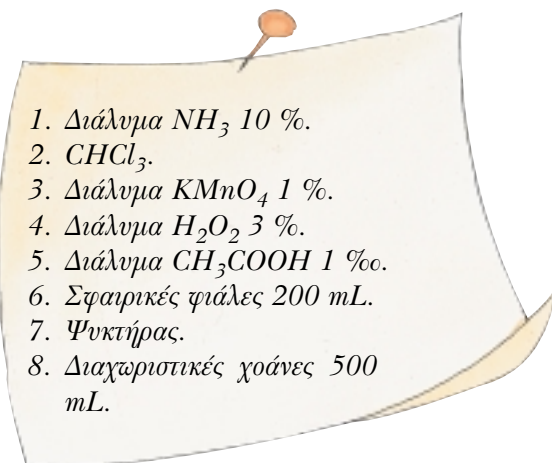


ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΑΚΟΣΤΗ ΤΡΙΤΗ

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΚΑΦΕΪΝΗΣ ΣΤΟΝ ΚΑΦΕ ΜΕ ΤΗ ΜΕΘΟΔΟ FENDLERSTUBER (Μέθοδος του Κώδικα Τροφίμων και Ποτών).

Σκοπός: ο προσδιορισμός αυτός εκτελείται σε δείγματα αποκαφεϊνωμένου καφέ ή σε δείγματα καφέ για τα οποία υπάρχει υπόνοια ότι έγινε αποκαφεϊνώση.

Αντιδραστήρια – όργανα

- 
1. Διάλυμα NH_3 10 %.
 2. CHCl_3 .
 3. Διάλυμα KMnO_4 1 %.
 4. Διάλυμα H_2O_2 3 %.
 5. Διάλυμα CH_3COOH 1 %.
 6. Σφαιρικές φιάλες 200 mL.
 7. Ψυκτήρας.
 8. Διαχωριστικές χοάνες 500 mL.

Τρόπος εργασίας

1. Σε σφαιρική φιάλη των 200 mL ζυγίζονται 10 g σκόνης καφέ. Προσθέτουμε στη σφαιρική φιάλη 10 mL διαλύματος NH_3 10 % και 50 mL CHCl_3 .
2. Προσαρμόζουμε στη σφαιρική φιάλη κάθετο ψυκτήρα και την αφήνουμε σε βρασμό για 1 ώρα.
3. Στη συνέχεια το περιεχόμενο της φιάλης διηθείται. Η φιάλη εκπλένεται 5 φορές με 10 mL CHCl_3 κάθε φορά.
4. Απομακρύνουμε από το διήθημα το CHCl_3 με απόσταξη.

5. Το υπόλειμμα της απόσταξης παραλαμβάνεται με 80 mL βρασμένο νερό και θερμαίνεται σε υδρόλουτρο θερμοκρασίας 100 °C υπό συνεχή ανάδευση για 10 λεπτά.
6. Προσθέτουμε στη συνέχεια 20 mL διαλύματος KMnO_4 1 % και το αφήνουμε σε θερμοκρασία δωματίου για 15 λεπτά ώστε να αντιδράσει το KMnO_4 .
7. Προσθέτουμε στη σφαιρική φιάλη 2 mL διαλύματος H_2O_2 3 % και 5 σταγόνες CH_3COOH 1 %. Εάν το υγρό δε γίνει διαυγές, μεταφέρουμε τη σφαιρική φιάλη σε υδρόλουτρο θερμοκρασίας 100 °C και μετά από 5 λεπτά προσθέτουμε 5 mL διαλύματος H_2O_2 3 % και 15 σταγόνες CH_3COOH 1 %. Αυτό επαναλαμβάνεται μέχρι να έχουμε πλήρη διαύγηση. Η σφαιρική φιάλη παραμένει στο υδρόλουτρο για 15 λεπτά από τη στιγμή που θα γίνει διαυγές το περιεχόμενό της.
8. Η φιάλη ψύχεται και στη συνέχεια το περιεχόμενό της διηθείται από πτυχωτό ηθμό.
9. Το διαυγές διήθημα (περίπου 200 mL) εκχυλίζεται σε διαχωριστική χοάνη 500 mL με 50 mL CHCl_3 . Η εκχύλιση επαναλαμβάνεται τρεις φορές με 25 mL CHCl_3 κάθε φορά.
10. Όλα τα χλωροφορμικά εκχυλίσματα μεταφέρονται σε προζυγισμένη σφαιρική φιάλη, απομακρύνεται το CHCl_3 με απόσταξη και η σφαιρική φιάλη ξηραίνεται στους 100 °C (συνήθως για 30 λεπτά) και ζυγίζεται.
11. Η διαφορά που προκύπτει από την αρχική ποσότητα της σκόνης του καφέ εκφράζει την καφεΐνη του δείγματος, η οποία στη συνέχεια υπολογίζεται επί τοις εκατό (%).

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΑΚΟΣΤΗ ΤΕΤΑΡΤΗ

ΕΛΕΓΧΟΣ ΥΠΑΡΞΗΣ ΣΥΝΤΗΡΗΤΙΚΩΝ ΣΤΑ ΤΡΟΦΙΜΑ

Σκοπός: Η εξακρίβωση της παρουσίας των συντηρητικών μέσων στα τρόφιμα και ο προσδιορισμός της ποσότητάς τους σύμφωνα με τον Κώδικα Τροφίμων και Ποτών.

