

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΠΟΙΟΤΙΚΟΥ ΕΛΕΓΧΟΥ ΥΛΙΚΩΝ



Γεωργίου Θεοδ. Κοτονιά
ΔΙΕΥΘΥΝΤΗ Ι.Ε.Κ. ΣΙΒΙΤΑΝΙΔΕΙΟΥ ΣΧΟΛΗΣ



ΧΡΥΣΟΥΝ ΜΕΤΑΛΛΙΟΝ
ΑΚΑΔΗΜΙΑΣ ΑΘΗΝΩΝ

ΙΔΡΥΜΑ ΕΥΓΕΝΙΔΟΥ

ΧΡΥΣΟΥΝ ΜΕΤΑΛΛΙΟΝ ΑΚΑΔΗΜΙΑΣ ΑΘΗΝΩΝ

Α΄ ΕΚΔΟΣΗ 1984

Β΄ ΕΚΔΟΣΗ 1985

Γ΄ ΕΚΔΟΣΗ 2008

ΠΡΟΛΟΓΟΣ ΙΔΡΥΜΑΤΟΣ ΕΥΓΕΝΙΔΟΥ

Ο Ευγένιος Ευγενίδης, ο ιδρυτής και χορηγός του «Ιδρύματος Ευγενίδου», πολύ νωρίς προέβλεψε και σχημάτισε την πεποίθηση ότι η άρτια κατάρτιση των τεχνικών μας, σε συνδυασμό με την εθνική αγωγή, θα ήταν αναγκαίος και αποφασιστικός παράγοντας της προόδου του Έθνους μας.

Την πεποίθησή του αυτή ο Ευγενίδης εκδήλωσε με τη γενναιόφρονα πράξη ευεργεσίας, να κληροδοτήσει σεβαστό ποσό για τη σύσταση Ιδρύματος, που θα είχε ως σκοπό να συμβάλλει στην τεχνική εκπαίδευση των νέων της Ελλάδας.

Έτσι, το Φεβρουάριο του 1956 συστήθηκε το «Ίδρυμα Ευγενίδου», του οποίου τη διοίκηση ανέλαβε η αδελφή του Μαριάνθη Σίμου, σύμφωνα με την επιθυμία του διαθέτη. Από το 1981 μέχρι το 2000 το έργο του Ιδρύματος συνέχισε ο Νικόλαος Βερνίκος - Ευγενίδης, τον οποίο διαδέχθηκε ο κ. Λεωνίδας Δημητριάδης-Ευγενίδης.

Από το 1956 έως σήμερα η συμβολή του Ιδρύματος στην τεχνική εκπαίδευση πραγματοποιείται με διάφορες δραστηριότητες. Όμως απ' αυτές η σημαντικότερη, που κρίθηκε από την αρχή ως πρώτης ανάγκης, είναι η έκδοση βιβλίων για τους μαθητές των Τεχνικών Σχολών.

Μέχρι σήμερα εκδόθηκαν 451 διδακτικά εγχειρίδια, που έχουν διατεθεί σε πολλά εκατομμύρια τόμους. Τα βιβλία αυτά κάλυπταν ή καλύπτουν τις ανάγκες των Κατωτέρων και Μέσων Τεχνικών Σχολών του Υπ. Παιδείας, των Σχολών του Οργανισμού Απασχολήσεως Εργατικού Δυναμικού (ΟΑΕΔ), των Τεχνικών και Επαγγελματικών Λυκείων, των Τεχνικών Επαγγελματικών Σχολών, των Δημοσίων Σχολών Εμπορικού Ναυτικού και των Ναυτικών Ακαδημιών.

Μοναδική φροντίδα του Ιδρύματος σ' αυτήν την εκδοτική του προσπάθεια ήταν και είναι η ποιότητα των βιβλίων, από άποψη όχι μόνον επιστημονική, παιδαγωγική και γλωσσική, αλλά και από άποψη εμφάνισης, ώστε το βιβλίο να αγαπηθεί από τους νέους.

Για την επιστημονική και παιδαγωγική ποιότητα των βιβλίων, τα κείμενα υποβάλλονται σε πολλές επεξεργασίες και βελτιώνονται πριν από κάθε νέα έκδοση.

Ιδιαίτερη σημασία απέδωσε το Ίδρυμα από την αρχή στην ποιότητα των βιβλίων από γλωσσική άποψη, γιατί πιστεύει ότι και τα τεχνικά βιβλία, όταν είναι γραμμένα σε γλώσσα άρτια και ομοιόμορφη, αλλά και κατάλληλη για τη στάθμη των μαθητών, μπορούν να συμβάλλουν στην γλωσσική διαπαιδαγώγηση των μαθητών.

Έτσι, με απόφαση που πάρθηκε ήδη από το 1956, όλα τα βιβλία της Βιβλιοθήκης του Τεχνίτη, δηλαδή τα βιβλία για τις τότε Κατώτερες Τεχνικές Σχολές, όπως αργότερα και για τις Σχολές του ΟΑΕΔ, είναι γραμμένα σε γλώσσα δημοτική, με βάση τη γραμματική του Τριανταφυλλίδη, ενώ όλα τα άλλα βιβλία είναι γραμμένα στην απλή καθαρεύουσα. Η γλωσσική επεξεργασία των βιβλίων γίνεται από φιλόλογους του Ιδρύματος και έτσι εξασφαλίζεται η ενιαία σύνταξη και ορολογία κάθε κατηγορίας βιβλίων.

Η ποιότητα του χαρτιού, το είδος των τυπογραφικών στοιχείων, τα σωστά σχήματα, η καλαίσθητη σελιδοποίηση, το εξώφυλλο και το μέγεθος του βιβλίου, περιλαμβάνονται και αυτά στις φροντίδες του Ιδρύματος.

Το Ίδρυμα θεώρησε ότι είναι υποχρέωσή του, σύμφωνα με το πνεύμα του ιδρυτή του, να θέσει στη διάθεση του Κράτους όλη αυτή την πείρα του των 50 ετών, αναλαμβάνοντας την έκδοση των βιβλίων και για τις νέες Τεχνικές και Επαγγελματικές Σχολές και τα νέα Τεχνικά και Επαγγελματικά Λύκεια, σύμφωνα με τα Αναλυτικά Προγράμματα του Π. Ι. και του ΥΠΕΠΘ.

ΕΠΙΤΡΟΠΗ ΕΚΔΟΣΕΩΝ ΙΔΡΥΜΑΤΟΣ ΕΥΓΕΝΙΔΟΥ

Αλέξανδρος Σταυρόπουλος, ομ. καθηγητής Πανεπιστημίου Πειραιώς, Πρόεδρος.

Ιωάννης Τεγόπουλος, ομ. καθηγητής ΕΜΠ.

Ιωάννης Τζαβάρας, Αντιναύαρχος Λ.Σ. εν αποστρατεία (ε.α.)

Παύλος Νταβαρίνος, Δ/ντής Σπ. Δεут. Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ.

Σύμβουλος επί των εκδόσεων του Ιδρύματος **Κων. Αγγ. Μανάφης**, ομ. καθηγ. Φιλοσοφικής Σχολής Πανεπιστημίου Αθηνών.

Γραμματέας της Επιτροπής, **Γεώργιος Ανδρεάκος**.

Διατελέσαντα μέλη ή σύμβουλοι της Επιτροπής

Γεώργιος Κακριδής (1955-1959) Καθηγητής ΕΜΠ, *Άγγελος Καλογεράς* (1957-1970) Καθηγητής ΕΜΠ, *Δημήτριος Νιάνιαν* (1957-1965) Καθηγητής ΕΜΠ, *Μιχαήλ Σπετσιέρης* (1956-1959), *Νικόλαος Βασιώτης* (1960-1967), *Θεόδωρος Κουζέλης* (1968-1976) Μηχ. Ηλ. ΕΜΠ, *Παναγιώτης Χατζηιωάννου* (1977-1982) Μηχ. Ηλ. ΕΜΠ, *Αλέξανδρος Ι. Παππάς* (1955-1983) Καθηγητής ΕΜΠ, *Χρυσόστομος Καβουνίδης* (1955-1984) Μηχ. Ηλ. ΕΜΠ, *Γεώργιος Ρούσσος* (1970-1987) Χημ.-Μηχ. ΕΜΠ, Δρ. Θεοδόσιος Παπαθεοδοσίου (1982-1984) Δ/ντής Σπουδών Δευτεροβάθμιας Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ, *Ιγνάτιος Χατζηευστρατίου* (1985-1988) Μηχανολόγος, Δ/ντής Σπουδών Δευτεροβάθμιας Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ, *Γεώργιος Σταματίου* (1988-1990) Ηλεκτρολόγος ΕΜΠ, Δ/ντής Σπουδών Δευτεροβάθμιας Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ, *Σωτ. Γκλαβάς* (1989-1993) Φιλολόγος, Δ/ντής Σπουδών Δευτεροβάθμιας Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ, *Εμ. Τρανούδης* (1993-1996) Δ/ντής Σπ. Δεут. Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ, *Χρήστος Σιγάλας* Δ/ντής Σπ. Δεут. Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ, *Γεώργιος Λαρισαίος* Δ/ντής Σπ. Δεут. Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ, *Ιωάννης Προβής* Δ/ντής Σπ. Δεут. Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ, *Μιχαήλ Αγγελόπουλος* ομ. καθηγητής ΕΜΠ.



ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΠΟΙΟΤΙΚΟΥ ΕΛΕΓΧΟΥ ΥΛΙΚΩΝ

ΓΕΩΡΓΙΟΥ ΘΕΟΔ. ΚΟΤΟΝΙΑ

ΔΙΕΥΘΥΝΤΗ ΙΝΣΤΙΤΟΥΤΟΥ ΕΠΑΓΓΕΛΜΑΤΙΚΗΣ ΚΑΤΑΡΤΙΣΗΣ
ΣΙΒΙΤΑΝΙΔΕΙΟΥ ΣΧΟΛΗΣ

ΑΘΗΝΑ
2008



ISBN: 978-960-337-074-1

Copyright © Ίδρυμα Ευγενίδου

Απαγορεύεται η ολική ή μερική ανατύπωση του βιβλίου και των εικόνων με κάθε μέσο καθώς και η διασκευή, η προσαρμογή, η μετατροπή και η κυκλοφορία του. (Άρθρο 3 του ν. 2121/1993).



ΠΡΟΛΟΓΟΣ ΤΡΙΤΗΣ ΕΚΔΟΣΕΩΣ

Η πρώτη και η δεύτερη έκδοση του βιβλίου, τα έτη 1984 και 1985 αντίστοιχα, κάλυψαν κυρίως τις ανάγκες της Γ' τάξεως του Χημικού Τομέα της Δημόσιας Τεχνικής και Επαγγελματικής Εκπαιδεύσεως, σύμφωνα με το εγκεκριμένο και καθορισμένο αναλυτικό πρόγραμμα του ΥΠΕΠΘ.

Ενώ όμως απευθυνόταν σε μαθητές της Δευτεροβάθμιας Τεχνικής Εκπαιδεύσεως διαπιστώθηκε ότι χρησιμοποιήθηκε και από σπουδαστές αντιστοίχων ή συναφών ειδικοτήτων των ΤΕΙ, της ΑΣΠΑΙΤΕ (ΣΕΛΕΤΕ) της Γεωπονικής σχολής και των ΙΕΚ.

Η παρούσα έκδοση είναι εμπλουτισμένη σε ενότητες με τεχνικές παρατηρήσεις και περιγραφή συγχρόνων ενόργανων μεθόδων αναλύσεως. Στόχος των ανωτέρω είναι η πιο αποτελεσματική και ακριβής πραγματοποίηση των προσδιορισμών ποιοτικού ελέγχου.

Απευθύνεται επομένως η έκδοση αυτή όχι μόνο σε μαθητές της επαγγελματικής εκπαιδεύσεως, όπως των ειδικοτήτων Χημικών Εργαστηρίων και Τεχνολογίας Τροφίμων των ΕΠΑ.Λ και ΕΠΑ.Σ, αλλά και σε καταρτιζόμενους των Τομέων "Τροφίμων και Ποτών" και "Χημικής Βιομηχανίας" των ΙΕΚ, των ειδικοτήτων "Τεχνικός Φαρμάκων και Καλλυντικών" καθώς και "Εφαρμογών Διαιτητικής" κ.ά. Επίσης, μπορεί να χρησιμοποιηθεί ως βοήθημα από σπουδαστές, φοιτητές ή και από επαγγελματίες.

Επιθυμώ να ευχαριστήσω για μία ακόμη φορά το Ίδρυμα Ευγενίδου, που με περιβάλλει με την εμπιστοσύνη του, έτσι ώστε να επανεκδοθεί το βιβλίο αυτό σε βελτιωμένη μορφή, γεγονός που με τιμά ιδιαίτερα.

Ο συγγραφέας

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΠΡΩΤΟ

ΧΗΜΙΚΗ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΝΕΡΟΥ

Γενικές πληροφορίες.

1. Πόσιμο νερό.

Το νερό που διανέμεται στις πόλεις και που χρησιμοποιείται ως πόσιμο, προέρχεται από πηγές, πηγάδια, ποταμούς και λίμνες. Το νερό αυτό ανεξάρτητα από τη χημική του σύσταση, θα πρέπει να μην περιέχει παθογόνους μικροοργανισμούς, οι οποίοι θα μπορούσαν να βλάψουν την υγεία. Θα πρέπει επίσης να είναι άοσμο, άχρωμο, διαυγές, εύγεστο και ευχάριστο όταν το πίνουμε.

«**Πόσιμο νερό**» είναι το νερό που προορίζεται για ανθρώπινη κατανάλωση. «**Ρύπανση**» του πόσιμου νερού καλείται η ύπαρξη στο νερό κάθε ξένης ουσίας (οργανικής, ανόργανης, ραδιενεργούς και βιολογικής), η οποία μπορεί να καταστήσει αυτό επιβλαβές για την υγεία του ανθρώπου και ακατάλληλο για τις όποιες χρήσεις του.

Το νερό θεωρείται μολυσμένο όταν περιέχονται σ' αυτό παθογόνοι μικροοργανισμοί που το καθιστούν επικίνδυνο για πόση ή άλλη χρήση. Η βιομηχανία τροφίμων χρησιμοποιεί μεγάλες ποσότητες νερού για την καθαριότητα των εγκαταστάσεων επεξεργασίας, για τη μεταποίηση, αλλά και ειδικότερα για την παραγωγή-παρασκευή προϊόντων, των οποίων αποτελεί βασικό συστατικό (πρώτη ύλη).

Επομένως το πόσιμο νερό πρέπει να πληροί ορισμένες προδιαγραφές προκειμένου να είναι κατάλληλο για όλες τις παραπάνω χρήσεις. Οργανοληπτικά πρέπει να είναι διαυγές, άχρωμο, ευχάριστο στη γεύση, άοσμο και απαλλαγμένο από παθογόνους μικροοργανισμούς και στοιχεία ή ουσίες τοξικές για τον ανθρώπινο οργανισμό.

2. Επεξεργασία του πόσιμου νερού.

Για να καλούμε το νερό πόσιμο, πρέπει αυτό να έχει υποστεί μια σειρά κατεργασιών. Στη συνέχεια περιγράφονται οι πλέον συνηθισμένες από αυτές τις κατεργασίες στις οποίες υποβάλλεται το νερό στη χώρα μας (ΕΥΔΑΠ) πριν διοχετευθεί στην κατανάλωση.

– Προχλωρίωση.

Η προχλωρίωση συντελεί στη θανάτωση (απολύμανση) των περισσότερων παθογόνων μικροοργανισμών που περιέχονται στο νερό. Σήμερα γίνεται με ελεγχόμενη διοχέτευση όγκου αερίου χλωρίου το οποίο δρα απολυμαντικά.

– Διαύγαση ή προσθήκη θειικού αργιλίου ($Al_2(SO_4)_3 \cdot 24H_2O$).

Η διάλυση του θειικού αργιλίου στο νερό δημιουργεί κροκίδωση των αιωρούμενων στερεών σωματιδίων, με την αύξηση της τιμής του ε.β. αυτών λόγω σχηματισμού συσσωμάτων, οπότε και καθιζάνουν. Η μεν ανάμειξη του θειικού αργιλίου γίνεται με ειδικούς αναδευτήρες μηχανικά, η δε κροκίδωση των σωματιδίων επιτυγχάνεται με

στροβιλισμούς του νερού μετά από πρόσκρουση αυτού στα τοιχώματα των δεξαμενών. Στη δεξαμενή καθιζήσεως το νερό ηρεμεί και επέρχεται προοδευτικά η καθίζηση των στερεών σωματιδίων στον πυθμένα.

– Αμμόφιλτρα – Διαύγαση τελική.

Τα κολλοειδή σωματίδια, τα οποία δεν καθιζάνουν, κατακρατούνται σε επόμενες δεξαμενές σε ειδικά αμμόφιλτρα (πυριτική άμμος λεπτόκοκκος) και το νερό διερχόμενο καθίσταται απόλυτα διαυγές.

– Μεταχλωρίωση.

Μετά από μικροβιολογικό έλεγχο, αν η προχλωρίωση δεν είναι ικανοποιητική, προστίθεται συμπληρωματική ποσότητα Cl_2 κατά την έξοδο του νερού από τις κλειστές δεξαμενές αποθηκεύσεως και πριν την είσοδό του στο δίκτυο υδρεύσεως. Ιδιαίτερα το πόσιμο νερό και το νερό που χρησιμοποιείται στη βιομηχανία τροφίμων θα πρέπει να είναι απαλλαγμένο από παθογόνους μικροοργανισμούς (κολοβακτηριδιοειδή, *Aerobacter*, *Micrococcus* κ.λ.π.) καθότι η παρουσία των τελευταίων δημιουργεί αλλοιώσεις στα τρόφιμα, που με τη σειρά τους προκαλούν τροφοδηλητηριάσεις.

Η χλωρίωση λοιπόν είναι μέθοδος αποστείρωσεως του νερού με τη χρήση αερίου Cl_2 , ή υποχλωριωδών αλάτων του νατρίου και του ασβεστίου. Το χλώριο που απομένει μετά την αντιβακτηριακή του δράση θα πρέπει να είναι της τάξεως του 1mg/l του νερού για την εξασφάλιση της υγιεινότητας αυτού κατά τη μεταφορά του στο δίκτυο υδρεύσεως. Παράλληλα με την ευεργετική δράση του Cl_2 (χλωρίωση) για τη δημόσια υγεία, τελευταία διάφορες μελέτες έχουν δείξει ότι το χλώριο αντιδρά με τις υπάρχουσες στο νερό οργανικές ουσίες και σχηματίζει καρκινογόνα αλογοφόρμια (χλωροφόρμιο, τριαιθυλομεθάνιο κ.λ.π.).

Για το λόγο αυτό συνίσταται η ελάττωση στο κατώτερο δυνατό επίπεδο των αλογοφορμίων στο νερό με αντίστοιχη μείωση των προδρόμων ουσιών και του χλωρίου. Το νερό υποβαλλόμενο σε κανονική χλωρίωση οφείλει να εμφανίζει πιθανότατο αριθμό κολοβακτηριοειδών μικρότερο του 1 ανά 100 ml νερού. Επισημαίνεται ότι το νερό που διατίθεται διά μέσου της ΕΥΔΑΠ στην Αθήνα είναι άριστης ποιότητας και θεωρείται από τα καλύτερα πόσιμα νερά της Ευρώπης.

3. Μέθοδος εξετάσεως.

Οι απαιτούμενες εργαστηριακές εξετάσεις και αναλύσεις για τον προσδιορισμό των φυσικών, χημικών και μικροβιολογικών χαρακτηριστικών του νερού και η διατύπωση των σχετικών αποτελεσμάτων εκτελούνται σύμφωνα με τα «Πρότυπα μεθόδων εξετάσεων του νερού» και των θεσμοθετημένων ελληνικών κανονισμών.

4. Εμφιαλωμένο νερό.

«Εμφιαλωμένο νερό» καλείται το νερό που προσφέρεται στο εμπόριο συσκευασμένο αεροστεγώς σε γυάλινες ή πλαστικές φιάλες και προορίζεται για ανθρώπινη κατανάλωση (πόση).

«Οξυανθρακούχο νερό» καλείται το νερό, εφόσον περιέχει σε διάλυση διοξείδιο του άνθρακα. Αυτό το νερό είτε προέρχεται από πηγή (φυσικό) είτε κατά την εμφιάλωσή του προστίθεται σ' αυτό CO_2 . Το εμφιαλωμένο νερό που παρέχεται θα πρέπει οργανοληπτικά να είναι ευχάριστο και αβλαβές. Για την ποιότητα του χρησιμοποι-

ούμενου νερού, τις εγκαταστάσεις εμφιαλώσεως και την ποιότητα των φιαλών και πωμάτων των παραπάνω τύπων νερού ισχύουν και εφαρμόζονται ειδικές διατάξεις, οι οποίες αναφέρονται στον Κώδικα Τροφίμων και Ποτών.

5. Νερό βιομηχανικής χρήσεως.

Το νερό αυτό θα πρέπει να ανταποκρίνεται σ' όλους τους όρους του καλού πόσιμου νερού τόσο ως προς τη χημική, όσο και ως προς τη βακτηριολογική άποψη.

Έτσι:

- Ένα εργοστάσιο οινοπνευματωδών ποτών χρειάζεται πολύ μαλακό νερό, διαφορετικά παρατηρείται θόλωμα του οινοπνεύματος.
- Ένα εργοστάσιο αμυλοσιροππίου χρειάζεται νερό απαλλαγμένο από οργανικές ύλες, μικροοργανισμούς και ιόντα σιδήρου, γιατί αυτά επηρεάζουν την ποιότητά του δυσμενώς.
- Ένα εργοστάσιο τσιμεντοβιομηχανίας χρειάζεται νερό χωρίς όξινες ιδιότητες. Δεν πρέπει να περιέχει διοξείδιο του άνθρακα και θειούχες ενώσεις, γιατί αυτά προκαλούν φαινόμενα διογκώσεως και αποσαθρώσεως του τσιμέντου.

6. Νερό τροφοδοσίας ατμολεβήτων.

Η χρησιμοποίηση του νερού για την παραγωγή ατμού, αποτελεί μία από τις βασικότερες και κυριότερες εφαρμογές του στη βιομηχανία. Δηλαδή:

- Νερό που περιέχει οξέα, CaCl_2 , MgCl_2 , O_2 , NO_3^- , προσβάλλει το υλικό κατασκευής του λέβητα.
- Νερό με μεγάλη περιεκτικότητα αλάτων, Ca και Mg καθώς και H_2SiO_3 , προκαλεί τη δημιουργία λεβητολίθων.
- Νερό που περιέχει ευδιάλυτα άλατα, π.χ. Na_2SO_4 ή NaCl , παρεμποδίζει το βρασμό του και προκαλεί αφρισμό.

7. Νερό ψύξεως.

Για ψυκτικούς σκοπούς χρησιμοποιείται κυρίως νερό από πηγές και πηγάδια, λόγω της ομοιόμορφης θερμοκρασίας τους κατά τις διάφορες εποχές.

Τα κριτήρια για τη χρήση του είναι και εδώ ο σχηματισμός αλάτων (δυσδιάλυτα) και η διάβρωση των επιφανειών των εγκαταστάσεων ψύξεως.

ΓΕΝΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΝΕΡΟΥ

Σκοπός.

Γνωμάτευση της καταλληλότητας του νερού (πόσιμου και βιομηχανικής χρήσεως).

Οι προσδιορισμοί που απαιτούνται, για μια πλήρη ανάλυση πόσιμου νερού είναι: pH, αγωγιμότητα, σκληρότητα Cl^- , $\text{SO}_4^{=}$, $\text{CO}_3^{=}$, HCO_3^- , NO_3^- , NO_2^- , όπως επίσης, Ca^{++} , Mg^{++} , Na^+ , K^+ , Fe^{++} , NH_4^+ , SiO_2 , CO_2 κ.λ.π. (βλ. Δελτίο Γενικής Χημικής Αναλύσεως Νερού στη σελ. 4). Οι μέθοδοι που θα χρησιμοποιηθούν για τις μετρήσεις και τους προσδιορισμούς αναφέρονται παρακάτω. [Στον πίνακα 1.1 (σελ. 4) δίνονται οι επίσης προδιαγραφές (όρια χημικής συστάσεως) για το πόσιμο νερό].

Θεωρητικά σε μια γενική ανάλυση δείγματος νερού, θα πρέπει το άθροισμα των ανιόντων να είναι ίσο με το άθροισμα των κατιόντων εκφρασμένο σε meq/l.

ΔΕΛΤΙΟ ΓΕΝΙΚΗΣ ΧΗΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΕΩΣ ΝΕΡΟΥ

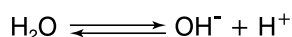
Προέλευση					
Περιοχή δειγματοληψίας					
Ημερομηνία δειγματοληψίας					
Ημερομηνία ανάλυσεως					
Χαρακτηριστικά	Διαύγεια			pH	
	Οσμή			Ηλεκτρική αγωγιμότητα	
	Γεύση			μmhos/cm σε 25°C	
Σκληρότητα σε γερμανικούς βαθμούς	Παροδική			Ολική	
	Μόνιμη				
Ανιόντα	meq/l	mg/l	Κατιόντα	meq/l	mg/l
Χλώριο Cl^-			Ασβέστιο Ca^{++} ..		
Ουδέτερο ανθρακικ. $\text{CO}_3^{=}$			Μαγνήσιο Mg^{++} ..		
Όξινο ανθρακικό HCO_3^- ..			Νάτριο Na^+		
Θειικό SO_4^{--}			Κάλιο K^+		
Νιτρικό NO_3^-			Σίδηρος Fe^{++}		
Νιτρώδες NO_2^-			Αμμώνιο NH_4^+ ..		
Σύνολο			Σύνολο		
Σύνολο Ανιόντων — Κατιόντων χιλιοστόγραμμα/λίτρο (mg/l)					
Σύνολο αλάτων ηλεκτρομετρικά					
Πυριτικό οξύ					
Ελεύθερο χλώριο					
Γνωμάτευση:					

ΠΙΝΑΚΑΣ 1.1**Επίσημες συγκεντρώσεις στοιχείων και άλλων σταθερών του πόσιμου νερού**

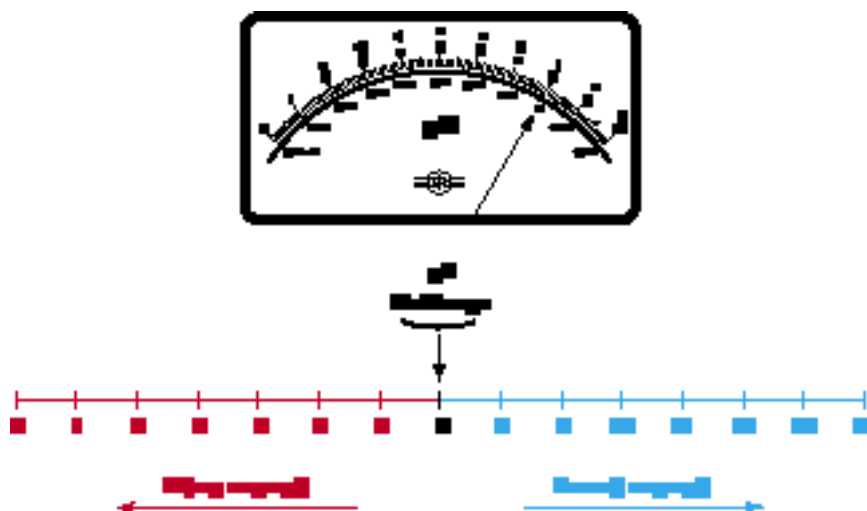
	Ελληνικές προδιαγραφές mg/l	Διεθνείς προδιαγραφές mg/l
Αγωγιμότητα 25° C	Μέχρι 1000 μmhos/cm (25° C)	Μέχρι 1500 μmhos/cm (25° C)
pH : 6,5 – 8,5	6,5 – 8,5	6,5 – 9
Ολική σκληρότητα	10 – 50°F	30 – 50°F
Ολικά άλατα	200 – 500	500 – 1000
Χλωριούχα	350	200 – 600
Χλώριο	1	0,75
	Ελληνικές προδιαγραφές mg/l	Διεθνείς προδιαγραφές mg/l
Θειικά	250	200 – 400
Νιτρικά	0 – 50	0 – 45
Νιτρώδη	0,1	0,1
Ασβέστιο	50 – 200	75 – 200
Μαγνήσιο	50 – 150	50 – 150
Σίδηρος	0,1	0,1 – 0,3
Ψευδάργυρος	5	5 – 15
Χαλκός	1	0,05 – 1,5
Μαγνήσιο	0,1	0,05 – 0,5
Αμμωνία	0,01 – 0,5	< 0,1

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ**1.1 Μέτρηση pH με ηλεκτρικό πεχάμετρο.****1.1.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.**

Η τιμή του pH ενός φυσικού νερού και σε επέκταση ενός διαλύματος εξαρτάται από τη συγκέντρωση των υδρογονοκατιόντων (H^+). Ο καθορισμός της συγκεντρώσεως των (H^+) εκφράζεται με μια αριθμητική τιμή, που αποδίδεται με το δεκαδικό λογάριθμο **του αντίστροφου της συγκεντρώσεως** των υδρογονοκατιόντων: $pH = \log 1/[H^+]$ ή όπως συνηθίζεται, pH είναι ο αρνητικός δεκαδικός λογάριθμος της συγκεντρώσεως των υδρογονοκατιόντων: $pH = -\log [H^+]$, και τούτο επειδή για το καθαρό νερό λαμβάνει χώρα η χημική εξίσωση διασπάσεως $[H^+]$ και έχουμε την παραδοχή σταθερών τιμών:



$$K = \frac{[OH^-][H^+]}{(H_2O)} \text{ και } [OH^-][H^+] = 10^{-14} = \text{σταθερό}$$



Σχ. 1.1α.
Κλίμακα pH.

Έτσι, αν η συγκέντρωση των (H^+) είναι μεγαλύτερη του 10^{-7} , π.χ. 10^{-5} , το διάλυμα είναι όξινο. Αντίθετα, αν η συγκέντρωση των (H^+) είναι μικρότερη του 10^{-7} , π.χ. 10^{-9} , το διάλυμα είναι αλκαλικό. Τέλος, αν η συγκέντρωση των (H^+) είναι ακριβώς ίση με το 10^{-7} , δηλαδή $|H^+| = |OH^-| = 10^{-7}$, τότε το διάλυμα είναι ουδέτερο. Με την παραδοχή αυτή δημιουργήθηκε η απλή κλίμακα του pH, που φαίνεται στο σχήμα 1.1α.

Εκτός όμως από τη χρήση πεχαμετρικών ταινιών και γενικά διαλυμάτων δεικτών (ηλιανθίνης - φαινολφθαλείνης κ.λ.π.), για τη μέτρηση του pH χρησιμοποιείται η **ηλεκτροχημική** μέθοδος, που είναι και ακριβέστερη.

1.1.2 Απαραίτητα όργανα και υλικά.

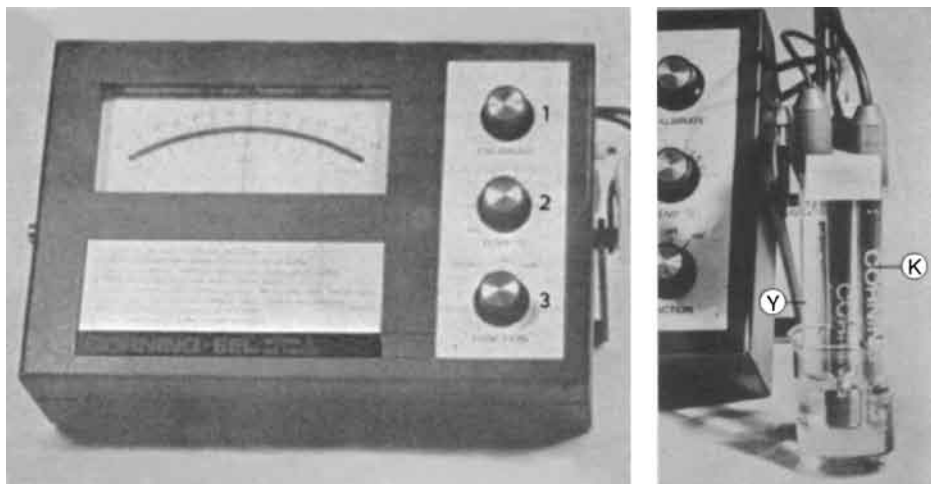
1) Πεχάμετρο. 2) Ποτήρι των 100 ml. 3) Υδροβολέας. 4) Διηθητικό χαρτί. 5) Ρυθμιστικό διάλυμα pH 7. 6) Θερμόμετρο 0° – 110° C.

1.1.3 Τεχνική.

1. Συνδέουμε τη συσκευή με την παροχή ρεύματος (220 V) και στρέφουμε το διακόπτη (1) στη θέση «pH», αφού αποσύρουμε τον ελαστικό μανδύα από την οπή του ηλεκτροδίου K και εμβαπτίζουμε τα ηλεκτρόδια στο νερό (σχ.1.1β).
2. Μετρούμε τη θερμοκρασία του νερού και με το διακόπτη (2) ρυθμίζουμε τη λειτουργία του οργάνου στην ίδια θερμοκρασία.
3. Μόλις σταθεροποιηθεί η βελόνα, παίρνουμε την ένδειξη στην κλίμακα του pH. Έστω 7,45 στους 17° C.
4. Διακόπτουμε τη λειτουργία του οργάνου με το διακόπτη (1). Ανυψώνουμε τα ηλεκτρόδια στο στέλεχος, τα πλένουμε και μετά τα σκουπίζουμε απαλά με διηθητικό χαρτί.
5. Συνεχίζουμε τις μετρήσεις και για σειρά άλλων δειγμάτων όπως παραπάνω.

1.1.4 Τεχνικές πληροφορίες.

1. Η ρύθμιση του οργάνου γίνεται με το ρυθμιστικό διάλυμα pH 7 και η διόρθωση



(α)



(β)



(γ)

**Πίνακας
τιμών pH κοινών υγρών**

Απιονισμένο νερό	5,5 – 6,8
Γαστρικό υγρό	1,3
Ξίδι	3,0
Καφές σκέτος	5,0
Σάλιο	6,8–7,2
Ούρα	4,8–7,5

Σχ. 1.1β.

α) Εργαστηριακό τυπικό πεχάμετρο με ηλεκτρόδιο υάλου. β) και γ) Εύχρηστα ψηφιακά πεχάμετρα ενός μεικτού ηλεκτροδίου (δύο σε ένα). Εργαστηριακό και φορητό αντίστοιχα.

- με το διακόπτη (3). Στρέφοντάς τον δεξιά ή αριστερά πρέπει να λάβουμε την ένδειξη 7 στην κλίμακα.
2. Τα ηλεκτρόδια δεν πρέπει να ακουμπούν στη βάση ή στα τοιχώματα του ποτηριού.
 3. Τα σφάλματα στις μετρήσεις μπορούν να αποφευχθούν με κανονική ανάδευση τους δείγματα.
 4. Μετά το τέλος των μετρήσεων, κλείνουμε την οπή του ηλεκτροδίου με τον ελαστικό μανδύα.
 5. Το διάλυμα (KCl) που περιέχεται στο ηλεκτρόδιο Κ, να μη σχηματίζει κρυστάλλους (διάλυση με ανατάραξη και κλεισμένη την οπή) κατά τη μέτρηση.
 6. Η τιμή pH του πόσιμου νερού (δίκτυο Αθηνών) κυμαίνεται από 6,5–8,0.
Το pH του νερού αποτελεί μέτρο δραστηριότητας των αλκαλικών και οξίνων συστατικών του.
 7. Τα πεχάμετρα νέας τεχνολογίας είναι ψηφιακά με ένα μεικτό ηλεκτρόδιο (υάλου και αναφοράς) και δίνουν την τιμή του pH απευθείας στην οθόνη.
 8. Η ρύθμιση αυτών των πεχαμέτρων μπορεί να γίνει με διαλύματα Buffer (ρυθμιστικά - διαλύματα) και ένδειξη 4, 7, 10.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

1.2 Μέτρηση αγωγιμότητας.

1.2.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η αγωγιμότητα του νερού οφείλεται στα άλατα, που είναι διαλυμένα μέσα σ' αυτό. Έτσι, πλούσια σε άλατα νερά αφήνουν ηλεκτρισμό να περνά (κίνηση ιόντων), παρουσιάζουν μικρή αντίσταση R και μεγάλη αγωγιμότητα σύμφωνα με τη σχέση

$$\rho = \frac{1}{R}$$

Μονάδα μετρήσεως της αντιστάσεως R είναι το Ohm. Επειδή η αγωγιμότητα είναι το αντίστροφο της αντιστάσεως, μονάδα μετρήσεώς της είναι το mHos. Επίσης, επειδή η απόσταση των ηλεκτροδίων μέσα στο κύτταρο είναι 1 cm, η τιμή της αγωγιμότητας δίνεται σε $\rho = \text{mhos/cm}$ ή $\mu\text{mhos/cm}$.

Η αγωγιμότητα είναι πολύ ευαίσθητη στη μεταβολή της θερμοκρασίας. Όταν αυξάνεται η θερμοκρασία, αυξάνεται και η αγωγιμότητα, επειδή αυξάνεται η ταχύτητα των κινουμένων ιόντων των διαλυμένων στο νερό αλάτων.

Είναι κανόνας η ηλεκτρική αγωγιμότητα να εκφράζεται στους 25°C. Για διαφορετικές τιμές δίνεται παρακάτω ο πίνακας 1.2.1 με συντελεστή διορθώσεως (σ.δ.) της τιμής της αγωγιμότητας, στην αγωγιμότητα ($\mu\text{mhos/cm}$) των 25°C.

Με τη μέτρηση της αγωγιμότητας υπολογίζουμε έμμεσα τα συνολικά άλατα που είναι διαλυμένα στο νερό.

ΠΙΝΑΚΑΣ 1.2.1

°C	σ.δ.	°C	σ.δ.	°C	σ.δ.
----	------	----	------	----	------

10,0	1,411	20,0	1,112	30,0	0,897
11,0	1,375	21,0	1,087	31,0	0,890
12,0	1,341	22,0	1,064	32,0	0,873
13,0	1,309	23,0	1,043	33,0	0,858
14,0	1,277	24,0	1,020	34,0	0,843
15,0	1,247	25,0	1,000	35,0	0,820
16,0	1,218	26,0	0,970	36,0	0,815
17,0	1,189	27,0	0,960	37,0	0,801
18,0	1,163	28,0	0,943	38,0	0,788
19,0	1,136	29,0	0,925	39,0	0,755

1.2.2 Απαραίτητα όργανα και υλικά.

1) Αγωγιμόμετρο. 2) Ποτήρι των 100 ml. 3) Διηθητικό χαρτί. 4) Υδροβολέας. 5) Θερμόμετρο 0–110°C.

1.2.3 Τεχνική μετρήσεως.

1. Συνδέστε το κύτταρο (ηλεκτρόδιο) με το όργανο (σχ. 1.2) και στη συνέχεια το όργανο με την παροχή ηλεκτρικού ρεύματος (220V).
2. Θέτομε σε λειτουργία το όργανο επί 10' (προθέρμανση).
3. Η ρύθμιση των οργάνων γίνεται συνήθως χρησιμοποιώντας διάλυμα 0,01M KCl, στο οποίο εμβαπτίζουμε το ηλεκτρόδιο.
4. Μετά την μέτρηση–αντιστοιχία της αγωγιμότητας του διαλύματος αυτού (KCl)



Σχ. 1.2

Αγωγιμόμετρο και κύτταρο αγωγιμότητας.

ακολουθεί.

5. Η μέτρηση της αγωγιμότητας του δείγματος της σειράς δειγμάτων.
6. Αναγράφουμε τη μέτρηση θερμοκρασίας του δείγματος νερού και την τιμή της αγωγιμότητας. Έστω στους 18°C η αγωγιμότητα είναι 850 $\mu\text{mhos/cm}$.
7. Την τιμή αυτής της αγωγιμότητας ανάγουμε στους 25°C με τον αντίστοιχο συντελεστή διορθώσεως $850 \times 1,163 = 988 \mu\text{mhos/cm}$ (25°C).
8. Πολλαπλασιάζοντας την αγωγιμότητα των 25°C επί 0,64, υπολογίζουμε ηλεκτρομετρικά τα συνολικά διαλυμένα άλατα. Π.χ. αγωγιμότητα 988 $\mu\text{mhos/cm} \times 0,64 = 632$ συνολικά άλατα σε mg/l .
9. Η κλίμακα του οργάνου είναι σε $\mu\text{mhos/cm}$ ($\mu\text{mhos/cm}$).

1.2.4 Τεχνικές πληροφορίες.

1. Αγωγιμόμετρο, με το κατάλληλο κύτταρο (κύπελλο), χρησιμεύει για τη μέτρηση της αγωγιμότητας γαλακτωμάτων και εδάφους (πάστα κορεσμού).
2. Το διάλυμα Buffer KCl 0,01M παρέχει ως σταθερά τιμή αγωγιμότητας στους 18°C 1225 $\mu\text{mhos/cm}$ και στους 25°C 1413 $\mu\text{mhos/cm}$.
3. Το νερό του δικτύου Αθηνών έχει αγωγιμότητα κατά μέσο όρο 600 $\mu\text{mhos/cm}$ 25°C .

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ

1.3 Προσδιορισμός ολικής σκληρότητας (συμπλοκοποίηση $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$).

1.3.1 Σκοπός.

Η καταλληλότητα του νερού ως προς τη σκληρότητά του.

1.3.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η μέθοδος, όπως γνωρίζουμε από το μάθημα των εργαστηριακών ασκήσεων του βιβλίου Εργαστήριο Ανόργανης Αναλυτικής Χημείας (εκδ. Ίδρυμα Ευγενίδου), βασίζεται στη συμπλοκοποίηση του αθροίσματος των κατιόντων $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ – αλάτων τα οποία προσδίδουν τη σκληρότητα στο νερό – με το διάλυμα του EDTA (αιθυλενοδιαμινο-τετραοξεικού-δινατρίου – άλατος του οξέος).

Η σκληρότητα του νερού εκφράζεται διεθνώς σε γερμανικούς ή γαλλικούς βαθμούς.

Ένας (1) γερμανικός βαθμός d° , εκφράζει 10 $\text{mg CaO/l H}_2\text{O}$, ενώ ένας (1) γαλλικός F° εκφράζει 10 $\text{mg CaCO}_3/\text{l H}_2\text{O}$.

Ένας γερμανικός βαθμός d° αντιστοιχεί με 1,8 γαλλικούς βαθμούς F° και 1 F° ισοδυναμεί με 0,56 d° .

Είναι σκόπιμο να αναφερθεί ότι συμβατικά έχει καθορισθεί η έκφραση της σκληρότητας σε F° και d° και επομένως (δεν περιέχονται) στο νερό ως συστατικά το CaO και CaCO_3 .

Για τον υπολογισμό της σκληρότητας, συνεπώς, λαμβάνεται το Mg ως συγκέντρωση (ολική) Ca .

1.3.3 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια.

1) Κωνική φιάλη των 100 ml. 2) Προχοΐδα των 25 ml. 3) Σιφώνιο των 10 ml. 4) Διάλυμα EDTA 0,01 N. 5) Διάλυμα NH_4OH . 6) Δείκτης Buffer-tabletten.

1.3.4 Τεχνική.

1. Στην κωνική φιάλη των 100 ml φέρονται 10 ml νερού. Αραιώνουμε με απεσταγ-

μένο νερό και προσθέτουμε 1 δισκίο Buffer, το οποίο, όταν διαλυθεί, χρωματίζει κίτρινο-καφέ το νερό.

2. Προσθέτουμε 1 ml NH_4OH και το διάλυμα χρωματίζεται κόκκινο ($\text{pH} = 10$).
3. Ογκομετρούμε με 0,01 N EDTA μέχρι να εμφανισθεί πράσινο χρώμα (ισοδύναμο σημείο αντιδράσεως).
4. Έστω ότι έχουμε κατανάλωση 4,6 ml για τη συμπλοκοποίηση των ιόντων Ca^{++} και Mg^{++} .

1.3.5 Υπολογισμοί.

Τα 1000 ml 0,01 N EDTA ισοδυναμούν με 0,2 g Ca
4,6 $x = 0,00092$ g

Τα 0,00092 είναι 0,92 mg Ca (1 g = 1000 mg)

Τα 10 ml H_2O περιέχουν 0,92 mg Ca
1000 ml $x = 92$ mg/l ή $\frac{92}{20} = 4,6$ meq/l

[όπου 20 = g – eq Ca]

Τα 56 μ.β. του CaO περιέχουν 40 μ.β. Ca
128,8 $x = 92$

Τα 10 mg CaO/ H_2O είναι 1 d°
128,8 $x = 12,88$ d°

Και σε γαλλικούς βαθμούς: $12,88 \times 1,8 = 23,2$ F°

1.3.6 Τεχνικές πληροφορίες.

1. Οι υπολογισμοί αυτοί απλουστεύονται, αν τα χιλιοστοϊσοδύναμα του Ca πολλαπλασιασθούν επί 2,8 και 5, για γερμανικούς και γαλλικούς βαθμούς αντιστοίχως.
2. 1 ml του 0,01 N EDTA αντιστοιχεί με 0,01 meq Ca.
3. Η ογκομέτρηση των $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ πραγματοποιείται σε $\text{pH} = 10$. Τούτο γίνεται με την προσθήκη NH_4OH , παρουσία του δείκτη Buffer, ο ρόλος του οποίου είναι διπλός (δείκτης - ρυθμιστικό).
4. Ως πρότυπο διάλυμα μπορεί να χρησιμοποιηθεί E.D.T.A. 0,01M.

ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

1.4 Προσδιορισμός ανθρακικής σκληρότητας (εξουδετέρωση HCO_3^-).

1.4.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η παροδική σκληρότητα οφείλεται στα HCO_3^- του Ca^{++} και Mg^{++} .

Η μέθοδος βασίζεται στην οξυμετρία για την οποία έγινε λόγος στην ογκομετρική ανάλυση (Εργαστήριο Ανόργανης Αναλυτικής Χημείας, εκδ. Ίδρυμα Ευγενίδου).

1.4.2 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια.

1) Κωνική φιάλη 250 ml. 2) Προχοΐδα 25 ml. 3) Σιφώνιο 10 ml. 4) HCl 0,1 M. 5) Δείκτης ηλιανθίνης.

1.4.3 Τεχνική.

1. Σε κωνική φιάλη των 250 ml φέρονται 100 ml H_2O .
2. Ογκομετρούμε με 0,1 M HCl παρουσία δείκτη ηλιανθίνης, μέχρι να μεταβληθεί

το κίτρινο χρώμα σε ροδέρυθρο.
Έστω 3,4 ml του 0,1 M HCl που καταναλώθηκαν. Τότε $\text{HCO}_3^- = 3,4$ (Σ.Δ. HCl).
 $0,0061 = 0,02074 \text{ g} = 20,74 \text{ mg}$.

1.4.4 Υπολογισμοί.

20,74 mg για τα 100 ml H_2O , άρα για τα 1000 ml 207,4 mg

1 meq HCO_3^- ισοδυναμεί με 61 mg αυτού

$x_i = 3,4$ 207,4 mg

$3,4 \times 2,8 = 9,52 \text{ d}^\circ$

$3,4 \times 5 = 17 \text{ F}^\circ$

1.4.5 Υπολογισμός μόνιμης σκληρότητας.

Η διαφορά της ανθρακικής σκληρότητας (Α.Σ.) από την ολική (Ο.Σ.) εκφράζει τη μόνιμη σκληρότητα (Μ.Σ.).

$\text{Ο.Σ.} - \text{Α.Σ.} = \text{Μ.Σ.}$

$12,88 - 9,52 = 3,36 \text{ d}^\circ$

$23,2 - 17 = 6,2 \text{ F}^\circ$

1.4.6 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1 ml 0,1 M HCl αντιστοιχεί με 0,0061 g ή 6,1 mg HCO_3^- .
- Όταν η παροδική σκληρότητα είναι μεγαλύτερη από την ολική, τότε $\text{Ο.Σ.} = \text{Α.Σ.}$ και άρα $\text{Μ.Σ.} = 0$. Στην περίπτωση αυτή περιέχονται στο H_2O HCO_3^- τα οποία δεν ανήκουν στα Ca^{++} και Mg^{++} .
- Υπενθυμίζεται ότι η παροδική σκληρότητα οφείλεται στα HCO_3^- του Ca και Mg και η μόνιμη στα Cl^- και SO_4^{--} των ιδίων κατιόντων, το δε άθροισμά τους δίνει την ολική σκληρότητα.
- Ο προσδιορισμός των HCO_3^- αναφέρθηκε στη συμπλοκομετρία, για να έχουμε ολοκληρωμένη εικόνα των προσδιορισμών της σκληρότητας του H_2O .
- Διευκρινίζεται ότι η παροδική σκληρότητα προϋποθέτει προσδιορισμό της συγκεντρώσεως των HCO_3^- του νερού.
- Ο συντελεστής 2,8** υπολογίζεται από το Μ.Β. του CaO, που είναι 56, το g-eq του $56/2 = 28 \text{ g}$. Και, επειδή 1 d° είναι 10 mg CaO, τα 28 mg είναι $28/10=2,8$.
- Ο συντελεστής 5,0** υπολογίζεται από το Μ.Β. του CaCO_3 που είναι 100, το g-eq του $100/2=50 \text{ g}$. Και, επειδή 1 F° είναι 10 mg CaCO_3 , τα 50 mg είναι $50/10=5,0$.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ

1.5 Προσδιορισμός Ca^{++} και Mg^{++} .

Η μέθοδος προσδιορισμού βασίζεται στη συμπλοκομετρία.

1.5.1 Τεχνική.

1. Σε κωνική φιάλη των 100 ml φέρονται με σιφώνιο 10 ml δείγματος νερού. Αραιώνουμε με απεσταγμένο νερό και προσθέτουμε μικρή ποσότητα δείκτη μουρεξειδίου, οπότε το διάλυμα χρωματίζεται ερυθροϊώδες.
2. Προσθέτουμε 2 ml NaOH 4N ($\text{pH} = 12$) και ογκομετρούμε με 0,01 N EDTA, μέχρι να μεταβληθεί το χρώμα σε κυανοϊώδες (μωβ).
Έστω κατανάλωση EDTA 0,01 N 5,8 ml. Η διαφορά αυτή από την κατανάλωση του

$\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ (έστω 7,2 ml – άσκηση 3η – παράγρ. 1.3) παρέχει την κατανάλωση του διαλύματος για το Mg ($\text{Ca} + \text{Mg} = 7,2 \text{ ml}$, $\text{Ca} = 5,8 \text{ ml}$, άρα $\text{Mg} = 7,2 - 5,8 = 1,4 \text{ ml}$).

1.5.2 Υπολογισμός.

Τα 1000 ml EDTA 0,01 N συμπλοκοποιούν 0,2 g Ca και 0,12 g Mg

5,8
1,4

x_1 ;

x_2 ;

$$x_1 = \frac{0,2 \times 5,8}{1000} = 0,00116 \text{ g} \quad \text{ή} \quad 1,16 \text{ mg Ca}$$

$$x_2 = \frac{0,12 \times 1,4}{1000} = 0,00168 \text{ g} \quad \text{ή} \quad 1,168 \text{ mg Mg}$$

Τα 10 ml νερό περιέχουν 1,16 mg Ca και 0,168 g Mg

1000

x_1 ;

x_2 ;

$$x_1 = 116 \text{ mg/l} \text{ και } x_2 = 16,8 \text{ mg/l}$$

Άρα $\text{Ca} = 116 \text{ mg/l}$ και $\text{Mg} = 16,8 \text{ mg/l}$

$$\text{Σε χιλιοστοϊσοδύναμα είναι } \text{Ca} = \frac{116}{20} = 5,8 \text{ meq/l}$$

$$\text{και } \text{Mg} = \frac{16,8}{12} = 1,4 \text{ meq/l}$$

1.5.3 Τεχνικές πληροφορίες.

1. Ο προσδιορισμός του Mg μπορεί να πραγματοποιηθεί άμεσα με τη χρήση δείκτη Eriochrome Black T (E.B.T).
2. Συμπεραίνουμε ότι, όταν το EDTA είναι 0,01 N και ο όγκος του νερού που αναλύεται 10 ml, ο αριθμός των ml καταναλώσεως παρέχει συγκέντρωση Ca ή Mg σε meq/l.
3. Ο προσδιορισμός εκτελείται σε $\text{pH} = 12$ και αυτό επιτυγχάνεται με την προσθήκη NaOH. Η ρύθμιση του pH στις μεθόδους συμπλοκομετρίας έχει μεγάλη σημασία για την ακρίβεια των προσδιορισμών.
4. 1 ml 0,01 N EDTA συμπλοκοποιεί 0,2 mg Ca ή 0,12 mg Mg.
5. Το νερό είναι κατάλληλο προς πόση όταν η σκληρότητά του κυμαίνεται μεταξύ 12–15 d.
6. Το Ca^{++} προσδιορίζεται ξεχωριστά παρουσία Mg^{++} σε $\text{pH} = 12$ αφού με την προσθήκη του μουρεξιδίου το Mg^{++} καταβυθίζεται ως $\text{Mg}(\text{OH})_2$.

ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ

1.6 Προσδιορισμός χλωριόντων (Cl^-) κατά Mohr.

Η μέθοδος βασίζεται στην αργυρομετρία, όπου λαμβάνουν χώρα αντιδράσεις κατιζήσεως:





Σχ. 1.7α.

Τύπος φλογοφωτομέτρου.

τιζόμενο ίζημα του BaSO_4 πυρώνεται, ζυγίζεται και το βάρος ανάγεται και εκφράζεται σε $\text{SO}_4^{=}$ mg/l.

Τα $\text{SO}_4^{=}$ μπορεί να προσδιοριστούν ογκομετρικά σε αλκοολικό (80%) διάλυμα υποχλωρικού βαρίου, αφού έχουν απομακρυνθεί όλα τα μεταλλοκατίοντα.

1.7.2 Προσδιορισμός $\text{CO}_3^{=}$.

Στα συνηθισμένα νερά δεν υπάρχουν συγκεντρώσεις ουδετέρων ανθρακικών αλάτων, γιατί τα άλατα CaCO_3 , MgCO_3 είναι δυσδιάλυτα, ενώ του Na και K είναι σπάνια. Το νερό, αν περιέχει Na_2CO_3 ή K_2CO_3 (ευδιάλυτα), έχει αλκαλική τιμή pH. Τότε λόγω παρουσίας $\text{CO}_3^{=}$ στο δείγμα νερού, ακολουθούμε την τεχνική της οξυμετρίας (όπως στον προσδιορισμό των HCO_3^- με δείκτη φαινολοφθαλείνη).

1.7.3 Προσδιορισμός Na^+ και K^+ .

Τα αλκάλια προσδιορίζονται με τη φλογοφωτομετρική μέθοδο (σχ. 1.7α).

Οι προσδιορισμοί των ιχνοστοιχείων ή ριζών, όπως NO_2^- , NO_3^- , NH_4^+ , Fe^{++} , SiO_2 θα αναφερθούν παρακάτω στην παράγραφο περί φασματοφωτομετρικών μεθόδων.

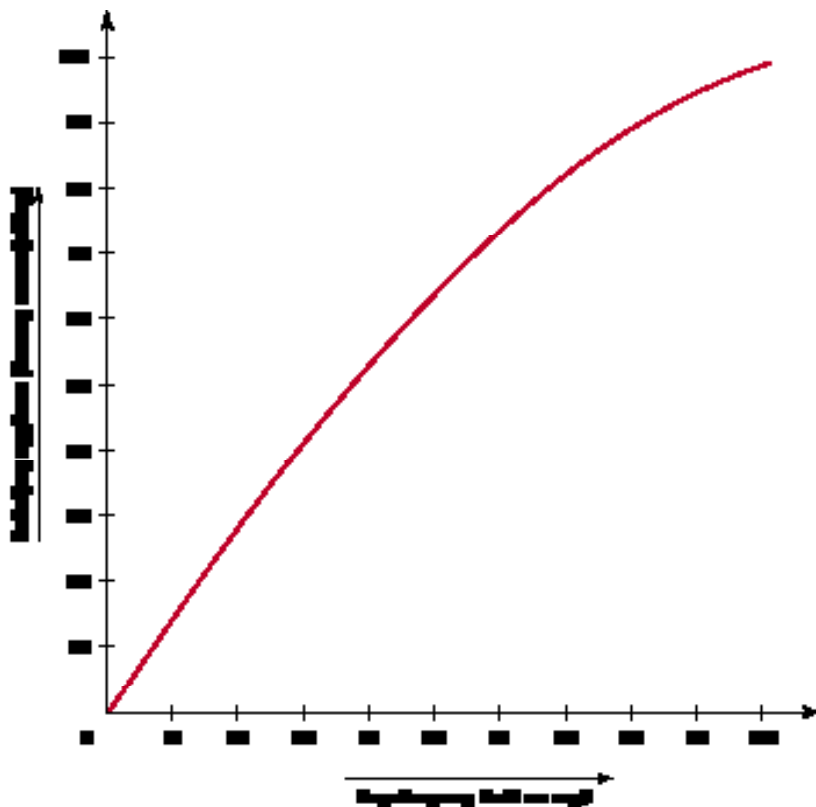
Όταν κατά την ανάλυση (χημική) του νερού, βρεθούν NH_4^+ , NO_2^- και NO_3^- το δείγμα αυτό θεωρείται ύποπτο μόλυνσεως (микροβιολογικής) και πρέπει να υποστεί μικροβιολογική εξέταση.

Γενικές πληροφορίες για τη φλογοφωτομετρική ανάλυση.

Με τη μέθοδο αυτή μετρούμε την ένταση της ακτινοβολίας, η οποία συσχετίζεται με τη συγκέντρωση του ιόντος του δείγματος που εξετάζουμε. Η συγκέντρωση του ιόντος προσδιορίζεται σε αναφορά με γνωστή συγκέντρωση διαλύματος του κατιόντος που εξετάζουμε, π.χ. K^+ ή Na^+ .

Το **φλογοφωτόμετρο** (σχ. 1.7α) είναι βασικό και μοναδικό όργανο για τον προσδιορισμό ειδικά των αλκάλων (Na και K). Σε γενικές γραμμές το όλο σύστημα του φλο-

* Με κενή την υποδοχή (2) ρυθμίζουμε το μηδέν (0) της A και με απιονισμένο νερό το 100 (T).



Σχ. 1.7β.
Καμπύλη αναφοράς Na^+ .



Σχ. 1.7γ.
Τύπος φασματοφωτομέτρου Bausch.

γοφωτομέτρου αποτελείται από συνδυασμό γαλβανομέτρου-καυστήρα, όπου τοποθετείται το εξεταζόμενο διάλυμα, και παροχή μείγματος αερίου σχηματισμού φλόγας. Η φλόγα αυτή είναι ορισμένης εντάσεως και ρυθμίζεται από τα μανόμετρα της φιάλης του O_2 και του καυσίμου αερίου (προπάνιου). Για κάθε είδος στοιχείου K, Na, Li, Ca το όργανο δέχεται σε ειδική θέση και το κατάλληλο οπτικό φίλτρο.

Για κάθε ένδειξη του οργάνου έχει σχεδιασθεί η καμπύλη αναφοράς (σχ. 1.7β) με τη βοήθεια standard διαλύματος του ιόντος που εξετάζεται. Οι καμπύλες αυτές δεν διαφέρουν ως προς τη σχεδίαση από τις καμπύλες αναφοράς του φασματοφωτομέτρου (σχ. 1.7γ).

Η συσκευή του φλογοφωτομέτρου έλυσε πολλά προβλήματα της Αναλυτικής Χημείας και συγκεκριμένα το πρόβλημα του προσδιορισμού των αλκαλίων, για τα οποία δεν υπάρχει άλλη ακριβής μέθοδος και μάλιστα τόσο ταχεία. Για να έχει σωστά αποτελέσματα, η μέθοδος προσδιορισμού των αναφερομένων κατιόντων, θα πρέπει να ληφθούν υπόψη ορισμένοι παράγοντες, οι οποίοι διαφορετικά μπορούν να οδηγήσουν σε σημαντικά σφάλματα.

Στην περίπτωση λοιπόν της φλογοφωτομετρίας απαιτείται αυστηρός έλεγχος της θερμοκρασίας της φλόγας. Η αύξησή της προκαλεί αύξηση του αριθμού των διεγειρομένων σωματιδίων (ατόμων). Έτσι το πηλίκον του αριθμού των διεγειρομένων από τη φλόγα ατόμων (N^*) του στοιχείου Na προς τον αριθμό των ατόμων (N^0) που παραμένουν στη βασική τους κατάσταση στους $2000^\circ K$ είναι 1×10^{-5} , ενώ στους $3000^\circ K$ είναι 6×10^{-4} . Η σταθερότητα της φλόγας συνεπώς εξαρτάται από τη σύσταση του καυσίγνου αερίου (αέρας, O_2 , N_2O κ.λ.π.), του καυσίμου (προπάνιο, ακετυλένιο κ.λ.π.) και της σταθερότητας της πίεσεώς τους.

