کتابچه راهنمای آزمایشگاه) است. ویرایش سوم همچنین شامل سه تمرین آزمایشگاهی جدید است و آزمایش‌های قبلی به‌روزرسانی و اصلاح شده‌اند. اکثر تمرینات آزمایشگاهی شامل موارد زیر است: پیش‌زمینه، هدف، اساس روش کار، مواد شیمیایی (با شماره CAS و خطرات)، معرف‌ها، اقدامات احتیاطی و دفع پسماند، لوازم، تجهیزات، روش انجام آزمایش، داده‌ها و محاسبات، سؤالات و منابع است.

مدرس‌انی که از این تمرینات آزمایشگاهی استفاده می‌کنند باید به موارد زیر توجه داشته باشند:

۱- استفاده از فصول مقدماتی:

- فصل ۱- روش‌های عملیاتی استاندارد در آزمایشگاه - برای دانشجویان قبل از شروع هر تمرین آزمایشگاهی و آنالیز مواد غذایی توصیه می‌شود.
- فصل ۲- تهیه معرف‌ها و بافرها - شامل تعریف واحدهای غلظت برای کمک به ساخت محلول‌های شیمیایی است.
- فصل ۳- محاسبات رقت و غلظت - مربوط به محاسبات در بسیاری از تمرینات آزمایشگاهی است.

- فصل ۴- استفاده از آمار در آنالیز مواد غذایی - مربوط به آنالیز داده‌ها می‌باشد.

۲- ترتیب تمرین‌های آزمایشگاهی: ترتیب تمرین‌های آزمایشگاهی تغییر کرده است تا با ترتیب مجدد فصول کتاب درسی، آنالیز مواد غذایی، ویرایش پنجم (یعنی کروماتوگرافی و طیف‌سنجی در کتاب حاضر) کاملاً مطابقت داشته باشد. با این حال، هر تمرین آزمایشگاهی را می‌توان به تنهایی انجام داد، بنابراین می‌توان آن‌ها را به هر ترتیبی پوشش داد.

۳- سفارشی کردن روش‌های آزمایشگاهی: مشخص شده است که زمان و تجهیزات موجود برای آموزش جلسات آزمایشگاهی آنالیز مواد غذایی به‌طور قابل توجهی بین دانشگاه‌ها متفاوت است، همانطور که تعداد دانشجویان و سطح آن‌ها در دانشگاه نیز متفاوت است. بنابراین، اساتید ممکن است نیاز به اصلاح روش‌های آزمایشگاهی (به عنوان مثال، تعداد نمونه‌های آنالیز شده، تکرارها) داشته باشند تا متناسب با نیاز و موقعیت خود باشد. برخی از آزمایش‌ها شامل بخش‌ها یا روش‌های متعددی هستند و فرض نمی‌شود که یک استاد از تمام بخش‌های آزمایش به‌صورت نوشته شده استفاده کند. ممکن است دانشجویان به صورت دو نفره کار کنند تا کارها سریع‌تر پیش برود و این کار منطقی می‌باشد. همچنین،

منطقی است که برخی از دانشجویان بخشی از آزمایش یا یک نوع نمونه و دانشجویان دیگر بخشی دیگر از آزمایش یا نوع دوم نمونه را انجام دهند.

۴- استفاده از مواد شیمیایی: اطلاعات در مورد خطرات و اقدامات احتیاطی در استفاده از مواد شیمیایی برای هر آزمایش جامع نیست، اما کارشناس آزمایشگاه باید دانشجویان را از خطرات عمده در حمل و دفع مواد شیمیایی آگاه کند.

۵- آماده سازی معرف: به دلیل محدودیت زمانی برای دانشجویان در یک جلسه آزمایشگاهی، در متن آزمایش‌ها توصیه می‌شود که کارشناس آزمایشگاه بسیاری از معرف‌ها را تهیه کند. فهرست لوازم و تجهیزات آزمایشی لزوماً شامل موارد مورد نیاز کارشناس آزمایشگاه در تهیه معرف‌ها برای جلسه آزمایشگاه نمی‌شود.

۶- داده‌ها و محاسبات: تمرینات آزمایشگاهی جزئیات مربوط به ثبت داده‌ها و انجام محاسبات را ارائه می‌دهد. در درخواست گزارش‌های آزمایشگاهی از دانشجویان، اساتید باید مشخص کنند که آیا فقط به محاسبات نمونه نیاز دارند یا همه محاسبات.

اگرچه این سومین ویرایش کتاب راهنمای آزمایشگاهی است، اما مطمئناً اشتباهات و حذفیات سهوی وجود دارد. من بسیار قدردان دریافت پیشنهادات برای بازبینی این کتابچه از اساتید، از جمله نظرات کارشناسان آزمایشگاه و دانشجویان خواهم بود.

من یک وب‌سایت با مواد آموزشی اضافی مربوط به کتاب درسی آنالیز مواد غذایی و کتابچه راهنمای آزمایشگاه ایجاد کرده‌ام. اساتید می‌توانند برای دسترسی به این وب‌سایت با من تماس بگیرند. برای تکمیل کتابچه راهنمای آزمایشگاه، وب‌سایت دارای نسخه‌های دقیق‌تری از فصل‌های مقدماتی انتخابی و صفحات اکسل مربوط به تمرینات آزمایشگاهی متعدد است.