α) Προσδιορισμός βενζοϊκού οξέος

Σε ορισμένα τρόφιμα και ποτά π.χ. στα ελεύθερα αλκοόλης ποτά και στους οίνους το βενζοϊκό οξύ μπορεί να παραληφθεί με εκχύλιση μίγματος αιθέρα – πετρελαϊκού αιθέρα, αφού προηγουμένως το δείγμα τροφίμων οξινοστεί με αραιό διάλυμα H_2SO_4 και κορεσθεί με NaCl .

Το παραλαμβανόμενο οξύ καθαρίζεται με ανατάραξη της αιθερικής στιβάδας με αραιό διάλυμα NaOH 10 % και κατεργασίας του αλκαλικού διαλύματος με διάλυμα KMnO_4 5 % στους 60 °C για την απομάκρυνση των οξέων που παρεμποδίζουν τον προσδιορισμό.

Η περίσσεια του KMnO_4 ανάγεται με H_2SO_3 και το βενζοϊκό οξύ παραλαμβάνεται με οξίνιση του υδατικού διαλύματος και στη συνέχεια με εκχύλιση με αιθέρα.

Ο διαλύτης εκδιώκεται με εξάτμιση μέχρι ξηρού και το υπόλειμμα ζυγίζεται.

Τιτλοδότηση

Το υπόλειμμα διαλύεται με 2 mL ακετόνης, προστίθενται 2 mL νερού και οξυμετρούμε με διάλυμα 0,05 M NaOH .

1 mL 0,05 M NaOH αντιστοιχεί με 6,1 mg βενζοϊκού οξέος.

Το βενζοϊκό οξύ μπορεί να προσδιοριστεί και φασματοφωτομετρικά σε μεθανολικό διάλυμα ή αιθέρα μετά από την απομάκρυνση ουσιών που παρεμποδίζουν την αντίδραση.

β) Ποιοτική ανίχνευση του p – υδροξυβενζοϊκού οξέος (Niragin).

Συχνά ως μέσα συντήρησης των τροφίμων χρησιμοποιούνται :

α) ο μεθυλικός εστέρας του p–υδροξυβενζοϊκού οξέος με την εμπορική ονομασία Niragin M

β) ο προπυλικός εστέρας με την ονομασία Nipasol M⁴.

Για την ανίχνευση των συντηρητικών αυτών χρησιμοποιείται το αντιδραστήριο Millon (διάλυση 3 mL Hg σε 27 mL ψυχρού HNO₃ και αραιώση με 30 mL νερού).

Η παρουσία του π-υδροξυβενζοϊκού οξέος παρέχει μετά την αντίδραση ροδέρυθρο χρώμα .

Η αντίδραση αυτή δεν μπορεί να χαρακτηριστεί ως ειδική για το Nipagin. Έτσι το σαλικυλικό οξύ διακρίνεται με την παροχή μπλέ χρώσης μετά από προσθήκη FeCl₃.

Ακολουθώς το π-υδροξυβενζοϊκό οξύ και οι εστέρες του ανιχνεύονται με το αντιδραστήριο Deniges αποτελούμενο από δύο διαλύματα

(1) 5 g HgO σε 20 mL π - H₂SO₄ και 100 mL νερού,

(2) πρόσφατο διάλυμα 2% NaNO₂.

Η ανίχνευση έχει έκβαση θετική, όταν το διάλυμα χρωματιστεί ερυθροϊώδες.

4. Ο ποσοτικός προσδιορισμός των εστέρων αυτών μπορεί να πραγματοποιηθεί φασματοφωτομετρικά με το αντιδραστήριο Millon, αφού έχει προηγηθεί η υδρόλυση των εστέρων.

ΜΕΤΡΗΣΗ pH

Σκοπός: Η μέτρηση της τιμής του pH για την εξακρίβωση της ποσότητας του νερού..

pH είναι ο αρνητικός δεκαδικός λογάριθμος της συγκέντρωσης των υδρογονοκατιόντων: $\text{pH} = -\log [\text{H}^+]$.

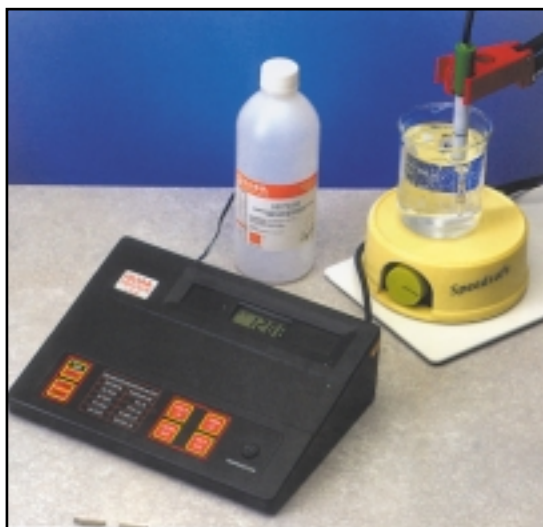
Για την ποσοτική του έκφραση χρησιμοποιείται κλίμακα με αριθμούς από 0 – 4, με όξινη περιοχή από 0 - 7 και αλκαλική από 7 – 14.