Ένας απλός τύπος φλογοφωτομέτρου αποτελείται από:

1. Ένα γαλβανόμετρο κλίμακας 0–100.
2. Εισαγωγή, με ειδικούς μετρητές (μανόμετρα), της πίεσεως του καυσίμου και καυσίγνου αερίου.
3. Θάλαμο εκνεφώσεως του διαλύματος (δείγματος).
4. Καυστήρα.
5. Σωλήνα αναρροφήσεως του διαλύματος.
6. Φωτοκύτταρο και
7. ειδικό φίλτρο (φωτοηθμός) για κάθε εξεταζόμενο ιόν.

Η ρύθμιση του οργάνου για το «0» της κλίμακας επιτυγχάνεται με απεσταγμένο νερό. Για τη ρύθμιση του «100» και για το Na^+ χρησιμοποιείται διάλυμα αναφοράς NaCl 100 ppm. Τέλος εισάγονται άλλα τέσσερα τουλάχιστον διαλύματα αναφοράς διαφορετικής συγκεντρώσεως, σημειώνονται οι αντίστοιχες μετρήσεις και σχηματίζεται η καμπύλη αναφοράς (σχ. 1.7β) (όπως στη φασματοφωτομετρία) από την οποία προσδιορίζεται η περιεκτικότητα του ζητούμενου ιόντος.

Γενικές πληροφορίες για τη φασματομετρική ανάλυση.

Με τη μέθοδο αυτή προσδιορίζεται η συγκέντρωση ενός στοιχείου ή ρίζας με μέτρηση της απορροφήσεως του φωτός, το οποίο περνά μέσα από το υπό εξέταση διάλυμα με αναφορά προς γνωστή συγκέντρωση (περιεκτικότητα) διαλύματος του στοιχείου που πρόκειται να προσδιορισθεί. Αν ως πηγή φωτός χρησιμοποιείται το φυσικό φως, η μέθοδος λέγεται **χρωματομετρία**· αν χρησιμοποιείται φως ορισμένου μήκους κύματος, η μέθοδος λέγεται **φασματομετρία**.

Η χρωματομετρική ανάλυση βασίζεται στο νόμο Lambert-Beer, σύμφωνα με τον

οποίο:

«Όταν μονοχρωματική ακτινοβολία περνά μέσα από ομογενές διάλυμα, σταθερού πάχους στιβάδας, τότε η απορρόφηση από το διάλυμα είναι ευθέως ανάλογη προς τη συγκέντρωση της διαλυμένης ουσίας».

Η σχέση που αποδίδεται με βάση το νόμο είναι:

$$A = \log \frac{I_0}{I} = K \cdot l \cdot C = -\log \frac{I}{I_0} = -\log T = -\log \frac{\%T}{100} = -\log(\%T \cdot 10^{-2})$$

όπου: I_0 η ένταση του φωτός που προσπίπτει,

I η ένταση του φωτός που εξέρχεται από το διάλυμα που εξετάστηκε,

K μια σταθερά που εξαρτάται από τη φύση του διηθήματος, το μήκος κύματος του φωτός και το μήκος (πάχος) της διαδρομής μέσω του διαλύματος,

l το μήκος διαδρομής του φωτός και

C η συγκέντρωση της χρωματισμένης ουσίας.

Η σχέση που συνδέει την απορρόφηση και τη διαπερατότητα (%T) είναι:

$$A = 2 - \log \% T$$

όπου A = απορρόφηση και T = διαπερατότητα.

Τα μήκη κύματος (nm) που αντιστοιχούν στο χρώμα της ακτινοβολίας κατά προσέγγιση είναι:

nm	χρώμα
<380	υπεριώδες
380-450	ιώδες
620-780	ερυθρό
>780	υπέρυθρο

Τα όργανα, τα οποία χρησιμοποιούνται τελευταία και τα οποία είναι μεγάλης ευαισθησίας και ακρίβειας για χρωματομετρικές αναλύσεις, είναι τα **φασματοφωτόμετρα** (σχ. 1.7γ).

Η λειτουργία αυτού του τύπου και ο χειρισμός του οργάνου θα εξετασθεί με κάθε λεπτομέρεια στο εργαστήριο. Εδώ αναφέρουμε περιληπτικά ότι το όργανο έχει δύο κλίμακες. Η μία εκφράζει τη διαπερατότητα στα % της ακτινοβολίας, η οποία περνά μέσα από το χρωματισμένο διάλυμα που εξετάζεται. Η άλλη εκφράζει την οπτική πυκνότητα (απορρόφηση) του διαλύματος αυτού. Οι παραπάνω ενδείξεις αξιολογούνται με μία καμπύλη αναφοράς του οργάνου, η οποία είναι αποκλειστική για κάθε είδος στοιχείου.

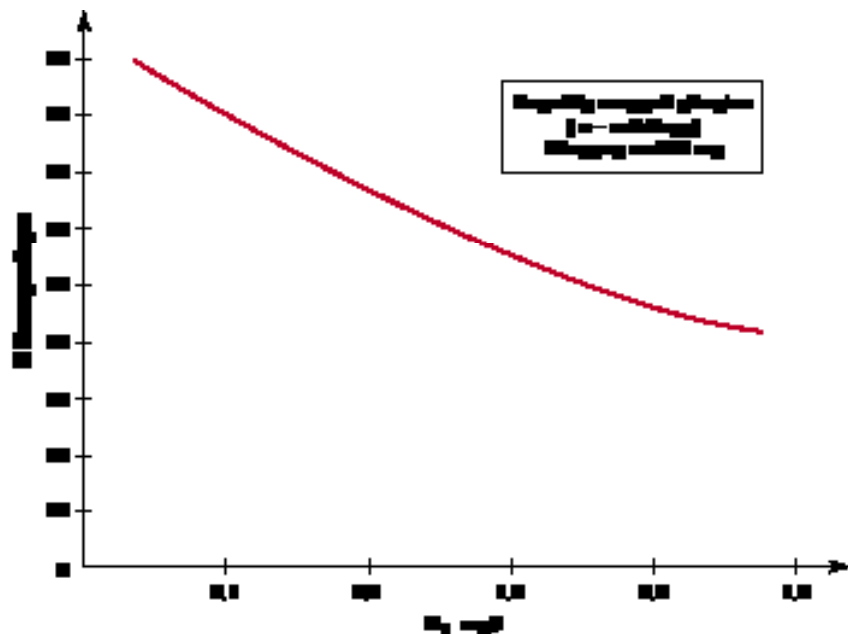
ΦΑΣΜΑΤΟΦΩΤΟΜΕΤΡΙΚΕΣ ΜΕΤΡΗΣΕΙΣ

ΑΣΚΗΣΗ ΟΓΔΟΗ

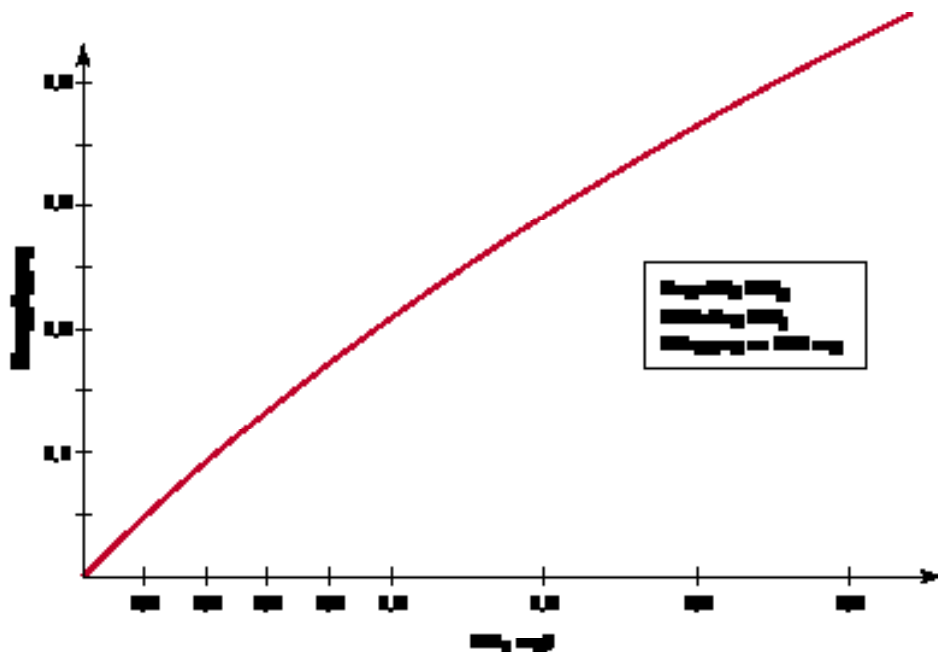
1.8 Προσδιορισμός ελεύθερου χλωρίου (Cl_2).

1.8.1 Τεχνική της μεθόδου.

1. Σε ποτήρι των 50 ml φέρονται 20 ml H_2O και 1 ml H_3PO_4 1 N.



Σχ. 1.8.
Σχεδιάγραμμα καμπύλης αναφοράς Cl_2 .



Σχ. 1.9.
Σχεδιάγραμμα καμπύλης αναφοράς SiO_2 .

2. Προσθέτομε 0,5 ml ο-τολιδίνης, αναδεύομε και αμέσως μετρούμε την απορρόφηση ή διαπερατότητα σε 440 nm (καμπύλη αναφοράς, σχ. 1.8).

Για τυφλό δείγμα χρησιμοποιείται απεσταγμένο νερό και τα αντιδραστήρια.

Παρασκευή διαλύματος (standard) για την κατασκευή της καμπύλης:

1. 0,025 g $K_2Cr_2O_7$ και 0,1 ml H_2SO_4 διαλύονται σε 100 ml H_2O .

2. 1,5 g $CuSO_4$ και 1 ml H_2SO_4 διαλύονται σε 100 ml H_2O .

3. Τα διαλύματα αναμειγνύονται πριν από τη χρήση τους.

Χρώμα που αναπτύσσεται κίτρινο.

ΑΣΚΗΣΗ ΕΝΑΤΗ

1.9 Προσδιορισμός πυριτικού οξέος (H_2SiO_3).

1.9.1 Τεχνική της μεθόδου.

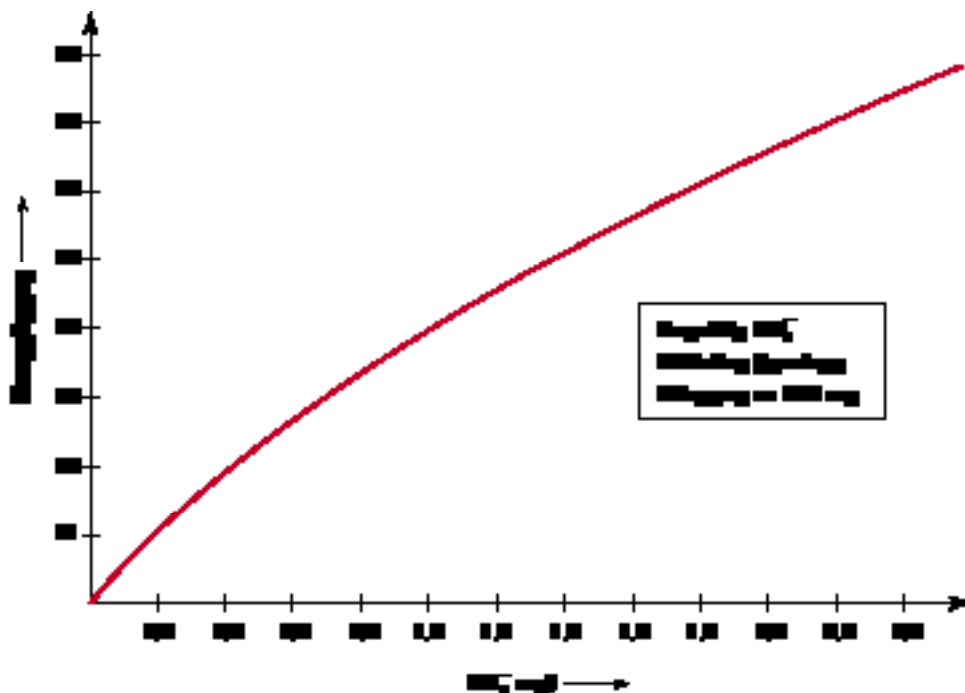
1. Σε ένα ποτήρι των 250 ml φέρονται 100 ml H_2O , 4 ml μολυβδαινικού αμμωνίου 5% και 5 ml H_2SO_4 . Ανακινούμε σε 3 min.

2. Προσθέτομε 4 ml οξαλικού οξέος 1 N [αποφυγή παρεμβάσεως ($PO_4^{=}$)].

3. Αναδεύομε και, μετά από 1 min προσθέτομε 4 ml διαλύματος αναγωγής (βλ. παρακάτω).

4. Ύστερα από 25 min μετρούμε στα 720 nm (καμπύλη αναφοράς, σχ. 1.9).

Για τυφλό δείγμα χρησιμοποιείται απεσταγμένο νερό απαλλαγμένο από H_2SiO_3 .



Σχ. 1.10.

Σχεδιάγραμμα καμπύλης NO_3^- .

Διάλυμα αναφοράς: SiO_2 500 mg/l.

Διάλυμα αναγωγής: Αυτό παρασκευάζεται με διάλυση 2 g metol και 20,5 g πυροθειώδους νατρίου στα 100 ml H_2O .

Δημιουργία χρώματος μπλε.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ

1.10 Προσδιορισμός νιτρικών (NO_3^-).

1.10.1 Τεχνική της μεθόδου.

1. Σε ποτήρι των 50 ml φέρονται 10 ml H_2O και 1 ml βρυκίνης (διάλυμα 5 g 100 ml CH_3COOH).

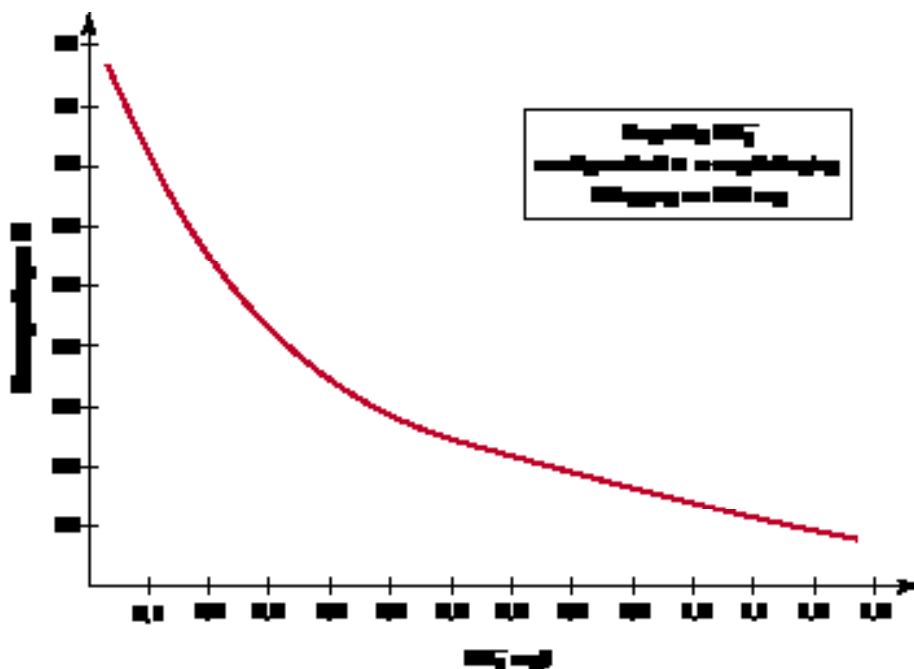
2. Προσθέτομε 20 ml H_2SO_4 , αναδεύομε προσεκτικά και, μετά 20 min (ψύξη), χρωμομετρούμε σε μήκος κύματος 410 nm (καμπύλη σχήματος 1.10).

Διάλυμα καμπύλης: 0,1371 g NaNO_3 /l: ($\text{NO}_3^- = 100 \text{ mg/l}$).

Αναπτυσσόμενο χρώμα κίτρινο-καστανοκίτρινο.

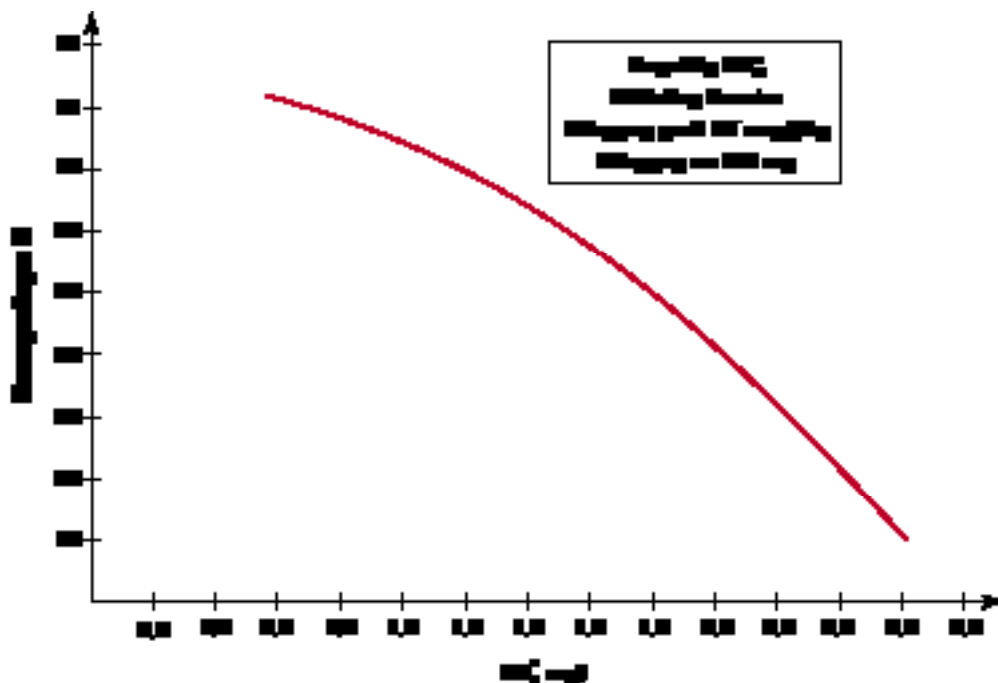
Τα νιτρικά άλατα προέρχονται από την ατμόσφαιρα, από σάπια φυτά, από λιπάσματα, από εκκρίσεις ζώων και υπονόμους και βρίσκονται σε αυξημένες συγκεντρώσεις στα υπόγεια νερά.

ΑΣΚΗΣΗ ΕΝΔΕΚΑΤΗ



Σχ. 1.11.

Σχεδιάγραμμα καμπύλης αναφοράς NO_3^- .



Σχ. 1.12.

Σχεδιάγραμμα καμπύλης αναφοράς NH_4^+ .

1.11 Προσδιορισμός νιτρωδών (NO_2^-).

1.11.1 Τεχνική της μεθόδου.

1. Σε ποτήρι των 50 ml φέρονται 20 ml H_2O και 1 ml διαλύματος σουλφανιλικού οξέος (4 g/500 ml H_2O).
2. Προσθέτομε 0,5 ml CH_3COOH και αφήνομε το μείγμα 15 min να αντιδράσει.
3. Προσθέτομε 1 ml α-ναφθυλαμίνης (διάλυμα 2,5 g και 1 50 ml CH_3COOH και 350 ml H_2O).
4. Μετά 4' χρωματομετρούμε σε 530 nm (καμπύλη σχήματος 1.11).

Διάλυμα καμπύλης 0,185 g KNO_2 /l (στο διάλυμα προσθέτομε και 1 ml CH_3Cl).
Χρώμα ανιχνεύσεως ροδέρυθρο.

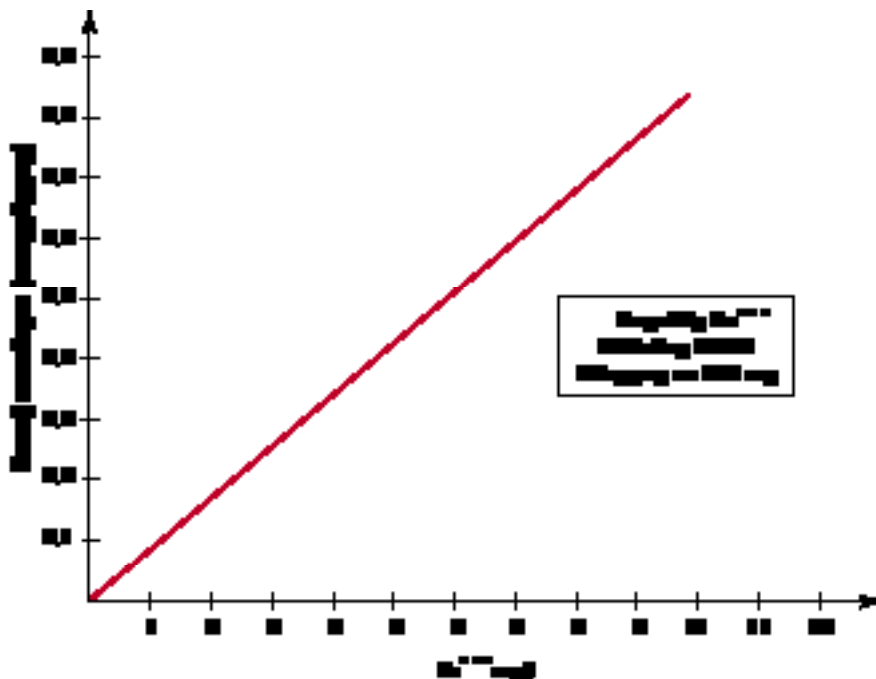
Τα νιτρώδη άλατα είναι προϊόντα βιολογικής αποσυνθέσεως οργανικών ενώσεων και ενδιάμεσο στάδιο της οξειδώσεως της NH_3 και της αναγωγής των NO_3^- .

ΑΣΚΗΣΗ ΔΩΔΕΚΑΤΗ

1.12 Προσδιορισμός αμμωνίου (NH_4^+).

1.12.1 Τεχνική της μεθόδου.

1. Σε ποτήρι των 50 ml φέρονται 20 ml H_2O και 1 ml διαλύματος 5% τρυγικού καλίου (προκατεργασμένου με διάλυμα Nessler). Προσθέτομε 0,5 ml αντι-



Σχ. 1.13.

Σχεδιάγραμμα καμπύλης αναφοράς Fe^{+++} .

δραστηρίου Nessler και αναδεύουμε.

2. Μετά 10 min φασματοφωτομετρούμε σε 425 nm (καμπύλη σχήματος 1.12).

Διάλυμα αναφοράς $2,966 \text{ g NH}_4\text{Cl/l} \Rightarrow 1 \text{ ml} = 1 \text{ mg NH}^+$.

Χρώμα που αναπτύσσεται παρουσία NH_4^+ κίτρινο-καστανοκίτρινο.

Αντιδραστήριο Nessler: Αυτό είναι ευδιάλυτο αλκαλικό διάλυμα του συμπλόκου άλατος $\text{K}_2(\text{HgI}_4)$ – (υδραργυροϊωδιούχου καλίου) – και παρασκευάζεται ως εξής:

6 g HgCl_2 διαλύονται σε 50 ml θερμού H_2O και 7,4 g KJ διαλύονται σε άλλα 50 ml θερμού H_2O . Τα διαλύματα αναμειγνύονται και, αφού το μείγμα κρυώσει, διηθούμε, εκπλένομε και προσθέτομε στο ίζημα 5 g KJ/10 ml H_2O , οπότε σχηματίζεται το διάλυμα, το οποίο αραιώνομε στα 100 ml και προσθέτομε και 100 ml KOH περιεκτικότητας 20%.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ ΤΡΙΤΗ

1.13 Προσδιορισμός σιδήρου (Fe^{++}).

1.13.1 Τεχνική της μεθόδου.

1. Σε ποτήρι των 100 ml φέρονται 30 ml H_2O και 5 ml 1:1 διάλυμα HCl.

2. Προσθέτομε 10 ml 15% KSCN και, μετά από 10 min, μετρούμε σε μήκος κύματος 480 nm (καμπύλη σχήματος 1.13).

Διάλυμα $1,424 \text{ g FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O/l} \Rightarrow 400 \text{ mg Fe}^{++}/\text{l}$.

Αναπτύσσεται χρώμα αιματέρυθμο ανοικτό-βαθύ.

ΝΕΡΟ ΒΙΟΜΗΧΑΝΙΚΗΣ ΧΡΗΣΕΩΣ

Οι απαραίτητοι προσδιορισμοί που εκτελούνται στο νερό αυτό, είναι το σταθερό υπόλειμμα, η αλκαλικότητα, τα θειικά και τα χλωριούχα άλατα και σκοπό έχουν την επισήμανση του κινδύνου σχηματισμού λεβητολίθων και διαβρώσεως των βιομηχανικών εγκαταστάσεων.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

1.14 Προσδιορισμός αλκαλικότητας.

1.14.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η αλκαλικότητα του νερού μπορεί να οφείλεται σε συγκέντρωση OH^- , HCO_3^- , $\text{CO}_3^{=}$. Διακρίνεται σε αλκαλικότητα ηλιανθίνης, που παρέχει και την ολική αλκαλικότητα, και σε αλκαλικότητα φαινολοφθαλείνης ($\text{CO}_3^{=}$ του K και Na), αναφερόμαστε συνεπώς σε μη πόσιμο νερό.

1.14.2 Τεχνική της μεθόδου.

Οι τεχνικοί προσδιορισμοί εκτελούνται με 0,1 N HCl παρουσία των παραπάνω δεικτών και σε δείγμα νερού 100 ml κατά τα γνωστά (παράγρ. 1.4). Ο πίνακας 1.14.1 με βάση τις καταναλώσεις του HCl, παρουσία των δύο δεικτών, δείχνει σε ποια από τα τρία ιόντα οφείλεται η αλκαλικότητα.

ΠΙΝΑΚΑΣ 1.14.1.
Υπολογισμός αλκαλικότητας νερού

Καταναλώσεις ογκο- μετρήσεως ml	Το νερό περιέχει		
	OH^-	$\text{CO}_3^{=}$	HCO_3^-
$\varphi = 0$	0	0	η
$\varphi = \eta$	η	0	0
$2\varphi = \eta$	0	2φ	0
$2\varphi > \eta$	$2\varphi - \eta$	$2(\eta - \varphi)$	0
$2\varphi < \eta$	0	2φ	$\eta - 2\varphi$

1.14.3 Τεχνικές πληροφορίες.

Οι συμβολισμοί η και φ είναι οι καταναλώσεις HCl παρουσία των δεικτών. Η αλκαλικότητα ηλιανθίνης « A_η » ή φαινολοφθαλείνης « A_φ » μπορεί να υπολογισθεί σε d° από τις σχέσεις:

$$A_\eta = \eta \cdot 2,8 \quad A_\varphi = \varphi \cdot 2,8$$

Ακόμα μπορεί να εκφρασθεί σε περιεκτικότητα των ιόντων, που την περιέχουν χωριστά:

1. OH^- : ml οξέος x 17 = mg/l
2. $\text{CO}_3^{=}$: ml οξέος x 30 = mg/l
3. HCO_3^- : ml οξέος x 61 = mg/l

$$4. \text{CaO}_3 : \text{ml οξέος} \times 50 = \text{mg/l}$$

Αν η Ο.Σ. σε meq/l είναι ίση ή μεγαλύτερη της Ο.Α. σε meq/l, τότε η Α.Σ. = Ο.Α. (ολική αλκαλικότητα).

Αν η Ο.Σ. σε meq/l είναι μικρότερη της Ο.Α. σε meq/l, τότε η Ο.Σ. = Α.Σ.

1.14.4 Αποσκλήρυνση του νερού βιομηχανικής χρήσεως.

Ανάλογα με το είδος των αλάτων που περιέχονται στο νερό, για την αποσκλήρυνση χρησιμοποιούνται διάφορες μέθοδοι, σε βιομηχανική κλίμακα.

Σκοπός: Η απαλλαγή του νερού από τα άλατα που παρέχουν σκληρότητα.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ ΠΕΜΠΤΗ

1.15 Μέθοδος αποσκληρύνσεως με CaO και Na₂CO₃.

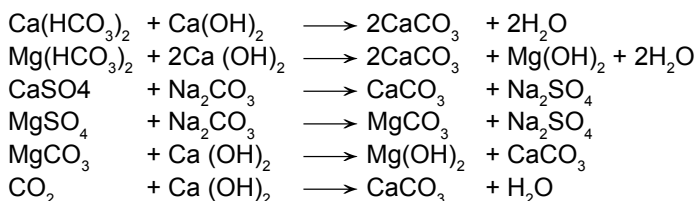
1.15.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η μέθοδος αυτή εφαρμόζεται συνήθως όταν η Α.Σ. είναι μεγαλύτερη της Μ.Σ. Αναφέρεται ακόμα ότι τα αντιδραστήρια της μεθόδου αυτής δεν είναι δαπανηρά, επομένως είναι ο πιο οικονομικός τρόπος αποσκληρύνσεως.

Η ποσότητα του CaO που υπολογίστηκε όπως θα αναφερθεί παρακάτω, προστίθεται στο νερό, οπότε $\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{Ca}(\text{OH})_2$.

Η υδράβεστος που σχηματίζεται απαλλάσσει το νερό από την Α.Σ.

Η ανθρακική σόδα προστίθεται ως διάλυμα 10% και απαλλάσσει το νερό από τη Μ.Σ. Οι κυριότερες αντιδράσεις αποσκληρύνσεως κατά την εφαρμογή της μεθόδου αυτής είναι οι παρακάτω:



1.15.2 Τεχνική.

1. Σε ποτήρι 2 l φέρεται 1 l νερό, του οποίου έχει υπολογισθεί η Α.Σ. και Μ.Σ. (παράγρ. 1.3 και 1.4).

2. Προσθέτουμε αναδεύοντας τις καθορισμένες ποσότητες των CaO και σόδας. Οι ποσότητες των αντιδραστηρίων που θα απαιτηθούν για την αποσκλήρυνση δίνονται από τις σχέσεις:

$$\alpha) \text{ Για την Α.Σ. } 10 \cdot (\text{Α.Σ.} + \Sigma \text{Μ.} + \Delta) = \text{g CaO/m}^3 \text{ H}_2\text{O}$$

$$\beta) \text{ Για την Μ.Σ. } 19 \cdot \text{Μ.Σ.} = \text{g Na}_2\text{CO}_3/\text{m}^3 \text{ H}_2\text{O}$$

Όλες οι σκληρότητες εκφράζονται σε d° (γερμανικούς βαθμούς): όπου Δ το περιεχόμενο CO₂ εκφρασμένο σε d°.

Μετά την αποσκλήρυνση, ελέγχουμε τη σκληρότητα του νερού και αξιολογούμε το αποτέλεσμα επιτεύξεως της αποσκληρύνσεως.

Οι ποσότητες που υπολογίσθηκαν προσθέτονται συνήθως σε περίσσεια, για την

πλήρη αποσκλήρυνση του νερού. Έτσι έχουμε περίσσεια CaO κατά 20 g/m³ και σόδας κατά 80 g/m³.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ ΕΚΤΗ

1.16 Μέθοδος NaOH και Na₂CO₃.

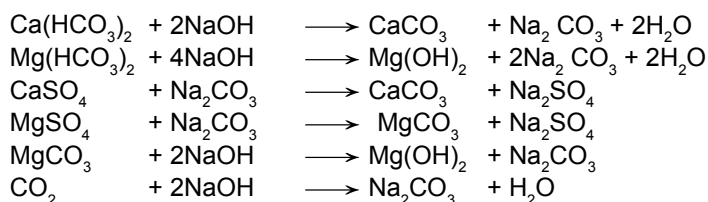
1.16.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η μέθοδος εφαρμόζεται συνήθως όταν η Α.Σ. είναι περίπου ίση με τη Μ.Σ., και χρησιμοποιείται το NaOH, επειδή, κατά την αποβολή της Α.Σ. παράγεται Na₂CO₃.

Η προσθήκη τότε άλλης ανθρακικής σόδας περιττεύει. Όταν όμως η Α.Σ. είναι μικρότερη της Μ.Σ., τότε προστίθεται επί πλέον το υπόλοιπο ποσό του Na₂CO₃.

Η μέθοδος πλεονεκτεί σε σχέση με την προηγούμενη στον παράγοντα της διαλυτότητας του NaOH (είναι ευδιαλυτότερο του CaO), οι εγκαταστάσεις όμως λειτουργίας είναι περισσότερο δαπανηρές (λόγω ισχυρού αλκαλικού περιβάλλοντος των ουσιών).

Οι αντιδράσεις που λαμβάνουν χώρα κατά τη μέθοδο είναι:



1.16.2 Η τεχνική της μεθόδου.

Η τεχνική της αποσκληρύνσεως είναι ίδια με την τεχνική της μεθόδου του CaO και Na₂CO₃.

Οι ποσότητες των απαιτούμενων αντιδραστηρίων υπολογίζονται από τους τύπους:

$$\begin{aligned}
 14,3 \cdot (\text{Α.Σ.} + \Sigma \text{Μ.} + \Delta) &= \text{g NaOH/m}^3 \text{H}_2\text{O} \\
 19 \cdot [\text{Μ.Σ.} - (\text{Α.Σ.} + \Sigma \text{Μ.} + \Delta)] &= \text{g Na}_2\text{CO}_3/\text{m}^3 \text{H}_2\text{O}
 \end{aligned}$$

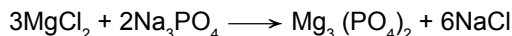
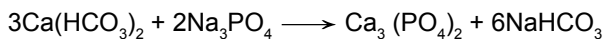
ΑΛΛΕΣ ΜΕΘΟΔΟΙ ΑΠΟΣΚΛΗΡΥΝΣΕΩΣ ΚΑΙ ΑΦΑΛΑΤΩΣΕΩΣ ΝΕΡΟΥ

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ ΕΒΔΟΜΗ

1.17 Μέθοδος αποσκληρύνσεως με Na₃PO₄.

Το Na₃PO₄ αντιδρά με όλα τα άλατα των Ca και Mg και παρέχει δυσδιάλυτα φωσφορικά άλατα αυτών. Η μέθοδος χρησιμοποιείται σε συνδυασμό με τις άλλες για την τελική αφαίρεση όλης της σκληρότητας, μικρότερης του 0,1 d°. Το μειονέκτημά της είναι ότι το Na₃PO₄ είναι δαπανηρότερο και γι' αυτό εμποδίζει τη γενίκευση της μεθόδου. Αντίθετα, η μικρή περίσσεια Na₃PO₄ προλαμβάνει την απόθεση λεβητολίθων στα τοιχώματα του λέβητα.

Αντιδράσεις:



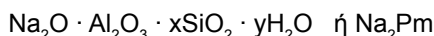
Η απαιτούμενη κατανάλωση του αντιδραστήριου υπολογίζεται από τον τύπο:

$$38 \text{ Μ.Σ.} + 12,7 \text{ Α.Σ.} = \text{g Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O/m}^3$$

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ ΟΓΔΟΗ

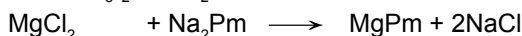
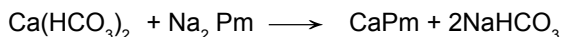
1.18 Αποσκληρυνση με ζεόλιθους.

Οι ζεόλιθοι ή περμουτίτες έχουν το γενικό τύπο:

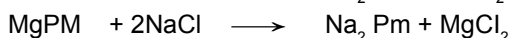
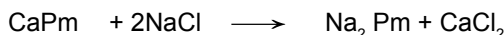


Είναι μείγματα αδιάλυτα στο νερό, έχουν όμως την ιδιότητα να ανταλλάσσουν το Na με τα ιόντα Ca και Mg, χωρίς να ανταλλάσσουν τα ανιόντα που βρίσκονται στο νερό ως άλατα πια του Na.

Με το συμβολισμό Pm θα παρίσταται η ρίζα του ζεόλιθου.



Οι κορεσμένοι στη συνέχεια περμουτίτες νατρίου-Ca και Na-Mg αναγεννώνται με διάλυμα 5% NaCl, το οποίο διαβιβάζεται διά μέσου τους, οπότε οι αντιδράσεις γίνονται αντίθετα:



Οι περμουτίτες έχουν το πλεονέκτημα ότι παρέχουν νερό με σκληρότητα μηδέν. Με αυτούς είναι απλή η διαδικασία φιλτραρίσματος, καταλαμβάνουν μικρό χώρο και δεν επηρεάζονται από τις αυξομειώσεις της θερμοκρασίας. Αν το νερό έχει μεγάλη Α.Σ., πρέπει να προηγηθεί η κατεργασία του με $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Τελευταία, στα χημικά εργαστήρια, αλλά και στις βιομηχανίες χρησιμοποιούνται στήλες αφαλατώσεως του νερού. Έτσι, για την πλήρη αφαλάτωση, χρησιμοποιούνται ρητίνες συνθετικές κατιόντων και ανιόντων (μεικτή στήλη ιοντοεναλλαγής). Οι κατιονικές ρητίνες έχουν χαρακτήρα ισχυρώς όξινο, ενώ οι ανιονικές ασθενώς αλκαλικό.

Το αφαλατωμένο μ' αυτόν τον τρόπο νερό διοχετεύεται μέσα σε στήλη με ισχυρή βασική ρητίνη, οπότε συγκρατείται το CO_2 και το H_2SiO_3 . Η αναγέννηση των δύο αυτών τύπων ρητινών επιτυγχάνεται με διαλύματα HCl και NaOH αντίστοιχα, μέχρις ότου το νερό που λαμβάνεται να αποκτήσει αγωγιμότητα περίπου 15 μmhos/cm.

Άσκηση εφαρμογής μεθόδου χημικής αποσκληρύνσεως νερού.

Πρόκειται να τροφοδοτήσετε ατμολέβητα υψηλής πίεσεως, ο οποίος απαιτεί νερό σκληρότητας 0,1 d°. Να παρασκευάσετε το νερό αυτό, όταν αυτό που έχετε στη διάθεσή σας για την τροφοδοσία έχει τη σύσταση:



Mg (HCO ₃) ₂	120 mg/l
CO ₂	22 mg/l
CaSO ₄	98 mg/l
CaCl ₂	86 mg/l
MgSO ₄	68 mg/l
MgCl ₂	30 mg/l
NaCl	150 mg/l

ΑΣΚΗΣΕΙΣ ΠΡΩΤΟΥ ΚΕΦΑΛΑΙΟΥ

- 1 m³ νερού περιέχει 202,5 g Ca(HCO₃)₂, 219 g Mg(HCO₃)₂, 27,75 g CaCl₂ και 96 g MgSO₄. Να υπολογισθούν οι Π.Σ., Μ.Σ. και Ο.Σ. σε F°.
- Δείγμα νερού βρέθηκε ότι περιέχει 192 mg SO₄⁼/l, 28,4 mg Cl⁻/l και 54,9 m HCO₃⁻/l. Πόσων d° σκληρότητας είναι το νερό, αν περιέχει μόνο κατιόντα Mg;
- Από την ανάλυση νερού προέκυψε ότι τούτο περιέχει 211,41 mgCa(HCO₃)₂, 37,31 mg Mg(HCO₃)₂, 12,3 mg CaSO₄, 1,44 mg MgCl₂ ανά l. Πόσα CaO περιεκτικότητας 92% και πόσα g σόδας περιεκτικότητας 97% σε Na₂CO₃ απαιτούνται για την αποσκλήρυνση 1 m³ νερού και ποια η Ο.Σ. σε d°;
- Υπολογίστε την περιεκτικότητα ανά l νερού σε Ca(HCO₃)₂ και CaSO₄, όταν για την εξουδετέρωση 100 ml του νερού, παρουσία ηλιανθίνης, απαιτούνται 2,5 ml HCl 0,1 M. Σε άλλα 100 ml προστέθηκαν 10 ml Na₂CO₃ 0,5 M, το σχηματισμένο ίζημα απομακρύνθηκε και για την εξουδετέρωση του διηθήματος απαιτήθηκαν 8,7ml HCl 0,1 M.
- Η συγκέντρωση δείγματος νερού σε Ca είναι 180 mg/l H₂O. Ποια είναι η σκληρότητα του νερού σε d°, αν υποτεθεί ότι το δείγμα δεν περιείχε κατιόντα Mg⁺⁺;
- Η περιεκτικότητα των HCO₃⁻ σε νερό πηγαδιού είναι 6,4 meq/l. Υπολογίστε ποια είναι η ανθρακική σκληρότητα σε F°.
- Ποια ποσότητα CaO θα προσθέσετε σε δεξαμενή, για να αποσκληρύνετε 10 m³ νερού, που περιέχει 320 mg Ca(HCO₃)₂/l και 80 mg Mg(HCO₃)₂/l νερού;

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΔΕΥΤΕΡΟ

ΜΕΘΟΔΟΙ ΕΞΕΤΑΣΕΩΣ ΕΔΑΦΩΝ ΚΑΙ ΑΔΡΑΝΩΝ

Εισαγωγικές πληροφορίες.

Στα εδάφη, προκειμένου να χαρακτηρισθούν ως κατάλληλα ή ανεκτά για καλλιέργειες ή ακόμη αν παρέχουν διαβεβαιώσεις, ικανές λόγω διαφόρων ιδιοτήτων και χαρακτηριστικών, για την κατασκευή δομικών έργων (θεμελιώσεις, φράγματα κ.λ.π.), εκτελούνται διάφοροι φυσικοχημικοί ή χημικοί προσδιορισμοί.

Από τους προσδιορισμούς αυτούς θα αναφέρομε κυρίως, όσους έχουν σχέση με την αναλυτική χημεία.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

2.1 Προσδιορισμός ανθρακικού ασβεστίου (CaCO_3) κατά Bernard.

2.1.1 Σκοπός.

Ο υπολογισμός του περιεχόμενου στα εδάφη ή αδρανή ποσοστού CaCO_3 και η κατάταξη των εδαφών σε ασβεστολιθικά πτωχά ή πλούσια **σε περιεκτικότητα CaCO_3** .

2.1.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Ο προσδιορισμός του ποσοστού CaCO_3 στα εδάφη αποτελεί μέτρο ταξινομήσεώς τους, για την καλλιέργεια και ανάπτυξη διαφόρων ειδών φυτών και δένδρων.

Ο χαρακτηρισμός των εδαφών ως ασβεστούχων ή πτωχών σε περιεκτικότητα CaCO_3 παρέχει την πληροφορία αν το έδαφος χρειάζεται ασβέστωση (προσθήκη CaCO_3). Έτσι:

πτωχά	εδάφη σε CaCO_3 %	0,5
πλούσια	εδάφη σε CaCO_3 %	2,0 – 20
πολύ πλούσια	εδάφη σε CaCO_3 %	20 – 40
ασβεστούχα	εδάφη σε CaCO_3 %	40

Τα ανθρακικά ορυκτά απαντούν κυρίως σε μορφή CaCO_3 (ασβεστίτη), MgCO_3 (μαγνητίτη) ή $\text{CaCO}_3\text{MgCO}_3$ (δολομίτη), με προσμίξεις αργίλου και πυριτικών αλάτων. Επίσης το CaCO_3 περιέχεται στο έδαφος σε ποσοστό από ίχνη έως 70%.

Τέλος αν το pH του εδάφους είναι κάτω από το 7, σημαίνει πτωχή περιεκτικότητα ή ίχνη CaCO_3 . Συνήθως το pH ασβεστούχων αλάτων είναι περίπου 8.

2.1.3 Απαραίτητα όργανα και υλικά.

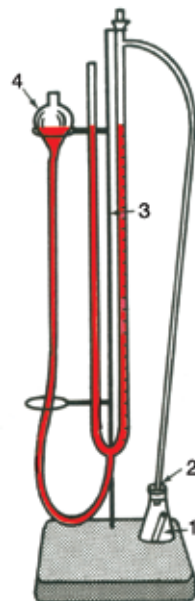
1) Συσκευή Bernard (σχ. 2.1). 2) Ζυγός αναλυτικός. 3) Υδροχλωρικό οξύ (HCl), 1:1. 4) Λαβίδα μεταλλική. 5) Δοκιμαστικός σωλήνας.

2.1.4 Τεχνική.

1. Στην κωνική φιάλη (1) του σχήματος 2.1, ζυγίζουμε 0,5 g εδάφους που έχουν

αποξηρανθεί και λειοτριβηθεί.

2. Μέσα στη φιάλη (1) φέρομε το δοκιμαστικό σωλήνα (2) γεμάτο HCl, με τη βοήθεια λαβίδας.
3. Πωματίζουμε καλά τη φιάλη της συσκευής και λαμβάνομε στον ογκομετρικό σωλήνα (4) τη διαφορά στάθμης του νερού, που από ένδειξη μηδέν η πίεση του περιεχόμενου αέρα έδειξε ένδειξη έστω 4,5 ml.
4. Κρατούμε τη φιάλη κλεισμένη, οπότε λαμβάνει χώρα η ανάμειξη του HCl με το εδάφος. Τότε, παρουσία CaCO_3 , εκλύεται αέριο CO_2 . Αυτό επικοινωνώντας με το σωλήνα (4), πιέζει τη στάθμη του νερού που κατεβαίνει και έτσι η ένδειξη ανεβαίνει από 4,5 έστω στα 28,8 ml.
5. Παίρνουμε στο χέρι μας το απιοειδές γυάλινο εξάρτημα (5) της συσκευής και το μετακινούμε προς τα κάτω. Όταν η επιφάνεια του νερού μέσα σ' αυτό έλθει στο ίδιο ύψος όπως και η ένδειξη στον ογκομετρημένο σωλήνα, τότε λαμβάνομε την ένδειξη, αφού δεν εκλύονται πια φυσαλίδες CO_2 στη φιάλη (1).



Σχ. 2.1.
Συσκευή Bernard.

$$\text{CaCO}_3\% = \frac{A}{B} \times 0,44 = \frac{28,8 - 4,5}{0,5} \times 0,44 = 21,4$$

όπου: A τα ml του εκλυόμενου CO_2 μετά την επίδραση του HCl, πλην το 4,5 ml πριν από την επίδραση του HCl ($28,8 - 4,5 = 24,3$ ml),
B το βάρος του εδάφους (0,5 g) που πήραμε και 0,44 ο συντελεστής μετατροπής των mlCO_2 σε gCaCO_3 .

2.1.5 Τεχνικές πληροφορίες.

1. Ανάλογα με την περιεκτικότητα του εδάφους σε CaCO_3 , ζυγίζεται και η απαραίτητη ποσότητα του δείγματος για τον προσδιορισμό.
2. Υπάρχει πιθανότητα το εκλυόμενο CO_2 να μην προέρχεται από τη διάσπαση CaCO_3 , αλλά από MgCO_3 ή από Na_2CO_3 . Επειδή όμως πλεονάζει πάντοτε σε εδάφη η περιεκτικότητα του CaCO_3 , γι' αυτό και το αποτέλεσμα εκφράζεται σε % CaCO_3 .
3. Η συσκευή πρέπει να ελέγχεται, επειδή υπάρχει πιθανότητα απωλειών, λόγω μη καλής επαφής των ελαστικών σωλήνων (συνδέσεων).

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

2.2 Προσδιορισμός οργανικής ουσίας.

2.2.1 Σκοπός.

Η αξιολόγηση των εδαφών ως προς την περιεκτικότητά τους σε οργανικά.

Ο προσδιορισμός αυτός έχει μεγάλη σημασία διότι αποτελεί πηγή θρεπτικών συστατικών (N, P, K) απαραίτητων για την κανονική ανάπτυξη των φυτών.

2.2.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η μέθοδος βασίζεται στην οξειδωτική δράση του διχρωμικού καλίου παρουσία θειικού οξέος και εξαρτάται από την περιεκτικότητα του εδάφους σε οργανική ουσία.

Αν το έδαφος έχει χρώμα μαύρο (υπόθεση ότι υπάρχουν οργανικές ενώσεις πολλές), λαμβάνονται ως δείγμα 0,2 g ή και 0,1 g, αν όμως το χρώμα είναι λευκό ή υπέρυθρο, τότε λαμβάνεται ουσία 0,5 g ή 1 g. Το δείγμα λαμβάνεται, αφού λειοτριβηθεί το έδαφος και περάσει από κόσκινο Νο 10.

2.2.3 Όργανα – Αντιδραστήρια.

1) Αναλυτικός ζυγός ακριβείας. 2) Κωνική φιάλη των 500 ml. 3) Προχοΐδα 25 ml. 4) Σιφώνια των 10 ml και 25 ml. 5) Ογκομετρικός κύλινδρος 50 ml. 6) Διάλυμα $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0,5 N. 7) Διάλυμα $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 1 N. 8) Πυκνό H_2SO_4 . 9) Πυκνό H_3PO_4 . 10) Στερεό NaF. 11) Διφαινυλαμίνη (δείκτης).

2.2.4 Παρασκευή διαλυμάτων.

1. $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0,5 N : Ζυγίζεται ποσότητα 139 g, διαλύεται σε ογκομετρική φιάλη 1 l, προστίθενται 15 ml πυκνό H_2SO_4 και η φιάλη συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή.
2. 1 N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$: 49 g του άλατος διαλύονται σε 1 l H_2O .
3. Διφαινυλαμίνη ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$): 0,5 g ουσίας διαλύονται σε 20 ml H_2O και συμπληρώνεται μέχρι 100 ml με πυκνό H_2SO_4 .

2.2.5 Τεχνική.

1. Το δείγμα τοποθετείται σε κωνική φιάλη των 500 ml, στην οποία προσθέτουμε 10 ml διαλύματος $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 1 N μετρημένα σε σιφώνιο ή προχοΐδα και 20 ml πυκνού H_2SO_4 .
2. Αναδεύουμε το περιεχόμενο της φιάλης με περιστροφικές κινήσεις.
3. Αφήνουμε επί 30 min να περατωθεί η αντίδραση οξειδώσεως.
4. Αραιώνουμε κατόπιν το διάλυμα με προσθήκη 200 περίπου ml νερού, προσθέτουμε 0,5 g NaF, 10 ml H_3PO_4 και 1–2 ml δείκτη διφαινυλαμίνης.
5. Αναδεύοντας το διάλυμα ογκομετρούμε με 0,5N $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (ένυδρου δισθενούς θειικού σιδήρου) μέχρι να αλλάξει το χρώμα από βαθυκόκκινο σε διαυγές πράσινο.
6. Καταγράφουμε έπειτα τα ml που καταναλώθηκαν για το τυφλό δείγμα και για το δείγμα του εδάφους και, σύμφωνα με τον παρακάτω τύπο, υπολογίζουμε την επί τοις % περιεκτικότητα οργανικής ουσίας στο έδαφος.
7. Αν για την οξείδωση της οργανικής ουσίας έχουν καταναλωθεί περισσότερα από 8 ml $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ή κατά την ογκομέτρηση καταναλώθηκαν λιγότερα από 4 ml τότε επαναλαμβάνουμε τον προσδιορισμό παίρνοντας μικρότερη ποσότητα εδάφους ή προσθέτοντας μεγαλύτερη ποσότητα διαλύματος $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

2.2.6 Υπολογισμός.

$$\text{Οργ. ουσία \%} = \frac{7,06}{B} \cdot \frac{x - y}{x} = \frac{7,06}{1} \cdot \frac{20,5 - 16,4}{20,5} = 1,4$$

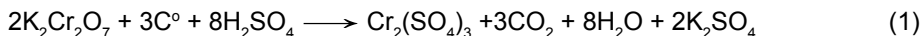
όπου: B το βάρος 1 g ουσίας που ζυγίστηκε,

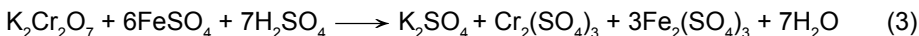
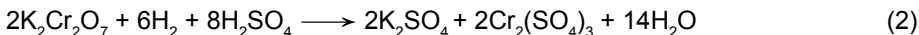
x τα ml 0,5 N FeSO_4 που καταναλώθηκαν για το τυφλό 20,5 ml,

y τα ml 0,5 N FeSO_4 που καταναλώθηκαν για το δείγμα 16,4 ml και

7,06 ο σύνθετος συντελεστής μετατροπής του 1 ml $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 1 N σε C και συντελεστής διορθώσεως του επί τοις % ποσοστού του C σε οργανική ουσία.

Οι αντιδράσεις που λαμβάνουν χώρα κατά τον προσδιορισμό είναι:





2.2.7 Παρατηρήσεις.

1. Το H_2SO_4 προστίθεται για να δημιουργήσει ισχυρό όξινο περιβάλλον. Το H_3PO_4 αντιδρά με το Fe^{+++} και δημιουργεί ευδιάλυτα σύμπλοκα άλατα. Το NaF συμπεριφέρεται ως καταλύτης στη δράση οξειδώσεως.
2. Τα οργανικά αποτελούν το σύνολο των μορφών του άνθρακα που περιέχεται στο έδαφος. Εκτός από την ανόργανη μορφή (CaCO_3 , MgCO_3 , δολομίτης κ.λ.π.), ο οργανικός άνθρακας απαντά ως συμπυκνωμένη μορφή (γραφίτης, λιθάνθρακας κ.λ.π.), άνθρακα με μορφή αλλοιωμένων οργανικών υπολειμμάτων φυτών, ζώων, μικροοργανισμών (χουμός). Η οργανική ουσία σε συνηθισμένα εδάφη κυμαίνεται από 0,5 – 20%.
3. Η καθαρότητα των αντιδραστηρίων και των μικροοργάνων της αναλύσεως που χρησιμοποιούνται κάθε φορά προσδιορίζονται με την εκτέλεση μιας ογκομετρήσεως που λέγεται **λευκός ή τυφλός προσδιορισμός**.

Σ' αυτόν ακολουθούμε πιστά τη μέθοδο αναλύσεως, παραλείποντας την προσθήκη του δείγματος.

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ

2.3 Δοκιμή ελέγχου πετρώματος (ανθρακικού ή πυριτικού).

2.3.1 Σκοπός.

Η εξέταση του είδους των πετρωμάτων και ορυκτών.

2.3.2 Τεχνική.

Η δοκιμή γίνεται με αραιό διάλυμα υδροχλωρικού οξέος (1:5). Σε ένα κομμάτι αντιπροσωπευτικού πετρώματος ρίχνουμε μερικές σταγόνες από το οξύ. Αν στο κομμάτι παρατηρηθεί αναβρασμός, τότε πρόκειται για ανθρακικό (ασβεστολιθικό) πέτρωμα, ενώ, αν δεν αναβράζει, πρόκειται για πυριτικό πέτρωμα.

Για καλύτερο έλεγχο – αν δηλαδή παρατηρήσουμε μόνο ανεπαίσθητο αναβρασμό – λειοτριβούμε μια μικρή ποσότητα από το πέτρωμα (περίπου 0,5–1 g), το τοποθετούμε σ' ένα ποτήρι που περιέχει 50 ml αραιού υδροχλωρικού οξέος και το θερμαίνουμε μέχρι βρασμού. Αν και με το βρασμό δεν υπάρχει αντίδραση – δεν βγάζει φυσαλίδες και δεν διαλύεται – τότε πρόκειται για πυριτικό πέτρωμα. Αν διαλύεται, πρόκειται για ανθρακικό πέτρωμα (πιθανόν δολομιτικό $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$).

2.3.3 Παρατήρηση.

Η πρόχειρη αλλά ουσιαστική αυτή δοκιμή εφαρμόζεται κυρίως στα υπαίθρια εργοτάξια δομικών και αρδευτικών κατασκευών.

ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

2.4 Προσδιορισμός ειδικού βάρους άμμου.

2.4.1 Σκοπός.

Η αξιολόγηση του είδους και της ποιότητας της άμμου.

2.4.2 Τεχνική.

1. Σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml τοποθετούμε 300 g άμμου που έχει δοκιμαστεί για απορροφητικότητα.
2. Γεμίζουμε με νερό τη φιάλη μέχρι το σημείο α (σχ. 2.4) και περιστρέφουμε τη φιάλη με κάποια κλίση κρατώντας την από το λαιμό για να φύγει ο αέρας.
3. Συμπληρώνουμε το περιεχόμενο της φιάλης με νερό μέχρι τη χαραγή (σχ. 2.4) και το ζυγίζουμε.

2.4.3 Υπολογισμοί.

Έστω: Βάρος (φιάλης + νερού + άμμου) = A g

Βάρος (φιάλης + νερού) = B g

Συντελεστής απορροφητικότητας $\frac{B_2}{B_1} = \Sigma$ (Άσκηση 2.6)

όπου: B_1 το βάρος δείγματος και
 B_2 το βάρος δείγματος μετά από ξήρανση στους 105°C

Τότε:

$$\text{Απόλυτο ε.β.} = \frac{\Sigma \cdot 300}{B + \Sigma \cdot 300 - A}$$

Το ειδικό βάρος (ε.β.) της πυριτικής άμμου θα πρέπει να είναι μεταξύ των τιμών 1550–1900 kg/m³.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ

2.5 Προσδιορισμός φαινόμενου ειδικού βάρους.

2.5.1 Σκοπός.

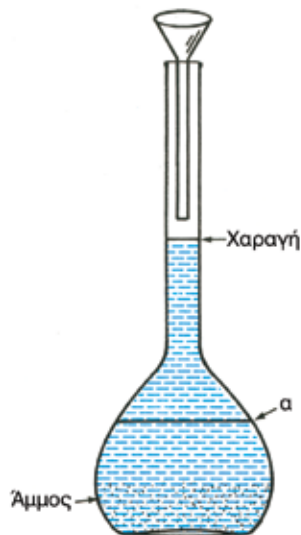
Ο καθορισμός των κενών (πόρων) που αφήνει το υλικό μεταξύ των κόκκων του.

2.5.2 Υλικά δοκιμής.

1. Κυλινδρικό μεταλλικό δοχείο (σχ. 2.5) ύψους 30 cm και διαμέτρου 20 cm.
2. Σιδερένια ράβδος διαμέτρου $\frac{5}{8}$ της ίντσας και ύψους 60 cm.

2.5.3 Δοκιμή.

Στον κύλινδρο φέρονται τα αδρανή, τμηματικά σε 3 στρώσεις. Κάθε στρώση δέχεται ορισμένο αριθμό κτυπημάτων από καθορισμένο ύψος, ισοπεδώνεται και ζυγίζεται:



Σχ. 2.4.
Ογκομετρική φιάλη.



Σχ. 2.5.
Μεταλλικός κύλινδρος
(προσδιορισμός φαιν. ε.β.).

$$\text{Φαινόμενο βάρος} = \frac{\text{βάρος αδρανών}}{\text{όγκος δοχείου}} = \text{kg/m}^3$$

Το φαινόμενο ειδικό βάρος διακρίνεται σε βάρος **συμπυκνωμένης μορφής** και **χαλαρής μορφής** (γέμισμα από ύψος 4–6 cm).

ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ

2.6 Προσδιορισμός απορροφητικότητας.

2.6.1 Σκοπός.

Ο υπολογισμός του ποσοστού συγκρατήσεως υγρασίας.

2.6.2 Σκύρα.

Δείγμα 5 kg πλένεται και αφήνεται 24 ώρες στο νερό. Σκουπίζεται, ώστε επιφανειακά να είναι ξηρό, και ζυγίζεται: έστω βάρος B_1 g.

Έπειτα ξηραίνεται στους 105°C επί 24 h και ζυγίζεται: έστω βάρος B_2 g.

$$\text{Απορροφητικότητα \%} = \frac{B_1 - B_2}{B_2} \cdot 100$$

2.6.3 Άμμος.

Δείγμα 1 kg αφήνεται 24 ώρες στο νερό και μετά την απόχυσή του ξηραίνεται με αερόθερμο μέχρι να μπορεί η άμμος να ρέει ελεύθερα.

Δοκιμή του κώνου (σχ. 2.6). Με τη βοήθεια μεταλλικής ειδικής ράβδου κτυπάμε 25 φορές το δείγμα, ανασύρουμε τον κώνο απαλά και η δοκιμή έχει πετύχει όταν η κατάρρευση της άμμου είναι ελαφρά.



Σχ. 2.6.
Κώνος μετρήσεων
απορροφητικότητας.

Αποχωρίζεται ποσότητα 300 – 500 g και ζυγίζεται = B_1 g.
Ξηραίνεται στους 105°C επί 24 ώρες και ζυγίζεται = B_2 g.

$$\text{Απορροφητικότητα \%} = \frac{B_1 - B_2}{B_2} \cdot 100$$

ΑΣΚΗΣΗ ΕΒΔΟΜΗ

2.7 Προσδιορισμός απώλειας σε δοκιμή υγείας.

2.7.1 Σκοπός.

Ο έλεγχος της αντιστάσεως του πετρώματος (αδρανή) στη χημική διάβρωση (αποσάθρωση).

2.7.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Κλάσματα αδρανών – για χονδρόκοκκο υλικό $3\frac{3}{4}$, $3\frac{3}{8}$, No 4 κόσκινα (σχ. 2.7), για λεπτόκοκκα κόσκινα No 4, 8, 16 – φέρονται σε ειδικά καλαθάκια (προδιαγραφές ASTM) και εμβάπτιζονται σε κεκορεσμένο διάλυμα Na_2SO_4 ή MgSO_4 , αφού προηγουμένως έχουν πλυθεί (τα αδρανή), ξηρανθεί (105°C) και ζυγισθεί.

Η εμβάπτιση διαρκεί 16–18 ώρες. Μετά, ξηραίνονται στους 105°C επί 2 ώρες.