من از اساتید آنالیز مواد غذایی که در متن مشخص شده‌اند، و آزمایش‌های کامل یا مواد لازم برای توسعه آزمایش‌ها را ارائه کردند، سپاسگزارم. در این نسخه، می‌خواهم از نویسندگان جدید فصل‌های مقدماتی تشکر ویژه کنم که از تجربیات خود در آموزش آنالیز مواد غذایی برای توسعه فصل‌های بسیار ارزشمندی برای دانشجویان و اساتید استفاده کردند. نظراتی که من از سایر اساتید آنالیز مواد غذایی، دانشجویان آنها و این که فصل‌های مقدماتی جدید را مرور کردند، دریافت کردم، بسیار ارزشمند و بسیار قابل قدردانی بود. تشکر ویژه از بارام (پام) اسماعیل و اندرونیلسون برای صرف وقت و مشارکت عمده آنها در این نسخه از کتابچه راهنمای آزمایشگاه را دارم. آخرین قدردانی من به دانشجویان فارغ التحصیل سابقم می‌رسد، از کمک آنها در کار و آزمایش همه روش‌های آزمایشی نوشته شده برای نسخه اولیه کتابچه راهنمای آزمایشگاه تشکر می‌کنم.

سوزان نیلسن

لافايت غربی در ایالات متحده آمریکا

فهرست مطالب

۳	۱-روش های آزمایشگاهی استاندارد
۴	۱-۱- مقدمه
۴	۲-۱- دقت و صحت
۷	۳-۱- ترازو
۱۰	۴-۱- پیت‌های مکانیکی
۲۶	۶-۱- معرف‌ها
۳۱	۷-۱- بررسی داده‌ها و گزارش دهی
۳۴	۸-۱- اصول ایمنی آزمایشگاهی
۳۹	۲-آماده سازی معرف‌ها و بافرها
۴۰	۱-۲- تهیه معرف‌ها با غلظت‌های مشخص
۴۴	۲-۲- استفاده از تیتراسیون برای تعیین غلظت مواد مورد تجزیه
۴۸	۳-۲- آماده‌سازی بافرها
۵۷	۴-۲- نکاتی در مورد بافرها
۵۹	۵-۲- مسائلی برای تمرین بیشتر
۶۳	۳-تهیه رقت و غلظت
۶۴	۱-۳- مقدمه
۶۴	۲-۳- دلایل تهیه رقت و غلظت
۶۵	۳-۳- استفاده از ظروف شیشه‌ای حجمی، برای تهیه‌ی رقت‌ها و غلظت‌های مورد استفاده
۶۶	۴-۳- محاسبات برای تهیه‌ی رقت‌ها و غلظت‌ها
۷۸	۵-۳- موارد خاص
۸۱	۶-۳- منحنی استاندارد
۸۹	۷-۳- تبدیل واحدها
۹۰	۸-۳- رفع اشکال‌های متداول
۹۷	۴-آمار در آنالیز مواد غذایی
۹۸	۱-۴- مقدمه
۹۸	۲-۴- توزیع جمعیت
۱۰۳	۳-۴- Z-SCORES
۱۱۱	۴-۴- توزیع نمونه
۱۱۳	۵-۴- فواصل اطمینان
۱۱۹	۶-۴- T-SCORE
۱۲۴	۷-۴- آزمون T
۱۲۸	۸-۴- دیدگاه‌های عملی
۱۳۰	۹-۴- مشکلات کاری
۱۳۱	۱۰-۴- اصطلاحات و نشانه‌ها
۱۳۵	۵-برچسب گذاری تغذیه ای با استفاده از یک برنامه کامپیوتری

- ۱-۵- مقدمه ۱۳۶
- ۴-۵- یک مثال از مهندسی معکوس در توسعه‌ی محصول ۱۴۳
- ۵-۵- سوال‌ها ۱۴۴
- ۶-۶- ارزیابی دقت و صحت ۱۴۷
- ۱-۶- مقدمه ۱۴۸
- ۲-۶- روش ۱۵۱
- ۳-۶- داده‌ها و محاسبات آنها ۱۵۳
- ۷-۷- کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا ۱۵۷
- ۱-۷- مقدمه ۱۵۸
- ۲-۷- تعیین کافئین در نوشیدنی‌ها با استفاده از HPLC ۱۵۹
- ۳-۷- تجزیه و تحلیل استخراج فاز جامد و HPLC آنتوسیانیدین‌ها از میوه‌ها و سبزیجات ۱۶۴
- ۸-۷- کروماتوگرافی گازی ۱۷۵
- ۱-۸- مقدمه ۱۷۶
- ۲-۸- تعیین متانول و الکل‌های سنگین‌تر در نوشیدنی الکلی با کروماتوگرافی گازی ۱۷۷
- ۳-۸- آماده‌سازی متیل استرهای اسیدهای چرب (FAME) و تعیین پروفایل اسید چرب روغن‌ها با استفاده از کروماتوگرافی گازی ۱۸۳
- ۹-۹- اسپکترومتر جرمی با کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا ۱۹۵
- ۱-۹- مقدمه ۱۹۶
- ۲-۹- روش ۲۰۱
- ۴-۹- سوال‌ها ۲۰۵
- ۵-۹- مطالعه‌ی موردی ۲۰۶
- ۱۰-۱۰- تعیین محتوای رطوبت ۲۱۱
- ۱-۱۰- مقدمه ۲۱۲
- ۲-۱۰- آون مجهز به تهویه‌ی هوا ۲۱۳
- ۳-۱۰- آون خلاء ۲۱۸
- ۴-۱۰- خشک کردن با آون مایکروویو ۲۲۱
- ۵-۱۰- آنالیزر سریع رطوبت ۲۲۲
- ۶-۱۰- تقطیر تولوئن ۲۲۳
- ۷-۱۰- روش کارل فیشر ۲۲۶
- ۸-۱۰- آنالیزر مادون قرمز نزدیک ۲۳۱
- ۹-۱۰- سوال‌ها ۲۳۲
- ۱۱-۱۱- تعیین محتوای خاکستر ۲۳۵
- ۱-۱۱- مقدمه ۲۳۶
- ۲-۱۱- روش ۲۳۷
- ۳-۱۱- داده‌ها و محاسبات ۲۳۸
- ۴-۱۱- سوال‌ها ۲۳۹

