



ΧΗΜΕΙΑ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΕΣ ΑΣΚΗΣΕΙΣ

ΑΡΓΥΡΩ ΜΠΕΚΑΤΩΡΟΥ

ΚΑΘΗΓΗΤΡΙΑ ΧΗΜΕΙΑΣ & ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

ΤΜΗΜΑ ΧΗΜΕΙΑΣ, ΠΑΝ/ΜΙΟΥ ΠΑΤΡΩΝ

ΠΑΤΡΑ 2026

!!!!!!!

- Να γνωρίζετε τις επιστημονικές αρχές (θεωρία και αντιδράσεις) των μεθόδων
- Εξετάζονται με την υπόλοιπη ύλη του μαθήματος στην τελική εξέταση ή σε πιθανή εξέταση που θα αφορά το εργαστήριο στο τέλος του εξαμήνου.
- Στην περίπτωση που γίνει γραπτή εξέταση εργαστηρίου, αλλά ο φοιτητής δεν παρουσιαστεί στην εξέταση (χωρίς να ενημερώσει σχετικά), αλλά δώσει μόνο την τελική εξέταση του μαθήματος, τότε θα συμψηφιστεί βαθμός μηδέν (0) για την γραπτή εξέταση του εργαστηρίου.

!!!!!!!

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

■ Τελικός βαθμός μαθήματος:

- 70% τελική γραπτή εξέταση μαθήματος
- 30% συνολική επίδοση στο εργαστήριο (γραπτή εξέταση εργαστηρίου (ΑΝ ΓΙΝΕΙ), προφορικά, τεστ/αναφορές, κ.λπ.), κατά την κρίση του διδάσκοντος.
 - ΔΕΝ ΘΑ ΚΡΑΤΗΘΕΙ ΒΑΘΜΟΣ ΤΕΛΙΚΗΣ ΓΡΑΠΤΗΣ ΕΞΕΤΑΣΗΣ ΜΑΘΗΜΑΤΟΣ ΑΝ Ο ΦΟΙΤΗΤΗΣ ΕΧΕΙ ΕΚΚΡΕΜΟΤΗΤΑ ΣΤΟ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ
 - ΑΝ ΔΕΝ ΥΠΑΡΧΕΙ ΕΚΚΡΕΜΟΤΗΤΑ (ΑΠΟΥΣΙΕΣ), ΑΛΛΑ ΔΕΝ ΔΟΘΕΙ Η ΕΞΕΤΑΣΗ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ Η ΔΕΝ ΠΑΡΑΔΟΘΟΥΝ ΑΝΑΦΟΡΕΣ, Κ.ΛΠ., ΤΟΤΕ ΘΑ ΒΓΕΙ ΚΑΝΟΝΙΚΑ ΤΕΛΙΚΟΣ ΒΑΘΜΟΣ ΜΑΘΗΜΑΤΟΣ, ΔΙΝΟΝΤΑΣ ΒΑΘΜΟ ΜΗΔΕΝ (0) ΣΤΗΝ ΓΡΑΠΤΗ ΕΞΕΤΑΣΗ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ Η ΣΤΙΣ ΑΝΑΦΟΡΕΣ ΠΟΥ ΔΕΝ ΠΑΡΑΔΟΘΗΚΑΝ.
 - ΤΟ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΔΙΝΕΤΑΙ ΜΟΝΟ ΣΤΟ ΤΕΛΟΣ ΤΟΥ ΕΞΑΜΗΝΟΥ. ΣΕ ΕΠΟΜΕΝΕΣ ΕΞΕΤΑΣΤΙΚΕΣ ΘΑ ΠΡΕΠΕΙ ΝΑ ΓΙΝΕΙ ΣΥΝΕΝΝΟΗΣΗ ΜΕ ΤΟΝ ΔΙΔΑΣΚΟΝΤΑ ΠΡΙΝ ΤΗΝ ΚΑΝΟΝΙΚΗ ΕΞΕΤΑΣΗ ΤΟΥ ΜΑΘΗΜΑΤΟΣ!!!!!!!!!!!!!!

Εργαστηριακές ασκήσεις

Άσκηση 1. Ανάλυση αλευριού

- α. Προσδιορισμός τέφρας
- β. Προσδιορισμός υγρής και ξηρής γλουτένης
- γ. Ανίχνευση οξειδωτικών

Άσκηση 2. Μέτρηση οξύτητας και φωτομετρικών δεικτών ποιότητας σε τρόφιμα

- α. Προσδιορισμός βαθμού οξύτητας σε ελαιόλαδο
- β. Προσδιορισμός οξύτητας σε χυμό πορτοκαλιού
- γ. Προσδιορισμός οξύτητας ξυδιού
- δ. Προσδιορισμός οξύτητας σε γάλα
- ε. Προσδιορισμός αριθμού υπεροξειδίων
- στ. Φασματοφωτομετρική εξέταση στο υπεριώδες (δείκτες K232, K270, ΔK)

Άσκηση 3. Καταβύθιση καζεΐνης γάλακτος - Πήξη γάλακτος με ένζυμο και με οξυγαλακτική καλλιέργεια

- α. Καταβύθιση καζεΐνης γάλακτος
- β. Πήξη γάλακτος με ένζυμο (παραγωγή τυριού)
- γ. Πήξη γάλακτος με οξυγαλακτική καλλιέργεια (παραγωγή γιαουρτιού)

Άσκηση 4. Προσδιορισμός σακχάρων σε γλεύκη και μελάσσα & αλκοόλης σε οίνο και αποστάγματα

- α. Προσδιορισμός σακχάρων σε γλεύκος ή μελάσσα με αραιόμετρο Baumé.
- β. Προσδιορισμός της αλκοόλης οίνου με απόσταξη

Εργαστηριακές ασκήσεις

Άσκηση 5. Ανάλυση Γάλακτος: Έλεγχος παστερίωσης - Προσδιορισμός τέφρας και αλκαλικότητά της

- α. Έλεγχος παστερίωσης γάλακτος
- β. Προσδιορισμός τέφρας
- γ. Προσδιορισμός αλκαλικότητας τέφρας

Άσκηση 6 - Ανάλυση Γάλακτος: Προσδιορισμός πρωτεΐνης (Kjeldahl) & λίπους (Gerber)

- α. Προσδιορισμός πρωτεΐνης στο γάλα κατά Kjeldahl
- β. Προσδιορισμός λίπους στο γάλα και το γιαούρτι με τη μέθοδο Gerber

Χρωματογραφική Ανάλυση

Άσκηση 7. Προσδιορισμός σακχάρων, αιθανόλης και οργανικών οξέων με HPLC

- α. Προσδιορισμός σακχάρων και αιθανόλης με HPLC-RID
- β. Προσδιορισμός οργανικών οξέων με HPLC-DAD(UV)

Άσκηση 8. Ανάλυση αλκοολών και μεθυλεστέρων με αέρια χρωματογραφία (GC-FID)

- α. Προσδιορισμός αιθανόλης και μεθανόλης με GC-FID
- β. Μετεστεροποίηση λιπαρών υλών και ανάλυση των πτητικών μεθυλεστρέρων με GC-FID

Άσκηση 9. Ανάλυση αρωματικού προφίλ με αέρια χρωματογραφία – φασματομετρία μάζας και Μικροεκχύλιση Στερεάς Φάσης (SPME GC-MS)

- α. Μικροεκχύλιση στέρεας φάσης (SPME)
- β. Ανάλυση GC-MS

Άσκηση 1 – Ανάλυση αλευριού

ΑΛΕΥΡΙ: «το απαλλαγμένο από φύτρα και φλοιούς, προϊόν άλεσης των καρπών των δημητριακών»

FLOUR: "free from bran and husk product of cereal grains milling"

- ΝΕΡΟ – water (11-16%)
- ΑΜΥΛΟ – starch (>50%)
- ΠΡΩΤΕΪΝΕΣ – protein (25-30%)
- ΟΡΓΑΝΙΚΑ ΟΞΕΑ – organics acids
- ΛΙΠΟΣ - fat
- ΕΝΖΥΜΑ – enzymes
- ΒΙΤΑΜΙΝΕΣ (Α, Ε και Β1) – vitamins
- ΑΝΟΡΓΑΝΑ ΣΥΣΤΑΤΙΚΑ (κυρίως ως φωσφορικά άλατα) – minerals (mainly a phosphate salts)

Άσκηση 1 – Ανάλυση αλευριού

Αρτοποιητική ικανότητα: «Το σύνολο των ιδιοτήτων που πρέπει να έχει το αλεύρι για να παράγει ψωμί καλής ποιότητας»

εξαρτάται από:

- ✓ την περιεκτικότητα & το MB της περιεχόμενης γλουτένης
- ✓ το βαθμό άλεσης του αλεύρου
- ✓ την παρουσία οξειδωτικών ουσιών (δημιουργία διαμοριακών δισουλφιδικών, -S-S-, δεσμών στη γλουτένη)
- ✓ την παρουσία ενζύμων (αμυλολυτικά & πρωτεολυτικά)
- ✓ το pH και τη θερμοκρασία
- ✓ τη μηχανική επεξεργασία (ζύμωμα) της αρτομάζας

Άσκηση 1 - Ανάλυση αλευριού



Άσκηση 1 - Ανάλυση αλευριού

Α. Προσδιορισμός Τέφρας

Η «Τέφρα» αποτελεί μέτρο των περιεχόμενων ανόργανων συστατικών που υπάρχουν σε ένα τρόφιμο



Μέθοδοι προσδιορισμού:

1. Ξηρή αποτέφρωση (dry ashing)
2. Υγρή αποτέφρωση (χώνευση με οξέα, Wet ashing ή acid digestion)



Άσκηση 1 - Ανάλυση αλευριού

Α. Προσδιορισμός Τέφρας

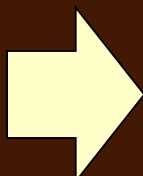
Ξηρή αποτέφρωση

- Ζυγίζονται 1-2 g δείγματος σε προζυγισμένο χωνευτήρι, το οποίο προηγουμένως έχει πυρωθεί σε θερμοκρασία 550 °C
- Ακολουθεί καύση σε φλόγα και στη συνέχεια στους 550 °C μέχρι να απομείνει τέφρα απαλλαγμένη από άνθρακα

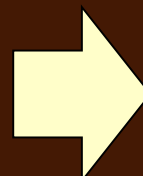


Άσκηση 1 - Ανάλυση αλευριού

Α. Προσδιορισμός Τέφρας



550 °C



Άσκηση 1 - Ανάλυση αλευριού

Α. Προσδιορισμός Τέφρας

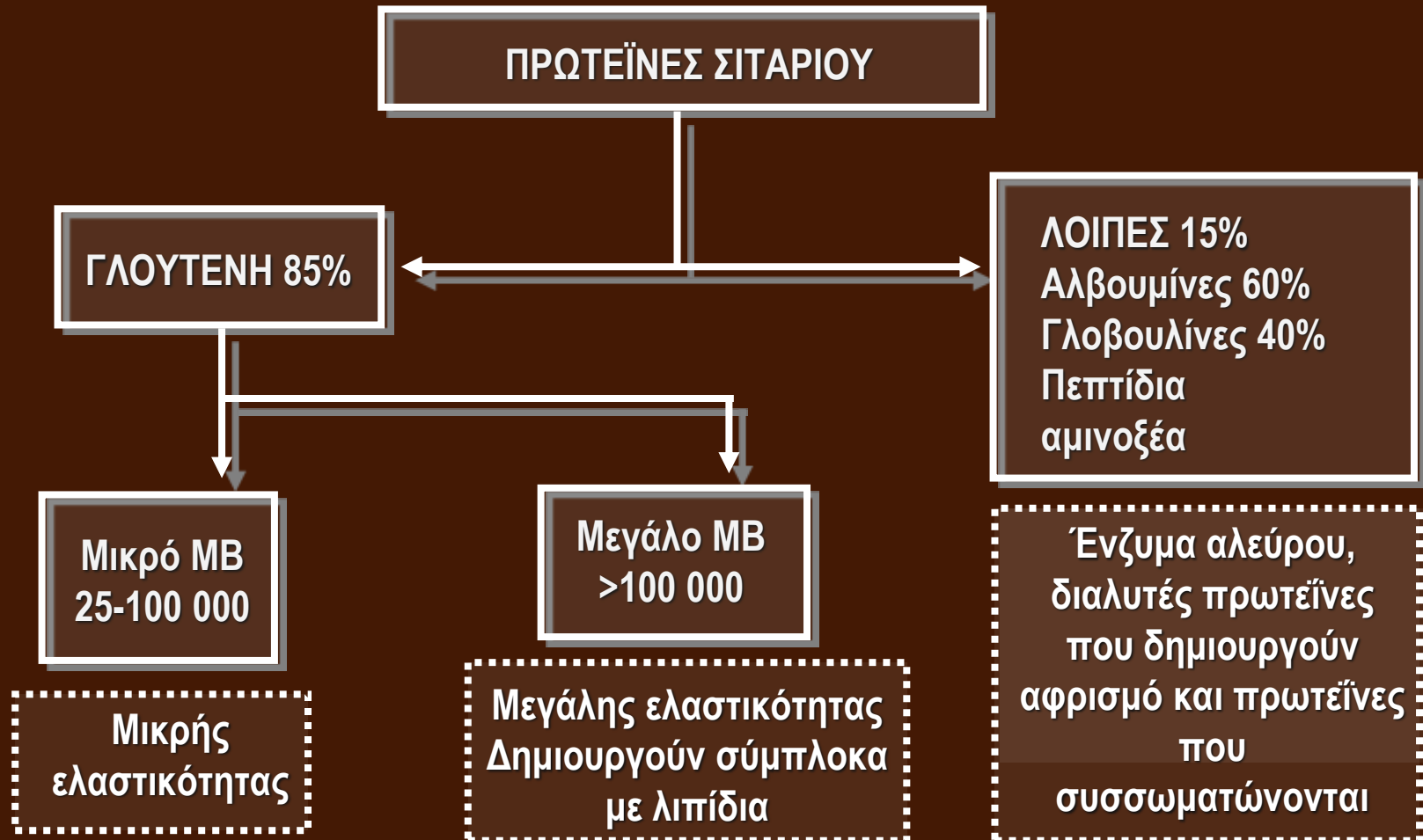
Ξηρή αποτέφρωση

- Μετά την ψύξη σε ξηραντήρα το χωνευτήριο ζυγίζεται
- Το ποσό της τέφρας βρίσκεται από τη διαφορά βάρους και ανάγεται επί τοις %



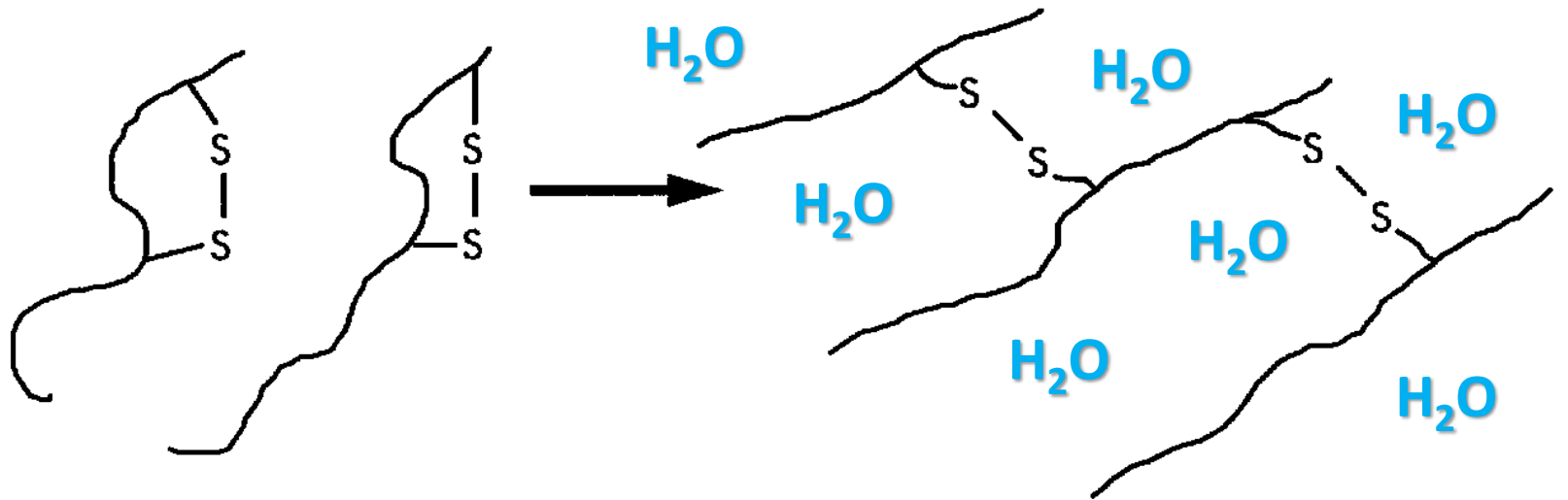
Άσκηση 1 - Ανάλυση αλευριού

Β. Προσδιορισμός γλουτένης υγρής και ξηρής



Άσκηση 1 - Ανάλυση αλευριού

Δημιουργία γλουτένης: δημιουργία ΔΙΑΜΟΡΙΑΚΩΝ
δισουλφιδικών δεσμών

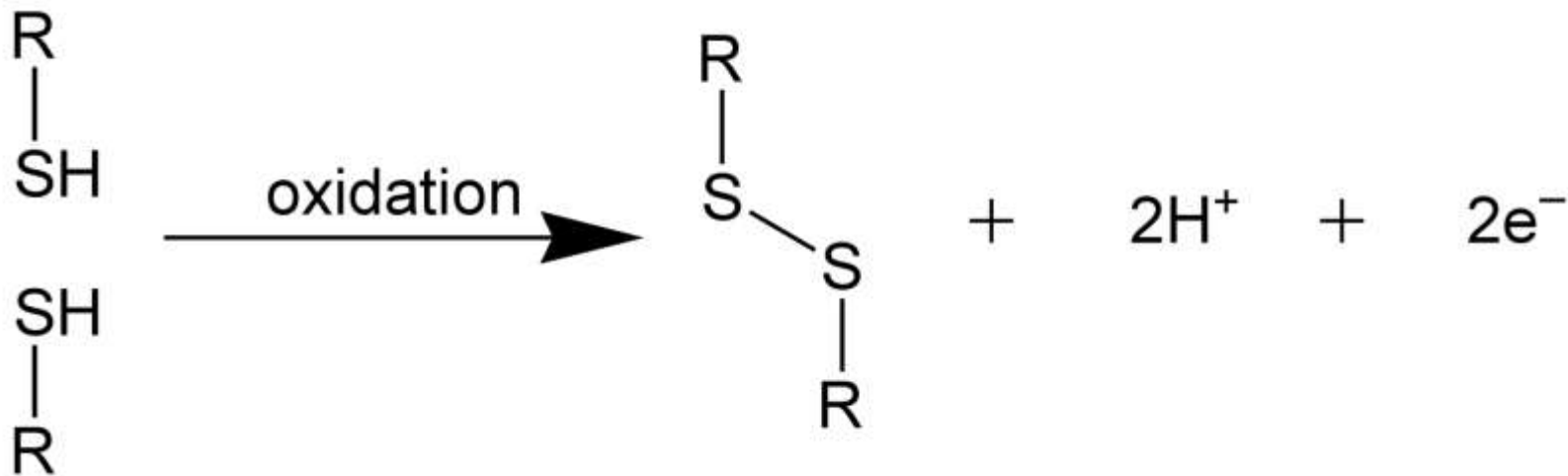


Ενδομοριακές
δισουλφιδικές
γέφυρες

Διαμοριακές
δισουλφιδικές
γέφυρες

Άσκηση 1 - Ανάλυση αλευριού

Δημιουργία γλουτένης: δημιουργία ΔΙΑΜΟΡΙΑΚΩΝ
δισουλφιδικών δεσμών (γεφυρών)



Άσκηση 1 – Ανάλυση αλευριού

B. Προσδιορισμός γλουτένης υγρής και ξηρής

- Ζυγίζονται **33,33 g** αλεύρι και αναμιγνύονται με **17 ml** απεσταγμένου ψυχρού νερού σε κάψα πορσελάνης, διαμέτρου **10-11 cm**
- Με τη βοήθεια σπάτουλας σχηματίζεται μια μαλακή μάζα που δεν κολλάει στα δάκτυλα
- Για 30 min η μάζα μαλάσσεται υπό συνεχή ροή νερού **15-16 °C** (βρύσης) που πέφτει κατά σταγόνες ώστε να αποχωριστεί το άμυλο και να αρχίσει να συσσωματώνεται η γλουτένη



Άσκηση 1 - Ανάλυση αλευριού

B. Προσδιορισμός γλουτένης υγρής και ξηρής

- Η πλύση με το νερό συνεχίζεται μέχρι να πάψει να ανιχνεύεται άμυλο (με διάλυμα ιωδίου, J_2) στο νερό έκπλυσης
- Τέλος η γλουτένη συμπιέζεται με τα δάκτυλα ώστε να απομακρυνθεί το νερό που πλεονάζει και ζυγίζεται
- Το ποσό που ζυγίζεται αν τριπλασιαστεί παρέχει αμέσως το % κ.β. περιεχόμενο της «υγρής γλουτένης»



Άσκηση 1 - Ανάλυση αλευριού

B. Προσδιορισμός γλουτένης υγρής & ξηρής

- Στη συνέχεια υποβάλλεται σε ξήρανση στους **100-105 °C** μέχρι σταθερού βάρους για την εύρεση της «ξηρής γλουτένης»
- Η διαφορά μεταξύ των δυο αποτελεί την % «εφυδάτωση» της γλουτένης



Άσκηση 1 – Ανάλυση αλευριού

Γ. Ανίχνευση οξειδωτικών

- Οξειδωτικά (βελτιωτικά) προστίθενται στο αλεύρι για να βοηθήσουν στην ανάπτυξη της γλουτένης [σχηματισμός δισουλφιδικών **-S-S-** δεσμών **διαμοριακά**] οδηγώντας σε πιο «δυνατά» ζυμάρια
- Μπορεί ταυτόχρονα να λειτουργούν ως λευκαντικοί παράγοντες (λευκό αλεύρι)

Άσκηση 1 – Ανάλυση αλευριού

Γ. Ανίχνευση οξειδωτικών

- Κοινοί οξειδωτικοί / λευκαντικοί παράγοντες στο αλεύρι είναι:

E920	Κυστέϊνη	Βελτιωτικό του ψωμιού
E921	Κυστίνη	Βελτιωτικό του ψωμιού
E922	Υπερθειικό κάλιο	Βελτιωτικό του ψωμιού
E923	Υπερθειικό αμμώνιο	Βελτιωτικό του ψωμιού
E924	Βρωμικό κάλιο (άκυρος αριθμός)	Παράγοντας αποχρωματισμού στο αλεύρι
E925	Χλώριο	Παράγοντας αποχρωματισμού στο αλεύρι
E927a	Αζωδικαρθοναμίδιο	Βελτιωτικό του ψωμιού
E927b	Ουρία	Ρυθμιστικό
928	Υπεροξειδίο του βενζολίου	Βελτιωτικό του ψωμιού
930	Υπεροξειδίο του ασβεστίου	Βελτιωτικό του ψωμιού

Άσκηση 1 - Ανάλυση αλευριού

Γ. Ανίχνευση οξειδωτικών

- Μια ποσότητα αλευριού πιέζεται με σπάτουλα σε επίπεδη επιφάνεια και σε αυτή ρίχνονται λίγες σταγόνες διαλύματος **KI 10%** και **HCl 20%**
- Η εμφάνιση μελανών στιγμάτων αποδεικνύει την παρουσία οξειδωτικών βελτιωτικών



Άσκηση 1 - Ανάλυση αλευριού

Γ. Ανίχνευση οξειδωτικών

Αντιδράσεις



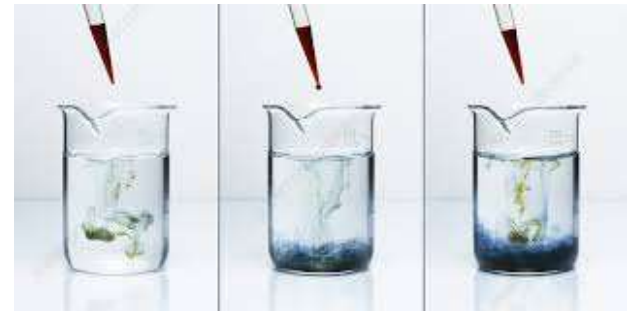
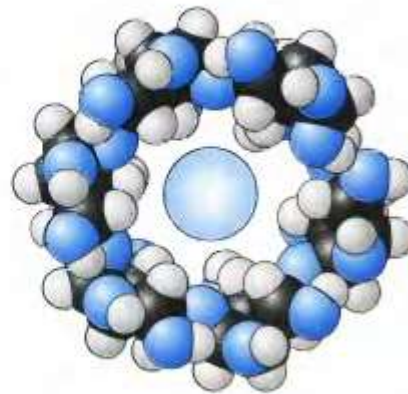
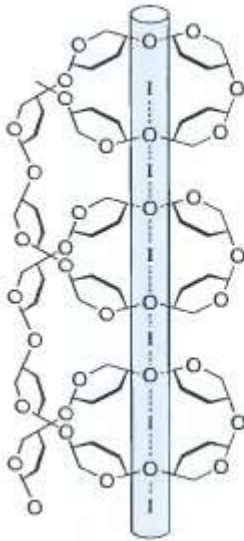
Συνολικά:



Το J_2 που παράγεται με το άμυλο του αλεύρου δημιουργεί **μελανές** κηλίδες!