Η δοκιμασία αυτή ακολουθεί 5 κύκλους (εμβάπτιση – ξήρανση).

2.7.3 Τεχνική – Πορεία δοκιμής.

Για την κατανόηση της τεχνικής της δοκιμής δίνεται παράδειγμα:

Έστω ότι λήφθηκαν 3 κλάσματα του χονδρόκοκκου υλικού.

1. Το κλάσμα του παραμένει στο κόσκινο $3\frac{3}{4}$, βάρους 1800 g.



Σχ. 2.7.

Διαχωρισμός κλασμάτων αδρανών (ηλεκτρική συσκευή κοσκίνων).

2. Το κλάσμα του παραμένει στο κόσκινο $3''/8$, βάρους 750 g.

3. Το κλάσμα του παραμένει στο κόσκινο No 4, βάρους 260 g.

Αυτά ζυγίζονται μέσα σε αντίστοιχα καλάθια, δοκιμάζονται επί 16–18 ώρες μέσα στο διάλυμα Na_2SO_4 και ξηραίνονται στους 105°C (2 ώρες – 4 ώρες), μέχρι σταθερού βάρους, εναλλάξ σε πέντε κύκλους. Μετά, πλένονται με άφθονο νερό, ξηραίνονται και κοσκινίζονται: Το (α) με κόσκινο $5''/8$, το (β) με κόσκινο $5''/16$, το (γ) με κόσκινο No 5 και τέλος ζυγίζονται.

Έστω ότι το βάρος τους μετά την παραπάνω δοκιμασία είναι: α) 1794 g, β) 745g, γ) 258 g.

2.7.4 Υπολογισμοί.

1. Υπολογισμοί απώλειας επί τοις %.

$$\begin{array}{rcl} \alpha) \text{ Τα } 1800 \text{ g απώλεια } 1800 - 1794 = 6 \text{ g} & & \\ \hline 100 & x; & x_1 = 0,33\% \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl} \beta) \text{ Τα } 750 \text{ g απώλεια } 750 - 745 = 5 \text{ g} & & \\ \hline 100 & x; & x_2 = 0,66\% \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl} \gamma) \text{ Τα } 260 \text{ g απώλεια } 260 - 258 = 2 \text{ g} & & \\ \hline 100 & x; & x_3 = 0,76\% \end{array}$$

2. Υπολογισμός αναλογίας κλασμάτων % που πήραμε:

$1800 + 750 + 260 = 2810 \text{ g}$. Άρα:

$$\begin{array}{rcll} \text{Στα } 2810 \text{ g παίρνουμε } 1800 \text{ g } 750 \text{ g } 260 \text{ g} & & x_1 = 64\% \\ \hline 100 & x_1; & x_2; & x_3; \\ & & x_2 = 26,6\% \\ & & x_3 = 9,4\% \end{array}$$

3. Υπολογισμός ανηγμένης απώλειας%.

Στα 100 g έχουμε 0,33 g 0,66 g και 0,76 g απώλεια

$$\begin{array}{rcll} 64 & x_1; & & \\ 26,6 & & x_2; & \\ 9,4 & & & x_3; \\ \hline & & & \end{array}$$

$$x_1 = 0,21\%, \quad x_2 = 0,17\%, \quad x_3 = 0,07\%$$

Συνολική απώλεια επί τοις %:

$$x_1 + x_2 + x_3 = 0,45\%$$

2.7.5 Παρατηρήσεις.

Οι προδιαγραφές κατά ASTM καθορίζουν τα ανώτερα όρια απώλειας.

Για χονδρόκοκκο υλικό μέχρι 12% απώλεια σε υγεία και για λεπτόκοκκο μέχρι 10%. Η δοκιμή για τον καθορισμό των προδιαγραφών έγινε με διάλυμα Na_2SO_4 (κορεσμένο).

ΑΣΚΗΣΗ ΟΓΔΟΗ

2.8 Προσδιορισμός οργανικών ουσιών σε αδρανή.

2.8.1 Σκοπός.

Η εξακρίβωση παρουσίας ογανικής ουσίας σε αδρανές υλικό.

2.8.2 Τεχνική.

1. Σε κωνική φιάλη 350 ml ή των 500 ml τοποθετούμε άμμο όγκου 130 ml και προσθέτουμε NaOH 1 N όγκου 200 ml. Πωματίζουμε την κωνική φιάλη και την ανακινούμε κατά διαστήματα.

2. Αφήνουμε το περιεχόμενο να παραμείνει σε ηρεμία επί 24 ώρες και παρατηρούμε αν η σχηματιζόμενη διαυγής στιβάδα είναι χρωματισμένη. Το χρώμα (κίτρινο), το συγκρίνουμε με το χρώμα ενός διαλύματος – μάρτυρα – $K_2Cr_2O_7$.

Η παρασκευή του διαλύματος $K_2Cr_2O_7$ πραγματοποιείται ως εξής:

Ζυγίζουμε 0,25 g $K_2Cr_2O_7$, τα οποία διαλύουμε σε 20 ml απεσταγμένο νερό και προσθέτουμε λίγο-λίγο και υπό ανάδευση H_2SO_4 μέχρι να συμπληρωθεί όγκος 100 ml. Το χρώμα που πήρε το δείγμα της άμμου συγκρίνεται με το χρώμα του διαλύματος $K_2Cr_2O_7$, το οποίο θεωρείται ως όριο για την περιεκτικότητα οργανικής προσμείξεως.

ΑΣΚΗΣΗ ΕΝΑΤΗ

2.9 Δοκιμή Los Angeles.

2.9.1 Σκοπός.

Το ποσοστό της φθοράς σε τριβή και κρούση των αδρανών υλικών (σκύρα).

2.9.2 Δοκιμή.

1. Δείγμα 10 kg χονδροκόκκων σκύρων διαμέτρου 3" – 1" φέρονται στον κάδο της συσκευής Los Angeles (σχ. 2.9).

Ο αριθμός των μεταλλικών σφαιρών που κλείνονται στον κάδο είναι 12.



Σχ. 2.9.
Συσκευή Los Angeles.

2. Θέτομε σε λειτουργία τη συσκευή, ώστε να περιστρέφεται με 1000 στρ/min.
3. Τελικά, μετά τη σύγκρουση και καταπόνηση των αδρανών από τις σφαίρες, το υλικό κοσκινίζεται σε κόσκινο Νο 12.

$$\text{Φθορά \%} = \frac{\text{Διερχόμενο βάρος από το Νο 12}}{\text{αρχικό βάρος υλικού}} \cdot 100$$

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΤΡΙΤΟ

ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΤΣΙΜΕΝΤΟΥ

Γενικές πληροφορίες.

Το 1824 παρασκευάστηκε για πρώτη φορά με συνθετικό τρόπο υδραυλική κονία από μείγμα των ορυκτών ασβεστολίθου και αργίλου με αναλογία 3:1.

Η κονία (σκόνη) αυτή ονομάστηκε «πόρτλαντ» από το φαιοπράσινο χρώμα της, που ήταν όμοιο με το χρώμα των οικοδομησίμων λίθων – μεγάλης αντοχής – που εξάγεται από το νησί Portland.

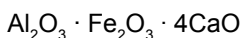
Το 1850 δημιουργήθηκε στη Γαλλία η πρώτη βιομηχανία παρασκευής τσιμέντου. Από τότε υφίσταται η τσιμεντοκονία ως βιομηχανικό προϊόν. Στη χώρα μας το πρώτο ελληνικό εργοστάσιο τσιμεντοβιομηχανίας λειτούργησε το 1902 στην Ελευσίνα και αργότερα δημιουργήθηκαν οι διάφορες άλλες σύγχρονες βιομηχανικές μονάδες στο Βόλο, τη Χαλκίδα και την Πάτρα.

Πρώτες ύλες παρασκευής τσιμέντου.

Οι πρώτες ύλες που χρησιμοποιούνται σήμερα στις βιομηχανίες τσιμέντου για την παρασκευή του είναι:

- α) Ο ασβεστόλιθος καθαρότητας σε CaCO_3 95–99% ή ασβεστολιθική Μάργα.
- β) Η άργιλος ή αργιλική Μάργα.
- γ) Η θηραϊκή γη (ηφαιστειογενές πυριτικό πέτρωμα) ή άμμος θάλασσας.
- δ) Τα αποφρύγματα του σιδηροπυρίτη.

Το Fe_2O_3 , που παράγεται κατά τη φρύξη (πύρωση απουσία αέρα) του σιδηροπυρίτη (FeS_2), κάνει το μείγμα περισσότερο εύηκτο με συνέπεια να υποβιβάζει τη θερμοκρασία της όπτησεως (ψησίματος). Η πραγματοποίηση του φαινομένου αυτού αποτελεί επιδιωκόμενο σκοπό στην παραγωγικότητα. Ακόμη το Fe_2O_3 αντιδρά με το Al_2O_3 και CaO και σχηματίζεται έτσι το αργιλοσιδηρικοτετραοξείδιο του ασβεστίου:



Η μέση σύνθεση του μείγματος των πρώτων υλών για τη διαδικασία της παραγωγής τσιμέντου είναι:

CaCO_3	$= 75 \pm 0,5\%$
Άργιλος ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	$= 25 \pm 0,5\%$
Fe_2O_3	$= 1\%$

Η σύνθεση αυτή στηρίζεται στη βασική αρχή ότι, κατά την όπτηση, το παραγόμενο οξείδιο του ασβεστίου ($\text{CaCO}_3 \xrightarrow{\text{πύρωση}} \text{CaO} + \text{CO}_2$), θα αντιδράσει με τα οξείδια: Al_2O_3 , Fe_2O_3 , SiO_2 για να σχηματισθούν οι υδραυλικές ενώσεις.

Τέτοιες υδραυλικές ενώσεις είναι:

$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaO} \cdot 12\text{H}_2\text{O}$: ένυδρο αργιλικό τριασβέστιο

$\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaO}$: πυριτικό αργιλοσιδηρικό τριασβέστιο

Αναφέρεται ότι οι κυριότερες ενώσεις του ασβεστίου στο τσιμέντο είναι το $\text{SiO}_2 \cdot 3\text{CaO}$ και το $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaO}$.

Στο μείγμα παρασκευής του τσιμέντου προστίθεται συνήθως γύψος σε αναλογία 1,5 – 3%, όταν είναι επιθυμητή η μείωση της ταχύτητας πήξεως του τσιμεντοπολτού.

Στο ελληνικό τσιμέντο κατά την παρασκευή του γίνεται προσθήκη ποσότητας θηραϊκής γης σε αναλογία 8–10%.

Η παρουσία της θηραϊκής γης στο τσιμεντοκονίαμα παρέχει τα εξής πλεονεκτήματα:

α) Το καθιστά περισσότερο στεγανό (αδιαπέραστο από υγρασία).

β) Το καθιστά περισσότερο ανθεκτικό στην επίδραση του θαλάσσιου νερού (άλατα κυρίως $\text{SO}_4^{=}$ και Cl^-).

γ) Είναι οικονομικότερο.

δ) Δεσμεύει την τυχόν περίσσεια του CaO .

ε) Δεν επηρεάζει τις μηχανικές αντοχές.

Χημική σύσταση τσιμέντου.

Η ανάλυση των δύο τύπων τσιμέντου, δηλαδή του πόρτλαντ και του ελληνικού, παρέχει τις παρακάτω κατά μέσο όρο αναλογίες των συστατικών επί τοις % κατά βάρος (πίνακας 3.1):

ΠΙΝΑΚΑΣ 3.1

Ελληνικές Προδιαγραφές		Πόρτλαντ	Ελλ. Τύπου
1.	Οξείδιο πυριτίου SiO_2	21 %	20,5 %
2.	Οξείδιο αργιλίου Al_2O_3	7 %	5,6 %
3.	Οξείδιο σιδήρου Fe_2O_3	3 %	2,9 %
4.	Οξείδιο ασβεστίου CaO	63 %	56,5 %
5.	Οξείδιο μαγνησίου MgO	2 %	2,5 %
6.	Τριοξείδιο του θείου SO_3	1,5 %	1,4 %
7.	Απώλεια πυρώσεως	1 %	2,6 %
8.	Αδιάλυτα στο HCl	$\frac{1,5}{100} \%$	$\frac{8}{100} \%$

Τα πρώτα τέσσερα οξείδια του πίνακα 3.1 αποτελούν τα κύρια συστατικά του τσιμέντου, ενώ το MgO και το SO_3 είναι οι παράγοντες διογκώσεώς του.

Τα ποσοστά που μένουν αδιάλυτα στο HCl δεν θα πρέπει να υπερβαίνουν το 2%. Στην αντίθετη περίπτωση – δηλ. όταν τα αδιάλυτα είναι >2% – το τσιμέντο περιέχει θηραϊκή γη.

Θα πρέπει η σχέση των εκατοστιαίων βαρών του CaO προς το άθροισμα των οξειδίων Al_2O_3 , Fe_2O_3 και SiO_2 να κυμαίνεται μεταξύ 1,7 και 2,2.

$$2,2 > \frac{\text{CaO}}{\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3} > 1,7$$

Η σχέση αυτή ονομάζεται **δείκτης υδραυλικότητας** (Δ.Υ.) του τσιμέντου και χρησιμεύει για τον καθορισμό των αναλογιών των πρώτων υλών της τσιμεντοκονίας.

Όταν ο Δ.Υ. φθάνει την τιμή 2,2, έχουμε περίσσεια GaO , με αποτέλεσμα να διογκώνεται η κονία κατά τη χρήση της.

Ο Δ.Υ. με τιμή 1,7 σημαίνει ανεπάρκεια σε CaO , οπότε έχουμε το φαινόμενο της αποσαθρώσεως.

Επίσης, μεγάλη περιεκτικότητα της κονίας σε Al_2O_3 , την καθιστά ταχύπηκτη, ενώ μεγάλη περιεκτικότητα σε SiO_2 παρέχει κονία βραδύπηκτη.

Επειδή στις διάφορες κατασκευές η πορεία της ταχύτητας πήξεως έχει μεγάλη σημασία, έχουν εισαχθεί οι δύο παρακάτω σχέσεις των εκατοστιαίων αναλογιών του SiO_2 , Al_2O_3 και Fe_2O_3 :

$$5 > \frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3} > 2,5 \quad \text{και} \quad 4 > \frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3} > 1,2$$

Οι σχέσεις αυτές λέγονται **δείκτες ταχύτητας πήξεως**.

Η περιεκτικότητα των δύο «παραγόντων διογκώσεως» του MgO και του SO_3 δεν θα πρέπει να είναι μεγαλύτερη από 5% και 3% αντίστοιχα.

Η απώλεια πυρώσεως – που οφείλεται στο CO_2 και H_2O – δεν θα πρέπει να είναι μεγαλύτερη από 2,5 – 3%.

Χημική εξέταση τσιμέντου.

Σκοπός.

1. Η διαπίστωση αν ως βιομηχανικό προϊόν έχει τις σωστές αναλογίες των συστατικών του, όπως αυτές ορίζονται από τις επίσημες προδιαγραφές.
2. Η εξάσκηση στους απαραίτητους χειρισμούς για την εκτέλεση των προσδιορισμών της ανάλυσεως του τσιμέντου.

Εισαγωγικές πληροφορίες.

Για τη σωστή και ακριβή γενική χημική ανάλυση του αντιπροσωπευτικού δείγματος του τσιμέντου, θα πρέπει να ακολουθήσουμε μια σειρά διεργασιών.

Οι διεργασίες αυτές, καθώς και η πορεία της εργασίας, δίνονται στο σχήμα 3.1.

Το δείγμα που θα αναλυθεί πρέπει να είναι όσο το δυνατόν αντιπροσωπευτικό και η δειγματοληψία να γίνεται με τη μέθοδο τετραμερισμού.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

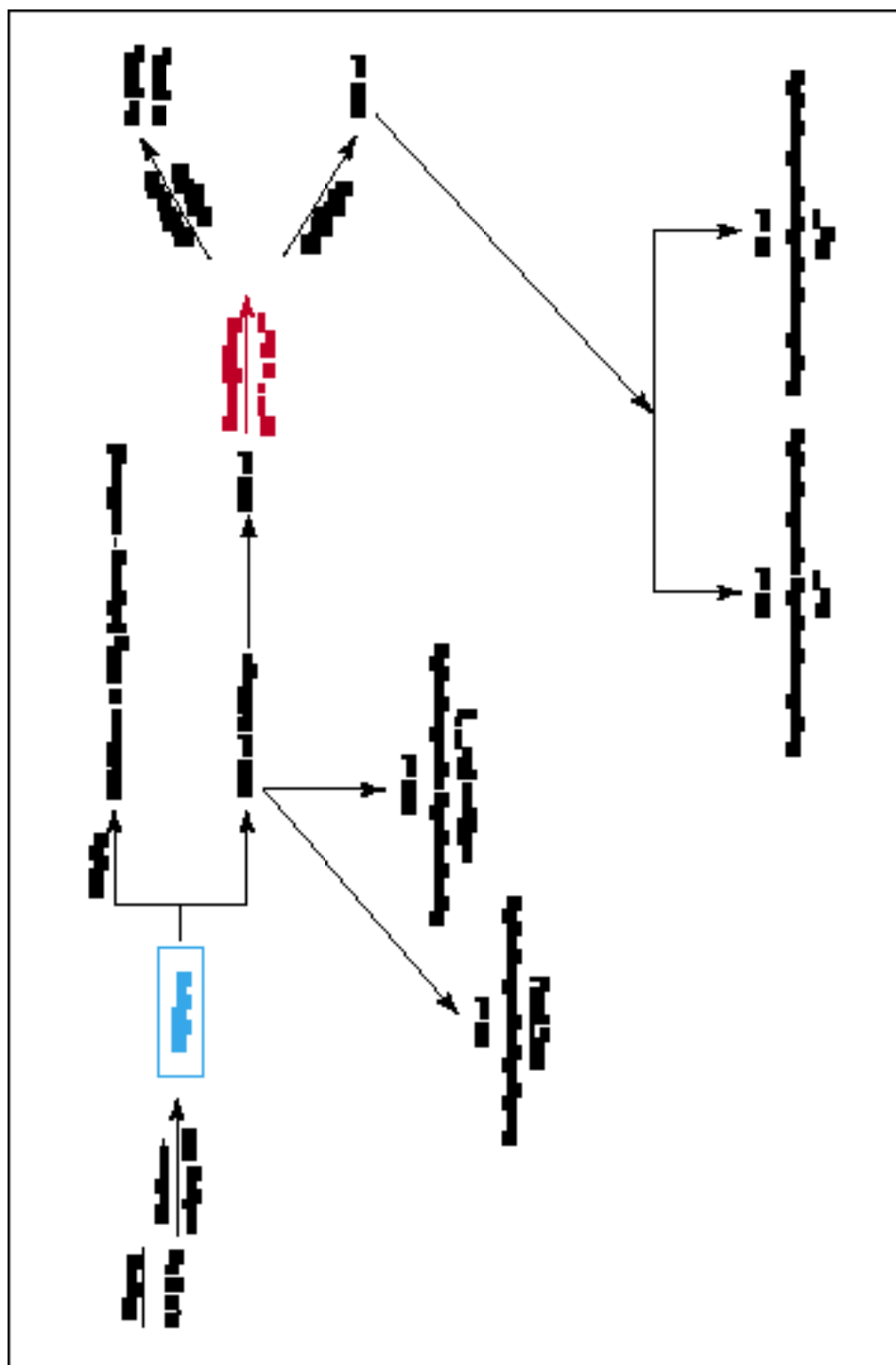
3.1 Διαλυτοποίηση δείγματος.

3.1.1 Σκοπός.

Ο διαχωρισμός των αδιαλύτων συστατικών από τα διαλυτά και η μάθηση της τεχνικής της διαλυτοποίησης.

3.1.2 Τεχνική.

1. Σε αναλυτικό ηλεκτρικό ζυγό ακριβείας ζυγίζεται 0,5–1 g τσιμέντου και φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml με ράβδο γυάλινη.



Σχ. 3.1.
Σχεδιάγραμμα πορείας της ανάλυσης του τσιμέντου.

2. Με τη βοήθεια του υδροβολέα διαβρέχεται προσεκτικά η ποσότητα με σταγόνες αποσταγμένου νερού και στη συνέχεια προστίθεται όγκος HCl 1:1 30 ml.
3. Το ποτήρι τοποθετείται σε πλάκα θερμαινόμενη μέσα στον απαγωγό και το περιεχόμενό του εξατμίζεται μέχρι να γίνει ξηρό.
4. Η διαδικασία αυτή της προσθήκης του HCl και εξατμίσεως μέχρι να γίνει ξηρό επαναλαμβάνεται άλλες δυο φορές.
5. Κατά την πορεία της εξατμίσεως και διαλυτοποίησεως αναδεύουμε το διάλυμα με τη βοήθεια της ράβδου.
6. Τέλος το ξηρό υπόλειμμα (αδιάλυτα), το παραλαμβάνουμε με 20 ml H₂O και 10 ml πυκνού HCl.
7. Θερμαίνουμε το διάλυμα μέχρι βρασμού και στη συνέχεια διηθούμε το διάλυμα από μαλακό ηθμό.
8. Το διήθημα συλλέγεται σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml.
9. Ο ηθμός έχει συγκρατήσει τα αδιάλυτα με το SiO₂.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

A) ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΑΔΙΑΛΥΤΟΥ ΣΤΟ HCl.

3.2 Σκοπός.

Η διαπίστωση της περιεκτικότητας του τσιμέντου σε θηραϊκή γη.

3.2.1 Τεχνική.

1. Ο ηθμός με τα αδιάλυτα της προηγούμενης ασκήσεως φέρεται σε προπυρωμένο και προζυγισμένο χωνευτήριο από πλατίνα.
2. Καίγεται και πυρώνεται στον ηλεκτρικό φούρνο στους 1000°C για $\frac{3}{4}$ περίπου της ώρας.
3. Μετά από ψύξη του χωνευτηρίου στον ξηραντήρα, ζυγίζεται και η διαφορά του βάρους του χωνευτηρίου από το βάρος χωνευτηρίου συν αδιαλύτων, είναι το επί τοις % ποσοστό σε αδιάλυτα στο HCl.

Αν η αναλογία επί τοις % είναι πάνω από την τιμή του 2%, συμπεραίνουμε ότι το δείγμα τσιμέντου που αναλύεται περιέχει θηραϊκή γη.

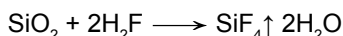
B) ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΚΑΘΑΡΟΥ SiO₂.

3.2.2 Σκοπός.

Ο διαχωρισμός του SiO₂ από το σύνολο των αδιαλύτων.

3.2.3 Τεχνική.

1. Το πυρωμένο και ζυγισμένο χωνευτήριο από πλατίνα, που περιέχει τα αδιάλυτα, δέχεται την επίδραση 10 ml H₂F₂ και 2 σταγόνων πυκνού H₂SO₄.
2. Η προσθήκη γίνεται με την τοποθέτηση του χωνευτηρίου σε θερμαινόμενη ηλεκτρική πλάκα, η οποία λειτουργεί στον απαγωγό του εργαστηρίου.
3. Η θέρμανση συνεχίζεται μέχρι να γίνει ξηρό, οπότε το περιεχόμενο στα αδιάλυτα SiO₂ γίνεται πτητική ένωση κατά την αντίδραση:



Έτσι παραμένουν τα μη πτητικά αδιάλυτα συστατικά στο χωνευτήριο, το οποίο ζυγίζεται.

Η διαφορά του βάρους του χωνευτηρίου, μετά την επίδραση του H_2F_2 , από το βάρος χωνευτηρίου συν αδιαλύτων, είναι το επί τοις % ποσοστό του SiO_2 , το οποίο θα πρέπει να κυμαίνεται μεταξύ 19–21%.

Η διεργασία και τεχνική του προσδιορισμού του SiO_2 λέγεται **απέλαση πυριτικού οξέος**.

Αν το τσιμέντο δεν περιέχει θηραϊκή γη, όλα τα αδιάλυτα αποτελούν το ποσοστό του δείγματος σε καθαρό SiO_2 , με την προϋπόθεση ότι το στάδιο διαλυτοποίησης πέτυχε το σκοπό του.

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ

3.3 Σταθμικός προσδιορισμός Fe_2O_3 και Al_2O_3 .

3.3.1 Σκοπός.

Να βρεθεί το άθροισμα των δύο οξειδίων και να καθορισθεί η εκατοστιαία σύσταση του δείγματος σε οξείδια Fe και Al.

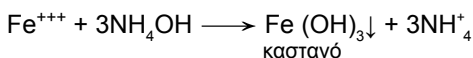
3.3.2 Απαραίτητα όργανα, συσκευές και αντιδραστήρια.

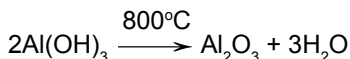
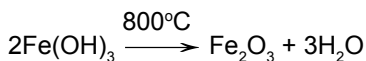
1) Ποτήρι Pyrex 250 ml ή κάψα από πορσελάνη $\varnothing = 12$ cm. 2) Ράβδος γυάλινη-σιφώνιο 100 ml. 3) Σύστημα διηθήσεως (χωνί, ηθμός, στήριγμα). 4) Ογκομετρική φιάλη των 500 ml (υποδοχέας). 5) Χωνευτήριο πορσελάνης $\varnothing = 4$ cm. 6) Λύχνος Bunsen ή φούρνος ηλεκτρικός. 7) Ξηραντήρας – Ζυγός. 8) Στερεό NH_4Cl . 9) Πυκνό διάλυμα NH_4OH . 10) Διάλυμα εκπλύσεως (NH_4NO_3 1%).

3.3.3 Τεχνική.

- Από το συνολικό όγκο του διηθήματος των 250 ml παίρνουμε με σιφώνιο των 100 ml, όγκο διαλύματος 100 ml και το μεταφέρουμε σε ποτήρι των 250 ml.
 - Αραιώνουμε μέχρι τα 150 ml και θερμαίνουμε το διάλυμα μέχρι τους 90°C .
 - Προσθέτουμε 2 g NH_4Cl και κατά σταγόνες προσθέτουμε NH_4OH , αναδεύοντας μέχρις ότου η περίσσεια του NH_4OH καταβυθίσει τα δύο κατιόντα του Fe^{+++} και Al^{+++} ως $\text{Fe}(\text{OH})_3$ και $\text{Al}(\text{OH})_3$.
 - Αφήνουμε το διάλυμα σε ηρεμία και διηθούμε από μαλακό ηθμό το καστανό ζελατινώδες ίζημά του (σιδήρου και αργιλίου) υπό μορφή υδροξειδίων τους.
 - Εκπλένουμε το ίζημα 3–4 φορές με NH_4NO_3 1% και μεταφέρουμε τον ηθμό σε προπυρωμένο και προζυγισμένο χωνευτήριο.
- Το διήθημα συλλέγεται σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml.
- Πυρώνουμε στους $800\text{--}900^\circ\text{C}$ στο φούρνο επί $\frac{3}{4}$ της ώρας και ζυγίζουμε.
 - Οι αντιδράσεις του προσδιορισμού είναι:

Καταβύθιση:



Πύρωση:

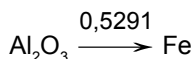
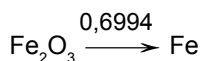
8. Το βάρος των οξειδίων υπολογίζεται επί τοις %, όπως γνωρίζουμε από τους υπολογισμούς της σταθμικής ανάλυσεως (βλ. Εργαστήριο Ανόργανης Αναλυτικής Χημείας, εκδ. Ιδρύματος Ευγενίδου).

3.3.4 Τεχνικές πληροφορίες.

Η καταβύθιση των Fe^{+++} , Al^{+++} , πραγματοποιείται απουσία άλλων ιόντων που αντιδρούν με τη NH_4OH και ειδικά των $\text{PO}_4^{=}$ που παρέχουν με τα Fe^{+++} ευδιάλυτες σύμπλοκες ενώσεις.

Η καταβύθιση των Al^{+++} πραγματοποιείται παρουσία NH_4Cl , γιατί αυτό περιορίζει τη διάσπαση των OH^- και κρατεί το pH πρακτικά αμετάβλητο ($\text{pH} = 7,5$), επειδή στο αλκαλικό ισχυρό περιβάλλον το $\text{Al}(\text{OH})_3$ αναδιαλύεται, οπότε σχηματίζονται ευδιάλυτα αργιλικά άλατα.

Συντελεστές μετατροπής των οξειδίων σε μέταλλο:

**ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ****3.4 Προσδιορισμός Fe κατά Zimmermann.****3.4.1 Σκοπός.**

Ο υπολογισμός της εκατοστιαίας αναλογίας του Fe_2O_3 στο τσιμέντο.

Ο έμμεσος υπολογισμός του $\text{Al}_2\text{O}_3\%$ από τη διαφορά

$$(\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3) \% - \text{Fe}_2\text{O}_3 \% = \text{Al}_2\text{O}_3 \%$$

3.4.2 Υλικά – Αντιδραστήρια.

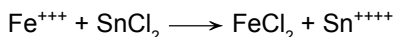
1) Σιφώνιο των 100 ml. 2) Ποτήρι ζέσεως 600–800 ml. 3) Προχοΐδα 25 ml. 4) SnCl_2 διάλυμα 5%. 5) Διάλυμα HgCl_2 , κορεσμένο. 6) Διάλυμα Zimmermann. 7) Διάλυμα KMnO_4 0,1 N.

3.4.3 Παρασκευή των απαραίτητων διαλυμάτων.

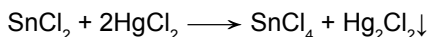
1. SnCl_2 : 5 g SnCl_2 διαλύονται σε 10 ml πυκνού HCl και αραιώνουμε με απεσταγμένο νερό μέχρι τα 100 ml.
2. HgCl_2 : Σε 200 ml νερό προσθέτουμε ποσότητα HgCl_2 , μέχρι να σχηματισθεί υπέρκορο διάλυμα. Το υπερκείμενο διάλυμα είναι κορεσμένο.
3. Αντιδραστήριο Zimmermann: Διαλύονται 67 g κρυσταλλικού άλατος $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ σε 500 ml H_2O . Προσθέτουμε 138 ml πυκνό H_3PO_4 και 130 ml πυκνό H_2SO_4 . Το όλο αραιώνεται στο 1 lt.

3.4.4 Τεχνική.

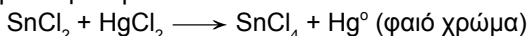
1. Σε ποτήρι ζέσεως των 600 ml φέρεται όγκος διαλύματος 100 ml. Το διάλυμα συμπυκνώνεται στα 50 ml με ήπια και ομαλή θέρμανση.
2. Ψύχομε το διάλυμα και προσθέτομε σταγόνες διαλύματος SnCl_2 , μέχρις ότου το κιτρινωπό διάλυμα του Fe^{+++} αναχθεί σε άχρωμο διάλυμα Fe^{++} κατά την αντίδραση:



3. Για την αποφυγή σφαλμάτων, τυχόν περίσσεια του SnCl_2 οξειδώνεται με 10 ml κορεσμένου διαλύματος HgCl_2 . Σημειώνεται ότι ο HgCl_2 δεν οξειδώνει το σίδηρο (Fe^{++}), γιατί δεν είναι τόσο ισχυρό οξειδωτικό μέσο:



Κατά τη αντίδραση αυτή σχηματίζεται το λευκό μεταξώδες ίζημα του Hg_2Cl_2 . Στο στάδιο αυτό η ανάδευση πρέπει να είναι ταχεία, για να μην λάβει χώρα η ανεπιθύμητη αντίδραση



4. Το διάλυμα αραιώνεται στα 400 ml περίπου και προσθέτομε υπό ανάδευση 25 ml διαλύματος Zimmermann.
5. Ογκομετρούμε με το πρότυπο διάλυμα KMnO_4 0,1 N μέχρι να εμφανισθεί ρόδινο χρώμα επί 1–5 sec.
6. Η κατανάλωση του KMnO_4 είναι αρκετή για τους υπολογισμούς και την εύρεση της περιεκτικότητας σε Fe_2O_3 , με βάση τις διαδικασίες της ογκομετρικής αναλύσεως (βλ. Εργαστήριο Ανόργανης Αναλυτικής Χημείας εκδ. Ιδρύματος Ευγενίδου).

3.4.5 Τεχνικές πληροφορίες.

1. Η μέθοδος εφαρμόζεται όταν το διάλυμα είναι ισχυρά όξινο και οξειδωμένο, άρα ο περιεχόμενος σίδηρος βρίσκεται με τρισθενή μορφή (Fe^{+3}).
2. 1 ml 0,1 N KMnO_4 οξειδώνει 0,0056 g Fe.
3. Ο ρόλος των ουσιών (αντιδραστηρίων) που αποτελούν το διάλυμα Zimmermann είναι ειδικός και καθορισμένος.
 - α) Το MnSO_4 παρεμποδίζει την τάση του KMnO_4 να οξειδώσει τα υπάρχοντα Cl^- (χλωριούχα).
 - β) Το H_2SO_4 δημιουργεί ισχυρό όξινο περιβάλλον.
 - γ) Το H_3PO_4 αντιδρά με το Fe και αποχρωματίζει το διάλυμα.

3.4.6 Παρατήρηση.

Στο τσιμέντο περιέχονται σε μικρή αναλογία τα οξείδια Na_2O και K_2O (οξείδια των αλκαλίων).

Όπως είναι γνωστό, το νάτριο και κάλιο προσδιορίζονται φλογοφωτομετρικά (σχ. 1.7α), η δε αναλογία τους δεν θα πρέπει να υπερβαίνει ως $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ το 0,5%.

Η συγκέντρωση βρίσκεται από την καμπύλη αναφοράς που έχει σχεδιασθεί για κάθε περίπτωση χωριστά (σχ. 1.7α).

Ο προσδιορισμός γίνεται σε διάλυμα 100 ml, το οποίο προκύπτει από διαλυτοποίηση 0,1 g δείγματος τσιμέντου με μείγμα οξέων HClO_4 και H_2F_2 10 ml 1:1. Η διαλυτοποίηση εκτελείται σε χωνευτήριο πλατίνας μέσα σε απαγωγό.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ

3.5 Προσδιορισμός $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ συμπλοκομετρικά.

3.5.1 Σκοπός.

Η εύρεση της περιεκτικότητας του τσιμέντου σε CaO (ασβέστη) και MgO . Η εξοικείωση των ασκουμένων με την τεχνική της μεθόδου.

3.5.2 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια.

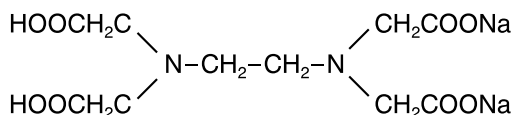
1) Σιφώνιο των 10 ml. 2) Κωνική φιάλη των 100 ml. 3) Προχοΐδα των 25 ml. 4) Πρότυπο διάλυμα EDTA 0,01 M. 5) Διάλυμα NH_4OH (πυκνό). 6) Δείκτης Buffer tabletten (δισκία ρυθμιστικού-δείκτη).

3.5.3 Τεχνική.

1. Σε κωνική φιάλη των 100 ml φέρονται 10 ml από το διήθημα των 500 ml που έχουμε στη διάθεσή μας μετά από τη διήθηση των ιζημάτων των Fe^{+3} και Al^{+3} .
2. Αραιώνουμε με 10 ml απεσταγμένο νερό και προσθέτουμε στο διάλυμα ένα δισκίο Buffer. Αυτό, όταν διαλυθεί, δίνει κίτρινο καφέ χρώμα στο διάλυμα.
3. Προσθέτουμε αμέσως NH_4OH , μέχρι το pH του διαλύματος να αποκτήσει τιμή $10 \pm 0,5$, οπότε χρωματίζεται κόκκινο.
4. Ογκομετρούμε στη συνέχεια με 0,01 M EDTA, μέχρι να εμφανισθεί πράσινο χρώμα.
5. Η κατανάλωση αυτή ήταν ισοδύναμη, για να συμπλοκοποιήσει το άθροισμα της συγκεντρώσεως των κατιόντων $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$

3.5.4 Τεχνικές πληροφορίες.

1. 1 ml 0,01 M EDTA αιθυλενο-διαμινο-τετραξικού οξέος συμπλοκοποιεί 0,4 mg Ca και 0,24 mg Mg.
2. Στη συμπλοκομετρία, αντί για το οξύ χρησιμοποιείται το άλας του, το αιθυλενο-διαμινο-τετραοξικό δινάτριο, το οποίο στο εμπόριο φέρεται και με την ονομασία Tritriplex III.
3. Καθοριστικός παράγοντας για την ακρίβεια και επιτυχία της συγκεντρώσεως είναι η ρύθμιση του διαλύματος στο pH 9,5 – 10,5.
4. Ο δείκτης Buffer-tabletten είναι σύνθετος δείκτης. Παρέχει δηλαδή τη δυνατότητα της ρυθμίσεως της τιμής του pH μαζί με το NH_4OH (ρυθμιστικό διάλυμα), αλλά δίνει επίσης και το ισοδύναμο σημείο της αντιδράσεως (αλλαγή χρώματος από κόκκινο σε πράσινο).
5. Ο συντακτικός τύπος του EDTA άλατος είναι:



αιθυλενο-διαμινο-τετραοξικό-δινάτριο

ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ

3.6 Προσδιορισμός Ca^{++} συμπλοκομετρικά.**3.6.1 Ο προσδιορισμός του CaO προκειμένου να υπολογισθεί το MgO .**

Στο διήθημα που γίνεται ο προσδιορισμός $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ (παράγρ. 3.5.3) εκτελείται και ο συμπλοκομετρικός προσδιορισμός Ca^{++} όπως αναφέρεται στην Άσκηση 5 παράγρ. 1.5. Τα αποτελέσματα εκφράζονται σε CaO % και MgO %.

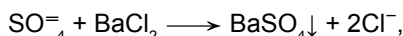
ΑΣΚΗΣΗ ΕΒΔΟΜΗ

3.7 Προσδιορισμός SO_3 .

Η μέθοδος είναι γνωστή από τη σταθμική ανάλυση· βασίζεται στην καταβύθιση των θειικών ανιόντων ($\text{SO}_4^{=}$) με διάλυμα 10% BaCl_2 .

Ο όγκος που λαμβάνεται είναι τα υπόλοιπα 50 ml του διηθήματος της διαλυτοποίησης του τσιμέντου.

Μετά την πύρωση του ιζήματος:



ζυγίζεται το BaSO_4 και εκφράζεται το αποτέλεσμα σε SO_3 %.

3.7.1 Τεχνικές πληροφορίες.

Πρέπει να γνωρίζουμε ότι η καταβύθισή τους επηρεάζεται από την παρουσία μερικών ιόντων, όπως $\text{CO}_3^{=}$, $\text{PO}_4^{=}$, $\text{C}_2\text{O}_4^{=}$ (ανθρακικών, φωσφορικών, οξαλικών κ.λ.π.), επειδή με τα ιόντα Ba^{+++} σχηματίζουν δυσδιάλυτες ενώσεις.

Επίσης, τα κατιόντα Fe^{+++} και Al^{+++} καθώς και Cr^{+++} πρέπει να απομακρύνονται πριν από την καταβύθιση των $\text{SO}_4^{=}$.

Προς αποφυγή σφαλμάτων, για την καταβύθιση των $\text{SO}_4^{=}$, πρέπει να λαμβάνεται όγκος από το διήθημα του προσδιορισμού $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$, διάλυμα συλλογής των 500 ml (σχ. 3.1).

ΑΣΚΗΣΗ ΟΓΔΟΗ

3.8 Προσδιορισμός ειδικού βάρους τσιμέντου.**3.8.1 Σκοπός.**

Η εξακρίβωση της ποιότητας του τσιμέντου και η επισήμανση τυχόν ακατάλληλου προϊόντος.

3.8.2 Τεχνική.

1. Σε καθαρή και στεγνή ογκομετρική φιάλη των 250 ml φέρεται ποσότητα 66 g τσιμέντου.
2. Με τη βοήθεια προχοϊδας των 100 ml προσθέτουμε στη φιάλη όγκο άνυδρου διαλύτη, όπως π.χ. τολουόλιο.
3. Διαβρέχουμε όλη την ποσότητα του δείγματος, περιστρέφοντας τη φιάλη και συ-

μπληρώνουμε με διαλύτη μέχρι τη χαραγή.

4. Καταγράφουμε τα ml του διαλύτη που χρειάστηκαν για την πλήρωση της φιάλης. Οποσδήποτε θα είναι λιγότερα από 250 ml, γιατί κάποιο όγκο έχει καταλάβει το βάρος του τσιμέντου.
5. Έτσι, αν από τα 250 ml αφαιρέσουμε τα x ml του διαλύτη, υπολογίζουμε τον όγκο V που καταλαμβάνει το βάρος B των 66 g τσιμέντου, δηλαδή:

$$\text{ειδικό βάρος} = \frac{B \text{ τσιμέντου}}{250 - \text{διαλύτης}} = \frac{B_{\text{τσ.}}}{V_{\text{τσ.}}} = \text{g/cm}^3$$

3.8.3 Παρατηρήσεις.

Στη μέθοδο αυτή δεν μπορούμε να χρησιμοποιήσουμε νερό ως διαλύτη, επειδή αυτό αντιδρά με τα συστατικά του τσιμέντου. Έτσι, απαιτείται υγρό αδρανές – μη ηλεκτρολύτης (καθαρό πετρέλαιο – βενζίνη – βενζόλιο – τολουόλιο κ.λ.π.).

Σύμφωνα με τις προδιαγραφές, η τιμή του ε.β. του τσιμέντου πρέπει να κυμαίνεται, ανάλογα με τον τρόπο συσκευασίας και συστάσεως σε Fe_2O_3 . Πάντως το απόλυτο ειδικό βάρος κυμαίνεται μεταξύ $3000 - 3200 \text{ kg/m}^3$. Σε σχετική συμπίεση (συσκευασία σάκων) το ε.β. είναι περίπου 1600 kg/m^3 .

Για τον προσδιορισμό του απόλυτου ε.β. του τσιμέντου χρησιμοποιείται η ειδική γυάλινη συσκευή Le Chatelier.

ΑΣΚΗΣΗ ΕΝΑΤΗ

3.9 Παρασκευή τσιμεντοπολτού – Προσδιορισμός του χρόνου πήξεώς του (μέθοδος Vicat).

3.9.1 Σκοπός.

Περιγραφή και εκμάθηση της δοκιμής.

Καθορισμός του χρόνου ενάρξεως και πέρατος πήξεως του πολτού.

3.9.2 Τεχνική.

1. Σε ειδική λεκάνη του εργαστηριακού αναδευτήρα (mixer) φέρομε 140 g νερού και προσθέτομε 500 g τσιμέντου.
2. Μετά από 30 sec θέτομε σε λειτουργία «θέση 1» τον αναδευτήρα επί 30 sec.
3. Διακόπτομε τη λειτουργία για 15 sec και ξεκολλούμε το υλικό από τα τοιχώματα της λεκάνης.
4. Θέτομε τον αναδευτήρα σε λειτουργία με ταχύτητα «2» επί 1 min (60 sec).
5. Δίνομε στον τσιμεντοπολτό σχήμα μπάλας και τον τοποθετούμε στην ειδική μήτρα (καλούπι) της συσκευής Vicat (σχ. 3.9).

Η κανονική ποσότητα του νερού θεωρείται ότι έχει προστεθεί, όταν η βελόνα της συσκευής, με διάμετρο 10 mm, εισδύει στον τσιμεντοπολτό σε βάθος 10 mm, σε χρόνο 80 sec.

Ο χρόνος που παρέρχεται από την παρασκευή του τσιμεντοπολτού έως ότου, κατά τη δοκιμή, η βελόνα διαμέτρου 1 mm, εισδύει σ' αυτόν σε βάθος 25 mm, σε χρόνο 30 sec δίνει την έναρξη πήξεώς του.

Γυρίζοντας το καλούπι, που έχει σχήμα κόλουρου κώνου, ανάποδα, παίρνομε το χρόνο πέρατος της πήξεως, όταν η βελόνα εισδύει στον τσιμεντοπολτό σε βάθος 1 mm.



Σχ. 3.9.
Συσκευή Vicat.

3.9.3 Τεχνικές πληροφορίες.

Η μέθοδος εφαρμόζεται στα εργοτάξια και εργαστήρια όπου εκτελούνται δοκιμές για έργα κατασκευής (θεμελιώσεις – τσιμεντενέσεις, φράγματα – αρδευτικά κ.λ.π.).

Αν ο πολτός δεν έχει κανονική μορφή συνεκτικότητας, διαπιστώνεται αλλοίωση του τσιμέντου (υγρασία – σβόλιασμα).

ΣΚΥΡΟΔΕΜΑ

Εισαγωγικές πληροφορίες.

Σκυρόδεμα είναι το ομοιογενοποιημένο μείγμα τσιμέντου, αδρανών και νερού, οι αναλογίες των οποίων είναι καθορισμένες ανάλογα με το είδος του σκυροδέματος που επιθυμούμε να παρασκευάσουμε.

Η παρασκευή του σήμερα με τη χρήση των ειδικών περιστρεφόμενων κάδων είναι εύκολη.

Με τον όρο αδρανή εννοούμε σκύρα, γαρμπίλι και άμμο.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ

3.10 Δειγματοληψία και παρασκευή δοκιμών.

3.10.1 Σκοπός.

Η εκμάθηση της τεχνικής της δειγματοληψίας και παρασκευής των δοκιμών.

3.10.2 Πορεία δοκιμής.

Ο χρόνος που μεσολαβεί μεταξύ της λήψεως του πρώτου δείγματος και του τελευταίου, για το σύνθετο μείγμα σκυροδέματος, πρέπει να είναι 15 min.

Τα δείγματα του ομοιογενοποιημένου μείγματος λαμβάνονται από τη μεσαία παρτίδα αναμειξιάς του στον αναδευτήρα (αναμεικτήρα) (σχ. 3.10) και ποτέ από την πρώτη ή τρίτη παρτίδα.

Για να λάβει χώρα η διαδικασία της δειγματοληψίας, πρέπει να εκτραπεί το κανάλι του «πυραύλου» του αναδευτήρα.

Το έτοιμο σκυρόδεμα τοποθετείται μέσα στη μήτρα (καλούπι) σε τρεις ίσες στρώσεις πάχους 6" x 12" ιντσών και κτυπιέται με τη ράβδο 25 φορές ανά στρώση (3 στρώσεις x 25 = 75 κτυπήματα).

Αν το δοκίμιο συμπυκνώνεται με τη βοήθεια δονητή, η δόνηση διαρκεί μέχρι να ομαλοποιηθεί η επιφάνεια του δοκιμίου.

Τέλος η επιφάνεια ισοπεδώνεται (επίπεδη) με σπαθίδα και καλύπτεται με πλαστικό φύλλο.



Σχ. 3.10.

Αναμεικτήρας παρασκευής σκυροδέματος (μπετονιέρα).

3.10.3 Παρατηρήσεις.

Αν η συμπύκνωση του δοκιμίου κατορθωθεί με υπερδόνηση, προκαλείται διαχωρισμός των συστατικών του σκυροδέματος.

Η επιφάνεια του δοκιμίου καλύπτεται με πλαστικό φύλλο και έτσι αποφεύγεται απώλεια της υγρασίας.

ΑΣΚΗΣΗ ΕΝΔΕΚΑΤΗ

3.11 Συντήρηση και είδη δοκιμών.

3.11.1 Σκοπός.

Η εκμάθηση του τρόπου συντηρήσεως των δοκιμών και η γνώση των ειδών των δοκιμών.

3.11.2 Είδη δοκιμών.

Τα δοκίμια διακρίνονται σε:

1. Δοκίμια ελέγχου συνδέσεων και ελέγχου σκυροδέματος κατασκευής.
2. Δοκίμια αντοχής σκυροδέματος κατασκευής.

3.11.3 Διαδικασία συντηρήσεως.

Τα δοκίμια του πρώτου είδους ξεκαλουπώνονται 10–24 ώρες μετά το χρόνο παρασκευής τους και φυλάσσονται σε υγρό θάλαμο θερμοκρασίας 21–24°C και με σχετική υγρασία 95% και πάνω.

Τα δοκίμια του δεύτερου είδους συντηρούνται με τις ίδιες συνθήκες κατασκευής μέσα στις μήτρες και ξεκαλουπώνονται πριν από τη θραύση τους (δοκιμή αντοχής σε συμπίεση).

3.11.4 Τεχνικές πληροφορίες.

1. Σύμφωνα με τις προδιαγραφές, πρέπει να παρασκευάζονται 3 δοκίμια για κάθε θραύση.
2. Οι θραύσεις γίνονται μετά 7, 14 και 28 ημέρες για συνηθισμένα τσιμέντα, ενώ για τσιμέντα υψηλής αντοχής τα δοκίμια θραύονται μετά 1, 2, 3, 7, 28 ημέρες.
3. Υπάρχουν δύο είδη μητρών (καλουπιών) (σχ. 3.11), οι **κυλινδρικές** [σχ. 3.11(α)] και οι **κυβικές** [σχ. 3.11(β)]. Οι κυλινδρικές είναι από χάλυβα και έχουν διαστάσεις 15,24 x 30,48 cm (6" x 12")· οι κυβικές κατασκευάζονται από χυτοσίδηρο. Και τα δύο είδη πρέπει να είναι στεγανά.



(α)



(β)

Σχ. 3.11.

Μήτρες (σιδερένια καλούπια) παρασκευής δοκιμών σκυροδέματος.
α) Κυλινδρική. β) Κυβική.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΩΔΕΚΑΤΗ

3.12 Θραύση δοκιμών.

3.12.1 Σκοπός.

Η εκμάθηση της λειτουργίας της πρέσας θραύσεως δοκιμών.

Η εύρεση της αντοχής τους σε θλίψη.

Η εξοικείωση με τους χειρισμούς και η τεχνική της θραύσεως δοκιμών.

3.12.2 Τεχνική.

1. Πριν από τη θραύση των δοκιμών, καλύπτονται οι δύο κυλινδρικές βάσεις τους με μια σύνθεση πίαςας, έτσι ώστε οι επιφάνειες να είναι επίπεδες και λείες.
2. Στη συνέχεια θραύονται, σε μικρό χρονικό διάστημα μετά από το «καπέλωμα», ώστε να μην επέλθει στο μεταξύ ξήρανση, η οποία δημιουργεί ανεπιθύμητες εσωτερικές τάσεις.

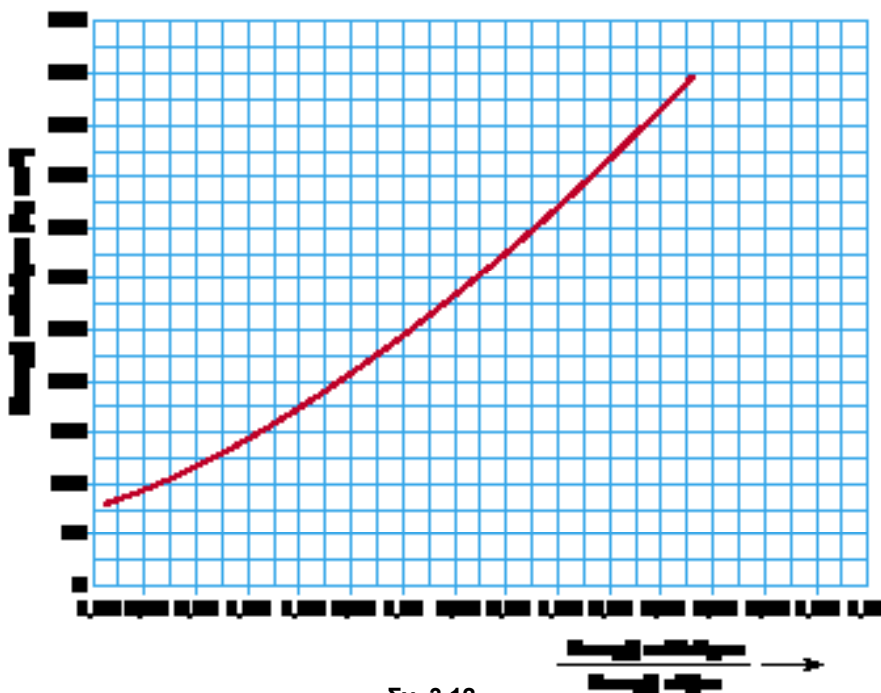
Πριν από τη θραύση, μετράται με παχύμετρα, η διάμετρος των δοκιμών, κατά δύο κάθετες διευθύνσεις από τη μέση του δοκιμίου και λαμβάνεται ο μέσος όρος.

Στα κυβικά δοκίμια μετρούνται και οι τέσσερις πλευρές στη μέση και λαμβάνεται ο μέσος όρος.

Η ταχύτητα φορτίσεως της πρέσας είναι μικρότερη ή ίση με $200 \text{ kg/cm}^2/\text{min}$.

Το σχεδιάγραμμα της καμπύλης του σχήματος 3.12 δίνει τη σχέση αντοχών κατά τη θραύση κυλινδρικών δοκιμών, διαστάσεων $15,24 \times 30,484$ ή ($6'' \times 12''$) και κυβικών, ακμής 12 cm .

Η αντοχή σε θραύση που παρέχουν τα κυβικά δοκίμια είναι ανάλογη με το είδος του σκυροδέματος. Π.χ. για μια συνηθισμένη κατασκευή από οπλισμένο σκυρόδεμα η αντοχή σε θλίψη δοκιμίου 28 ημερών είναι 160 kg/cm^2 , ενώ για κατασκευή μεγάλων έργων απαιτείται αντοχή σε θλίψη 225 ή 300 kg/cm^2 .



Σχ. 3.12.

Σχεδιάγραμμα καμπύλης αντοχής σε θλίψη κυλινδρικού δοκιμίου και λόγος αντοχής κυλίνδρου – κύβου.

ΑΣΚΗΣΕΙΣ ΤΡΙΤΟΥ ΚΕΦΑΛΑΙΟΥ

1. Μετά τη διαλυτοποίηση $0,85 \text{ g}$ δείγματος τσιμέντου πήραμε $0,21 \text{ g H}_2\text{SiO}_3$ (πυ-

- ριτικό οξύ) και 100 ml διάλυμα. Ποια είναι η επί τοις % αναλογία του SiO_2 και Fe_2O_3 στο τσιμέντο, αν είχε καταβυθισθεί ίζημα $\text{Fe}(\text{OH})_3$ βάρους 0,05 g;
2. 1 g τσιμέντου μετά τη διαλυτοποίηση έδωσε α g SiO_2 και 250 ml όγκο διαλύματος. Σε 100 ml από αυτά καταβυθίσουμε $\text{Fe}^{+++} + \text{Al}^{+++}$, το βάρος των ιζημάτων των οποίων ζυγίζει μετά την πύρωση β g. Σε άλλα 100 ml του αρχικού διαλύματος προσδιορίστηκε Fe^{+++} και καταναλώθηκαν για την ογκομέτρησή του γ ml διαλύματος KMnO_4 0,1 N. Το διήθημα που λάβαμε μετά τη διήθηση των ιζημάτων $\text{Fe}(\text{OH})_3$ και $\text{Al}(\text{OH})_3$ ήταν 500 ml. Για 10 ml από αυτό, καταναλώθηκαν δ ml διαλύματος M/200 EDTA, για τον προσδιορισμό του αθροίσματος $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$. Για άλλα 10 ml διαλύματος καταναλώθηκαν Κ ml EDTA 0,05 N, για τον προσδιορισμό του Ca^{++} .
- Ζητείται η επί τοις % σύσταση του τσιμέντου σε Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO , MgO και SiO_2 .
3. Αν ισχύουν οι σχέσεις:

$$\frac{\text{SiO}_2}{\text{CaO}} = \frac{1}{3} \quad , \quad \frac{\text{Al}_2\text{O}_3}{\text{SiO}_2} = \frac{1}{3} \quad \text{και} \quad \frac{\text{Fe}_2\text{O}_3}{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{1}{3}$$

- ποιος είναι ο δείκτης υδραυλικότητας του τσιμέντου πόρτλαντ, σύμφωνα με τη χημική σύστασή του;
4. Ο δείκτης ταχύτητας πήξεως του τσιμέντου είναι 4. Ποια είναι η περιεκτικότητα του SiO_2 %, αν το τσιμέντο περιέχει αργίλιο (Al) 3%;

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΤΕΤΑΡΤΟ

ΕΠΙΣΗΜΟΙ ΜΕΘΟΔΟΙ ΕΞΕΤΑΣΕΩΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ ΚΑΙ ΠΟΤΩΝ

Γενικές πληροφορίες.

Με τον όρο **μέθοδοι αναλύσεως τροφίμων** νοείται κάθε φυσική, χημική, φυσιολογική και μικροσκοπική μέθοδος εξετάσεως των διαφόρων αντιπροσωπευτικών δειγμάτων των τροφίμων.

Η σειρά των εξετάσεων, που ακολουθείται σε ένα σύγχρονο αναλυτικό εργαστήριο τροφίμων, προκειμένου να γνωματευθεί ή επιβεβαιωθεί η καταλληλότητα ή όχι του δείγματος, είναι:

Μακροσκοπική εξέταση.

Η εξέταση αυτή προηγείται πάντοτε της χημικής και περιλαμβάνει εξετάσεις, όπως: α) Τη φυσική κατάσταση του δείγματος, δηλαδή αν αυτό είναι στερεό, υγρό, πολτώδες κ.λ.π., β) την όψη, το χρώμα και τη διαύγεια των τροφίμων, γ) την παρουσία ξένων υλών, που δεν επιτρέπεται να υπάρχουν στα τρόφιμα και δ) την αλλοίωση των τροφίμων και την παρουσία σ' αυτά ζωικών μικροοργανισμών.

Οργανοληπτική εξέταση.

Κατά την οργανοληπτική εξέταση εξετάζονται η οσμή και η γεύση του δείγματος. Ειδικά για τα τρόφιμα, υπάρχουν επιστημονικές μεθοδολογίες και σειρές δοκιμασιών για την επιβεβαίωση της ευχάριστης ή δυσάρεστης οσμής ή γεύσεως του δείγματος.

Η διαδικασία αυτή ακολουθείται πάντοτε μετά τη μακροσκοπική εξέταση του προϊόντος.

Φυσικές σταθερές.

Ύστερα από τις δυο παραπάνω εξετάσεις, δηλαδή τη μακροσκοπική και οργανοληπτική, εκτελούνται συνήθως μετρήσεις ή προσδιορισμοί των φυσικών σταθερών ενός τροφίμου ή ευφραντικού. Τέτοιες είναι: το ειδικό βάρος (15°C), το σημείο τήξεως (σ.τ.), το ιξώδες, ο δείκτης διαθλάσεως, το pH κ.λ.π.

Χημική σύσταση τροφίμων.

Η χημική σύσταση των τροφίμων αποτελεί τη βασικότερη και κυριότερη εξέταση για τον παρασκευαστή, αλλά και για τον καταναλωτή των τροφίμων.

Έτσι θα αναφερθούν παρακάτω με λεπτομέρεια, οι μέθοδοι, οι τεχνικές τους, καθώς και οι προδιαγραφές (επίσημες), για την όσο το δυνατό ουσιαστικότερη και συστηματικότερη κατανόηση και εμπέδωσή τους.

Για κάθε είδος τροφίμου ή ευφραντικού θα εκτελούνται οι απαραίτητοι προσδιορισμοί των συστατικών του και από τη διαμόρφωση των αποτελεσμάτων θα αξιολογούμε αν το τρόφιμο είναι γνήσιο ή νοθευμένο και γενικά αν είναι κατάλληλο ή ακατάλληλο για τη διάθεσή του στην αγορά.

Οι σπουδαιότεροι χημικοί προσδιορισμοί που θα αναφερθούν είναι: α) Η επί τοις % υγρασία, β) η επί τοις % τέφρα, γ) το επί τοις % ποσοστό σε Ν ή λεύκωμα, δ) το επί τοις % ποσοστό σε λίπος, ε) η οξύτητα επί τοις % ή ‰, στ) το ποσοστό σε σάκχαρο ή Brix και ζ) οι χρωστικές αντιδράσεις νοθείας κ.λ.π.

Χημική ανάλυση λιπών και ελαίων.

Εισαγωγικές πληροφορίες.

Προκειμένου να εξακριβωθεί η ποιότητα διαφόρων λιπαρών ουσιών, απαιτείται, εκτός των φυσικοχημικών μετρήσεων και σειρά βασικών χημικών προσδιορισμών, απαραίτητων για τη γνωμάτευση της ταυτότητας και της αγνότητας των ουσιών.

Ορισμός.

Λίπη και έλαια είναι μείγματα εστέρων της γλυκερίνης με τα ανώτερα κυρίως λιπαρά οξέα. Τα μείγματα αυτά καλούνται γλυκερίδια.

Βαθμός και αριθμός οξύτητας.

Για να αποφεύγεται σύγχυση των δύο αυτών όρων, δίνονται εδώ οι ορισμοί τους.

Βαθμός οξύτητας είναι ο αριθμός των ml 1 N διαλύματος NaOH, που απαιτείται για την πλήρη εξουδετέρωση των ελευθέρων λιπαρών οξέων που περιέχονται σε 100 g λιπαρές ύλες.

Αριθμός οξύτητας είναι τα mg KOH, που απαιτούνται για την πλήρη εξουδετέρωση των ελευθέρων λιπαρών ουσιών, που περιέχονται σε 1 g λιπαρής ύλης.