۲۴۱	۱۲-تعیین محتوای چربی
۲۴۲	۱-۱۲- مقدمه
۲۴۳	۱۲-۲- روش سوکسله
۲۴۷	۱۲-۳- روش گولدفیش
۲۴۹	۱۲-۴- روش موجونیر
۲۵۳	۱۲-۵- روش بابکوک
۲۵۷	۱۳-تعیین پروتئین و نیتروژن
۲۵۸	۱-۱۳- مقدمه
۲۵۸	۱۳-۲- روش کج‌لدال
۲۶۵	۱۳-۳- روش احتراق نیتروژن
۲۶۹	۱۴-تعیین مقدار کل کربوهیدرات با استفاده از روش فنل - سولفوریک اسید
۲۷۰	۱-۱۴- مقدمه
۲۷۲	۱۴-۲- روش
۲۷۵	۱۴-۳- داده‌ها و محاسبات
۲۷۸	۱۴-۴- سوال‌ها
۲۸۱	۱۵-تعیین میزان ویتامین ث به روش ایندوفنل
۲۸۲	۱-۱۵- مقدمه
۲۸۵	۱۵-۲- روش کار
۲۸۶	۱۵-۳- داده‌ها و محاسبات
۲۸۹	۱۵-۴- سوال‌ها
۲۹۱	۱۶-سنجش سختی آب با تعیین کلسیم کمپلکس شده
۲۹۲	۱-۱۶- مقدمه
۲۹۲	۱۶-۲- روش تیترومتریکی EDTA برای سنجش سختی آب
۲۹۹	۱۶-۳- نوار تست برای سختی آب
۳۰۱	۱۷-تعیین میزان فسفر با روش مورفی - رایلی
۳۰۲	۱-۱۷- مقدمه
۳۰۴	۱۷-۲- روش کار
۳۰۶	۱۷-۳- داده‌ها و محاسبات
۳۰۷	۱۷-۴- سوال‌ها
۳۰۹	۱۸-تعیین میزان آهن با روش فروزین
۳۱۰	۱-۱۸- مقدمه
۳۱۲	۱۸-۲- روش آزمایش
۳۱۳	۱۸-۳- داده‌ها و محاسبات
۳۱۴	۱۸-۴- سوال‌ها
۳۱۵	۱۹-تعیین میزان سدیم با استفاده از الکترودهای انتخاب یونی تیتراسیون مور و نوار آزمایش
۳۱۶	۱-۱۹- مقدمه

- ۱۹-۲- الکترودهای انتخاب یونی ۳۱۶
- ۱۹-۳- تیتراسیون مور ۳۲۱
- ۱۹-۴- نوار آزمایش QUANTAB ۳۲۷
- ۱۹-۵- خلاصه‌ی نتایج ۳۳۲
- ۱۹-۶- سوال‌ها ۳۳۳
- ۲۰- تعیین میزان سدیم و پتاسیم با طیفسنجی جذب اتمی و طیف‌بینی نشر نوری- پلاسمای جفت شده القایی ۳۳۵
- ۲۰-۱- مقدمه ۳۳۶
- ۲۰-۲- روش کار ۳۳۹
- ۲۰-۳- داده‌ها و محاسبات ۳۴۳
- ۲۰-۴- سوال‌ها ۳۴۶
- ۲۱- محلول‌های استاندارد و اسیدیته قابل تیتراسیون ۳۴۷
- ۲۱-۱- مقدمه ۳۴۸
- ۲۱-۲- آماده‌سازی و استانداردسازی محلولهای اسیدی و بازی ۳۴۹
- ۲۱-۳- اسیدیته‌ی قابل تیتراسیون و PH ۳۵۴
- ۲۲- تعیین ویژگی‌های چربی‌ها ۳۶۱
- ۲۲-۱- مقدمه ۳۶۲
- ۲۲-۲- عدد صابونی شدن ۳۶۲
- ۲۲-۳- عدد یدی ۳۶۶
- ۲۲-۴- تعیین میزان اسید چرب آزاد ۳۷۰
- ۲۲-۵- عدد پراکسید ۳۷۴
- ۲۲-۶- جداسازی لیپیدها به روش کروماتوگرافی لایه نازک ۳۷۸
- ۲۳- پروتئین‌ها: استخراج، اندازه‌گیری کمی و الکتروفورز ۳۸۳
- ۲۳-۱- مقدمه ۳۸۴
- ۲۳-۲- معرف‌ها ۳۸۷
- ۲۳-۳- معرف‌ها ۳۸۹
- ۲۳-۴- روش کار ۳۹۱
- ۲۳-۵- داده‌ها و محاسبات ۳۹۴
- ۲۳-۶- سوال‌ها ۳۹۷
- ۲۴- تعیین میزان گلوکز با تجزیه آنزیمی ۳۹۹
- ۲۴-۱- مقدمه ۴۰۰
- ۲۴-۳- داده‌ها و محاسبات ۴۰۴
- ۲۴-۴- سوال‌ها ۴۰۵
- ۲۵- تشخیص گلیادین توسط آزمایش بر پایه‌ی ایمنی سنجی ۴۰۷
- ۲۵-۱- مقدمه ۴۰۸
- ۲۵-۲- روش آزمایش ۴۱۲