Άσκηση 1 - Ανάλυση αλευριού

Γ. Ανίχνευση οξειδωτικών



Iodine test for starch sciencesource.com

Why Does Iodine Turn Starch Blue ... chemistryviews.org

Iodine Test for Starch - Stock Image ... sciencephoto.com

Iodimetric & Iodometric Titrations ... knowledgepayback.blogspot.com

ΑΣΚΗΣΗ 2

Μέτρηση οξύτητας σε τρόφιμα

a) Ελαιόλαδο

b) Χυμός πορτοκαλιού

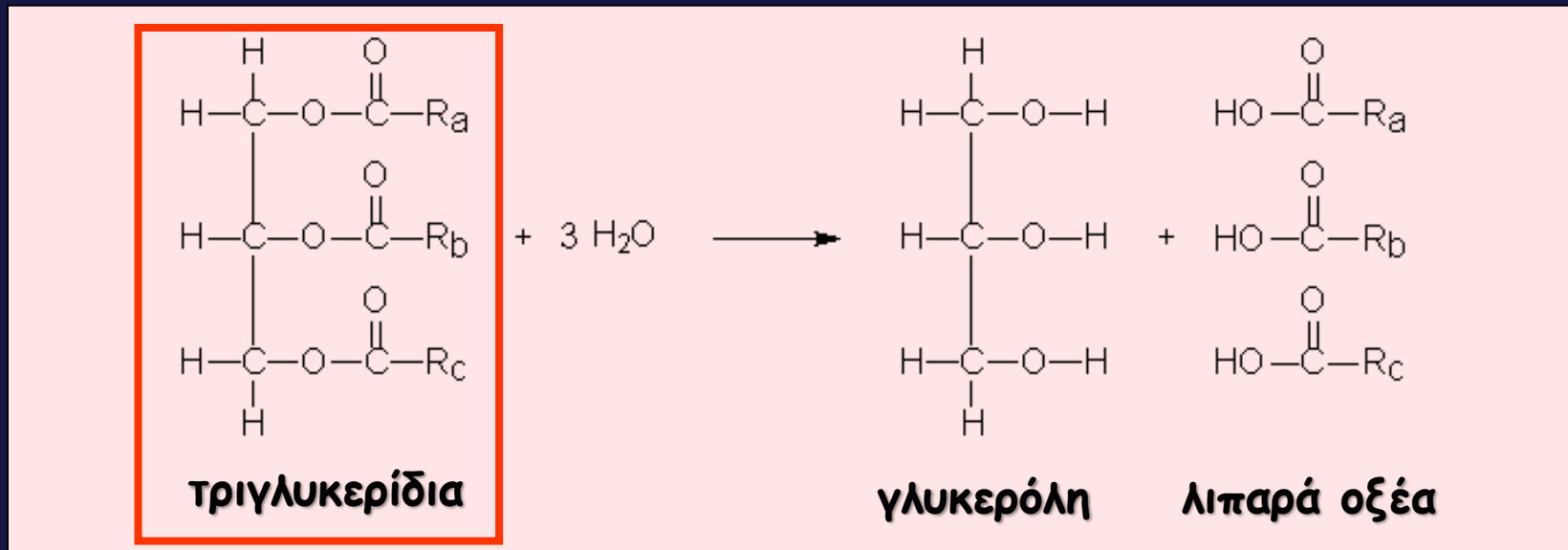
c) Γάλα

d) Ξύδι

α. Προσδιορισμός βαθμού οξύτητας σε ελαιόλαδο Λίπη & έλαια (Λιπίδια)

Τα εδώδιμα λίπη & έλαια ανήκουν στην ίδια κατηγορία βιολογικών μορίων, τα **λιπίδια** (εστέρες της τρισθενούς αλκοόλης γλυκερόλης με λιπαρά οξέα)

Γενικός τύπος



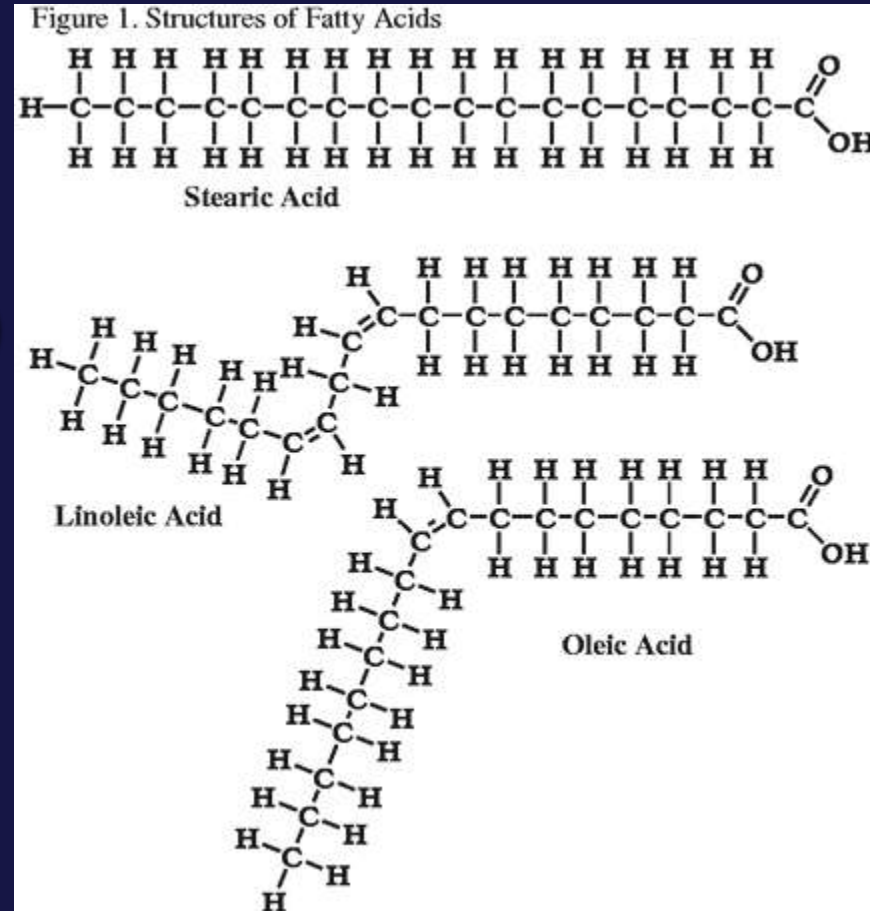
Εστέρες της γλυκερόλης με λιπαρά οξέα (ακυλο-γλυκερόλες)

Λίπη & έλαια (Λιπίδια)

Λιπαρά οξέα (Fatty acids - FA)



Λιπαρό οξύ (FA) είναι η οργανική ένωση με μια ομάδα καρβοξυλίου (-COOH) στο ένα άκρο μιας αλειφατικής αλυσίδας «μπροστινό» άκρο) και μια ομάδα μεθυλίου (-CH₃) στο άλλο άκρο (τελική ή «μέθυλο» άκρο).



Λίπη & έλαια (Λιπίδια)

Τα λιπίδια:

- λίπη = στερεά λιπίδια
- έλαια = υγρά λιπίδια
- διαλύονται σε οργανικούς διαλύτες όπως αιθέρας, πετρελαϊκός αιθέρας, χλωροφόρμιο, βενζόλιο
- είναι αδιάλυτα στο νερό

Λίπη & έλαια (Λιπίδια)

Τα λιπαρά οξέα:

RCOOH

- 4-36 C (ζυγός αριθμός)
- ευθεία αλυσίδα
- κορεσμένα (κυρίως τα στερεά λίπη)
- & ακόρεστα (κυρίως τα υγρά έλαια):
 - όπου συνήθως: 1^{ος} διπλός δεσμός: C9=C10
 - 2^{ος} διπλός δεσμός: C12=C13
 - 3^{ος} διπλός δεσμός: C15=C16

Λίπη & έλαια (Λιπίδια)

Τα λιπαρά οξέα:

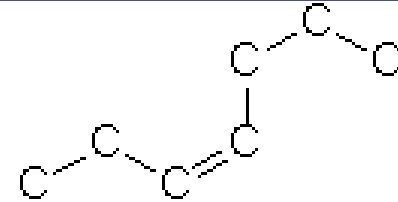
- διαμόρφωση διπλών δεσμών **cis** ή **trans**:



κορεσμένα



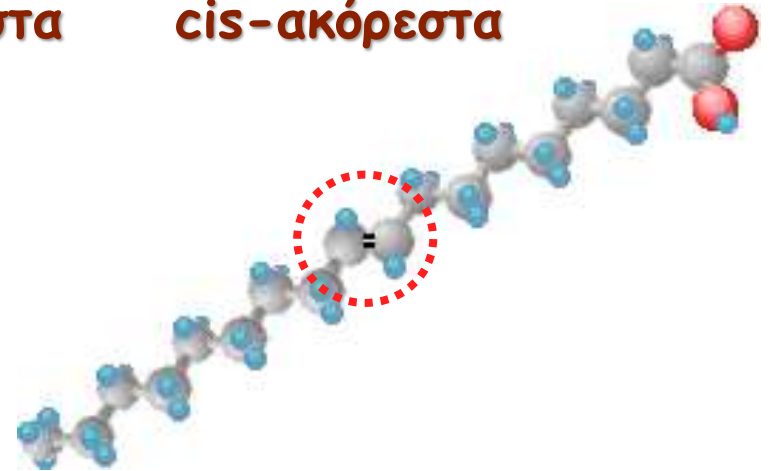
trans-ακόρεστα



cis-ακόρεστα



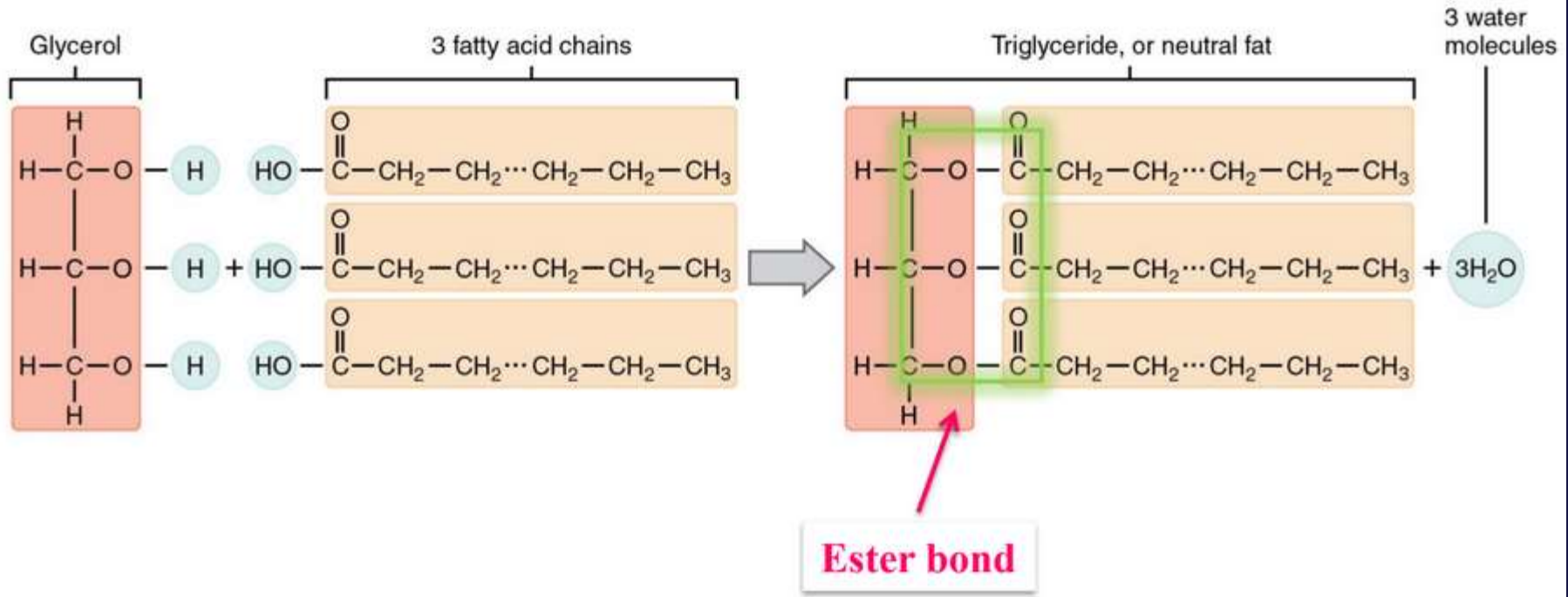
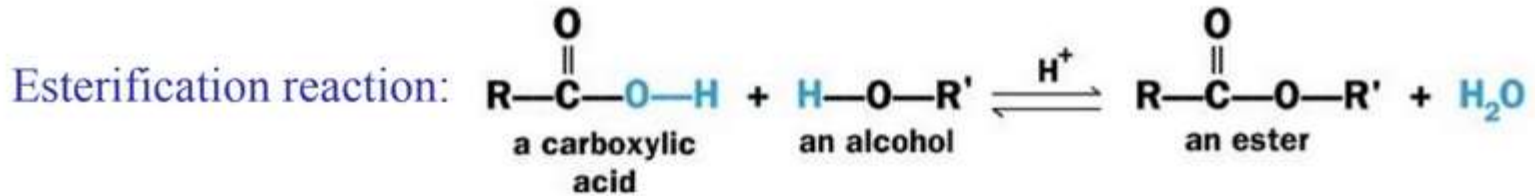
Cis-9-δεκαοκτενοϊκό οξύ
(Ελαιικό οξύ)



Trans-9-δεκαοκτενοϊκό οξύ
(Ελαιϊδικό οξύ)

Λίπη & έλαια (Λιπίδια)

Τα λιπαρά οξέα - εστεροποίηση σε λιπίδια:



ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

Ονοματολογία & περιγραφή μερικών από τα κοινά λιπαρά οξέα

Κοινή ονομασία	Άτομα-C	Διπλοί δεσμοί	Επιστημονική Ονομασία	Πηγές
Κεκορεσμένα				
Βουτυρικό	4	0	Βουτανοϊκό οξύ	βούτυρο
Καπροϊκό	6	0	Εξανοϊκό οξύ	βούτυρο
Καπρυλικό	8	0	Οκτανοϊκό οξύ	κοκόλιπος
Καπρικό	10	0	Δεκανοϊκό οξύ	κοκόλιπος
Λαουρικό	12	0	Δωδεκανοϊκό οξύ	έλαιο καρύδας
Μυριστικό	14	0	Δεκατετρανοϊκό οξύ	φοινικοπυρηνέλαιο
Παλμιτικό	16	0	Δεκαεξανοϊκό οξύ	φοινικέλαιο
Στεατικό	18	0	Δεκαοκτανοϊκό οξύ	ζωικά λίπη
Αραχιδικό	20	0	Εικοσανοϊκό οξύ	φυστικέλαιο, ιχθυέλαιο
Βεχενικό	22	0	Εικοσιδυανοϊκό οξύ	κραμβέλαιο
Λιγνοκηρικό	24	0	Εικοσιτεσσσερανοϊκό οξύ	όλες οι λιπαρές ύλες



ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

Ονοματολογία & περιγραφή μερικών από τα κοινά λιπαρά οξέα

Ονοματολογία & περιγραφή μερικών από τα κοινά λιπαρά οξέα				
Ακόρεστα μονοενικά				
Παλμιτελαϊκό	16	1	9-δεκαεξενοϊκό	ζωικά λίπη
Ελαϊκό	18	1	9(cis)-δεκαοκτενοϊκό	ελαιόλαδο, όλες οι λιπαρές ύλες
Ελαϊδικό	18	1	9(trans)-δεκαοκτενοϊκό	ζωικά λίπη, υδρογονωμένα
Βαξενικό	18	1	11- δεκαοκτενοϊκό	βούτυρο
Γαδελαϊκό	20	1	9-εικοσαενοϊκό	ιχθυέλαιο
Ακόρεστα διενικά				
Λινελαϊκό	18	2	9,12(cis-cis)-δεκαοκταδιενοϊκό	όλες οι λιπαρές ύλες
Λινελαιδικό	18	2	9,12(cis-trans)-δεκαοκταδιενοϊκό	υδρογονωμένα
Ακόρεστα τριενικά				
α-λινολενικό	18	3	9,12,15-δεκαοκτατριενοϊκό	όλες οι λιπαρές ύλες
γ-λινολεϊκό (GLA)	18	3	6,9,12-δεκαοκτατριενοϊκό	βοραγέλαιο
Άλλα πολυακόρεστα				
Αραχιδονικό (AA)	20	4	5,8,11,14-εικοσιτετραενοϊκό	λιπίδια οργάνων (σुकώπι κλπ)
EPA	20	5	5,8,11,14,17-εικοσιπεντενοϊκό	ιχθυέλαιο
Ερουκικό	22	1	13-εικοσιδυοενοϊκό	κραμβέλαιο
DHA	22	6	4,7,10,13,16,19-εικοσιδυεξαενοϊκό	ιχθυέλαιο



ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

	Κορεσμένα	Μονοακόρεστα	Πολυακόρεστα	Χολεστερόλη	Βιταμίνη E
	g/100g	g/100g	g/100g	mg/100g	mg/100g
Ζωικά λίπη					
Λαρδί	40.8	43.8	9.6	93	0.00
Βούτυρο	54.0	19.8	2.6	230	2.00
Φυτικά λίπη					
Κοκόλιπος	85.2	6.6	1.7	0	0.66
Φοινικέλαιο	45.3	41.6	8.3	0	33.12
Βαμβακέλαιο	25.5	21.3	48.1	0	42.77
Σιτέλαιο	18.8	15.9	60.7	0	136.65
Σογιέλαιο	14.5	23.2	56.5	0	16.29
Ελαιόλαδο	14.0	69.7	11.2	0	5.10
Αραβοσιτέλαιο	12.7	24.7	57.8	0	17.24
Ηλιανθέλαιο	11.9	20.2	63.0	0	49.0
Έλαιο ατρακτυλίδας	10.2	12.6	72.1	0	40.68
Κραμβέλαιο	5.3	64.3	24.8	0	22.21

Άσκηση 2α: Ανάλυση ελαιολάδου

Οι λιπαρές ύλες στα τρόφιμα:

- προσδίδουν οσμή & γεύση
- αίσθημα κορεσμού
- μέσο εναλλαγής θερμότητας
- ευχάριστη λήψη (π.χ. έλαια σαλάτας & dressings)
- υφή (π.χ. shortenings στα μπισκότα κλπ)
- παρασκευή ειδικών προϊόντων (π.χ. σοκολάτες, προϊόντα αρτοποιίας & ζαχαροπλαστικής)

Άσκηση 2α: Ανάλυση ελαιολάδου

Προσδιορισμός βαθμού οξύτητας

(δείκτης ποιότητας & νοθείας)

Άσκηση 2α: Ανάλυση ελαιολάδου

A. Προσδιορισμός βαθμού οξύτητας

- εξαρτάται από τρόπο παραλαβής & διατήρησης του ελαίου
- βοηθά στον προσδιορισμό αλλοίωσης & νοθείας

Μετράει Ελεύθερα λιπαρά οξέα (Free FA, FFA)

- υπάρχουν φυσιολογικά σε όλες τις λιπαρές ύλες
- το ποσοστό τους αποτελεί κριτήριο ποιότητας

!! λιπαρές ύλες με οξέα μικρού ΜΒ βάρους (π.χ. φοινικοπηρυνέλαιο, κοκόλιπος κ.α.) δημιουργούν προβλήματα π.χ. στο τηγάνισμα, λόγω εύκολης υδρόλυσης σε FFA με δυσάρεστη γεύση

Άσκηση 2α: Ανάλυση ελαιολάδου

A. Προσδιορισμός βαθμού οξύτητας

Ορισμοί βαθμού οξύτητας

1. κατά Reichert-Meissl

ml 0.1 N αλκαλίου που απαιτούνται για την εξουδετέρωση των **διαλυτών** στο νερό λιπαρών οξέων που αποστάζουν υπό ειδικές συνθήκες από **5 g** λιπαρής ύλης (κυρίως **C4-6**)

2. κατά Polenske

ml 0.1 N αλκαλίου που απαιτούνται για την εξουδετέρωση των **αδιάλυτων** στο νερό λιπαρών οξέων που αποστάζουν υπό ειδικές συνθήκες από **5 g** λιπαρής ύλης (κυρίως **C8-14**)

Άσκηση 2α: Ανάλυση ελαιολάδου

A. Προσδιορισμός βαθμού οξύτητας

3. κατά Kirshner

ml 0.1 N αλκαλίου που απαιτούνται για την εξουδετέρωση των **υδατοδιαλυτών πτητικών λιπαρών οξέων** που σχηματίζουν διαλυτά άλατα με Ag και αποστάζουν υπό ειδικές συνθήκες από **5 g** λιπαρής ύλης (βουτυρικό)

4. κατά Kottstorfer

ml 0.1 N αλκαλίου που απαιτούνται για την εξουδετέρωση των **ελεύθερων λιπαρών οξέων** σε **100 g** λιπαρής ύλης

5. κατά Burstyn

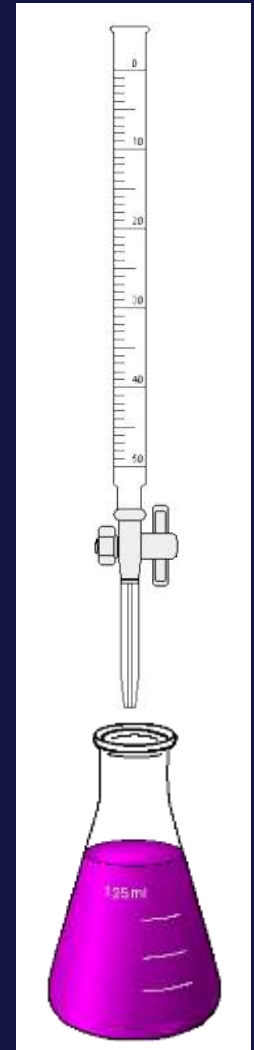
ml 0.1 N αλκαλίου που απαιτούνται για την εξουδετέρωση των **ελεύθερων λιπαρών οξέων** σε **100 ml** λιπαρής ύλης

Άσκηση 2α: Ανάλυση ελαιολάδου

Α. Προσδιορισμός βαθμού οξύτητας κατά Kottstorfer

Αρχή μεθόδου

- Διάλυση (8-10 g) λιπαρής ύλης σε 40 ml ισομερούς μίγματος αιθέρα - αλκοόλης (εξουδετερωμένο με 0.1 M NaOH)
- ογκομέτρηση με 0.1 M NaOH & δείκτη φαινολοφθαλεΐνη (1% αλκοολικό διάλυμα)



Άσκηση 2α: Ανάλυση ελαιολάδου

Α. Προσδιορισμός βαθμού οξύτητας κατά Kottstorfer

Αντιδραστήρια

1. μίγμα αιθέρα & αλκοόλης:

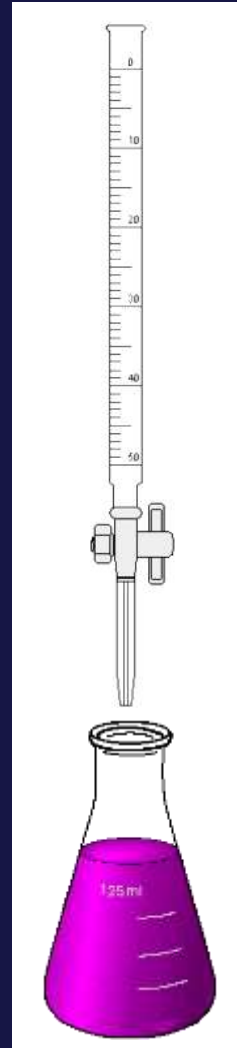
οργανικός διαλύτης κατάλληλος για την διάλυση τόσο της λιπαρής ύλης όσο και του υδατικού NaOH

2. NaOH 0.1 M

πρότυπο διάλυμα ογκομέτρησης

3. φαινολοφθαλεΐνη

δείκτης (1% αλκοολικό διάλυμα)

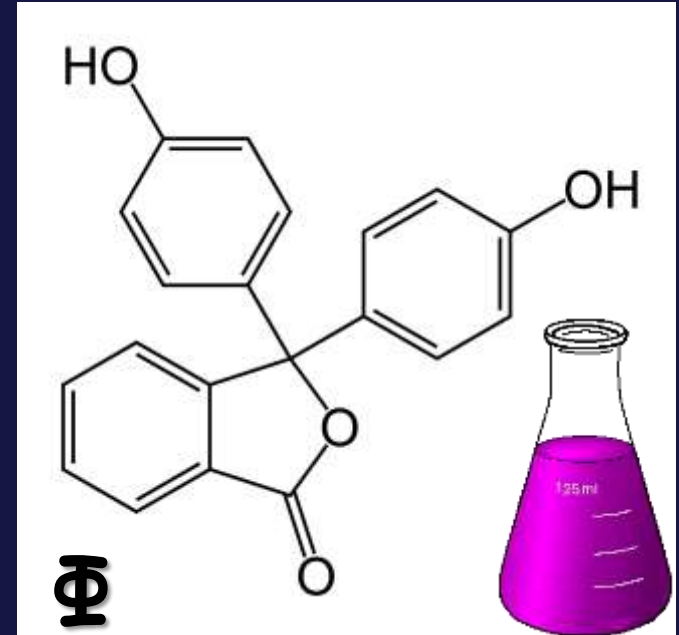


Άσκηση 2α: Ανάλυση ελαιολάδου



Φαινολοφθαλεΐνη

- οξεοβασικός δείκτης (pH)
- αδιάλυτη νερό
- διαλυτή στην αλκοόλη
- άχρωμη σε όξινο pH
- ροζ σε αλκαλικό pH



Σύνδεσμοι:

Παραγωγή δείκτη φαινολοφθαλεΐνης: https://youtu.be/hhe8bB13eWY?si=Bwmo_xcMQ60Pbslf

Τιτλοδότηση ο/β με φαινολοφθαλεΐνη: <https://www.youtube.com/watch?v=8UiuE7Xx5l8>

ΤΕΧΝΙΚΗ ΤΙΤΛΟΔΟΤΗΣΗΣ: [Setting up and Performing a Titration - YouTube](#)

Άσκηση 2β: Ανάλυση χυμού

- Τα τρόφιμα περιέχουν συνήθως μίγμα οργανικών οξέων, με ένα απ' αυτά ως επικρατέστερο, γι' αυτό και η οξύτητα εκφράζεται ως προς το επικρατέστερο οξύ.
- ✓ Του κρασιού σε **τρυγικό οξύ**, του γάλακτος σε **γαλακτικό οξύ**, του ξυδιού σε **οξικό οξύ**, του χυμού τομάτας και χυμών εσπεριδοειδών σε **κιτρικό οξύ**
- Η οξύτητα εκφράζεται σε **% κ.β.** (mg/100 ml)

Άσκηση 2β: Ανάλυση χυμού

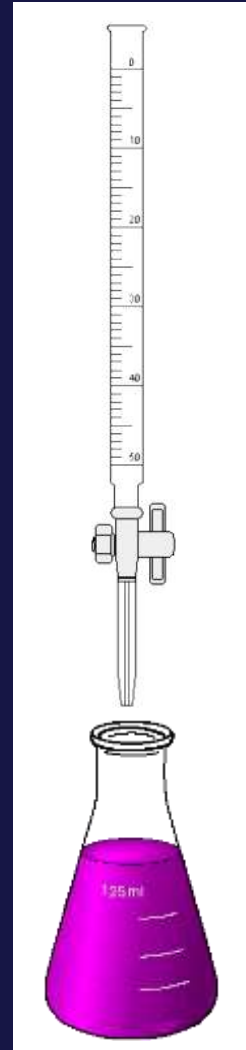
- Στο χυμό των πορτοκαλιών από τα περιεχόμενα οξέα το **10%** είναι **μηλικό οξύ**, ενώ το υπόλοιπο (περίπου **90%**) είναι κυρίως **κιτρικό οξύ** (περιεκτικότητα **0.5-1,3%**).
- Αύξηση της οξύτητας παρατηρείται όταν συμβεί ζύμωση των σακχάρων ή όταν ο χυμός προέρχεται από ανώριμα πορτοκάλια.
- Ο προσδιορισμός της **ολικής (τιτλοδοτούμενης) οξύτητας** του χυμού πορτοκαλιού γίνεται με ογκομέτρηση με **NaOH 0.1 M** και δείκτη **φαινολοφθαλείνη**

Άσκηση 2β: Ανάλυση χυμού

- 10 ml** χυμού πορτοκαλιού μετρημένα ακριβώς με σιφώνιο μεταφέρονται σε κωνική φιάλη των **250 ml**, προστίθενται **40-50 ml** νερό και **3-4** σταγόνες φαινολοφθαλείνης και ογκομετρούνται με **NaOH 0.1 M** μέχρι να εμφανιστεί ρόδινη χρώση.