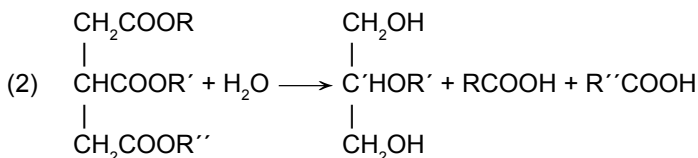
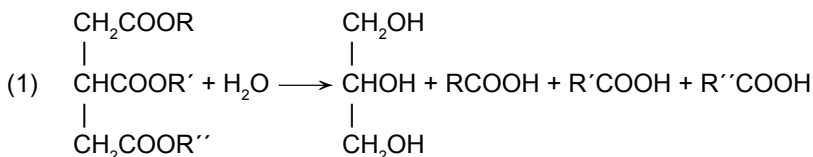
Η περιεκτικότητα των βρωσίμων ελαίων και λιπών σε ελεύθερα λιπαρά οξέα (οξύτητα), εκφράζεται συνήθως σε ελαϊκό οξύ επί τοις % κ.β.

Στις τεχνικές αναλύσεις, δηλαδή για ορυκτέλαια, λάδια βιομηχανίας κ.λ.π., η οξύτητα εκφράζεται σε SO₃ % (ανυδρίτης του H₂SO₄).

Έλαια και λίπη, που η οξύτητά τους είναι χαμηλότερη του ποσοστού 0,14 %, θεωρούνται ελεύθερα από οξέα.

Το ποσοστό των ελευθέρων λιπαρών οξέων στις λιπαρές ύλες εξαρτάται από τον τρόπο παραλαβής και διατηρήσεώς τους.

Οι λιπαρές ύλες με φυσική υδρόλυση παρέχουν Ελεύθερα Λιπαρά Οξέα (Ε.Λ.Ο.) γλυκερίνη και μονογλυκερίδια όπως στις αντιδράσεις 1 και 2.



ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

4.1 Προσδιορισμός οξύτητας ελαίου (οξύμετρηση) – Μέθοδος επίσημη.**4.1.1 Σκοπός.**

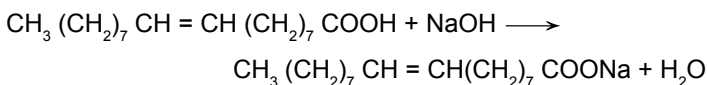
Η διαπίστωση της καταλληλότητας του ελαίου ως προς την οξύτητα.

4.1.2 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια.

1) Προχοΐδα 25 ml. 2) Κωνική φιάλη 100 ml. 3) Σιφώνια των 10 ml και 1 ml. 4) Διάλυμα 0,1 M KOH. 5) Δείκτης φαινολοφθαλεΐνης 1%. 6) Αιθυλική αλκοόλη και αιθέρας σε μείγμα 1:1.

4.1.3 Τεχνική.

1. Σε κωνική φιάλη των 100 ml φέρονται 10 g ή 11 ml δείγματος ελαιολάδου.
2. Προσθέτουμε 20 ml μείγμα ίσων μερών αλκοόλης και αιθέρα (διευκολύνει τη διάλυση), το οποίο έχει εξουδετερωθεί.
3. Αναδεύουμε για τη διάλυση των λιποσφαιρίων και ογκομετρούμε παρουσία 3 σταγόνων φαινολοφθαλεΐνης με διάλυμα 0,1 M KOH μέχρι να μετατραπεί το χρώμα από αχυροκίτρινο σε ροζ.
4. Έστω ότι η κατανάλωση του KOH για την εξουδετέρωση του ελαϊκού οξέος είναι 2,3 ml και ο Σ.Δ. (συντελεστής διορθώσεως) του 0,1 M KOH είναι 0,9984.

Αντίδραση ογκομετρήσεως.**4.1.4 Υπολογισμοί.**

Δεδομένα:

Κατανάλωση 0,1 M KOH Σ.Δ. = 0,9984 είναι 2,3 ml

Βάρος ελαιολάδου 10 g = 11 ml, Μ.Β ελαϊκού οξέος = 282

Ζητούμενα:

Η οξύτητα του ελαιολάδου εκφρασμένη σε ελαϊκό οξύ επί τοις %.

Τα 1000 ml 0,1 N NaOH εξουδετερώνουν 28,2 g ελαϊκού οξέος
 $2,3 \times 0,9984$ x ;

$$x = \frac{28,2 \times 2,3}{1000} = 0,065 \text{ g}$$

Στα 10 g ελαίου περιέχονται 0,065 g ελαϊκού οξύ
 100 x ;

$$x = 0,65\%$$

Τα αποτελέσματα της οξύτητας δίνονται σε g ελαϊκού οξέος επί τοις %.

Αν το ελαιόλαδο είναι οξύτητας 0–1% θεωρείται ως α' ποιότητας, 1–2% ως β' ποιότητας και 2–3% ως γ' ποιότητας. Έλαια με οξύτητα πέρα από την κατηγορία αυτή είναι ακατάλληλα για το φαγητό. Σύμφωνα με το αποτέλεσμα του δείγματος της ασκήσεως το ελαιόλαδο κρίνεται ως α' ποιότητας (0,65%).

4.1.5 Τεχνικές πληροφορίες.

Επειδή η αιθυλική αλκοόλη και ο αιθέρας περιέχουν ελεύθερα οξέα, πριν την προσθήκη του μείγματός τους στο υπό εξέταση δείγμα της λιπαρής ύλης εξουδετερώνεται με 0,1 M KOH.

Η προσθήκη του αιθέρα είναι απαραίτητη, για την παραλαβή των οξέων, οπότε αποφεύγεται η αντίδραση της σαπωνοποίησης.

Για ευκολία, αντί να ζυγίζονται 10 g ελαιολάδου, λαμβάνονται 11 ml από αυτό, επειδή το ειδικό βάρος του είναι 0,91 g/ml.

Στον πίνακα 4.1.1 παρέχονται οι σχέσεις αριθμών και εκφράσεων αποτελεσμάτων του βαθμού οξύτητας λιπαρών υλών.

ΠΙΝΑΚΑΣ 4.1.1.

Σχέσεις μεταξύ αριθμού και βαθμού οξύτητας και αντιστοιχία αποτελεσμάτων

Αριθμός οξύτητας mg KOH/1 g	Βαθμός οξύτητας ml NaOH/100 g	Ελαϊκό g/%	SO ₃ g%
1,000	1,782	0,502	0,071
0,561	1,000	0,282	0,040
1,989	3,542	1,000	1,141
14,03	24,98	7,05	1,00

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

4.2 Προσδιορισμός αριθμού σαπωνοποίησης.

4.2.1 Σκοπός.

Η εύρεση της περιεκτικότητας των σαπωνοποιημένων γλυκεριδίων των λιπαρών υλών.

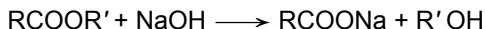
4.2.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Ο αριθμός σαπωνοποίησης παρέχει τα mg του KOH που απαιτούνται για τη σαπωνοποίηση 1 g λίπους ή ελαίου.

Ο προσδιορισμός του αποβλέπει στην εξέταση και έρευνα των λιπαρών υλών για τη μελέτη του Μ.Β. (μοριακού βάρους) των διαφόρων γλυκεριδίων.

Ο καθορισμός του αριθμού σαπωνοποίησης αποτελεί βασικό παράγοντα στην παρασκευή σαπουνιών (σαπωνοποιία).

Η σαπωνοποίηση είναι αντίδραση υδρολύσεως των εστέρων, μετά από επίδραση διαλυμάτων αλκάλων:

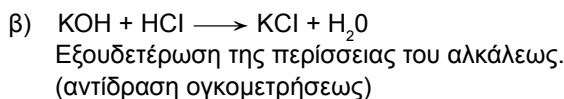
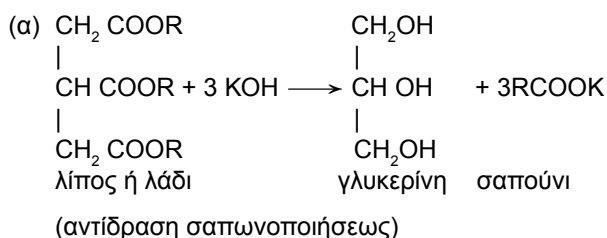


4.2.3 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια.

1) Προχοΐδα 25 ml. 2) Κωνική φιάλη 250 ml. 3) Ζυγός αναλυτικός ακρίβειας. 4) Κάθετος ψυκτήρας. 5) Λύχνος ή ατμόλουτρο. 6) Διάλυμα 0,5 M – αλκοολικό KOH. 7) Διάλυμα 0,5 M HCl. 8) Φαινολοφθαλείνη 1%.

4.2.4 Τεχνική.

1. Σε κωνική φιάλη των 250 ml φέρονται 1–2 g λιπαρής ύλης και προστίθενται με ακρίβεια (προχοϊδα) 25 ml 0,5 N αλκοολικού διαλύματος ΚΟΗ.
2. Η φιάλη συνδέεται με κάθετο ψυκτήρα και τοποθετείται σε ατμόλουτρο ή θερμαντικό μανδύα, όπου θερμαίνεται επί 15 min.
3. Κατά διαστήματα αναταράσσεται με προσοχή, για να επιτευχθεί η ομοιογενοποίηση του μείγματος και συνεχίζουμε τη θέρμανση επί 30 min.
4. Όταν τα σταγονίδια λίπους δεν είναι πια ορατά και έχουμε τέλεια διάλυση του μείγματος, διακόπτομε τη θέρμανση ενώ αρχίζει η σαπωνοποίηση.
5. Στο θερμό (για να αποφεύγεται η καθίζηση του σάπωνα) διάλυμα προσθέτομε 3–4 σταγόνες φαινολοφθαλείνης και ογκομετρούμε με διάλυμα –0,5 M HCl, εξουδετερώνοντας την περίσσεια του καυστικού καλίου ΚΟΗ. Το πέρας της αντιδράσεως καθορίζεται από τη μεταβολή του χρώματος από ροζ σε κίτρινο.
6. Για κάθε σειρά προσδιορισμών πρέπει να εκτελείται και ένας τυφλός (λευκός) προσδιορισμός.
7. Οι αντιδράσεις που λαμβάνουν χώρα κατά το στάδιο των προσδιορισμών είναι:



4.2.5 Υπολογισμοί.

Έστω ότι τα κατανάλωθέντα ml 0,5 M HCl για το λευκό δείγμα είναι 20,6 και για το δείγμα 8,4 ml 0,5 M HCl· βάρος δείγματος, 2 g.

Από τη διαφορά 20,6 – 8,4 = 12, 2 ml 0,5 M – HCl γνωρίζομε ποια είναι τα mg του ΚΟΗ που δεσμεύθηκαν από το λίπος για τη σαπωνοποίηση, επειδή τα διαλύματα ΚΟΗ και HCl είναι της ίδιας κανονικότητας. Έτσι έχουμε:

Τα 1000 ml 0,5 M HCl ισοδυναμούν με 28000 mg ΚΟΗ
 Τα 12,2 ml x;

$$x = \frac{28000 \times 12,2}{1000} = 341,6 \text{ mg}$$

Τα 2 g λίπους, για να σαπωνοποιηθούν, απαιτούν 341,6 mg ΚΟΗ
 Το 1 x;

$$x = \frac{341,6 \times 1}{2} = 170,8 \text{ mg}$$

Επομένως ο αριθμός σαπωνοποίησης του δείγματος είναι 170,8 mg/g.

4.2.6 Τεχνικές πληροφορίες.

Η χρησιμοποιούμενη, για την παρασκευή του 0,5 – Μ ΚΟΗ αλκοόλη ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) είναι 95°. Η παρουσία της εμποδίζει την υδρόλυση του σχηματιζομένου κατά τη σαπωνοποίηση σάπωνα (RCOONa).

Η παρατεταμένη θέρμανση είναι βασικός συντελεστής για την πλήρη σαπωνοποίηση του λίπους.

Στη σαπωνοποιία, επειδή χρησιμοποιείται κυρίως NaOH αντί KOH , η ποσότητα του KOH μετατρέπεται στην αντίστοιχη του NaOH , αν πολλαπλασιασθεί με το συντελεστή 0,713.

Ο αριθμός σαπωνοποίησης των σπουδαιότερων λιπών και ελαίων με βάση τις προδιαγραφές είναι:

Ελαιόλαδο	187–196
Βαμβακέλαιο	168–179
Αραβοσιτέλαιο	188–193
Βούτυρο αγελάδας	220–232
Χοιρινό λίπος	193–200

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ

4.3 Προσδιορισμός αριθμού ιωδίου.

4.3.1 Σκοπός.

Η έκφραση του μέτρου της περιεκτικότητας του λίπους ή ελαίου σε ακόρεστα λιπαρά οξέα.

4.3.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η μέθοδος βασίζεται στον κορεσμό των διπλών δεσμών και στις αρχές της ιωδιομετρίας.

Παρέχει το επί τοις % ποσό του αλογόνου, εκφρασμένου σε ιώδιο, που απαιτεί λιπαρή ουσία για τον κορεσμό των περιεχομένων σ' αυτήν ακορεστών οξέων.

4.3.3 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια.

1) Κωνική φιάλη ιωδίου 250 ml. 2) Ζυγός ακριβείας. 3) Προχοΐδα 25 ml. 4) Σιφώνιο 1 ml. 5) Ογκομετρικός κύλινδρος των 25 ml. 6) Χλωροφόρμιο CHCl_3 . 7) Διάλυμα HgCl_2J_2 . 8) Διάλυμα KJ 10%. 9) Διάλυμα 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. 10) Δείκτης άμυλο 1%. 11) Λύχνος Bunsen ή πλάκα ηλεκτρική.

4.3.4 Τεχνική της μεθόδου Hubl.

1. Σε φιάλη ιωδίου φέρονται 0,15 – 0,8 g ουσίας. Η ποσότητα του δείγματος διαλύεται με την προσθήκη 15 ml CHCl_3 .
2. Προσθέτουμε 30 ml μείγματος διαλυμάτων (ίσων όγκων) HgCl_2 και J_2 .
3. Το μείγμα αναδεύεται και, αν δεν παρατηρηθεί διαύγαση, ακολουθεί μικρή προσθήκη CHCl_3 .
4. Αν γίνει αποχρωματισμός του υγρού μείγματος, απαιτείται νέα προσθήκη μείγματος.
5. Μετά από όλα αυτά αφήνεται το μείγμα σε ηρεμία για 1½ ώρα σε σκοτεινό μέρος και σε θερμοκρασία 15–18°C.

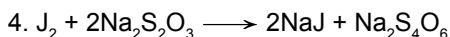
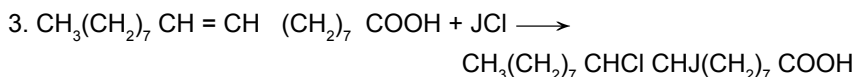
6. Έπειτα από την αντίδραση των πολλαπλών διπλών δεσμών, προσθέτουμε στο μείγμα 15 ml διαλύματος KJ 10% και 100 ml H₂O.

Αν παρατηρηθεί αποβολή κόκκινου ιζήματος, σημαίνει ότι το ποσό του KJ είναι ανεπαρκές.

Η περίσσεια του J₂ ογκομετρείται παρουσία δείκτη αμύλου (μπλε-λευκό) με διάλυμα 0,1 N Na₂S₂O₃.

Για κάθε σειρά προσδιορισμών εκτελείται και ένας τυφλός προσδιορισμός.

Οι αντιδράσεις που λαμβάνουν χώρα κατά τη σειρά της μεθοδολογίας είναι:



4.3.5 Υπολογισμοί.

Έστω τ τα ml 0,1 N Na₂S₂O₃ που καταναλώθηκαν με το τυφλό δείγμα και δ για τον προσδιορισμό του δείγματος βάρους 0,4 g.

Άρα τ - δ = Π ml τα πραγματικά για τον κορεσμό των διπλών δεσμών του λίπους.

Έτσι:

Τα 1000 ml 0,1 N Na₂S₂O₃ αντιδρούν με 12,7g J₂

Π

x;

$$x = \frac{12,7 \cdot \Pi}{1000} \text{ g} = 0,0127 \cdot \Pi \text{ g J}_2$$

Τα 0,4 g λιπαρής ύλης απαιτούν 0,0127 Π g J₂

100

x;

$$x = \frac{0,0127 \cdot \Pi \times 100}{0,4} = 3,18 \text{ } \Pi \%$$

4.3.6 Παρασκευή διαλύματος Hubl.

25 g J₂ διαλύονται σε 500 ml CH₃CH₂OH 95°

30 g HgCl₂ διαλύονται σε 500 ml CH₃CH₂OH 95°

τα διαλύματα αναμειγνύονται (σε ίσους όγκους) 48 ώρες πριν χρησιμοποιηθούν.

4.3.7 Τεχνικές πληροφορίες.

1. Ο τυφλός ή λευκός προσδιορισμός αποβλέπει στον έλεγχο της καθαρότητας των αντιδραστηρίων που χρησιμοποιεί η μέθοδος και στον καθορισμό του τίτλου του διαλύματος HgCl₂-J₂.

2. Η τιμή του αριθμού ιωδίου εξαρτάται:

α) Από την εκατοστιαία περιεκτικότητα των λιπών και ελαίων σε γλυκερίδια.

β) Από τη φύση των ακορεστών λιπαρών οξέων.

- γ) Από τον τρόπο παραλαβής, διατηρήσεως και ηλικίας των λιπαρών υλών.
3. Το διάλυμα Hubl είναι τόσο διατηρήσιμο όσο πυκνότερη είναι η $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ (άνυδρη) που χρησιμοποιήθηκε για την παρασκευή του.
 4. Ο προσδιορισμός του αριθμού ιωδίου γίνεται και με τη **μέθοδο Wist** (Αντιδραστήριο JCl: 19 gr μονοχλωριούχου ιωδίου σε 1 l μείγματος $\text{CCl}_4\text{-CH}_3\text{COOH}$ 3:7).
 5. Ο αριθμός ιωδίου των βασικότερων λιπαρών υλών, σύμφωνα με τις προδιαγραφές, είναι:

Ελαιόλαδο	78–90
Βαμβάκελαιο	94–106
Αραβοσιτέλαιο	110–125
Βούτυρο αγελάδας	26–46
Χοιρινό λίπος	46–77

ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

4.4 Αριθμός υπεροξειδίων.

4.4.1 Σκοπός.

Η εκτίμηση της καταστάσεως οξειδώσεων των λιπαρών υλών μέσω του προσδιορισμού του Αριθμού Υπεροξειδίων.

Ο αριθμός υπεροξειδίων αναφέρεται στο υπεροξειδικό οξυγόνο των οξειδωμένων λιπαρών υλών. Η μέθοδος προσδιορισμού του είναι εφαρμόσιμη σε όλα τα φυτικά λίπη και έλαια, καθώς και τη μαργαρίνη και τα Shortennings.

Ο αριθμός υπεροξειδίων (Α.Υ.) εκφράζει την ποσότητα αυτών των συστατικών του δείγματος (εκφρασμένη σε χιλιοστοϊσοδύναμα ενεργού οξυγόνου ανά kg) που οξειδώνουν το ιωδιούχο κάλιο κάτω από τις περιγραφόμενες συνθήκες αναλύσεως.

4.4.2 Αντιδραστήρια – Όργανα.

1. Χλωροφόρμιο “Pro Analysi”.
2. Οξικό οξύ (το χλωροφόρμιο και το οξικό οξύ πρέπει να είναι ελεύθερα διαλυμένου οξυγόνου). Η εκδίωξη του οξυγόνου επιτυγχάνεται με ρεύμα καθαρού, ξηρού, αδρανούς αερίου.
3. Κορεσμένο υδατικό διάλυμα KI, απαλλαγμένο από ιώδιο και ιωδικά άλατα. (Διαλύονται 4 μέρη καθαρού KI σε 3 μέρη απεσταγμένου νερού. Το διάλυμα διατηρείται σε σκοτεινόχρωμη φιάλη. Εάν κατά το «λευκό» προσδιορισμό καταναλωθούν περισσότερα από 0,2 ml 0,002 N θειοθειικού, το διάλυμα πρέπει να απορρίπτεται.
4. Υδατικό διάλυμα $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,002 N ή 0,01 N. Συνιστάται το διάλυμα αυτό να παρασκευάζεται κατά την ημέρα της αναλύσεως από ακριβώς τιτλοδοτημένο διάλυμα 0,1 N.
5. Δείκτης αμύλου. Διάλυμα 1% πρόσφατα παρασκευασμένο.
6. Κωνική φιάλη 250 ml με εσφυρισμένο πώμα.
7. Προχοΐδα 25 ml.

4.4.3 Τρόπος εργασίας.

Σε κωνική φιάλη 250 ml, με εσφυρισμένο πώμα, ζυγίζεται ποσότητα λαδιού με ακρίβεια 0,001 g. Η ποσότητα του δείγματος πρέπει να είναι ανάλογη με την τιμή του Α.Υ. που αναμένεται:

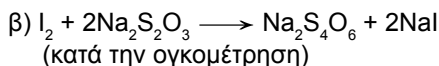
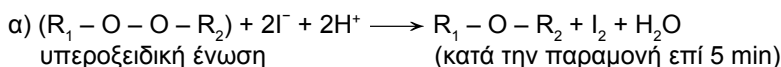
Αναμενόμενη τιμή Α.Υ.	Ποσότητα δείγματος
0 – 150 meq/kg	2,0 – 1,2g
150 – 250	1,2 – 0,8
250 – 400	0,8 – 0,5
400 – 700	0,5 – 0,3

Στην κωνική φιάλη προστίθενται 10 ml χλωροφορμίου, 15 ml CH_3COOH και 1 ml κορεσμένου διαλύματος KI.

Η φιάλη πωματίζεται γρήγορα, ανακινείται επί 1 λεπτό και αφήνεται να παραμείνει στο σκοτάδι επί 5 min. Κατόπιν στο μείγμα προστίθενται 15 ml νερού και το ιώδιο που απελευθερώθηκε ογκομετρείται με $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,002 N για τιμές Α.Υ. μικρότερες του 100 ή με διάλυμα 0,01 N για τιμές αριθμού υπεροξειδίων μεγαλύτερες του 100, μαζί με λίγα ml δείκτη διαλύματος αμύλου.

Συγχρόνως εκτελείται και «λευκός» προσδιορισμός κατά τον οποίο η κατανάλωση του θειοθειικού είναι συνήθως αμελητέα. Οπωσδήποτε αυτή δεν πρέπει να ξεπερνά το 1 ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,01 N.

4.4.4 Αντιδράσεις προσδιορισμού.



4.4.5 Υπολογισμός.

Έστω: Βάρος δείγματος του ελαίου 1,5310 g
 Όγκος $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ για την ογκομέτρηση 4,8 ml
 Όγκος $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ για το τυφλό δείγμα 0,5 ml
 Κανονικότητα του διαλύματος $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,002 N

Συνεπώς: Όγκος πραγματικής καταναλώσεως για το δείγμα: $4,8 - 0,5 = 4,3$ ml

Τα 1000 ml 0,002 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ισοδυναμούν με 0,002 · 16 g οξυγόνου
 Τα 4,3 ml x;

$$x = \frac{0,002 \cdot 16 \cdot 4,3}{1000} = 0,1376 \text{ mg O (αφού } 1 \text{ g} = 1000 \text{ mg)}$$

Τα 1,5310 g περιέχουν 0,1376 mg υπεροξειδίων
 Τα 1000 x;

$$x = 89,87 \text{ mg (} 89,87 : 16 = 5,62 \text{ meq/kg)}$$

4.4.6 Παρατηρήσεις – Πληροφορίες.

1. Για το παρθένο ελαιόλαδο θεωρείται ως ανώτερο όριο Α.Υ. η τιμή των 20 meq/kg.

2. Τα φρέσκα λάδια συνήθως έχουν Α.Υ. κατώτερο από 10 meq/kg.
3. Στα εξευγενισμένα λάδια που χρησιμοποιούνται ως λάδια σαλάτας ή στην παρασκευή μαργαρινών και μαγειρικών λιπών, ο Α.Υ. πρέπει να είναι μικρότερος από 1 meq/kg.
4. Στις μαργαρίνες ο προσδιορισμός του Α.Υ. πρέπει να γίνεται στην ελαιώδη φάση, αφού απομακρυνθεί προηγουμένως η υδατική.
5. Μια ταγγή γεύση αρχίζει να γίνεται αισθητή όταν ο Α.Υ. είναι μεταξύ 20 και 40 meq/kg.
6. Για την ερμηνεία των Α.Υ. είναι απαραίτητο να λαμβάνεται υπόψη το συγκεκριμένο λάδι ή λίπος.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ

4.5 Υπολογισμός αριθμού εστέρων.

4.5.1 Γενικές πληροφορίες.

Με τον όρο **αριθμός εστέρων** νοούνται τα mg KOH που απαιτούνται για την πλήρη σαπωνοποίηση των εστέρων που περιέχονται σε 1 g λίπους ή κεριού.

Ο αριθμός εστέρων δεν έχει μεγάλη σημασία για την εξέταση των λιπών και ελαίων, είναι όμως σπουδαίος και απαραίτητος για την εξέταση της ποιότητας του κεριού των μελισσών.

Υπολογίζεται από τη σχέση:

$$A.E. = A.Σ. - A.O.$$

όπου: Α.Ε. ο αριθμός εστέρων,
Α.Σ. ο αριθμός σαπωνοποίησης και
Α.Ο. ο αριθμός οξύτητας.

ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ

4.6 Μέτρηση του δείκτη διαθλάσεως (δ.δ.).

4.6.1 Σκοπός.

Η επιβεβαίωση της ταυτότητας του λιπαρού σώματος.

4.6.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

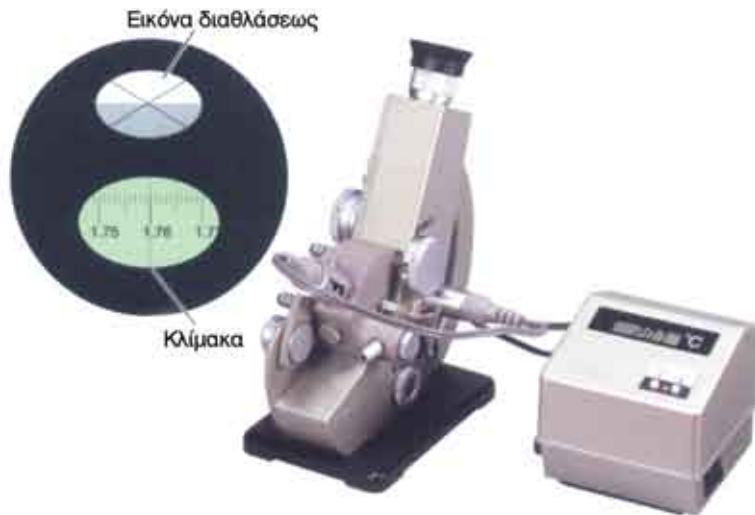
Ο προσδιορισμός ανήκει στην κατηγορία των φυσικών σταθερών και εκτελείται συχνά για τη διαπίστωση της αγνότητας ενός προϊόντος ή για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας κάποιου διαλύματος σε ορισμένο σώμα (σάκχαρο), οπότε χρησιμοποιείται η κλίμακα του Μπριζομέτρου.

Οι μετρήσεις με όλα τα σχετικά όργανα (διαθλασίμετρα) πρέπει να εκτελούνται σε σταθερή θερμοκρασία, ώστε να είναι δυνατή η σύγκριση των αποτελεσμάτων.

Για τη μέτρηση του δ.δ. των λιπαρών υλών χρησιμοποιείται συνήθως η θερμοκρασία των 40°C.

4.6.3 Είδη διαθλασιμέτρων.

1. Το **κοινό** του Abbe, με το οποίο προσδιορίζουμε το δ.δ. οποιουδήποτε υγρού (σχ. 4.6α και 4.6β).



Σχ. 4.6α.
Τύπος διαθλασιμέτρου Abbé.



Σχ. 4.6β.
Διαθλασίμετρο χειρός ή Μπριζδόμετρο.

2. Το **βουτυροδιαθλασίμετρο**, με το οποίο μετρούμε το δ.δ. λιπών και ελαίων. Η λειτουργία του βασίζεται σε θερμαινόμενα πρίσματα· παρέχει διάστημα $n = 1,42 - 1,49$ με 100 υποδιαίρεσεις. Τιμές δ.δ. των κυριοτέρων λιπών και ελαίων δίνονται στον πίνακα 4.6.1.

ΠΙΝΑΚΑΣ 4.6.1.
Αντιστοιχία τιμών δ.δ. και βαθμών βουτυροδιαθλασίμετρου (40°)

	δ.δ.	βαθ. βουτυροδια- θλασίμετρου
Ελαιόλαδο	1,461–1,462	52,5–54,5
Βαμβακέλαιο	1,465–1,466	58,5–59,2
Αραβοσιτέλαιο	1,466–1,468	59–62
Βούτυρο αγελάδας	1,454–1,456	42–45
Βούτυρο βοδινό	1,456–1,459	44–50

3. Το **γαλακτοδιαθλασίμετρο**, το οποίο διαφέρει από το βουτυροδιαθλασίμετρο κατά τα όρια μετρήσεως $\eta = 1,33 - 1,42$. Χρησιμοποιείται για τη μέτρηση της λιποπεριεκτικότητας του γάλακτος ή για την εξέταση των ορών του.
4. Το **εμβαπτιζόμενο διαθλασίμετρο**. Διαφέρει ουσιαστικά από τα άλλα, γιατί εδώ η εξεταζόμενη ύλη δεν τοποθετείται μεταξύ δύο πρισμάτων, αλλά το όλο πρίσμα βυθίζεται μέσα στο εξεταζόμενο υγρό. Χρησιμοποιείται για την εύρεση των δ.δ. του ορού γάλακτος, την περιεκτικότητα αλκοόλης σε ζύθο κ.λ.π.

ΑΣΚΗΣΗ ΕΒΔΟΜΗ

4.7 Αντιδράσεις νοθείας.

Η εξακρίβωση νοθείας, ειδικά σε ελαιόλαδο, έχει μεγάλη σημασία, επειδή αυτό ακριβώς, ως πολυτιμότερο είδος, νοθεύεται για κερδοσκοπικούς σκοπούς με προσθήκες βαμβακελαίων, αραβοσιτελαίων και γενικά σπορελαίων.

Τη μαρτυρία της αγνότητας του ελαίου μας δίνουν διάφορες χρωστικές ανιχνευτικές αντιδράσεις.

4.7.1 Αντίδραση Bellier (ανίχνευση σπορελαίων).

Τα χρώματα που σχηματίζονται με την ανατάραξη λαδιού (ή λειωμένου λίπους) με το αντιδραστήριο Bellier (κεκορεσμένο βενζολικό διάλυμα ρεζορκίνης) παρουσία καθαρού HNO_3 , χρησιμοποιήθηκαν παλαιότερα για την αναγνώριση νοθείας του βούτυρου με φυτικά λάδια ή του ελαιολάδου με σπορέλαια. (Το βούτυρο δεν δίνει χρώμα, ενώ το ελαιόλαδο πρέπει να δίνει μια «ακάθαρτη» πράσινη απόχρωση).

Δεν είναι γνωστό ποιες ενώσεις παίρνουν μέρος στην αντίδραση, ούτε έχει διευκρινιστεί ο μηχανισμός της. Είναι δηλαδή αντίδραση καθαρά εμπειρική. Δεν χρησιμοποιείται πολύ, γιατί δεν δίνει επαναλήψιμα αποτελέσματα. Επίσης έχει εξακριβωθεί ότι ορισμένα αγνά ελαιόλαδα δίνουν θετική αντίδραση, ενώ για πολλά σπορέλαια που υποβάλλονται σε οξειδωτική κατεργασία, είναι αρνητική.

Τεχνική.

Σε ογκομετρικό κύλινδρο των 25 ml με συμρισμένο πώμα φέρονται 5 ml δείγματος και προστίθενται 5 ml πυκνού HNO_3 και 5 ml κορεσμένου διαλύματος ρεζορκίνης σε βενζόλιο. Το όλο μείγμα αναταράσσεται (ισχυρά).

Η εμφάνιση σε 15 sec ιώδους ή ερυθροϊώδους χρώματος δηλώνει την παρουσία σπορελαίων. Οι εμφανιζόμενες μετά χρώσεις δεν λαμβάνονται υπόψη.

4.7.2 Αντίδραση Συνοδινού – Κώνστα (ανίχνευση ξένων προς το ελαιόλαδο ελαίων).

Η αντίδραση αυτή χρησιμοποιείται συνήθως για την ανίχνευση νοθείας στο ελαιόλαδο. Δεν είναι γνωστό σε ποιες ενώσεις οφείλονται τα χρώματα που σχηματίζονται.

Τεχνική.

1. Σε ογκομετρικό κύλινδρο με πώμα των 50 ml φέρονται 30 ml του δείγματος και 3 g αποχρωστικού σώματος (ενεργός άνθρακας).
2. Αναδεύουμε και διηθούμε από πτυχωτό ηθμό.
3. 10 ml του διηθημένου ελαίου φέρονται σε κύλινδρο των 50 ml, προστίθενται 10 ml HNO_3 $d=1,40$, πωματίζουμε και αναταράσσουμε για 30 sec.
4. Αμέσως μετά και μέχρι 5 min παρατηρούμε την ελαϊκή στιβάδα. Αν είναι χρωματισμένη αχυροκίτρινη, το έλαιο είναι παρθένο. Στο γνήσιο ελαιόλαδο η στιβάδα χρωματίζεται κιτρινότερη (ασθενής).

Κάθε άλλο χρώμα δηλώνει την παρουσία σπορελαίων-πυρηγελαίων.

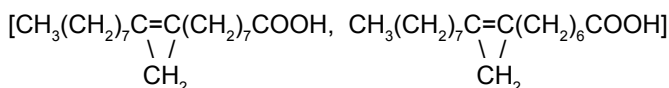
4.7.3. Αντίδραση Halphen.

4.7.4 Σκοπός.

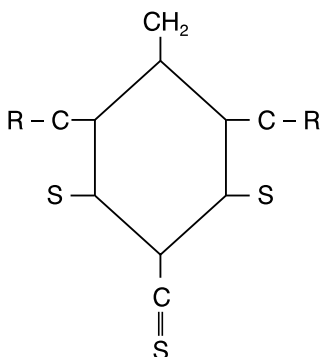
Ο έλεγχος της αγνότητας του ελαιολάδου.

Με την αντίδραση Halphen (γνωστή από το 1897), που είναι χαρακτηριστική για το βαμβακέλαιο, ανιχνεύεται η παρουσία του σε άλλες λιπαρές ύλες.

Η αντίδραση στηρίζεται στο κόκκινο χρώμα, που παίρνει το βαμβακέλαιο κατά τη θέρμανσή του (70°C) με μείγμα αμυλικής αλκοόλης και ίσου όγκου διαλύματος θείου (1% w/v) σε διθειάνθρακα. Έχει εξακριβωθεί ότι οφείλεται στα κυκλοπροπενικά λιπαρά οξέα στερκουλικό και μαλβαλικό,



που υπάρχουν στο βαμβακέλαιο σε περιεκτικότητες 0,5 % και 1 % αντίστοιχα. Είναι δηλαδή χαρακτηριστική αντίδραση του κυκλοπροπενικού δακτυλίου, ο οποίος με πολύπλοκους μηχανισμούς διασπάται στη θέση του διπλού δεσμού για να σχηματιστούν μεταξύ των άλλων και θειούχα προϊόντα με σύνταξη του τύπου:



Πειραματικό μέρος.

Ο κυκλοπροπενικός δακτύλιος και συνεπώς και τα παραπάνω οξέα καταστρέφονται με υδρογόνωση ή με θέρμανση σε σχετικά υψηλές θερμοκρασίες (250 °C) ή με κατεργασία του βαμβακελαίου με χλωρίνη και άλλα οξειδωτικά μέσα, με αποτέλεσμα η αντίδραση Halphen να είναι αρνητική (βαμβακέλαιο «νάιλον»).

Επομένως η σημασία της αντιδράσεως για τη νοθεία του ελαιολάδου με βαμβακέλαιο είναι μικρή. (Η παραγωγή βαμβακελαίου «νάιλον» απαγορεύεται).

Αντιδραστήριο Halphen: Ανάμειξη ίσων όγκων αμυλικής αλκοόλης και διαλύματος θείου 1% σε διθειάνθρακα.

Η ανίχνευση πραγματοποιείται σε σφαιρική φιάλη 250 ml με κάθετο ακροφυκτήρα στην οποία φέρονται 10 ml ελαίου και 10 ml αντιδραστηρίου. Η φιάλη παραμένει ανακινούμενη επί μία ώρα σε ζεστό κορεσμένο διάλυμα NaCl.

4.7.5 Παρατηρήσεις.

1. Παρθένο έλαιο χαρακτηρίζεται αποκλειστικά και μόνο το έλαιο που λαμβάνεται μηχανικά, με έκθλιψη των ελαίων, χωρίς οποιαδήποτε άλλη επεξεργασία, εκτός από πλύση με νερό, καθίζηση, φυγοκέντρωση και διήθηση.
2. Γνήσιο έλαιο χαρακτηρίζεται το προϊόν αναμείξεως ελαιολάδου ραφινέ με παρθένο, του οποίου η οσμή και η γεύση πρέπει να είναι χαρακτηριστικές του ελαιολάδου. Η αναλογία του παρθένου δεν θα πρέπει να είναι μικρότερη από το $\frac{1}{3}$ του μείγματος.
3. Σπορέλαιο είναι το προϊόν της εκθλίψεως ή συμπίεσεως των σπερμάτων ή φύτρων ή καρπού αραβοσίτου, βαμβακιού, σησαμιού κ.λ.π., που χρησιμοποιούνται για νοθεία στο ελαιόλαδο.
4. Πυρηνέλαιο είναι το εκχύλισμα – με βενζίνη ή CS_2 – του υπολείμματος που λαμβάνεται μετά την έκθλιψη των ελαιοκάρπων.
Έχει βαθύ πράσινο χρώμα και μεγάλη οξύτητα.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΠΕΜΠΤΟ

ΧΗΜΙΚΗ ΕΞΕΤΑΣΗ ΑΛΕΥΡΙΟΥ

Σκοπός.

Η εξακρίβωση της ποιότητας και καταλληλότητας του προϊόντος.

Εισαγωγικές πληροφορίες.

Αλεύρι, με τη συνηθισμένη έννοια, καλείται το προϊόν που παράγεται από το άλεσμα των δημητριακών καρπών, που είναι απαλλαγμένο από φλοιούς και φύτρα.

Αλεύρι, με τη στενότερη έννοια, καλείται το προϊόν που λαμβάνεται από την άλεση σιταριού και σικάλεως και το οποίο χρησιμοποιείται για την παρασκευή ψωμιού.

Αλεύρι, με την ευρύτερη έννοια, θεωρείται όχι μόνο το προϊόν που προέρχεται από τους δημητριακούς καρπούς, αλλά και εκείνο που παράγεται από την άλεση οσπρίων, και χρησιμοποιείται για τη διατροφή του ανθρώπου.

Προδιαγραφές διαφόρων τύπων συστατικών αλευριού (%)

Τύπος	Υγρασία	Υγρή γλουτένη	Οξύτητα σε H_2SO_4	Τέφρα	Λιπαρές ουσίες	Υπόλειμμα σε CCl_4	Πίτουρα
70%	<13,5	>26,0	<0,08	<0,50	<1,10	<0,015	–
85%	<14,0	>25,0	<0,13	0,85–0,90	<1,80	<0,030	4,5–5,0
90%	<14,0	>25,0	<0,15	1,25–1,35	<2,0	<0,030	10–13,5
Ολικής αλέσεως	<14,0	>24,0	<0,15	<1,60	<2,5	<0,030	<18,0

Χημική σύσταση.

Τα κυριότερα συστατικά του αλευριού είναι:

1. Το νερό (H_2O) σε αναλογία 11–15%. Η περιεκτικότητά του αυτή εξαρτάται:
α) Από την περιεκτικότητα σε H_2O του δημητριακού καρπού. β) Από τον τρόπο αλέσεώς του και γ) από τις καιρικές συνθήκες κατά την άλεση και διατήρησή του.
2. Το άμυλο και άλλοι υδατάνθρακες σε ποσοστό 74–75%.
3. Τα λευκώματα (πρωτεΐνες) περίπου 20% σε λευκοσίνη, προλαμίνη, γλουτενίνη κ.λ.π.
4. Τα ανόργανα άλατα, όπως K_3PO_4 , $Mg_3(PO_4)_2$ και ιχνοστοιχεία Na, Fe, Cl, SO_4 κ.λ.π.
5. Το λίπος σε αναλογία 1%, το οποίο ευρίσκεται κυρίως στο φύτρο και στην κάτω από το φλοιό στοιβάδα του κόκκου, και σε μικρότερη αναλογία, στον αμυλούχο πυρήνα.
6. Τα ένζυμα, κυρίως διαστάση, αμυλάση-β τα οποία διευκολύνουν την υδρόλυση του αμύλου σε μαλτόζη κατά την παρασκευή ψωμιού.

7. Οι βιταμίνες Α, Ε και Β.
 8. Τα οξέα (όξινα φωσφορικά, παλμιτικό, ελαϊκό κ.λ.π.), σε ποσοστό 0,1% περίπου, στα οποία οφείλεται η ασθενής όξινη αντίδραση του αλευριού (H_2SO_4).

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

5.1 Προσδιορισμός υγρασίας.

5.1.1 Τεχνική.

Ποσότητα 5 g αλευριού φέρονται σε φιαλίδιο ζυγίσεως ή κάψα πορσελάνης, όπου προηγουμένως έχει προστεθεί ποσότητα χαλαζιακής καθαρής άμμου που έχει διαπυρωθεί.

Η ποσότητα του αλευριού αναμειγνύεται με τους κόκκους της άμμου και το φιαλίδιο τοποθετείται στο πυριαντήριο στους 105°C και ξηραίνεται μέχρι να αποκτήσει σταθερό βάρος.

5.1.2 Υπολογισμός.

1. Πριν τη θέρμανση-ξηρανση:

$$\text{Βάρος κάψας} + \text{άμμου} + \text{αλευριού} = \alpha \text{ g}$$

2. Μετά τη θέρμανση-ξηρανση.

$$\text{Βάρος κάψας} + \text{άμμου} + \text{αλευριού} = \beta \text{ g}$$

Η διαφορά $\alpha - \beta = \gamma \text{ g}$ είναι η απώλεια που οφείλεται στο ποσό της υγρασίας, άρα:

Τα 5 g δείγματος απέδωσαν $\gamma \text{ g}$ υγρασία

$$\frac{100}{x};$$

$$x = \frac{\gamma \cdot 100}{5} = 20 \text{ \% σε } \text{H}_2\text{O}$$

5.1.3 Τεχνικές πληροφορίες.

Η χαλαζιακή άμμος χρησιμεύει ως μέσο αυξήσεως της επιφάνειας του αλευριού. Στην περίπτωση αυτή, αποφεύγεται η παρατεταμένη παραμονή του δείγματος στον ξηραντήρα.

Για να αποφεύγεται η αποσύνθεση των υδατανθράκων του αλευριού, θα πρέπει να ελέγχεται η θερμοκρασία του πυριαντηρίου, ώστε να είναι $105\text{--}110^\circ\text{C}$.

Το φιαλίδιο και η άμμος πρέπει να είναι απαλλαγμένα από υγρασία.

Υγρασία υψηλότερη από την κανονική (13–15%) ευνοεί την ανάπτυξη μικροοργανισμών, εντόμων και ζυυφίων. Υγρασία μικρότερη της κανονικής επιταχύνει την τάγγιση του λίπους.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

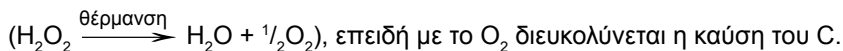
5.2 Προσδιορισμός τέφρας.

Η τέφρα αποτελείται κυρίως από όξινα φωσφορικά άλατα του Κ και του Μg και σε μικρό ποσό από φωσφορικά και χλωριούχα άλατα των Να και Ca.

5.2.1 Τεχνική.

Σε προζυγισμένη κάψα φέρονται 2–5 g αλεύρι, θερμαίνονται ήπια μέχρι να απανθρακωθούν και στη συνέχεια θερμαίνονται στους 950°C.

Η πύρωση διαρκεί μέχρι την πλήρη αποτέφρωσή τους. Η ερυθροπυρωμένη συνογούμενη μάζα περικλείει άνθρακα. Γι' αυτό προσθέτομε σταγόνες H_2O_2 ,



Η προσθήκη των H_2O_2 γίνεται μετά την απανθράκωση και αφού η κάψα έχει κρυώσει.

Το στερεό υπόλειμμα έχει χρώμα λευκό ή υπότεφρο.

Το αποτέλεσμα ανάγεται επί τοις % όπως και στους υπολογισμούς της υγρασίας.

5.2.2 Τεχνικές πληροφορίες.

1. Το χρησιμοποιούμενο H_2O_2 πρέπει να είναι καθαρό και απαλλαγμένο από H_2SO_4 .
2. Το ποσοστό της τέφρας δεν πρέπει να υπερβαίνει το 0,5%.

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ

5.3 Προσδιορισμός υγρής γλουτένης.

5.3.1 Τεχνική.

1. 33,3 g αλεύρι φέρεται σε κάψα πορσελάνης, όπου αναμειγνύεται με 17 ml ψυχρού H_2O .
2. Μετά 30 min, το ζυμάρι που σχηματίστηκε μαλάσσεται με την παλάμη κάτω από ελαφρά ροή νερού, θερμοκρασίας 15–20°C.
3. Η μάλαξη της ζύμης (σχ. 5.3) διαρκεί μέχρι να αποχωρισθεί το άμυλο και να συσσωματωθεί η γλουτένη.
4. Η πλύση συνεχίζεται μέχρι να παύσει το νερό από τη μάλαξη της ζύμης να έχει χρώμα γάλακτος.
5. Τέλος συμπιέζεται με τα δάκτυλα για να απομακρυνθεί το νερό που πλεονάζει, και ζυγίζεται (διάρκεια κατεργασίας 10–15 min).



Σχ. 5.3.

Μάλαξη – Έκλυση.

5.3.2 Υπολογισμός.

Το βάρος της γλουτένης, αν πολλαπλασιασθεί επί 3, παρέχει την επί τοις % ποσότητα της υγρής γλουτένης στο αλεύρι.

Στη συνέχεια ξηραίνεται στους 105°C και υπολογίζεται το ποσό της ξηρής γλουτένης.

Υγρή γλουτένη % – Ξηρή γλουτένη % = Εφυδάτωση %.

5.3.3 Τεχνικές πληροφορίες.

1. Η γλουτένη, πρέπει να έχει τις εξής ιδιότητες, για να έχει επίσης και μεγάλο βαθμό αρτοποιητικής ικανότητας:

- α) Να είναι συνεκτική.
 β) Να παρουσιάζει στερεότητα και ελαστικότητα.
 γ) Να αντέχει σε εξωτερικές και εσωτερικές επιδράσεις (ποιοτική).
 2. Το ποσοστό της υγρής γλουτένης πρέπει να κυμαίνεται μεταξύ 18–25%.

ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

5.4 Πολωσιμετρικός προσδιορισμός αμύλου.

5.4.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Για τον προσδιορισμό αυτό χρησιμοποιείται η συσκευή **πολωσίμετρο** (σχ. 5.4), με το οποίο υπολογίζεται η **ειδική στροφική ικανότητα μιας** ουσίας (αμύλου), αφού μετρηθεί η γωνία στροφής σε μοίρες (στροφή πολωμένου φωτός).

Η στροφική ικανότητα αποτελεί ιδιότητα των οπτικά ενεργών ουσιών (υδατάνθρακες). Οπτικά ενεργές ουσίες (στροφή του επιπέδου του πολωμένου φωτός προς τα δεξιά ή αριστερά) είναι αυτές που διαθέτουν στο μόριό τους ασύμμετρο άτομο άνθρακα.

Η στροφική ικανότητα επομένως των σακχάρων χρησιμεύει για τον ποσοτικό προσδιορισμό τους, αφού μετρηθεί η γωνία στροφής και η διεύθυνσή τους.

Η ειδική στροφή διαλυμάτων διάφορης περιεκτικότητας επί τοις % σε σάκχαρα είναι:

Είδος σακχάρου $[\alpha]_D^{20}$		Σε συγκεντρώσεις
10%		20%
Γλυκόζη	+ 52,7°	+ 53,1°
Φρουκτόζη	– 90,7°	– 93,3°
Λακτόζη	+ 52,5°	+ 52,5°
Μαλτόζη	+ 138,3°	+ 138,1°
Σακχαρόζη	+ 66,5°	+ 66,5°



Σχ. 5.4.

Τύποι πολωσιμέτρων.

5.4.2 Τεχνική.

1. Ποσότητα 5 g δείγματος φέρεται σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml.
2. Προσθέτουμε 50 ml HCl 1% και θερμαίνουμε σε υδρόλουτρο ή με μανδύα για 15 min. Κατά τα 3 πρώτα min ανακινούμε τη φιάλη συχνά.
3. Με προσθήκη 10 ml νερού, το δείγμα ψύχεται στους 20°C. Προσθέτουμε 10 ml διαλύματος φωσφοροβολφραμικού νατρίου (12 g Na_2HPO_4 και 20 g βολφραμικού νατρίου/100 ml H_2O).

Συμπληρώνουμε με νερό μέχρι τη χαραγή, αναδεύουμε και διηθούμε από σκληρό ηθμό.

Το διήθημα πολωσιμετρούμε σε σωλήνα 2 dm (20 cm) στους 20°C.

Η στροφή σε μοίρες που βρήκαμε, αν πολλαπλασιασθεί επί 5,444, μας παρέχει την επί τοις % περιεκτικότητα σε άμυλο του αλευριού.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ

5.5 Ανίχνευση βελτιωτικών ουσιών σε αλεύρι.

Τα βελτιωτικά δρουν στις πρωτεΐνες και αυτές γίνονται πιο σταθερές και ανθεκτικές, η δε γλουτένη ελαστικότερη.

1. Ποσότητα δείγματος 10 g πιέζεται με τη βοήθεια μεταλλικής σπαθίδας σε επίπεδη επιφάνεια.
2. Στη διαμορφούμενη επιφάνεια προσθέτουμε σταγόνες προσφάτου διαλύματος KJ 10% και HCl 10%.

Αν εμφανισθούν μελανά στίγματα, επιβεβαιώνεται η παρουσία οξειδωτικών ουσιών.

ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ

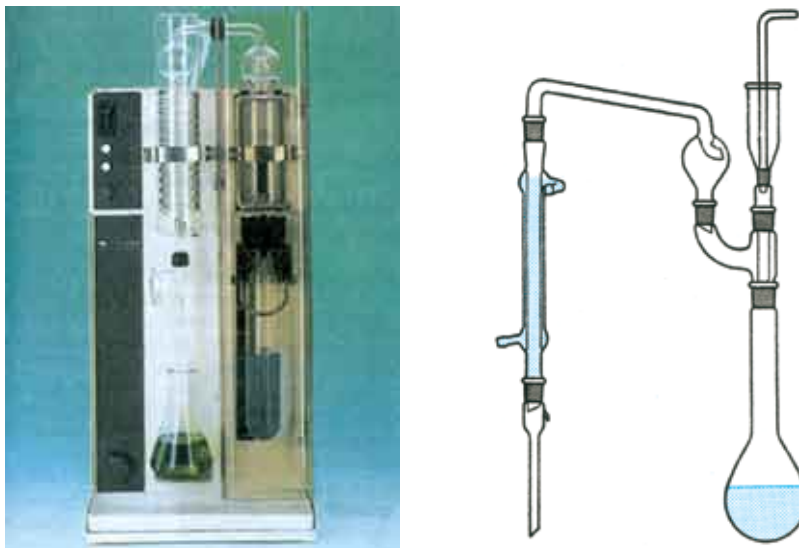
5.6 Προσδιορισμός αζώτου κατά Kjeldahl.

5.6.1 Σκοπός.

Ο έμμεσος υπολογισμός των λευκωμάτων στο αλεύρι.

5.6.2 Τεχνική.

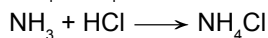
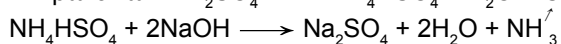
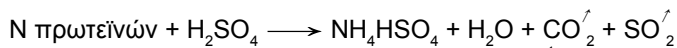
1. Δείγμα βάρους 1 g φέρεται σε φιάλη Kjeldahl και προστίθενται (αυξάνει το Σ.Β. του συστήματος) 10 g K_2SO_4 (δρα οξειδοαναγωγικά σχηματίζοντας O_2), 1 g CuSO_4 και 25 ml π. H_2SO_4 .
2. Η φιάλη θερμαίνεται ήπια και με κλίση μέχρι να σταματήσει ο αφρισμός. Ακολουθεί ισχυρή θέρμανση, η οποία διατηρείται επί 30 min μετά τη διαύγαση του μείγματος.
3. Ακολουθεί ψύξη της φιάλης και το διάλυμα με τα υγρά εκπλύσεως (300–400 ml) μεταφέρεται στη σφαιρική φιάλη της συσκευής (σχ. 5.6).
4. Προσθέτουμε ψήγματα Zn και 80 ml διαλύματος NaOH 30% και το μείγμα αποστάζεται ($\text{Zn} + \text{NaOH} \rightarrow \text{Na}_2\text{ZnO}_2 + \text{H}_2$). Το H_2 δεσμεύει τις φυσαλίδες και έτσι αποφεύγεται η υψηλή θερμοκρασία.
5. Το απόσταγμα (NH_3) συλλέγεται σε υποδοχέα που περιέχει 25 ml 0,5 N HCl. Το ακροφύσιο του ψυκτήρα πρέπει να είναι βυθισμένο στο διάλυμα ($\text{NH}_3 + \text{HCl} \rightarrow \text{NH}_4\text{Cl}$), για τη δέσμευση της NH_3 και το σχηματισμό NH_4Cl .
6. Αφού αποσταχθούν τα $2/3$ του όγκου του μείγματος, η απόσταξη διακόπτεται και

**Σχ. 5.6.**

Μικροσυσσκευή Kjeldahl.

ογκομετρούμε την περίσσεια του 0,5 N HCl, με 0,5 N NaOH παρουσία ερυθρού του μεθυλίου (κόκκινο-κίτρινο).

7. Οι αντιδράσεις που λαμβάνουν χώρα είναι:



5.6.3 Υπολογισμός.

Το ποσοστό του N% δίνεται από τη σχέση:

$$N\% = \frac{(25 - \alpha) 0,7}{\beta}$$

όπου: α τα ml του 0,5 N NaOH που καταναλώθηκαν,

25 τα ml του HCl 0,5 N (τα αρχικά),

β το βάρος του αλευριού και

0,7 συντελεστής μετατροπής της NH_3 σε N.

Το ποσοστό των λευκωμάτων υπολογίζεται από τη σχέση:

$$Λ\% = N\% 5,7$$

όπου: Λ το λεύκωμα, N το άζωτο και 5,7 ο συντελεστής μετατροπής του αζώτου σε πρωτεΐνες για το αλεύρι.

5.6.4 Παρατήρηση.

Ο συντελεστής μετατροπής του αζώτου σε πρωτεΐνες είναι διαφορετικός για κάθε τρόφιμο (γάλα = 6,38, κρέας = 6,25, ζελατίνη = 5,55).

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΕΚΤΟ

ΠΡΟΪΟΝΤΑ ΦΥΤΙΚΗΣ ΠΡΟΕΛΕΥΣΕΩΣ

Α) ΤΟΜΑΤΟΠΟΛΤΟΣ.

Ο τοματοπολτός είναι προϊόν που παρασκευάζεται με συμπίκνωση του σαρκώδους χυμού των νωπών καρπών της τομάτας, με μερική αποβολή του νερού του. Ανάλογα με το βαθμό συμπτκνώσεως, οι τοματοπολτοί διακρίνονται σε:

1. Τύπου Θήρας με στερεά συστατικά (Σ.Σ.) 45%.
2. Τύπου Άργους με Σ.Σ. 40%.
3. Με απλή, διπλή ή τριπλή συμπίκνωση με Σ.Σ. 22%, 28%, 36% αντίστοιχα.

Χυμός τομάτας είναι ο ασυμπύκνωτος φυσικός χυμός των ωρίμων καρπών, απαλλαγμένος από φλοιούς και σπέρματα, ο οποίος περιέχει 3 – 6% Σ.Σ. και 1,5% σάκχαρο.

Στερεά συστατικά (Σ.Σ) του χυμού της τομάτας βρίσκονται με μετρήσεις του χυμού σε διαθλασίμετρο (20°C), αν αφαιρεθούν οι ποσότητες του NaCl και της ζάχαρης που προστέθηκαν.

Προσθήκη NaCl επιτρέπεται για τοματοπολτούς μέχρι 4% και για συμπτκνωμένους 3% (παρασκεύασμα 10 kg) και 5% (παρασκεύασμα άνω των 10 kg).

Επίσης, επιτρέπεται η προσθήκη συντηρητικών ουσιών, όπως βενζοϊκού νατρίου 0,5–1,5‰ (σπάει η κυτταρική μεμβράνη των μικροβίων).

Η απόδοση σε πολτό των ωρίμων τοματών ανέρχεται σε 20%.

Η συνολική οξύτητα, εκφρασμένη σε κιτρικό οξύ, ανέρχεται σε 3% και η περιεκτικότητα αλκοόλης λόγω ζυμώσεως σε 0,075%.

Ακόμη η πτητική οξύτητα, εκφρασμένη σε CH₃COOH, ανέρχεται σε 0,1%.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

6.1 Προσδιορισμός NaCl σε τοματοπολτό.

6.1.1 Σκοπός.

Η εύρεση του βαθμού συμπτκνώσεως των νωπών καρπών με συνάρτηση το ποσοστό του NaCl (συντηρητικού) στον τοματοπολτό.

6.1.2 Τεχνική.

1. Ζυγίζουμε 2 g τοματοπολτού και το διαλύουμε με 50 ml H₂O. Αραιώνουμε μέχρι όγκο 250 ml.
2. Προσθέτουμε μικρή ποσότητα (2 g) ζωικού άνθρακα, για τον αποχρωματισμό του διαλύματος και διηθούμε.
3. Παίρνουμε με το σιφώνιο 25 ml από το διάλυμα και ογκομετρούμε με 0,1 N διάλυμα AgNO₃ παρουσία δείκτη K₂CrO₄ (προσδιορισμός Cl⁻, Κεφάλαιο 1). Το αποτέλεσμα εκφράζεται σε g NaCl % τοματοπολτού.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

6.2 Προσδιορισμός στερεών συστατικών (Σ.Σ.) τοματοχυμού διατηρημένου.**6.2.1 Σκοπός.**

Ο υπολογισμός του φυσικού άλατος στο χυμό.

6.2.2 Τεχνική.

1. Με διαθλασίμετρο και στην κλίμακα Brix, βρίσκουμε τα Σ.Σ. Έστω λοιπόν Α%.
2. Αφαιρούμε το επί τοις % ποσοστό του πρόσθετου άλατος· αυτό υπολογίζεται, αν αφαιρεθεί από το ολικό αλάτι το φυσικό που υπάρχει στο χυμό.

Η αναλογία του φυσικού άλατος δίνεται από τη σχέση:

$$2 \cdot \frac{A\%}{100} = B\% \text{ (φυσικό)}$$

Β) ΦΥΣΙΚΟΙ ΧΥΜΟΙ ΟΠΩΡΩΝ.

Χυμοί οπωρών είναι εκείνοι που λαμβάνονται από έκθλιψη υγιών νωπών καρπών και διατίθενται όπως έχουν ή υφίστανται ειδικές επεξεργασίες, προκειμένου να παραχθούν από αυτούς ορισμένα προϊόντα.

Χυμοί εσπεριδοειδών.**α) Προδιαγραφές φυσικού χυμού πορτοκαλιού.**

Ο φυσικός χυμός πορτοκαλιού που διατίθεται στην εσωτερική κατανάλωση πρέπει να έχει τις σταθερές:

1. ε.β. (15°C) τουλάχιστον 1,042 g/cm³ ή 5,5 Βέ ή 10,5 Brix.
2. Ολικά σάκχαρα σε ιμβερτοσάκχαρο, το πολύ 10%.
3. Τέφρα 0,30 – 0,45%.
4. Οξύτητα σε κιτρικό οξύ 1–1,25%.

β) Προδιαγραφές φυσικού χυμού λεμονιού.

Ο φυσικός χυμός λεμονιού που διατίθεται στην εσωτερική κατανάλωση πρέπει να έχει:

1. ε.β. (15°C) τουλάχιστον 1,032 g/cm³ ή 4,5 Βέ ή 8 Brix.
2. Ολικά σάκχαρα σε ιμβερτοσάκχαρο, το πολύ 2,25%.
3. Τέφρα 0,25–0,40%.
4. Οξύτητα σε κιτρικό οξύ, τουλάχιστον 6%.

γ) Ο συμπυκνωμένος φυσικός χυμός πορτοκαλιού (για συμπύκνωση 1:6) πρέπει να έχει ε.β. 1.290–1300 g/cm³ (60–62 Brix).