- ۴۱۵..... ۲۵-۳- داده‌ها و محاسبات
- ۴۱۶..... ۲۵-۴- سوال‌ها
- ۴۱۹..... ۲۶-محاسبه ویسکوزیته محصولات غذایی مایع
- ۴۲۰..... ۲۶-۱- مقدمه
- ۴۲۱..... ۲۶-۲- روش آزمایش
- ۴۲۶..... ۲۶-۳- داده‌ها
- ۴۲۷..... ۲۶-۴- محاسبات
- ۴۲۸..... ۲۶-۵- سوال‌ها
- ۴۳۱..... ۲۷-مشخصات رنگ CIE (کمیسیون بین‌المللی روشنایی)، محاسبه شده از طیف بازتاب یا عبور
- ۴۳۲..... ۲۷-۱- مقدمه
- ۴۳۵..... ۲۷-۲- روش آزمایش
- ۴۳۸..... ۲۷-۳- سوال‌ها
- ۴۴۱..... ۲۸-آزمایش تشخیص مواد خارجی
- ۴۴۲..... ۲۸-۱- مقدمه
- ۴۴۴..... ۲۸-۲- مواد خارجی در پنیر نرم
- ۴۴۵..... ۲۸-۳- مواد آلوده‌کننده خارجی در مربا
- ۴۴۷..... ۲۸-۴- مواد خارجی در غذای نوزادان
- ۴۴۹..... ۲۸-۵- مواد خارجی در چیپس سیب زمینی
- ۴۵۲..... ۲۸-۶- مواد خارجی در آب لیمو
- ۴۵۲..... ۲۸-۷- سوال‌ها

بخش ۱

فصل ۱

۱- روش های آزمایشگاهی استاندارد

۱-۱- مقدمه

بحث فصل، حاضر در ارتباط با روش‌های کار استاندارد (SOP¹) و بهترین شیوه‌ها برای انجام آزمایش‌های تجزیه مواد غذایی می‌باشد. موضوعات این فصل شامل تعاریف و آشنایی با تجهیزات آزمایشگاهی نظیر ترازو، پیپت مکانیکی، ظروف شیشه‌ای، معرف‌ها، دقت و صحت آزمایش، بررسی و گزارش داده‌ها و ایمنی کار می‌باشد. این روش‌ها دربرگیرنده‌ی تمام آزمون‌های آزمایشگاهی مورد استفاده در این کتاب می‌باشد. این کتاب به بسیاری از مهارت‌های اساسی توجه نموده و شامل اطلاعاتی است که برای تجزیه‌ی مواد غذایی ضروری است. بسیاری از این روش‌ها به شکلی طراحی شده‌اند که سرعت انجام آزمایش را افزایش می‌دهند. هیچ چیز نمی‌تواند آزمایش انجام شده در آزمایشگاه را به عنوان ابزار یادگیری جایگزین گردد، امیدواریم مجموعه راهنمایی‌های این کتاب به دانشجویان کمک کند تا روش‌های آزمایشگاهی مناسب را آموخته و روش‌های نادرست کار آزمایشگاهی خود را اصلاح کنند. زمانی که فردی این کتاب را مطالعه می‌کند، این سوال پیش می‌آید که آیا توجه به همه‌ی جزئیات ضروری است؟ پاسخ همیشه مثبت نیست. این همان معنای ضرب‌المثل ایرلندی است که می‌گوید بهترین فرد برای کار، کسی است که می‌داند چه چیزی را نادیده بگیرد. حقایق زیادی در مورد این ضرب‌المثل وجود دارد، اما نتیجه‌گیری مهم این است که باید توجه داشته باشیم که در بیشتر موارد، جزئیات نادیده گرفته می‌شوند. تصمیم‌گیری در مورد استفاده از روشی غیر از تکنیک‌های معمول باید آگاهانه صورت گیرد. این تصمیم‌گیری نه تنها بایستی بر اساس شناخت روش‌های تجزیه‌ی آزمایشگاهی استوار باشد بلکه بر نحوه‌ی استفاده از داده‌های حاصل از آن نیز باید متکی باشد. بخش عمده‌ای از اطلاعات در این کتاب از انتشارات عالی آژانس حفاظت از محیط زیست آمریکا تحت عنوان راهنمای دستیابی به کیفیت تجزیه‌ی در آزمایشگاه آب و فاضلاب گرفته شده است.