Το pH μπορεί να μετρηθεί χρωματομετρικά με τη χρήση δεικτών. Ο συνηθέστερος δείκτης είναι η φαινολοφθαλεΐνη, που αλλάζει χρώμα στην περιοχή pH 8 – 9,5.

Η ηλεκτρομετρική μέθοδος μέτρησης του pH έχει επικρατήσει σαν η ακριβέστερη, πρακτικότερη και ανεξάρτητη από οποιαδήποτε παρεμπόδιση.

Αντιδραστήρια - Όργανα

1. Ποτήρι ζέσεως των 100mL.
2. Υδροβολέας.
3. Διηθητικό χαρτί.
4. Ρυθμιστικό διάλυμα pH 7.
5. Θερμόμετρο 0° – 110° C.



Πεχάμετρο

Τρόπος εργασίας

1. Συνδέουμε τη συσκευή με την παροχή ρεύματος (220V) και στρέφουμε το διακόπτη στη θέση «pH», αφού αποσύρουμε τον ελαστικό μανδύα από την οπή του ηλεκτροδίου και εμβαπίζουμε τα ηλεκτρόδια στο νερό.
2. Μετράμε τη θερμοκρασία του νερού και 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. Ανυψώνουμε τα ηλεκτρόδια στο στέλεχος, τα πλένουμε και τα σκουπίζουμε απαλά με διηθητικό χαρτί.
5. Συνεχίζουμε τις μετρήσεις και με σειρά άλλων δειγμάτων όπως παραπάνω.

Παρατηρήσεις – Πληροφορίες

1. Τα πεχάμετρα κατασκευάζονται συνήθως έτσι ώστε το πραγματικό μηδέν του βολτόμετρου να βρίσκεται κοντά ή επάνω στην ένδειξη pH 7 της κλίμακας. Κατά τη χρήση το όργανο ανάγνωσης ρυθμίζεται πρώτα με ένα ρυθμιστικό διάλυμα pH 7, έτσι ώστε το μηδέν του οργάνου να συμπίπτει με αυτό της κλίμακας. Στη συνέχεια, το όργανο ρυθμίζεται με ένα δεύτερο ρυθμιστικό pH 4 ή pH 10, ώστε να δείχνει τη σωστή ένδειξη με το κουμπί ρύθμισης της θερμοκρασίας.
2. Η τιμή του πόσιμου νερού (δίκτυο Αθηνών) κυμαίνεται από 7,15 - 7,5.

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΑΚΟΣΤΗ ΕΚΤΗ

ΜΕΤΡΗΣΗ ΑΓΩΓΙΜΟΤΗΤΑΣ

Σκοπός: Ο υπολογισμός των συνολικών αλάτων του νερού και η εξακρίβωση της ποιότητάς του.

Εισαγωγικές πληροφορίες

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

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

Μονάδα μέτρησης της αντίστασης είναι το Ohm. Επειδή η αγωγιμότητα είναι το αντίστροφο της αντίστασης, μονάδα μέτρησής 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 $\mu\text{mhos/cm}$.

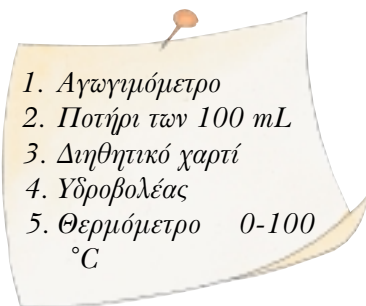
Η αγωγιμότητα είναι πολύ ευαίσθητη στη μεταβολή της θερμοκρασίας. Όταν αυξάνεται η θερμοκρασία αυξάνεται και η αγωγιμότητα, επειδή αυξάνεται η ταχύτητα των κινούμενων ιόντων των διαλυμένων στο νερό αλάτων.

Είναι κανόνας η ηλεκτρική αγωγιμότητα να εκφράζεται στους 25 °C. Για διαφορετικές θερμοκρασίες μέτρησης δίνεται ο παρακάτω πίνακας με συντελεστή διόρθωσης (Σ.Δ.) της τιμής της αγωγιμότητας, ώστε η αγωγιμότητα να υπολογίζεται στους 25 °C.

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

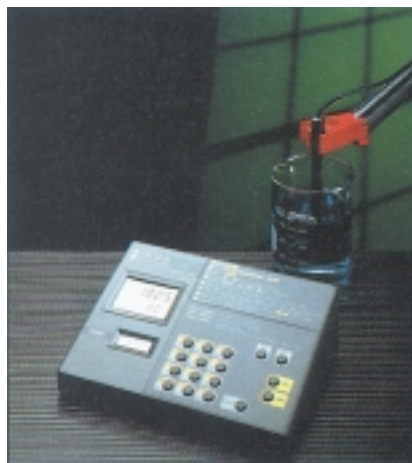
°C	Σ. Δ.	°C	Σ. Δ.	°C	Σ. Δ.
10,0	1,411	20,0	1,112	30,0	0,897
11,0	1,375	21,0	1,087	31,0	0,890
12,0	1,341	22,0	1,064	32,0	0,873
13,0	1,309	23,0	1,043	33,0	0,858
14,0	1,277	24,0	1,020	34,0	0,843
15,0	1,247	25,0	1,000	35,0	0,820
16,0	1,218	26,0	0,970	36,0	0,815
17,0	1,189	27,0	0,960	37,0	0,801
18,0	1,163	28,0	0,943	38,0	0,788
19,0	1,136	29,0	0,925	39,0	0,775