δ) Ο συμπυκνωμένος φυσικός χυμός λεμονιού (συμπύκνωση 1:4) πρέπει να έχει ε.β. 1,144–1,150 g/cm³ (30–32 Brix).

ε) Ο σακχαρούχος φυσικός χυμός έχει ε.β. 1,044 g/cm³, χυμό λεμονιού 7% και σάκχαρο 11% ή ε.β. 1,044 g/cm³, χυμό εσπεριδοειδών (πλην λεμονιού) 20% και σάκχαρο 9%. Ως συντηρητικό χρησιμοποιείται βενζοϊκό νάτριο ή οξύ 0,1% ή σορβικό οξύ 0,1%.

Οι σταθερές των αναψυκτικών έχουν τις παρακάτω τιμές.

στ) Αναψυκτικό πορτοκαλάδας.

οξύτητα	0,19%
Brix	13,4%
Ph	3,4
CO ₂ (ml)	2,3

ζ) Αναψυκτικό λεμονάδας.

οξύτητα	0,1%
Brix	12,6%
Ph	3,4
CO ₂ (ml)	2,4

Το νερό στο συνολικό βάρος του προϊόντος καταλαμβάνει περίπου το 92%.

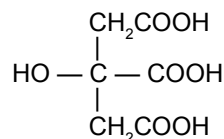
6.3 Προσδιορισμός ε.β. (15°C).

Εκτελείται με αραιότερο Gay-Lussac στους 15°C σε χυμό που διηθήθηκε. Η διόρθωση της βαθμολογήσεως γίνεται για κάθε 1°C κατά 0,0002.

6.4 Προσδιορισμός οξύτητας.

Εκτελείται κατά τα γνωστά με 0,1 M NaOH, παρουσία φαινολοφθαλεΐνης και εκφράζεται σε κιτρικό οξύ g% κ.ο. **(Μ.Β. κιτρικού 192 = $\frac{192}{10} = 19,2$ g).**

1 ml 0,1 M NaOH = 0,0192 g άνυδρο κιτρικό οξύ.



6.5 Προσδιορισμός τέφρας.

Ποσότητα 25 ml δείγματος φέρεται μέσα σε κάψα από πλατίνα και τοποθετείται σε υδρόλουτρο (100°C), για να απομακρυνθεί το νερό. Στη συνέχεια προσθέτουμε σταγόνες ελαίου και το δείγμα καίγεται με προσοχή σε φλόγα και ακολουθεί αποτέφρωση έως 525°C.

6.6 Προσδιορισμός στερεών συστατικών.

Σε δείγμα που έχει διηθηθεί εκτελείται ο προσδιορισμός των Σ.Σ. με το διαθλασίμετρο. Αφαιρείται από τους βαθμούς Brix η οξύτητα (κιτρικό % κ.ό.) και υπολογίζεται το συνολικό σάκχαρο επί τοις % κατά προσέγγιση.

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ

6.7 Προσδιορισμός βιταμίνης C σε χυμό φρούτων.

6.7.1 Σκοπός.

Η εύρεση της ποσότητας της βιταμίνης σε χυμό εσπεριδοειδών.

6.7.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια.

1. Υδατικό διάλυμα ινδοφαινόλης 0,004 % (0,1g του μετά νατρίου άλατος της 2,6 διχλωροφαινόλινδοφαινόλης διαλύονται με 100 ml νερό). Το διάλυμα διηθείται σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml. Τυχόν υπόλειμμα στον ηθμό ξεπλένεται καλά με νερό. Το διήθημα αραιώνεται μέχρι της χαραγής. Το διάλυμα φυλάσσεται εντός ψυγείου και ο χρόνος ζωής είναι μια εβδομάδα από το χρόνο παρασκευής και τιτλοδοτήσεώς του.
2. Διάλυμα οξαλικού οξέος 0,4%.
3. Διάλυμα HCl 1 M.
4. Πρότυπο διάλυμα θειοθειικού νατρίου 0,01 M.
5. Δείκτης αμύλου (1g αμύλου σε 100 ml θερμού νερού και 0,1g θυμόλης).

6.7.3 Τιτλοδότηση διαλύματος ινδοφαινόλης.

Σε κωνική φιάλη 300 ml με εσφυρισμένο πώμα φέρονται 10 ml διαλύματος ινδοφαινόλης προστίθενται 5 ml διαλύματος KI και 10 ml διαλύματος HCl. Αφήνεται τοπηρεχόμενο σε ηρεμία για 2 λεπτά. Το παραγόμενο από την αντίδραση ιώδιο ογκομετρείται με πρότυπο διάλυμα θειοθειικού νατρίου παρουσία δείκτη αμύλου.

Ο τίτλος του διαλύματος ινδοφαινόλης ως προς ασκορβικό οξύ αποδεικνύει ότι:

1 ml διαλύματος ινδοφαινόλης αντιστοιχεί σε $\alpha \cdot 0,088$ g ασκορβικού οξέος

όπου α ml του πρότυπου διαλύματος θειοθειικού νατρίου 0,01 M.

6.7.4 Ογκομέτρηση δείγματος ασκορβικού οξέος.

10 ml δείγματος ή διαλύματος αυτού 10% φέρονται σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με διάλυμα οξαλικού οξέος και το διάλυμα διηθείται. Από το διήθημα μεταφέρονται 10 ml σε κωνική φιάλη, όπου προστίθενται 15 ml διαλύματος οξαλικού οξέος 0,4 % και το σύνολο ογκομετρείται αμέσως μετά με διάλυμα ινδοφαινόλης, μέχρι την εμφάνιση ασθενούς ρόδινου χρώματος. Η ογκομέτρηση θα πρέπει να γίνεται σε χρόνο μικρότερο του ενός λεπτού. Ο όγκος της ινδοφαινόλης που καταναλώνεται δεν πρέπει να είναι μεγαλύτερος των 1,5 ml.

Η επί τοις % περιεκτικότητα σε ασκορβικό οξύ εκφράζεται σε mg ανά 100 ml φρουτοχυμού και δίνεται από τη σχέση:

$$\% \text{ ασκορβικό οξύ (mg/100 ml)} = \alpha \cdot 0,88 \cdot \beta$$

όπου β τα ml διαλύματος ινδοφαινόλης που καταναλώθηκαν.

ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

6.8 Προσδιορισμός στερεών συστατικών σε φυσικό χυμό εσπεριδοειδών.

6.8.1 Σκοπός.

Η μέτρηση των περιεχομένων συνολικών σακχάρων σε χυμό.

Ως στερεά συστατικά των φυσικών χυμών θεωρούνται συνήθως τα σάκχαρα που αυτοί περιέχουν, όταν το ποσοστό των οξέων τους είναι σχετικά μικρό. Ο προσδιορισμός των στερεών συστατικών γίνεται σε διηθημένο δείγμα με διαθλασίμετρο. Το αποτέλεσμα δίνει και το επί τοις % ποσοστό του σακχάρου (πίν. 6.8.1).

Το επί τοις % ποσοστό του σακχάρου σε χυμούς με μεγάλη οξύτητα υπολογίζεται όταν από τους βαθμούς Brix αφαιρείται το επί τοις % ποσοστό του κιτρικού οξέος.

6.8.2 Τεχνική.

Ο φυσικός χυμός διηθείται. Μία σταγόνα αυτού είναι αρκετή προκειμένου να εκτελεστεί ο προσδιορισμός των στερεών συστατικών με τη χρήση διαθλασιμέτρου χειρός ή διαθλασιμέτρου εργαστηριακού.

Η μέτρηση της τιμής στην κλίμακα Brix παρέχει το συνολικό σάκχαρο του χυμού, αφού αφαιρεθεί η οξύτητα αυτού εκφρασμένη σε κιτρικό οξύ επί τοις εκατό.

ΠΙΝΑΚΑΣ 6.8.1
Πίνακας προδιαγραφών φυσικών χυμών εσπεριδοειδών

	Πορτοκαλιού	Λεμονιού
Ειδικό βάρος (15 °C)	1,040 – 1,045	1,030 – 1,040
Στερεά Συστατικά % β.ο. (Σ.Σ.)	10,0 – 12,0	9,2 – 11,2
Οξύτητα (σε κιτρικό οξύ % β.ο.)	0,40 – 3,50	6,0
Τέφρα % β.ο.	0,29 – 0,63	0,29 – 0,56
Κάλιο % β.ο.	0,09 – 0,28	0,11 – 0,19
Φωσφόρος % β.ο.	0,007 – 0,023	0,005 – 0,084
Αζωτο % β.ο.	0,060 – 0,180	0,035 – 0,084
Σάκχαρο (σε ιμβερτοσάκχαρο % β.ο.)	< 10	< 2,25
Βιταμίνη C mg/100 ml	20 - 80	30 – 70

6.9 Άσκηση – Εφαρμογή.

500 kg σιροπιού 32° Brix αναμείχθηκαν με σιρόπι 40° Brix. Σε δείγμα του νέου σιροπιού προσδιορίστηκαν οι βαθμοί Brix, με αραιόμετρο Brix, που ήταν βαθμολογημένο στους 63°F. Η ένδειξη ήταν 36,7° Brix και η θερμοκρασία της μετρήσεως ήταν 88°F.

Ζητούνται:

α) **Ποιοι** ήταν πραγματικά οι **βαθμοί** Brix του νέου σιροπιού και

β) ποια ήταν η ποσότητα του σιροπιού των 40° Brix;

Δίνεται: Συντελεστής διορθώσεως για 1°F είναι 0,052.

Λύση.

α) Διόρθωση Brix.

$$88^{\circ}\text{F} - 63^{\circ}\text{F} = 25^{\circ}\text{F}$$

$$25^{\circ}\text{F} \times 0,052 = 1,3$$

$$36,7 + 1,3 = 38^{\circ}\text{Brix}$$

β) Υπολογισμός μείξεως σιροπιού.



γ) Εύρεση ποσότητας σιροπιού των 40° Brix.

2 kg σιρόπι 32° αναμειγνύεται με 6 kg σιρόπι 40° Brix

500

x;

$$x = \frac{6 \times 500}{2} = 1500 \text{ kg}$$

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΕΒΔΟΜΟ

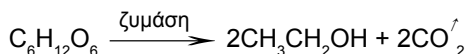
ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΓΛΕΥΚΟΥΣ ΚΑΙ ΟΙΝΟΥ

Γενικές πληροφορίες.

Γλεύκος ή **μούστος** είναι το προϊόν που προκύπτει από την έκθλιψη των σταφυλιών, αποτελεί δε το περιεχόμενο της ρώγας απαλλαγμένο από φλοιούς και γίγαρτα (σπόροι). Έχει αποδειχθεί ότι η απόδοση του σταφυλιού σε γλεύκος κατά μέσο όρο κυμαίνεται στο 70–75%.

Οίνος είναι το προϊόν του γλεύκους που λαμβάνεται μετά τη ζύμωση των σακχάρων του (γλυκόζη-φρουκτόζη), παρουσία ειδικών ζυμομυκήτων (ζυμάση) και καταλλήλων συνθηκών (θερμοκρασίας, pH κ.λ.π.). Οι μύκητες αυτοί ανήκουν στο φυτικό βασίλειο, ο σπουδαιότερος των οποίων είναι ο σακχαρομύκητας ο ελλειψοειδής.

Η ζύμωση αυτή ονομάζεται **αλκοολική ζύμωση** και παρέχει, ως τελικά προϊόντα, αλκοόλη $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ και διοξείδιο του άνθρακα CO_2 :



Η άριστη θερμοκρασία για μια κανονική ζύμωση είναι οι 25–28°C. Όταν η θερμοκρασία ανέβει πάνω από τους 35°C τότε φονεύονται οι ζυμομύκητες.

Η πρώτη ύλη λοιπόν παραγωγής του οίνου είναι το σταφύλι. Η ποιότητα του οίνου που παράγεται από αυτό εξαρτάται από:

1. Τη χημική σύσταση του εδάφους (Ca, Fe, Al κ.λ.π.).
2. Το είδος του αμπελιού.
3. Τις συνθήκες καλλιέργειας και ωριμάνσεως των σταφυλιών.
4. Τις κλιματολογικές συνθήκες.

Χημική σύσταση γλεύκους.

Τα κυριότερα συστατικά του γλεύκους είναι:

1. Το H_2O σε αναλογία 65–80%.
2. Τα σάκχαρα σε αναλογία 10–30% (γλυκόζη και φρουκτόζη 15–25% και σακχαρώζη 1–3%).
3. Οι διαλυτές ουσίες 5–6%.
4. Τα οξέα (τρυγικό, μηλικό, κιτρικό, μυρμηκικό οξύ) 0,4–7%.
5. Τα άλατα (K, Ca, Mg, Fe, Al, Mn κ.λ.π.).
6. Οι αζωτούχες ενώσεις (NH_4^+ , αμινοξέα κ.ά.).
7. Οι πηκτινικές ύλες.
8. Η ταννίνη (0,1–3%). Είναι εστέρας του γαλλικού οξέος με γλυκόζη.
9. Οι χρωστικές ύλες (οινίνη, οινιδίνη).

Επειδή το θεωρητικό μέρος αποτελεί μάλλον αντικείμενο του μαθήματος της Βιομηχανικής Χημείας ή ειδικότερα της Οινολογίας, θα αναφερθούμε στο εργαστηριακό μέρος και ειδικά στη μελέτη και εξέταση του γλεύκους και του οίνου.

Χημική εξέταση (ανάλυση) του γλεύτεκου-οίνου.

Σκοπός.

1. Αξιολόγηση των αποτελεσμάτων της αναλύσεως και η διαπίστωση της ωριμότητας και ποιότητας του σταφυλιού.
2. Ανάγκη της ενδεχόμενης διορθώσεως των κυριότερων συστατικών (σάκχαρο-οξύτητα) του γλεύτεκου.

Οι βασικοί προσδιορισμοί που εκτελούνται σε ένα οινολογικό εργαστήριο, για τη γνωμάτευση ως προς την ποιότητα του μούστου ή του οίνου είναι:

1. Μέτρηση ε.β. ή βαθμού Βέ (Baumé).
2. Προσδιορισμός ή υπολογισμός συνολικού σακχάρου μούστου.
3. Προσδιορισμός ογκομετρούμενης (ολικής) οξύτητας.
4. Προσδιορισμός πτητικής οξύτητας.
5. Προσδιορισμός αλκοόλης – απόσταξη (οινοπνευματικοί βαθμοί).
6. Προσδιορισμός θειώδους οξέος.
7. Προσδιορισμός σιδήρου.
8. Προσδιορισμός στερεού υπολείμματος, και
9. άλλοι, όχι τόσο συνηθισμένοι προσδιορισμοί ή μετρήσεις.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

7.1 Μέτρηση ειδικού βάρους – Βαθμοί Βέ.

7.1.1 Σκοπός.

Ο καθορισμός του ποσοστού σακχάρου.

Η τιμή του ε.β. βασίζεται στην αρχή ότι τα σακχαρούχα διαλύματα έχουν τόσο μεγαλύτερο ε.β., όσο πλουσιότερα είναι σε σάκχαρο. Διόρθωση σακχάρου στο μούστο.

7.1.2 Απαιτούμενα όργανα – Σκεύη.

1) Ογκομετρικός κύλινδρος των 100–150 ml. 2) Πυκνόμετρο Gay-Lussac 1,000–1,100 (15°C). 3) Μπυωμόμετρο Βέ (15°C) 0–10 Βέ, 10–20 Βέ. 4) Θερμόμετρο 0–110°C.

7.1.3 Τεχνική.

1. Σε ογκομετρικό κύλινδρο των 100 ml γεμάτο με το δείγμα εμβαπτίζεται το πυκνόμετρο (σχ. 7.1).

2. Όταν αυτό σταθεροποιηθεί, λαμβάνουμε την ένδειξη στο στέλεχος του.

Έστω ένδειξη 1,0820 g/ml.

3. Μετρούμε στη συνέχεια τη θερμοκρασία του δείγματος. Έστω 19°C.

7.1.4 Υπολογισμός.

ε.β. μούστου: 1,0820 g/ml.

Θερμοκρασία μετρήσεως: 19°C.

Τότε ε.β. 15°C είναι: $19^{\circ}\text{C} - 15^{\circ}\text{C} = 4^{\circ}\text{C}$

$4 \times 0,00035 = 0,00140$

Διορθωμένη τιμή ε.β. στους 15°C είναι:

$1,0820 + 0,00140 = 1,0834 \text{ g/ml}$



Σχ. 7.1.

Πυκνόμετρο Gay-Lussac.

7.1.5 Τεχνικές πληροφορίες.

Η τιμή του ε.β. πρέπει να δίνεται στους 15°C, γιατί τα πυκνόμετρα είναι βαθμονομημένα σ' αυτήν τη θερμοκρασία.

Για τη διόρθωση της θερμοκρασίας στους 15°C:

Για κάθε ένα βαθμό Κελσίου (1°C), όταν η θερμοκρασία μετρήσεως είναι πάνω από 15°C, προσθέτομε το 0,00035 (συντελεστή) στην ένδειξη του πυκνομέτρου. Αντίθετα, όταν η θερμοκρασία μετρήσεως είναι κάτω από 15°C αφαιρείται το 0,00035 για κάθε ένα 1°C.

Όταν χρησιμοποιείται πυκνόμετρο Baumé, εκτελούμε τους ίδιους υπολογισμούς, με τη διαφορά ότι για κάθε ένα βαθμό Κελσίου αυξάνεται ή ελαττώνεται η ένδειξη της μετρήσεως κατά 0,045 (συντελεστής διορθώσεως Βέ).

Η σχέση που υπάρχει μεταξύ Βέ και ε.β. σε g/ml δίνεται από τον τύπο:

$$d = \frac{145}{145 \pm B\acute{e}}$$

σημείο + : για υγρά, ελαφρύτερα από το νερό.

σημείο - : για υγρά βαρύτερα από το νερό.

Αν το γλεύκος δεν έχει υποστεί ζύμωση, προτιμάται η χρησιμοποίηση του αραιομέτρου-πυκνομέτρου Baumé, επειδή οι βαθμοί του συμπίπτουν με τους αλκοολικούς βαθμούς του οίνου που θα παραχθεί. Αυτό συμβαίνει γύρω στους 10–11,5 Βέ.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

7.2 Υπολογισμός σακχάρου στο γλεύκος.

7.2.1 Τεχνική.

Από το ε.β. των 15°C και με την εφαρμογή του τύπου Dubrunfant, υπολογίζομε την τιμή Σ του ποσοστού σακχάρου σε g/l μούστου, ως εξής:

$$\Sigma = \frac{1,6 (d-1) \cdot 1000}{1,6 - 1} - 30$$

όπου: Σ το ζητούμενο σάκχαρο σε g ‰ κ.ο.

1,6 το ε.β. του σακχάρου.

d το ε.β. μούστου σε g/ml.

1 το ε.β. νερού.

1000 η έκφραση του αποτελέσματος σε 1000 ml μούστου.

30 ο συντελεστής διορθώσεως της σχέσεως, επειδή το γλεύκος δεν είναι καθαρό διάλυμα, αλλά περιέχει διάφορες αιωρούμενες ύλες.

Αν αντικαταστήσομε όπου d το ε.β. του μούστου, δηλαδή 1,0834 g/ml και εκτελέσομε τους υπολογισμούς, θα βρούμε:

$$\Sigma = 190,1 \text{ g/l}$$

7.2.2 Τεχνικές πληροφορίες.

Μπορούμε να υπολογίσομε την περιεκτικότητα σε σάκχαρο ενός γλεύκους, ακόμα και τους αλκοολικούς βαθμούς που θα δώσει στον οίνο που θα παραχθεί, με τη βοή-

θεια ειδικών πινάκων (πίνακας 7.2.1) διαβάζοντας την αντιστοιχία ε.β. (15°C), σακχάρου και αλκοολικών βαθμών.

Σε κανονικό μούστο, η ολική περιεκτικότητα του σακχάρου πρέπει να είναι μεταξύ των ορίων 180–220 g/l. Στον πίνακα 7.2.1 δίνεται η αντιστοιχία ε.β., Βέ, σακχάρου και αλκοόλης του γλεύκους.

Τα ξηρά κρασιά (χωρίς πρόσθετο σάχαρο) περιέχουν συνήθως λιγότερο από 0,2% σάχαρα, τα γλυκά μέχρι 6% και οι σαμπάνιες μέχρι 16%.

Έχει υπολογιστεί ότι κατά την αλκολική ζύμωση καταναλώνονται 17 g σαχάρων για να παραχθεί 1 αλκοολικός βαθμός ($\frac{\Sigma}{17} = \text{οινοπνευματικοί βαθμοί}$).

ΠΙΝΑΚΑΣ 7.2.1

Πίνακας υπολογισμού του σακχάρου του γλεύκους και της αλκοόλης του οίνου από το ειδικό βάρος του γλεύκους

Ειδικό βάρος	Βαθμοί Baumé	Γραμμάρια σακχάρου σε 1000 ml	Αλκοόλη % κατά όγκο
1,075	10,06	170	10,0
1,076	10,18	172	10,1
1,077	10,31	175	10,3
1,078	10,43	178	10,5
1,079	10,56	180	10,6
1,080	10,68	183	10,8
1,081	10,80	186	10,9
1,082	10,93	188	11,0
1,083	11,05	191	11,2
1,084	11,18	194	11,4
1,085	11,30	196	11,5
1,086	11,42	199	11,7
1,087	11,55	202	11,9
1,088	11,67	204	12,0
1,089	11,79	207	12,2
1,090	11,91	210	12,3
1,091	12,03	212	12,5
1,092	12	215	12,6
1,093	12,27	218	12,8
1,094	12,39	220	12,9
1,095	12,52	223	13,1

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ

7.3 Προσδιορισμός ογκομετρούμενης οξύτητας.**7.3.1 Σκοπός.**

Να διαπιστωθεί αν η οξύτητα κυμαίνεται μεταξύ των φυσιολογικών τιμών ή χρειάζεται να διορθωθεί. Τα οξέα δρουν ενεργητικά, γιατί αναστέλουν τη δράση των μυκήτων διαφόρων ασθενειών και ευνοούν τη δράση του σακχαρομύκητα.

7.3.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η οξύτητα (ολική) οφείλεται στην παρουσία των ελευθέρων οξέων και των οξίνων αλάτων στο γλεύκος ή οίνο.

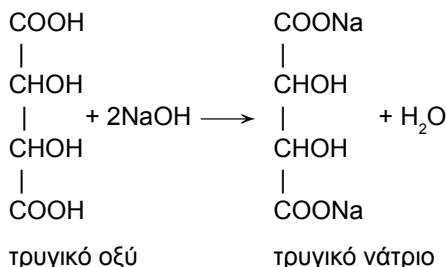
Εκφράζεται πάντοτε σε g % κ.ο. ή ως H_2SO_4 ή ως $C_4O_6H_6$ (τρυγικό οξύ).

7.3.3 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια.

1) Προχοΐδα 25. 2) Κωνική φιάλη των 100 ml. 3) Σιφώνιο των 10 ml. 4) Λύχνος Bunsen. 5) Διάλυμα 0,1 M NaOH. 6) Φαινολοφθαλεΐνη 1%.

7.3.4 Τεχνική.

1. Στην κωνική φιάλη των 100 ml φέρονται 10 ml γλεύκους ή οίνου και θερμαίνονται ήπια για την εκδίωξη του CO_2 που περιέχεται (έκλυση φυσαλίδων).
2. Ψύχομε, αραιώνουμε μέχρι 20 ml με H_2O και ογκομετρούμε με 0,1 M NaOH (προχοΐδα), παρουσία δείκτη φαινολοφθαλεΐνης μέχρι να αποκτήσει ρόδινο χρώμα. Έστω ότι καταναλώθηκαν 3,1 ml 0,1 M NaOH για την πλήρη εξουδετέρωση των οξέων.

Αντίδραση ογκομετρήσεως.**7.3.5 Υπολογισμοί.****α) Έκφραση σε τρυγικό οξύ:**

Τα 1000 ml 0,1 M NaOH εξουδετερώνουν 15 g τρυγικό οξύ
 3,1 x;

$$x = \frac{15 \times 3,1}{1000} = 0,0465 \text{ g}$$

Στα 10 ml μούστου περιέχονται 0,0465 g τρυγικό οξύ
 1000 x;

$$x = 4,65\% \text{ κ.ό.}$$

Άρα η οξύτητα σε τρυγικό οξύ είναι 4,65‰ κ.ό.

$$(M.B. \text{ τρυγικού οξέος} = 150, \quad \frac{150}{10} = 15 \text{ g})$$

β) Έκφραση σε θειικό οξύ:

Τα 1000 ml 0,1 M NaOH εξουδετερώνουν 9,8 g H₂SO₄

$$\frac{3,1}{1000} = \frac{x}{9,8}$$

$$x = 0,03038 \text{ g}$$

Στα 10 ml μούστου περιέχονται 0,03038 g H₂SO₄

$$\frac{1000}{10} = \frac{x}{0,03038}$$

$$x = 3,038\% \text{ κ.ό.}$$

Άρα η οξύτητα σε H₂SO₄ είναι 3,48 ‰ κ.ό.

$$(M.B. \text{ H}_2\text{SO}_4 = 98, \quad \frac{98}{10} = 9,8 \text{ g})$$

7.3.6 Τεχνικές πληροφορίες.

Σε κανονικό γλεύκος ή σε οίνο η οξύτητα θα πρέπει να κυμαίνεται μεταξύ των τιμών 4–5 g ‰, εκφρασμένη σε H₂SO₄ ή 5,5–6,5 g ‰, εκφρασμένη σε τρυγικό οξύ. Κρασιά με χαμηλή οξύτητα είναι ευαλλοίωτα, έχουν άνοστη γεύση και φτωχό χρώμα.

Πολλές φορές, για ευκολία, για τη μέτρηση της οξύτητας, χρησιμοποιούνται κατά εμπειρικό τρόπο διαλύματα NaOH, τα οποία είναι τέτοιας περιεκτικότητας, ώστε 1 ml του διαλύματος αυτού να δίνει απευθείας 1 βαθμό οξύτητας (1 g/l). Έτσι, π.χ. διάλυμα περιεκτικότητας 8,20 g/l σε NaOH, για κάθε 1 ml του (που καταναλώνεται) δίνει και 1 βαθμό οξύτητας (1 ‰) σε H₂SO₄. Το διάλυμα αυτό ογκομετρούμε με διάλυμα 0,1 M HCl (Σ.Δ. = 1,000).

ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

7.4 Προσδιορισμός αλκοόλης (μέθοδος αποστάξεως).

7.4.1 Σκοπός.

7.4.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η μέθοδος βασίζεται στην απόσταξη του ποσού της αλκοόλης και τη μέτρησή της με αλκοολόμετρο. Η αλκοόλη ως προϊόν ζυμώσεως δρα αποστειρωτικά, ενώ σταματά τη δράση του σακχαρομύκητα όταν οι οινοπνευματικοί βαθμοί φθάσουν στους 15°.

Εφαρμόζεται για γλεύκη που υφίστανται ζύμωση και οίνους και παρέχει μεγάλη ακρίβεια ως προς το αποτέλεσμα.

Αλκοολικοί ή οινοπνευματικοί βαθμοί είναι τα ml καθαρής άνυδρης αλκοόλης, που περιέχονται σε 100 ml γλεύκους, οίνου ή αλκοολούχου διαλύματος στους 15°C.

7.4.3 Τεχνική.

1. Στον κλασματήρα της αποστακτικής συσκευής (σχ. 7.4) φέρονται 100 ml γλεύ-

**Σχ. 7.4.**

Ομαδική αποστατική συσκευή 6 θέσεων.

κους με ακρίβεια ογκομετρικής φιάλης των 100 ml και προσθέτουμε 1–2 g ταννίνης.

2. Θέτουμε σε λειτουργία τη συσκευή και, μετά την απόσταξη των $\frac{2}{3}$ του όγκου, συλλέγεται το απόσταγμα σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml.
 3. Διακόπτουμε την απόσταξη και συμπληρώνουμε με H_2O μέχρι τη χαραγή.
 4. Αναδεύουμε αντιστρέφοντας τη φιάλη και φέρομε το απόσταγμα σε ογκομετρικό κύλινδρο των 100 ml.
 5. Τέλος εμβαπτιζόμε το αλκοολόμετρο κλίμακας ($0^\circ - 20^\circ$) και διαβάζουμε την ένδειξή του, παίρνοντας συγχρόνως και τη θερμοκρασία της μετρήσεως.
- Ακολουθεί διόρθωση στους $15^\circ C$ κατά τα γνωστά (παράγρ. 7.1.5).

7.4.4 Τεχνικές πληροφορίες.

Επειδή το δείγμα, λόγω των πρωτεϊνικών του συστατικών, προκαλεί αφρισμό στην αρχή του βρασμού – περίπτωση ανεπιθύμητη κατά την απόσταξη – προστίθεται ταννίνη, η παρουσία της οποίας αναστέλλει τον αφρισμό και η απόσταξη αρχίζει ομαλά.

Πολλές φορές χρησιμοποιείται αραιόμετρο αντί για αλκοολόμετρο, οπότε, με ειδικούς πίνακες, βρίσκεται η περιεκτικότητα της αλκοόλης σε ml/κ.ό.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ

7.5 Προσδιορισμός πτητικής οξύτητας.

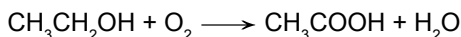
7.5.1 Σκοπός.

Ο υπολογισμός της οξύτητας που οφείλεται σε πτητικά οξέα.

7.5.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η πτητική οξύτητα οφείλεται κυρίως στο οξικό οξύ. Σε κανονικό οίνο, απαντά σε ελάχιστα ποσοστά.

Είναι αποτέλεσμα της **οξικής ζυμώσεως** (μετατροπή της αλκοόλης παρουσία οξειδάσης και O_2 σε οξικό οξύ):



Σε ελαττωματικό οίνο βρίσκονται πτητικά οξέα σε αυξημένα ποσοστά (αποτέλεσμα δράσεως των βακτηρίων της οξικής ζυμώσεως).

7.5.3 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια.

1) Προχοίδα 25 ml. 2) Κωνική φιάλη 250 ml. 3) 0,1 M NaOH. 4) Φαινολοφθαλείνη 1%.

7.5.4 Τεχνική.

Το απόσταγμα [Άσκηση 4 , παράγρ. 7.4], μετά τη μέτρηση των αλκοολικών βαθμών, φέρεται σε κωνική φιάλη των 250 ml και ογκομετρείται παρουσία φαινολοφθαλείνης με διάλυμα 0,1 M NaOH. Το αποτέλεσμα εκφράζεται σε g $CH_3COOH\%$ κ.ό.

7.5.5 Τεχνικές πληροφορίες.

1. 1 ml 0,1 M NaOH εξουδετερώνει 0,006 g CH_3COOH .
2. Η οξύτητα δεν πρέπει να υπερβαίνει το 1,5% κ.ό.
3. Η ογκομέτρηση εκτελείται στο απόσταγμα, γιατί όλες οι πτητικές ουσίες αποστάζουν συγχρόνως με την αλκοόλη.
4. Η συσκευή του σχήματος 7.4 ονομάζεται και συσκευή **πτητικής οξύτητας**, επειδή στο απόσταγμα που λαμβάνεται περιέχεται και CH_3COOH (οξικό οξύ).

ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ

7.6 Προσδιορισμός στερεού υπολείμματος.

7.6.1 Σκοπός.

Η εξακρίβωση της νοθείας του οίνου (νερό-άλατα).

7.6.2 Τεχνική.

1. Σε κρυσταλλωτήριο των 100 ml φέρονται 20 ml οίνου ή γλεύκους και το δείγμα εξατμίζεται σε ατμόλουτρο μέχρι ξηρού.
2. Θερμαίνεται στους 100°C και, μετά την ψύξη (στον ξηραντήρα), ζυγίζεται το στερεό υπόλειμμα, το βάρος του οποίου ανάγεται σε g %.

7.6.3 Παρατηρήσεις.

Όταν πρόκειται για γλεύκος, από το στερεό υπόλειμμα αφαιρούμε το ποσοστό του σακχάρου.

Σε κανονικό οίνο, το στερεό υπόλειμμα πρέπει να κυμαίνεται μεταξύ 20-30% κ.ό. Μπορούμε να υπολογίσουμε τη μέση σύνθεση οίνου, αν λάβουμε υπόψη ότι:

1. Στερεό υπόλειμμα είναι τα άλατα και τα μη πτητικά οξέα.
 2. Πτητικές ουσίες είναι η αλκοόλη, το οξικό οξύ και το νερό.
 3. Οινόπνευματικοί βαθμοί είναι μόνο η περιεκτικότητα του οίνου σε αλκοόλη.
- Στον πίνακα 7.6.1 αναφέρονται οι αναλογίες των συστατικών κανονικού οίνου.

ΠΙΝΑΚΑΣ 7.6.1
Πίνακας τιμών συστατικών οίνου

1. H ₂ O	870 – 880 g/l
2. CH ₃ CH ₂ OH	100 ml/l
3. Άλατα και οξέα	22 g/l
4. Σάκχαρο	0 l

ΑΣΚΗΣΗ ΕΒΔΟΜΗ

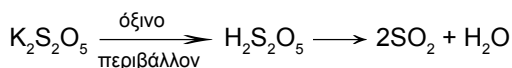
7.7 Προσδιορισμός ολικού θειώδους οξέος.

7.7.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η παρουσία των θειωδών οξέων ή αλάτων στους οίνους οφείλεται κυρίως στο ότι προστίθενται στο γλεύκος, για την αποστείρωσή του.

Το H₂SO₃ απαντά και ως ελεύθερο και ως ενωμένο. Το ελεύθερο βρίσκεται υπό μορφή SO₂ και οξίνων θειωδών αλάτων. Το ενωμένο αποτελείται από ενώσεις του με καρβοξυλικές ενώσεις (σάκχαρα, αλδεΐδες, χρωστικές ύλες κ.λ.π.).

Το θειώδες οξύ προστίθεται συνήθως στο γλεύκος υπό μορφή άλατος – του πυροθειώδους καλίου K₂S₂O₅ – το οποίο, στο κατάλληλο περιβάλλον, διασπάται κατά την εξίσωση:



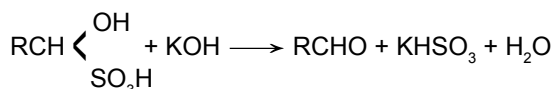
Τονίζεται ότι το θειώδες οξύ δεν είναι συστατικό του γλεύκους και χρησιμοποιείται για απολύμανση και ως αντισηπτικό του βαρελιού και του γλεύκους (σκοτώνει τους μικροοργανισμούς που μπορούν να βλάψουν τη ζύμωση).

Στην οινοτεχνική χρησιμοποιείται άλας του καλίου (K₂S₂O₅), επειδή έχει το πλεονέκτημα να περιέχει K⁺, που είναι και κανονικό συστατικό του γλεύκους.

Η περιεκτικότητα του ολικού H₂SO₃ στους οίνους δεν πρέπει να υπερβαίνει το όριο των 450 mg/l.

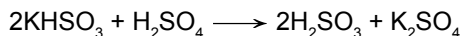
7.7.2 Τεχνική.

1. Σε σφαιρική φιάλη των 250 ml φέρονται 25 ml 1 N KOH και 50 ml οίνου με σιφώνιο, το άκρο του οποίου είναι εμβαπτισμένο στο αλκαλικό διάλυμα.
2. Αφήνουμε το διάλυμα να επιδράσει για 15 min οπότε λαμβάνει μέρος η αντίδραση του δεσμευμένου θειώδους με το KOH:



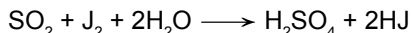
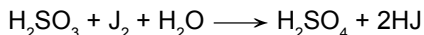
και προσθέτουμε 10 ml H₂SO₄ 25% κ.ο.

Ακολουθώντας προσθέτουμε 10 ml H₂SO₄ 25% κ.ο. για να διασπασθεί το KHSO₃:



Το μείγμα ογκομετρείται, παρουσία δείκτη αμύλου, με 0,02 N διαλύματος J_2 , μέχρι να αποκτήσει χρώμα μπλε.

Οι αντιδράσεις της ογκομετρήσεως είναι:



7.7.3 Παρατηρήσεις.

1 ml 0,02N J_2 ισοδυναμεί με 0,82 mg H_2SO_3

Η περιεκτικότητα εκφράζεται σε mg H_2SO_3 ‰.

ΑΣΚΗΣΗ ΟΓΔΟΗ

7.8 Προσδιορισμός διοξειδίου του άνθρακα.

7.8.1 Σκοπός.

Η εύρεση της ποσότητας CO_2 που περιέχεται στους αφρώδεις οίνους.

Το CO_2 είναι το δεύτερο προϊόν της αλκοολικής ζυμώσεως, με πρώτο ως γνωστόν την αλκοόλη. Οι αφρώδεις οίνοι περιέχουν σημαντική ποσότητα διοξειδίου του άνθρακα λόγω του ότι η ζύμωση σε αυτούς ολοκληρώνεται μέσα στις φιάλες.

7.8.2 Τεχνικές προσδιορισμού.

α) Προσδιορισμός με τη μανομετρική μέθοδο.

Η συνήθης μέθοδος στην περίπτωση ημιαφρωδών ή αφρωδών οίνων είναι η μανομετρική. Η συσκευή που επιτρέπει τη μέτρηση της υπερπίεσεως του CO_2 στις φιάλες ονομάζεται **αφρόμετρο**. Αυτό διαφέρει κατά τη μορφή ανάλογα με τον πωματισμό της φιάλης. Οι συσκευές είναι βαθμονομημένες σε μονάδες πίεσεως, τα Pascals (Pa).

7.8.3 Τρόπος εργασίας.

Η μέτρηση πραγματοποιείται σε φιάλες, των οποίων η θερμοκρασία είναι σταθεροποιημένη επί 24 ώρες τουλάχιστον. Η σχέση μεταξύ της πίεσης και της ποσότητας του CO_2 που περιέχεται σε έναν αφρώδη οίνο είναι:

$$g\ CO_2 / l\ οίνου: 1,951 \cdot Pa_{20^\circ C} \cdot (0,86 - 0,01 A) \cdot (1 - 0,001444 S)$$

όπου: A ο αλκοολικός βαθμός του οίνου στους $20^\circ C$ και

S η περιεκτικότητα του οίνου σε σάκχαρα σε g/l.

Όταν η θερμοκρασία μετρήσεως δεν είναι $20^\circ C$ απαιτείται διόρθωση με πολλαπλασιασμό της μετρούμενης πίεσεως επί το συντελεστή $Pa_{20^\circ C}$ από κατάλληλο πίνακα.

β) Προσδιορισμός με τη μέθοδο αναφοράς.

7.8.4 Στάδια εργασίας.

1. Ο οίνος καθώς και το σιφώνιο των 10 mL που θα χρησιμοποιηθεί ψύχονται στους $0^\circ C$.
2. Σε ποτήρι ζέσεως των 100 ml φέρονται 25 ml 0,1 M NaOH, δύο σταγόνες διάλυμα καρβονικής ανυδράσης (1g/L) και 10 ml οίνου που έχει ψυχθεί στους $0^\circ C$.
3. Το ποτήρι τοποθετείται σε μαγνητικό αναδευτήρα και ανακινείται ήπια.
4. Όταν το υγρό αποκτήσει θερμοκρασία περιβάλλοντος προσθέτομε βραδέως με προχοΐδα διάλυμα 0,1 M NH_2SO_4 μέχρι pH 4,0.

Έστω α η κατανάλωση του οξέος για να μεταπείσει η τιμή pH από 8,6 σε 4,0.

5. Παράλληλα απομακρύνουμε τον ανθρακικό ανυδρίτη (CO_2) από 50 ml οίνου με ανακίνηση υπό κενό επί 3 min, ενώ η φιάλη που περιέχει τον οίνο είναι εμβαπτισμένη σε υδατόλουτρο 25°C .

6. Λαμβάνονται 10 ml οίνου από τον οποίο απομακρύνθηκε το CO_2 και εκτελούμε την τιτλοδότηση όπως παραπάνω.

Έστω β η κατανάλωση του CO_2 και με δεδομένο ότι 1 ml 0,1 M NaOH ισοδυναμεί με 4,4 mg CO_2 η περιεκτικότητα του οίνου σε g CO_2 / l ισούται με: **0,44 ($\alpha - \beta$)**.

7.8.5 Παρατηρήσεις.

1. Στην περίπτωση που η ποσότητα CO_2 στον οίνο είναι μικρή, η προσθήκη της καρβονικής ανυδράσης για την κατάλυση της ενυδατώσεως του CO_2 δεν είναι απαραίτητη.
2. Η μέθοδος αυτή είναι κατάλληλη ακόμη για τον προσδιορισμό περιεκτικότητας CO_2 μέχρι 2 g/l σε χυμούς φρούτων ή αναψυκτικά. Σε περιπτώσεις μεγαλύτερης περιεκτικότητας ακολουθείται η μέθοδος του αφρομέτρου.
3. Η περιεκτικότητα CO_2 προκύπτει από τον όγκο του όξινου διαλύματος που προστίθεται για να μεταβληθεί το pH από 8,6 (Na_2CO_3) σε 4,0 (H_2CO_3).
4. Η τιτλοδότηση-μάρτυρας που πραγματοποιείται με τις ίδιες συνθήκες στον οίνο επιτρέπει να εξουδετερωθεί η ποσότητα του NaOH που καταναλώνεται για τα οξέα του οίνου.

ΑΣΚΗΣΗ ΕΝΑΤΗ

7.9 Προσδιορισμός $\text{SO}_4^{=}$ θειικών.

7.9.1 Τεχνική.

1. Σε κωνική φιάλη των 250 ml φέρονται 50 ml οίνου και προσθέτουμε 1 ml πυκνού HCl (οξύνιση).
2. Θερμαίνουμε μέχρι βρασμού και προσθέτουμε 2–5 ml διάλυμα BaCl_2 10%. Ο βρασμός συνεχίζεται για 2 min.
3. Μετά από 12 ώρες (καθίζηση BaSO_4), διηθούμε, πυρώνουμε, ζυγίζουμε και ανάγουμε το αποτέλεσμα σε mg K_2SO_4 %ο κ.ό.

7.10 Κυανή διαύγαση (αποσιδήρωση) των οίνων.

7.10.1 Γενικές πληροφορίες.

Ένα από τα σπουδαιότερα προληπτικά μέτρα των αλλοιώσεων, που οφείλονται σε άλατα Fe, είναι η διαδικασία της αποσιδήρωσης των οίνων.

Η διαδικασία αυτή αποβλέπει στη μετατροπή των διαλυτών αλάτων του οίνου σε αδιάλυτα.

Το μέσο, με το οποίο πραγματοποιείται η αποσιδήρωση, είναι το σιδηροκυανιούχο κάλι $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$.

Η αποσιδήρωση λέγεται **κυανή διαύγαση**, επειδή καθιζάνει ο σίδηρος ως σιδηροκυανιούχος σίδηρος – ίζημα κυανό – το λεγόμενο **κυανούν του Βερολίνου** $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$.

Επισημαίνεται ιδιαίτερα ότι η ποσότητα του $K_4[Fe(CN)_6]$, που προστίθεται για τη διάγνωση, είναι ανάλογη της περιεκτικότητας του οίνου σε Fe^{+++} .

Δεν πρέπει ποτέ να υπάρχει στον οίνο περίσσεια του $K_4[Fe(CN)_6]$. Γι' αυτό εκτελούνται ειδικές δοκιμές. Με τη δοκιμή αυτή έχουμε μεγαλύτερη ασφάλεια, γιατί υπολογίζεται ακριβώς η απαιτούμενη ποσότητα του αντιδραστήριου για την καταβύθιση του τρισθενούς σιδήρου.

Τελευταία, για την αποσιδήρωση χρησιμοποιούνται το Λουξ α' και το Λουξ β'.

Το Λουξ α' είναι ο $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ (ένυδρος θειικός ψευδάργυρος).

Το Λουξ β' είναι το $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$ (ένυδρο σιδηροκυανιούχο κάλιο).

Τα δύο αυτά αντιδραστήρια με καθορισμένες ποσότητες προστίθενται κατά σειρά στον οίνο, οπότε αντιδρούν μεταξύ τους και παρέχουν πηκτωματώδες ίζημα, το οποίο καθιζάνει και παρασύρει τα αιωρήματα, προκαλώντας τη διάγνωση του οίνου.

Η εργασία αυτή, που λέγεται **λουξάρισμα** ή **κολλάρισμα** του οίνου, πρέπει να γίνεται με την επίβλεψη χημικού, γιατί υπάρχει κίνδυνος σχηματισμού τοξικών ουσιών (HCN, κυανιούχα άλατα).

Διόρθωση γλεύκους.

Αυτή συνιστάται κυρίως στη διόρθωση της οξύτητας του γλεύκους, καθώς και στη διόρθωση του σακχάρου του.

7.11 Διόρθωση σακχάρου.

Η διόρθωση της περιεκτικότητας του σακχάρου στο γλεύκος γίνεται για την αύξηση ή ελάττωση του σακχαρικού τίτλου.

7.11.1 Μέθοδοι διορθώσεως σακχάρου.

Η αύξηση επιτυγχάνεται με διάφορους τρόπους:

- 1) Με ανάμειξη του πτωχού σε σάκχαρο γλεύκους με πλουσιότερο σε σάκχαρο.
- 2) Με προσθήκη συμπυκνωμένου γλεύκους.
- 3) Με προσθήκη ξηρής σταφίδας (κορινθιακής).
- 4) Με προσθήκη ζάχαρης.

Η κατά φυσικότερο τρόπο αύξηση επιτυγχάνεται με την προσθήκη συμπυκνωμένου γλεύκους.

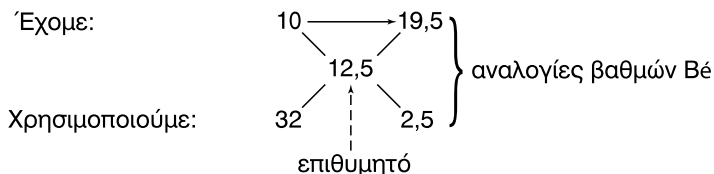
Αν η διόρθωση γίνεται με ζάχαρη του εμπορίου (καλαμοσάκχαρο), για κάθε 1 οινοπνευματικό βαθμό του οίνου που θα παραχθεί απαιτείται ποσότητα 1950 g ($\approx$ 2 kg) ζάχαρη για 100 l γλεύκους.

Η αύξηση του οινοπνεύματος με την προσθήκη ζάχαρης δεν είναι απεριόριστη και δεν πρέπει να είναι μεγαλύτερη από 2–3 βαθμούς.

Η προσθήκη του καλαμοσακχάρου πραγματοποιείται με διάλυση της ποσότητας που χρειάζεται σε χλιαρό νερό και με προσθήκη σ' αυτό 20 g τρυγικού οξέος για κάθε 1 kg σακχάρου που θα προστεθεί.

7.11.2 Άσκηση – Εφαρμογή 1.

300 l γλεύκους 10,0 Bé πρέπει να ενισχυθούν, με συμπυκνωμένο γλεύκος 32° Bé, ώστε να προκύψει γλεύκος με 12,5° Bé.

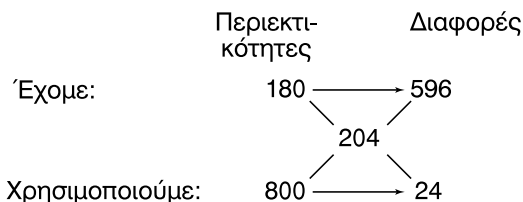
Λύση:

Ο λόγος $2,5/19,5 = 0,1025$ για 1l, για κάθε 100 l γλεύκους 10° Βέ αντιστοιχεί σε προσθήκη 10,25 l γλεύκους 32° Βέ, ώστε να έχουμε 110,25 l γλεύκους $12,5^\circ$ Βέ.

Επειδή όμως το γλέυκος είναι 300 l, θα χρειασθούν $10,25 \times 3 = 30,75$ l των 32° Βέ, άρα συνολικός όγκος γλεύκους $12,5^\circ$ Βέ 330,75 l.

7.11.3 Άσκηση – Εφαρμογή 2.

Γλέυκος περιεκτικότητας σε σάκχαρο 180 g/l θα δώσει οίνο $10,5^\circ$. Επιθυμούμε γλέυκος περιεκτικότητας σε σάκχαρο 204 g/l. Με ποια αναλογία θα αναμείξουμε τον όγκο του γλεύκους με συμπυκνωμένο γλέυκος 800 g/l σε σάκχαρο;



Επομένως, για σύνολο $596 + 24 = 620$ μερών γλεύκους, πρέπει να αναμειχθούν 596 μέρη γλεύκους των 180 g/l και 24 μέρη γλεύκους συμπυκνωμένο των 800 l, ώστε να πάρουμε το επιθυμητό γλέυκος των 204 g/l, το οποίο, αφού υποστεί ζύμωση, θα δώσει κανονικό οίνο ($12,3^\circ$).

7.11.4 Αύξηση σακχάρου με προσθήκη σταφίδας.

Πολλές φορές, για την αύξηση του σακχάρου χρησιμοποιείται σταφίδα, η οποία είναι προτιμότερη από το καλαμοσάκχαρο, επειδή περιέχει ζυμώσιμο σάκχαρο και δεν απαιτείται η ιμβερτοποίηση που κουράζει τους ζυμομύκητες.

Η περιεκτικότητα της σταφίδας σε σάκχαρο είναι κατά μέσο όρο 60% και γι' αυτό έχει υπολογισθεί ότι, για διόρθωση (αύξηση) κατά 1 οινοπνευματικό βαθμό, απαιτείται βάρος 3–4 kg σταφίδας για κάθε 100 l γλεύκους.

Η προσθήκη της σταφίδας πραγματοποιείται κατά το μέσο της ζυμώσεως (5–6 Βέ), αφού η ποσότητα της σταφίδας που χρειάζεται για το σκοπό αυτό αλεσθεί, βρασθεί με ποσότητα γλεύκους και ψυχθεί το διάλυμα.

7.11.5 Ελάττωση του σακχάρου.

Η διόρθωση αυτή, που είναι απαραίτητη για τα ελληνικά γλέυκη, λόγω των κλιματολογικών συνθηκών που επικρατούν στη χώρα μας, εφαρμόζεται συχνά για την παρασκευή ξηρών οίνων και ειδικότερα ρετσίνας (ρητινίτης οίνος).

Η ελάττωση του σακχάρου επιτυγχάνεται με την προσθήκη υπολογισμένου όγκου νερού που βρίσκεται από τον τύπο:

$$x = \frac{\Sigma - \sigma}{\sigma} \cdot 1000$$

όπου: x τα ζητούμενα ml του νερού που θα προστεθούν.

Σ το ποσοστό του σακχάρου g/l του γλεύκους που υπάρχει.

σ το ποσοστό του σακχάρου του επιθυμητού σε g/l του γλεύκους που θα παραχθεί.

1000 η έκφραση του αποτελέσματος – διόρθωση για κάθε 1l = 1000 ml γλεύκους.

Εφόσον η οξύτητα είναι κανονική, μαζί με την ποσότητα του νερού, πρέπει να διαλυθεί σ' αυτό και η αντίστοιχη ποσότητα τρυγικού οξέος, ώστε, μετά τη διόρθωση, η οξύτητα να παραμείνει στα κανονικά όρια.

Στην πράξη, προσθέτομε το 80% του θεωρητικά υπολογιζομένου όγκου νερού. Τα x ml νερού προστίθενται σε 1 l γλεύκους.

7.11.6 Άσκηση – Εφαρμογή.

Έχομε γλεύκος περιεκτικότητας σε σάκχαρο 230 g/l και οξύτητας 6 g/l σε τρυγικό οξύ. Επιθυμούμε να το διορθώσουμε ώστε να προκύψει γλεύκος με σάκχαρο 200 g/l και οξύτητα 6 g/l.

Λύση:

Σύμφωνα με τη σχέση:
$$x = \frac{\Sigma - \sigma}{\sigma} \cdot 1000$$

έχομε
$$x = \frac{230 - 200}{200} \cdot 1000 \Rightarrow x = \frac{30}{200} \cdot 1000 \Rightarrow x = 150 \text{ ml H}_2\text{O}$$

Στην πράξη, θα προσθέσουμε $150 \times 0,80 = 120 \text{ ml H}_2\text{O/l}$ μονάδα. Για να παραμείνει η οξύτητα κανονική, πρέπει να υπολογίσουμε την απαραίτητη ποσότητα του τρυγικού οξέος:

Στα 1000 ml περιέχονται 6 g τρυγικό οξύ

120 ml x;

$$x = \frac{120 \cdot 6}{1000} = 0,72 \text{ g τρυγικό οξύ/120 ml H}_2\text{O}$$

Ωστε, για να έχομε γλεύκος 200 g/l σε σάκχαρο και οξύτητα 6 g/l σε τρυγικό οξύ, πρέπει να προσθέσουμε 120 ml H₂O και 0,72 g τρυγικού οξέος ανά l γλεύκους των 230 g/l σε σάκχαρο.

7.12 Διόρθωση οξύτητας.

Η διόρθωση της οξύτητας του γλεύκους γίνεται για την αύξηση ή ελάττωση της περιεκτικότητας σε οξέα.

7.12.1 Αύξηση της οξύτητας.

Για την αύξηση της οξύτητας, η φυσιολογική μέθοδος είναι η ανάμειξη του πτωχού σε οξύτητα γλεύκους με άλλο πλουσιότερο σε οξέα.

Σήμερα, ο πιο συνηθισμένος τρόπος για τη διόρθωση της οξύτητας είναι η προ-

σθήκη στο γλεύκος ποσοτήτων οξέων, κυρίως τρυγικού και κιτρικού.

Η ολική ογκομετρούμενη οξύτητα πρέπει να κυμαίνεται μεταξύ 4–5 ‰ σε H_2SO_4 .

Για αύξηση της οξύτητας του γλεύκους κατά 1‰ σε τρυγικό οξύ, απαιτείται προσθήκη 1,5 ‰ περίπου τρυγικού οξέος, επειδή, όταν το pH του γλεύκους είναι πάνω από 3,5 ένα μέρος του τρυγικού οξέος αντιδρά παρουσία της αλκοόλης και σχηματίζεται αδιάλυτο σώμα από όξινο τρυγικό κάλιο.

Η ποσότητα του τρυγικού οξέος, που χρησιμοποιείται για την αύξηση της οξύτητας, δεν επιτρέπεται να υπερβαίνει το ποσοστό 200 g/100 l γλεύκους. Προσθήκη μεγαλύτερης ποσότητας προκαλεί δριμύτητα στη γεύση του οίνου.

Η ποσότητα του κιτρικού οξέος που θα προστεθεί πρέπει να είναι μέχρι 0,5 ‰ ή 50 g/100 l γλεύκους.

Η προσθήκη του τρυγικού οξέος γίνεται στην αρχή της ζυμώσεως, γιατί αυτό απομειώνεται εύκολα, ενώ του κιτρικού οξέος γίνεται στο τέλος της ζυμώσεως. Οι ποσότητες προστίθενται αφού πρώτα διαλυθούν σε θερμό νερό.

Η προσθήκη του κιτρικού οξέος σε μικρή αναλογία είναι απαραίτητη, γιατί χαρίζει ευχάριστη γεύση και υποβοηθεί στη διαύγαση (αποφυγή θολωμάτων που οφείλονται κυρίως στο Fe).

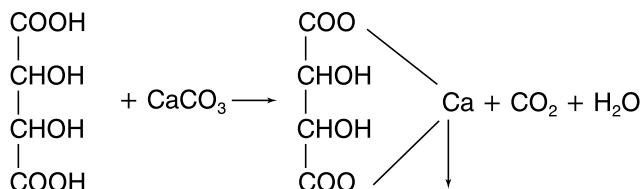
Τέλος αύξηση της οξύτητας προκαλεί και η προσθήκη γύψου ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), επειδή όμως με αυτήν εμπλουτίζεται ο οίνος σε K_2SO_4 , πράγμα που επιφέρει σ' αυτόν ασθένειες και έχει επιβλαβή επίδραση στον ανθρώπινο οργανισμό, η χρήση του έχει περιορισθεί.

7.12.2 Ελάττωση οξύτητας.

Στην Ελλάδα, τα γλεύκη συνήθως έχουν αυξημένο ποσό σακχάρου και ελαττωμένο ποσό οξέων. Επομένως περιπτώσεις ελαττώσεως της οξύτητας είναι σπάνιες.

Το CaCO_3 , K_2CO_3 , KHCO_3 κ.ά. χρησιμοποιούνται για την ελάττωση της οξύτητας. Η διόρθωση αυτή πρέπει να αποφεύγεται, για την καλή ποιότητα του οίνου (γεύση, θολώματα κ.λ.π.).

Το απαιτούμενο ποσό του CaCO_3 που προστίθεται για τη μείωση της οξύτητας του γλεύκους, βρίσκεται από την εξίσωση:



Από την εξίσωση αυτή υπολογίζεται ότι, για κάθε 1 βαθμό ελαττώσεως της οξύτητας, απαιτείται προσθήκη 0,67 g CaCO_3 .

Με την προσθήκη του CaCO_3 , ελαττώνεται πρώτα το τρυγικό οξύ που περιέχεται και μετά δεσμεύεται μέρος του περιεχόμενου οξικού οξέος < 2 g/l.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΟΓΔΟΟ

ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΓΑΛΑΚΤΟΣ

Γενικές πληροφορίες.

Νωπό γάλα ονομάζεται το προϊόν που λαμβάνεται **«από την ολοκληρωτική και χωρίς διακοπή άμελη υγιούς γαλακτοφόρου ζώου»**, που δεν έχει υποστεί καμιά άλλη επεξεργασία εκτός από διήθηση, ψύξη και ομογενοποίηση.

Το γαλακτοφόρο ζώο πρέπει να ζει σε υγιεινούς χώρους και να τρέφεται καλά (ποιοτική διατροφή).

Το γάλα αποτελεί τη σπουδαιότερη ίσως τροφή για τον άνθρωπο, επειδή τα συστατικά του παρέχουν το σύνολο των θρεπτικών ουσιών που έχει ανάγκη (πρωτεΐνες, υδατάνθρακες, λίπος, άλατα κ.λ.π.).

Τα κυριότερα προϊόντα του γάλακτος είναι το τυρί, το βούτυρο και το γιαούρτι.

Πλάσμα γάλακτος είναι το υγρό που απομένει μετά την απομάκρυνση του λίπους από το γάλα.

Ορός γάλακτος είναι το υπόλοιπο του υγρού, που απομένει μετά την αφαίρεση του λίπους και των λευκωμάτων (καζεΐνης).

Χημική σύσταση.

Τα βασικότερα συστατικά του γάλακτος είναι (αναλογίες τιμών κατά μέσο όρο) (πίνακας 8.1):

1. H_2O 86 – 88%.
2. Λίπος 3,75%.
3. Καζεΐνη 2,80%
4. Αλβουμίνη 0,60%
5. Λακτόζη 4,70% (υδατάνθρακας)
6. Ανόργανα άλατα 0,75% φωσφορικά, χλωριούχα, θειικά και νιτρικά άλατα του Ca, Mg, K, Na.
7. Οξέα 0,18%.
8. Ένζυμα (λιπάσες, λακτάσες, φωσφατάσες – βιταμίνες (κυρίως A, D, E, K) και αέρια.

ΠΙΝΑΚΑΣ 8.1

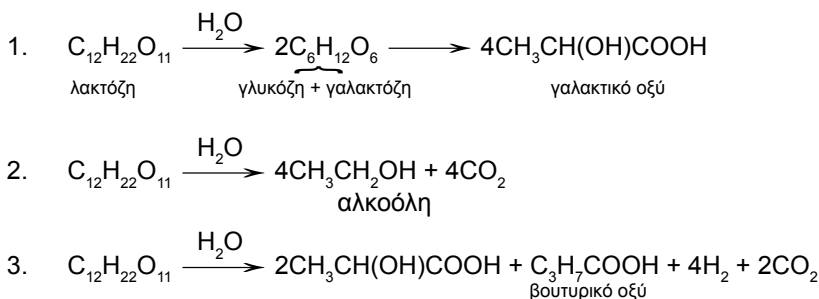
Διακυμάνσεις της συστάσεως των διαφόρων ειδών γάλακτος

	Αγελαδινό	Κατσικίσιο	Πρόβειο
Λίπος (%)	3,6 – 4,8	3,3 – 6,9	5,8 – 8,1
Πρωτεΐνη (%)	2,9 – 3,5	2,4 – 6,0	4,9 – 6,8
Λακτόζη (%)	4,5 – 4,9	4,0 – 4,8	4,2 – 4,9
Τέφρα (%)	0,6 – 0,8	0,6 – 1,1	0,8 – 1,0
pH	6,6 – 6,7	6,3 – 6,8	6,5 – 6,8
Οξύτητα (%) Β.Ο.	0,15 – 0,18	0,14 – 0,23	0,22 – 0,25
Σ.Υ.Α.Λ.* % ελάχιστο	8,5	9,0	10,20

Η καζεΐνη είναι το κυριότερο λεύκωμα του γάλακτος και καθιζάνει, όταν το pH του κατέβει κάτω από 4,6 με προσθήκη HCl σε θερμοκρασία 20°C.