Οξύτητα (%) =

$$\frac{V_{\text{NaOH}} (\text{ml}) \times C_{\text{NaOH}} (0.1 \text{ M}) \times 0,064 \times 100}{V_{\text{δείγματος}} (\text{ml χυμού})}$$



Άσκηση 2γ: Ανάλυση γάλακτος

- Με τον όρο γάλα εννοούμε το **γάλα αγελάδας** αλλιώς προστίθεται ο αντίστοιχος προσδιορισμός, πχ. Πρόβειο, Κατσικίσιο, Γίδινο γάλα, κλπ.
- Το γάλα αμέσως μετά το άρμεγμα έχει μικρή οξύτητα (**<0,002% σε γαλακτικό οξύ**).
- Η οξύτητα οφείλεται στις πρωτεΐνες (καζεΐνη, κ.α.), σε φωσφορικά & κιτρικά άλατα και στο CO_2 .
- Αύξηση της οξύτητας μετά το άρμεγμα οφείλεται σε **υδρόλυση της λακτόζης και ζύμωση** από γαλακτικά βακτήρια.

Άσκηση 2γ: Ανάλυση γάλακτος

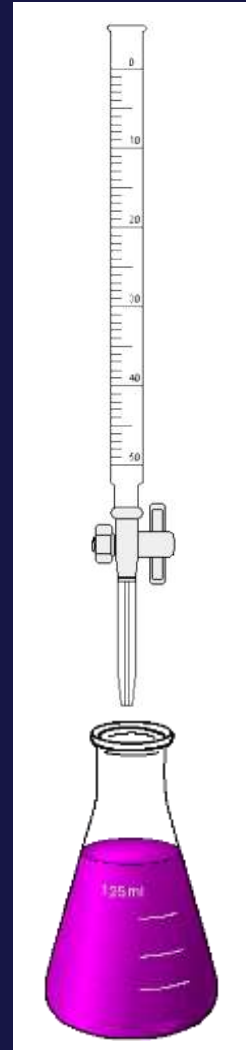
- Η κανονική οξύτητα του αγελαδινού γάλακτος είναι **0,14-0,16%** σε γαλακτικό οξύ και το pH του είναι **6,60-6,75** στους 25°C
- Περαιτέρω αύξηση της οξύτητας (κατά **0,4%**) οδηγεί σε **ξίνισμα** του γάλακτος
- Αύξηση κατά **0,6%** οδηγεί σε **πήξη** του γάλακτος σε κανονική θερμοκρασία
- Η οξύτητα του **γίδινου** είναι **0,14-0,23%** σε γαλακτικό οξύ
- Η οξύτητα του **πρόβειου** είναι **0,22-0,25%** σε γαλακτικό οξύ

Άσκηση 2γ: Ανάλυση γάλακτος

- **10 ml** γάλακτος μετρημένα με σιφώνιο μεταφέρονται σε κωνική φιάλη των **250 ml**, και προστίθενται **40-50 ml** νερό και **3-4** σταγόνες φαινολοφθαλείνης.
- Ογκομετρούνται με NaOH 0.1 M μέχρι να εμφανιστεί ρόδινη χρώση.

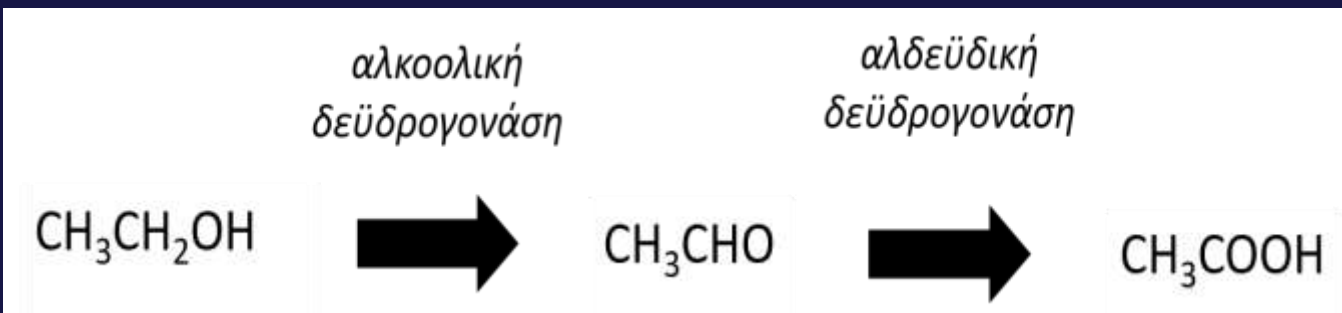
Οξύτητα (%) =

$$\frac{V_{\text{NaOH}} (\text{ml}) \times C_{\text{NaOH}} (0.1 \text{ M}) \times 0,090 \times 100}{V_{\text{δείγματος}} (\text{ml γάλακτος})}$$



Άσκηση 2δ: Ανάλυση ξυδιού

- Τα **οξικά βακτήρια** οξειδώνουν την αλκοόλη του κρασιού σε οξικό οξύ και η προχωρημένη οξείδωση της μετατρέπει το κρασί σε ξύδι.
- Η οξείδωση της αιθανόλης γίνεται με δύο ένζυμα που μαζί ονομάζονται **αλκοολοξειδάση** (αλκοολική δεϋδρογονάση & αλδεϋδική δεϋδρογονάση που δρουν σε συνδυασμό με το NAD).
- Αρχικά η αιθανόλη οξειδώνεται προς ακεταλδεϋδη και στη συνέχεια η ακεταλδεϋδη οξειδώνεται προς οξικό οξύ:

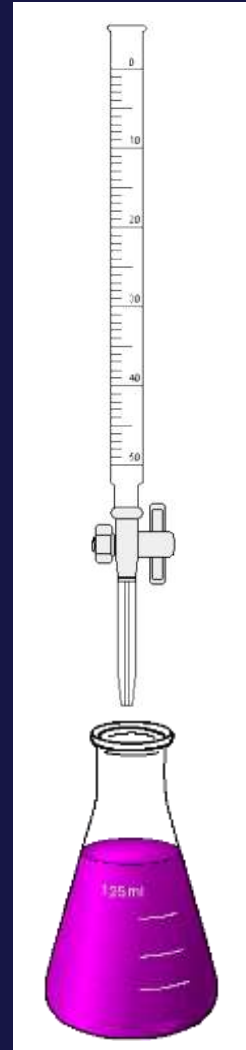


Άσκηση 2δ: Ανάλυση ξυδιού

- **10 ml** ξυδιού μετρημένα με σιφώνιο μεταφέρονται σε κωνική φιάλη των **250 ml**, και προστίθενται **40-50 ml** νερό και **3-4** σταγόνες φαινολοφθαλείνης.
- Ογκομετρούνται με NaOH 0.1 M μέχρι να εμφανιστεί ρόδινη χρώση.

Οξύτητα (%) =

$$\frac{V_{\text{NaOH}} (\text{ml}) \times C_{\text{NaOH}} (0.1 \text{ M}) \times 0,060 \times 100}{V_{\text{δείγματος}} (\text{ml} \text{ ξυδιού})}$$



Άσκηση 3.

Καταβύθιση καζεΐνης γάλακτος

Κάθε ομάδα να φέρει 120 mL γάλα
παστεριωμένο και
ομογενοποιημένο σε χαμηλή
θερμοκρασία

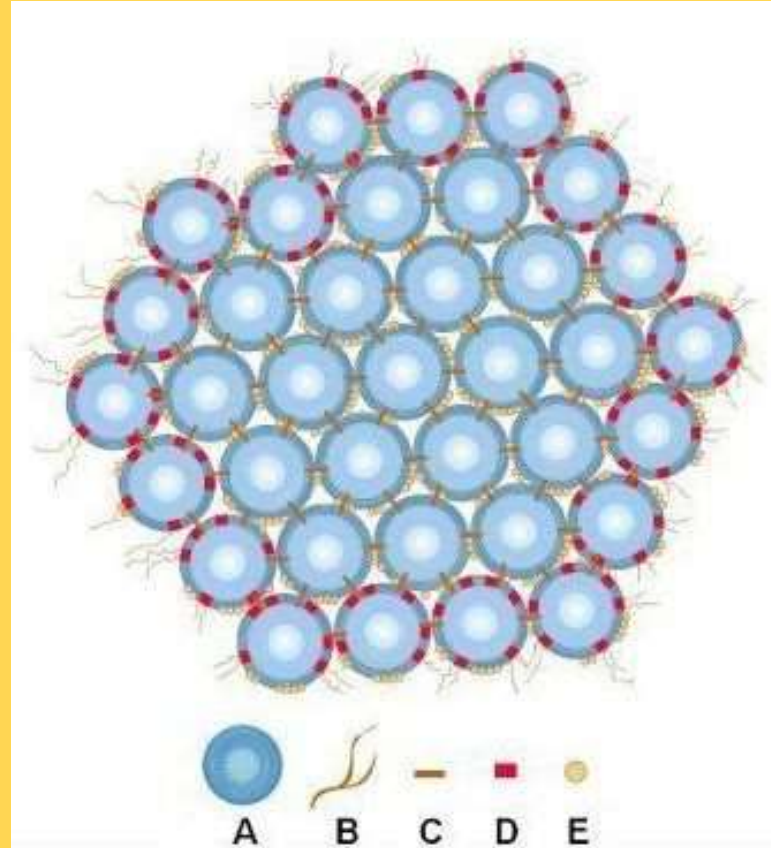
Θεωρία

- Περιεκτικότητα γάλακτος αγελάδας σε πρωτεΐνη: 3-4%
- Πρωτεΐνες του γάλακτος
 - ✓ Καζεΐνη
 - ✓ Πρωτεΐνες του ορού
(γαλακτογλοβουλίνες & γαλακταλβουμίνες)

Θεωρία

- Οι πρωτεΐνες που ονομάζονται **καζεΐνες** αποτελούν περίπου το **80%** των πρωτεϊνών του γάλακτος.
- Οι καζεΐνες είναι θεμελιώδεις στο γάλα: επιτρέπουν να διατηρηθεί το **Ca** σε εναιώρημα (διαφορετικά απλώς θα καταβυθιζόταν) και αποτελούν βασικό στοιχείο στην **τυροκομία**
- Υπάρχουν διάφορα είδη καζεϊνών: **$\alpha S1$, $\alpha S2$, β** και **κ** , με διαφορετικούς ρόλους στην τυροκομία:

ΜΙΚΚΥΛΙΟ ΚΑΖΕΪΝΗΣ

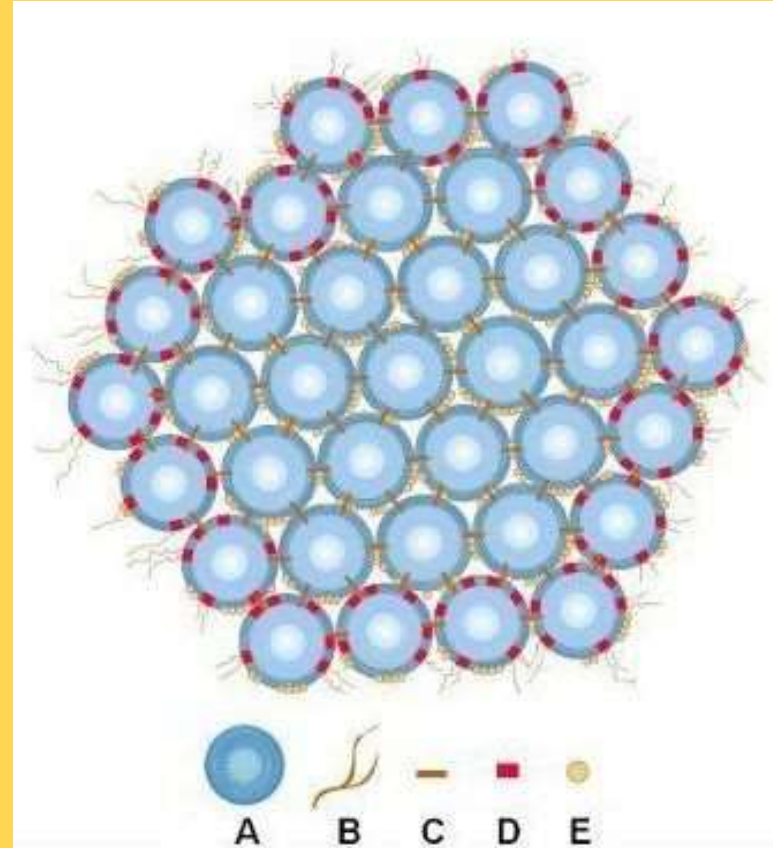


- A. Υπομικκύλιο
- B. Καζεϊνικό μακροπεπτίδιο (CMP; casein macropeptide)
- C. Φωσφορικό Ca
- D. κ-Καζεΐνη
- E. Φωσφορική ομάδα

Θεωρία

- Έχουν διαφορετική «έλξη» για το νερό και το Ca.
- Μέσω μηχανισμού έλξης/απώθησης, συσσωματώνονται σε μικρές ετερογενείς κουκίδες, που ονομάζονται **υπομικκύλια**.
- Τα υπομικκύλια συγκεντρώνονται σε μεγαλύτερες μονάδες των 10-100, που ονομάζονται **μικκύλια**.
- Ορισμένα υπομικκύλια περιέχουν περισσότερη ή λιγότερη α- ή κ-καζεΐνη
- Τα τελευταία είναι λιγότερο υδρόφοβικά και διατηρούνται στις άκρες, και τα άλλα στη μέση.
- Το Ca και ο P αλληλεπιδρούν επίσης με τα υπομικκύλια και βοηθούν στη διατήρησή τους μαζί.

ΜΙΚΚΥΛΙΟ ΚΑΖΕΪΝΗΣ

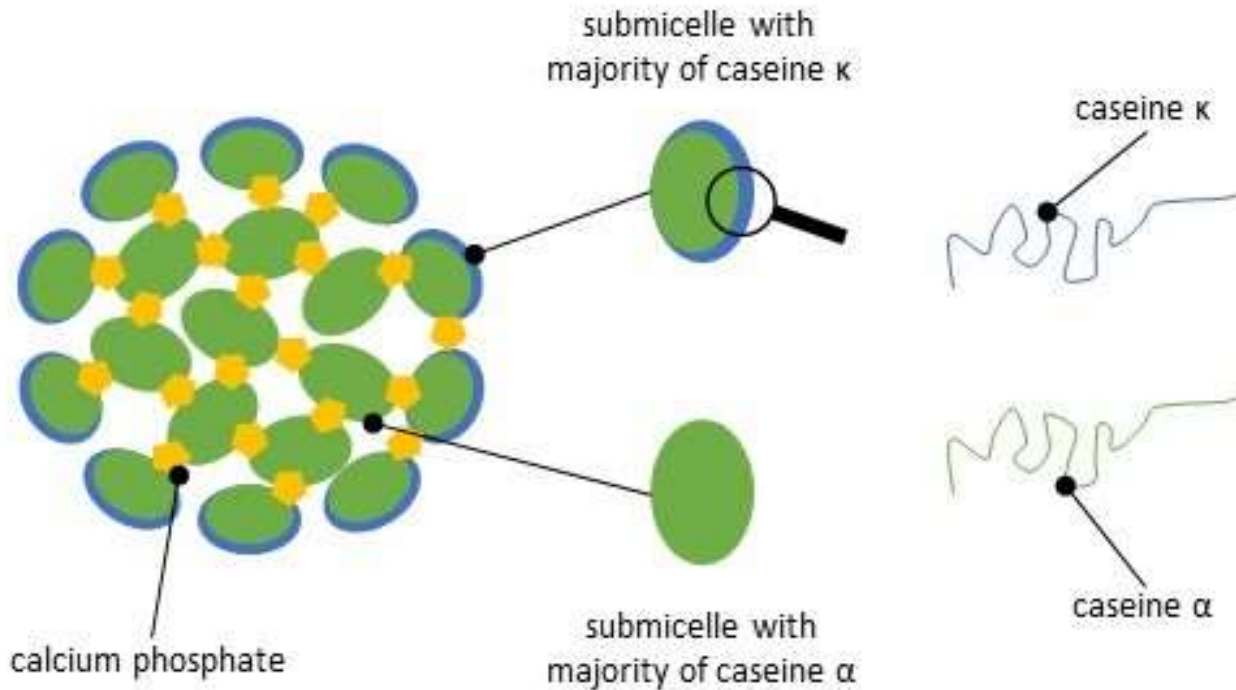


- A. Υπομικκύλιο
- B. Καζεϊνικό μακροπεπτίδιο (CMP; casein macropolymers)
- C. Φωσφορικό Ca
- D. κ-Καζεΐνη
- E. Φωσφορική ομάδα

Θεωρία

- Η καταβύθιση της καζεΐνης (τυροκόμηση) επιτυγχάνεται με δύο τρόπους:
 - ✓ προσθήκη οξέος, οπότε λαμβάνεται **απομεταλλοποιημένο πήγμα καζεΐνης**
 - ✓ προσθήκη ενζύμου ρεννίνης (πυτιά), οπότε λαμβάνεται **παρακαζεΐνικό ασβέστιο** (μετουσίωση και θρόμβωση)

Micelle structure



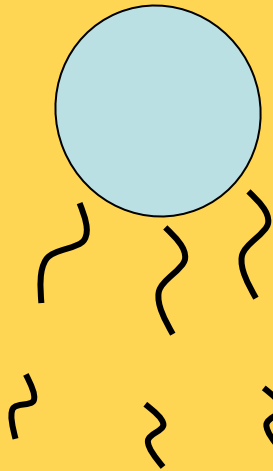
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ



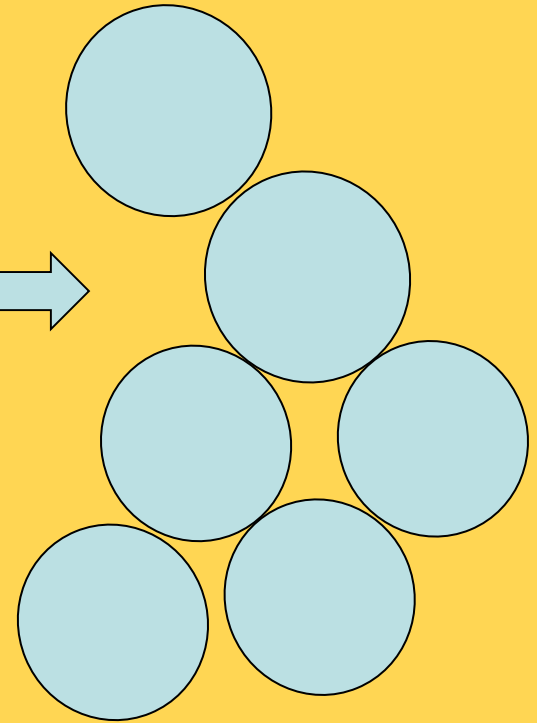
Υδρόλυση
(T, pH, ρεννίνη)