۱-۲- دقت و صحت

برای درک بسیاری از مفاهیم در این فصل، لازم است که تعریف دقیقی از اصطلاحات "دقت" و "صحت" ارائه شود. اشاره دقیق به قابلیت تکرارپذیری مشاهدات، معمولاً به عنوان انحراف معیار (SD)، خطای استاندارد (SE)، یا ضریب تغییر (CV) اندازه‌گیری می‌شوند. برای بحث کامل‌تر درباره دقت و صحت به فصل ۴ این کتاب و کتاب اسمیت (۲۰۱۷) مراجعه کنید. مقادیر ذکر شده هرچقدر

¹ Standard operating procedure

کوچکتر باشند، تکرارپذیری بیشتر و اندازه‌گیری دقیق‌تری خواهند داشت. دقت آزمایشات تنها با تکیه بر استانداردهای مرجع تعیین نمی‌شوند، بلکه با استفاده از نمونه‌های غذایی واقعی که طیف وسیعی از غلظت‌ها و انواع مواد مداخله‌گر را پوشش می‌دهد تحلیل می‌گردند. بدیهی است، چنین اطلاعاتی تا زمانی که تحلیلگر با روش انجام آزمایش آشنا نیست نباید جمع‌آوری شود. در نهایت با استفاده از داده‌ها، منحنی استاندارد قابل تکرار (رابطه ریاضی بین غلظت آنالیت و پاسخ تجزیه‌ای) به دست می‌آید. روش‌های مختلفی برای تعیین "دقت" آزمایشات وجود دارد. یکی از این روش‌ها، به صورت زیر است:

- ۱- سه سطح غلظت جداگانه به این صورت ساخته شود: یک سطح غلظت پایین در حدود پایین‌ترین سطح حساسیت، یک سطح غلظت متوسط و یک سطح غلظت در حدود بالاترین سطح حساسیت باید مورد مطالعه قرار گیرد.
 - ۲- هفت تکرار باید برای هر یک از غلظت‌های تست شده انجام شود.
 - ۳- به دلیل ایجاد تغییر در شرایط ابزار در محیط آزمایشگاهی، بررسی دقیق عملیات آزمایشگاهی حداقل باید دو ساعت به طول انجامد.
 - ۴- به منظور حداکثر ایجاد تداخل در عملیات متوالی پیشنهاد می‌شود که نمونه‌ها به ترتیب غلظت یا مقدار؛ بالا، پایین و متوسط مورد آزمایش قرارگیرند. سپس این آزمایشات برای به‌دست آوردن دقت مورد نظر هفت بار تکرار شوند.
 - ۵- دقت آزمایش باید طیفی از انحراف استاندارد را در محدوده‌ی غلظت آزمایش داشته باشد. بنابراین، سه انحراف استاندارد در محدوده‌ی سه غلظت به دست خواهد آمد.
- دقت به درجه‌ی (مطلق یا نسبی) تفاوت بین مقادیر واقعی و مشاهده شده اشاره دارد. تعیین مقادیر واقعی اغلب دشوار بوده و ممکن است مقدار به دست آمده حاصل یک روش استاندارد و مرجع (روش پذیرفته شده برای انجام یک سنجش) باشد.
- یکی دیگر از روش‌های ارزیابی دقت، اضافه کردن مقدار مشخص از مواد مورد آنالیز به نمونه مواد غذایی و سپس محاسبه درصد بازیابی آن است. روش دوم شامل مراحل زیر است:

- ۱- مقادیر مشخصی از ترکیبات خاص در غلظت‌هایی به نمونه‌های واقعی اضافه می‌شود. پیشنهاد می‌شود که مقداری از نمونه با غلظت پایین را به حدود دو برابر غلظت رسانده و مقداری از غلظت متوسط در نمونه تقریباً با حد بالایی از غلظت در حدود ۷۵ درصد در این روش استفاده شود.

۲- هفت تکرار در هر غلظت انجام شود.

۳- دقت به عنوان درصد بازیابی غلظت نهایی نمونه‌ی مشخص گزارش شود. درصد بازیابی در هر غلظت، میانگین نتایج هفت تکرار است.

ابزار با دقت کمتر، برای ارزیابی دقت و صحت آنالیز نمونه‌ی غذایی و تکرار مقدار مشخصی از نمونه‌ی ماده غذایی کاربرد داشته و سپس میزان بازیابی مقدار مشخصی از نمونه را محاسبه می‌کند. یک مثال در جدول ۱-۱ نشان داده شده است.