Η λακτόζη είναι δισακχαρίτης (γλυκόζη + γαλακτόζη). Σχηματίζεται στο μαστό του γαλακτοφόρου ζώου από τη γλυκόζη του αίματος και αποτελεί το συστατικό που βρίσκεται σε μεγαλύτερη αναλογία μέσα στο γάλα μετά από το H₂O.

Οι σπουδαιότερες ζυμώσεις του γάλακτος είναι η γαλακτική, η αλκοολική και η βουτυρική. Οι χημικές αντιδράσεις, με τις οποίες αποδίδονται είναι κατά σειρά:



Όταν η περιεκτικότητα του γαλακτικού οξέος ανέβει στο 0,3%, γίνεται αισθητή η όξινη γεύση του γάλακτος, ενώ όταν φθάσει τα όρια 0,6–0,7% επέρχεται η πήξη (κόψιμο) του γάλακτος.

Φυσικοχημικές σταθερές του γάλακτος κατά μέσο όρο:

1.	ε.β.	1,032 (15°C)
2.	σ.π.	– 0,525, σ. π. > – 0,525 είναι ύποπτο νοθείας με νερό
3.	δ.δ.	1,349
4.	pH	6,6
5.	Αγωγιμότητα	40 – 56 · 10 ⁴ μmhos/cm

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

8.1 Μέτρηση ε.β. γάλακτος 15°C.

8.1.1 Σκοπός.

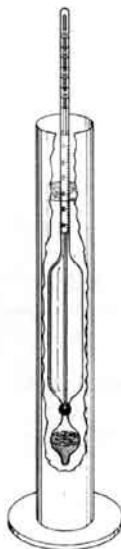
Η εξακρίβωση τυχόν νοθείας του γάλακτος και ο υπολογισμός των στερεών συστατικών σε συνδυασμό με τη λιποπεριεκτικότητα (περιεκτικότητα σε λίπος).

8.1.2 Τεχνική.

1. Σε ογκομετρικό κύλινδρο των 200 ml φέρεται όγκος του δείγματος, όπου εμβάπτιζεται το γαλακτόμετρο [όργανο κλίμακας 15–40 που αντιστοιχεί σε τιμές ε.β. 1,01 5–1,040 και με προσαρμοσμένη κλίμακα θερμοκρασίας 0–40°C (σχ. 8.1)].

Η εμβάπτιση γίνεται μέχρι την υποδιαίρεση 28 της κλίμακας και το γαλακτόμετρο αφήνεται ελεύθερο.

Η ποσότητα του γάλακτος θα πρέπει να είναι τόση, ώστε με την εμβάπτιση να επέρχεται υπερχείλιση.



Σχ. 8.1.
Γαλακτόμετρο.

2. Επειδή το αποτέλεσμα της μετρήσεως δίνεται στους 15°C , για κάθε 1°C πάνω από τους 15°C προσθέτουμε στην ένδειξη το συντελεστή διορθώσεως 0,18. Για κάθε 1°C κάτω από τους 15°C αφαιρούμε το 0,18.

8.1.3 Υπολογισμοί.

Έστω ένδειξη γαλακτομέτρου 32 στους 20°C .

Τότε θα έχουμε:

$$20^{\circ}\text{C} - 15^{\circ}\text{C} = 5^{\circ}\text{C}$$

$$\text{διόρθωση: } 5 \times 0,18 = 0,90$$

$$\text{ένδειξη τους } 15^{\circ}\text{C: } 32 + 0,90 = 32,90$$

$$\text{άρα ε.β.} = 1,0329$$

Αναφέρεται ότι το πρώτο ψηφίο της ενδείξεως του γαλακτομέτρου αποτελεί το δεύτερο δεκαδικό ψηφίο μετά το 0, ενώ ο ακέραιος είναι η μονάδα.

8.1.4 Τεχνικές πληροφορίες.

- Η τιμή του ε.β. του γάλακτος εξαρτάται:
 - Από τη λιποπεριεκτικότητα (αύξησή της – ελαττωμένο ε.β.).
 - Από την περιεκτικότητα σε πρωτεΐνες και άλατα (αύξησή της – αυξημένο ε.β.).
- Σύμφωνα με τις προδιαγραφές τα κατώτερα όρια των τιμών του ε.β. είναι:
 - Γάλα αγελάδας 1,030.
 - Γάλα αίγας 1,032.
 - Γάλα προβάτου 1,035.
- Η ανάγνωση της ενδείξεως στην κλίμακα του γαλακτομέτρου λαμβάνεται στο πάνω μέρος του σχηματιζόμενου μηνίσκου.
- Συντελεστής διορθώσεως του ε.β. είναι και ο 0,0002, για διόρθωση 1°C . Όταν χρησιμοποιείται ο συντελεστής αυτός, πρέπει πρώτα να αναφέρεται το ε.β. στους $^{\circ}\text{C}$ που μετρήθηκε και μετά να προσθέτουμε ή να αφαιρούμε το γινόμενο της διαφοράς θερμοκρασίας 15°C και μετρήσεως.

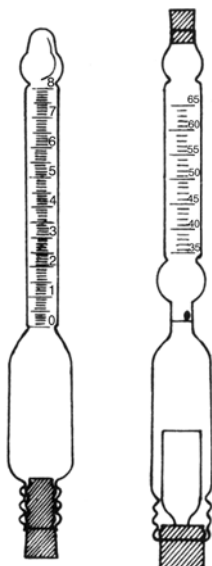
ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

8.2 Προσδιορισμός λίπους κατά Gerber.**8.2.1 Σκοπός.**

Η εξακρίβωση της αγνότητας του νωπού γάλακτος και ο υπολογισμός ξηρού υπολείμματος με τη σχέση Richmond.

8.2.2 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια.

1) Βουτυρόμετρο Gerber (σχ. 8.2). 2) Σιφώνιο 10 ml. 3) Σιφώνιο 1 ml. 4) Φυγοκεντρική συσκευή. 5) H_2SO_4 ε.β. 1,812–1,815 (11l H_2SO_4 πυκνό και 35 ml H_2O). 6) Αμυλική αλκοόλη.



Σχ. 8.2.
Βουτυρόμετρα Gerber.

8.2.3 Τεχνική.

1. Στο βουτυρόμετρο Gerber (ειδικά βαθμονομημένο γυάλινο σκεύος με ελαστικό πώμα) φέρομε με προσοχή 10 ml διαλύματος H_2SO_4 ε.β. 1,812.
2. Με προσοχή και από τα τοιχώματα του βουτυρομέτρου προσθέτομε κατά σειρά 11 ml γάλακτος και 1 ml αμυλικής αλκοόλης.
3. Στη συνέχεια, πωματίζομε καλά το βουτυρόμετρο και ανακατεύομε με προσοχή το μείγμα, ώσπου η καζεΐνη να διαλυθεί και να εξαφανισθούν τα καστανά κομμάτια της.
4. Τοποθετούμε το βουτυρόμετρο σε υδρόλουτρο θερμοκρασίας 65°C επί 5 min, φυγοκεντρούμε επί 3 min στις 1100 στροφές/min και μεταφέρομε πάλι το βουτυρόμετρο στο υδρόλουτρο επί 5 min.
5. Τέλος, λαμβάνεται η ένδειξη της στιβάδας του λίπους, ενώ κρατούμε το βουτυρόμετρο κατακόρυφα με το πώμα προς τα κάτω και το βαθμονομημένο σωλήνα προς τα πάνω.
Η ανάγνωση μετά τη διαχωριστική γραμμή των στιβάδων παρέχει απευθείας το επί τοις % ποσοστό του λίπους.

8.2.4 Παρατήρηση.

Αναφέρεται ότι το γάλα, πριν από οποιαδήποτε εξέταση, πρέπει να έχει υποστεί ομογενοποίηση, γιατί περιέχει λιποσφαιρίδια, τα οποία αν δεν διασπαρούν ομοιόμορφα, μεταφέρονται σαν ελαφρύτερα στην επιφάνεια του νερού.

Η μέθοδος Gerber βασίζεται στην προσβολή των λευκωμάτων με το H_2SO_4 και στο διαχωρισμό του λίπους με την προσθήκη αμυλικής αλκοόλης.

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ

8.3 Προσδιορισμός ξηρού υπολείμματος (Ξ.Υ.).

8.3.1 Σκοπός.

Ο υπολογισμός των συνολικών στερεών συστατικών του γάλακτος.

8.3.2 Τεχνική.

1. Σε κάψα πορσελάνης φέρονται 10 ml γάλακτος και προσθέτομε 3–5 σταγόνες ακετόνης ή οξικού οξέος 10%.
2. Τα εξατμίζομε μέχρι ξηράνσεως σε ατμόλουτρο και ξηραίνομε στους 100°C (επί 3 ώρες).
3. Τα ζυγίζομε και το επί τοις % αναγόμενο, κατά τα γνωστά, αποτέλεσμα παρέχει το στερεό υπόλειμμα με λίπος.
4. Επειδή είναι γνωστή η περιεκτικότητα του δείγματος σε λίπος, υπολογίζομε το ξηρό υπόλειμμα χωρίς λίπος, αν αφαιρέσομε το ποσοστό του λίπους:

$$\Sigma.Y. \text{ χωρίς λίπος } \% = \text{σύνολο } \Sigma.Y. \% - \Lambda\%$$

8.3.3 Παρατήρηση.

Η ακετόνη ή το οξικό οξύ προστίθενται για τη θρόμβωση των λευκωμάτων και την εξυπηρέτηση της εξατμίσεως (αποφυγή σχηματισμού υμένα).

Στην κάψα ή στο κρυσταλλωτήριο μπορεί να έχουν προστεθεί 3–5 g χαλαζιακής άμμου.

8.3.4 Ταχεία μέθοδος υπολογισμού του Ξ.Υ.

Σχέσεις Richmond:

Πειραματικά έχει αποδειχθεί ότι οι παρακάτω σχέσεις δίνουν πολύ ικανοποιητικά και ακριβή αποτελέσματα, όταν πρόκειται κυρίως για αγελαδινό γάλα και το ε.β. κυμαίνεται μεταξύ 1,020–1,036:

$$1. \Xi.Y. \% = \frac{E_r(15^\circ C)}{4} + \frac{6\Lambda}{5} + 0,14$$

$$2. \Xi.Y.X.\Lambda. \% = \frac{E_r(15^\circ C)}{4} + \frac{\Lambda}{5} + 0,14$$

όπου: $\Xi.Y.$ το ξηρό υπόλειμμα.

$\Xi.Y.X.\Lambda.$ το ξηρό υπόλειμμα χωρίς λίπος.

E_r η ένδειξη γαλακτομέτρου.

Λ η λιποπεριεκτικότητα επί τοις %.

ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

8.4 Προσδιορισμός οξύτητας.**8.4.1 Σκοπός.**

Ο έλεγχος της ποιότητας του γάλακτος και της γαλακτικής ζυμώσεως.

8.4.2 Τεχνική.

Σε κωνική φιάλη των 100 ml ή κάψα πορσελάνης φέρονται 10 ml γάλακτος και, παρουσία φαινολοφθαλεΐνης, ογκομετρούνται με 0,1 M NaOH, μέχρι να εμφανισθεί ρόδινο χρώμα (μέθοδος οξυμετρήσεως – εξουδετέρωση γαλακτικού οξέος).

8.4.3 Υπολογισμός.

Τα 1000 ml 0,1 M NaOH εξουδετερώνουν 9 g γαλακτικού οξέος

$$\frac{1,7}{x} = \frac{9}{0,0153} \quad x = 0,0153 \text{ g}$$

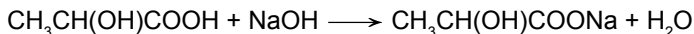
Στα 10 ml περιέχονται 0,0153 g γαλακτικού οξέος

$$\frac{100}{x} = \frac{0,0153}{0,00153} \quad x = 0,15\% \text{ κ.ο.}$$

Η κ.ό. περιεκτικότητα μετατρέπεται σε κ.β. όταν γνωρίζουμε την τιμή του ε.β. του γάλακτος.

8.4.4 Τεχνικές πληροφορίες.

1. Η αντίδραση της εξουδετερώσεως είναι:



2. Η οξύτητα εκφράζεται σε γαλακτικό οξύ επί τοις % ή σε **βαθμούς Soxhlet-Henckel** (S–H).

3. Στη δεύτερη περίπτωση χρησιμοποιείται διάλυμα N/4 NaOH και 10 ml δείγματος, οπότε η κατανάλωση, αν πολλαπλασιασθεί επί 10, παρέχει βαθμούς οξύτητας S–H.

4. Οι βαθμοί S–H μετατρέπονται σε οξύτητα γαλακτικού οξέος %, αν πολλαπλασιασθούν επί το συντελεστή 0,0225.

5. Το αγνό γάλα πρέπει να έχει οξύτητα σε S–H 7–8 βαθμούς ή μέχρι 0,18 % σε γαλακτικό οξύ.

8.4.5 Παρατηρήσεις.

Το φυσιολογικό γάλα έχει τιμή pH μεταξύ 6,45–6,70.

Αν το γάλα είναι αλκαλικό, τότε το γαλακτοφόρο ζώο πάσχει από χρόνια μαστίτιδα. Αν είναι πάνω από τα όρια της κανονικής οξύτητας, τούτο αποτελεί ένδειξη οξείας στρεπτοκοκκικής μαστίτιδας.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ

8.5 Προσδιορισμός λευκώματος κατά Pyre.**8.5.1 Σκοπός.**

Η εύρεση της περιεκτικότητας της καζεΐνης – χρήσιμης για την τυροκομική.

8.5.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η μέθοδος βασίζεται στην αναγωγική δράση της φορμόλης (HCHO 40%) όπου χάνεται η αμφολυτική ιδιότητα των μορίων (αμινοξέων) των λευκωμάτων και ανακτούν αυτά τις όξινες ιδιοτητές τους. **Η αμφολυτική δράση** τους οφείλεται, όπως είναι γνωστό, στη συνύπαρξη της αμινομάδας ($-\text{NH}_2$) και της καρβοξυλομάδας ($-\text{COOH}$) στο μόριο ενός αμινοξέος, το οποίο αποτελεί το **δομικό λίθο** των λευκωμάτων.

8.5.3 Τεχνική.

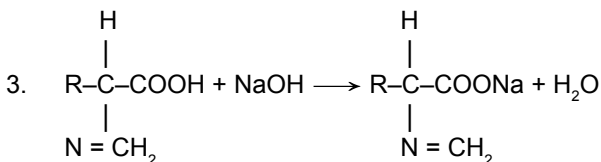
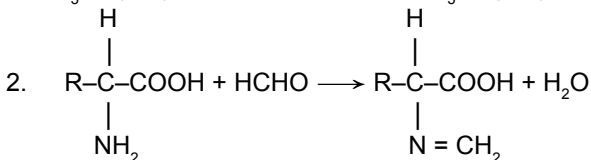
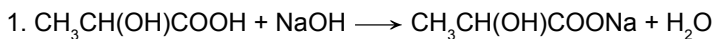
1. Σε κωνική φιάλη των 100 ml φέρονται 10 ml δείγματος, 3–5 σταγόνες φαινο-λοφθαλμίνης και 0,4 ml ουδέτερου κορεσμένου διαλύματος οξαλικού καλίου $(\text{COOK})_2$.
2. Μετά 2 min ηρεμίας του μείγματος, προσθέτουμε σταγόνες 0,1 M NaOH, για την εξουδετέρωση των οξέων και την κατανάλωση αυτή την αγνοούμε.
3. Κατόπιν προσθέτουμε 2 ml φορμόλης, αναδεύουμε και ογκομετρούμε με 0,1M NaOH. Έστω η κατανάλωση είναι α ml. Εκτελείται και λευκός προσδιορισμός και έστω η κατανάλωση για το τυφλό δείγμα είναι β ml.

8.5.4 Υπολογισμός.

$\alpha - \beta = \gamma$ ml η κατανάλωση για την αντίδραση των πρωτεϊνών. Από τη σχέση Λεύκωμα % = $\gamma \times 0,17 \times 10 = g$ % κ.ό. υπολογίζουμε το συνολικό ποσοστό του λευκώματος στο γάλα, όπου 0,17 = συντελεστής μετατροπής των ml NaOH 0,1 N σε g λευκώματος.

8.5.5 Παρατηρήσεις.

Οι αντιδράσεις που λαμβάνουν χώρα κατά τον προσδιορισμό είναι:



Για τον προσδιορισμό των λευκωμάτων του γάλακτος μπορεί να εφαρμοσθεί και η μέθοδος Kjeldahl, όπως αναφέρεται στην παράγραφο 5.6.

Ο προσδιορισμός τότε εκτελείται σε 20 g δείγματος και ο υπολογισμός δίνεται από τη σχέση:

$$\Lambda \% = \text{N} \% \times 6,38$$

όπου: Λ το λεύκωμα, Ν το συνολικό άζωτο, 6,38 ο ειδικός συντελεστής για το γάλα.

ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ

8.6 Μικροβιολογική εξέταση γάλακτος.**8.6.1 Σκοπός.**

Η εκτίμηση της μικροβιολογικής καταστάσεως του γάλακτος.

8.6.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Το γάλα και τα προϊόντα του έχουν μικροβιακή χλωρίδα, η οποία περιλαμβάνει μύκητες, ζύμες, βακτήρια και ιούς. Από τα παραπάνω άλλα σαπροφυτούν, με ορισμένες βιοχημικές δραστηριότητες και χωρίς πρακτικό ενδιαφέρον, άλλα σαπροφυτούν και αλλοιώνουν το γάλα και τα προϊόντα του (εντεροβακτηριακά, βάκιλλοι) και άλλα είναι παθογόνα για τον άνθρωπο και τα ζώα.

Η τεχνική της μεθόδου που εφαρμόζεται στο εργαστήριο ονομάζεται **μέθοδος σποράς** μέσα στο θρεπτικό υλικό και αποτελεί έμμεσο τρόπο εκτίμησης των μικροοργανισμών του γάλακτος, γιατί δεν μετρούνται απευθείας μικρόβια, αλλά οι ορατές αποικίες (με γυμνό μάτι) που δημιουργούνται στο θρεπτικό υπόστρωμα των τρυβλίων.

Με τη μέθοδο αυτή μια ορισμένη ποσότητα γάλακτος αναμειγνύεται με ρευστό θρεπτικό υλικό που περιέχει άγαρ, το οποίο αφήνεται να σταθεροποιηθεί και μετά επωάζεται για ορισμένο χρόνο σε καθορισμένες συνθήκες. Ο αριθμός των αποικιών που αναπτύσσονται δίνουν το μέγεθος της μικροβιακής χλωρίδας του γάλακτος.

8.6.3 Αντιδραστήρια – Όργανα.

1. Τρυβλία Petri.
2. Αριθμημένα σιφώνια του 1 ml.
3. Φιάλες και δοκιμαστικοί σωλήνες για να γίνουν οι αραιώσεις.
4. Κατάλληλο θρεπτικό υπόστρωμα που περιέχει άγαρ.

Όλα τα παραπάνω θα πρέπει να είναι αποστειρωμένα.

8.6.4 Παρασκευή θρεπτικού υλικού.

Το θρεπτικό υπόστρωμα μπορεί να είναι το κοινό θρεπτικό άγαρ ή οποιοδήποτε θρεπτικό υλικό, αφού τα περισσότερα είναι κατάλληλα για το σκοπό αυτό και δίνουν ισοδύναμα αποτελέσματα.

Ένα τέτοιο θρεπτικό υλικό που μπορεί να χρησιμοποιηθεί για το σκοπό αυτό έχει την παρακάτω σύσταση:

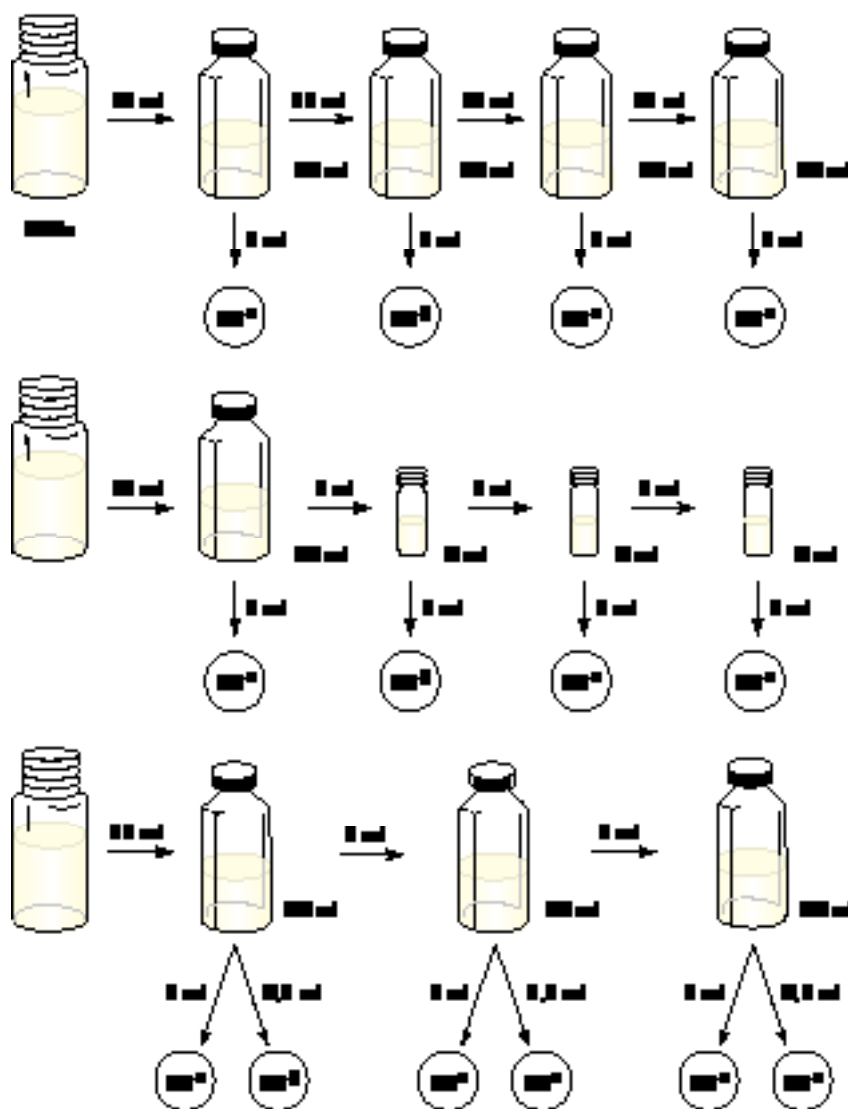
Υδρολυμένη καζεΐνη	5 g
Εκχύλισμα ζυμών	2,5 g
Γλυκόζη	1 g
Άγαρ	15 g
Απεσταγμένο νερό	1000 ml

Τα συστατικά αυτά αναμειγνύονται, προστίθενται στο νερό και θερμαίνονται μέχρι βρασμού για να διαλυθούν. Στη συνέχεια κατανέμονται σε σωλήνες ή φιάλες και αποστειρώνονται στους 121 °C για 15 min. Η θέρμανση σε υψηλότερη θερμοκρασία ή η παράταση της θερμάνσεως πρέπει να αποφεύγεται, γιατί έχει δυσμενή επίδραση στα θρεπτικά συστατικά του μείγματος.

8.6.5 Πορεία εργασίας.

Γίνεται προσεκτική ανάμειξη του δείγματος του γάλακτος με ένα αποστειρωμένο αραιωτικό, όπως είναι το Ringer ¼ ή το πεπτονούχο νερό. Το πρώτο βήμα για την

αρίθμηση των μικροοργανισμών με τη μέθοδο αυτή είναι η αραιώση του δείγματος, ώστε οι αποικίες των βακτηρίων που θα αναπτυχθούν στα τρυβλία μετά την επώαση να βρίσκονται σε τέτοια απόσταση μεταξύ τους που να μετρούνται εύκολα και τα αποτελέσματα να ανταποκρίνονται στην πραγματικότητα. Επιδιώκεται ύπαρξη 30 – 300 αποικιών ανά τρυβλίο. Στο σχήμα 8.6 φαίνεται πώς γίνονται οι διάφορες αραιώσεις. Συνήθως οι αραιώσεις που γίνονται είναι: 1/10, 1/100, 1/1000 και 1/10000.



Σχ. 8.6.

Διαδικασία παρασκευής δεκαδικών αραιώσεων.

Πίνακας αραιώσεων.

Πρέπει να σημειωθεί ότι τόσο το αρχικό γάλα, όσο και το αραιωμένο πρέπει να υφίστανται καλή ανάμειξη πριν από τη μεταφορά τους στα τρυβλία.

Το θρεπτικό υπόστρωμα με το άγαρ τοποθετείται αρχικά σε ζέον υδατόλουτρο για να λειώσει το άγαρ και στη συνέχεια μειώνεται η θερμοκρασία στους 45–50 °C.

Μεταφέρεται 1 ml ή 0,1 ml από κάθε κατηγορία αραιωμένου γάλακτος σε αποστειρωμένα τρυβλία. Τα χείλη των σωλήνων και των φιαλών αραιώσεως πρέπει να αποστειρώνονται με φλόγα πριν από τη μεταφορά δείγματος ή των κατηγοριών του αραιωμένου γάλακτος στα τρυβλία.

Κατόπιν προσθέτουμε 10 ml από το λειωμένο άγαρ σε κάθε τρυβλίο και αναμειγνύουμε με προσοχή, ώστε να μην εκτιναχθεί στο κάλυμμα και την περιφέρεια του τρυβλίου. Ο χρόνος από τη στιγμή που γίνονται οι αραιώσεις μέχρι να γίνει η ανάμειξή τους με το θρεπτικό υπόστρωμα δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 15 min.

Στη συνέχεια τοποθετούνται τα τρυβλία ανεστραμμένα σε επωαστικό κλίβανο για 72 ώρες στους 30 °C. Τα τρυβλία μπορούν να τοποθετηθούν ανεστραμμένα το ένα επάνω στο άλλο μέχρι 3 το πολύ.

8.6.6 Μέτρηση των αποικιών.

Για τη μέτρηση των αποικιών επιλέγονται τα τρυβλία που έχουν 30–300 αποικίες. Η αρίθμηση γίνεται με τη βοήθεια μετρητή αποικιών, ο οποίος φέρει πλάκα-οδηγό που είναι διαιρεμένη σε cm^3 και πάνω στην οποία τοποθετείται το τρυβλίο για να διευκολυνθεί η όλη εργασία, με φακό που μεγεθύνει τις αποικίες μέχρι 2,5 φορές και αριθμητή χειρός που αθροίζει τις αποικίες, καθώς τις μετράμε. Υπολογίζεται ο αριθμός των μικροοργανισμών ανά ml γάλακτος από τον αριθμό των αποικιών των τρυβλίων και από την αραιώση που έχει υποστεί το γάλα. Αν δύο ή περισσότερα τρυβλία της ίδιας αραιώσεως έχουν αποικίες μεταξύ 30 και 300, τότε λαμβάνεται ο μέσος όρος τους και πολλαπλασιάζεται επί την αραιώση. Αν ο αριθμός των αποικιών δύο διαδοχικών αραιώσεων είναι στα όρια αυτά, τότε βγάζουμε το μέσο όρο μόνο σε περίπτωση που ο αριθμός των μικροοργανισμών που δίνει η μεγαλύτερη αραιώση διαιρούμενος με εκείνο της μικρότερης αραιώσεως δίνει συντελεστή μικρότερο του 2, αλλιώς χρησιμοποιούμε τα αποτελέσματα της μεγαλύτερης αραιώσεως.

Πρέπει να σημειωθεί ότι η προετοιμασία των τρυβλίων και η αρίθμηση των αποικιών γίνεται σήμερα με τη χρησιμοποίηση ειδικών μηχανημάτων σε μικρό χρονικό διάστημα και με μεγάλη ακρίβεια.

8.6.7 Πληροφορίες.

Ringer ¼ : Είναι διάλυμα μιας ταμπλέτας σε 500 ml απιονισμένου νερού ισοτονικό με τα βακτήρια. Χρησιμοποιείται ως διαλύτης για την προετοιμασία υποστρωμάτων στις μικροβιολογικές εξετάσεις (ειδικά του γάλακτος) αφού αποστειρωθεί και παρέχει pH: $6,9 \pm 0,1$ στους 25° C.

Η σύσταση του αραιωτικού Ringer κανονικής δυνάμεως είναι: NaCl 20 g, KCl 0,42 g, CaCl_2 0,48 g, NaHCO_3 0,02 g και 1l απιονισμένο νερό.

Δύναμη Ringer ¼: ένα μέρος του αραιωτικού κανονικής δυνάμεως με 3 μέρη απιονισμένου νερού.

8.7 Νοθείες – Συντηρητικά γάλακτος.

Οι συνηθέστερες νοθείες του γάλακτος είναι:

1. Το νέρωμά του – προσθήκη NaCl.
2. Η ταυτόχρονη αφαίρεση λίπους και προσθήκη νερού.
3. Η ανάμειξη αγνού με τεχνητό γάλα.
4. Η προσθήκη συντηρητικών:

α) H_3BO_3 , HCHO , H_2O_2 , KNO_3 ουσίες βακτηριοκτόνες

β) Na_2CO_3 , NaHCO_3 και χρωστικές ύλες

Η παρουσία σόδας στο γάλα αποδεικνύει εξουδετέρωση του γαλακτικού οξέος, για να παραταθεί η ζωή του γάλακτος.

Η παρουσία NO_3^- ή NO_2^- (νιτρικών και νιτρωδών αλάτων) επιβεβαιώνει νοθεία με προσθήκη νερού, αφού το φυσιολογικό γάλα δεν περιέχει NO_3^- ή NO_2^- .

Η προσθήκη των χρωστικών ουσιών γίνεται για τη συγκάλυψη της νοθείας από αποκορύφωση ή νέρωμα του γάλακτος.

Στοιχεία που αποδεικνύουν τη νόθευση του γάλακτος είναι ο δ.δ., το pH, η οξύτητα, το ε.β.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΕΝΑΤΟ

ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΚΡΕΑΤΟΣ ΚΑΙ ΠΡΟΪΟΝΤΩΝ ΤΟΥ

Εισαγωγικές πληροφορίες.

1. Κρέας νοείται η σάρκα του μυϊκού ιστού του σώματος των ζώων (κτηνοτροφίας και θηραμάτων), των πτηνών και των ψαριών.
2. Κύρια συστατικά του κρέατος είναι το νερό, οι πρωτεΐνες, τα λίπη, τα άλατα, κυρίως K, Ca, Mg και Fe, οι βιταμίνες B και D κ.λ.π..
3. Τα δείγματα κρεάτων και κρεατοσκευασμάτων, τα οποία πρόκειται να υποστούν χημική εξέταση, πρέπει να είναι ομοιογενοποιημένα (ανάμειξη πριν την άλεση) και να φυλάσσονται σε ερμητικά κλεισμένες φιάλες.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

9.1 Προσδιορισμός υγρασίας.

9.1.1 Τεχνική.

1. 5 g δείγματος φέρονται στη φιάλη της αποστακτικής συσκευής (σχ. 10.2) και προστίθενται 100 ml ξυολίου.
2. Προσαρμόζεται η φιάλη στη συσκευή και το μείγμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού.
3. Η απόσταξη τελειώνει όταν σταματάει η απόθεση νερού στον ογκομετρημένο υποδοχέα (παγίδα).
4. Μετά την ψύξη, ο όγκος του νερού της ενδείξεως ανάγεται επί τοις %.

9.1.2 Παρατήρηση.

Η μέθοδος είναι άμεση και βασίζεται στην απόσταξη του νερού παρουσία διαλυτών που δεν αναμειγνύονται μ' αυτό και έχουν ε.β. μικρότερο από τη μονάδα.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

9.2 Προσδιορισμός λιπαρών υλών.

9.2.1 Τεχνική.

1. Δείγμα ξηρό 5–10 g φέρεται στην ειδική φύσιγγα, από διηθητικό χαρτί, της συσκευής Soxhlet και καλύπτεται με λεπτό στρώμα βαμβάκι που έχει απολιπανθεί.
2. Προσθέτομε το διαλύτη (πετρελαϊκό αιθέρα) και η λιπαρή ύλη εκχυλίζεται στους 40°–60°C.

3. Η εκχύλιση διαρκεί περίπου 4 ώρες.
4. Από τον προζυγισμένο υποδοχέα της συσκευής απομακρύνεται ο διαλύτης με εξάτμιση σε ατμόλουτρο, το υπόλειμμα ξηραίνεται στους 100°C επί 1 ώρα, ψύχεται σε ξηραντήρα και ζυγίζεται.
Το αποτέλεσμα ανάγεται επί τοις %.

9.2.2 Παρατήρηση.

Στο κρέας το ποσοστό των λιπαρών υλών κυμαίνεται μεταξύ των τιμών 0,5–3,5%.

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ

9.3 Ανίχνευση και προσδιορισμός νιτρωδών αλάτων.

9.3.1 Σκοπός.

Η εξακρίβωση νοθείας στα κρεατοσκευάσματα.

9.3.2 Τεχνική.

1. Δείγμα 5 g φέρεται σε ποτήρι ζέσεως 100 ml με 40 ml νερό 80°C.
2. Το μείγμα μεταφέρεται σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml με τη χρησιμοποίηση 260 ml θερμού νερού.
3. Η φιάλη θερμαίνεται σε ατμόλουτρο επί 2 ώρες, ενώ ανακινείται κατά διαστήματα.
4. Ακολούθως προσθέτουμε 5 ml κορεσμένου διαλύματος HgCl_2 ψύχομε, συμπληρώνουμε μέχρι τη χαραγή, αναδεύουμε και διηθούμε.
5. Στο διαυγές διήθημα εκτελείται η ανίχνευση των νιτρωδών, όπως αναφέρεται στην παράγραφο 1.11.

ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

9.4 Ανίχνευση και προσδιορισμός νιτρικών αλάτων.

9.4.1 Σκοπός.

Η εξακρίβωση τυχόν νοθείας στο κρέας και στα προϊόντα του.

9.4.2 Τεχνική.

1. Ποσότητα δείγματος 10 g αναμειγνύεται με 40 ml νερό με τη βοήθεια ηλεκτρικού αναμεικτήρα.
2. Το μείγμα φέρεται με 20 ml H_2O σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml.
3. Θερμαίνουμε σε ατμόλουτρο επί 1 ώρα, ψύχομε και μεταφέρουμε με νερό σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml.
4. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό, ανακινούμε για ομοιογενοποίηση, διηθούμε ή φυγοκεντρούμε.
5. Στο διήθημα εκτελείται η ανίχνευση και ο προσδιορισμός των NO_3^- , όπως αναφέρεται στην παράγραφο 1.10.

9.4.3 Παρατηρήσεις.

Η παρουσία στο κρέας ή στα κρεατοσκευάσματα, νιτρωδών ή νιτρικών αλάτων πέρα από ορισμένες τιμές, αποτελεί νοθεία. Τα άλατα αυτά (NaNO_2 ή NaNO_3) δεν αποτελούν συστατικά του κρέατος.

Επιτρέπεται από το Γενικό Χημείο του Κράτους (Κώδικας Τροφίμων) η προσθήκη NO_2^- και NO_3^- αλάτων νατρίου ή καλίου, ως συντηρητικών ή στερεωτικών του χρώματος. Πρέπει όμως το ποσοστό NaNO_3 να μην υπερβαίνει το 1,5% και του NaNO_2 το 0,2%.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ

9.5 Μικροβιολογική εξέταση προϊόντος κρέατος.

9.5.1 Σκοπός.

Η εκτίμηση της μικροβιολογικής καταστάσεως του κρέατος.

9.5.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Το κρέας και τα προϊόντα του σχεδόν πάντα φέρουν ένα μικροβιακό φορτίο που περιλαμβάνει νηματομύκητες, ζύμες και βακτήρια.

Τα κυριότερα βακτήρια που μπορεί να αναπτυχθούν στο κρέας και στα προϊόντα του ανήκουν στα γένη μικροκόκκων, σταφυλοκόκκων, στρεπτοκόκκων, βουκελών, εντεροβακτηριοειδών, κορυνοβακτηριδίων, ψευδομονάδων, μυκοβακτηριδίων κ.ά.

Η μόλυνση του κρέατος μπορεί να είναι ενδογενής, όταν συμβαίνει πριν από τη σφαγή του ζώου ή εξωγενής, όταν συμβαίνει κατά ή μετά από τη σφαγή του, δηλαδή από το διάστημα που μεσολαβεί από τη σφαγή του ζώου μέχρι το κρέας να φθάσει στον καταναλωτή και η οποία είναι η πιο σημαντική.

9.5.3 Οι πηγές μόλυνσεως του κρέατος.

1. Το εξωτερικό του ζώου.
2. Ο γαστρεντερικός σωλήνας του ζώου.
3. Ο χώρος του σφαγείου (αέρας, δάπεδο, εξοπλισμός).
4. Τα μέσα μεταφοράς του κρέατος.
5. Οι χώροι συντηρήσεως, επεξεργασίας και πωλήσεως.
6. Το προσωπικό και
7. Τα υλικά που προστίθενται σε ορισμένα κρεατοσκευάσματα.

Στο εργαστήριο εφαρμόζεται η μέθοδος επιστρώσεως της επιφάνειας του θρεπτικού υλικού. Με τη μέθοδο αυτή μια καθορισμένη ποσότητα κρέατος (περίπου 10 g) αναμειγνύεται με αραιό κατάλληλο υγρό (πεπτονούχο νερό), το οποίο υφίσταται τις αναγκαίες αραιώσεις, ώστε να πραγματοποιηθεί η καλλιέργεια. Από κάθε αραιώση λαμβάνεται ποσότητα 0,1 ml, τοποθετείται στην επιφάνεια του θρεπτικού άγαρ και στη συνέχεια επιστρώνεται σε όλη την επιφάνεια του υλικού. Γίνεται επώαση για ορισμένο χρόνο σε καθορισμένες συνθήκες και έπειτα μετράμε τις αποικίες ανά ml δείγματος (σχ. 9.5).

9.5.4 Αντιδραστήρια – Απαιτούμενα όργανα.

1) Τρυβλία Petri. 2) Αριθμημένα σιφώνια του 1 ml. 3) Φιάλες και δοκιμαστικοί σωλήνες για τις αραιώσεις. 4) Κατάλληλο θρεπτικό υπόστρωμα που περιέχει άγαρ. 5) Πεπτονούχο νερό (ως αραιωτικό υγρό). **Όλα τα παραπάνω θα πρέπει να είναι αποστειρωμένα.** 6) Ζυγός. 7) Γυάλινα ορθογωνισμένα ραβδάκια. 8) Λύχνος Bunsen. 9) Λαβίδα.

9.5.5 Θρεπτικά υλικά (πίν. 9.5.1).

Το θρεπτικό υπόστρωμα μπορεί να είναι ένα κοινό θρεπτικό άγαρ ή περισσότερα όπως (MSA, Mac Conkey, Bordet-Gegnou κ.ά.). Εάν θέλουμε να απομονώσουμε παθογόνους μικροοργανισμούς, τότε θα χρησιμοποιήσουμε εκλεκτικά θρεπτικά υποστρώματα.

Τα θρεπτικά υποστρώματα για τη συγκεκριμένη ανάλυση είναι το κοινό θρεπτικό άγαρ, το MSA, το S-SA και το Mac Conkey άγαρ.

ΠΙΝΑΚΑΣ 9.5.1
Σύσταση των θρεπτικών υλικών

Θρεπτικό άγαρ		Mannitol Salt άγαρ	
Εκχύλισμα κρέατος	3 g	Παγκρεατική υδρολυμένη καζεΐνη	5 g
Πεπτόνη	5 g	Πεπτικό εκχύλισμα ζωικού ιστού	5 g
Άγαρ	15 g	Βοδινό εκχύλισμα	1 g
Απεσταγμένο νερό	100 ml	NaCl	75 g
pH=6,8		Μαννιτόλη	10 g
		Ερυθρό της φαινόλης	0,02 g
		Άγαρ	5 – 15 g
		Απεσταγμένο νερό	100 ml
		pH=7,4	

Salmonella-Shigela άγαρ		Mac Conkey άγαρ	
Εκχύλισμα κρέατος	5 g	Πεπτόνη	20 g
Πρωτεόζη	5 g	Λακτόζη	10 g
Λακτόζη	10 g	Χολικά άλατα	1,5 g
Χολικά άλατα	8,5 g	NaCl	5 g
Κιτρικό νάτριο	8,5 g	Ουδέτερο ερυθρό	0,03 g
Θειοθειικό νάτριο	8,5 g	Κρυσταλλικό ιώδες	0,001 g
Κιτρικός σίδηρος	1 g	Άγαρ	15 g
Ουδέτερο ερυθρό	0,025 g	Απεσταγμένο νερό	1000 ml
Στίλβον πράσινο	0,330 g	pH = 7,1	
Άγαρ	14 g		
Απεσταγμένο νερό	1000 ml		
pH = 7			

Πεπτονούχο νερό.

Πεπτόνη	10 g
NaCl	5 g
Απεσταγμένο νερό	1000 ml

Όλα τα παραπάνω θρεπτικά υποστρώματα παρασκευάζονται κατά το γνωστό τρόπο και αποστειρώνονται στους 121 °C για 15 min. Διατίθενται όμως και έτοιμα στο εμπόριο.

9.5.6 Πορεία εργασίας.

Παίρνουμε ένα κομμάτι κρέατος (συνήθως κιμά, επειδή είναι πιο εύκολη η ανάμειξη του με το νερό) και ζυγίζουμε 10 g. Μεταφέρουμε την ποσότητα αυτή σε δοχείο που περιέχει 90 ml πεπτονούχου νερού. Προσέχουμε κατά τη μεταφορά του δείγματος να μην επέλθει επιμόλυνση, γι' αυτό η όλη διαδικασία γίνεται κοντά σε φλόγα. Αφού γίνει καλή ανάμειξη του δείγματος κρέατος με το πεπτονούχο νερό, παίρνουμε ποσότητα από το δείγμα 1 ml με ένα αριθμημένο σιφώνιο του 1 ml και τη μεταφέρουμε προσεκτικά σε δοκιμαστικό σωλήνα που περιέχει 9 ml πεπτονούχο νερό.

Λαμβάνεται ποσότητα 0,1 ml και φέρεται στα τρυβλία όπου γίνεται επίστρωση με αποστειρωμένο, ορθογωνισμένο γυάλινο ραβδάκι στην επιφάνεια όλου του θρεπτικού υλικού.

Στη συνέχεια τοποθετούνται τα τρυβλία στον επωαστικό κλίβανο στους 37 °C για 24–28 ώρες, ανεστραμμένα το ένα πάνω στο άλλο (όχι όμως περισσότερα από 3). Την επόμενη μέρα γίνεται η καταμέτρηση των αποικιών με το μετρητή (αριθμητή) αποικιών (σχ. 9.5). Επίσης ερευνάται η ανάπτυξη παθογόνων μικροοργανισμών στα εκλεκτικά θρεπτικά υποστρώματα.



Σχ. 9.5.

Αριθμητές μικροβίων και αποικιών.

Σημείωση: Η τεχνική των ασκήσεων για τη μικροβιολογική ανάλυση φρούτων, λαχανικών, ψαριών, πουλερικών, αβγών και δημητριακών είναι ίδια με την τεχνική ανάλυσης του κρέατος.

ΑΣΚΗΣΕΙΣ ΚΕΦΑΛΑΙΩΝ ΤΕΣΣΕΡΑ – ΕΝΝΕΑ

1. 1 g τοματοπολτού διαλύεται σε 100 ml νερό. Από το διαυγές διάλυμα λαμβάνονται 25 ml και ογκομετρούνται τα GI^- , με κατανάλωση 0,1 N AgNO_3 2,5 ml. Ποια είναι η επί τοις % περιεκτικότητα του τοματοπολτού σε NaCl;
2. Για 10 g ελαίου καταναλώθηκαν 1,5 ml 0,1 M NaOH. Ποια είναι η οξύτητα του ελαίου εκφρασμένη σε ελαϊκό οξύ;
3. Πόσο νερό πρέπει να προστεθεί σε 250 l κρασιού 12°, για να πάρουμε κρασί 10°;
4. Γλεύκος που περιέχει 270 g γλυκόζη και φρουκτόζη ανά 1 l, υφίσταται ζύμωση,

- οπότε ο όγκος ελαττώνεται κατά 10%. Να βρεθεί ο αλκοολικός βαθμός του οίνου που προκύπτει ($d_{\text{αλ}} = 0,8$).
5. Δίνονται αλκοολούχα διαλύματα 80° και 60°. Με ποια αναλογία πρέπει να αναμειχθούν, ώστε να προκύψει διάλυμα 65°;
 6. Αν για την εξουδετέρωση 10 ml οίνου καταναλώθηκαν 7 ml 0,1 M NaOH, ποια είναι η ογκομετρούμενη οξύτητα του οίνου εκφρασμένη σε τρυγικό καιθειικό οξύ;
 7. Να υπολογισθεί η οξύτητα γάλακτος σε βαθμούς S-H., όταν για 5 ml γάλακτος καταναλώθηκαν 0,35 ml διαλύματος NaOH 10‰ κ.ό.;
 8. Η λιποπεριεκτικότητα γάλακτος είναι 3,6%, το δε ξηρό υπόλειμμα χωρίς λίπος είναι 9,5%. Ποιο είναι το ειδικό βάρος του γάλακτος (15°C);
 9. 22 g λευκωματούχου ενώσεως κατά την ανάλυση παρέχουν NH_3 , η οποία διαβιβάζεται σε 40 ml διαλύματος θειικού οξέος $d = 1,12 \text{ g/ml}$ και $C = 17\%$ κ.β. ($C = \text{συγκέντρωση ή περιεκτικότητα}$), εξουδετερώνει μέρος του οξέος. Για την εξουδετέρωση της περίσσειας του H_2SO_4 απαιτούνται 50 ml διαλύματος NaOH, περιεκτικότητας 1 mol-l. Να βρεθεί η επί τοις % περιεκτικότητα της ουσίας σε λεύκωμα.
 10. Χυμός φρούτου 20 Brix υφίσταται ζύμωση και παράγεται αιθυλική αλκοόλη 9,5%. Στη συνέχεια το αλκοολούχο υγρό έχει υποστεί οξική ζύμωση. Η περιεκτικότητα σε οξικό οξύ του προϊόντος που προέκυψε είναι 9,8%. Ποιος ο βαθμός αποδόσεως των δύο ζυμώσεων;

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΔΕΚΑΤΟ

ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΚΑΥΣΙΜΩΝ ΚΑΙ ΛΙΠΑΝΤΙΚΩΝ

Γενικές πληροφορίες.

Καύσιμο είναι κάθε ύλη, η οποία, όταν καίεται, αποδίδει (βιομηχανικώς εκμεταλλεύσιμη) θερμότητα.

Κατηγορίες καυσίμων.

Τα καύσιμα διακρίνονται στις εξής κατηγορίες:

1. Στερεές ύλες.

- α) Φυσικές (ξύλα, λιγνίτης, ανθρακίτης κ.λ.π.).
- β) Τεχνητές (κωκ, ξυλάνθρακας).

2. Υγρές ύλες.

Πετρέλαιο, βενζίνη, αλκοόλη κ.λ.π..

3. Αέρια.

Φωταέριο, υγραέριο, υδαταέριο, φυσικό αέριο κ.λ.π..

Λιπαντικές ύλες είναι οι ύλες οι οποίες έχουν την ιδιότητα να λιπαίνουν, π.χ. δύο μεταλλικές επιφάνειες που εφάπτονται με σκοπό:

- 1. Την ελάττωση απωλειών έργου (λόγω τριβής).
- 2. Τον περιορισμό της φθοράς των τριβομένων επιφανειών.
- 3. Την απαγωγή της θερμότητας (αποφυγή της τήξεως των μετάλλων).
- 4. Την επίτευξη στεγανοποιήσεως του χώρου καύσεως.
- 5. Την προστασία των μεταλλικών επιφανειών από τη διάβρωση.

Τα λιπαντικά σώματα κατατάσσονται, ανάλογα με τη φυσική κατασκευή τους, σε:

- 1. Υγρά (έλαια).
- 2. Στερεά (γραφίτης, τάλκης).
- 3. Ημίρρευστα (γράσσα).

Τα υγρά, ανάλογα με την προέλευσή τους, διακρίνονται σε ορυκτέλαια, φυτικά, ζωικά και συνθετικά έλαια.

Ανάλογα με τη χρήση τους οι λιπαντικές ύλες διακρίνονται σε:

- 1. Λιπαντικά ΜΕΚ (Μηχανές Εσωτερικής Καύσεως).
- 2. Λιπαντικά ατμοστροβίλων.
- 3. Λιπαντικά παλινδρομικών μηχανών.
- 4. Λιπαντικά ψυκτικών μηχανών, ηλεκτρικών μετασχηματιστών, κοπής μετάλλων (κατεργασίας τους).

Έλεγχος καυσίμων και λιπαντικών.

Οι φυσικοχημικές σταθερές κάθε καυσίμου ή λιπαντικού ελέγχονται με διάφορες συσκευές (σχ. 10), οι οποίες έχουν χρησιμοποιηθεί και προταθεί ως πιο κατάλληλες και επίσημες από τα διάφορα ευρωπαϊκά και αμερικανικά ινστιτούτα πετρελαιοειδών: A.S.T.M. (American Society for Testing Materials) ή I.P. (Institute of Petroleum: Βρε-

τανικό Ινστιτούτο Πετρελαίου).

Οι κυριότεροι χημικοί προσδιορισμοί των καυσίμων και λιπαντικών υλών που εκτελούνται σήμερα στα αντίστοιχα εργαστήρια βιομηχανίας είναι:

1. Προσδιορισμός ε.β. (15°C).
2. Προσδιορισμός H_2O .
3. Μέτρηση κινηματικού ιξώδους.
4. Προσδιορισμός σημείου ροής και σημείου πήξεως.
5. Προσδιορισμός σημείου στάξεως.
6. Προσδιορισμός ανθρακούχου υπολείμματος.
7. Προσδιορισμός σημείου αναφλέξεως και καύσεως.
8. Προσδιορισμός σημείου ανιλίνης.
9. Προσδιορισμός πτητικών.
10. Προσδιορισμός S.
11. Προσδιορισμός τέφρας κ.λ.π..



Σχ. 10.

Συσκευή προσδιορισμού αριθμού σωματιδίων σε λιπαντικά.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

10.1 Μέτρηση ε.β. 15°C .

10.1.1 Ορισμός.

Σύμφωνα με το Ι.Ρ., ε.β. είναι ο λόγος της μάζας m , δεδομένου όγκου θερμοκρασίας θ_1 , προς τη μάζα m_2 ίσου όγκου καθαρού νερού θερμοκρασίας θ_2 .

10.1.2 Σκοπός.

Επειδή η διακίνηση των καυσίμων γίνεται σε μονάδες V και οι πληρωμές σε μονάδες B, η τιμή του ε.β. είναι αναγκαία για τη μετατροπή του $V \rightarrow B$. Επίσης, με τη μέτρηση του ε.β. εξακριβώνεται η νοθεία του καυσίμου.

10.1.3 Τεχνική.

Η μέτρηση του ε.β. πραγματοποιείται κατά τα γνωστά με αραιόμετρα ή Μπωμόμετρα, ενώ αναφέρεται πάντοτε η θερμοκρασία μετρήσεως και διορθώνεται η ένδειξη ανάλογα με το είδος του χρησιμοποιούμενου πλωτήρα (αραιομέτρου).

Το American Petroleum Institute έχει καθιερώσει για την έκφραση του ε.β., τους βαθμούς A.P.I. Η σχέση του ε.β. (g/ml) και των βαθμών A.P.I. δίνεται από τον τύπο:

$$\text{A.P.I.} = \frac{141,5}{\text{ε.β. (15}^\circ\text{C)}} - 131,5$$

Έστω ε.β. 15°C κλάσματος 0,8984 τότε:

$$\text{A.P.I.} = \frac{141,5}{0,8984} - 131,5 = 25^\circ \text{ A.P.I.}$$

Ο συντελεστής διορθώσεως του ε.β. στους 15°C δίνεται από τη σχέση:

$$\text{ε.β.}(\theta \text{ } 15) = (\text{ε.β.}\theta_{\mu} + (\theta_{\mu} - 15) \cdot K$$

όπου θ_{μ} η θερμοκρασία μετρήσεως και

K ο ειδικός συντελεστής για κάθε προϊόν (μαζούτ = 0,00064, πετρέλαιο Diesel = 0,00068, βενζίνη = 0,00074).

10.1.4 Η εκατοστιαία σύσταση δύο κλασμάτων.

Η εκατοστιαία σύσταση στα κλάσματα, τα οποία παρέχουν ένα μείγμα καυσίμου, δίνεται από τις παρακάτω σχέσεις, όταν είναι γνωστή η τιμή του ε.β. τους.

$$\alpha) \text{ ε.β.} \quad A = \frac{B - \Gamma}{B - A} \cdot 100$$

$$\beta) \text{ ε.β.} \quad A = \frac{A - \Gamma}{B - A} \cdot 100$$

10.1.5 Παράδειγμα.

Μείγμα καυσίμου Γ χωρίζεται με απόσταξη σε δύο κλάσματα A και B. Πόσο τοις % θα είναι το κλάσμα A; Δίνονται τα ε.β.

(A = 72°, B = 54° και Γ = 66° A.P.I.).

Λύση.

Υπολογίζουμε το ε.β. σε g/ml εφαρμόζοντας τη σχέση, ε.β. και A.P.I. έτσι έχουμε:

ε.β. Γ = 0,7165 g/ml, ε.β. A = 0,6953 g/ml, ε.β. B = 0,7628 g/ml.

Επομένως, με τη σχέση:

$$A = \frac{A - \Gamma}{B - A} = \frac{0,7628 - 0,7165}{0,7628 - 0,6953} \cdot 100 \quad \text{έχουμε κλάσμα } A = 68,6 \% \text{ κ.ό.}$$

Σημειώνεται εδώ ότι όλες οι δοκιμασίες που εκτελούνται έχουν ως σκοπό την εξακρίβωση της ποιότητας του καυσίμου ή λιπαντικού και το αν οι τιμές των φυσικοχημικών ή χημικών προσδιορισμών κυμαίνονται μέσα στα όρια που καθορίζονται από τις επίσημες διεθνείς προδιαγραφές.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

10.2 Προσδιορισμός H_2O (μέθοδος αποστάξεως πετρελαίου ή προϊόντων του).

10.2.1 Σκοπός.

Ο έλεγχος αποβλέπει περισσότερο στον εντοπισμό τυχόν νοθείας του καυσίμου με ποσότητα νερού.

10.2.2 Τεχνική.

1. Αντιπροσωπευτικό δείγμα 50 ml φέρεται σε στεγνό κλασματήρα της συσκευής (σχ. 10.2) και προσθέτομε 50 ml διαλυτικού μέσου (μείγμα τολουολίου και ξυλολίου 4:1).
2. Συνδέομε τον κλασματήρα με τον ψυκτήρα και τον υποδοχέα (παγίδα).



Σχ. 10.2.

Συσκευή σειράς προσδιορισμού υγρασίας σε μαζούτ.

3. Ρυθμίζουμε, ώστε το άκρο του ψυκτήρα να εισέρχεται κατά 1 mm μέσα στο υγρό του υποδοχεία (κατά τη διάρκεια της αποστάξεως).

Ο ρυθμός της αποστάξεως πρέπει να είναι ο ίδιος σε όλη τη διάρκειά της (2–5 σταγ/s).

10.2.3 Υπολογισμός – Παρατήρηση.

Από τη σχέση:

$$H_2O \% = \frac{V \cdot H_2O \text{ υποδ.}}{V \text{ δειγμ.}} \cdot 100$$

υπολογίζεται το ποσοστό του νερού επί τοις % κ.ο. Η μέθοδος είναι εφαρμόσιμη για πετρελαιοειδή, έλαια οδοποιίας, ανθρακόπισσες, κωκ. Σύμφωνα με τις ελληνικές προδιαγραφές, το νερό δεν πρέπει να υπερβαίνει το 0,1% σε πετρέλαιο Diesel (εσωτερικής καύσεως).

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ

10.3 Προδιορισμός ιξώδους κατά Engler.

10.3.1 Σκοπός.

Η καταλληλότητα του καυσίμου ή λιπαντικού για κάθε είδος μηχανής (μέτρο ρευστότητας).

10.3.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Το μέτρο της εσωτερικής τριβής μεταξύ των μορίων υγρού που ρέει καλείται **ιξώδες**, ή **ιξώδες ρευστού** ονομάζουμε την ταχύτητα ροής του υγρού σε χρόνο t , διά του χρόνου αυτού υπό καθορισμένες συνθήκες.

Το ιξώδες διακρίνεται σε δυναμικό και σε κινηματικό.

1. **Απόλυτο δυναμικό ιξώδες** (Α.Δ.Ι.) καλείται η δύναμη F που κινεί το υγρό με ταχύτητα u μεταξύ δύο παραλλήλων επιφανειών που απέχουν μεταξύ τους απόσταση s .

2. **Απόλυτο κινηματικό ιξώδες** (Α.Κ.Ι.) καλείται το πηλίκον του απόλυτου δυναμικού ιξώδους διά της πυκνότητας του υγρού $\eta_k = \eta_g/d$ (σχ. 10.3α).

Στο C.G.S., μονάδα μετρήσεως του Α.Δ.Ι. είναι το Poise (Poiseuille) ή το εκατοστό του (cp) και του Α.Κ.Ι., το Stokes ή το (cSt).

Στην πράξη, το ιξώδες των λιπαντικών, μετρείται με εμπειρικές μονάδες, οι οποίες δίνουν το χρόνο ροής ορισμένης ποσότητας λιπαντικού, από οπή καθορισμένης διαμέτρου και υπό Κ.Σ. Η κλίμακα Engler, που χρησιμοποιείται στη Δυτική Ευρώπη, δίνει το χρόνο εκροής 200 ml ελαίου ως προς το χρόνο ροής της ίδιας ποσότητας νερού.

Η κλίμακα Saybolt (S.S.U.) χρησιμοποιείται στις Ηνωμένες Πολιτείες της Αμερικής.

Η χαρακτηριστική τιμή ιξώδους ενός ρευστού εξαρτάται πάντοτε από τον παράγοντα θερμοκρασία (ελαττώνεται όταν αυξηθεί η θερμοκρασία).

10.3.3 Μέρη συσκευής – Μέτρηση ιξώδους.

Η συσκευή Engler (σχ. 10.3β) αποτελείται από:

1. Δύο δοχεία (το ένα μέσα στο άλλο). Στο εσωτερικό δοχείο (μεταλλικό επίχρυσο ή εμπορειχάλκινο) τίθεται το προς εξέταση δείγμα.

2. Ξύλινο στέλεχος της οπής.
3. Γυάλινο ειδικό υποδοχέα.
4. Θερμόμετρα ειδικής κλίμακας.
5. Απαραίτητη είναι η χρήση χρονομέτρου.



Σχ. 10.3α.

Αυτόματη συσκευή προσδιορισμού δυναμικού και κινηματικού ιδώδους.



Σχ. 10.3β.

Ιξωδόμετρο Engler.

Το εσωτερικό δοχείο, που έχει υποστεί καθαρισμό με διαλύτη, το γεμίζουμε με H_2O μέχρι τη χαραγή και θερμαίνουμε στους $20^\circ C$.

Με ανύψωση της ξύλινης ράβδου, αφήνουμε να εκρεύσει το H_2O στον υποδοχέα, ενώ συγχρόνως θέτουμε σε λειτουργία το χρονόμετρο.

Μετά την εκροή των 200 ml H_2O , σημειώνουμε το χρόνο ροής του H_2O $20^\circ C$, ο οποίος αποτελεί τη σταθερά του οργάνου K. Κατόπιν γεμίζουμε το εσωτερικό δοχείο με το προς μέτρηση δείγμα. Γεμίζουμε το εξωτερικό δοχείο με νερό και θερμαίνουμε. Μετά την εξίσωση του εσωτερικού και εξωτερικού δοχείου, από πλευράς θερμοκρασίας στους επιθυμητούς βαθμούς $50-60^\circ C$ (για ορυκτέλαια $100^\circ C$, για πετρέλαιο $20^\circ C$) μετρούμε το χρόνο εκροής των 200 ml δείγματος (Δ).

10.3.4 Υπολογισμός.

Χρόνος ροής H_2O $20^\circ C$ = $K = 50''$ (σταθερά του οργάνου).

Χρόνος ροής Δ $50^\circ C$ = $5' 20''$ (t χρόνος εκροής δείγματος (Δ)).

$$\text{Ιξώδες Engler } 50^\circ C = \frac{t}{K} = \frac{320}{50} = 6,4 \text{ βαθμοί Engler.}$$

10.3.5 Δείκτης ιξώδους.

Η επίδραση της θερμοκρασίας στο ιξώδες ενός λιπαντικού κατά τη χρήση του εκφράζεται με το δείκτη ιξώδους Δ.Ι. (V.I.). Η κλίμακα του Δ.Ι. στηρίζεται στη χρήση δυο προτύπων ελαίων.