Υπομικκύλιο
καζεΐνης



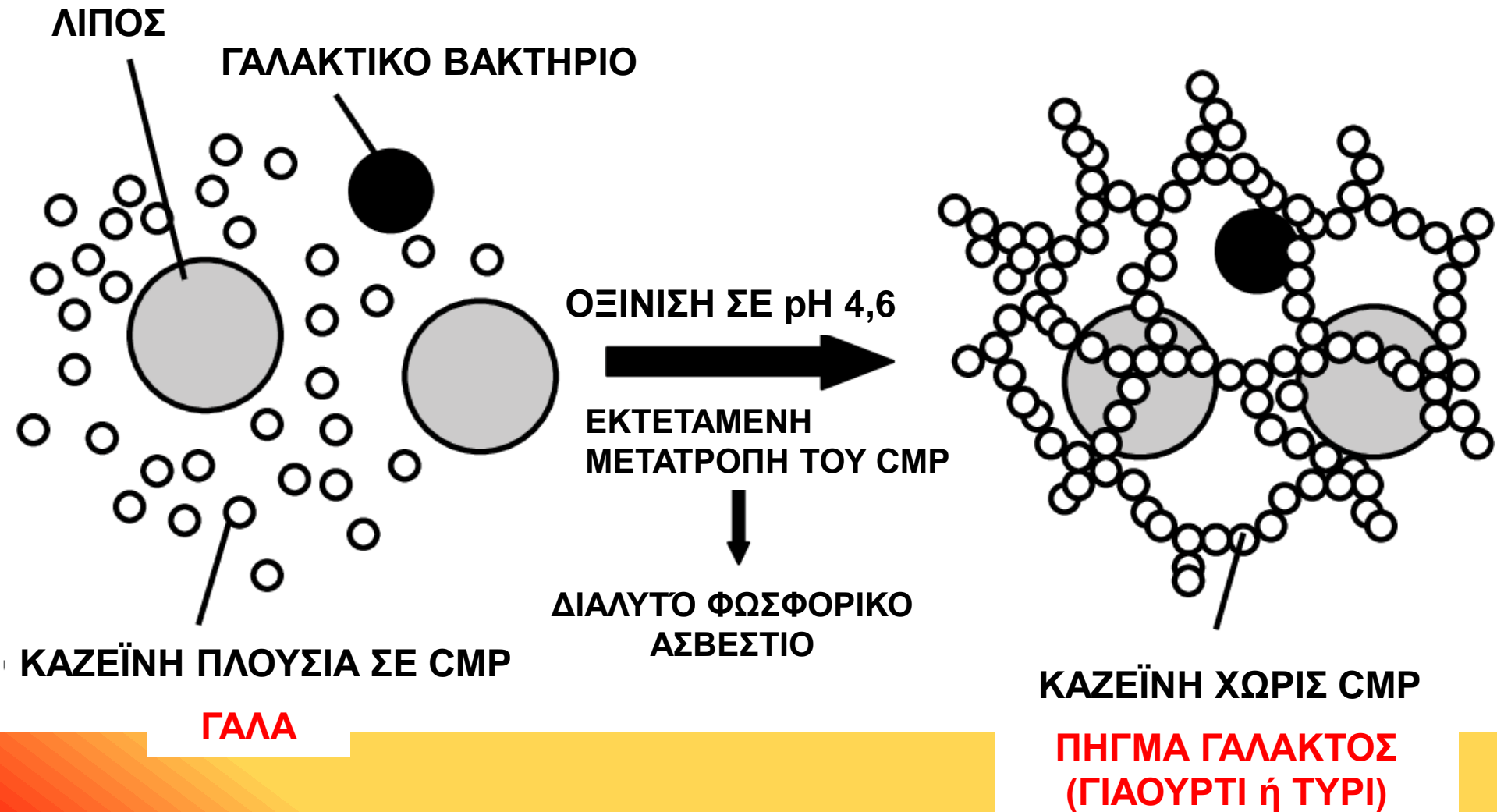
παρα-κ-καζεΐνη +
CMP



Πήγμα
Καζεΐνης

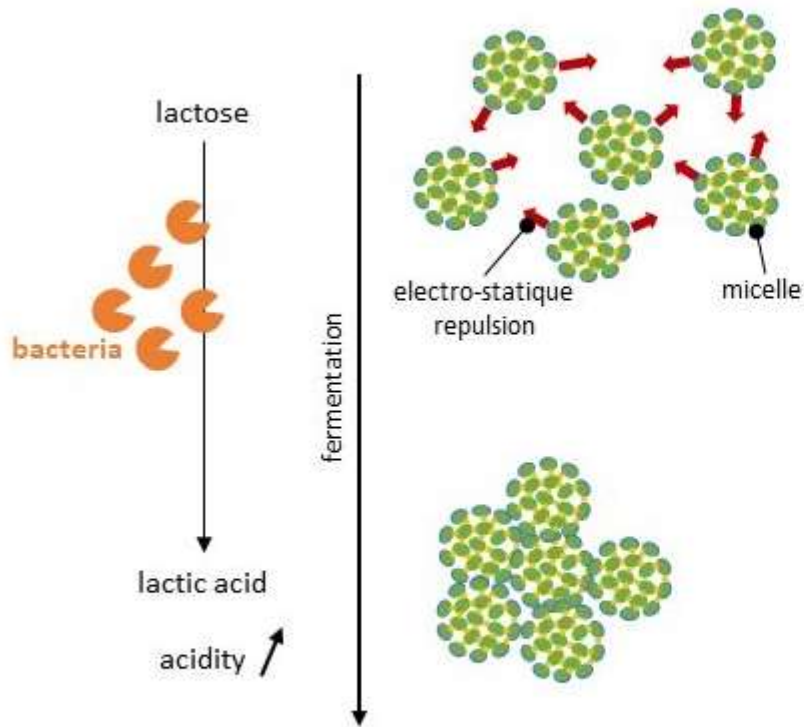
Σταθερή διαλυτή
καζεΐνη γιατί οι
μονάδες κ-καζεΐνης
δεν επιτρέπουν την
επαφή των μικκυλίων
της καζεΐνης

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

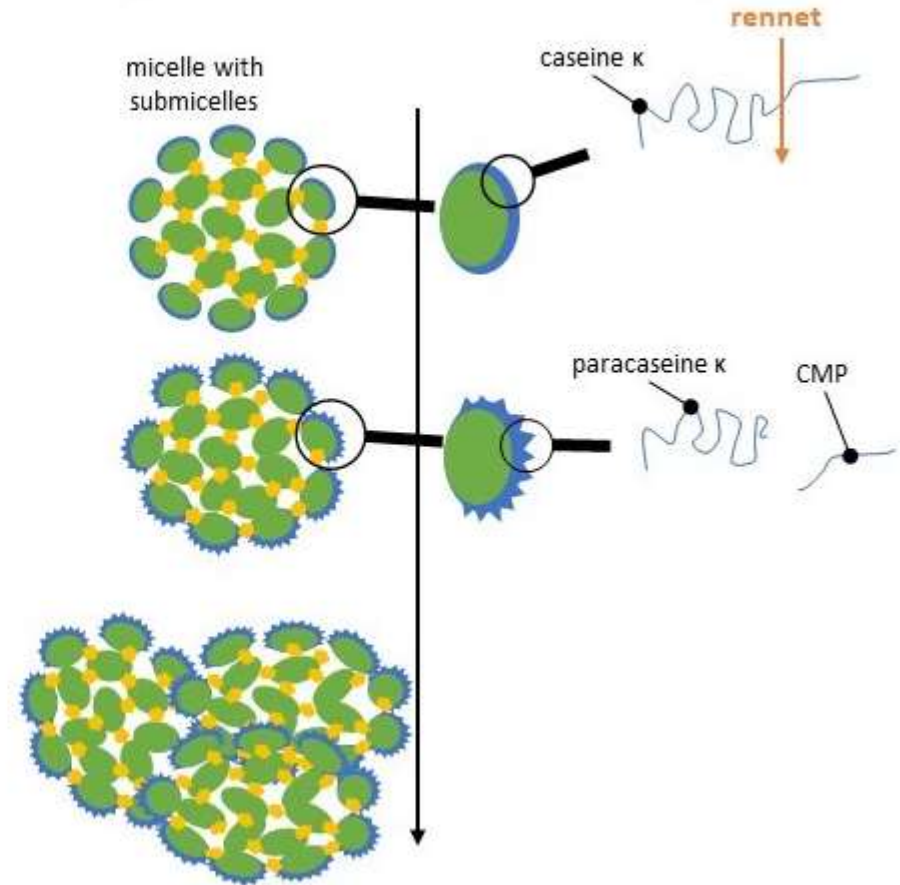


ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

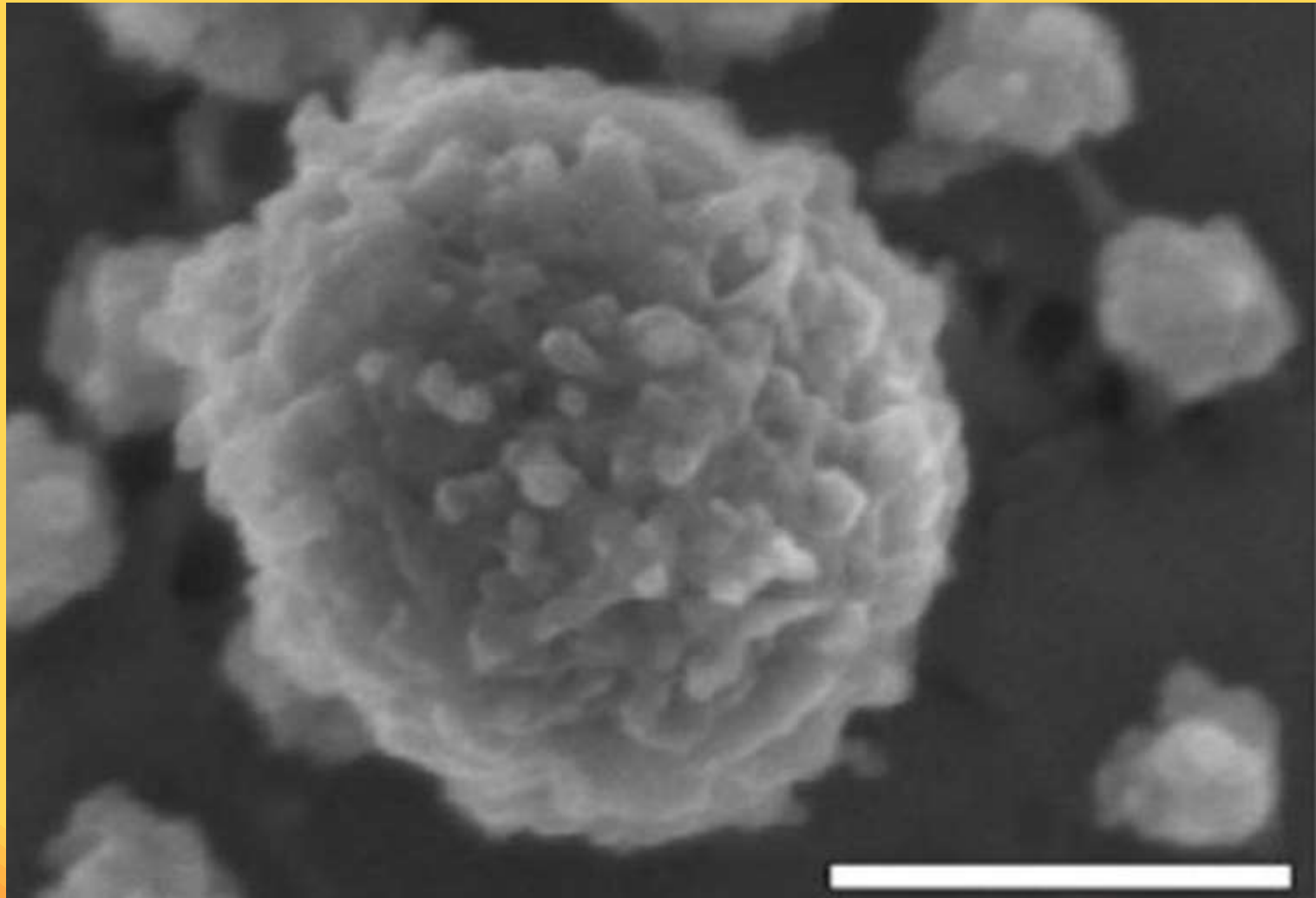
Acid coagulation



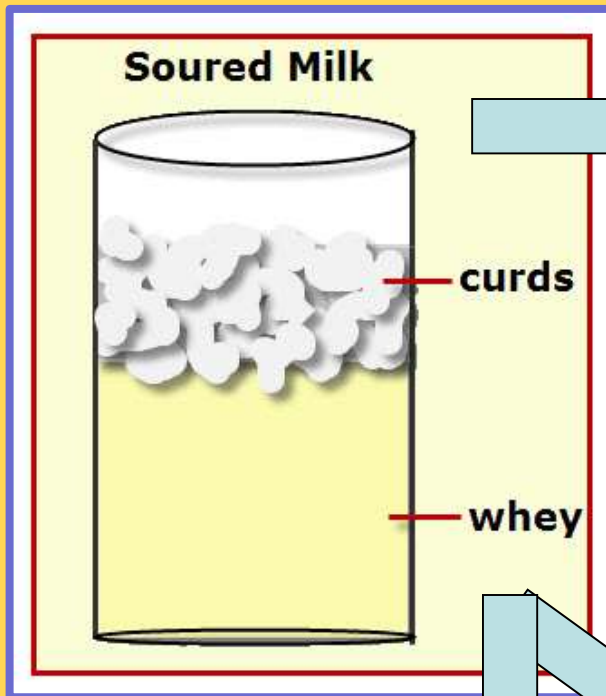
Enzymatic coagulation



ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ



ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ



2) Πειραματικό μέρος

- Σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml αναμίξτε 100 ml γάλα και 100 ml νερό με γυάλινη ράβδο.
- Ρυθμίστε τη θερμοκρασία στους 20°C και μετρήστε το pH
- Προσθέστε από προχοίδα στάγδην διάλυμα HCl 0.1 M, αναδεύετε με γυάλινη ράβδο και μετράτε το pH έως τιμή 4.6.

2) Πειραματικό μέρος

- Αφήστε το διάλυμα σε ηρεμία. Παρατηρήστε την καταβύθιση της καζεΐνης.
- Μεταγγίστε με προσοχή 100 ml υγρού με θρομβωμένη καζεΐνη σε ποτήρι ζέσεως των 250 mL και προσθέτετε στάγδην NaOH 0.1 M από προχοΐδα αναδεύοντας και μετρώντας το pH.
- Παρακολουθήστε τη συμπεριφορά της θρομβωμένης καζεΐνης.

Σύνδεσμοι:

Παραγωγή τυριού (Cheese - A Molecular View):

<https://www.sciencelearn.org.nz/videos/701-cheese-a-molecular-view>

The Science of Cheese:

<https://www.youtube.com/watch?v=g2N1eZPOcCk>

Άσκηση 4.

**A. Προσδιορισμός σακχάρων
σε γλεύκη και μελάσσα**

**B. Προσδιορισμός αλκοόλης
σε οίνο και αποστάγματα**

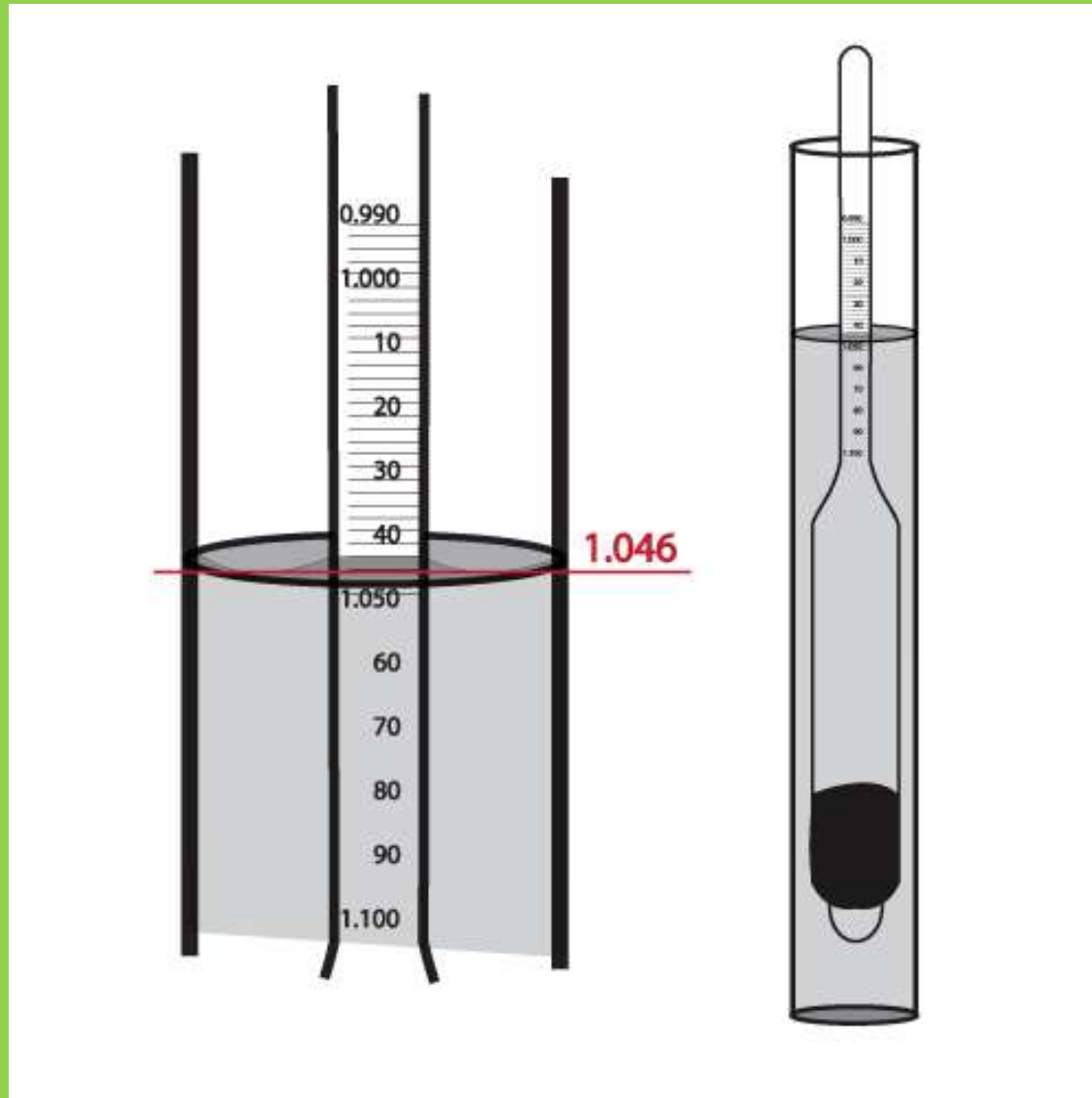
Α. Προσδιορισμός σακχάρων με μέτρηση ειδικής πυκνότητας

- Χρήση αραιόμετρου Baumé για μέτρηση της πυκνότητας υγρών για ελαφρύτερα και βαρύτερα του νερού υγρά.
- Για τα βαρύτερα του νερού υγρά, τα αραιόμετρα έχει κανονιστεί να δείχνουν:
 - ✓ 0° σε καθαρό νερό (15°C), και 66° σε π. H₂SO₄ με ειδικό βάρος 1,84 g/cm³.
 - ✓ Το διάστημα 0-66 διαιρείται σε 66 ίσα μέρη. Ο βαθμός °Be είναι το 1/66 του διαστήματος αυτού.

Άσκηση 4.

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

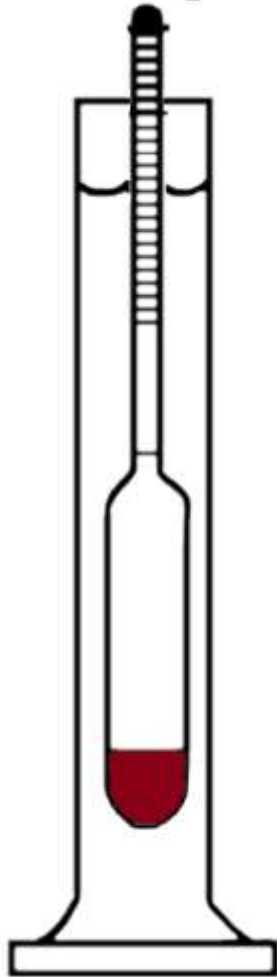
Α. Προσδιορισμός σακχάρων με μέτρηση ειδικής πυκνότητας



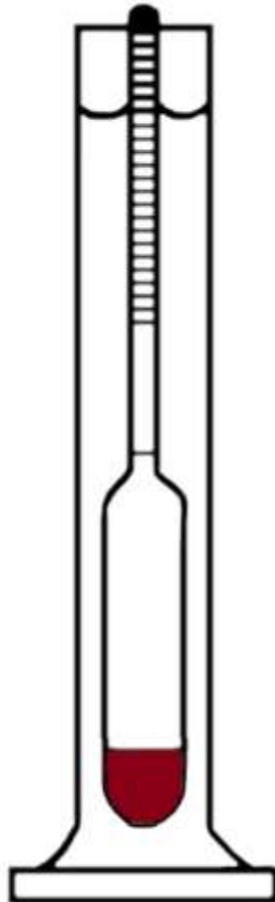
Άσκηση 4.

Α. Προσδιορισμός σακχάρων με μέτρηση ειδικής πυκνότητας

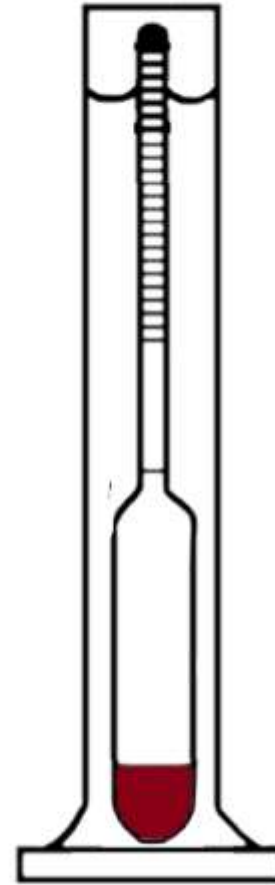
How Temperature Affects Hydrometer Readings



@ 5 C



@ 20 C

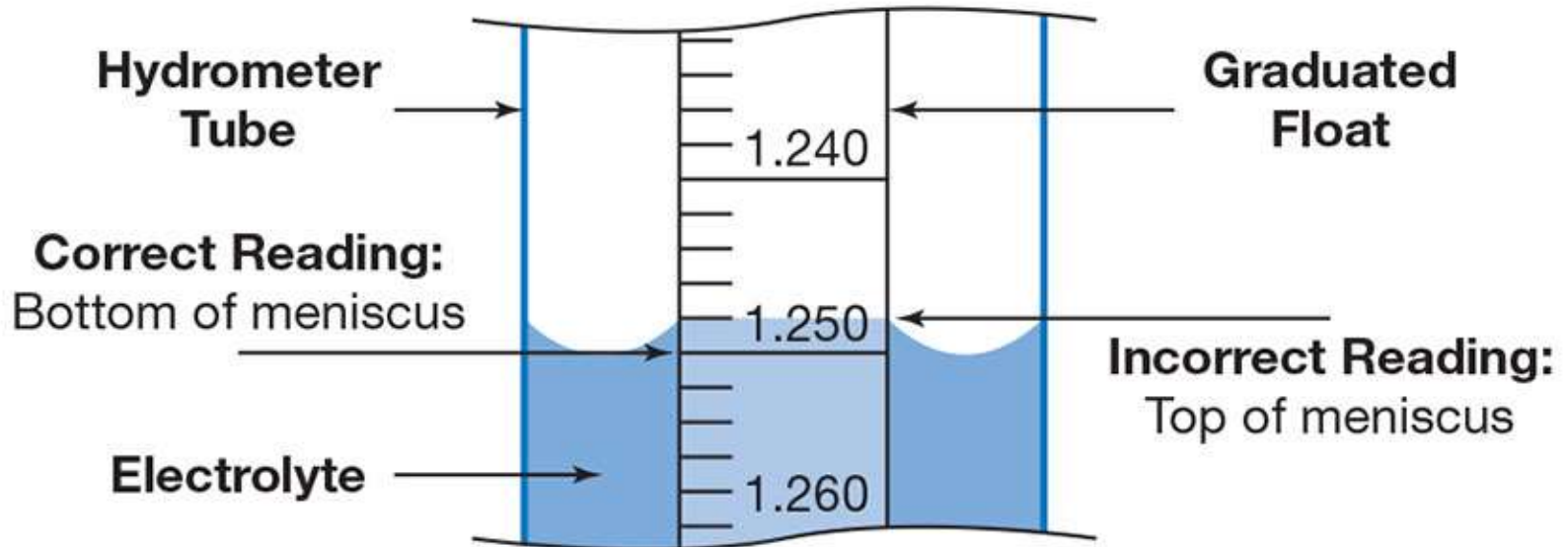


@ 35 C

Άσκηση 4.

Α. Προσδιορισμός σακχάρων με μέτρηση ειδικής πυκνότητας

Reading a Hydrometer





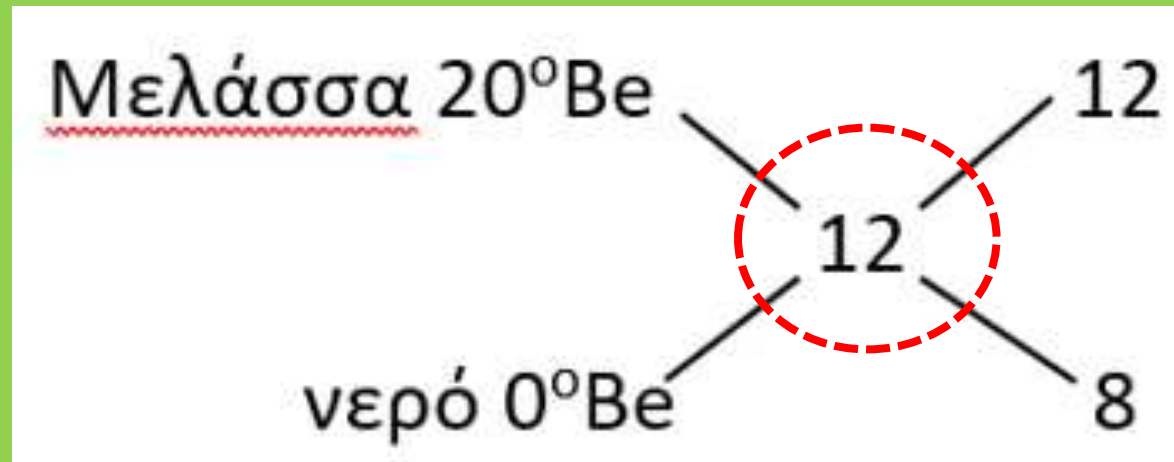
- **Μελάσσα** είναι το μητρικό πυκνόρευστο, σκουρόχρωμο σιρόπι, που λαμβάνεται μετά από μια σειρά κρυσταλλώσεων για την παραλαβή ζάχαρης στα ζαχαουργεία.
- Η σύστασή της εξαρτάται από την πρώτη ύλη (ζαχαρότευτλα ή ζαχαροκάλαμα), και από την παραγωγική διαδικασία. Γενικά περιέχει:
 - **80%** ξηρά συστατικά (**50% ζάχαρη**, 30% άλλα ξηρά συστατικά)
 - **20%** νερό

Άσκηση 4.

Α. Προσδιορισμός σακχάρων με μέτρηση ειδικής πυκνότητας

- Χρησιμοποιώντας πυκνή μελάσσα κάνετε υπολογισμούς για τη λήψη διάφορων πυκνοτήτων αραιωμένης μελάσσας σε βαθμούς Baumé. Παράδειγμα αραιώσης:

- Για να αραιώσουμε μελάσσα αρχικής πυκν. **20°Be** σε τελική τιμή πυκν. **12°Be** πρέπει να αναμείξουμε **8 μέρη** νερού και **12 μέρη** μελάσσας αρχικής πυκν. 20°Be.