Όργανα – υλικά



Τρόπος εργασίας

1. Συνδέουμε το κύτταρο με το όργανο και στη συνέχεια το όργανο με την παροχή ρεύματος (220 V).
2. Θέτουμε το όργανο σε λειτουργία επί 10 min (προθέρμανση).
3. Βυθίζουμε το κύτταρο μέσα στο δείγμα.
4. Λαμβάνουμε την ένδειξη της αγωγιμότητας.
5. Αναγράφουμε τη μέτρηση θερμοκρασίας του νερού και την τιμή της αγωγιμότητας. Έστω ότι στους 18 °η αγωγιμότητα είναι 250 μmhos/cm.
6. Η τιμή αυτή της αγωγιμότητας ανάγεται στους 25 °C με τον αντίστοιχο συντελεστή διόρθωσης: $850 \times 1,163 = 988 \mu\text{mhos/cm}$ (25 °).
7. Πολλαπλασιάζοντας την αγωγιμότητα των 25 °C επί 0,64, υπολογίζουμε ηλεκτρομετρικά τα συνολικά διαλυμένα άλατα: $988 \mu\text{mhos/cm} \times 0,64 = 632$ συνολικά άλατα σε mg/l.



Τύποι Αγωγιμομέτρων

Παρατηρήσεις – Πληροφορίες

1. Αγωγιμόμετρο με κατάλληλο κύτταρο χρησιμεύει για τη μέτρηση της αγωγιμότητας γαλακτωμάτων και εδάφους.
2. Το νερό του δικτύου των Αθηνών έχει αγωγιμότητα κατά μέσο όρο $600 \mu\text{mhos/cm}$ στους 25°C .

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΑΚΟΣΤΗ ΕΒΔΟΜΗ**ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΟΛΙΚΗΣ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ
(ΣΥΜΠΛΟΚΟΠΟΙΗΣΗ $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$)**

Σκοπός: Η διαπίστωση της καταλληλότητας του πόσιμου νερού ως προς τη σκληρότητά του.

Εισαγωγικές πληροφορίες

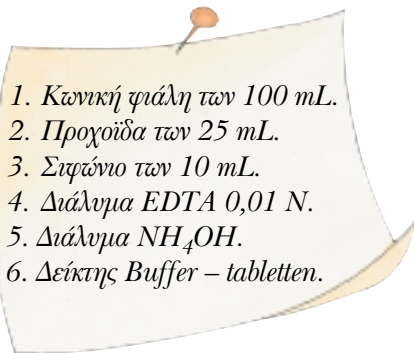
Η μέθοδος, όπως γνωρίζουμε από το μάθημα των εργαστηριακών ασκήσεων της Β' τάξης, βασίζεται στη συμπλοκοποίηση του αθροίσματος των κατιόντων $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ - αλάτων τα οποία προσδίδουν τη σκληρότητα στο νερό – με το διάλυμα του EDTA (αιθυλοδιανοδιαμινοτετραοξεικού δινατρίου – άλατος του οξέος).

Η σκληρότητα του νερού εκφράζεται διεθνώς σε γερμανικούς ή γαλλικούς βαθμούς. Ένας (1) γερμανικός βαθμός d° εκφράζει 10 mg CaO / L H_2O , ενώ ένας (1) γαλλικός F° εκφράζει 10 mg CaCO_3 / L H_2O . Ένας γερμανικός βαθμός d° αντιστοιχεί σε 1,8 γαλλικούς βαθμούς F° και 1 F° ισοδυναμεί με 0,56 d° .

Είναι σκόπιμο να αναφερθεί ότι συμβατικά έχει καθοριστεί 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.

Αντιδραστήρια – Όργανα

- 
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.

Τεχνική

1. Στην κωνική φιάλη των 100 mL φέρονται 10 mL νερού. Αραιώνουμε με αποσταγμένο 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 0,001 N EDTA μέχρι να εμφανισθεί πράσινο χρώμα (ισοδύναμο σημείο αντίδρασης).
4. Έστω ότι έχουμε καταναλώσει 4,6 mL για τη συμπλοκοποίηση των ιόντων Ca^{++} και Mg^{++} .

Υπολογισμοί

Τα 1000 mL 0,01N EDTA ισοδυναμούν με 0,2g Ca	
4,6 mL	x;

$$x = 0,00092\text{g}$$

Τα 0,00092 g είναι 0,92 mg Ca ($1\text{g} = 1000\text{mg}$)

Τα 10 mL H_2O περιέχουν 0,92mg Ca	
1000	x;

$$x = 92 \text{ mg/L} \quad \text{ή} \quad \frac{92}{20} = 4,6 \text{ meq/L}$$

Τα 56 μ.β. του CaO περιέχουν 40 μ.β. Ca	
x;	92

$$x = 128,8$$

Τα 10 mg CaO/ H_2O είναι 1 d°	
128,8	x;

$$x = 12,88 \text{ d}^\circ$$

και σε γαλλικούς βαθμούς $12,88 \times 1,8 = 23,2 \text{ F}^\circ$.