Ο Δ.Ι. του α προτύπου δείγματος λαμβάνεται = 0

Ο Δ.Ι. του β προτύπου δείγματος λαμβάνεται = 100

$$\text{Τότε Δ.Ι.} \quad x = \frac{\alpha - \gamma}{\alpha - \beta} \cdot 100$$

όπου: α η τιμή του ιξώδους του ελαίου Δ.Ι. = 0 στη θερμοκρασία $100^\circ F$ ($38^\circ C$).

β η τιμή του ιξώδους του ελαίου με Δ.Ι. = 100 στη θερμοκρασία $100^\circ F$ και

γ η τιμή του ιξώδους στους $100^\circ F$ του δείγματος με άγνωστο (x) Δ.Ι.

Το α δείγμα, κατά την αύξηση της θερμοκρασίας, παρουσιάζει μεγάλη πτώση ιξώδους, ενώ το β δείγμα μικρή πτώση. Η προέλευση του α δείγματος είναι μεξικανική, ενώ του β πενσυλβανική, λόγω διαφορετικής συμπεριφοράς των καμπυλών ιξώδους θερμοκρασίας (ιδιότητα ικανή για να ληφθούν ως πρότυπα έλαια).

10.3.6 Αριθμοί SAE.

Η αμερικανική εταιρεία μηχανικών αυτοκινήτων (Society of Automotive Engineers, SAE) για τον καθορισμό της ρευστότητας των λιπαντικών, όρισε μια συμβατική κλίμακα ιξώδους.

Έτσι οι τιμές του ιξώδους ενός λιπαντικού είναι ανάλογα των τιμών SAE.

Η κλίμακα SAE είναι καθορισμένη από 5–250.

Συμπεραίνεται ότι υψηλή τιμή ιξώδους σημαίνει μεγαλύτερη τιμή στην κλίμακα SAE.

10.3.7 Παραδείγματα.

1. Αριθμός SAE 10–20 δείχνει λεπτόρρευστο λιπαντικό χαμηλού ιξώδους.

2. Αριθμός SAE 30–50 δείχνει λιπαντέλαια μέσου ιξώδους.
3. Αριθμός SAE 60–80 δείχνει λιπαντέλαια παλινδρομικών μηχανών.
4. Αριθμός SAE 90–120 δείχνει παχύρρευστα λιπαντέλαια (βαλβολίνες).

Η αντιστοιχία των αριθμών SAE και των τιμών ιξώδους Engler για ορυκτέλαια κινητήρων αυτοκινήτων δίνεται στον πίνακα 10.3.1.

ΠΙΝΑΚΑΣ 10.3.1
Αντιστοιχία αριθμών SAE και τιμών ιξώδους κατά Engler

Αριθμός SAE	Ιξώδες 50°C	Engler 100°C
10	3,4 – 4,5	–
20	4,5 – 6,5	1,5 – 1,8
30	6,5 – 9,5	1,8 – 2,1
40	9,5 – 14	2,1 – 2,5
50	14 – 20	2,5 – 3,2

ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

10.4 Προσδιορισμός σημείων αναφλέξεως και καύσεως κατά Pensky-Martens.

10.4.1 Σκοπός.

Η προστασία των καυσίμων υλών από κινδύνους αυτανάφλεξης.

10.4.2 Ορισμοί.

Σημείο αναφλέξεως καυσίμου καλείται η κατώτατη θερμοκρασία στην οποία, με την προσαγωγή φλόγας, αναφλέγονται στιγμιαία οι παραγόμενοι ατμοί του, υπό ορισμένες συνθήκες (ανοικτό ή κλειστό δοχείο).

Σημείο καύσεως καλείται η κατώτατη θερμοκρασία, στην οποία αναφλέγεται όταν θερμανθεί το έλαιο και η καύση του εξακολουθεί επί 5" μετά την απομάκρυνση της φλόγας. Το σ.κ. είναι κατά 50–60°F (10–15°C) υψηλότερο του σημείου αναφλέξεως.

10.4.3 Τεχνική.

Ο προσδιορισμός εκτελείται με τη συσκευή Pensky-Martens ανοικτού ή κλειστού δοχείου (σχ. 10.4α και 10.4β).

Η ανάφλεξη πραγματοποιείται με την προσαγωγή της φλόγας κατά τακτά χρονικά διαστήματα. Έτσι το σημείο αναφλέξεως καθορίζεται από την ένδειξη του θερμομέτρου τη στιγμή της αναφλέξεως των ατμών.

Το σημείο αναφλέξεως σε κλειστό δοχείο είναι μικρότερο από το σημείο αναφλέξεως σε ανοικτό δοχείο. Η αύξηση της θερμοκρασίας ανά min πρέπει να είναι περίπου 10°F.

Η πρώτη προσαγωγή της φλόγας πρέπει να γίνεται σε θερμοκρασία, στην οποία λαμβάνει χώρα η ανάφλεξη των ατμών του ελαίου.

**Σχ. 10.4α.**

Συσκευή σημείου αναφλέξεως ανοικτού δοχείου.

**Σχ. 10.4β.**

Αυτόματη συσκευή σημείου αναφλέξεως κλειστού δοχείου.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ

10.5 Προσδιορισμός σημείου ροής, νεφώσεως και πήξεως.

10.5.1 Σκοπός.

Η εξέταση της συμπεριφοράς των καυσίμων και λιπαντικών σε διάφορες συνθήκες θερμοκρασίας.

10.5.2 Ορισμοί.

Σημείο ροής. Είναι η θερμοκρασία, κάτω από την οποία, υπό ορισμένες συνθήκες, παύει να ρέει.

Σημείο νεφώσεως ή θολώσεως. Κατά την ψύξη του ελαίου, σε ορισμένη θερμοκρασία, το δείγμα εμφανίζεται θολό, λόγω στερεοποίησης της παραφίνης.

Σημείο πήξεως. Αν συνεχισθεί η ψύξη, το έλαιο στερεοποιείται. Η θερμοκρασία τη στιγμή της στερεοποίησης καλείται σημείο πήξεως (σ.π.). Επί 5" το δείγμα δεν παρουσιάζει κύρτωση της επιφάνειάς του, όταν ο σωλήνας τοποθετηθεί σε οριζόντια θέση.

Στην πράξη, το σημείο ροής λαμβάνεται συμβατικά κατά 5°F ανώτερο του σημείου πήξεως, δηλαδή αν το σημείο πήξεως ενός λιπαντικού είναι -8°F τότε το σημείο ροής του είναι -3°F.

10.5.3 Τεχνική.

Η μέτρηση του σημείου πήξεως εκτελείται σε ειδική συσκευή ψυκτικού θαλάμου (σχ. 10.5), όπου φέρεται σωλήνας με το δείγμα και θερμομόμετρο καθορισμένης κλίμακας, που προσαρμόζεται μέχρι τον πυθμένα του σωλήνα.

Ως ψυκτικό μέσο μπορεί να χρησιμοποιείται NaCl και πάγος σε κομμάτια.

Ανά 5°F εξάγομε το σωλήνα που ψύχεται και παρατηρούμε αν η ελεύθερη επιφάνεια του ελαίου εμφανίζει κύρτωση.

Η ένδειξη του θερμομέτρου, όταν η επιφάνεια παύσει να εμφανίζει την κύρτωση είναι το σημείο πήξεως.



Σχ. 10.5.

Συσκευή σημείου πήξεως.

ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ

10.6 Προσδιορισμός σημείου στάξεως.

10.6.1 Σκοπός.

Ο έλεγχος της θερμοκρασίας για τη ρευστοποίηση ενός λιπαντικού.

10.6.2 Ορισμός.

Σημείο στάξεως καλείται η θερμοκρασία, στην οποία το λιπαντικό μεταβαίνει από την ημίρρευστη στην υγρή κατάσταση, υπό ορισμένες συνθήκες.

10.6.3 Τεχνική.

Η μέτρηση του σημείου στάξεως εκτελείται με ειδική συσκευή-όργανο (σχ. 10.6), όπου το δείγμα φέρεται σε ειδικό κάλυκα, ο οποίος φέρει σπή ορισμένων διαστάσεων. Ο κάλυκας τοποθετείται σε γυάλινο σωλήνα και αυτός μέσα σε λουτρό γλυκερίνης.

Οι θερμοκρασίες λουτρού και δείγματος πρέπει να μη διαφέρουν σημαντικά μεταξύ τους.

Όταν πέσει (στάξει) η πρώτη σταγόνα του λιπαντικού, σημειώνεται η θερμοκρασία στάξεως, η οποία και καθορίζει το σημείο στάξεως.

Το σημείο στάξεως δίνει την ανώτερη θερμοκρασία, στην οποία μπορεί να χρησιμοποιηθεί το λιπαντικό.

ΑΣΚΗΣΗ ΕΒΔΟΜΗ

10.7 Προσδιορισμός ανθρακούχου υπολείμματος.

10.7.1 Σκοπός.

Η εύρεση του ποσού του ανθρακούχου υπολείμματος, το οποίο αποτίθεται στους κυλίνδρους των μηχανών, λόγω απανθρακώσεως των ελαίων που χρησιμοποιήθηκαν για τη λίπανση.

Επίσης η εύρεση της ποσότητας του εξανθρακώματος των καυσίμων υλών.

10.7.2 Τεχνική.

Οι μέθοδοι που χρησιμοποιούνται είναι των Conradson και Ramsbottom. Η σχέση που συνδέει τις τιμές του εξανθρακώματος των μεθόδων είναι:

$R = 0,8 C$, όταν το εξανθράκωμα κυμαίνεται μεταξύ 1–10%.

Η συσκευή Conradson (σχ. 10.7) αποτελείται από δύο ειδικά χωνευτήρια, τρίποδα, λύχνο και καπνοδόχο.

5 g περίπου του δείγματος φέρονται μέσα στο χωνευτήριο που είναι από πορσελάνη και έχει δυο γυάλινα σφαιρίδια.

Το χωνευτήριο αυτό τοποθετείται στο κέντρο του χωνευτηρίου Skidmode (σιδερένιο).

Το χωνευτήριο (σιδερένιο) με το περιεχόμενο φέρεται μέσα σε ευρύτερο υποδοχέα της συσκευής που περιέχει άμμο.

Πωματίζουμε καλά τα χωνευτήρια και ανάβουμε το λύχνο, η φλόγα του οποίου πρέπει να περιβάλλει ομοιόμορφα τον υποδοχέα. Η προθέρμανση συνεχίζεται μέχρι να αρχίσουν να εκλύονται οι πρώτοι καπνοί (διάρκεια $\approx 10'$).

Ρυθμίζουμε έτσι το λύχνο, ώστε η φλόγα να μην υπερβαίνει το ύψος της γέφυρας.

Όταν η φλόγα δεν εξέρχεται από την καπνοδόχο, αυξάνουμε τη θερμοκρασία (περίοδος καύσεως $\approx 15'$).

Ρυθμίζουμε το λύχνο ως το στάδιο (4) και διατηρούμε την καύση για $10'$ (κερασόχρους πυθμένας υποδοχέα).



Σχ. 10.6.

Συσκευές σημείου στάξεως.

Οι υπολογισμοί ακολουθούν τη σειρά ενός προσδιορισμού απώλειας πυρώσεως.

Για λιπαντικά Μηχανών Εσωτερικής Καύσεως (ΜΕΚ), το ανθρακούχο υπόλειμμα δεν πρέπει να υπερβαίνει την τιμή του 0,3%, ενώ για τα βαρέα έλαια, κυλινδρέλαια κ.λ.π., ως ανώτερη τιμή έχει καθορισθεί το 3%.

Το εξανθράκωμα λέγεται και ανθρακούχο υπόλειμμα καυσίμου ή λιπαντικού.

ΑΣΚΗΣΗ ΟΓΔΟΗ

ΠΡΟΪΟΝΤΑ ΑΠΟΣΤΑΞΕΩΣ ΠΕΤΡΕΛΑΙΟΥ

10.8 Βενζίνη.

10.8.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η βενζίνη είναι μείγμα υδρογονανθράκων που ζέουν σε θερμοκρασία 40°–200°C.

Η σύσταση της βενζίνης εξαρτάται από το είδος του αργού πετρελαίου από το οποίο παράγεται (απόσταγμα παραφινικό, ναφθενικό, αρωματικό).

Τα διάφορα κλάσματα της αποστάξεως αποτελούν ομάδες, οι οποίες, σύμφωνα με τις προδιαγραφές, αποστάζουν σε θερμοκρασία ενάρξεως και πέρατος καθορισμένων.

10.8.2 Συσκευή αποστάξεως.

Η συσκευή αποστάξεως (σχ. 10.8α) αποτελείται από:

1. Τον κλασματήρα, όπου με τη βοήθεια θερμού σώματος παράγονται οι ατμοί οι οποίοι οδεύουν στον ψυκτήρα.



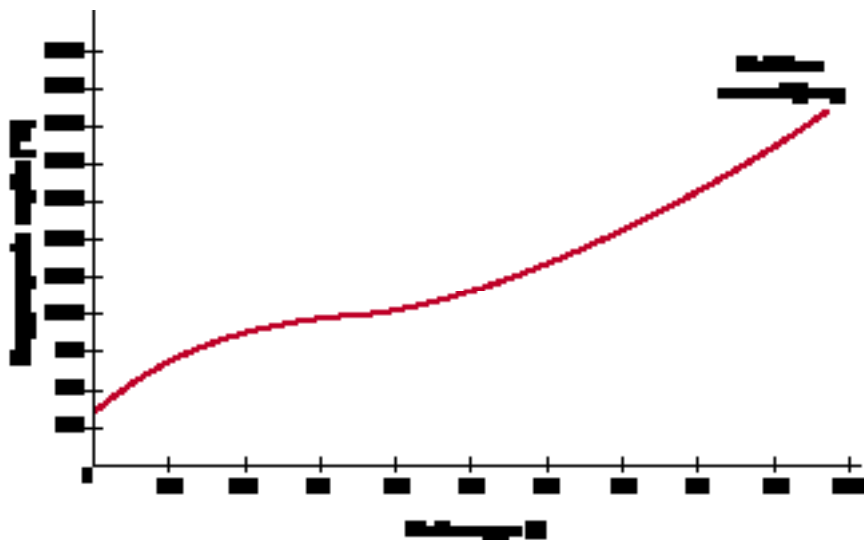
Σχ. 10.7.
Συσκευή Conradson.



Σχ. 10.8α.
Αυτόματη συσκευή αποστάξεως προϊόντων πετρελαίου.

2. Τον ψυκτήρα νερού, όπου υγροποιούνται οι παραγόμενοι ατμοί και αποστάζουν.
3. Γυάλινο βαθμολογημένο υποδοχέα των 100 ml, όπου και συλλέγεται το απόσταγμα-δείγμα.
4. Στον κλασματήρα είναι προσαρμοσμένο θερμόμετρο, έτσι ώστε το κέλυφος του υδραργύρου του να φθάνει στο ύψος της απαγωγής των ατμών από τον κλασματήρα στον ψυκτήρα.

Η πτητικότητα της βενζίνης ελέγχεται με την καμπύλη αποστάξεως (σχ. 10.8β), όπου προσδιορίζονται οι θερμοκρασίες, στις οποίες αποσπάζουν τα κλάσματα της βενζίνης.



Σχ. 10.8β.

Καμπύλη αποστάξεως.

10.8.3 Τεχνική αποστάξεως.

1. Μετά την καλή συνδεσμολογία της συστοιχίας της συσκευής αποστάξεως, τοποθετούμε το δείγμα (100 ml) στον κλασματήρα και θέτουμε σε λειτουργία το σύστημα θερμάνσεως [ο χρόνος ενάρξεως της θερμάνσεως μέχρι το Α.Σ.Ζ. (Αρχικό Σημείο Ζέσεως) είναι περίπου 10'].]
2. Καταγράφουμε τις θερμοκρασίες, στις οποίες αποκτούμε τα κλάσματα, π.χ. 10%, 20%, 30%, 50%, 80%, 90%.
3. Τέλος καταγράφουμε και τη θερμοκρασία του Τ.Σ.Α. (Τελικό Σημείο Αποστάξεως).

Ο ολικός χρόνος αποστάξεως δεν πρέπει να υπερβαίνει τις 3 h [Α.Σ.Α. $\Rightarrow$ ανάκτηση 5% $t_1 = 80$ s, ανάκτηση 5% $\Rightarrow$ υπόλειμμα 5 ml $t_2 = 5$ min/ml όγκος υπολείμματος 5 ml $\Rightarrow$ Τ.Σ.Ζ. (Τελικό Σημείο Ζέσεως) $t_3 = 5$ min].

Όταν δυο διαδοχικές, ανά 2 λεπτά, μετρήσεις του αποστάγματος συμπέσουν κατά την ανάγνωση του υποδοχέα, καταγράφουμε το αποτέλεσμα: ΑΝΑΚΤΗΣΗ επί τοις %.

10.8.4 Υπολογισμοί.

ml υπολείμματος + ml ανακτήσεως = ολική ανάκτηση %

100 ml – ολική ανάκτηση = Απώλεια %

Αποσταχθέν % = ολική ανάκτηση % + απώλεια %

Παρατήρηση.

Ως ψυκτικό μείγμα χρησιμοποιούνται τεμάχια πάγου, νερό και ποσότητα NaCl. Η εργασία της αποστάξεως πρέπει να επιτελείται μέσα σε απαγωγό ή χώρο που αερίζεται (γιατί εκλύονται ατμοί καυσίμων).

Στους πίνακες 10.8.1 και 10.8.2 δίνονται αντιστοίχως οι αντιστοιχίες ιξώδους σε διάφορες κλίμακες και μετατροπή βαθμών C° σε F°.

ΠΙΝΑΚΑΣ 10.8.1
Αντιστοιχία τιμών ιξώδους σε διάφορες κλίμακες

Κινηματικό ιξώδες cSt	SAYBOLT S.S.U. 100°F 210°F		REDWOOD I s σε 100°F	ENGLER βαθμοί
2,5	34,4	34,7	32	1,17
5,0	42,35	42,65	39	1,39
10	58,9	59,3	52	1,84
20	97,8	98,4	86	2,88
30	141,3	142,3	125	4,08
40	186,3	187,6	165	5,35
50	232,1	233,8	205	6,64
60	278,3	280,2	246	7,95
80	370,8	373,4	328	10,56
100	463,8	466,7	410	13,20

ΠΙΝΑΚΑΣ 10.8.2
Μετατροπή βαθμών °C σε °F.

°F	°C	°F	°C	°F	°C
20	-280	32	0	104	40
-10	-233	41	5	122	50
0	-17,8	50	10	140	60
5	-15	59	15	158	70
10	-12,2	68	20	176	80
14	-10	70	211	194	90
23	-5	77	25	210	100
25	-3,9	90	32,2	320	160
30	1,1	100	37,8	360	182

$$^{\circ}\text{C} = (^{\circ}\text{F} - 32) \cdot \frac{5}{9}$$

10.9 Ελληνικές προδιαγραφές καυσίμων και λιπαντικού (μέθοδοι ελέγχου ASTM).**10.9.1 Χαρακτηριστικά πετρελαίου Diesel (εσωτερικής καύσεως).**

1. Σημείο αναφλέξεως	55°C min
2. Σημείο ροής	-8°C, -4°C max
3. Ιξώδες 100°F	1,8–6,0 cSt
4. Θείο κ.β.	0,5% max
5. Τέφρα κ.β.	0,02% max
6. Εξανθράκωμα	0,15% max
7. H ₂ O	0,1% max

10.9.2 Προδιαγραφές πετρελαίου λεβήτων (No 5 μαζούτ) κατά ASTM.

1. Σημείο αναφλέξεως	55 min
2. Σημείο ροής	—
3. Ιξώδες 100°F (Redwood)	200–1000
Ιξώδες 122°F (SSF)	40 max
4. Θείο	5%
5. Τέφρα	0,1% max
6. H ₂ O	1% max

10.9.3 Χαρακτηριστικά λιπαντελαίων βενζινομηχανών κατά ASTM.

1. Σημείο αναφλέξεως	204°C min
2. Σημείο ροής	-10°C max
3. Ιξώδες 210°F	60–90 SSU
4. V.I.	70–100
5. Εξανθράκωμα	0,5% max

10.9.4 Χαρακτηριστικά βενζίνης αυτοκινήτων (98 οκτανίων).

1. ε.β. 15°C	0,750
2. Αποστάγματα κατ' όγκο	
α) στους 70°C	10%
β) στους 130°C	50%
γ) στους 180°C	90%
3. Υπόλειμμα αποστάγματος	1,5%
4. Θείο κ. β.	0,1 5%
5. Οξύτητα mg KOH/g	0,0%
6. Νερό	0,0%

10.9.5 Χαρακτηριστικά βενζίνης 90 οκτανίων.

1. ε.β. 15°C	0,750
2. Αποστάγματα κατ' όγκο	70°C
α) στους 70°C	10%
β) στους 130°C	50%
γ) στους 180°C	90%
3. Υπόλειμμα αποστάγματος	1,5%

4. Θείο κ.β.	0,20%
5. Οξύτητα mg KOH/g	0,0%
6. Νερό	0,0%

Παρατήρηση: Οι προδιαγραφές των προαναφερθέντων βενζινών, καθώς και του πετρελαίου εσωτερικής καύσεως είναι ελληνικές του Γ.Χ.Κ. (μέθοδοι ASTM).

Οι προδιαγραφές πετρελαίου εξωτερικής καύσεως (μαζούτ) και λιπαντελαίου βενζινομηχανών είναι αμερικανικές κατά ASTM.

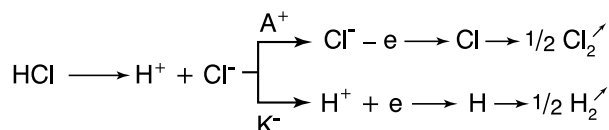
ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΕΝΔΕΚΑΤΟ

ΕΦΑΡΜΟΣΜΕΝΗ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΕΙΑ

11.1 Ηλεκτρόλυση.

11.1.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Ονομάζεται **ηλεκτρόλυση** το φαινόμενο κατά το οποίο ένας ηλεκτρολύτης (σε υδατικό του διάλυμα) δέχεται τη δράση του Η.Σ.Ρ. (Ηλεκτρικού Συνεχούς Ρεύματος), οπότε τα προσανατολισμένα ιόντα σχηματίζουν αντιδράσεις οξειδαναγωγής, δημιουργώντας διάφορα προϊόντα.



Είναι γνωστό ότι τα σώματα, ανάλογα με τη συμπεριφορά τους στο Η.Σ.Ρ., διακρίνονται σε μονωτές και αγωγούς.

Οι αγωγοί κατατάσσονται σε **μεταλλικούς** ή **1ου είδους**, σε **ηλεκτρολύτες** ή **2ου είδους** και στους **μεικτούς** ή **σουλφίδια**.

Με βάση λοιπόν όσα προαναφέρθηκαν, καθορίστηκε ο κλάδος της Ηλεκτροχημείας, που αποτελεί τον περισσότερο εφαρμόσιμο κλάδο της Φυσικοχημείας.

11.1.2 Εφαρμογές Ηλεκτροχημείας.

1. Ηλεκτροχημική παραγωγή διαφόρων προϊόντων, π.χ. Cl_2 , κόνεων μετάλλου κ.λ.π..
2. Ηλεκτρολυτική προστασία μετάλλων, καθαρισμός και επιμετάλλωσή τους.
3. Ηλεκτρολυτικές μέθοδοι αναλύσεων.
4. Κατασκευή στοιχείων και συσσωρευτών.

11.1.3 Ηλεκτρόλυση οξέων-βάσεων και αλάτων.

Τα υλικά που απαιτούνται για να εκτελεσθεί μια ηλεκτρόλυση είναι: 1) Δοχείο ηλεκτρολύσεως. 2) Διάλυμα ηλεκτρολύτη. 3) Συνεχές ηλεκτρικό ρεύμα (ανορθωτής). 4) Ηλεκτρόδια-αγωγοί 1ου είδους (σύνδεση ρεύματος και ηλεκτρολύτη-υγρού). 5) Λοιπές διατάξεις.

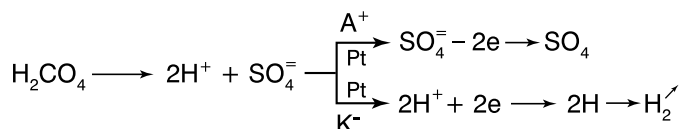
11.1.4 Ηλεκτρόλυση HCl με ηλεκτρόδια C.

Όπως δείχνει και η παραπάνω αντίδραση ηλεκτρολύσεως τα Cl^- οξειδούν στην άνοδο (+), όπου αποβάλλουν e^- . Έτσι αποφορτίζονται και μετατρέπονται σε άτομα ουδέτερα. Το ουδέτερο πια άτομο καθίσταται διατομικό (Cl_2) και ως αέριο, εκλύεται με μορφή φυσαλίδων.

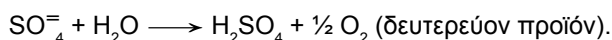
Τα H^+ οξειδούν στην κάθοδο (-), όπου προσλαμβάνουν e^- . Έτσι αποφορτίζονται

και μετατρέπονται σε άτομα H, τα οποία δημιουργούν H₂ (μοριακό).

11.1.5 Ηλεκτρόλυση H₂SO₄ με ηλεκτρόδια Pt.

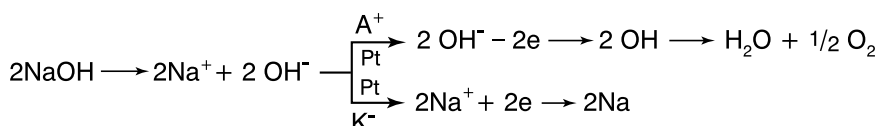


Τα ιόντα της SO₄⁻ εκφορτίζονται, οπότε αντιδρούν με το H₂O και λαμβάνει χώρα δευτερεύουσα αντίδραση στην άνοδο:

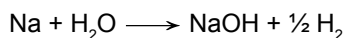


Τα οξέα, καθώς ηλεκτρολύονται, ελευθερώνουν, στην κάθοδο πάντοτε, αέριο H₂. Κάθε υδρογονούχα ένωση όμως δεν είναι οξύ, π.χ. CH₄, CaH₂ κ.λ.π.. Οξύ είναι όταν το υδρογόνο της είναι δυνατό να μετατραπεί σε δραστικό υδρογονοϊόν.

11.1.6 Ηλεκτρόλυση NaOH με ηλεκτρόδια Pt.



Στην κάθοδο λαμβάνει χώρα η δευτερεύουσα αντίδραση:



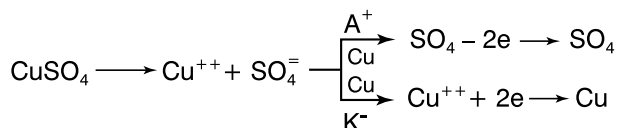
Έτσι παρατηρούμε ότι, κατά την ηλεκτρόλυση του NaOH, το H₂O διαχωρίζεται στα δύο συστατικά του.

Οι βάσεις (ευδιάλυτες) ελευθερώνουν πάντοτε στην άνοδο αέριο O₂.

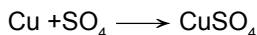
Όλες οι βάσεις περιέχουν στο μόριό τους OH⁻. Κάθε υδροξυλιούχα ένωση όμως δεν είναι βάση, π.χ. CH₃CH₂OH.

Βάση επομένως είναι μία ένωση, όταν το -OH σ' αυτήν είναι δυνατό να μετατραπεί σε υδροξύλιο.

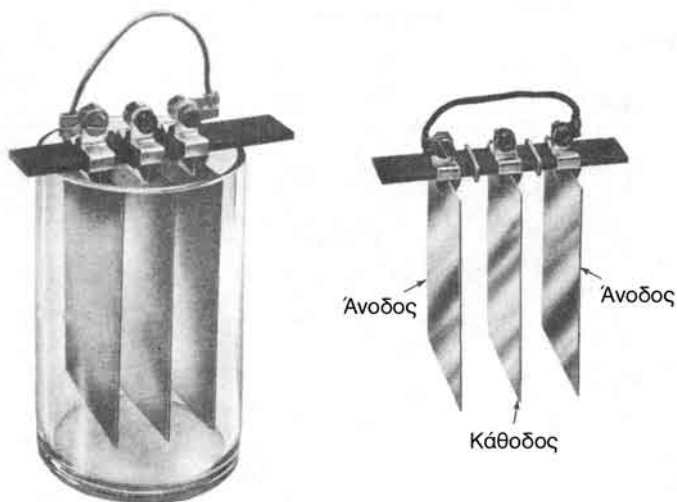
11.1.7 Ηλεκτρόλυση CuSO₄ με ηλεκτρόδια Cu.



Εδώ η δευτερεύουσα αντίδραση που πραγματοποιείται στην άνοδο μεταξύ του ηλεκτροδίου Cu και της SO₄ είναι:



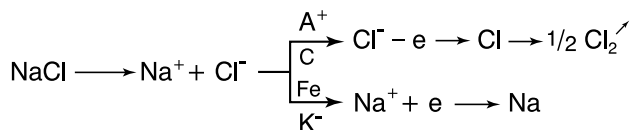
Όταν τα ηλεκτρόδια είναι από Pt, στην άνοδο εκλύεται O₂.



Σχ. 11.1.

Ηλεκτρολυτικό «στοιχείο» – Τύποι ηλεκτροδίων.

11.1.8 Ηλεκτρόλυση διαλύματος NaCl με ηλεκτρόδια άνθρακα και σιδήρου.



Δευτερεύουσα αντίδραση στην κάθοδο: $\text{Na} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{NaOH} + 1/2 \text{H}_2$.

Στην περίπτωση της ηλεκτρολύσεως των αλάτων, το είδος του υλικού των ηλεκτροδίων έχει ιδιαίτερη σημασία για το είδος των προϊόντων (σχ. 11.1).

11.2 Ηλεκτρανάλυση.

11.2.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η ηλεκτρανάλυση αποτελεί σπουδαία εφαρμογή της ηλεκτρολύσεως στην ποσοτική Αναλυτική Χημεία, για τον ποσοτικό προσδιορισμό διαφόρων μετάλλων, π.χ. χαλκού, νικελίου, αργύρου κ.λ.π..

Η αποβολή των χημικά καθαρών μετάλλων για τον ποσοτικό τους προσδιορισμό παρουσιάζει ενδιαφέρον, λόγω της ευκολίας και της ταχύτητας της εργασίας και ακόμη λόγω της άνετης και ταχείας πλύσεως του ιζήματος.

Επειδή όμως πολλοί παράγοντες επηρεάζουν την ακρίβεια του αποτελέσματος, πρέπει να ακολουθούνται αυστηρά οι οδηγίες, σε κάθε περίπτωση.

Για να πραγματοποιηθεί ένας τέτοιος προσδιορισμός, απαιτείται κάποιος όγκος διαλύματος του μεταλλοκατιόντος, που ηλεκτρολύεται με ειδικά κατασκευασμένα ηλεκτρόδια και που η κάθοδος του έχει προηγουμένως ζυγισθεί.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

11.3 Προσδιορισμός Cu χαλκού.

11.3.1 Τεχνική.

1. 5 g Cu διαλυτοποιούνται και μετατρέπονται σε CuSO_4 ή σε διάλυμα CuSO_4 . Όπου η μέγιστη ποσότητα του Cu είναι 5 g, προσθέτομε 20 ml πυκνό HNO_3 .
2. Αραιώνομε στα 300 ml και το όλο ηλεκτρολύεται για 8 h με τάση 2,2–2,5 V και ένταση 0,5–1 A.
3. Με μηχανική ανάδευση (1000 στροφές/min) και σε θερμοκρασία 60°C με τάση 3 V και ένταση 2–10 A, η ανάλυση τελειώνει σε $1-1\frac{1}{2}$ h.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

11.4 Προσδιορισμός Ni.

11.4.1 Τεχνική.

1. Διάλυμα NiSO_4 περιεκτικότητας 0,1 g σε Ni, ηλεκτρολύεται για 3 h με τάση 3,5–4 V και ένταση 1 A.
2. Στο διάλυμα προσθέτομε ποσότητα NH_4OH και 5 g $(\text{MH}_4)_2\text{SO}_4$ για να παραμένει διαυγές.

11.4.2 Τεχνικές πληροφορίες.

1. Κατά τις παραπάνω ηλεκτροανλύσεις τα ηλεκτρόδια απέχουν 0,8–1 cm.
2. Τα δοχεία καλύπτονται με ύαλο ωρολογίου κομμένη στα δύο, ώστε να περνούν τα στελέχη των ηλεκτροδίων (σχ. 11.4).



Σχ. 11.4.
Συσκευή ηλεκτροανάλυσεως.

3. Όταν η ηλεκτρόλυση τελειώσει, αφαιρείται το υγρό με σιφώνιο και αντικαθίσταται γρήγορα με νερό αφαλατωμένο ή οξυνισμένο ή αλκαλιωμένο, ανάλογα με την περίπτωση και συνεχίζεται η ηλεκτρόλυση για μερικά λεπτά, οπότε επαναλαμβάνεται η ίδια διαδικασία. Τέλος η κάθοδος εμβαπτίζεται σε καθαρό νερό και κατόπιν σε καθαρό οινόπνευμα· ξηραίνεται στους 90°C και ζυγίζεται.
4. Τα ηλεκτρόδια είναι κατασκευασμένα από ιριδιούχο (10%) λευκόχρυσο, που είναι απρόσβλητος και δεν απορροφά αέρια.
5. Το σχήμα των ηλεκτροδίων επηρεάζει την ακρίβεια και γι' αυτό αυτά κατασκευάζονται με διάφορες μορφές.
6. Μια τέτοια διάταξη αποτελείται από έναν κύλινδρο κατασκευασμένο από πλέγμα Pt ως κάθοδο. Η άνοδος έχει σχήμα κλωβίου που περιβάλλει την κάθοδο και φέρει ειδικό σπείρωμα.

11.4.3 Διατύπωση του Νόμου Faraday.

$$m = \alpha \cdot \frac{A}{n} \cdot Q \quad (1)$$

όπου: m η μάζα του στοιχείου,
 A το A.B. του στοιχείου,
 n το σθένος του στοιχείου,
 α μία σταθερά = 1/96500 και
 Q το ηλεκτρικό φορτίο.

Επειδή $Q = I \cdot t$ η σχέση (1) γίνεται:

$$m = \frac{1}{96500} \cdot \frac{A}{n} \cdot I \cdot t \quad (2)$$

$$Q = Cb, \quad 1Cb = 1A \cdot 1 \text{ s.}$$

$$1Ah = 1A \cdot 3600 \text{ s} = 3600 Cb$$

Παράδειγμα.

Να βρεθεί το ηλεκτρικό φορτίο που απαιτείται για να πάρουμε με ηλεκτρόλυση 54 g Ag.

Λύση.

$$\begin{array}{lcl} \text{Τα } \frac{108}{1} \text{ g Ag (g.eq) απαιτούν } 96500 \text{ Cb} \\ 54 & & x; = 48250 \text{ Cb} \end{array}$$

Αν το φορτίο παρέχεται από ρεύμα 50 A, ο χρόνος ηλεκτρολύσεως είναι:

$$t = \frac{Q}{I} = \frac{48250}{50} = 9650 \text{ s} \sim 16 \text{ min}$$

11.4.4 Ηλεκτροχημική απόδοση ρεύματος.

$$n = \frac{B}{B'} \cdot 100$$

όπου: B η μάζα του προϊόντος, που παράγεται στην πράξη και

B' η μάζα του προϊόντος που υπολογίζεται με βάση τα θεωρητικά δεδομένα.

Αν ο λόγος B/B' δεν πολλαπλασιασθεί επί 100, τότε το **η** καλείται **συντελεστής ηλεκτροχημικής αποδόσεως**.

11.5 Επιμετάλλωση.

Η επιμετάλλωση αποτελεί σπουδαία εφαρμογή της ηλεκτρολύσεως και χρησιμεύει κυρίως για την επικάλυψη μεταλλικών αντικειμένων, προκειμένου να προστατευθούν από τη διάβρωση ή και για διακοσμητικούς σκοπούς.

Η τεχνική μιας επιμεταλλώσεως ακολουθεί ορισμένα βασικά στάδια. Παράδειγμα αυτών δίνεται παρακάτω για καλύτερη κατανόηση της αρχής, πάνω στην οποία βασίζεται η όλη εργασία της επιμεταλλώσεως.

11.5.1 Βασικοί κανόνες για σωστή επιμετάλλωση.

1. Η στιλπνή και καθαρή επιφάνεια του προς επιμετάλλωση αντικειμένου.
2. Η σταθερή τιμή της πυκνότητας του ρεύματος.
3. Η απαραίτητη θερμοκρασία του ηλεκτρολύτη.
4. Η διάρκεια (χρόνος) της ηλεκτρολύσεως.
5. Η τιμή pH του ηλεκτρολύτη.
6. Η σταθερή σύσταση του λουτρού της ηλεκτρολύσεως.
7. Η παρεχόμενη τάση του ρεύματος για την επιμετάλλωση.

11.5.2 Προετοιμασία μεταλλικού αντικειμένου για επιμετάλλωση (στάδια ηλεκτρολυτικής επιμεταλλώσεως-επαργύρωσης).

1. Το μεταλλικό αντικείμενο, ανάλογα με το μέγεθος και την επιφάνειά του, καθαρίζεται με μηχανικά ή χημικά μέσα (βούρτσα – moter ή χημικά παρασκευάσματα). Έτσι πετυχαίνουμε στιλπνή επιφάνεια απαλλαγμένη από λιπαρές ουσίες (πρώτο στάδιο και βασικότερο για την επιμετάλλωση). Για τα λίπη χρησιμοποιούνται διάφορα διαλυτικά, όπως ακετόνη, ξυλόλη, τετραχλωράνθρακας, βενζίνη κ.λ.π..
2. Κάθοδοι, στα λουτρά ηλεκτρολύσεως, τοποθετούνται τα προς επιμετάλλωση αντικείμενα, ενώ ως άνοδοι χρησιμοποιούνται τα ίδια μέταλλα, που θέλουμε να αποθέσουμε επάνω στο αντικείμενο, π.χ. για επινικέλωση τοποθετούνται άνοδοι (πλάκες) Ni.

Για να έχει πετύχει μια επιμετάλλωση, η απόθεση του μετάλλου επάνω στο αντικείμενο πρέπει να είναι ομαλή και ομοιόμορφη.

Έστω ότι δίνονται για επαργύρωση (επιμετάλλωση) αντικείμενα ορειχάλκινα.

Σειρά εργασιών:

1. Καθαρισμός αντικειμένου.
2. Ανάρτηση (δέσιμο) με χάλκινο σύρμα (για την εμβάπτιση).
3. Απολίπανση ηλεκτρολυτική – πρώτο λουτρό (λουτρό αλκαλικής κυρίως αντιδράσεως).
4. Ξέπλυμα με νερό (με εμβάπτισμα).

5. Ξέπλυμα σε H_2SO_4 10%.
6. Ξέπλυμα με νερό.
7. Επινικέλωση – δεύτερο ηλεκτρολυτικό λουτρό όξινου περιβάλλοντος ($\text{pH} \approx 4$).
8. Ξέπλυμα με H_2O (διπλά).
9. Επαργύρωση – τρίτο λουτρό ηλεκτρολυτικό αλκαλικής αντιδράσεως.
10. Ξέπλυμα με νερό και στέγνωμα.

11.5.3 Παρατήρηση.

Όπως συμπεραίνεται από την όλη σειρά των παραπάνω διαδικασιών, για να έχουμε μια επιτυχή επαργύρωση σε ένα ορειχάλκινο αντικείμενο, πρέπει πρώτα να γίνει επινικέλωσή του (για λόγους αντι-διαβρωτικούς, προσφύσεως και σιλπνότητας).

Ασκήσεις.

1. Σε μια επινικέλωση αποτέθηκαν 1,05 g Ni επάνω σε επιφάνεια 300 cm^2 . Η ηλεκτρόλυση έγινε με ένταση ρεύματος 3 A επί 20 min. Ζητούνται: α) Η πυκνότητα του ρεύματος κατά την ηλεκτρόλυση και β) η απόδοση του ρεύματος.
2. Πόσα g Ag θα αποτεθούν στην κάθοδο για ένταση ηλεκτρολύσεως 1 A και $t = 96500 \text{ s}$;
3. Πόσο είναι το πάχος του Ag που αποτίθεται κατά την επαργύρωση μιας πλευράς διαστάσεων μήκους 15 cm και πλάτους 10 cm μετά 24 h;
 $i = 0,3 \text{ A/dm}^2$, $\eta = 90\%$, $A.B \text{ Ag} = 108$, $\epsilon.\beta. \text{ Ag} = 10,5 \text{ g/cm}^3$
4. Αντικείμενο επιφάνειας 70 cm^2 επιμεταλλώνεται με Cu για κάποιο χρονικό διάστημα. Μετά την ηλεκτρόλυση ζυγίζεται και βρίσκεται βαρύτερο κατά 12,46 g. Πόσο είναι το πάχος του Cu που απετέθη; ($\epsilon.\beta. \text{ Cu} = 8,9 \text{ g/cm}^3$). Για τη λύση των παραπάνω ασκήσεων παρέχονται διάφοροι απαραίτητοι τύποι:

$$\alpha) \quad m = \frac{A \cdot Q}{n \cdot F} = \frac{A \cdot I \cdot t}{n \cdot 96500}$$

$$\beta) \quad I = i \cdot S$$

$$\gamma) \quad \epsilon = \frac{B}{V}$$

$$\delta) \quad V = S \cdot h \quad \text{ή} \quad h = \frac{V}{S} = \frac{B}{\epsilon \cdot S}$$

$$\epsilon) \quad S = L \cdot d$$

όπου: i η πυκνότητα ρεύματος, S η επιφάνεια αντικειμένου, h το πάχος επιμεταλλώσεως, L το μήκος αντικειμένου και d το πλάτος αντικειμένου.

Το πάχος της επιμεταλλώσεως δίνεται κυρίως σε μ (μικρά), $1 \text{ cm} = 10000 \mu$.

11.6 Διάβρωση.

Διάβρωση ονομάζουμε κάθε αυθόρμητη ή βεβιασμένη (ηλεκτροχημικής, χημικής και μηχανικής φύσεως) αλλοίωση της επιφάνειας μετάλλου ή κράματος, η οποία δημιουργεί απώλεια υλικού.

Βαθμός διαβρώσεως είναι το πηλίκον της διαφοράς μάζας μεταξύ της αρχικής

και της τελικής καταστάσεως του υλικού, διά της ολικής επιφάνειάς του, η οποία βρίσκεται μέσα στο διαβρωτικό μέσο.

Ο βαθμός διαβρώσεως εξαρτάται από:

1. Τη διαβρωτικότητα του υγρού και
2. το χρόνο παραμονής του μετάλλου στο διαβρωτικό υγρό.

11.6.1 Είδη διαβρωτικού περιβάλλοντος.

Η διάβρωση επιδρά ανάλογα με το περιβάλλον και μπορεί να είναι:

1. Διάβρωση στον αέρα.
2. Διάβρωση επάνω στο έδαφος ή μέσα σ' αυτό.
3. Διάβρωση στο γλυκό νερό.
4. Διάβρωση στο θαλασσινό νερό.
5. Διάβρωση από καυσαέρια.
6. Χημική διάβρωση.
7. Πυρηνική διάβρωση.

11.6.2 Μέτρηση του βαθμού διαβρώσεως και μεταβολή της διαβρωτικότητας του υγρού σε συνάρτηση με το χρόνο.

11.6.3 Πείραμα.

Εκτελέστε το παρακάτω πείραμα και εκφράστε τα συμπεράσματά σας.

1. Σε τρία ποτήρια ζέσεως, τα οποία περιέχουν κατά σειρά 8%, 8%, 10% διάλυμα HCl (διαβρωτικό μέσο), εμβαπτίζονται μεταλλικά ελάσματα-δοκίμια διαστάσεων 2,5 x 5 cm που καθαρίστηκαν με ακετόνη.
2. Το πρώτο και το τρίτο δοκίμιο εξάγονται από το διαβρωτικό μέσο μετά 5' και το δεύτερο μετά 10'.
3. Τέταρτο δοκίμιο εμβαπτίζεται κατά τη στιγμή της εξόδου του πρώτου και του τρίτου στο 1ο διάλυμα και εξάγεται μετά 5', μαζί με το δεύτερο δοκίμιο, το οποίο παρέμεινε 10'.

Μετά την έξοδό τους πλένομε τα δοκίμια με νερό, τα ξηραίνουμε και τα ζυγίζουμε. Τέλος υπολογίζουμε με τον πιο κάτω τύπο το βαθμό διαβρώσεώς τους, διαιρώντας τη διαφορά βάρους αρχικής και τελικής καταστάσεως διά της ολικής επιφάνειάς τους (ϵ_0).

$$\text{Βαθμός διαβρώσεως} = \frac{m_a - m_T}{\epsilon_0} = \alpha \text{ g/cm}^2$$

11.6.4 Ρόλος του O_2 στη χημική διάβρωση.

11.6.5 Πείραμα.

Παρασκευάζεται μείγμα από:

1. 100 ml = 0,1 N διαλύματος NaCl.
2. 3 ml διαλύματος 1% $K_4 [Fe (CN)_6]$.
3. 0,5 ml διαλύματος 1% φαινολοφθαλεΐνης.

Προσθέτομε στο μείγμα ζελέ άγαρ-άγαρ μεγάλου ιξώδους (περιεκτικότητας 1,5%). Τοποθετούμε μια μεγάλη σταγόνα από το μείγμα αυτό στην καθαρή επιφάνεια ελάσματος Fe.

Παρατηρούμε ότι σχηματίζεται δακτύλιος, που στο κέντρο του έχει χρώμα μπλε, λόγω της αντιδράσεως:



και σχηματισμού του κυανού του Βερολίνου.

Επίσης, στο έξω μέρος των δακτυλίων παρατηρείται κόκκινη χροιά (φαινολοφθαλείνης), άρα αλκαλική αντίδραση, την οποία δημιουργήσε η τοπική άνοδος, παρέχοντας ηλεκτρόνια προς τα έξω. Τα ηλεκτρόνια αυτά αποφορτίζουν H^+ και τελικά H_2 , με συνέπεια να υπερτερούν τα OH^- .

Στη συνέχεια το O_2 , που περικλείει η σταγόνα, οξειδώνει το H_2 σε H_2O και έτσι η διάβρωση συνεχίζεται ενώ, λόγω αντίθετης τάσεως $\text{H}^+ + 2\text{e}$ θα έπρεπε να σταματήσει. Στην περίπτωση του πειράματος, το O_2 δρα ως αποπολωτής.

Μετά από ένα χρονικό διάστημα, παρατηρούμε ότι ανάμεσα στην αλκαλική ζώνη και στην τοπική άνοδο σχηματίζεται δακτύλιος σκουριάς από $\text{Fe}(\text{OH})_3$.

Αποπολωτές είναι ουσίες που εμποδίζουν τα ηλεκτρόδια μιας ηλεκτρολύσεως να καταστούν πόλοι ηλεκτρικού στοιχείου. Έτσι, αν π.χ. στην κάθοδο εκλύεται H_2 , επειδή μπορεί να έχει σχηματισθεί το στοιχείο H_2/H^+ , προστίθεται πυρολουσίτης (MnO_2), για να οξειδωθεί το υδρογόνο.

11.6.6 Παρατηρήσεις.

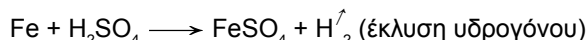
Η διάβρωση ενισχύεται από τους ηλεκτρολύτες, κυρίως τα χλωριούχα άλατα. Όταν π.χ. εμβαπτίζεται έλασμα Al σε διάλυμα CuSO_4 , δεν επικάθεται Cu , ενώ αν προσθέσουμε στο διάλυμα άλατα, παρατηρείται απόθεση σπογγώδους Cu . Επίσης, το SO_2 του αέρα ευνοεί τη διάβρωση των μετάλλων σε μεγάλο βαθμό.

Για την προστασία μεταλλικών αντικειμένων από τη διάβρωση, χρησιμοποιούνται ενώσεις που εμποδίζουν ή περιορίζουν τις ηλεκτροχημικές αντιδράσεις. Τα σώματα αυτά τα ονομάζουμε **επιβραδυντές**.

11.6.7 Πείραμα.

Αν εμβαπτίσουμε δύο ελάσματα Fe σε ξεχωριστά διαλύματα H_2SO_4 15%, στο ένα από τα οποία έχει προστεθεί ποσότητα ουροτροπίνης, θα παρατηρήσουμε ότι:

1. Στο διάλυμα (αυτούσιο) του H_2SO_4 εκλύονται φυσαλίδες αερίου.



2. Στο διάλυμα, όπου περιέχεται ως επιβραδυντής η ουροτροπίνη, δεν παρατηρείται, τουλάχιστον κατά το πρώτο διάστημα, έκλυση φυσαλίδων (προστασία ηλεκτροχημικής δράσεως στο Fe).

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΔΩΔΕΚΑΤΟ

ΒΙΟΧΗΜΙΚΕΣ ΑΝΑΛΥΣΕΙΣ

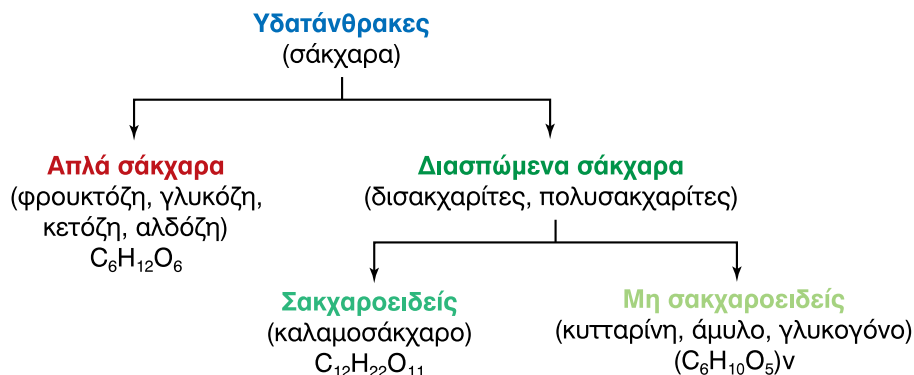
Α) ΠΟΙΟΤΙΚΕΣ ΑΝΤΙΔΡΑΣΕΙΣ ΥΔΑΤΑΝΘΡΑΚΩΝ.

Σκοπός.

Η ανίχνευση υδατανθράκων (απλών, δισακχαριτών, πολυσακχαριτών) σε άγνωστο διάλυμα.

Εισαγωγικές πληροφορίες.

Οι υδατάνθρακες ή σάκχαρα, όπως είναι γνωστοί, διακρίνονται σε δύο μεγάλες κατηγορίες:



Οι υδατάνθρακες, ανάλογα με τα αντιδραστήρια που χρησιμοποιούνται για την ανίχνευσή τους, δίνουν χαρακτηριστικούς χρωματισμούς στα διαλύματά τους. Επίσης, με βάση τις ιδιότητές τους [άλλα είναι αναγωγικά σώματα (γλυκόζη, γαλακτοσάκχαρο), ενώ άλλα δεν έχουν αναγωγική δράση (σακχαρόζη, άμυλο κ.λ.π.)] διαπιστώνεται η ταυτότητά τους.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

12.1 Αντίδραση Molisch.

Η αντίδραση αυτή είναι γενική αντίδραση ανιχνεύσεως των υδατανθράκων και, παρουσία σακχάρων, παράγει ανάλογα χαρακτηριστικούς δακτυλίους ή χρωματισμούς. Οι χρωματισμοί που επικρατούν είναι: κερασί, πράσινο, ιώδες.

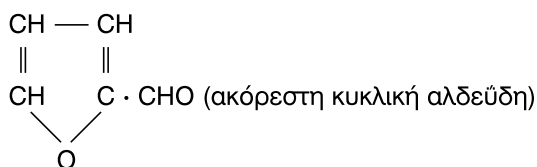
12.1.1 Τεχνική.

1. Σε τέσσερις καθαρούς και στεγνούς δοκιμαστικούς σωλήνες φέρονται από 2 ml πυκνού H_2SO_4 .

2. Σε άλλους τέσσερεις σωλήνες φέρονται ξεχωριστά 3 ml από τα διαλύματα: α) γλυκόζης, β) σακχαρόζης, γ) μαλτόζης, δ) αμύλου.
3. Σε κάθε δοκιμαστικό σωλήνα με τα διαλύματα προσθέτουμε 2–3 σταγόνες αντιδραστήριου Molisch και ανακινούμε για πλήρη ανάμειξη.
4. Μεταφέρουμε με προσοχή στους 4 δοκιμαστικούς με το H_2SO_4 και στον κάθε ένα ξεχωριστά τα αντίστοιχα διαλύματα α, β, γ, δ.
5. Σημειώνουμε για κάθε περίπτωση το χρωματισμό του δακτυλίου που σχηματίζεται.
6. Ακολουθούμε την ίδια σειρά για το άγνωστο δείγμα και αναφέρουμε γραπτά τα συμπεράσματά μας.
7. Μετά από 10 min αραιώνουμε τα διαλύματα και σημειώνουμε τις παρατηρήσεις μας.

12.1.2 Πληροφορίες.

- Το αντιδραστήριο Molisch παρασκευάζεται με διάλυση 10 g α-ναφθόλης σε 100 ml αλκοόλης.
- Αντί για α-ναφθόλη, μπορεί να χρησιμοποιηθεί θυμόλη, η οποία παρέχει ερυθρωπό χρώμα.
- Η αντίδραση Molisch οφείλεται στο σχηματισμό φουρφουράλης:



- Η αντίδραση Molisch γίνεται για τη διαπίστωση υπάρξεως υδατανθράκων ή όχι.
- Η σακχαρόζη βρίσκεται σε τεύτλα, σακχαροκάλαμο και άλλα φρούτα και αποτελείται από τους μονοσακχαρίτες γλυκόζη και φρουκτόζη.
 - Η μαλτόζη βρίσκεται στο κριθάρι ζυθοποιίας και περιέχει 2 mole γλυκόζης.
 - Η λακτόζη βρίσκεται στα θηλαστικά ζώα και σχηματίζεται από γλυκόζη και γαλακτόζη.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

12.2 Αντίδραση Fehling.

12.2.1 Σκοπός.

Η διαπίστωση των αναγωγικών ιδιοτήτων των σακχάρων στηρίζεται στην ιδιότητα των αναγώντων σακχάρων που ανάγουν αλκαλικό διάλυμα τρυγικού χαλκού και παρέχουν κόκκινο χρώμα του Cu_2O .

12.2.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η πιο χαρακτηριστική αντίδραση για την ανίχνευση και τον προσδιορισμό των σακχάρων, είναι αυτή που προκαλεί το φελίγγειο υγρό.

Η αντίδραση είναι θετική για τα απλά σάκχαρα (πεντόζες και αλδόζες) και για τους δισακχαρίτες που διαθέτουν αλδεϋδική ομάδα (ανάγοντες δισακχαρίτες – μαλτόζη).

Αντίθετα, αρνητική είναι η αντίδραση στους δισακχαρίτες που δεν διαθέτουν αλδεϋδική ομάδα (που δεν ανάγουν σακχαρόζη) και στους πολυσακχαρίτες (άμυλο).

12.2.3 Παρασκευή φελίγγειου υγρού.

Το φελίγγειο υγρό είναι μείγμα δύο διαλυμάτων, του Fehling A και Fehling B, τα οποία αναμειγνύονται λίγο πριν χρησιμοποιηθούν.

Fehling A: Διαλύονται 40 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ σε 1 l H_2O .

Fehling B: Διαλύονται 250 g τρυγικό καλιονάτριο και 150 g NaOH σε 1 l H_2O .

Τα διαλύματα διατηρούνται σε σκοτεινές γυάλινες φιάλες με ελαστικό πώμα.

12.2.4 Τεχνική.

1. Σε τέσσερεις δοκιμαστικούς σωλήνες φέρονται από 3 ml διαλύματος των αντιδραστηρίων A και B, δηλαδή 6 ml φελίγγειου υγρού σε κάθε σωλήνα.
2. Θερμαίνουμε για 5 min σε υδατόλουτρο (χρώμα του διαλύματος μπλε).
3. Προσθέτουμε στον κάθε ένα σωλήνα ξεχωριστά 2–3 ml από τα διαλύματα:
α) γλυκόζης, β) σακχαρόζης, γ) μαλτόζης, δ) αμύλου.
4. Σημειώνουμε το χρωματισμό κάθε διαλύματος.
5. Επαναλαμβάνουμε τα στάδια 1, 2, 3 για το άγνωστο διάλυμα και προσδιορίζουμε το είδος του σακχάρου.

Αναφέρομε γραπτά τις παρατηρήσεις και τα συμπεράσματά μας.

12.2.5 Παρατήρηση.

Η αντίδραση ανιχνεύσεως οφείλεται στην αναγωγική δράση των σακχάρων και στο σχηματισμό Cu_2O (ίζημα ερυθρό).

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ

12.3 Αντίδραση Tollens.

12.3.1 Σκοπός.

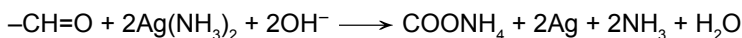
Η ανίχνευση σακχάρων που παρουσιάζουν αναγωγικές ιδιότητες.

12.3.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η ανίχνευση επιτυγχάνεται με αμμωνιακό διάλυμα AgNO_3 , οπότε τα σάκχαρα με αναγωγικές ομάδες ανάγουν το Ag^+ σε Ag^0 μεταλλικό.

Με τον τρόπο αυτό έχουμε σχηματισμό κατόπτρου στα τοιχώματα του σωλήνα ή μελανό ίζημα από Ag^0 , το οποίο χαρακτηρίζει την αντίδραση ως θετική.

Η αντίδραση ανιχνεύσεως είναι:



12.3.3 Τεχνική.

1. Σε τέσσερεις δοκιμαστικούς σωλήνες φέρονται στον κάθε ένα από 2 ml AgNO_3 0,1 N και 1 ml πυκνού NH_4OH . Ανακινούμε καλά.
2. Σε κάθε ένα από τους παραπάνω σωλήνες προσθέτουμε στον:
α) 3–4 σταγόνες γλυκόζης (διάλυμα),
β) 3–4 σταγόνες σακχαρόζης (διάλυμα),
γ) 3–4 σταγόνες μαλτόζης (διάλυμα) και

- δ) 3–4 σταγόνες αμύλου (διάλυμα).
3. Ανακινούμε για ανάμειξη του μείγματος, θερμαίνουμε ήπια σε υδρόλουτρο και καταγράφουμε τις παρατηρήσεις μας.
4. Ακολουθεί η ανίχνευση του άγνωστου δείγματος.
Σημειώνουμε ποιο είδος σακχάρου είναι το δείγμα μας.

ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

12.4 Αντίδραση Benedict.

12.4.1 Τεχνική.

1. Σε δοκιμαστικό σωλήνα φέρονται 5 ml αντιδραστήριου Benedict.
 2. Προσθέτουμε 2 ml σακχαρούχου διαλύματος και θερμαίνουμε μέχρι βρασμού επί 2 min.
 3. Παρουσία σακχάρου (αναγωγικού), η αντίδραση παρέχει πρασινοκιτρινέρυθρο χρώμα.
- Αν η αντίδραση είναι αρνητική, το χρώμα του διαλύματος παραμένει αμετάβλητο.

12.4.2 Παρασκευή αντιδραστήριου.

1. Διαλύουμε 17,3 g κιτρικό νάτριο με 25 ml H_2O νερό.
 2. Προσθέτουμε 10 g Na_2CO_3 , διηθούμε και προσθέτουμε στο διήθημα τη διαλυμένη ποσότητα του $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ (1,73 g).
- Το όλο διάλυμα φέρεται σε τελικό όγκο 100 ml.

ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ

12.5 Αντίδραση Bial.

12.5.1 Τεχνική.

1. Σε δοκιμαστικό σωλήνα φέρονται:
 - α) 2 ml διάλυμα ορκίνης 0,2% σε HCl 1:1.
 - β) 1,5/ml διάλυμα $FeCl_3$ 10%.
 - γ) 3 ml του δείγματος που εξετάζουμε (διάλυμα σακχάρου).
2. Θερμαίνουμε μέχρι βρασμού, οπότε, παρουσία πεντοζών, το διάλυμα χρωματίζεται κυανοπράσινο.
 - Το τεστ Barfoed χρησιμοποιείται για το διαχωρισμό αναγόντων μονοσακχαριτών από δισακχαρίτες.
 - Το τεστ ρεσορκίνης βασίζεται στην ιδιότητα που έχουν οι κετόζες να παράγουν ένα κόκκινο χρώμα με την παρουσία ρεσορκινόλης και HCl, χρησιμοποιείται δε για τη διάκριση κετόνων από αλδόζες.

Β) ΠΟΙΟΤΙΚΕΣ ΑΝΤΙΔΡΑΣΕΙΣ ΠΡΩΤΕΪΝΩΝ (ΛΕΥΚΩΜΑΤΩΝ).

Σκοπός.

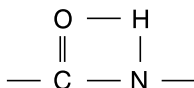
Η ανίχνευση των πρωτεϊνών (λευκώματα) σε άγνωστα διαλύματα.

Εισαγωγικές πληροφορίες.

Τα λευκώματα αποτελούν το σπουδαιότερο συστατικό των ζωντανών οργανι-

σμών. Για το λόγο αυτό, ονομάστηκαν **πρωτεΐνες**, από τη λέξη πρώτος.