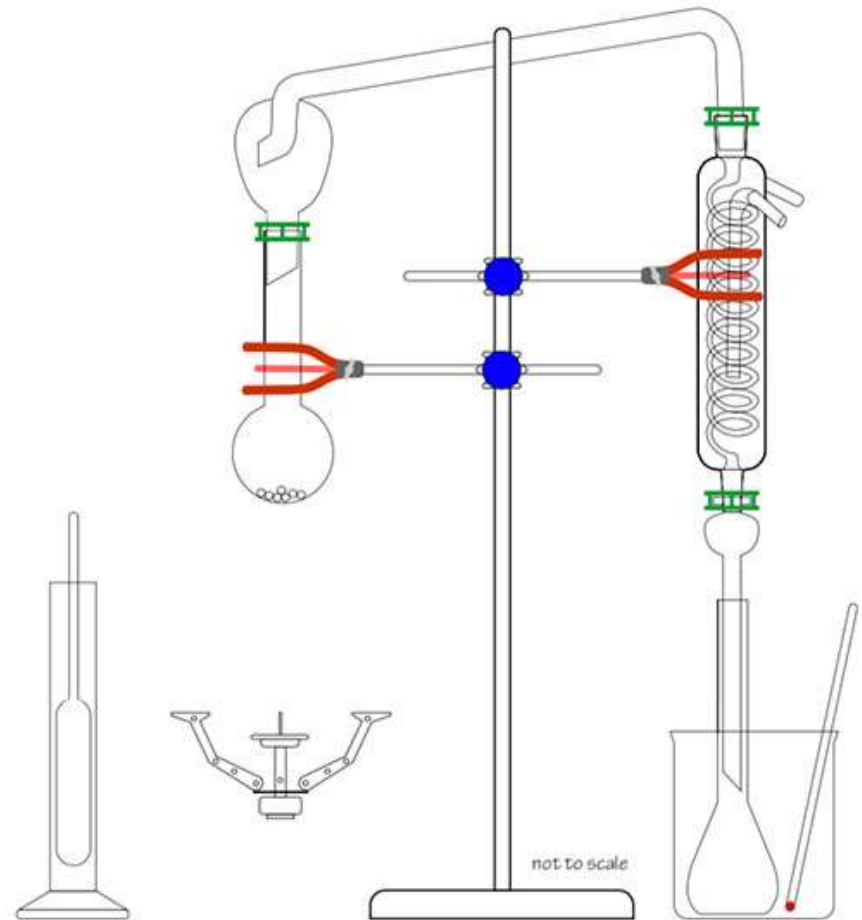
Β. Προσδιορισμός αλκοόλης με απόσταξη

- Δίνει ασφαλή αποτελέσματα και πρέπει να εκτελείται για ακριβείς προσδιορισμούς.
- Βασίζεται στην απόσταξη της αλκοόλης ορισμένου όγκου γλεύκους εν ζυμώσει ή οίνου και στη συνέχεια το απόσταγμα συμπληρώνεται με απ. νερό στον αρχικό όγκο του δείγματος
- Μετράται στο απόσταγμα η ειδική πυκνότητα με ειδικά αραιόμετρα (αλκοολόμετρα Gay Lussac) που δίνουν απ' ευθείας την περιεκτικότητα %κ.ο. σε αλκοόλη.

Άσκηση 4.

Β. Προσδιορισμός αλκοόλης με απόσταξη

- Τα πτητικά οξέα (κυρίως οξικό οξύ στον οίνο) συναποσταζόμενα επιφέρουν αύξηση του ειδ. βάρους
- Αν το ποσό τους είναι άνω του 1,2 g/L (ως οξικό οξύ), πρέπει το υγρό πριν την απόσταξη να εξουδετερωθεί με αλάλι



B. Προσδιορισμός αλκοόλης με απόσταξη

- Υποβάλλονται σε απόσταξη **200 ml** γλεύκους ή οίνου μετρούμενα σε ογκομετρική φιάλη στη θερμοκρασία των 15°C και μεταφέρονται στην σφαιρική φιάλη απόσταξης.
- Για αποφυγή αφρισμού από πρωτεΐνες του οίνου προστίθεται ελάχιστο ποσό **ταννίνης** (όχι όμως αν το υπόλειμμα της αποστάξεως χρησιμοποιηθεί για τον προσδιορισμό του στερεού υπολείμματος του οίνου).

Β. Προσδιορισμός αλκοόλης με απόσταξη

- Ο **ψυκτήρας** πρέπει να ψύχεται καλά και να είναι κατά προτίμηση κατακόρυφος.
- Ως **υποδοχέας** χρησιμοποιείται η ίδια η ογκομετρική φιάλη με την οποία μετρήθηκε το προς απόσταξη υγρό.
- Η απόσταξη συνεχίζεται μέχρις ότου αποσταχθούν τα **2/3** τουλάχιστον του αρχικού υγρού.

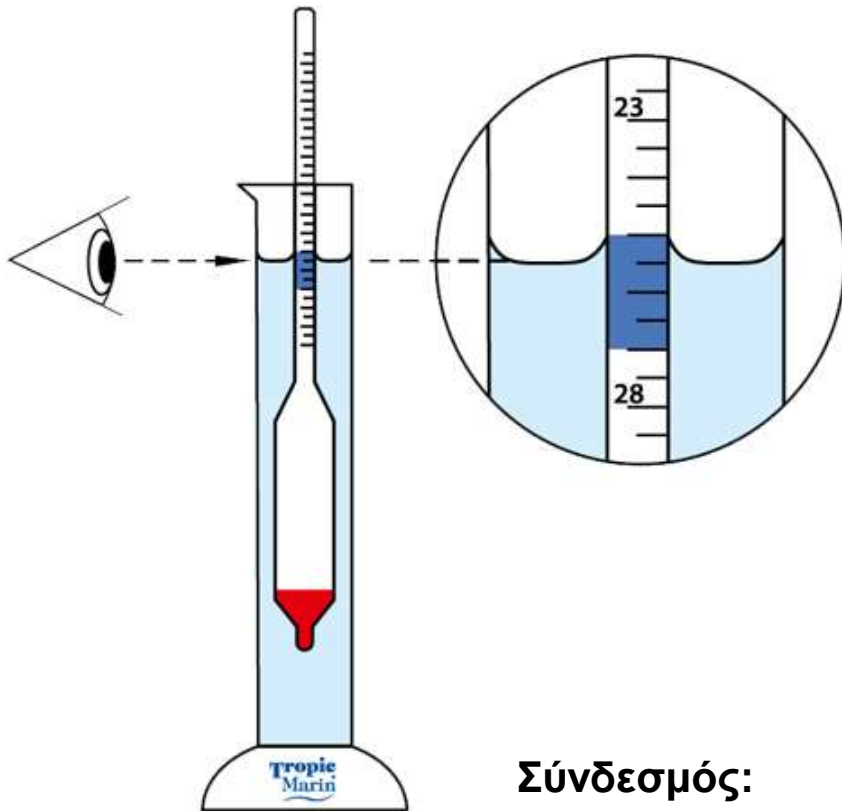
Β. Προσδιορισμός αλκοόλης με απόσταξη

- Συμπληρώνεται η ογκομετρική φιάλη με απεσταγμένο νερό, ανακινείται καλά και προσδιορίζεται ο αλκοολικός βαθμός με το αλκοολόμετρο.
- Η ανάγνωση του αλκοολόμετρου γίνεται στην κάτω γραμμή του μηνίσκου.
- Παράλληλα γίνεται και μέτρηση της θερμοκρασίας και διόρθωση του αλκοολικού βαθμού με τη βοήθεια πινάκων.

Άσκηση 4.

Β. Προσδιορισμός αλκοόλης με απόσταξη

- Η ανάγνωση του αλκοολόμετρου γίνεται στην κάτω γραμμή του μηνίσκου. Παράλληλα γίνεται και μέτρηση θερμοκρασίας.



Σύνδεσμος:

<https://www.youtube.com/watch?v=VouYRKecnxc>

Άσκηση 4.

Correction Table for an Alcoholometer Calibrated at 20°C

page 1 of 4 - Correction table for an alcoholometer calibrated at 20°C (under column corresponding to mixture temperature, find measured value of ethanol concentration in %abv and read the actual concentration in the left column of the same row)

Μετρούμενοι °C →

Actual C (%abv) T (°C)	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	
0																					0.0	0.2	0.3	0.5	0.7	0.8	
1																		0.5	0.6	0.7	0.9	1.0	1.2	1.4	1.5	1.7	1.9
2	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.8	0.8	0.8	0.9	1.0	1.1	1.2	1.3	1.4	1.5	1.6	1.7	1.9	2.0	2.2	2.4	2.5	2.7	2.9	
3	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6	1.7	1.7	1.8	1.8	1.9	2.0	2.1	2.2	2.3	2.5	2.6	2.7	2.9	3.0	3.2	3.4	3.6	3.8	3.9	
4	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.6	2.6	2.7	2.8	2.9	3.0	3.1	3.2	3.3	3.5	3.6	3.7	3.9	4.0	4.2	4.4	4.6	4.8	5.0	5.0	
5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.4	3.5	3.6	3.6	3.7	3.7	3.9	4.0	4.1	4.2	4.3	4.5	4.6	4.7	4.9	5.0	5.2	5.4	5.6	5.8	6.0	
6	4.4	4.4	4.4	4.4	4.4	4.4	4.4	4.5	4.6	4.6	4.7	4.8	5.0	5.1	5.2	5.3	5.5	5.6	5.7	5.9	6.0	6.2	6.4	6.6	6.8	7.0	
7	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.3	5.3	5.4	5.5	5.5	5.6	5.8	5.9	6.0	6.2	6.3	6.4	6.6	6.7	6.9	7.0	7.2	7.4	7.6	7.8	8.0	
8	6.1	6.1	6.1	6.1	6.1	6.1	6.2	6.3	6.4	6.4	6.5	6.7	6.9	7.1	7.2	7.4	7.5	7.7	7.8	8.0	8.2	8.4	8.6	8.9	9.1	9.1	
9	6.9	6.9	6.9	6.9	6.9	6.9	7.0	7.1	7.2	7.3	7.4	7.6	7.9	8.0	8.1	8.3	8.5	8.7	8.8	9.0	9.2	9.5	9.7	9.9	10.1	10.2	
10	7.7	7.7	7.7	7.7	7.8	7.8	7.9	8.0	8.1	8.2	8.3	8.5	8.8	8.9	9.1	9.2	9.4	9.6	9.8	10.0	10.2	10.5	10.7	10.9	11.1	11.2	
11	8.5	8.5	8.6	8.6	8.6	8.6	8.8	8.9	9.0	9.1	9.2	9.4	9.7	9.8	10.0	10.2	10.4	10.6	10.8	11.0	11.2	11.5	11.7	12.0	12.2	12.3	
12	9.3	9.4	9.4	9.4	9.5	9.5	9.6	9.7	9.9	10.0	10.1	10.3	10.5	10.6	10.8	10.9	11.1	11.3	11.6	11.8	12.0	12.3	12.5	12.8	13.0	13.1	
13	10.1	10.2	10.2	10.2	10.3	10.3	10.5	10.6	10.8	10.9	11.0	11.2	11.4	11.5	11.7	11.8	12.1	12.3	12.5	12.8	13.0	13.3	13.5	13.8	14.0	14.1	
14	10.9	10.9	11.0	11.1	11.1	11.2	11.5	11.6	11.8	11.9	12.1	12.3	12.4	12.6	12.8	13.0	13.3	13.5	13.8	14.0	14.3	14.6	14.8	15.1	15.4	15.4	
15	11.6	11.7	11.8	11.9	11.9	12.0	12.2	12.3	12.5	12.7	12.8	13.0	13.2	13.4	13.6	13.7	14.0	14.2	14.5	14.7	15.0	15.3	15.6	15.9	16.2	16.5	
16	12.4	12.5	12.6	12.7	12.8	12.9	13.0	13.2	13.4	13.5	13.7	13.9	14.1	14.3	14.5	14.6	14.8	15.0	15.2	15.4	15.6	15.9	16.2	16.5	16.7	17.0	
17	13.2	13.3	13.4	13.5	13.6	13.7	13.9	14.1	14.3	14.4	14.6	14.8	15.0	15.2	15.4	15.6	15.9	16.2	16.5	16.7	17.0	17.3	17.6	18.0	18.3	18.6	
18	13.9	14.1	14.2	14.3	14.4	14.6	14.8	14.9	15.1	15.3	15.5	15.7	15.9	16.1	16.4	16.6	16.9	17.2	17.4	17.7	18.0	18.3	18.7	19.0	19.3	19.7	
19	14.7	14.8	15.0	15.1	15.3	15.4	15.6	15.8	16.0	16.2	16.4	16.6	16.8	17.1	17.3	17.5	17.8	18.1	18.4	18.7	19.0	19.3	19.7	20.0	20.4	20.7	
20	15.4	15.5	15.7	15.9	16.0	16.2	16.4	16.6	16.8	17.0	17.3	17.5	17.7	18.0	18.2	18.5	18.8	19.1	19.4	19.7	20.0	20.3	20.7	21.0	21.4	21.7	
21	16.1	16.2	16.4	16.6	16.8	17.0	17.2	17.4	17.7	17.9	18.1	18.4	18.6	18.9	19.1	19.4	19.7	20.0	20.4	20.7	21.0	21.4	21.7	22.1	22.4	22.8	
22	16.7	17.0	17.2	17.4	17.6	17.8	18.0	18.3	18.5	18.8	19.0	19.3	19.5	19.8	20.1	20.3	20.7	21.0	21.3	21.7	22.0	22.4	22.7	23.1	23.4	23.8	
23	17.4	17.7	17.9	18.1	18.3	18.6	18.8	19.1	19.4	19.6	19.9	20.2	20.4	20.7	21.0	21.3	21.6	22.0	22.3	22.7	23.0	23.4	23.7	24.1	24.5	24.8	
24	18.2	18.4	18.6	18.9	19.1	19.4															24.0	24.4	24.7	25.1	25.5	25.8	
25	18.9	19.1	19.4	19.7	19.9	20.2															24.0	25.4	25.8	26.1	26.5	26.9	
26	19.6	19.9	20.2	20.4	20.7	21.0															24.0	26.4	26.8	27.2	27.6	28.0	
27	20.3	20.6	20.9	21.2	21.5	21.8															24.0	27.4	27.8	28.2	28.6	29.1	
28	21.1	21.4	21.7	22.0	22.4	22.7															24.0	28.4	28.9	29.3	29.7	30.1	
29	21.8	22.2	22.5	22.9	23.2	23.5															24.0	29.4	29.9	30.3	30.8	31.2	
30	22.6	23.0	23.3	23.7	24.0	24.4	24.7	25.1	25.4	25.7	26.1	26.5	26.9	27.3	27.7	28.1	28.5	28.9	29.2	29.6	30.0	30.5	30.9	31.4	31.8	32.3	
31	23.4	23.7	24.1	24.5	24.8	25.2	25.6	25.9	26.3	26.6	27.0	27.4	27.8	28.2	28.6	29.0	29.4	29.8	30.2	30.6	31.0	31.5	31.9	32.4	32.8	33.3	
32	24.1	24.5	24.9	25.3	25.6	26.0	26.4	26.8	27.1	27.5	27.9	28.3	28.7	29.2	29.6	30.0	30.4	30.8	31.2	31.6	32.0	32.5	32.9	33.4	33.8	34.3	
33	24.9	25.3	25.7	26.1	26.5	26.9	27.2	27.6	28.0	28.4	28.8	29.2	29.7	30.1	30.5	31.0	31.4	31.8	32.2	32.6	33.0	33.5	33.9	34.4	34.8	35.3	
34	25.7	26.1	26.5	26.9	27.3	27.7	28.1	28.5	28.9	29.3	29.7	30.2	30.6	31.0	31.5	31.9	32.3	32.8	33.2	33.6	34.0	34.5	34.9	35.4	35.8	36.3	
35	26.5	26.9	27.3	27.7	28.1	28.5	29.0	29.4	29.8	30.2	30.6	31.1	31.5	32.0	32.4	32.9	33.3	33.7	34.2	34.6	35.0	35.5	35.9	36.4	36.8	37.3	
36	27.3	27.7	28.1	28.6	29.0	29.4	29.8	30.3	30.7	31.1	31.6	32.0	32.5	32.9	33.4	33.8	34.3	34.7	35.1	35.6	36.0	36.5	36.9	37.4	37.8	38.3	
37	28.2	28.6	29.1	29.5	29.9	30.3	30.8	31.2	31.7	32.1	32.6	33.0	33.5	33.9	34.4	34.8	35.3	35.7	36.1	36.6	37.0	37.5	37.9	38.4	38.8	39.3	
38	29.1	29.6	30.0	30.4	30.9	31.3	31.7	32.2	32.7	33.1	33.5	34.0	34.5	34.9	35.4	35.8	36.3	36.7	37.1	37.6	38.0	38.5	38.9	39.3	39.8	40.2	
39	30.1	30.5	31.0	31.4	31.8	32.3	32.7	33.2	33.6	34.1	34.5	35.0	35.5	35.9	36.4	36.8	37.3	37.7	38.1	38.6	39.0	39.4	39.9	40.3	40.8	41.2	
40	31.1	31.5	31.9	32.4	32.8	33.2	33.7	34.2	34.6	35.1	35.5	36.0	36.5	36.9	37.4	37.8	38.3	38.7	39.1	39.6	40.0	40.4	40.9	41.3	41.7	42.2	
41	32.0	32.5	32.9	33.4	33.8	34.2	34.7	35.2	35.6	36.1	36.6	37.0	37.5	37.9	38.4	38.8	39.3	39.7	40.1	40.6	41.0	41.4	41.9	42.3	42.7	43.1	
42	33.0	33.5	33.9	34.4	34.8	35.2	35.7	36.2	36.6	37.1	37.6	38.0	38.5	38.9	39.4	39.8	40.3	40.7	41.1	41.6	42.0	42.4	42.9	43.3	43.7	44.1	
43	34.0	34.4	34.9	35.3	35.8	36.2	36.7	37.2	37.6	38.1	38.5	39.0	39.5	39.9	40.4	40.8	41.3	41.7	42.1	42.6	43.0	43.4	43.8	44.3	44.7	45.1	
44	35.0	35.5	35.9	36.4	36.8	37.2	37.7	38.2	38.6	39.1	39.5	40.0	40.5	40.9	41.4	41.8	42.3	42.7	43.1	43.6	44.0	44.4	44.8	45.2	45.7	46.1	
45	36.0	36.5	36.9	37.4	37.8	38.2	38.7	39.2	39.6	40.1	40.5	41.0	41.5	41.9	42.4	42.8	43.3	43.7	44.1	44.6	45.0	45.4	45.8	46.2	46.6	47.0	
46	37.0	37.5	37.9	38.4	38.8	39.3	39.7	40.2	40.6	41.1	41.5	42.0	42.5	42.9	43.4	43.8	44.3	44.7	45.1	45.6	46.0	46.4	46.8	47.2	47.6	48.0	
47	38.1	38.5	39.0	39.4	39.8	40.3	40.7	41.2	41.6	42.1	42.5	43.0	43.5	43.9	44.4	44.8	45.3	45.7	46.1	46.6	47.0	47.4	47.8	48.2	48.6	49.0	
48	39.2	39.6	40.1	40.5	41.0	41.4	41.8	42.3	42.7	43.2	43.6	44.0	44.5	45.0	45.4	45.8	46.3	46.7	47.2	47.6	48.0	48.4	48.8	49.2	49.6	50.0	
49	40.3	40.8	41.2	41.7	42.1	42.5	43.0	43.4	43.8	44.3	44.7	45.1	45.6	46.0	46.5	46.9	47.3	47.7	48.2	48.6	49.0	49.4	49.8	50.2	50.6	50.9	
50	41.5	41.9	42.4	42.8	43.2	43.7	44.1	44.5	44.9	45.4	45.8	46.2	46.7	47.1	47.5	47.9	48.4	48.8	49.2	49.6	50.0	50.4	50.8	51.2	51.5	51.9	

Πραγματικός αλκοολικός βαθμός % v/v

Μέτρηση αλκοολόμετρου
βαθμονομημένου στους 20°C

Β. Προσδιορισμός αλκοόλης με απόσταξη

- Η διόρθωση του αλκοολικού βαθμού γίνεται

Άσκηση 5.

Προσδιορισμός τέφρας γάλακτος και
αλκαλικότητά της

Άσκηση 5. Προσδιορισμός τέφρας γάλακτος και αλκαλικότητάς της

- ✓ **Τέφρα** είναι το υπόλειμμα (ανόργανα συστατικά) που παραμένει μετά την τεφροποίηση του γάλακτος στους 500-550 °C.
- ✓ Το γάλα περιέχει 0,7% περίπου τέφρα.
- ✓ Η τέφρα αποτελείται από οξειδία του Na, K, Ca, Mg, Fe, P & S.
- ✓ Τα ανόργανα άλατα είναι κυρίως φωσφορικά και χλωριούχα (PO_4^{3-} , Cl^-) καθώς και κιτρικά άλατα των K, Na, Ca, Mg.
- ✓ Με την αποτέφρωση τα άλατα των οργανικών οξέων μετατρέπονται σε ανθρακικά, που έχουν αλκαλική αντίδραση.

Άσκηση 5. Προσδιορισμός τέφρας γάλακτος και αλκαλικότητάς της

- ✓ Αριθμός αλκαλικότητας (κατά Buttenberg) είναι τα mL κανονικού διαλύματος οξέος που απαιτούνται για την εξουδετέρωση 1 g τέφρας.
- ✓ Ο προσδιορισμός της έχει σημασία για εξακρίβωση τυχόν προσθήκης στο γάλα **σόδας** ή **NaOH** για εξουδετέρωση της οξύτητάς του.
- ✓ Η αλκαλικότητα τέφρας κανονικού γάλακτος ελάχιστα ξεπερνά το 1 mL κανονικού διαλύματος οξέος για 100 mL γάλακτος.

Άσκηση 5. Προσδιορισμός τέφρας γάλακτος και αλκαλικότητάς της

Προσδιορισμός τέφρας

- ✓ Σε προζυγισμένο χωνευτήρι (μετά από πύρωση στους 550 °C και ψύξη σε ξηραντήρα), ζυγίζονται **10 mL** γάλακτος.
- ✓ Προστίθενται **2-3 σταγόνες οξικού οξέος 10%** για πήξη των πρωτεϊνών, αναδεύεται και το δείγμα αποξηραίνεται σε ζέον υδατόλουτρο για εξατμισμό του νερού (στερεό υπόλειμμα).
- ✓ Ακολουθεί καύση του υπολείμματος σε φλόγα και τεφροποίηση σε φούρνο (όχι **>550 °C**)
- ✓ Μετά την ψύξη σε ξηραντήρα, το χωνευτήρι ζυγίζεται και υπολογίζεται το ποσοστό % της τέφρας.
- ✓ Στερεό υπόλειμμα γάλακτος (ΜΟ) Αγελάδας **12,4%**, Γίδινο **14,3%**, πρόβειο **18,5%**.
- ✓ Τέφρα Αγελάδας **0,75%**, Γίδινο **0,80%**, Πρόβειο **1,00%**

Άσκηση 5. Προσδιορισμός τέφρας γάλακτος και αλκαλικότητάς της

Προσδιορισμός αλκαλικότητας τέφρας

- ✓ Η τέφρα των 10 mL αποτεφρωμένου γάλακτος μεταφέρεται με λίγο ζεστό νερό σε κωνική φιάλη και προστίθενται **15-30 mL N/10 H₂SO₄** με σιφώνιο.
- ✓ Ακολουθεί θέρμανση σε ζέον υδατόλουτρο και προσεκτική ανάδευση με γυάλινη ράβδο για να διαλυθεί η τέφρα. Η όλη διεργασία γίνεται στον απαγωγό φορώντας προστατευτικά γυαλιά.
- ✓ Το διάλυμα αφήνεται για ψύξη, προσθέτουμε 2-3 σταγόνες **δείκτη ηλιανθίνης 1%** και η περίσσεια του οξέος ογκομετρείται με διάλυμα **NaOH 0.1 N**.