Παρατηρήσεις – Πληροφορίες

1. Οι υπολογισμοί αυτοί απλουστεύονται αν τα χιλιοϊσοδύναμα του Ca πολλαπλασιαστούν επί 2,8 και 5, για γερμανικούς και γαλλικούς βαθμούς αντιστοίχως.
2. 1 mL του 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 του NH_4OH παρουσία του δείκτη Buffer, ο ρόλος του οποίου είναι διπλός (δείκτης – ρυθμιστικό).

ΑΣΚΗΣΕΙΣ



1. Για 10 ml δείγματος νερού και για τον προσδιορισμό του συνόλου των κατιόντων Ca^{++} και Mg^{++} καταναλώθηκαν 6,1 mL 0,01 N E.D.T.A. Υπολογίστε την ολική σκληρότητα του νερού εκφρασμένη σε d° και F° .
2. Η συγκέντρωση νερού σε ασβέστιο είναι 160 mg/L. Ποιά είναι η σκληρότητα του νερού σε do εάν υποτεθεί ότι το δείγμα νερού δεν περιείχε Mg^{++} ;

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΑΚΟΣΤΗ ΟΓΔΟΗ

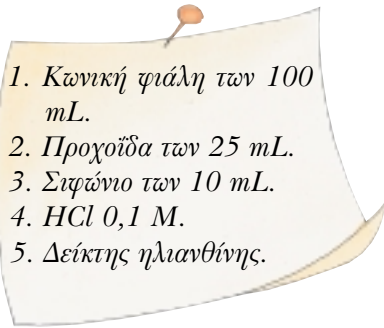
ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΑΝΘΡΑΚΙΚΗΣ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ (ΕΞΟΥΔΕΤΕΡΩΣΗ HCO_3^-)

Σκοπός: Ο υπολογισμός της ανθρακικής σκληρότητας βάσει της συγκέντρωσης των HCO_3^- στο νερό.

Εισαγωγικές πληροφορίες

Η παροδική σκληρότητα οφείλεται στα όξινα ανθρακικά άλατα του ασβεστίου και μαγνησίου. Η μέθοδος βασίζεται στην οξυμετρία.

Αντιδραστήρια – Όργανα

- 
1. Κωνική φιάλη των 100 mL.
 2. Προχοΐδα των 25 mL.
 3. Σιφώνιο των 10 mL.
 4. HCl 0,1 M.
 5. Δείκτης ηλιανθίνης.

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 ροδερυθρό.

Η αντίδραση προσδιορισμού είναι: η εξουδετέρωση των όξινων ανθρακικών αλάτων του ασβεστίου και μαγνησίου του δείγματος του νερού με πρότυπο διάλυμα 0,1 M HCl π.χ.



Υπολογισμοί

Έστω ότι η κατανάλωση όγκου του 0,1 M HCl για 100 mL νερού είναι 3,2 mL.

Τα 1000 mL 0,1 M HCl εξουδετερώνουν	6,1g HCO_3^-
Τα 3,2 mL	x
<hr/>	
$x = 0,0195\text{g } \text{HCO}_3^-$	
<hr/>	
Τα 100 mL νερού περιέχουν	0,0195g ή 19,5 mg HCO_3^-
Τα 1000 mL	x;
<hr/>	
$x = 195 \text{ mg/L νερού}$	

Τότε η σκληρότητα του νερού είναι: $195/61 = 3,2 \text{ meq/L}$
 $3,2 \text{ meq/L} * 2,8 = 8,96 \text{ d}^\circ$
 $3,2 \text{ meq/L} * 5 = 16,0 \text{ F}^\circ$

Υπολογισμός μόνιμης σκληρότητας

Η διαφορά της ανθρακικής σκληρότητας (Α.Σ.) από την ολική (Ο.Σ.) παρέχει τη μόνιμη σκληρότητα (Μ.Σ.) στους αντίστοιχους βαθμούς.

Η μόνιμη σκληρότητα του νερού οφείλεται στα θειικά και χλωριούχα άλατα του ασβεστίου και μαγνησίου.

Παρατηρήσεις – Πληροφορίες

1. 1 mL 0,1 M HCl αντιστοιχεί με 0,0061 g ή 6,1 mg HCO_3^- .
2. Όταν η παροδική σκληρότητα είναι μεγαλύτερη από την ολική, τότε Ο.Σ. = Α.Σ. και άρα Μ.Σ. = 0. Στην περίπτωση αυτή περιέχονται στο νερό HCO_3^- τα οποία δεν ανήκουν στα Ca^{++} και Mg^{++} .
3. Υπενθυμίζεται ότι η παροδική σκληρότητα οφείλεται στα HCO_3^- των Ca και Mg και η μόνιμη στα Cl^- και $\text{SO}_4^{=}$ των ίδιων κατιόντων, το δε άθροισμά τους δίνει την ολική σκληρότητα.
4. Διευκρινίζεται ότι η παροδική σκληρότητα προϋποθέτει προσδιορισμό της συγκέντρωσης των HCO_3^- του νερού.