سپس دقت را با درصد مشخص (۰/۷۵ گرم در لیتر) محاسبه کرده و با مقادیر نمونه‌های نامشخص و مشخص اندازه‌گیری شده مقایسه می‌کنیم:

$$\text{دقت} \approx \text{درصد بازیابی} = \frac{\text{نمونه مشخص اندازه گیری شده}}{\text{مقدار مشخص} + \text{نمونه اندازه گیری شده}} \times 100\%$$

$$\text{دقت} \approx \text{درصد بازیابی} = \frac{2.0955 \text{ g/L}}{1.2955 \text{ g/L} + 0.75 \text{ g/L}} \times 100\% = 102.44\%$$

در این روش ۰/۷۵ گرم بر لیتر کلسیم به یک نمونه که میزان کلسیم آن ۱/۲۹۵۵ گرم بر لیتر اندازه‌گیری شده بود، اضافه و میزان مشخص کلسیم در حدود ۲/۴۴٪ اندازه‌گیری شد. که در نتیجه غلظت کلسیم با یک روش کاملاً دقیق در نمونه‌ی مشخص شده ۱/۲۹۵۵ گرم بر لیتر بوده که با اضافه کردن ۰/۷۵ گرم بر لیتر کلسیم به آن برابر با ۲/۰۴۵۵ گرم بر لیتر می‌شود. این روش در واقع نمونه‌ی مشخص شده را ۲/۰۹۵۵ گرم بر لیتر اندازه‌گیری کرد، که ۲/۴۴٪ باید بزرگتر از آن باشد. بنابراین دقت در خطای نسبی به طور تقریبی ۲/۴۴٪ تخمین زده می‌شود.

۷ فصل اول: روش های آزمایشگاهی استاندارد

جدول ۱-۱- اندازه گیری محتوی کلسیم (گرم بر لیتر) شیر و شیر حاوی کلسیم افزوده شده

تکرار	شیر	شیر + ۰/۷۵ گرم بر لیتر کلسیم
۱	۱/۲۹	۲/۱۵
۲	۱/۴۰	۲/۱۲
۳	۱/۳۳	۲/۲۰
۴	۱/۲۴	۲/۲۷
۵	۱/۲۳	۲/۰۷
۶	۱/۴۰	۲/۱۰
۷	۱/۲۴	۲/۲۰
۸	۱/۲۷	۲/۰۷
۹	۱/۲۴	۱/۷۴
۱۰	۱/۲۸	۲/۰۱
۱۱	۱/۳۳	۲/۱۲
متوسط	۱/۲۹۵۵	۲/۰۹۵۵
SD	۰/۰۶۲	۰/۱۳۸
%CV	۴/۸	۶/۶

۳-۱- ترازو

۱-۳-۱- انواع ترازو

در اکثر آزمایشگاه ها دو نوع ترازو استفاده می شود. که شامل ترازوهای با بارگذاری بالا و ترازوهای تجزیه ای هستند. با توجه به روش خاص در استفاده، ترازوهای با بارگذاری بالا معمولاً به ۰/۱-۰/۰۰۱ گرم حساس هستند (به این معنی که آنها می توانند تفاوت های جرم یک نمونه را به میزان ۰/۱-

۰/۰۰۱ گرم اندازه‌گیری کنند). به طور کلی، با افزایش ظرفیت (بزرگ‌ترین جرمی را که می‌تواند اندازه‌گیری کند)، حساسیت کاهش می‌یابد. به عبارت دیگر، ترازوهایی که می‌توانند اجرام بزرگتری را اندازه‌گیری کنند، تفاوت‌های اجرام را در محل‌های اعشار کمتری اندازه می‌گیرند. ترازوهای تجزیه‌ای معمولاً با توجه به مدل خاصشان به ۰/۰۰۱-۰/۰۰۰۰۱ گرم حساس می‌باشند. لازم به یادآوری است که حساسیت (توانایی تشخیص تفاوت‌های کمتر در جرم) لزوماً با دقت برابر نیست (درجه‌ای که ترازو درستی جرم واقعی را گزارش می‌دهد). این واقعیت که ترازو می‌تواند تا ۰/۰۱ میلی‌گرم را وزن کند، لزوماً به این معنی نیست که ۰/۰۱ میلی‌گرم دقیق باشد. بدان معنی است که ترازو می‌تواند تفاوت بین اجرام را در ۰/۰۱ میلی‌گرم از همدیگر تشخیص دهد، اما ممکن است این اجرام را به طور دقیق به اندازه ۰/۰۱ میلی‌گرم از جرم واقعیشان اندازه‌گیری نکند (زیرا آخرین رقم اغلب گرد می‌شود). دقت یک ترازو مستقل از حساسیت آن است.

۱-۳-۲- انتخاب ترازو

استفاده از یک نوع خاص ترازو، به میزان دقت مورد نیاز در اندازه‌گیری بستگی دارد. یکی از راه‌های تعیین آن، محاسبه میزان خطای نسبی (برحسب درصد) با یک نوع ترازوی مشخص است. به عنوان مثال، اگر ۰/۱ گرم از یک معرف مورد نیاز باشد، بارگذاری آن را با دقت بالاتری در حدود $\pm 0/02$ گرم از جرم واقعی توزین می‌کند که تقریباً خطای ۲۰٪ را نشان می‌دهد:

$$\text{درصد خطا در اندازه‌گیری جرم} = \frac{\text{خطای مطلق اندازه‌گیری شده}}{\text{جرم اندازه‌گیری شده}} \times 100$$

$$\text{درصد خطای جرم اندازه‌گیری شده} = \frac{0/02g}{0/1g} \times 100 = 20\%$$

در اکثر موارد این امر غیرقابل قبول بوده و بنابراین ترازوی دقیق‌تر مورد نیاز است. با این حال، در همان ترازو (با دقت ۰/۰۲ گرم) ممکن است معرف با وزن بالای ۱۰۰ گرم باشد، که در این صورت خطا حدود ۰/۰۲٪ خواهد بود:

$$\text{درصد خطا در جرم اندازه‌گیری شده:} \frac{0/02g}{100g} \times 100 = 0/02\%$$