ΑΣΚΗΣΗ 6

ΑΝΑΛΥΣΗ ΓΑΛΑΚΤΟΣ

Προσδιορισμός πρωτεΐνης κατά Kjeldahl
και λίπους κατά Gerber

ΑΝΑΛΥΣΗ ΓΑΛΑΚΤΟΣ - Προσδιορισμός πρωτεΐνης (Kjeldahl) & λίπους (Gerber)

Α. Προσδιορισμός πρωτεΐνης στο γάλα κατά Kjeldahl

Αρχή της μεθόδου:

- Πέψη του δείγματος με προσθήκη π. H_2SO_4 και θέρμανση \rightarrow οξείδωση της οργανικής ύλης προς CO_2 , H_2O & απελευθέρωση του αζώτου υπό μορφή αμμωνίας (NH_3)

- Η NH_3 δεσμεύεται από το H_2SO_4 που υπάρχει στο μίγμα προς $(\text{NH}_4)\text{SO}_4$:



- Ακολουθεί απόσταξη της NH_3 με υδρατμούς και δέσμευσή της σε πρότυπο δ/μα HCl

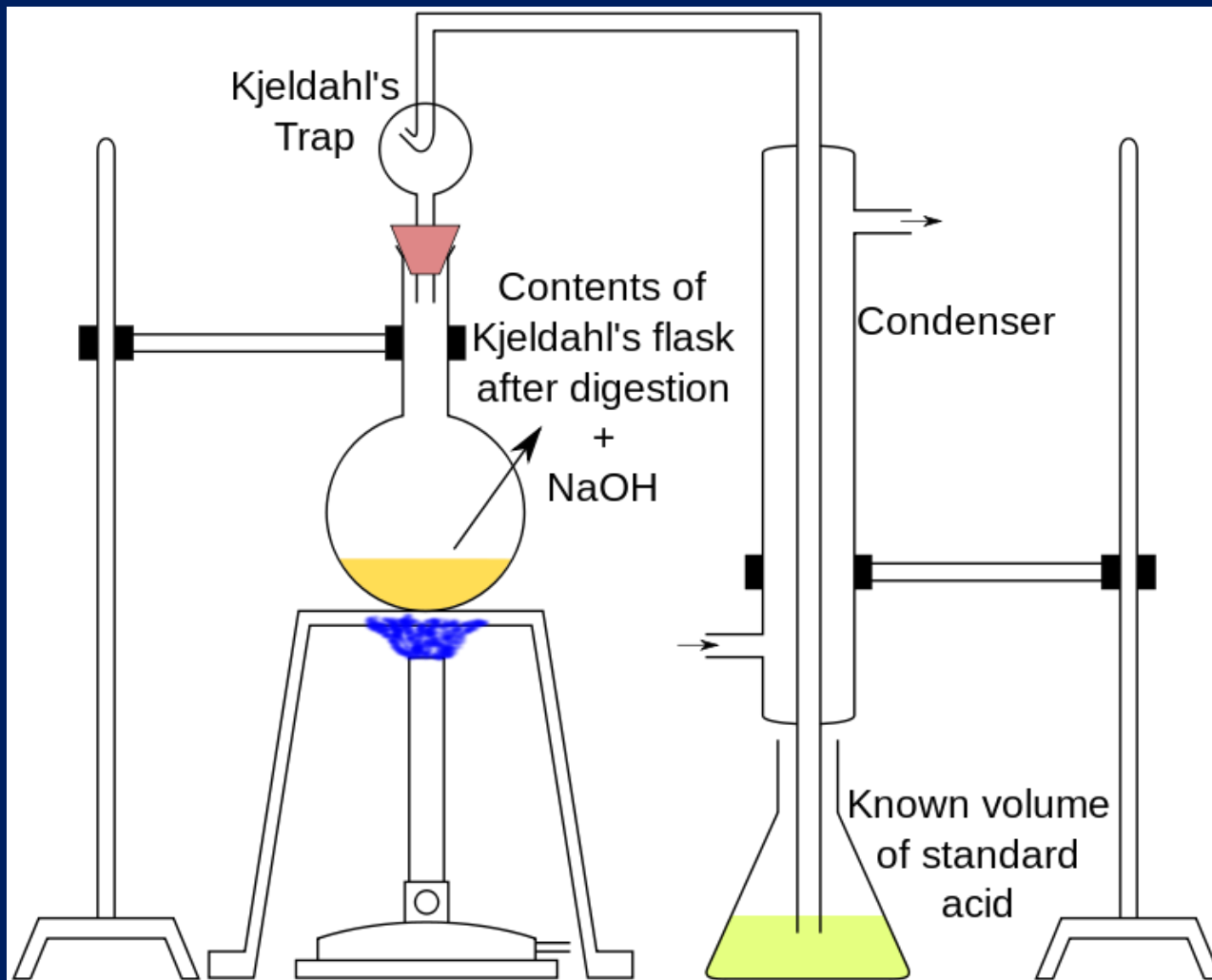
- Ακολουθεί ογκομέτρηση της περισσειας του δ/τος HCl με πρότυπο δ/μα NaOH και δείκτη ηλιανθίνη (back titration)

Άσκηση 6.

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

ΑΝΑΛΥΣΗ ΓΑΛΑΚΤΟΣ - Προσδιορισμός πρωτεΐνης (Kjeldahl) & λίπους (Gerber)

A. Προσδιορισμός πρωτεΐνης στο γάλα κατά Kjeldahl (σχηματικά)



Άσκηση 6.

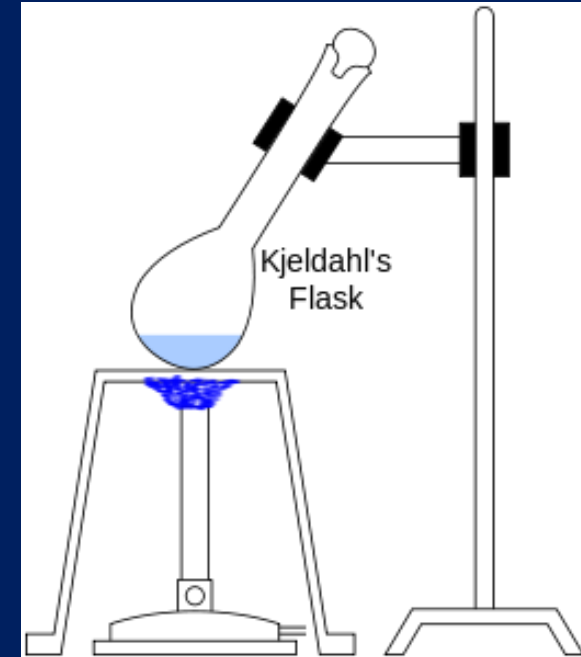
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

ΑΝΑΛΥΣΗ ΓΑΛΑΚΤΟΣ - Προσδιορισμός πρωτεΐνης (Kjeldahl) & λίπους (Gerber)

Α. Προσδιορισμός πρωτεΐνης στο γάλα κατά Kjeldahl

Πέψη του δείγματος

- Η οξείδωση της οργανικής ύλης του δείγματος (πέψη) γίνεται σε ειδική συσκευή (συσκευή πέψης)
- Ποσότητα δείγματος ζυγίζεται σε σωλήνα πέψης (ειδικός, ανθεκτικός, μακρόστενος σωλήνας)
- Προστίθενται: **3 g K_2SO_4** (για αύξηση του σημείου βρασμού του διαλ/τος ώστε να γίνει η οξείδωση σε υψηλότερη θερμοκρασία), **0.3 g $CuSO_4$** (κατάλυση της οξείδωσης) και **10 ml πυκνό H_2SO_4**
- Το διάλυμα ανακινείται πολύ προσεκτικά και ο σωλήνας πέψης τοποθετείται στην κατάλληλη θέση της συσκευής πέψης



ΑΝΑΛΥΣΗ ΓΑΛΑΚΤΟΣ - Προσδιορισμός πρωτεΐνης (Kjeldahl) & λίπους (Gerber)

Α. Προσδιορισμός πρωτεΐνης στο γάλα κατά Kjeldahl

Πέψη του δείγματος

- Η συσκευή πέψης έχει 6 θέσεις για ισάριθμους σωλήνες πέψης
- Οι σωλήνες καλύπτονται με ειδικό σκέπασμα που απάγει τα παραγόμενα αέρια από την αντίδραση οξείδωσης και η συσκευή μπαίνει σε λειτουργία
- Η πέψη της οργανικής ύλης γίνεται στους **430°C** για **35 min** και το ληφθέν διάλυμα είναι διαυγές πρασινωπό
- Ακολουθεί απόσταξη της NH_3 με υδρατμούς



ΑΝΑΛΥΣΗ ΓΑΛΑΚΤΟΣ - Προσδιορισμός πρωτεΐνης (Kjeldahl) & λίπους (Gerber)

Α. Προσδιορισμός πρωτεΐνης στο γάλα κατά Kjeldahl

Απόσταξη NH_3 με υδρατμούς

- Ο σωλήνας μετά την πέψη τοποθετείται στη συσκευή απόσταξης μεθ' υδρατμών
- Ως υποδοχέας του αποστάγματος τοποθετείται κωνική φιάλη 250 ml με **20 ml HCl 0.1 N**
- Μπαίνει σε λειτουργία η συσκευή απόσταξης και προστίθενται προσεκτικά περίπου **60 ml NaOH 30%** στο σωλήνα πέψης για αποδέσμευση της NH_3 από το $(\text{NH}_4)\text{SO}_4$
- Η NH_3 ως πτητική παρασύρεται από τους υδρατμούς και καταλήγει στον υποδοχέα όπου δεσμεύεται από το **πρότ. δ/μα HCl 0.1N**



Άσκηση 6.

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

ΑΝΑΛΥΣΗ ΓΑΛΑΚΤΟΣ - Προσδιορισμός πρωτεΐνης (Kjeldahl) & λίπους (Gerber)

Α. Προσδιορισμός πρωτεΐνης στο γάλα κατά Kjeldahl

Τιτλοδότηση περίσσειας HCl (back titration)

- Η ποσότητα του πρότ. δ/τος HCl 0.1 N είναι περισσότερη απ' όση απαιτείται για τη δέσμευση της παραγόμενης NH₃
- Κατά τη διάρκεια της απόσταξης το δ/μα HCl αναδεύεται κατά διαστήματα για καλύτερη δέσμευση της NH₃ που αποστάζει
- Ακολουθεί ογκομέτρηση της περίσσειας του δ/τος HCl με πρότυπο δ/μα NaOH και δείκτη ηλιανθίνη (back titration)



Άσκηση 6.

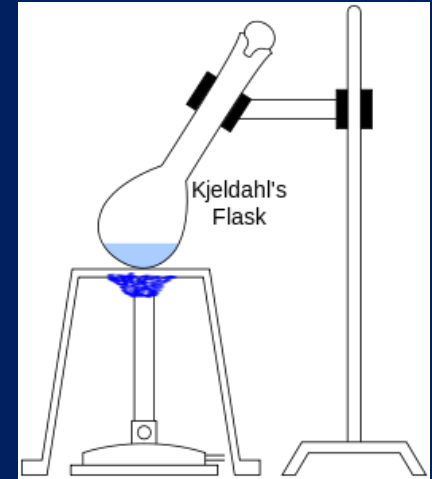
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

ΑΝΑΛΥΣΗ ΓΑΛΑΚΤΟΣ - Προσδιορισμός πρωτεΐνης (Kjeldahl) & λίπους (Gerber)

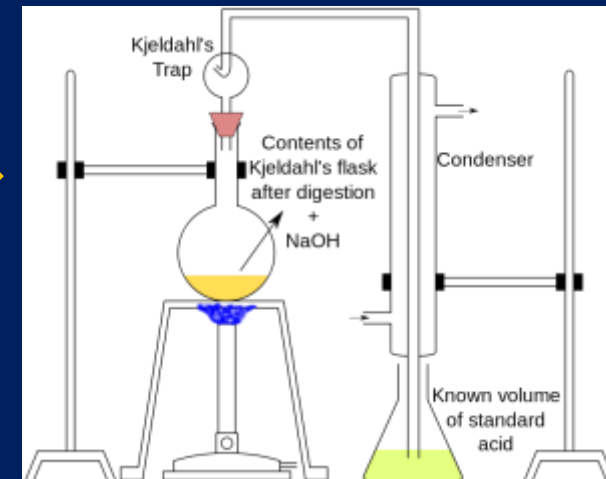
Α. Προσδιορισμός πρωτεΐνης στο γάλα κατά Kjeldahl

Αρχή της μεθόδου / Αντιδράσεις

- Διάσπαση οργ. ύλης με θειικό οξύ & καταλύτες:



- Απελευθέρωση αμμωνίας με NaOH:



Άσκηση 6.

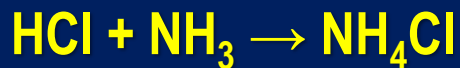
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

ΑΝΑΛΥΣΗ ΓΑΛΑΚΤΟΣ - Προσδιορισμός πρωτεΐνης (Kjeldahl) & λίπους (Gerber)

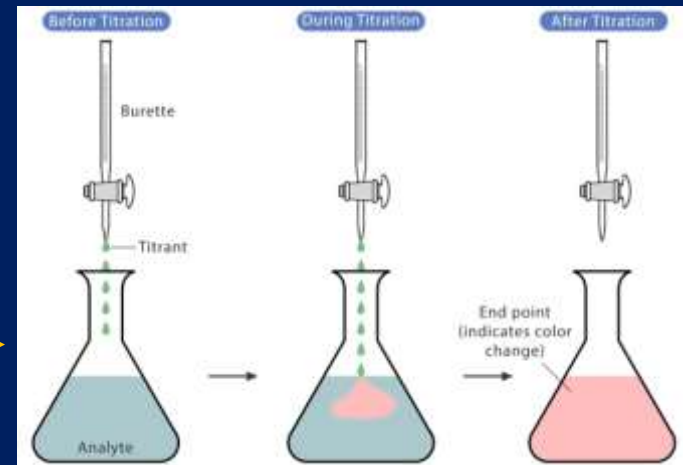
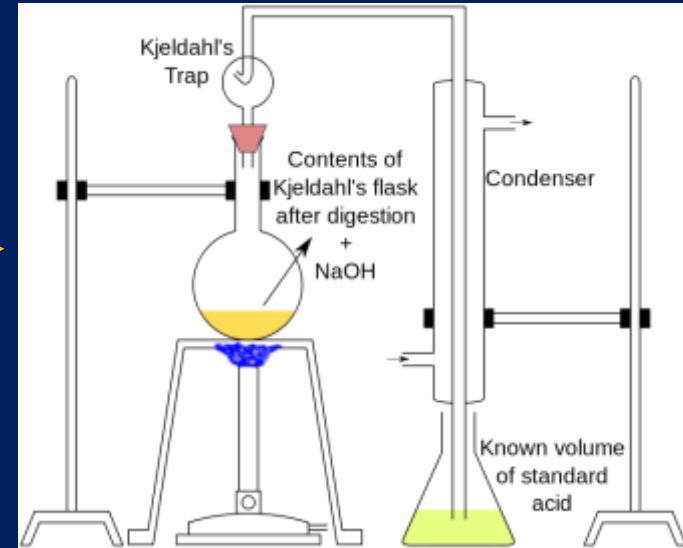
A. Προσδιορισμός πρωτεΐνης στο γάλα κατά Kjeldahl

Αρχή της μεθόδου / Αντιδράσεις

- Απόσταξη αμμωνίας με υδρατμούς & δέσμευση σε HCl:



- Ογκομέτρηση περίσσειας HCl με προτ. δ/μα NaOH (Back-titration):



ΑΝΑΛΥΣΗ ΓΑΛΑΚΤΟΣ - Προσδιορισμός πρωτεΐνης (Kjeldahl) & λίπους (Gerber)

A. Προσδιορισμός πρωτεΐνης στο γάλα κατά Kjeldahl

Υπολογισμοί

- Βρείτε την ποσότητα του αζώτου (N) του περιεχομένου στην NH_3 και πολλαπλασιάζοντας αυτήν τη ποσότητα με τον συντελεστή **6.37** βρίσκετε το συνολικό ποσό των αζωτούχων υλών (κυρίως πρωτεΐνης) που περιέχεται στο γάλα ή στο γιαούρτι ή στο τυρί

ΑΝΑΛΥΣΗ ΓΑΛΑΚΤΟΣ - Προσδιορισμός πρωτεΐνης (Kjeldahl) & λίπους (Gerber)

B. Προσδιορισμός λίπους σε γάλα και γιαούρτι με τη μέθοδο Gerber

Αντιδραστήρια

- για διαχωρισμό του λίπους από τις πρωτεΐνες:
Θειικό οξύ, ειδικού βάρους **1.812 - 1.815** που παρασκευάζεται με προσεκτική προσθήκη **1 L π. H_2SO_4** σε **31-35 ml H_2O**
- για διευκόλυνση του διαχωρισμού του λίπους:
Αμυλική αλκοόλη, ειδικού βάρους **0.815**, και σημείου ζέσεως **128-132°C**, ελεύθερη φουρφουράλης, και οξέων, πρέπει να περνάει το "τεστ θειικού οξέος" (sulfuric acid test), δηλαδή να μην παράγει σκούρο χρώμα κατά την ανάμιξη, και να έχει περιεκτικότητα σε νερό $\leq 0.3\%$

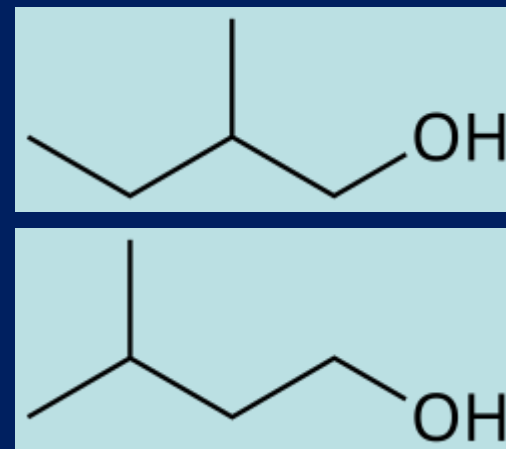


ΑΝΑΛΥΣΗ ΓΑΛΑΚΤΟΣ - Προσδιορισμός πρωτεΐνης (Kjeldahl) & λίπους (Gerber)

B. Προσδιορισμός λίπους σε γάλα και γιαούρτι με τη μέθοδο Gerber

Αντιδραστήρια

- **Αμυλική αλκοόλη** (3-μεθυλοβουταν-1-όλη ή ισοαμυλική αλκοόλη το κύριο συστατικό και 2-μεθυλοβουταν-1-όλη το δευτερεύον επιτρεπόμενο ισομερές στο μίγμα)
- **Διαχωρισμός:** Βοηθά το λίπος να απελευθερωθεί και να ανέβει στην επιφάνεια.
- **Καθαρότητα:** Δημιουργεί σαφή **διαχωριστική γραμμή** (μηνίσκο) για εύκολη ανάγνωση του λίπους.
- **Προστασία:** Εμποδίζει το θειικό οξύ να απανθρακώσει το λίπος.
- **Ακρίβεια:** Διασφαλίζει ότι ο όγκος του λίπους που μετράμε είναι ο πραγματικός αποτρέποντας το σχηματισμό αφρού.

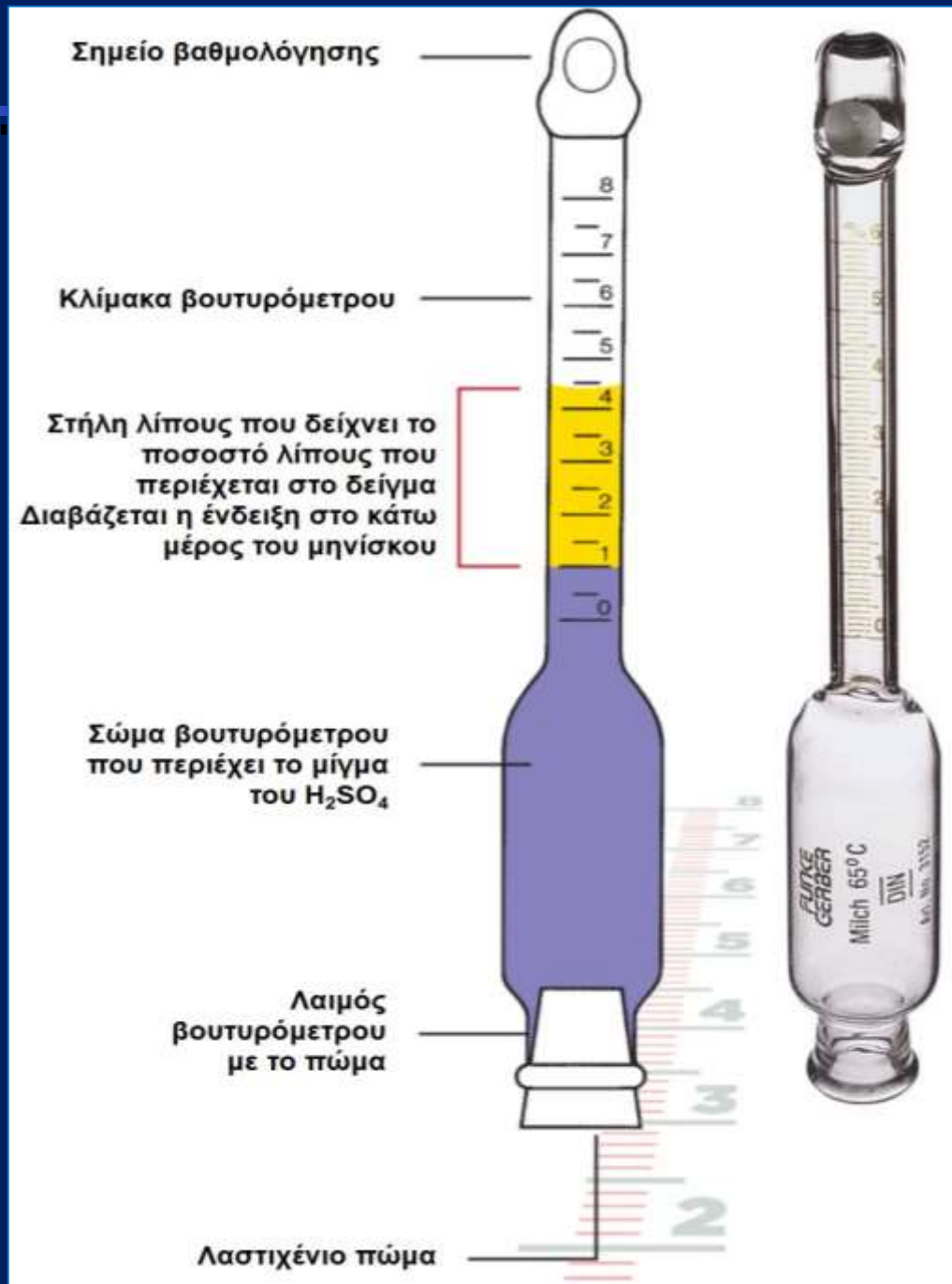


Άσκηση 6.

**ΑΝΑΛΥΣΗ ΓΑΛΑΚΤΟΣ -
Προσδιορισμός πρωτεΐνης
(Kjeldahl) & λίπους (Gerber)**

**Β. Προσδιορισμός λίπους σε
γάλα και γιαούρτι με τη μέθοδο
Gerber**

**Βουτυρόμετρο
Gerber:**



ΑΝΑΛΥΣΗ ΓΑΛΑΚΤΟΣ - Προσδιορισμός πρωτεΐνης (Kjeldahl) & λίπους (Gerber)

Β. Προσδιορισμός λίπους σε γάλα και γιαούρτι με τη μέθοδο Gerber

Μέθοδος

- Σε ποτήρι ζέσεως (100 ml) τοποθετήστε **10.94 ml γάλα**, ή **11.33 g** ή **5.67 g γιαούρτι** (με λίπος μέχρι 8% ή 12% αντίστοιχα)
- Προσθέστε **10 ml H₂SO₄** και **1 ml αμυλική αλκοόλη** με αυτή τη σειρά. Αναδεύστε με γυάλινη ράβδο για διαλυτοποίηση
- Μεταφέρετε στο βουτυρόμετρο Gerber
- Πωματίστε καλά το βουτυρόμετρο με ελαστικό πώμα
- Ανακινήστε αρκετά και προσεκτικά (στηρίζοντας το πώμα)
- Τοποθετήστε το βουτυρόμετρο με το πώμα προς τα πάνω σε υδρόλουτρο **65-70 °C** για **5 min**



Άσκηση 6.