ΑΣΚΗΣΕΙΣ



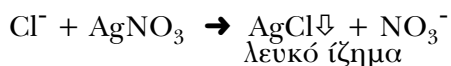
1. Η συγκέντρωση όξινων ανθρακικών σε δείγμα νερού είναι $5,8 \text{ meq/l}$. Ποιά είναι η ανθρακική σκληρότητά του σε F° ;
2. Για 100 mL νερού καταναλώθηκαν $3,1 \text{ mL } 0,1 \text{ N HCl}$ για τον προσδιορισμό όξινων ανθρακικών. Ποια είναι η περιεκτικότητα του νερού σε όξινα ανθρακικά (mg/L) και πόσων γερμανικών βαθμών (d°) είναι η σκληρότητά του (Α.Σ.);
3. Σε δείγμα νερού η περιεκτικότητά του σε $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ είναι $340,56 \text{ mg/L}$. Ποια είναι η ανθρακική σκληρότητα σε d° η οφειλόμενη στα κατιόντα ασβεστίου;
4. Η ανθρακική σκληρότητα πόσιμου νερού είναι $12,5 d^\circ$. Ποιά είναι η συγκέντρωση των όξινων ανθρακικών σε mg/L ;

ΑΣΚΗΣΗ ΤΡΙΑΚΟΣΤΗ ΕΝΑΤΗ

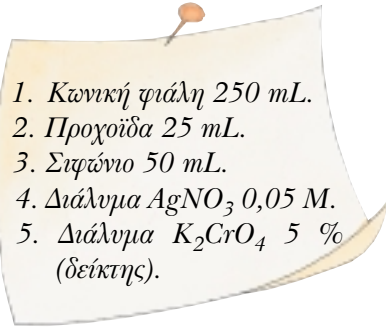
ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΧΛΩΡΙΟΝΤΩΝ ΚΑΤΑ Mohr

Σκοπός: Ο προσδιορισμός χλωριούχων αλάτων στο νερό.

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



Αντιδραστήρια – όργανα

- 
1. Κωνική φιάλη 250 mL.
 2. Προχοΐδα 25 mL.
 3. Σιφώνιο 50 mL.
 4. Διάλυμα AgNO_3 0,05 M.
 5. Διάλυμα K_2CrO_4 5 % (δείκτης).

Τρόπος εργασίας

1. Σε κωνική φιάλη 250 mL φέρονται 50 mL δείγματος νερού. Αραιώνουμε μέχρι 100 mL.
2. Προσθέτουμε 3-4 σταγόνες δείκτη K_2CrO_4 και το διάλυμα χρωματίζεται κίτρινο.
3. Ογκομετρούμε με 0,05 M AgNO_3 μέχρι να μεταβληθεί το χρώμα του σε κεραμόχρουν.

Έστω 2,5 mL η κατανάλωση του AgNO_3 για την καταβύθιση των Cl^- .

Υπολογισμοί

Τα 1000 mL 0,05 M AgNO_3 καταβυθίζουν 1,775 g Cl^-
2,5 x ;

$$x = \frac{1,775 \cdot 2,5}{1000} = 0,00448 \text{ g ή } 4,48 \text{ mg Cl}^-$$

Στα 50 mL νερού περιέχονται 4,48 mg Cl^-
Στα 1000 mL x;

$$x = \frac{4,48 \cdot 1000}{50} = 99,6 \text{ mg Cl}^-$$

Άρα $\text{Cl}^- = 99,6 \text{ mg/L ή } 99,6/35,5 = 2,5 \text{ meq/L}$.

Παρατηρήσεις – πληροφορίες

1. Η μέθοδος του προσδιορισμού απαιτεί περιβάλλον ουδέτερο ($\text{pH}=7$). Μπορεί όμως να έχει επιτυχή αποτελέσματα και σε περιβάλλον pH μεγαλύτερο από 6 και μικρότερο από 10.
2. Αν το $\text{pH}<6$, τότε μεταβάλλεται η ισορροπία των χρωμικών ιόντων:
 $2\text{CrO}_4^{2-} + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + \text{H}_2\text{O}$. Έτσι δεν επισημαίνεται το τέλος της ογκομέτρησης, γιατί ο AgCr_2O_7 που σχηματίζεται είναι ευδιάλυτος.
3. Αν το $\text{pH}>10$, τότε τα Ag^+ καθιζάνουν:
 $2\text{Ag}^+ + 2\text{OH}^- \rightarrow 2\text{AgOH} \rightarrow \text{Ag}_2\text{O} \downarrow + \text{H}_2\text{O}$
4. Η ρύθμιση του pH μεταξύ 6 και 10 μπορεί να επιτευχθεί με προσθήκη NaHCO_3 .