پاسخ این سوال را که چه میزان دقت مورد نیاز است، زمانی می‌توان یافت که کارکرد مناسب معرف را در روش تجزیه‌ای به دست آورد. این یک دلیل لازم برای درک بهتر چهارچوب شیمیایی یک روش تجزیه‌ای بوده و به سادگی یک روش تجزیه‌ای که در یک کتاب آشپزی به کار می‌رود، نیست. بنابراین، تعیین یک دستورالعمل کلی در مورد ترازوی استفاده شده دشوار است. شرایط دیگری که باید

در تعیین نوع ترازوی مورد استفاده مدنظر قرار گیرد، زمانی است که در اجرام محاسبه شده تفاوت وجود دارد. برای مثال، بوته چینی خشک شده که در تعیین مقدار خاکستر کل مورد استفاده قرار می‌گیرد، وزن آن می‌تواند ۲۰/۰۵ گرم در یک ترازو با بارگذاری بالا باشد، وزن بوته چینی به اضافه نمونه برابر با ۲۵۰/۰۵ گرم و بوته حاوی خاکستر ۲۵/۲۵ گرم است. ممکن است استفاده از ترازوی با بارگذاری بالا با دقت $\pm 0/02$ گرم خطای حدود $0/1\%$ را نشان دهد که اغلب قابل قبول است. در واقع، از آنجا که تفاوت در وزن (۲۰/۰۵ گرم) تعیین می‌شود، خطا حدود $0/10\%$ بوده و در نتیجه غیر قابل قبول است. در این مورد، قطعاً ترازوی تجزیه‌ای مورد نیاز است، زیرا علاوه بر دقت، حساسیت لازم را نیز دارد.

۱-۳-۳- ترازوی با بار گذاری بالا

این دستورالعمل‌ها کلی هستند اما در استفاده از اکثر مدل‌های ترازو با بارگذاری بالا اعمال می‌شوند:

۱- ترازو با استفاده از سطح حباب و دامنه‌ی قابل تنظیم، سطح‌بندی می‌شود. (برای استفاده مناسب از ترازو، سطح‌بندی لازم است).

۲- در ترازوی صفر (به طوری که وقتی صفر است چیزی روی صفحه آن نباشد) وزن خالص توزین به گونه‌ای می‌باشد تا وقتی که ظرف حاوی نمونه بر روی صفحه توزین قرار می‌گیرد ترازو صفر را بخواند (ظرف دهان گشاد خالی، لوله خالی و غیره). تابع وزن خالص در تفریق وزن ظرف آزمایشگاهی یا وزن ظرفی که نمونه به آن اضافه شده است استفاده می‌شود.

۳- وزن نمونه

۱-۳-۴- استفاده از ترازوی تجزیه‌ای

همیشه قبل از استفاده از این نوع ترازو، باید از دستورالعمل خاص برای ترازوی تجزیه‌ای استفاده گردد. سرعت و دقت هر دو وابسته به عملکرد مشخص ترازوی تجزیه‌ای بوده و همچنین سرعت و دقت هر دو وابسته به وجود یک بهره‌گیری مناسب از ترازوی تجزیه‌ای هستند. اگر از یک نوع ترازوی تجزیه‌ای خاص استفاده کرده باشید، تمرین کردن قبل از وزن یک نمونه با وزن یک قاشقک یا سایر مواد مناسب، ممکن است مفید باشد. قوانین کلی زیر برای اکثر ترازوهای تجزیه‌ای بکار می‌رود و باید اطمینان حاصل شود که نتایج دقیق به دست می‌آیند و ترازو در اثر استفاده نادرست آسیب نمی‌بیند:

۱- ترازوی تجزیه‌ای ابزار دقیق گران قیمت است. به همین دلیل آنرا سالم نگهدارید.

۲- اطمینان حاصل کنید که سطح ترازو در روی میز یا نیمکت محکم بوده و بدون لرزش است.

- ۳- هنگامی که این شرایط بوجود آمد، روش مشابهی که در بالا برای ترازوی با بارگذاری بالا تعریف شده است، برای وزن کردن نمونه بر روی ترازوی تجزیه‌ای نیز استفاده می‌شود.
- ۴- ترازو را همیشه تمیز کنید.