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

ΑΝΑΛΥΣΗ ΓΑΛΑΚΤΟΣ - Προσδιορισμός πρωτεΐνης (Kjeldahl) & λίπους (Gerber)

Β. Προσδιορισμός λίπους σε γάλα και γιαούρτι με τη μέθοδο Gerber

Μέθοδος

- Φυγοκεντρίστε για 3-4 min σε στους 60°C και 1150 στροφές/min
- Επανατοποθετήστε το βουτυρόμετρο στο υδρόλουτρο κατακόρυφα με το βαθμολογημένο στέλεχος προς τα πάνω
- Διαβάστε το ύψος της στοιβάδας του λίπους που διαχωρίστηκε και που δίνει απευθείας το ποσό του λίπους σε **g ανά 100 ml γάλακτος ή ανά 100 g γιαούρτι**



Ασκήσεις 7-9 Χρωματογραφική ανάλυση

φυσικός διαχωρισμός & προσδιορισμός

μείγματος συστατικών

(ανόργανων ή οργανικών ενώσεων)

που επιτυγχάνεται με την

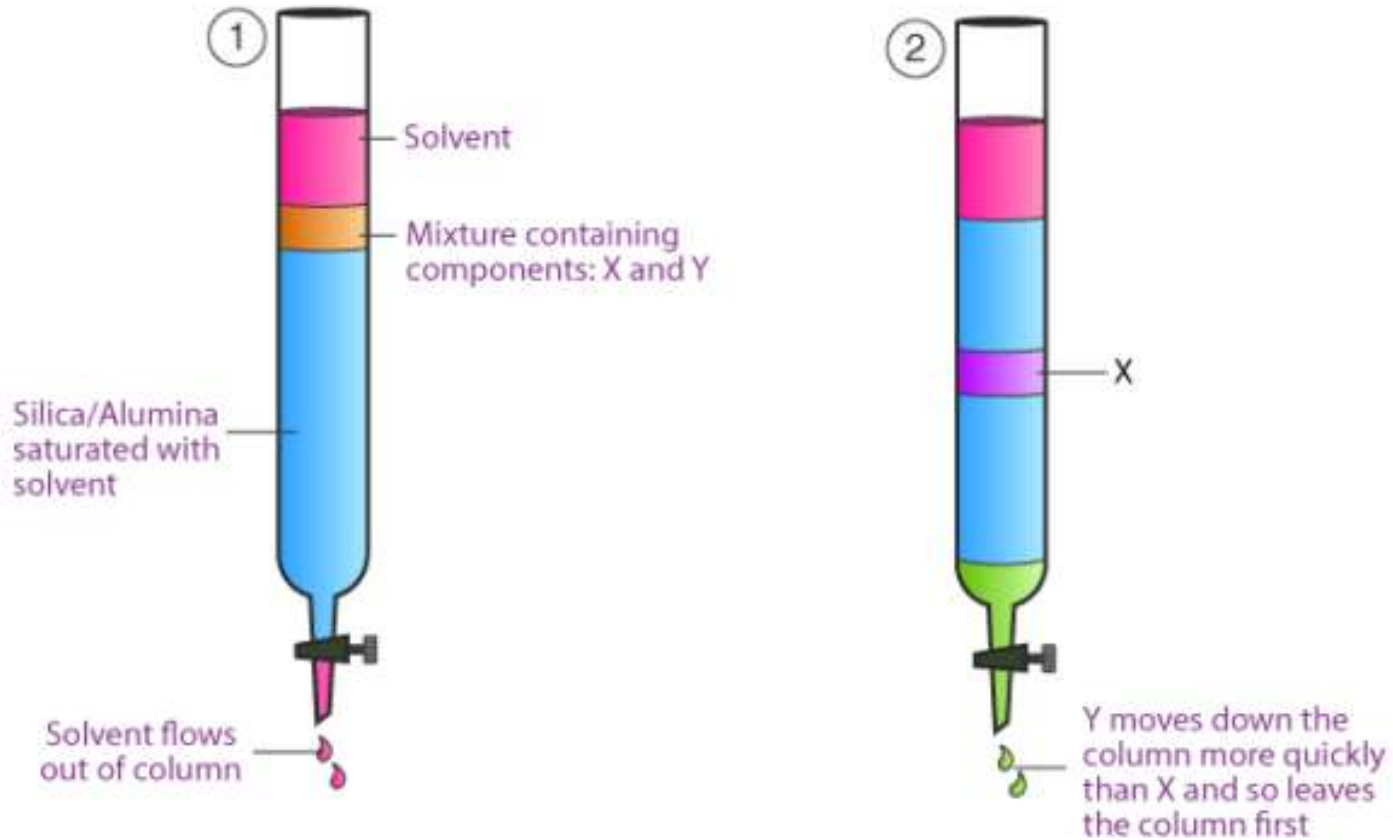
κατανομή τους μεταξύ 2 φάσεων,

μιας κινητής και μιας στατικής

- **Αρχή χρωματογραφικής ανάλυσης:**
- **Ο διαχωρισμός βασίζεται σε συγκεκριμένες ιδιότητες των συστατικών του μείγματος όπως:**
 - ✓ **Σημείο Ζέσεως**
 - ✓ **Πολικότητα**
 - ✓ **Μέγεθος Μορίων**
 - ✓ **Πτητικότητα**

- Η **κινητή φάση**, διερχόμενη μέσα από τη **στατική**, προκαλεί διαφορετική μετατόπιση των συστατικών του μείγματος, τα οποία **εκκλύονται** μεταξύ τους σε **διαφορετικές χρονικές στιγμές**
- Ο **ποιοτικός & ποσοτικός προσδιορισμός** κάθε συστατικού επιτυγχάνεται από ένα **σύστημα ανίχνευσης και καταμέτρησης** που βρίσκεται στην έξοδο της στήλης (**ανιχνευτής, ενισχυτής, καταγραφείας**)

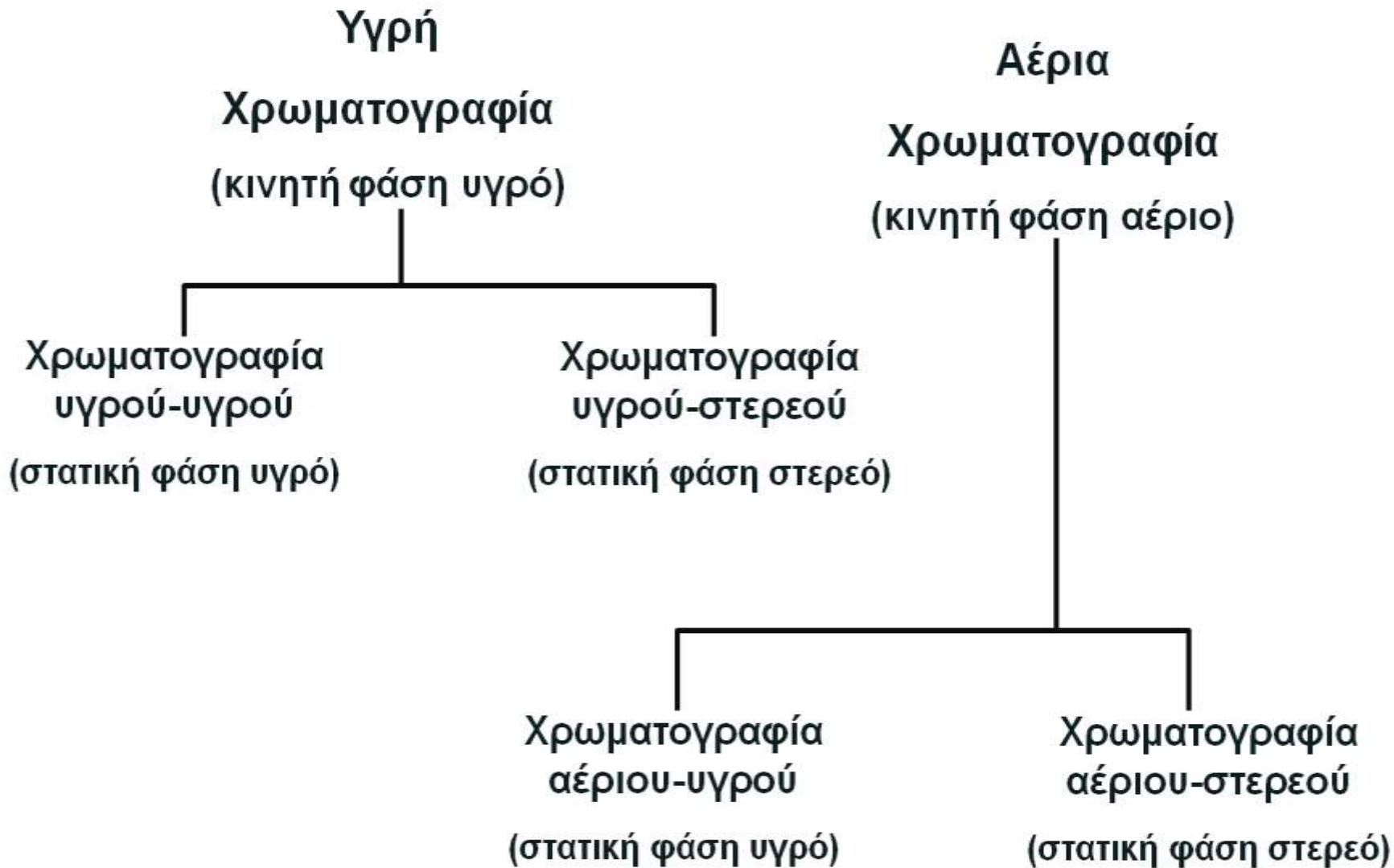
ADSORPTION CHROMATOGRAPHY



Π.χ. Χρωματογραφία προσρόφησης (adsorption chromatography).

<https://cdn1.byjus.com/wp-content/uploads/2018/08/Chromatography-and-its-Types-4-700x435.png>

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ



Υγρή Χρωματογραφία

- Η κινητή φάση αλλάζει
- Η θερμοκρασία είναι σταθερή
- Οι ουσίες κατανέμονται στην κινητή φάση ανάλογα με τη διαλυτότητά τους
- Η έκλουση εξαρτάται από το χρόνο ή τον όγκο

Αέρια Χρωματογραφία

- Η κινητή φάση είναι σταθερή
- Η θερμοκρασία μπορεί να αυξάνεται
- Οι ουσίες κατανέμονται στην κινητή φάση με βάση την πτητικότητά τους
- Η έκλουση εξαρτάται από τη θερμοκρασία

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

ΣΥΝΔΕΣΜΟΙ:

GC COLUMNS: <https://www.youtube.com/watch?v=uD-29-mV3N0>

HPLC COLUMNS:

<https://www.youtube.com/watch?v=HVQrTSYxLNI>

<https://www.youtube.com/watch?v=Y6kfaJrCVOs>

<https://www.youtube.com/watch?v=o-GYFTD8F1M>

<https://www.youtube.com/watch?v=vFENzNj6Jq4>

<https://www.youtube.com/watch?v=VGvLcvLYvdE>

https://www.youtube.com/watch?v=UfV65qMD_gE

<https://www.youtube.com/watch?v=TZ9VtwohnG4>

https://www.youtube.com/watch?v=smjOT5jKI_4&list=PLMuF9tQ9UZ0N1juHri7Qle-Zu_vBw73og&index=8

https://www.youtube.com/watch?v=St1xMEsHsw&list=PLMuF9tQ9UZ0N1juHri7Qle-Zu_vBw73og&index=9

https://www.youtube.com/watch?v=SO9dmFbbCEY&list=PLMuF9tQ9UZ0N1juHri7Qle-Zu_vBw73og&index=10

https://www.youtube.com/watch?v=JUwkb418I90&list=PLMuF9tQ9UZ0N1juHri7Qle-Zu_vBw73og&index=11

https://www.youtube.com/watch?v=7wL3u6CfPnc&list=PLMuF9tQ9UZ0N1juHri7Qle-Zu_vBw73og&index=12

https://www.youtube.com/watch?v=Mj1U6_oiwOQ&list=PLMuF9tQ9UZ0N1juHri7Qle-Zu_vBw73og&index=13

https://www.youtube.com/watch?v=kj8RPxM8-Ts&list=PLMuF9tQ9UZ0N1juHri7Qle-Zu_vBw73og&index=14

https://www.youtube.com/watch?v=zn0GAEyYR6A&list=PLMuF9tQ9UZ0N1juHri7Qle-Zu_vBw73og&index=15

https://www.youtube.com/watch?v=Gfu0mxPdAYk&list=PLMuF9tQ9UZ0N1juHri7Qle-Zu_vBw73og&index=16

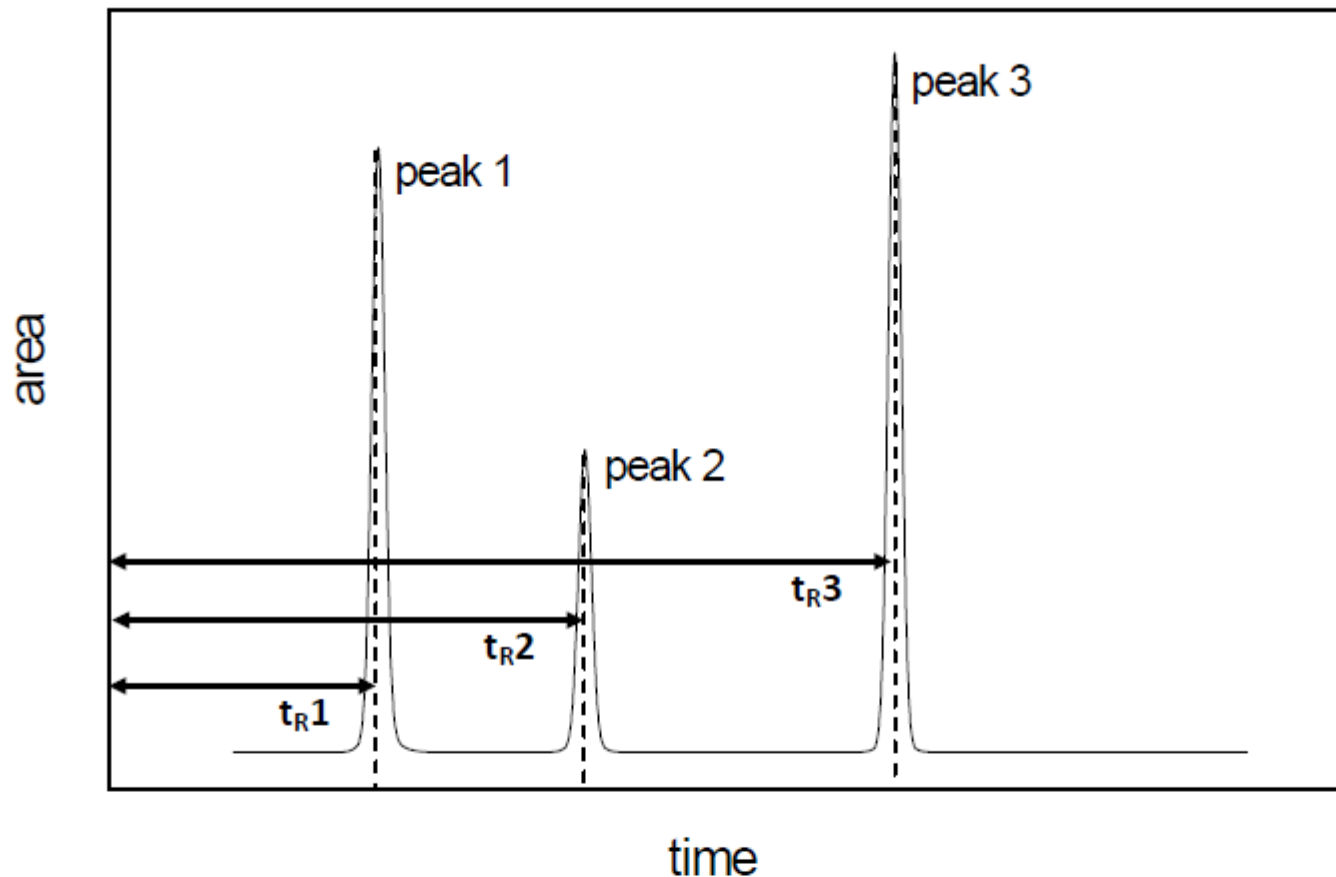
https://www.youtube.com/watch?v=lvCFezBqMQQ&list=PLMuF9tQ9UZ0N1juHri7Qle-Zu_vBw73og&index=17

https://www.youtube.com/watch?v=cDZ6BXxa7GA&list=PLMuF9tQ9UZ0N1juHri7Qle-Zu_vBw73og&index=18

.....



ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ



Σχήμα: Χρωματογράφημα GC ή HPLC τριών συστατικών. **area**= εμβαδό κορυφής (peak). **time**=χρόνος έκλουσης.

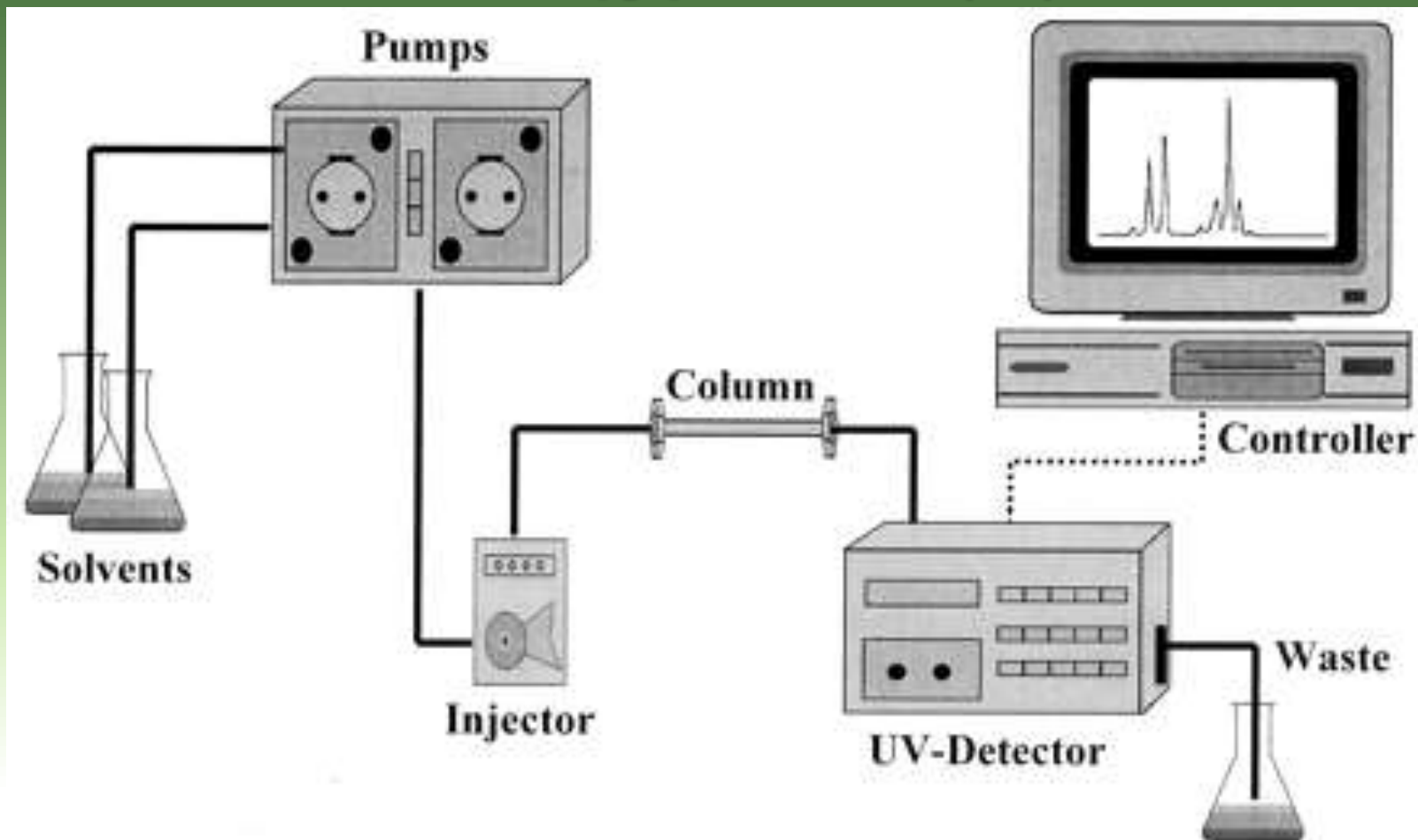
Άσκηση 7α. Προσδιορισμός **σακχάρων** και **αιθανόλης** με υγρή χρωματογραφία και ανιχνευτή δείκτη διάθλασης (**HPLC-RID**)

High Pressure or Performance Liquid Chromatography – Refractive Index Detector

** Ο RI ενός μέσου εκφράζει τη σχέση μεταξύ της ταχύτητας του φωτός όταν διασχίζει αυτό το μέσο και εκείνης όταν διασχίζει το κενό.*

*Όταν το φως αλλάζει μέσο διάδοσης αλλάζει και ταχύτητα αλλά και πορεία (**διαθλάται**) όταν πέφτει υπό γωνία (όχι κάθετα) στην επιφάνεια που χωρίζει τα δύο μέσα διάδοσης.*

Άσκηση 7α. Προσδιορισμός σακχάρων & αιθανόλης με HPLC (RI)

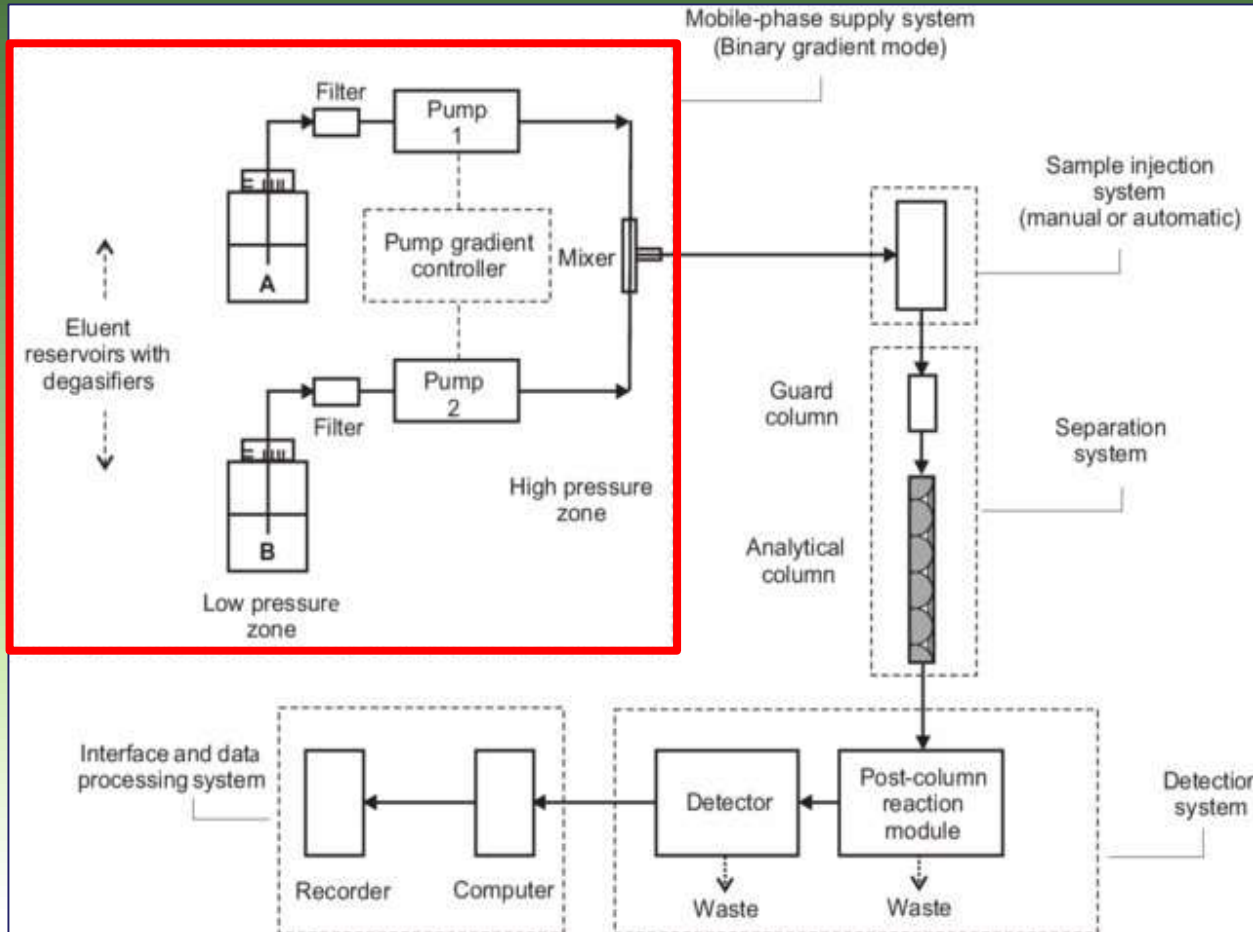


Άσκηση 7α. Προσδιορισμός σακχάρων & αιθανόλης με HPLC (RI)

- ✓ **Βαθμωτό σύστημα ή βαθμωτή έκλυση:**
δυναμική ανάμιξη διαφορετικών διαλυτών (μεταβλητή σύσταση κινητικής φάσης), που μεταβάλλει και επηρεάζει και την ικανότητα διαχωρισμού κατά τη διάρκεια της ανάλυσης
- ✓ **Ισοκρατικό σύστημα ή ισοκρατική έκλυση:**
η σύσταση της κινητικής φάσης παραμένει σταθερή κατά τη διάρκεια της ανάλυσης

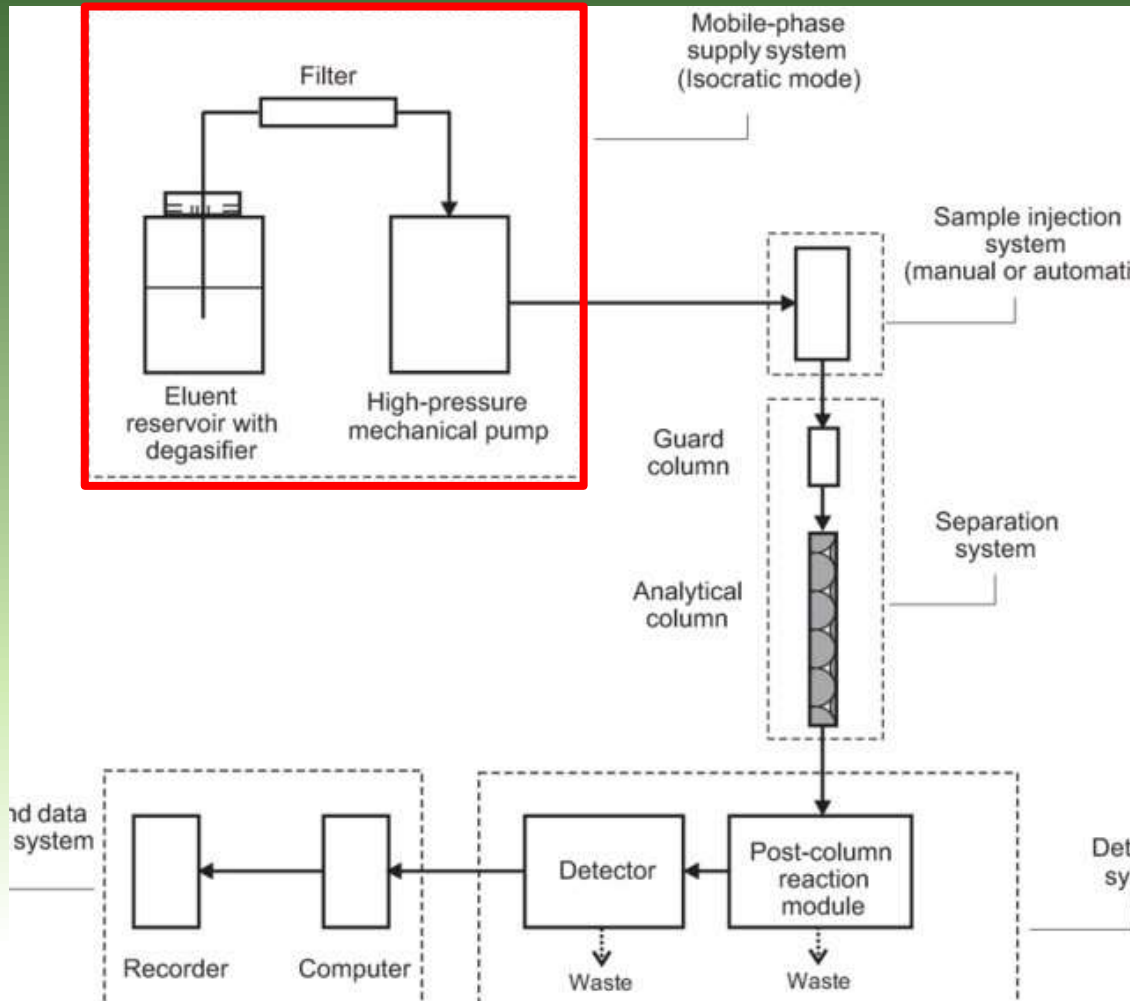
Άσκηση 7α. Προσδιορισμός σακχάρων & αιθανόλης με HPLC (RI)