ΕΡΩΤΗΣΕΙΣ

ΑΣΚΗΣΕΙΣ



1. Γιατί η μέθοδος Mohr απαιτεί ουδέτερο περιβάλλον για να έχει επιτυχή αποτελέσματα;
2. Γιατί το πρότυπο διάλυμα του AgNO_3 πρέπει να φυλάσσεται σε σκοτεινή φιάλη αντιδραστήριου;
3. Η κατανάλωση 0,05 M AgNO_3 για 50 mL νερού είναι 2,3 mL. Ποιά είναι η συγκέντρωση των χλωριόντων σε ένα λίτρο νερό (mg/L);

ΑΣΚΗΣΗ ΤΕΣΣΑΡΑΚΟΣΤΗ

ΒΑΘΜΟΝΟΜΗΣΗ ΣΙΦΩΝΙΟΥ 20 mL

Σκοπός: Ο έλεγχος της χωρητικότητας ογκομετρικών οργάνων.

Βασικές γνώσεις

Η θερμοκρασία επηρεάζει τη χωρητικότητα των ογκομετρικών σκευών. Ως συμβατική θερμοκρασία αναφοράς έχει καθοριστεί διεθνώς η θερμοκρασία των 20 °C. Όταν ένα ογκομετρικό σκεύος π.χ. ένα σιφώνιο ή μια ογκομετρική φιάλη αναγράφει όγκο 50 mL, έχει βαθμολογηθεί στους 20 °C. Δεν πρέπει λοιπόν να βάζουμε θερμά υγρά στα ογκομετρικά όργανα, γιατί έτσι αυτά διογκώνονται με αποτέλεσμα να μεταβάλλεται η χωρητικότητά τους.

Όταν θέλουμε να μεταχειριστούμε τα ογκομετρικά όργανα για πολύ ακριβείς προσδιορισμούς, πρέπει να ελέγχουμε τη χωρητικότητά τους. Αυτό επιτυγχάνεται με τον προσδιορισμό του βάρους του περιεχόμενου νερού σε ορισμένη θερμοκρασία. Στη συνέχεια υπολογίζεται ο ακριβής όγκος του περιεχόμενου νερού από ειδικούς πίνακες και τελικά καθορίζεται η πραγματική χωρητικότητα του σκεύους.

Για τη σύνταξη των ειδικών πινάκων έχουν ληφθεί υπόψη:

- α) Η διαφορά όγκου του οργάνου στη θερμοκρασία μέτρησης και στους 20 °C.
- β) Η πυκνότητα του νερού στη θερμοκρασία μέτρησης.
- γ) Η επίδραση της άνωσης του αέρα στο νερό και στα σταθμά.

Όταν η ονομαστική χωρητικότητα διαφέρει από την πραγματική σε ανώτερα ποσοστά (ή όρια ανοχής) από εκείνα που προβλέπονται για το αντίστοιχο ογκομετρικό σκεύος, τότε αυτό χαρακτηρίζεται ακατάλληλο για ογκομετρική ανάλυση. Παρακάτω δίνονται οι ανοχές που προτείνονται από το Βρετανικό Ινστιτούτο Προτύπων (B.S.I. London) για τα ογκομετρικά σκεύη από κοινό γυαλί (συντελεστής κυβικής διαστολής 0,000025/ °C).

Εκτέλεση βαθμονόμησης.

- α) Σιφώνιο των 20 mL γεμίζεται με νερό στους 15 °C.
- β) Αφήνεται το νερό να τρέξει σε προζυγισμένο ποτήρι ζέσης.
- γ) Υπολογίζεται το βάρος του νερού.

Υπολογισμοί

- α) Έστω ότι το βάρος του νερού είναι 19,9570 g.
- β) Από τον Πίνακα 1 και σε θερμοκρασία 15 °C το βάρος νερού που αντιστοιχεί σε 1 L νερό στους 20 °C είναι 997,93 g.

Έτσι ισχύει:

Τα 997,93 g νερό καταλαμβάνουν όγκο 1000 mL
Τα 19,9570 g >> >> >> x; mL

$$X = \frac{1000 \cdot 19,9570}{997,93} = 19,998 \text{ mL}$$

Τα 19,998 mL είναι ο πραγματικός όγκος του σιφωνίου σε θερμοκρασία αναφοράς 20 °C. Η πραγματική χωρητικότητα του σιφωνίου 19,998 mL αφαιρείται από την ονομαστική του χωρητικότητα των 20 mL ($20 - 19,998 = 0,002$) και η διαφορά των 0,002 mL αποτελεί την απόκλιση στη χωρητικότητα του σιφωνίου των 20 mL. Από τον πίνακα ανοχών προκύπτει ότι για σιφώνιο 20 mL η ανοχή είναι 0,003 mL. Ο χαρακτηρισμός του σιφωνίου ως προς την καταλληλότητά του ή μη στην ογκομετρική ανάλυση, γίνεται με τη σύγκριση της απόλυτης τιμής της απόκλισης με την τιμή ανοχής του. Έτσι, η απόκλιση 0,002 mL του σιφωνίου των 20 mL είναι μικρότερη από την ανοχή των 0,03 mL, **οπότε προκύπτει ότι το σιφώνιο είναι κατάλληλο για την ογκομετρική ανάλυση.**