۱-۳-۵- اطلاعات اضافی

سایر نکات مربوط به استفاده از ترازو، شامل موارد زیر است:

- ۱- بسیاری از آنالیزها (رطوبت، خاکستر و غیره) نیاز به توزین نمونه خشک شده نهایی یا خاکستر همراه با ظرف دارند. جرم ظرف باید معلوم باشد تا بتوان آن را از جرم نهایی کم و جرم نمونه خشک یا خاکستر را به دست آورد. بنابراین، قبل از آنالیز، مطمئن شوید که وزن ظرف را به دست آورده‌اید. این را می‌توان به این روش انجام داد: اول ظرف خالی را قبل از اضافه کردن نمونه وزن کرده، سپس نمونه را اضافه کرده و ظرف را وزن کنید و پس از آن وزن ظرف به اضافه نمونه را به دست آورید.
- ۲- جذب رطوبت از هوا و یا اثر انگشت روی سطح ظرف، وزن نمونه را کمی افزایش می‌دهد. این می‌تواند خطاهای وزن را به ویژه هنگام استفاده از ترازوی تجزیه‌ای، که بر نتایج تجزیه‌ای تأثیر می‌گذارد، افزایش دهد. بنابراین در هنگام توزین ظروف دهان گشاد آزمایشگاهی مانند بوته‌ها و سایر ظروف، برای برداشتن آنها باید از انبرک یا دستکش استفاده کرد. برای اندازه‌گیری‌های دقیق (رطوبت، خاکستر و سایر اندازه‌گیری‌ها)، ظروف باید قبل از خشک شدن و قبل از استفاده در دسیکاتور نگهداری شوند و پس از خشک شدن، تا زمان خاکستری و غیره و توزین در دسیکاتور نگهداری شوند. نمونه قبل از وزن کردن باید سرد شود.
- ۳- جریان هوا و یا تکیه بر میز می‌تواند خطای قابل ملاحظه‌ای در ترازوهای تجزیه‌ای ایجاد کند. بهتر است خواندن وزن را پس از بستن درب‌های جانبی ترازوی تجزیه‌ای انجام دهید.
- ۴- اکثر ترازوها در آزمایشگاه‌های مدرن، الکتریکی هستند. ترازوهای قدیمی‌تر دیگر مورد استفاده قرار نمی‌گیرند اما بسیار قابل اعتماد هستند.

۱-۴- پیت‌های مکانیکی

پیت‌های مکانیکی (به عنوان مثال، پیتورهای اتوماتیک) به دلیل دقت بالا و استفاده راحت و آسان از آنها و همچنین دقت قابل قبول در هنگام استفاده درست و زمانی که کالیبر شده باشند، تجهیزات استاندارد در بسیاری از آزمایشگاه‌های تجزیه هستند. اگرچه استفاده از این پیت‌ها نسبت به

پیپت‌های معمولی حجمی شیشه‌ای آسان‌تر به نظر می‌رسد اما این بدان معنی نیست که دقت و صحت لازم را می‌توان بدون توجه به روش پیپت کردن مناسب به دست آورد. بر عکس اگر که اگر پیپت‌های مکانیکی به اشتباه استفاده شوند، معمولاً باعث خطای بیشتری نسبت به استفاده از پیپت‌های حجمی شیشه‌ای می‌شوند. استفاده مناسب از پیپت‌های حجمی شیشه‌ای در بخش ظروف شیشه‌ای مورد بحث قرار گرفته است. پیپت مکانیکی پمپی^۱ (Rainin Instrument Co., Inc.) نمونه‌ای از طراحی پیپت قابل تنظیم است. استفاده مناسب از این نوع پیپت، همانطور که توسط سازنده توصیه شده است، در اینجا شرح داده می‌شود. مارک‌های دیگر از پیپت‌های مکانیکی در دسترس هستند و اگر چه دستورالعمل‌های خاص آنها را باید اعمال کرد، اما عملکرد مناسب آن‌ها معمولاً بسیار شبیه به آنچه که در اینجا شرح داده شده است، می‌باشد.

۱-۴-۱- عملکرد

- ۱- حجم مورد نظر را بر روی میکرومتر یا حجم سنج دیجیتال تنظیم کنید. برای دقت بهتر، همیشه از طریق کاهش حجم بزرگتر به حجم مورد نظر نزدیک شود. اطمینان حاصل کنید که پی پتور را بیشتر از حداکثر ظرفیت آن تنظیم نکنید چون باعث خراب شدن آن و نیاز به تعمیر خواهد داشت.
- ۲- سر پیپت را به پیپت‌پرکن وصل کنید و محکم با یک چرخش کوچک فشار دهید تا مطمئن شوید که ورود مثبت هوا به داخل پیپت پر کن بسته شده است.
- ۳- پیستون را تا اولین توقف مثبت فشار دهید. حرکت این بخش، حجم کالیبراسیون را نشان می‌دهد. با عبور از اولین توقف مثبت، حجم بیشتری از نمونه توسط پیپت برداشته خواهد شد.
- ۴- با برگرداندن پمپ مکانیکی به صورت عمودی، سر پیپت را در بخش مایع نمونه در عمق مشخص (جدول ۱-۲) وارد کنید، هر پیپت حداکثر حجم مخصوص به خود را دارد. (۲۰- P-۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰، ۱۰۰۰، ۵۰۰۰، حداکثر حجم برابر با ۲۰، ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰، ۱۰۰۰ و ۵۰۰۰ میکرو لیتر).
- ۵- اجازه دهید پیستون به آرامی به موقعیت بالا بازگردد. هرگز ضربه محکم و ناگهانی به پیستون وارد نکنید (این عمل مایع را به داخل دستگاه پیپت مکش کرده و باعث برداشتن حجم نادرست و آسیب رساندن به پیپت می‌شود).

^۱ Pipetman