Είναι οι πολυπλοκότερες βιολογικές ουσίες και το χαρακτηριστικό τους είναι ότι στο μόριό τους υπάρχουν αμινοξέα ενωμένα μεταξύ τους με πεπτιδικό δεσμό



Αποτελούνται κυρίως από C, H, O και N. Ο όρος **αζωτούχες ενώσεις** που τους αποδίδεται είναι ευρύς και περιλαμβάνει και τα προϊόντα υδρολύσεώς τους (κυρίως αμινοξέα).

Το Μ.Β. των πρωτεϊνών κυμαίνεται από 5000–25 000 000.

Τα λευκώματα διακρίνονται σε απλά (διπεπτίδια), σύνθετα (πολυπεπτίδια) και λευκωματοειδή παράγωγα.

ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ

12.6 Κατακρήμνιση λευκωμάτων με θέρμανση.

Η μέθοδος αποτελεί φυσική δοκιμασία του λευκώματος, κατά την οποία επιτυγχάνεται η ανίχνευσή του, με τη δημιουργία θολώματος ή ιζήματος.

12.6.1 Τεχνική.

1. Σε δοκιμαστικό σωλήνα φέρονται 5 ml διαυγούς λευκωματούχου διαλύματος.
2. Θερμαίνουμε ήπια και προσθέτουμε 3-5 σταγόνες οξικού οξέος (CH_3COOH) 10%.
3. Συνεχίζουμε τη θέρμανση μέχρι βρασμού και μετά ψύχομε. Συγκρίνουμε το σωλήνα του πειράματος με δεύτερο που περιέχει τον ίδιο όγκο διαλύματος, αλλά δεν έχει θερμανθεί και παρατηρούμε το θόλωμα. Αν η δοκιμασία είναι θετική, γνωματεύουμε:
 - α) Ελαφρά θολερότητα: αντίδραση ασθενής (ίχνη).
 - β) Έντονη θολερότητα: αντίδραση θετική (αιωρούμενα).
 - γ) Θολερότητα και ιζήμα: αντίδραση ποσοτική (πηκτωματώδης).

12.6.2 Παρατήρηση.

Η προσθήκη του διαλύματος CH_3COOH αποβλέπει στην εξαφάνιση ιόντων που προκαλούν ιζήματα ($\text{CO}_3^{=}$, $\text{PO}_4^{=}$ κ.λ.π.), τα οποία προέρχονται από τον οργανισμό (δοκιμασία στα ούρα).

ΑΣΚΗΣΗ ΕΒΔΟΜΗ

12.7 Θρόμβωση με προσθήκη οργανικών οξέων (αντίδραση Esbach).

Η αντίδραση της ανιχνεύσεως αυτής οφείλεται στην ιδιότητα που έχουν τα λευκώματα να θρομβώνονται, όταν δέχονται την προσθήκη οργανικών οξέων, διαλυτών (οξοξέα, αλκοόλη, ακετόνη κ.λ.π.).

12.7.1 Τεχνική.

1. Σε αριθμημένο δοκιμαστικό σωλήνα όπου κάθε γραμμή παρέχει g/100 ml δείγ-

ματος φέρεται το προς εξέταση διάλυμα (5 ml) και οξινίζεται με 1 ml CH_3COOH 10% μέχρι την ένδειξη U.

2. Προσθέτομε μείγμα διαλύματος Esbach (μείγμα πικρικού και κιτρικού οξέος σε αναλογία 1:2), μέχρι την ένδειξη R, αναταράσσουμε και αφήνομε το μείγμα σε ηρεμία. Παρουσία πρωτεΐνης (αλβουμίνης), επέρχεται διαχωρισμός νιφάδων.

12.7.2 Παρατηρήσεις.

1. Το αντιδραστήριο Esbach παρασκευάζεται με διάλυση 1 g πικρικού και 2 g κιτρικού οξέος σε 100 ml H_2O .
2. Το πικρικό οξύ (τρινιτροφαινόλη) είναι τρινιτρωμένο παράγωγο της φαινόλης $[\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_3\text{OH}]$, κίτρινου κρυσταλλικού χρώματος, ισχυρά όξινου χαρακτήρα.
3. Η μέθοδος των αντιδραστηρίων Esbach χρησιμοποιείται και για τον ποσοτικό προσδιορισμό των λευκωμάτων στα ούρα. Για την εκτέλεση του προσδιορισμού απαιτείται η χρήση του λευκωματομέτρου Esbach.

12.7.3 Άλλοι τρόποι κατακρημνίσεως λευκωμάτων.

Η καθίζηση των λευκωμάτων δημιουργείται και με τις παρακάτω μεθόδους:

1. Με διαλύματα ισχυρών ηλεκτρολυτών (HCl).
2. Με διαλύματα αλάτων βαρέων μετάλλων (CuSO_4 , HgCl_2).
3. Με την προσθήκη αλκοόλης ή ακετόνης κ.λ.π..

Η κατακρημνιση των λευκωμάτων με ουδέτερα άλατα (NaCl , MgSO_4 κ.λ.π.) – στο ισοηλεκτρικό σημείο τους – καλείται **εξαλάτωση**. Με την εξαλάτωση ή την προσθήκη και την καθίζηση των λευκωμάτων ακετόνης ή αλκοόλης, θρομβώνονται, αλλά ξαναδιαλύονται πάλι, αν απομακρυνθεί το μέσον που προκάλεσε τη θρόμβωσή τους.

Αυτό δεν συμβαίνει όταν η καθίζηση του λευκώματος έχει δημιουργηθεί με θέρμανση ή με την προσθήκη **οξέων**, αλάτων, βαρέων μετάλλων θειικού οξέος, οπότε τα λευκώματα, όταν θρομβωθούν, καθιζάνουν αδιάλυτα (έχουν υποστεί οριστική μεταβολή του μορίου τους). Το φαινόμενο καλείται **μετουσίωση**.

12.7.4 Ισοηλεκτρικό σημείο.

Τα λευκώματα αντιδρούν και με βάσεις και με οξέα. Έχουν δηλαδή τις **αμφολυτικές** ιδιότητες των αμινοξέων που τα σχηματίζουν. Οι περισσότερες πρωτεΐνες αποκτούν αρνητικό φορτίο σε υψηλές τιμές pH και θετικό σε χαμηλές.

Το φαινόμενο, κατά το οποίο πρωτεΐνες σε διάλυμά τους, εμφανίζουν, ανάλογα με το pH τους, θετικό ή αρνητικό φορτίο, λέγεται **ηλεκτροφόρηση**.

Για κάθε πρωτεΐνη υπάρχει μια ενδιάμεση τιμή pH, στην οποία το ολικό φορτίο της πρωτεΐνης είναι ίσο με μηδέν (ουδέτερη κατάσταση). Στο pH αυτό, που καλείται ισοηλεκτρικό σημείο, οι αμινομάδες και οι καρβοξυλομάδες αλληλοεξουδετερώνονται και η πρωτεΐνη παίρνει μορφή διπολικού ιόντος. Στο ισοηλεκτρικό σημείο τα λευκώματα παρουσιάζουν τη μικρότερη διαλυτότητα και καθιζάνουν από τα διαλύματά τους.

Στην ιατρική, η συσκευή ηλεκτροφόρησης χρησιμοποιείται για το χαρακτηρισμό των λευκωμάτων του πλάσματος.

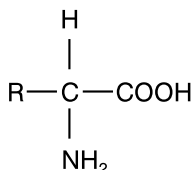
Γ) ΕΙΔΙΚΕΣ ΧΡΩΣΤΙΚΕΣ ΑΝΙΧΝΕΥΣΕΙΣ ΑΜΙΝΟΞΕΩΝ.

Σκοπός.

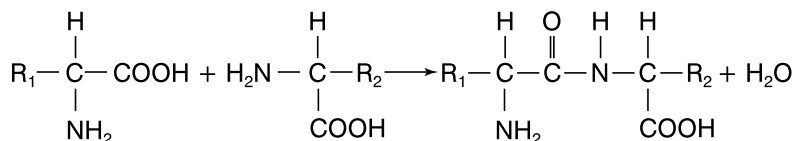
Η εξακρίβωση του είδους του αμινοξέος που περιέχεται στο λευκωματούχο διάλυμα.

Εισαγωγικές πληροφορίες.

1. Τα αμινοξέα προέρχονται από υδρόλυση των λευκωμάτων.
2. Σε διάφορα φυσικά λευκώματα βρέθηκαν 28 αμινοξέα, ο γενικός τύπος των οποίων είναι:

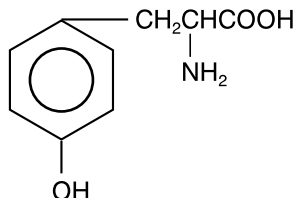


3. Στο μόριό τους περιέχουν, αμινομάδα, καρβοξυλομάδα και ρίζα.
4. Η βασικότερη ιδιότητά τους είναι η αμφολυτική. Ο χαρακτήρας αυτός οφείλεται στις δυο ομάδες, την $-\text{NH}_2$ και την $-\text{COOH}$.
5. Ενώνονται μεταξύ τους με πεπτιδικούς δεσμούς και σχηματίζουν αλυσίδες. Ο πεπτιδικός δεσμός σχηματίζεται με ένωση της καρβοξυλικής ομάδας ενός αμινοξέος με την αμινική ομάδα του άλλου αμινοξέος, με αποβολή ενός μορίου νερού, π.χ.:

**ΑΣΚΗΣΗ ΟΓΔΟΗ****12.8 Αντίδραση Millon.**

Η χρωστική αυτή αντίδραση οφείλεται στην παρουσία φαινολικής ομάδας. Η φαινολική ομάδα έχει ένα αμινοξύ, την τυροσίνη. Επειδή αυτή περιέχεται σε όλα σχεδόν τα λευκώματα, η αντίδραση Millon θεωρείται ως γενική αντίδραση ανιχνεύσεως λευκωμάτων.

Ο συντακτικός τύπος της τυροσίνης είναι:

**12.8.1 Τεχνική.**

1. Σε δοκιμαστικό σωλήνα φέρονται 1 ml διαλύματος $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 30% σε HNO_3 και 5 ml νερό.

2. Προσθέτομε 1 ml διαλύματος NaNO_2 10%, αναμειγνύομε και στη συνέχεια προσθέτομε 1–2 ml πρωτεϊνικό διάλυμα (λεύκωμα αυγού).
3. Αναταράσσομε το μείγμα και θερμαίνομε επί 1–2 min. Παρουσία τυροσίνης, εμφανίζεται στην αρχή κιτρινωπή χροιά, η οποία, μετά τη θέρμανση (σε απαγωγό), μετατρέπεται σε κόκκινο ίζημα. Σε αραιά διαλύματα, το χρώμα δεν είναι τόσο αισθητά κόκκινο.

ΑΣΚΗΣΗ ΕΝΑΤΗ

12.9 Αντίδραση νινυδρίνης.

Η αντίδραση-ανίχνευση αυτή είναι για όλα τα λευκώματα θετική εκτός από το αμινοξύ προλίνη. Ανιχνεύει οπωσδήποτε τα λευκώματα, αλλά δεν είναι δυνατό να μας δώσει την ταυτότητά τους.

12.9.1 Τεχνική.

1. Σε δοκιμαστικό σωλήνα φέρεται ουδέτερο λευκωματούχο διάλυμα.
2. Προσθέτομε 1–2 ml διαλύματος νινυδρίνης (0,2% σε αλκοόλη).
3. Θερμαίνομε το μείγμα μέχρι βρασμού.

Παρουσία όλων των αμινοξέων (εκτός της προλίνης) και ανάλογα με τη φύση τους, εμφανίζεται κόκκινη, καστανή ή μπλε χρώση. Την αντίδραση αυτή παρέχουν και οι αζωτούχες ενώσεις και τα αμμωνιακά άλατα.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ

12.10 Αντίδραση ξανθοπρωτεΐνης.

Η αντίδραση οφείλεται στην παρουσία των αμινοξέων θρυπτοφάνη και τυροσίνη (έχουν βενζολικό πυρήνα).

12.10.1 Τεχνική.

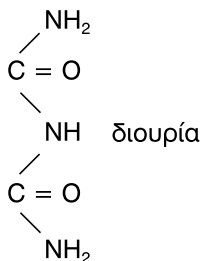
1. Σε δοκιμαστικό σωλήνα με πρωτεϊνικό διάλυμα προσθέτομε 3 ml HNO_3 .
2. Παρουσία πρωτεϊνών παράγεται κίτρινη ελαφρά χρώση, η οποία, μετά από θέρμανση, γίνεται πιο έντονη.
3. Η κίτρινη χρώση οφείλεται στη δημιουργία αρωματικών νιτροσωμάτων.
4. Στην αντίδραση αυτή οφείλεται η κίτρινη κηλίδα που εμφανίζεται στο δέρμα μας, όταν πέσει σ' αυτό σταγόνα HNO_3 (λόγω της τυροσίνης του δέρματος).
5. Το κίτρινο χρώμα της αντιδράσεως ενισχύεται με την προσθήκη στο διάλυμα NaOH .

ΑΣΚΗΣΗ ΕΝΔΕΚΑΤΗ

12.11 Αντίδραση διουρίας.

Η αντίδραση οφείλεται στους πεπτιδικούς δεσμούς, που είναι χαρακτηριστικό του μορίου των λευκωμάτων. Η αντίδραση είναι θετική όταν οι ενώσεις περιέχουν περισσότερο από δύο πεπτιδικούς δεσμούς, δηλαδή τριπεπτίδια και άνω.

Ονομάστηκε αντίδραση διουρίας, γιατί οι δεσμοί αυτοί έχουν κάποια ομοιότητα με τους δεσμούς της διουρίας:



12.11.1 Τεχνική – Μέθοδος Kling.

1. Σε δοκιμαστικό σωλήνα αναμειγνύονται 9 ml NaOH 10% με 1 ml διαλύματος CuSO_4 1%.
2. Προσθέτομε κατά σταγόνες το διάλυμα που εξετάζουμε και αναταράσσομε. Παρουσία πρωτεΐνης (αμινοξέων), σχηματίζεται δακτύλιος ή χρώμα ιώδες, που οφείλεται στους πεπτιδικούς δεσμούς (σχηματισμός συμπλόκου αμινοξέος και Cu^{++}).
Οι πεπτόνες δίνουν ρόδινο-ερυθρό χρώμα.
Η διουρία σχηματίζεται, αν θερμανθούν 2 mol ουρίας στο σημείο τήξεώς της.

ΑΣΚΗΣΗ ΔΩΔΕΚΑΤΗ

12.12 Αντίδραση PbS.

Η αντίδραση είναι θετική, παρουσία αμινοξέων-θειούχων, όπως η κυστίνη, η κυστεΐνη και η θειονίνη.

12.12.1 Τεχνική.

Κατά το βρασμό, σε δοκιμαστικό σωλήνα πρωτεϊνικών διαλυμάτων με 2 ml NaOH 10%, παρουσία άλατος $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ή $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$, παράγεται καστανό χρώμα ή μαύρο ίζημα που οφείλεται στο σχηματισμό PbS.

Η αντίδραση οφείλεται στο H_2S που αποσπάται από το μόριο του αμινοξέος το οποίο περιέχει το S.

Η αντίδραση προχωρεί σταδιακά από λευκωματούχο – Pb σε $\text{Pb}(\text{OH})_2$ και τελικά σε PbS.

Δ) ΡΥΘΜΙΣΤΙΚΑ ΔΙΑΛΥΜΑΤΑ.

Γενικές πληροφορίες.

Τα περισσότερα διαλύματα των ζωικών και φυτικών οργανισμών είναι ρυθμιστικά συστήματα και αποτελούν την **άμυνα** του οργανισμού απέναντι στους διάφορους **εξωτερικούς επιθετικούς παράγοντες**, οι οποίοι μπορούν να μεταβάλλουν τη σταθερότητα της τιμής του pH τους.

Η ταχύτητα δράσεως πολλών ενζύμων εξαρτάται άμεσα από τον παράγοντα pH, που για κάθε περίπτωση βιολογικής αντιδράσεως είναι αυστηρά καθορισμένος και καλείται **άριστο pH**.

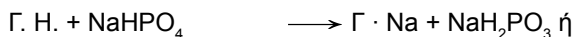
Τέτοια ρυθμιστικά συστήματα στον ανθρώπινο οργανισμό είναι:

$$\alpha) \quad \text{Ο λόγος } \frac{\text{H}_2\text{CO}_3}{\text{NaHCO}_3} = \frac{1}{20}$$

$$\beta) \quad \text{Ο λόγος } \frac{\text{NaH}_2\text{PO}_4}{\text{Na}_2\text{HPO}_4} = \frac{1}{5}$$

$$\gamma) \quad \text{Ο λόγος } \frac{\text{H} \cdot \Lambda}{\text{Na} \cdot \Lambda} = \frac{\text{ένωση υδρογόνου-λευκώματος}}{\text{ένωση Na-λευκώματος}}$$

Παράδειγμα των παραπάνω ρυθμιστικών ουσιών, αποτελεί η εξουδετέρωση του σταθερού οξέος, π.χ. γαλακτικού του πλάσματος στο αίμα.



όπου $\Gamma. \text{H.}$ = γαλακτικό οξύ και $\Gamma \cdot \text{Na}$ = γαλακτικό νάτριο.

Αν λοιπόν δεν υπήρχαν ρυθμιστές του pH, η ζωή θα ήταν αδύνατη. Έτσι εξηγείται η πάντοτε σταθερή τιμή του pH του πλάσματος και των ερυθρών αιμοσφαιρίων ($7,4 \pm 0,02$).

Συνεπώς τα διαλύματα που έχουν την ιδιότητα να διατηρούν το pH τους πρακτικά αμετάβλητο, παρά την προσθήκη σ' αυτά μικρών, αλλά υπολογισίμων ποσοτήτων οξέων ή βάσεων, καλούνται **ρυθμιστικά**.

12.13 Άσκηση – Εφαρμογή.

Παρασκευή ρυθμιστικού διαλύματος $\text{CH}_3\text{COOH} - \text{CH}_3\text{COONa}$.

Παρασκευάζετε ρυθμιστικό διάλυμα pH 5,05 από οξικό οξύ και οξικό νάτριο $P_{\text{κα}}$ οξέος = 4,74. Ποιες οι αναλογίες των σωμάτων για την παρασκευή του διαλύματος;

Δίνεται η εξίσωση των ρυθμιστικών διαλυμάτων.

$$\text{pH} = P_{\text{κα}} + \log \frac{\text{άλας}}{\text{οξύ}}$$

όπου $P_{\text{κα}}$ = φυσικοχημική σταθερά των ουσιών που ιονίζονται.

Απο την σχέση $\text{pH} = P_{\text{κα}} + \log \frac{\text{άλας}}{\text{οξύ}}$ έχουμε:

$$5,05 = 4,74 + \log \frac{\text{άλας}}{\text{οξύ}}$$

$$5,05 - 4,74 = \log \frac{\text{άλας}}{\text{οξύ}}$$

$$0,3 = \log \frac{\text{όξος}}{\text{αξύ}}$$

$$\text{και } \frac{\text{CH}_3\text{COONa}}{\text{CH}_3\text{COOH}} = 2$$

Λύση.

Άρα η αναλογία του CH_3COONa είναι διπλάσια του CH_3COOH (σε συγκεντρώσεις). Δηλαδή αν πάρουμε 0,1 mol/l CH_3COONa θα πάρουμε 0,05 mol/l CH_3COOH .

Οι ποσότητες που αντιστοιχούν είναι: 8,2 g CH_3COONa και 3 g CH_3COOH .

Οι παραπάνω ποσότητες διαλύονται σε 1 lt νερό και έχουμε το ρυθμιστικό διάλυμα pH 5,05 την τιμή του οποίου μετρούμε στο πεχάμετρο.

Σε ένα μέρος από αυτό προσθέτουμε 2 ml N HCl και σε ένα άλλο 2 ml NNaOH, αναδεύουμε και παίρνουμε το pH των διαλυμάτων.

Ποια είναι τα συμπεράσματά σας;

E) ENZYMA.**Γενικές πληροφορίες.**

Τα ένζυμα αποτελούν οργανικούς καταλύτες που παράγονται από τα κύτταρα, γι' αυτό και καλούνται και **βιοκαταλύτες**.

Με τη βοήθεια των ενζύμων λαμβάνουν χώρα σειρές βιολογικών αντιδράσεων, όπως είναι π.χ. η διάσπαση των θρεπτικών υλών, η πήξη του αίματος, ο σχηματισμός των οστών κ.λ.π..

Γενικά, τα ένζυμα είναι μεγαλομοριακές λευκωματούχες ουσίες που εκρίνονται από μικροοργανισμούς ή αδένες των ζωντανών οργανισμών. Παρουσιάζουν **στάδιο ζωής, στάδιο συνθέσεως** και **στάδιο γήρατος**.

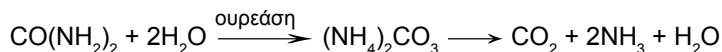
Ενζυματικά γνωστά φαινόμενα είναι:

1. Η ζύμωση του σακχάρου και η παραγωγή αλκοόλης.
2. Η οξίνιση του γάλακτος.
3. Η οξική ζύμωση (οξοποίηση).
4. Η παραγωγή αμμωνίας στα ούρα κ.λ.π..

12.14 Αντίδραση ουρεάσης. (Άσκηση – Εφαρμογή).

Η αντίδραση αυτή βασίζεται στην ενζυματική διάσπαση της ουρίας και αποτελεί μέθοδο ανιχνεύσεώς της.

Αντίδραση:

**12.14.1 Τεχνική.**

1. Σε τριβλίο Petri φέρεται ποσότητα ουρίας (σε διάλυμα).
 2. Προσθέτουμε μικρή ποσότητα ενζύμου ουρεάσης και, σε θερμοκρασία 20°C (κλίβανος) και συνθήκες pH ουδέτερο (= 7), αφήνεται επί 30 min σε ηρεμία.
- Η ενζυματική ανίχνευση (παραγωγή NH_3) εμφανίζεται με τη χαρακτηριστική οσμή

της NH_3 ή με προσθήκη σταγόνων φαινολοφθαλεΐνης (ροζ χρώμα – έκλυση NH_3).

Η ουρεάση βρίσκεται στο φυτό σόγια και παράγεται από μικροοργανισμούς.

Η ουρία στα ούρα ή στο αίμα προσδιορίζεται ποσοτικά με τη μέθοδο Kowarski.

ΑΣΚΗΣΕΙΣ – ΕΡΩΤΗΣΕΙΣ

1. Ποια από τα αμινοξέα κυσίνη, γλυκίνη, προλίνη και τυροσίνη παρέχουν θετική την αντίδραση της νινυδρίνης;
2. Ποια αντίδραση χαρακτηρίζεται ως γενική στην ανίχνευση των υδατανθράκων και ποιους χρωματισμούς παρέχει;
3. 1 kg ουρίας περιέχει 5% ξένες προσμείξεις. Μετά την αντίδραση της θερμικής διασπάσεώς της, η οποία έχει απόδοση 90% της θεωρητικής, ποια ποσότητα στερεού υπολείμματος θα πάρομε; Το σώμα που παίρνομε παρέχει τις αντιδράσεις (χαρακτηριστικές) των λευκωμάτων; Αν ναι, γιατί;
4. Να υπολογισθεί η % κ.ο. περιεκτικότητα διαλύματος γλυκίνης, αν 10 ml από αυτό, μετά την προσθήκη φορμόλης, εξουδετερώνονται με 4,2 ml 0,1 M NaOH.
5. Γιατί εμφανίζονται κίτρινες κηλίδες στα δάκτυλά σας, όταν έλθουν σε επαφή με HNO_3 ;
6. Επεξηγήστε τη ρυθμιστική δράση του συστήματος $\text{H}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$ στον οργανισμό.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ

Επεξηγηματικές σημειώσεις.

1. Με τον όρο **νερό** νοείται αποσταγμένο ή αφαλατωμένο νερό.
2. Με τον όρο **αλκοόλη** νοείται η αιθυλική αλκοόλη $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$.
3. Με τον όρο π HCl , π HNO_3 , π H_3PO_4 , π H_2SO_4 νοείται πυκνό διάλυμά τους, όπως φέρονται στο εμπόριο.
4. Στις εκφράσεις 1:1 ή 1:2 κ.λ.π. ο πρώτος αριθμός δηλώνει τον όγκο του αντιδραστηρίου και ο δεύτερος τον όγκο του νερού.
5. Με τον όρο **δείκτης** νοούνται διαλύματα των ουσιών, όπως:
 - α) Ηλιανθίνη: 0,1 g σε 100 ml διαλύματος (νερού).
 - β) Φαινολοφθαλείνη: 1 g σε 100 ml αλκοόλης.
 - γ) Ερυθρό του μεθυλίου: 0,1 g σε 100 ml αλκοόλης.
 - δ) Άμυλο: 1 g σε 100 ml θερμού νερού (υδατοδιαλυτό).

Συντμήσεις και μονάδες μετρήσεως.

N = κανονικότητα διαλύματος

M = μοριακότητα διαλύματος

κ.β. = κατά βάρος

κ.ο. = κατά όγκο

μ.β. = μέρη βάρους

ε.β. = ειδικό βάρος

d = πυκνότητα

σ.τ. = σημείο τήξεως

σ.π. = σημείο πήξεως

σ. ροής = σημείο ροής

σ. αναφ. = σημείο αναφλέξεως

σ. καυσ. = σημείο καύσεως

σ. στ. = σημείο στάξεως

°C = βαθμός Κελσίου

Bé = βαθμός Μπωμέ

K = καύσιμο

Λ = λιπαντικό

δ.δ. = δείκτης διαθλάσεως

 η_{κ} = κινηματικό ιξώδες η_{δ} = δυναμικό ιξώδες

Α.Δ.Ι. = Απόλυτος Δείκτης Ιξώδους

Α.Σ.Ζ. = Αρχικό Σημείο Ζέσεως

Α.Σ.Α. = Αρχικό Σημείο Αποστάξεως

Τ.Σ.Α. = Τελικό Σημείο Αποστάξεως

Τ.Σ.Ζ. = Τελικό Σημείο Ζέσεως

m = μέτρο

1dm = 10 cm

cm = εκατοστόμετρο

mm = χιλιοστόμετρο

g = γραμμάριο

g - eq = γραμμοϊσοδύναμο

m - eq = χιλιοϊσοδύναμο

mg = χιλιοστόγραμμα = 10^{-3} gkg = κιλό = 10^{-3} g = 10^{-6} mg

ml = χιλιοστόλιτρο

l = λίτρο

s = δευτερόλεπτο

min = 60 s

h = ώρα

Η.Σ.Ρ. = Ηλεκτρικό Συνεχές Ρεύμα

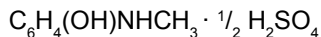
poise = dyn/s/cm^2

cp = 0,01 poise

stok και cSt = αντίστοιχες μονάδες του poise

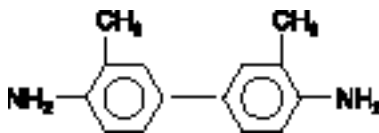
Πληροφορίες για ορισμένες χημικές ενώσεις – χημικούς όρους.

1. metol = μετόλη = θειική-μεθυλο-παρα-αμινο-φαινόλη



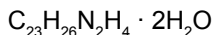
Σώμα αναγωγικό, κρυσταλλικό, διαλυτό στο νερό. Χρησιμοποιείται κυρίως στη φωτογραφική ως εμφανιστής.

2. ο-τολιδίνη:

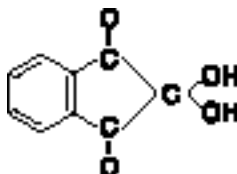


Οργανική ένωση – βάση, ανάλογη της βενζιδίνης, της κατηγορίας των αμινοτουολών (αζοχρώματα). Χρησιμοποιείται για την παρασκευή χρωμάτων.

3. βρυκίνη:



Ουσία οργανική ανήκουσα στα αλκαλοειδή. Βρίσκεται μαζί με τη στρυχνίνη στα σπέρματα των ειδών «στρύχνου» (εμετικοί καρύες). Χρησιμοποιείται στη φαρμακευτική και είναι τοξική ουσία, δυσδιάλυτη στο νερό.



4. νινυδρίνη:

Υδρίτης του τρικετοϋδρινδενίου, παράγωγο του ινδανίου (C_9H_{10}). Σώμα κρυσταλλικό, στερεό, λευκό (κετόνη). Παρέχει χρωστικές αντιδράσεις με ενώσεις που περιέχουν N.

5. α-ναφθόλη:
- $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{OH}$

Ανήκει στις φαινόλες (αλκοόλη), σπιλπνές βελόνες ή σκόνη δυσάρεστης γεύσεως ευδιάλυτη στο οινόπνευμα. Χρησιμοποιείται στην παρασκευή αρωμάτων και σε οργανικές συνθέσεις.

6. ρεσορκίνη:
- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$

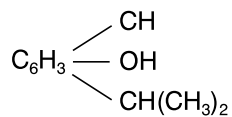
Βελόνες, λευκοί κρύσταλλοι διαλυτοί στο νερό, παράγωγο του βενζολίου. Χρησιμοποιείται στην ιατρική, φαρμακευτική και στην αναλυτική Χημεία ως αντιδραστήριο.

7. ορκίνη:
- $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_3(\text{OH})_2$

Κρύσταλλοι λευκοί, συστατικό της χρωστικής ύλης ορσέλλης (ειδών λειχηνών), ευδιάλυτο στο νερό, παρέχει διάφορες βαφές με πορφύρους ή πράσινους χρωματισμούς. Χρησιμοποιείται ως αντισηπτικό και στην ανίχνευση υδατανθράκων.

8. θυμόλη:

Διαφανείς κρύσταλλοι ευδιάλυτοι στο απόσταγμα του θυμαριού. Χρησιμοποιείται ως αντισηπτικό, αντιξειδωτικό.

9. σουλφανιλικό οξύ: $\text{C}_6\text{H}_4\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$:

Κρύσταλλοι άχρωμοι, ολίγο διαλυτοί στο H_2O και $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$, διαλυτοί στον ατμό του HCl οξέος. Χρησιμοποιείται στην παρασκευή χρωμάτων και στην ιατρική.

ΠΙΝΑΚΑΣ ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΩΝ
ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΠΡΩΤΟ
ΧΗΜΙΚΗ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΝΕΡΟΥ

Γενική Ανάλυση Νερού	3
ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ	
1.1 Μέτρηση pH με ηλεκτρικό πεχάμετρο	5
1.1.1 Εισαγωγικές πληροφορίες	5
1.1.2 Απαραίτητα όργανα και υλικά	5
1.1.3 Τεχνική μετρήσεως.....	6
1.1.4 Τεχνικές πληροφορίες	6
ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ	
1.2 Μέτρηση αγωγιμότητας	8
1.2.1 Εισαγωγικές πληροφορίες	8
1.2.2 Απαραίτητα όργανα και υλικά	8
1.2.3 Τεχνική μετρήσεως.....	9
1.2.4 Τεχνικές πληροφορίες	9
ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ	
1.3 Προσδιορισμός ολικής σκληρότητας (συμπλοκοποίηση $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$).....	10
1.3.1 Σκοπός	10
1.3.2 Εισαγωγικές πληροφορίες	10
1.3.3 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια	10
1.3.4 Τεχνική	10
1.3.5 Υπολογισμοί.....	10
1.3.6 Τεχνικές πληροφορίες	11
ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ	
1.4 Προσδιορισμός ανθρακικής σκληρότητας (εξουδετέρωση HCO_3^-)	11
1.4.1 Εισαγωγικές πληροφορίες	11
1.4.2 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια	11
1.4.3 Τεχνική	11
1.4.4 Υπολογισμοί	11
1.4.5 Υπολογισμός μόνιμης σκληρότητας	11
1.4.6 Τεχνικές πληροφορίες	12
ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ	
1.5 Προσδιορισμός Ca^{++} και Mg^{++}	12
1.5.1 Τεχνική	12
1.5.2 Υπολογισμός	12
1.5.3 Τεχνικές πληροφορίες	13

ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ

1.6 Προσδιορισμός χλωριόντων (Cl^-) κατά Mohr	13
1.6.1 Απαραίτητα όργανα – Αντιδραστήρια	13
1.6.2 Τεχνική.....	13
1.6.3 Υπολογισμοί.....	13
1.6.4 Τεχνικές πληροφορίες	14

ΑΣΚΗΣΗ ΕΒΔΟΜΗ

1.7 Άλλοι χημικοί προσδιορισμοί	14
1.7.1 Προσδιορισμός $\text{SO}_4^{=}$	14
1.7.2 Προσδιορισμός $\text{SO}_3^{=}$	14
1.7.3 Προσδιορισμός Na^+ και K^+	14

Φασματοφωτομετρικές Μετρήσεις..... 18

ΑΣΚΗΣΗ ΟΓΔΟΗ

1.8 Προσδιορισμός ελεύθερου χλωρίου (Cl_2)	18
1.8.1 Τεχνική της μεθόδου	18

ΑΣΚΗΣΗ ΕΝΑΤΗ

1.9 Προσδιορισμός πυριτικού οξέος (H_2SiO_3)	18
1.9.1 Τεχνική της μεθόδου	18

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ

1.10 Προσδιορισμός νιτρικών (NO_3^-)	20
1.10.1 Τεχνική της μεθόδου	20

ΑΣΚΗΣΗ ΕΝΔΕΚΑΤΗ

1.11 Προσδιορισμός νιτρωδών (NO_2^-)	21
1.11.1 Τεχνική της μεθόδου	21

ΑΣΚΗΣΗ ΔΩΔΕΚΑΤΗ

1.12 Προσδιορισμός αμμωνίου (NH_4^+)	21
1.12.1 Τεχνική της μεθόδου	21

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ ΤΡΙΤΗ

1.13 Προσδιορισμός σιδήρου (Fe^{++})	22
1.13.1 Τεχνική της μεθόδου	22

Νερό Βιομηχανικής Χρήσεως 23

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

1.14 Προσδιορισμός αλκαλικότητας	23
1.14.1 Εισαγωγικές πληροφορίες	23
1.14.2 Τεχνική της μεθόδου	23
1.14.3 Τεχνικές πληροφορίες	24
1.14.4 Αποσκλήρυνση του νερού βιομηχανικής χρήσεως	24

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ ΠΕΜΠΤΗ

1.15 Μέθοδος αποσκλήρυνσεως με CaO και Na_2CO_3	24
--	----

1.15.1 Εισαγωγικές πληροφορίες	24
1.15.2 Τεχνική	25
ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ ΕΚΤΗ	
1.16 Μέθοδος NaOH και Na ₂ CO ₃	25
1.16.1 Εισαγωγικές πληροφορίες	25
1.16.2 Η τεχνική της μεθόδου	26
Άλλες Μέθοδοι Αποσκληρύνσεως και Αφαλατώσεως Νερού	
ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ ΕΒΔΟΜΗ	
1.17 Μέθοδος αποσκληρύνσεως με Na ₃ PO ₄	26
ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ ΟΓΔΩΗ	
1.18 Αποσκληρυνση με ζεόλιθους	26
Άσκηση πρώτου κεφαλαίου	27

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΔΕΥΤΕΡΟ ΜΕΘΟΔΟΙ ΕΞΕΤΑΣΕΩΣ ΕΔΑΦΩΝ ΚΑΙ ΑΔΡΑΝΩΝ

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ	
2.1 Προσδιορισμός ανθρακικού ασβεστίου (CaCO ₃) κατά Bernard	29
2.1.1 Σκοπός	29
2.1.2 Εισαγωγικές πληροφορίες	29
2.1.3 Απαραίτητα όργανα και υλικά	29
2.1.4 Τεχνική	29
2.1.5 Τεχνικές πληροφορίες	30
ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ	
2.2 Προσδιορισμός οργανικής ουσίας	30
2.2.1 Σκοπός	30
2.2.2 Εισαγωγικές πληροφορίες	30
2.2.3 Όργανα – Αντιδραστήρια	31
2.2.4 Παρασκευή διαλυμάτων	31
2.2.5 Τεχνική	31
2.2.6 Υπολογισμός	31
2.2.7 Παρατηρήσεις	32
ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ	
2.3 Δοκιμή ελέγχου πετρώματος (ανθρακικού ή πυριτικού)	32
2.3.1 Σκοπός	32
2.3.2 Τεχνική	32
2.3.3 Παρατήρηση	32
ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ	
2.4 Προσδιορισμός ειδικού βάρους άμμου	32
2.4.1 Σκοπός	32
2.4.2 Τεχνική	33
2.4.3 Υπολογισμοί	33

ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ

2.5 Προσδιορισμός φαινόμενου ειδικού βάρους	33
2.5.1 Σκοπός	33
2.5.2 Υλικά δοκιμής	33
2.5.3 Δοκιμή	33

ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ

2.6 Προσδιορισμός απορροφητικότητας	34
2.6.1 Σκοπός	34
2.6.2 Σκύρα	34
2.6.3 Άμμος	34

ΑΣΚΗΣΗ ΕΒΔΟΜΗ

2.7 Προσδιορισμός απώλειας σε δοκιμή υγείας	35
2.7.1 Σκοπός	35
2.7.2 Εισαγωγικές πληροφορίες	35
2.7.3 Τεχνική – Πορεία δοκιμής	35
2.7.4 Υπολογισμός	36
2.7.5 Παρατηρήσεις	36

ΑΣΚΗΣΗ ΟΓΔΟΗ

2.8 Προσδιορισμός οργανικών ουσιών σε αδρανή	37
2.8.1 Σκοπός	37
2.8.2 Τεχνική	37

ΑΣΚΗΣΗ ΕΝΑΤΗ

2.9 Δοκιμή Los Angeles	37
2.9.1 Σκοπός	37
2.9.2 Δοκιμή	37

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΤΡΙΤΟ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΤΣΙΜΕΝΤΟΥ

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

3.1 Διαλυτοποίηση δείγματος	41
3.1.1 Σκοπός	41
3.1.2 Τεχνική	41

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

A) Προσδιορισμός αδιάλυτου στο υδροχλώριο	43
3.2 Σκοπός	43
3.2.1 Τεχνική	43
B) Προσδιορισμός καθαρού SiO_2	43
3.2.2 Σκοπός	43
3.2.3 Τεχνική	43

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ

3.3 Σταθμικός προσδιορισμός Fe_2O_3 και Al_2O_3	44
---	----

3.3.1 Σκοπός	44
3.3.2 Απαραίτητα όργανα, συσκευές και αντιδραστήρια	44
3.3.3 Τεχνική	44
3.3.4 Τεχνικές πληροφορίες	45
ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ	
3.4 Προσδιορισμός Fe κατά Zimmermann	45
3.4.1 Σκοπός	45
3.4.2 Υλικά – Αντιδραστήρια	45
3.4.3 Παρασκευή των απαιτήτων διαλυμάτων	45
3.4.4 Τεχνική	46
3.4.5 Τεχνικές πληροφορίες.....	46
3.4.6 Παρατήρηση	46
ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ	
3.5 Προσδιορισμός $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ συμπλοκομετρικά	47
3.5.1 Σκοπός	47
3.5.2 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια	47
3.5.3 Τεχνική	47
3.5.4 Τεχνικές πληροφορίες	47
ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ	
3.6 Προσδιορισμός Ca^{++} συμπλοκομετρικά	48
3.6.1 Ο προσδιορισμός του CaO προκειμένου να υπολογισθεί το MgO	48
ΑΣΚΗΣΗ ΕΒΔΟΜΗ	
3.7 Προσδιορισμός SO_3	48
3.7.1 Τεχνικές πληροφορίες.....	48
ΑΣΚΗΣΗ ΟΓΔΟΗ	
3.8 Προσδιορισμός ειδικού βάρους τσιμέντου	48
3.8.1 Σκοπός	48
3.8.2 Τεχνική	48
3.8.3 Παρατηρήσεις	49
ΑΣΚΗΣΗ ΕΝΑΤΗ	
3.9 Παρασκευή τσιμεντοπολτού – Προσδιορισμός του χρόνου πήξεώς του (μέθοδος Vicat).....	49
3.9.1 Σκοπός	49
3.9.2 Τεχνική.....	49
3.9.3 Τεχνικές πληροφορίες.....	50
Σκυρόδεμα	50
ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ	
3.10 Δειγματοληψία και παρασκευή δοκιμών	50
3.10.1 Σκοπός	50
3.10.2 Πορεία δοκιμής	51
3.10.3 Παρατηρήσεις	51

ΑΣΚΗΣΗ ΕΝΔΕΚΑΤΗ

3.11 Συντήρηση και είδη δοκιμών	51
3.11.1 Σκοπός	51
3.11.2 Είδη δοκιμών	52
3.11.3 Διαδικασία συντηρήσεως	52
3.11.4 Τεχνικές πληροφορίες	52

ΑΣΚΗΣΗ ΔΩΔΕΚΑΤΗ

3.12 Θραύση δοκιμών	52
3.12.1 Σκοπός	52
3.12.2 Τεχνική	53
Ασκήσεις τρίτου κεφαλαίου	53

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΤΕΤΑΡΤΟ
ΕΠΙΣΗΜΟΙ ΜΕΘΟΔΟΙ ΕΞΕΤΑΣΕΩΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ ΚΑΙ ΠΟΤΩΝ

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

4.1 Προσδιορισμός οξύτητας ελαίου (οξύμετρηση) – Μέθοδος επίσημη	57
4.1.1 Σκοπός	57
4.1.2 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια	57
4.1.3 Τεχνική	57
4.1.4 Υπολογισμοί	57
4.1.5 Τεχνικές πληροφορίες	58

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

4.2 Προσδιορισμός αριθμού σαπωνοποιήσεως	58
4.2.1 Σκοπός	58
4.2.2 Εισαγωγικές πληροφορίες	58
4.2.3 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια	58
4.2.4 Τεχνική	59
4.2.5 Υπολογισμοί	59
4.2.6 Τεχνικές πληροφορίες	60

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ

4.3 Προσδιορισμός αριθμού ιωδίου	60
4.3.1 Σκοπός	60
4.3.2 Εισαγωγικές πληροφορίες	60
4.3.3 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια	60
4.3.4 Τεχνική της μεθόδου Hubl	60
4.3.5 Υπολογισμοί	61
4.3.6 Παρασκευή διαλύματος Hubl	61
4.3.7 Τεχνικές πληροφορίες	61

ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

4.4 Αριθμός υπεροξειδίων	62
4.4.1 Σκοπός	62
4.4.2 Αντιδραστήρια – Όργανα	62
4.4.3 Τρόπος εργασίας	63

4.4.4 Αντιδράσεις προσδιορισμού.....	63
4.4.5 Υπολογισμός.....	63
4.4.6 Παρατηρήσεις – Πληροφορίες	63
ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ	
4.5 Υπολογισμός αριθμού εστέρων	64
4.5.1 Γενικές πληροφορίες.....	64
ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ	
4.6 Μέτρηση του δείκτη διαθλάσεως (δ.δ.).....	64
4.6.1 Σκοπός	64
4.6.2 Εισαγωγικές πληροφορίες	64
4.6.3 Είδη διαθλασιμέτρων.....	64
ΑΣΚΗΣΗ ΕΒΔΟΜΗ	
4.7 Αντιδράσεις νοθείας	66
4.7.1 Αντίδραση Bellier (ανίχνευση σπορελαίων)	66
4.7.2 Αντίδραση Συνοδινού - Κώνστα (ανίχνευση ξένων προς το ελαιόλαδο ελαίων)	67
4.7.3 Αντίδραση Halphen	67
4.7.4 Σκοπός.....	67
4.7.5 Παρατηρήσεις	68
ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΠΕΜΠΤΟ	
ΧΗΜΙΚΗ ΕΞΕΤΑΣΗ ΑΛΕΥΡΙΟΥ	
ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ	
5.1 Προσδιορισμός υγρασίας	70
5.1.1 Τεχνική	70
5.1.2 Υπολογισμός	70
5.1.3 Τεχνικές πληροφορίες	70
ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ	
5.2 Προσδιορισμός τέφρας	70
5.2.1 Τεχνική	71
5.2.2 Τεχνικές πληροφορίες	71
ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ	
5.3 Προσδιορισμός υγρής γλουτένης	71
5.3.1 Τεχνική	71
5.3.2 Υπολογισμός	71
5.3.3 Τεχνικές πληροφορίες	71
ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ	
5.4 Πολωσιμετρικός προσδιορισμός αμύλου	72
5.4.1 Εισαγωγικές πληροφορίες	72
5.4.2 Τεχνική	73
ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ	
5.5 Ανίχνευση βελτιωτικών ουσιών σε αλεύρι	73

ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ

5.6 Προσδιορισμός αζώτου κατά Kjeldahl	73
5.6.1 Σκοπός	73
5.6.2 Τεχνική	73
5.6.3 Υπολογισμός	74
5.6.4 Παρατήρηση	74

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΕΚΤΟ ΠΡΟΪΟΝΤΑ ΦΥΤΙΚΗΣ ΠΡΟΕΛΕΥΣΕΩΣ

A) Τοματοποπλτός	75
-------------------------------	----

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

6.1 Προσδιορισμός NaCl σε τοματοποπλτό	75
6.1.1 Σκοπός	75
6.1.2 Τεχνική	75

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

6.2 Προσδιορισμός στερεών συστατικών (Σ.Σ.) τοματοχυμού διατηρημένου	76
6.2.1 Σκοπός	76
6.2.2 Τεχνική	76

B) Φυσιικοί χυμοί οπώρων	76
---------------------------------------	----

6.3 Προσδιορισμός ε.β. (15°C)	77
6.4 Προσδιορισμός οξύτητας	77
6.5 Προσδιορισμός τέφρας	77
6.6 Προσδιορισμός στερεών συστατικών	77

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ

6.7 Προσδιορισμός βιταμίνης C σε χυμό φρούτων	77
6.7.1 Σκοπός	77
6.7.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια	78
6.7.3 Τιτλοδότηση διαλύματος ινδοφαινόλης	78
6.7.4 Ογκομέτρηση δείγματος ασκορβικού οξέος	78

ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

6.8 Προσδιορισμός στερεών συστατικών σε φυσικό χυμό εσπεριδοειδών	78
6.8.1 Σκοπός	78
6.8.2 Τεχνική	79
6.9 Άσκηση – Εφαρμογή	79

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΕΒΔΟΜΟ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΓΛΕΥΚΟΥΣ ΚΑΙ ΟΙΝΟΥ

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

7.1 Μέτρηση ειδικού βάρους – Βαθμοί Βέ	81
7.1.1 Σκοπός	81
7.1.2 Απαιτούμενα όργανα – Σκεύη	81
7.1.3 Τεχνική	81

7.1.4 Υπολογισμός	81
7.1.5 Τεχνικές πληροφορίες	82
ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ	
7.2 Υπολογισμός σακχάρου στο γλεύκος	82
7.2.1 Τεχνική	82
7.2.2 Τεχνικές πληροφορίες	82
ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ	
7.3 Προσδιορισμός ογκομετρούμενης οξύτητας	84
7.3.1 Σκοπός	84
7.3.2 Εισαγωγικές πληροφορίες	84
7.3.3 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια	84
7.3.4 Τεχνική	84
7.3.5 Υπολογισμοί	84
7.3.6 Τεχνικές πληροφορίες	85
ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ	
7.4 Προσδιορισμός αλκοόλης (μέθοδος αποστάξεως)	85
7.4.1 Σκοπός	85
7.4.2 Εισαγωγικές πληροφορίες	85
7.4.3 Τεχνική	85
7.4.4 Τεχνικές πληροφορίες	86
ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ	
7.5 Προσδιορισμός πτητικής οξύτητας	86
7.5.1 Σκοπός	86
7.5.2 Εισαγωγικές πληροφορίες	87
7.5.3 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια	87
7.5.4 Τεχνική	87
7.5.5 Τεχνικές πληροφορίες	87
ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ	
7.6 Προσδιορισμός στερεού υπολείμματος	87
7.6.1 Σκοπός	87
7.6.2 Τεχνική	87
7.6.3 Παρατηρήσεις	87
ΑΣΚΗΣΗ ΕΒΔΟΜΗ	
7.7 Προσδιορισμός ολικού θειώδους οξέος	88
7.7.1 Εισαγωγικές πληροφορίες	88
7.7.2 Τεχνική	88
7.7.3 Παρατηρήσεις	89
ΑΣΚΗΣΗ ΟΓΔΟΗ	
7.8 Προσδιορισμός διοξειδίου του άνθρακα	89
7.8.1 Σκοπός	89
7.8.2 Τεχνικές προσδιορισμού	89
7.8.3 Τρόπος εργασίας	89

7.8.4 Στάδια εργασίας.....	89
7.8.5 Παρατηρήσεις.....	90

ΑΣΚΗΣΗ ΕΝΑΤΗ

7.9 Προσδιορισμός $\text{SO}_4^{=}$ θειικών	90
7.9.1 Τεχνική	90
7.10 Κυανή διαύγαση (αποσιδήρωση) των οίνων	90
7.10.1 Γενικές πληροφορίες	90
7.11 Διόρθωση σακχάρου	91
7.11.1 Μέθοδοι διορθώσεως σακχάρου	91
7.11.2 Άσκηση – Εφαρμογή 1	91
7.11.3 Άσκηση – Εφαρμογή 2	92
7.11.4 Αύξηση σακχάρου με προσθήκη σταφίδας	92
7.11.5 Ελάττωση του σακχάρου	92
7.11.6 Άσκηση - Εφαρμογή	93
7.12 Διόρθωση οξύτητας	93
7.12.1 Αύξηση της οξύτητας	93
7.12.2 Ελάττωση οξύτητας	94

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΟΓΔΟΟ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΓΑΛΑΚΤΟΣ

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

8.1 Μέτρηση ε.β. γάλακτος 15°C	96
8.1.1 Σκοπός	96
8.1.2 Τεχνική	96
8.1.3 Υπολογισμοί	97
8.1.4 Τεχνικές πληροφορίες	97

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

8.2 Προσδιορισμός λίπους κατά Gerber	98
8.2.1 Σκοπός	98
8.2.2 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια	98
8.2.3 Τεχνική	98
8.2.4 Παρατήρηση	99

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ

8.3 Προσδιορισμός ξηρού υπολείμματος (Ξ.Υ.)	99
8.3.1 Σκοπός	99
8.3.2 Τεχνική	99
8.3.3 Παρατήρηση	99
8.3.4 Ταχεία μέθοδος υπολογισμού του Ξ.Υ.	99

ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

8.4 Προσδιορισμός οξύτητας	100
8.4.1 Σκοπός	100
8.4.2 Τεχνική	100
8.4.3 Υπολογισμός	100

8.4.4 Τεχνικές πληροφορίες	100
8.4.5 Παρατηρήσεις	100

ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ

8.5 Προσδιορισμός λευκώματος κατά Pyre	100
8.5.1 Σκοπός	100
8.5.2 Εισαγωγικές πληροφορίες	101
8.5.3 Τεχνική	101
8.5.4 Υπολογισμός	101
8.5.5 Παρατηρήσεις	101

ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ

8.6 Μικροβιολογική εξέταση γάλακτος	102
8.6.1 Σκοπός	102
8.6.2 Εισαγωγικές πληροφορίες	102
8.6.3 Αντιδραστήρια – Όργανα	102
8.6.4 Παρασκευή θρεπτικού υλικού	102
8.6.5 Πορεία εργασίας	102
8.6.6 Μέτρηση των αποικιών	104
8.6.7 Πληροφορίες	104
8.7 Νοθείες – Συντηρητικά γάλακτος	104

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΕΝΑΤΟ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΚΡΕΑΤΟΣ ΚΑΙ ΠΡΟΪΟΝΤΩΝ ΤΟΥ

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

9.1 Προσδιορισμός υγρασίας	106
9.1.1 Τεχνική	106
9.1.2 Παρατήρηση	106

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

9.2 Προσδιορισμός λιπαρών υλών	106
9.2.1 Τεχνική	106
9.2.2 Παρατήρηση	107

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ

9.3 Ανίχνευση και προσδιορισμός νιτρωδών αλάτων	107
9.3.1 Σκοπός	107
9.3.2 Τεχνική	107

ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

9.4 Ανίχνευση και προσδιορισμός νιτρικών αλάτων	107
9.4.1 Σκοπός	107
9.4.2 Τεχνική	107
9.4.3 Παρατηρήσεις	107

ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ

9.5 Μικροβιολογική εξέταση προϊόντος κρέατος	108
--	-----

9.5.1 Σκοπός	108
9.5.2 Εισαγωγικές πληροφορίες	108
9.5.3 Οι πηγές μόλυνσεως του κρέατος	108
9.5.4 Αντιδραστήρια – Απαιτούμενα όργανα	108
9.5.5 Θρεπτικά υλικά	109
9.5.6 Πορεία εργασίας	110
Ασκήσεις κεφαλαίων τέσσερα–εννέα	110

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΔΕΚΑΤΟ

ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΚΑΥΣΙΜΩΝ ΚΑΙ ΛΙΠΑΝΤΙΚΩΝ

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

10.1 Μέτρηση ε.β. 15°C	113
10.1.1 Ορισμός	113
10.1.2 Σκοπός	114
10.1.3 Τεχνική	114
10.1.4 Η εκατοστιαία σύσταση δύο κλασμάτων	114
10.1.5 Παράδειγμα	114

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

10.2 Προσδιορισμός H ₂ O (μέθοδος αποστάξεως πετρελαίου ή προϊόντων του)	115
10.2.1 Σκοπός	115
10.2.2 Τεχνική	115
10.2.3 Υπολογισμός – Παρατήρηση	116

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ

10.3 Προσδιορισμός ιξώδους κατά Engler	116
10.3.1 Σκοπός	116
10.3.2 Εισαγωγικές πληροφορίες	116
10.3.3 Μέρη συσκευής – Μέτρηση ιξώδους	116
10.3.4 Υπολογισμός	118
10.3.5 Δείκτης ιξώδους	118
10.3.6 Αριθμοί SAE	118
10.3.7 Παραδείγματα	118

ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

10.4 Προσδιορισμός σημείων αναφλέξεως και καύσεως κατά Pensky-Martens	119
10.4.1 Σκοπός	119
10.4.2 Ορισμοί	119
10.4.3 Τεχνική	119

ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ

10.5 Προσδιορισμός σημείου ροής, νεφώσεως και πήξεως	121
10.5.1 Σκοπός	121
10.5.2 Ορισμοί	121
10.5.3 Τεχνική	121

ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ

10.6 Προσδιορισμός σημείου στάξεως	121
--	-----

10.6.1 Σκοπός	121
10.6.2 Ορισμός.....	121
10.6.3 Τεχνική	122

ΑΣΚΗΣΗ ΕΒΔΟΜΗ

10.7 Προσδιορισμός ανθρακούχου υπολείμματος	122
10.7.1 Σκοπός	122
10.7.2 Τεχνική	122

ΑΣΚΗΣΗ ΟΓΔΟΗ

ΠΡΟΪΟΝΤΑ ΑΠΟΣΤΑΞΕΩΣ ΠΕΤΡΕΛΑΙΟΥ

10.8 Βενζίνη	123
10.8.1 Εισαγωγικές πληροφορίες	123
10.8.2 Συσκευή αποστάξεως	123
10.8.3 Τεχνική αποστάξεως	124
10.8.4 Υπολογισμοί	124
10.9 Ελληνικές προδιαγραφές καυσίμων και λιπαντικού (μέθοδοι ελέγχου ASTM).....	126
10.9.1 Χαρακτηριστικά πετρελαίου Diesel (εσωτερικής καύσεως)	126
10.9.2 Προδιαγραφές πετρελαίου λεβήτων (No 5 μαζούτ) κατά ASTM	126
10.9.3 Χαρακτηριστικά λιπαντελαίων βενζινομηχανών κατά ASTM	126
10.9.4 Χαρακτηριστικά βενζίνης αυτοκινήτων (98 οκτανίων)	126
10.9.5 Χαρακτηριστικά βενζίνης (90 οκτανίων)	126

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΕΝΔΕΚΑΤΟ ΕΦΑΡΜΟΣΜΕΝΗ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΕΙΑ

11.1 Ηλεκτρόλυση.....	128
11.1.1 Εισαγωγικές πληροφορίες	128
11.1.2 Εφαρμογές Ηλεκτροχημείας	128
11.1.3 Ηλεκτρόλυση οξέων - βάσεων και αλάτων	128
11.1.4 Ηλεκτρόλυση HCl με ηλεκτρόδια C	128
11.1.5 Ηλεκτρόλυση H ₂ SO ₄ με ηλεκτρόδια Pt	129
11.1.6 Ηλεκτρόλυση NaOH με ηλεκτρόδια Pt	129
11.1.7 Ηλεκτρόλυση CuSO ₄ με ηλεκτρόδια Cu	129
11.1.8 Ηλεκτρόλυση διαλύματος NaCl με ηλεκτρόδια άνθρακα και σιδήρου	130
11.2 Ηλεκτρανάλυση	130
11.2.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.....	130

ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ

11.3 Προσδιορισμός Cu χαλκού	131
11.3.1 Τεχνική.....	131

ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ

11.4 Προσδιορισμός Ni	131
11.4.1 Τεχνική	131
11.4.2 Τεχνικές πληροφορίες	131
11.4.3 Διατύπωση του Νόμου Faraday	132
11.4.4 Ηλεκτροχημική απόδοση ρεύματος	133
11.5 Επιμετάλλωση	133

11.5.1 Βασικοί κανόνες για σωστή επιμετάλλωση	133
11.5.2 Προετοιμασία μεταλλικού αντικειμένου για επιμετάλλωση	133
11.5.3 Παρατήρηση	134
11.6 Διάβρωση	134
11.6.1 Είδη διαβρωτικού περιβάλλοντος	135
11.6.2 Μέτρηση του βαθμού διαβρώσεως και μεταβολή της διαβρωτικότητας του υγρού σε συνάρτηση με το χρόνο	135
11.6.3 Πείραμα	135
11.6.4 Ρόλος του O_2 στη χημική διάβρωση	135
11.6.5 Πείραμα	135
11.6.6 Παρατηρήσεις	136
11.6.7 Πείραμα	136

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΔΩΔΕΚΑΤΟ ΒΙΟΧΗΜΙΚΕΣ ΑΝΑΛΥΣΕΙΣ

A) Ποιοτικές αντιδράσεις υδατανθράκων	137
ΑΣΚΗΣΗ ΠΡΩΤΗ	
12.1 Αντίδραση Molisch	137
12.1.1 Τεχνική	137
12.1.2 Πληροφορίες	138
ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΥΤΕΡΗ	
12.2 Αντίδραση Fehling	138
12.2.1 Σκοπός	138
12.2.2 Εισαγωγικές πληροφορίες	138
12.2.3 Παρασκευή φελίγγειου υγρού	139
12.2.4 Τεχνική	139
12.2.5 Παρατήρηση	139
ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΤΗ	
12.3 Αντίδραση Toilers	139
12.3.1 Σκοπός	139
12.3.2 Εισαγωγικές πληροφορίες	139
12.3.3 Τεχνική	139
ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΤΑΡΤΗ	
12.4 Αντίδραση Benedict	140
12.4.1 Τεχνική	140
12.4.2 Παρασκευή αντιδραστήριου	140
ΑΣΚΗΣΗ ΠΕΜΠΤΗ	
12.5 Αντίδραση Bial	140
12.5.1 Τεχνική	140
B) Ποιοτικές αντιδράσεις πρωτεϊνών (λευκωμάτων)	140
ΑΣΚΗΣΗ ΕΚΤΗ	
12.6 Κατακρήμνιση λευκωμάτων με θέρμανση	141
12.6.1 Τεχνική	141

12.6.2 Παρατήρηση	141
ΑΣΚΗΣΗ ΕΒΔΟΜΗ	
12.7 Θρόμβωση με προσθήκη οργανικών οξέων (αντίδραση Esbach)	141
12.7.1 Τεχνική	141
12.7.2 Παρατηρήσεις	142
12.7.3 Άλλοι τρόποι κατακρημνίσεως λευκωμάτων	142
12.7.4 Ισοηλεκτρικό σημείο	142
Γ) Ειδικές χρωστικές ανιχνεύσεις αμινοξέων	142
ΑΣΚΗΣΗ ΟΓΔΟΗ	
12.8 Αντίδραση Millon	143
12.8.1 Τεχνική	143
ΑΣΚΗΣΗ ΕΝΑΤΗ	
12.9 Αντίδραση νινυδρίνης	144
12.9.1 Τεχνική	144
ΑΣΚΗΣΗ ΔΕΚΑΤΗ	
12.10 Αντίδραση ξανθοπρωτεΐνης	144
12.10.1 Τεχνική	144
ΑΣΚΗΣΗ ΕΝΔΕΚΑΤΗ	
12.11 Αντίδραση διουρίας	144
12.11.1 Τεχνική – Μέθοδος Kling	145
ΑΣΚΗΣΗ ΔΩΔΕΚΑΤΗ	
12.12 Αντίδραση PbS	145
12.12.1 Τεχνική	145
Δ) Ρυθμιστικά διαλύματα	145
12.13 Άσκηση – Εφαρμογή	146
Ε) Ένζυμα	147
12.14 Αντίδραση ουρεάσης (Άσκηση – Εφαρμογή)	147
12.14.1 Τεχνική	147
Ασκήσεις – Ερωτήσεις	148
ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ	
Επεξηγηματικές σημειώσεις	149
Συντμήσεις και μονάδες μετρήσεως	149
Πληροφορίες για ορισμένες χημικές ενώσεις – χημικούς όρους	150