**Πίνακας 1: Χρήσιμα μεγέθη για τον έλεγχο των ογκομετρικών σκευών
ΟΓΚΟΜΕΤΡΙΚΕΣ ΦΙΑΛΕΣ**

Χωρητικότητα (mL)	5	10	25	50	100	250	500
Ανοχή (mL)	0,02	0,02	0,03	0,04	0,06	0,1	0,15

ΣΙΦΩΝΙΑ

Χωρητικότητα (mL)	1	2	5	10	20	25	50	100
Ανοχή (mL)	0,01	0,01	0,02	0,02	0,03	0,03	0,04	0,06
Χρόνος εκροής (sec)	5-10	7-15	10-20	15-25	15-30	20-35	25-40	30-50

ΠΡΟΧΟΪΔΕΣ

Χωρητικότητα (mL)	25	50	100
Ανοχή (mL)	0,04	0,06	0,1
Χρόνος εκροής (sec)	100-195	120-225	

ΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑ (°C)	ΒΑΡΟΣ (g)	ΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑ (°C)	ΒΑΡΟΣ (g)
10	998,39	23	996,60
11	998,32	24	996,38
12	998,23	25	996,17
13	998,14	26	995,93
14	998,04	27	995,69
15	997,93	28	995,44
16	997,80	29	995,18
17	997,66	30	994,91
18	997,51	31	994,64
19	997,35	32	994,35
20	997,18	33	994,06
21	997,00	34	993,75
22	996,80	35	993,45



ΕΡΩΤΗΣΕΙΣ

1. Γιατί γίνεται η βαθμονόμηση των οργάνων;
2. Από τι επηρεάζεται ο όγκος των γυάλινων ογκομετρικών συσκευών;
3. Ογκομετρική φιάλη των 100 mL γεμίζεται με νερό σε θερμοκρασία 15 °C. Το βάρος του νερού βρέθηκε 99,9204 g. Να βρεθεί αν η ογκομετρική φιάλη είναι κατάλληλη για ογκομετρική ανάλυση. Η φιάλη έχει βαθμολογηθεί σε θερμοκρασία 20 °C.

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

1. **Ακρίδα Κ – Δεμερτζή:** Οινολογική. Παν. Ιωαννίνων 1999.
2. **Ακρίδα Κ – Δεμερτζή, Δεμερτζή Π., Κοντομηνά Μ.:** Ασκήσεις προχωρημένου εργαστηρίου τροφίμων. Παν Ιωαννίνων 1999.
3. **Ανυφαντή Ε.:** Χημεία και ανάλυση γάλακτος. Γ.Π.Α.
4. **Γαλανού Σπ.:** Γενικές επίσημες μέθοδοι ανάλυσης. Παν. Αθηνών.
5. **Γκέρκης Β.:** Εργαστηριακές ασκήσεις ανάλυσης τροφίμων Ι. ΤΕΙ Αθηνών 1993.
6. **Γ.Χ.Κ.:** Κώδικας τροφίμων – ποτών και αντικειμένων.
7. **Δημουλά Κ.:** Ποιότητα και προδιαγραφές τροφίμων ΤΕΙ Αθηνών 1983.
8. **Ηρεώτου Ε.:** Εργαστήριο μικροβιολογίας. 1994.
9. **Καζάζη Ι.:** Εργαστηριακές ασκήσεις ποιοτικού ελέγχου και εξασφάλισης της ποιότητας των τροφίμων. ΤΕΙ Αθηνών.
10. **Κοντομηνά Μ, Ακρίδα Κ – Δεμερτζή, Τασιούλα – Μάργαρη:** Ποιοτικός έλεγχος και οργανοληπτικά χαρακτηριστικά των τροφίμων. Παν. Ιωαννίνων. 1997.
11. **Κοτονιά Γ.:** Εργαστήριο ποιοτικού ελέγχου υλικών Ε.Ι. 1997.
12. **Μάντη Αν.:** Υγιεινή και τεχνολογία του γάλακτος και των προϊόντων του. Παν. Θεσσαλονίκης. 1993.
13. **Ρούσση Ι.:** Χημεία τροφίμων – εξέταση τροφίμων Παν. Ιωαννίνων 1988.
14. **Scuneniann C - Treu G – Baking :** The art and science , baker technology Inc. Calgary Canada.
15. **Τζαβάρα Σ. – Καραγιάννη:** Σύσταση , χημική ανάλυση και προδιαγραφές βασικών τροφίμων. Παν. Ιωαννίνων.
16. **Τσιάρα Ν.:** Ποιοτικός έλεγχος τροφίμων φυτικής προέλευσης Ο.Ε.Δ.Β. 1996.
17. **Follet M.J – Ratclief P.W.:** Demetrimation of nitrite and nitrate in meat Products. J. Sci. Fd Agric 1963
18. **Δημουλά Κ.:** Ποιοτικός έλεγχος τροφίμων φυτικής προέλευσης ΤΕ Αθηνών 1981.
19. **Δημοπούλου Ι.:** Εργαστηριακές ασκήσεις Χημείας τροφίμων, ΤΕΙ Θεσ/νικης 1982.
20. **Επίσημη Εφημερίδα των Ευρωπαϊκών Κοινοτήτων:** Παράρτημα XVI 1991.
21. **International Federation of fruit Juice Producers (I.F.J.U. Analyses)**