✓ Βαθμωτό σύστημα ή βαθμωτή έκλυση:



Άσκηση 7α. Προσδιορισμός σακχάρων & αιθανόλης με HPLC (RI)

✓ Ισοκρατικό σύστημα (ή ισοκρατική έκκλυση):

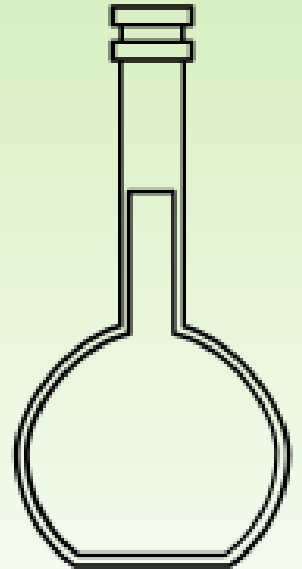


Άσκηση 7α. Προσδιορισμός σακχάρων & αιθανόλης με HPLC (RI)

- Ο προσδιορισμός γίνεται ισοκρατικά σε Χρωματογράφο SHIMADZU LC-9A με:
 - ✓ Στήλη Shim-pack SCR-101 N, θερμοκρασία 60°C
 - ✓ Κινητή φάση καλά απαερωμένο και φιλτραρισμένο νερό υψηλής καθαρότητας, **ταχύτητα ροής 0.8 mL/min**
 - ✓ Ανιχνευτή δείκτη διάθλασης (RID)
- ✓ Τα δείγματα εισάγονται στη στήλη αφού αραιωθούν σε συγκέντρωση **1% v/v** με υπερκαθαρό νερό & διηθηθούν με μικροφίλτρο 0,45 μm

Άσκηση 7α. Προσδιορισμός σακχάρων & αιθανόλης με HPLC (RI)

- Κατασκευάζεται αρχικά πρότυπη καμπύλη με πρότυπα διαλύματα:
 - ✓ 1-10 % v/v αιθανόλης
 - ✓ 1-10 % w/v διάφορων σακχάρων (γλυκόζη, φρουκτόζη, σακχαρόζη κ.α.)
- Χρησιμοποιείται καλά απαερωμένο & φιλτραρισμένο νερό υψηλής καθαρότητας
- Προστίθεται βουτανόλη-1 σε συγκέντρωση 0.1% v/v ως εσωτερικό πρότυπο



Άσκηση 7α. Προσδιορισμός σακχάρων & αιθανόλης με HPLC (RI)

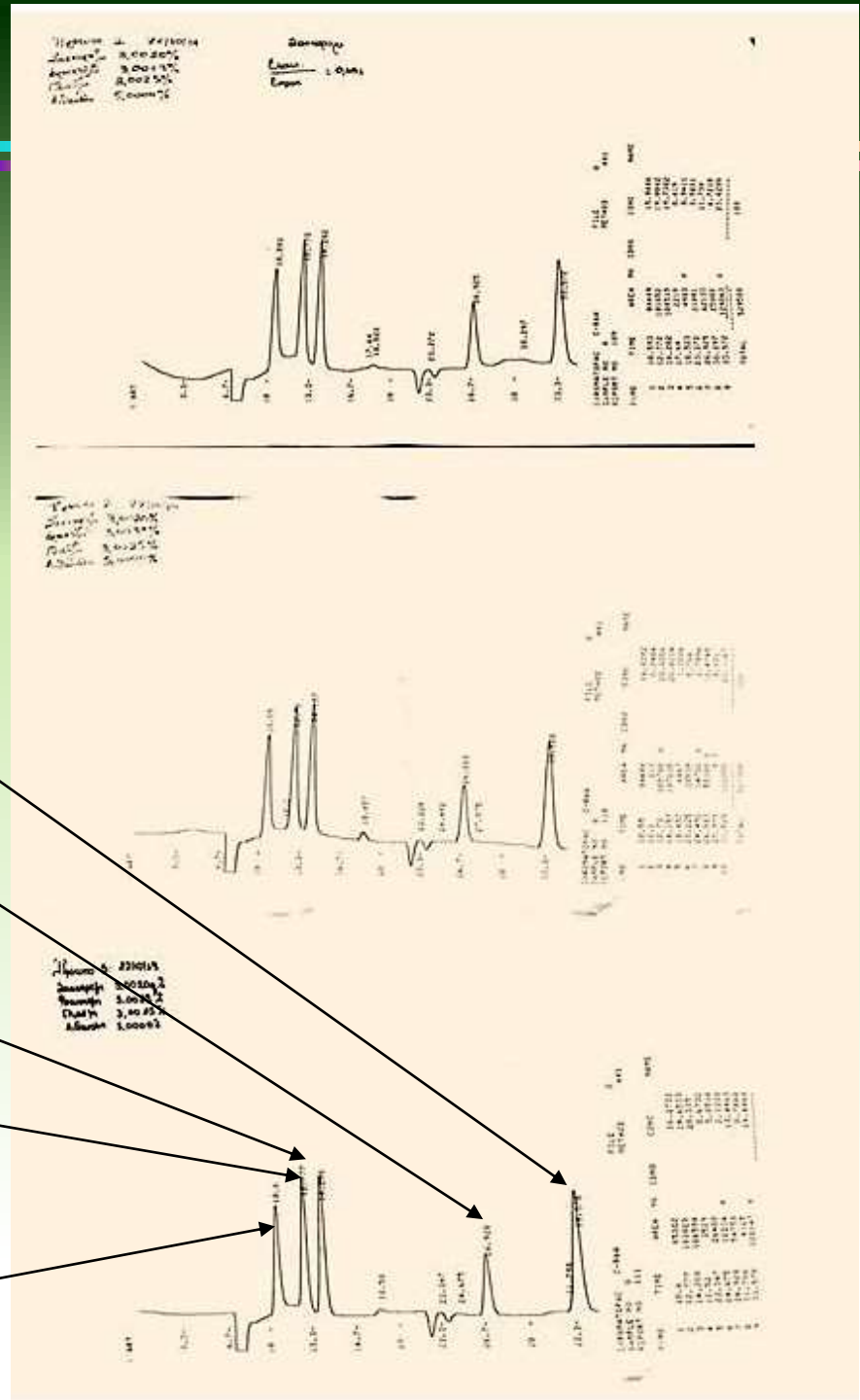
Εσωτερικό πρότυπο

Αιθανόλη

Γλυκόζη

Φρουκτόζη

Σακχαρόζη



Άσκηση 7β.

Προσδιορισμός οργανικών οξέων με υγρή χρωματογραφία (HPLC-DAD)

HPLC – Diode Array Detector
(Ανιχνευτής συστοιχίας διόδων)

Άσκηση 7β. Προσδιορισμός οργανικών οξέων με HPLC (DAD)

- Για τον προσδιορισμό οργανικών οξέων με HPLC κατασκευάζεται αρχικά πρότυπη καμπύλη με πρότυπα διαλύματα διάφορων οργανικών οξέων:
 - ✓ Γαλακτικό, οξικό, κιτρικό, ηλεκτρικό, κ.α., σε καλά απαερωμένο & φιλτραρισμένο νερό υψηλής καθαρότητας
 - ✓ Ο διαχωρισμός γίνεται ισοκρατικά στους **50°C** με κινητή φάση 0.008 N H₂SO₄ και ροή **0.6 mL/min**.
 - ✓ Η ανίχνευση γίνεται στα **210 nm**.
 - ✓ Ποσότητες δειγμάτων **20 μL** αναλύονται μετά από φιλτράρισμα με μικροφίλτρα (syringe filters **0.22 μm**).



Άσκηση 7β. Προσδιορισμός οργανικών οξέων με HPLC (DAD)

- Ο προσδιορισμός γίνεται σε χρωματογράφο Jasco LC-2000 Series HPLC system (Jasco Inc., Japan)
 - ✓ Στήλη Bio-rad Aminex HPX-87H (300x7.8 mm i.d., 9 µm particle size)
 - ✓ Φούρνος στήλης CO-2060 PLUS
 - ✓ Αντλία PU-2089 pump
 - ✓ Αυτόματος δειγματολήπτης AS 2050 PLUS
 - ✓ Ανιχνευτής MD-2018 Photodiode Array (Υπεριώδους με διάταξη συστοιχίας διόδων)

Άσκηση 7β. Προσδιορισμός οργανικών οξέων με HPLC (DAD)

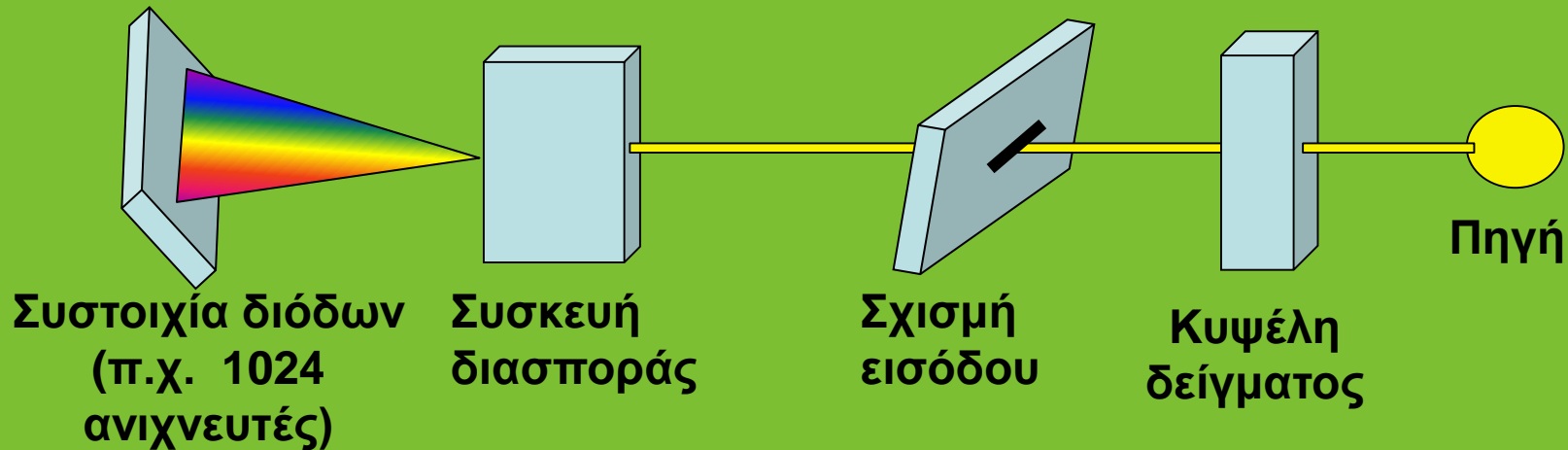
✓ Φωτοδίοδος:

μια συσκευή ημιαγωγού που μετατρέπει το φως που απορροφάται στη φωτοδίοδο σε ηλεκτρικό ρεύμα.

✓ Διάταξη συστοιχίας φωτοδιόδων (Photodiode array, PDA):

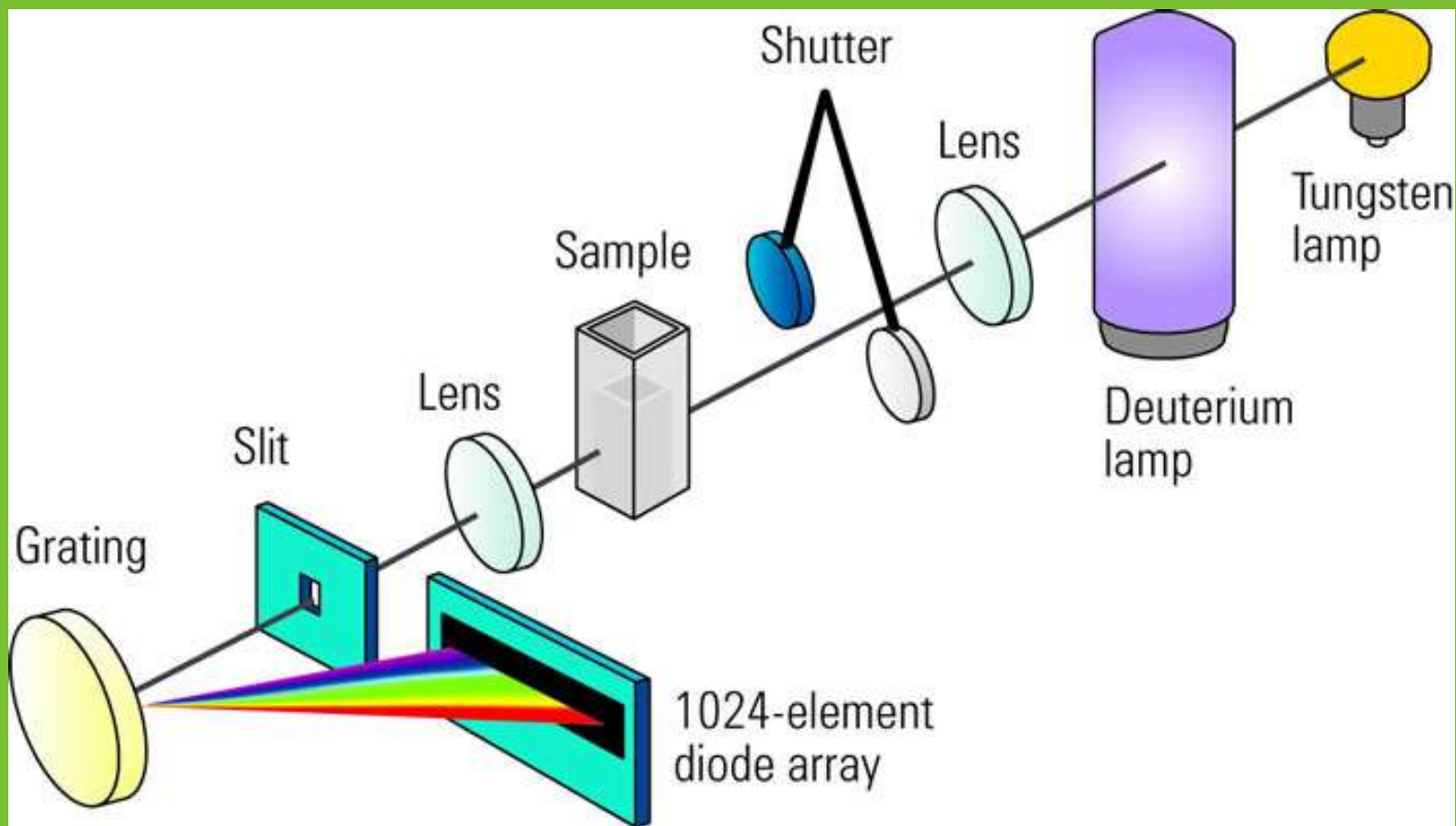
μια σειρά εκατοντάδων ή χιλιάδων φωτοδιόδων

Άσκηση 7β. Προσδιορισμός οργανικών οξέων με HPLC (DAD)



- Μια τυπική συστοιχία φωτοδιόδων με 1024 στοιχεία μπορεί να χωρίσει το αναδυόμενο φως από την κυψέλη ροής σε 1024 ξεχωριστά τμήματα, δηλαδή κάθε δίοδος μπορεί να μετρήσει φως σε εύρος μηκών κύματος <1 nm και κάθε μεμονωμένο μήκος κύματος στην επιλεγμένη περιοχή μπορεί να μετρηθεί μεμονωμένα εάν απαιτείται.
- Εύρος ακτινοβολίας UV 100-400 nm. Ανιχνευτές DAD 190-950 nm (π.χ. μια λυχνία δευτερίου, D) εκπέμπουν στην περιοχή UV 190-400 nm και μια λυχνία βολφραμίου (W) στην περιοχή του ορατού και εγγύς υπερύθρου (400-950 nm).

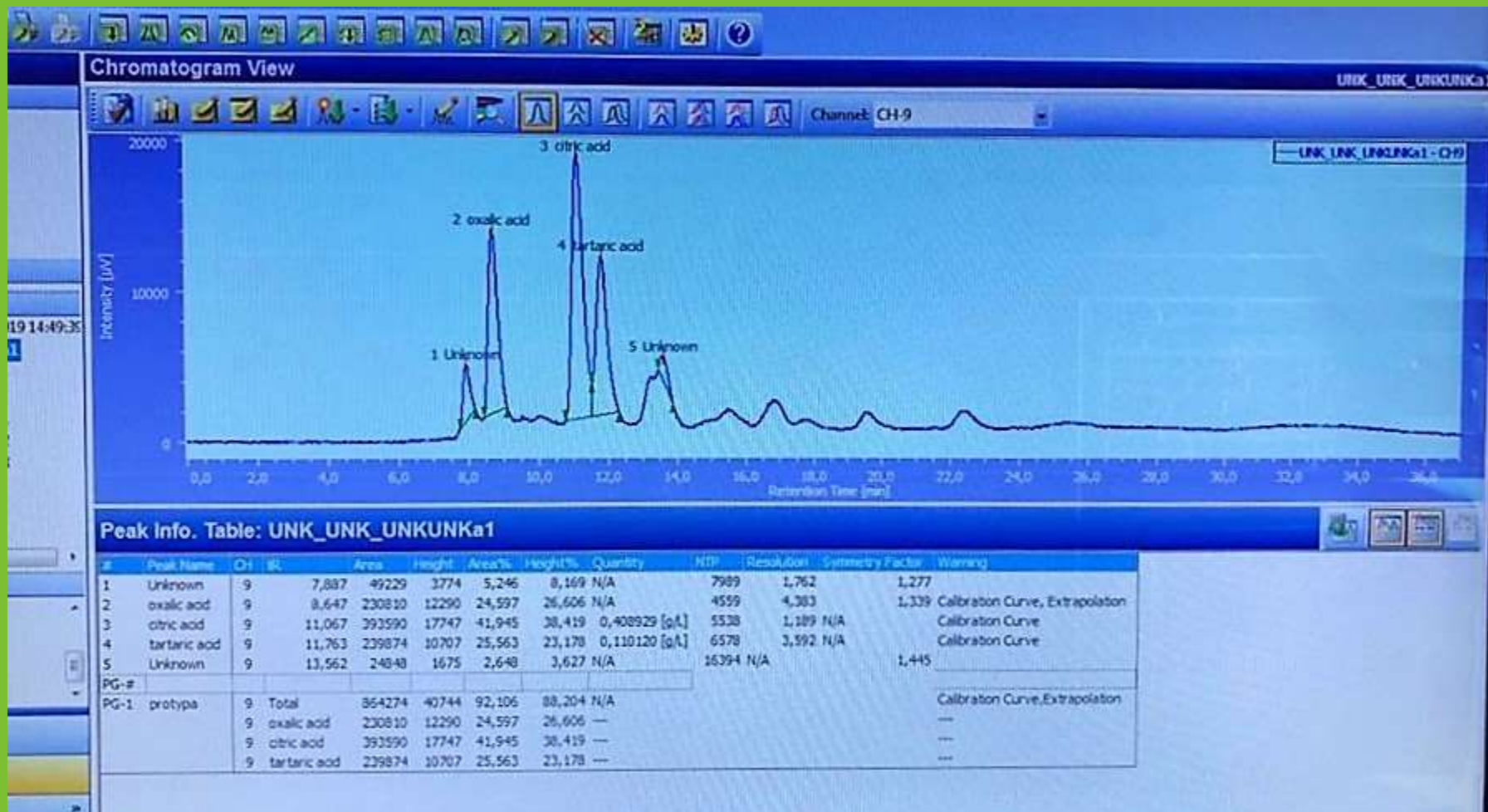
Άσκηση 7β. Προσδιορισμός οργανικών οξέων με HPLC (DAD)



Photodiode array detection schematic (<https://lab-training.com/benefits-of-photodiode-array-detection-over-conventional-scanning-detection/>)

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

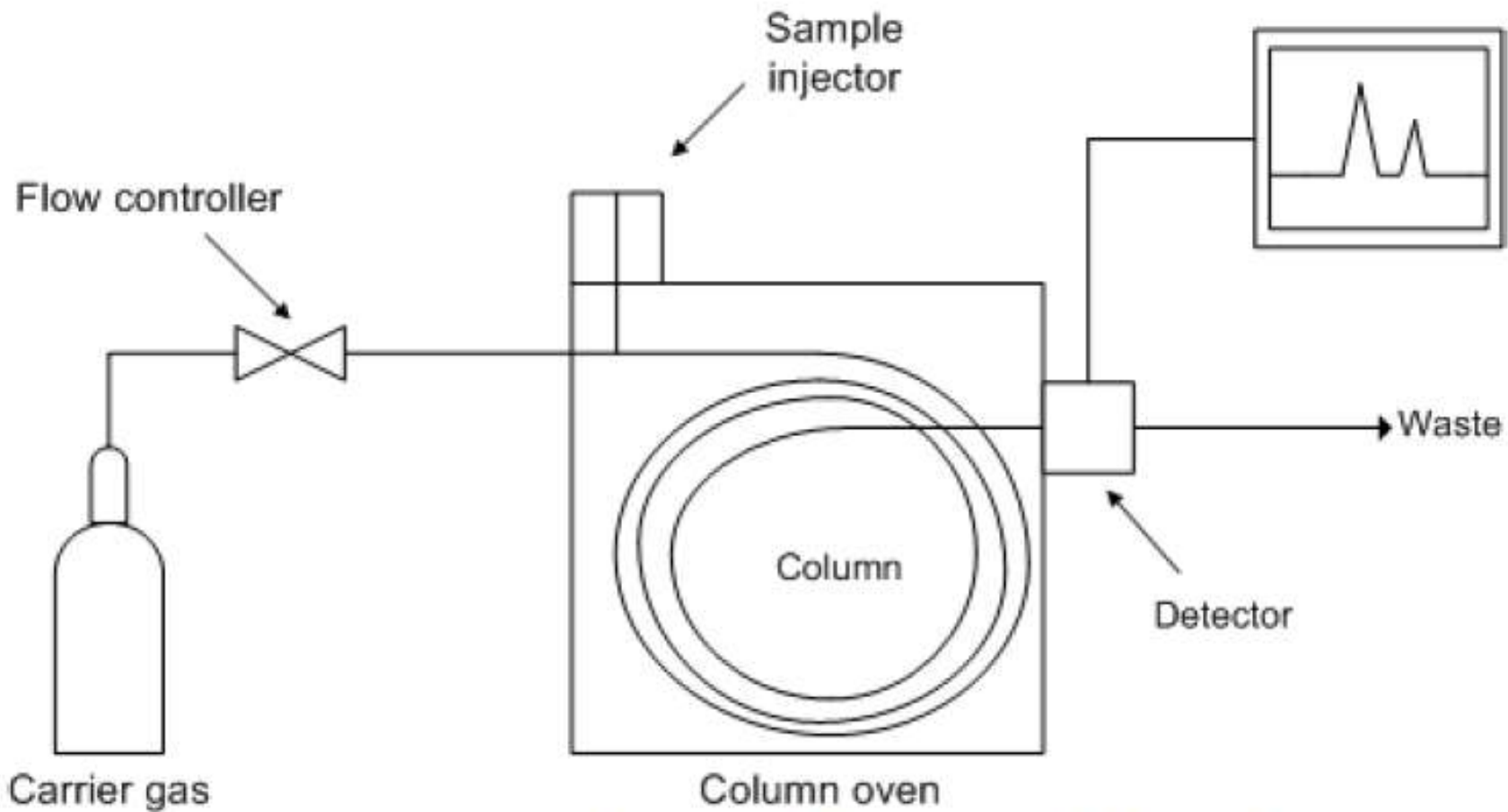
Άσκηση 7β. Προσδιορισμός οργανικών οξέων με HPLC (DAD)



Άσκηση 8.

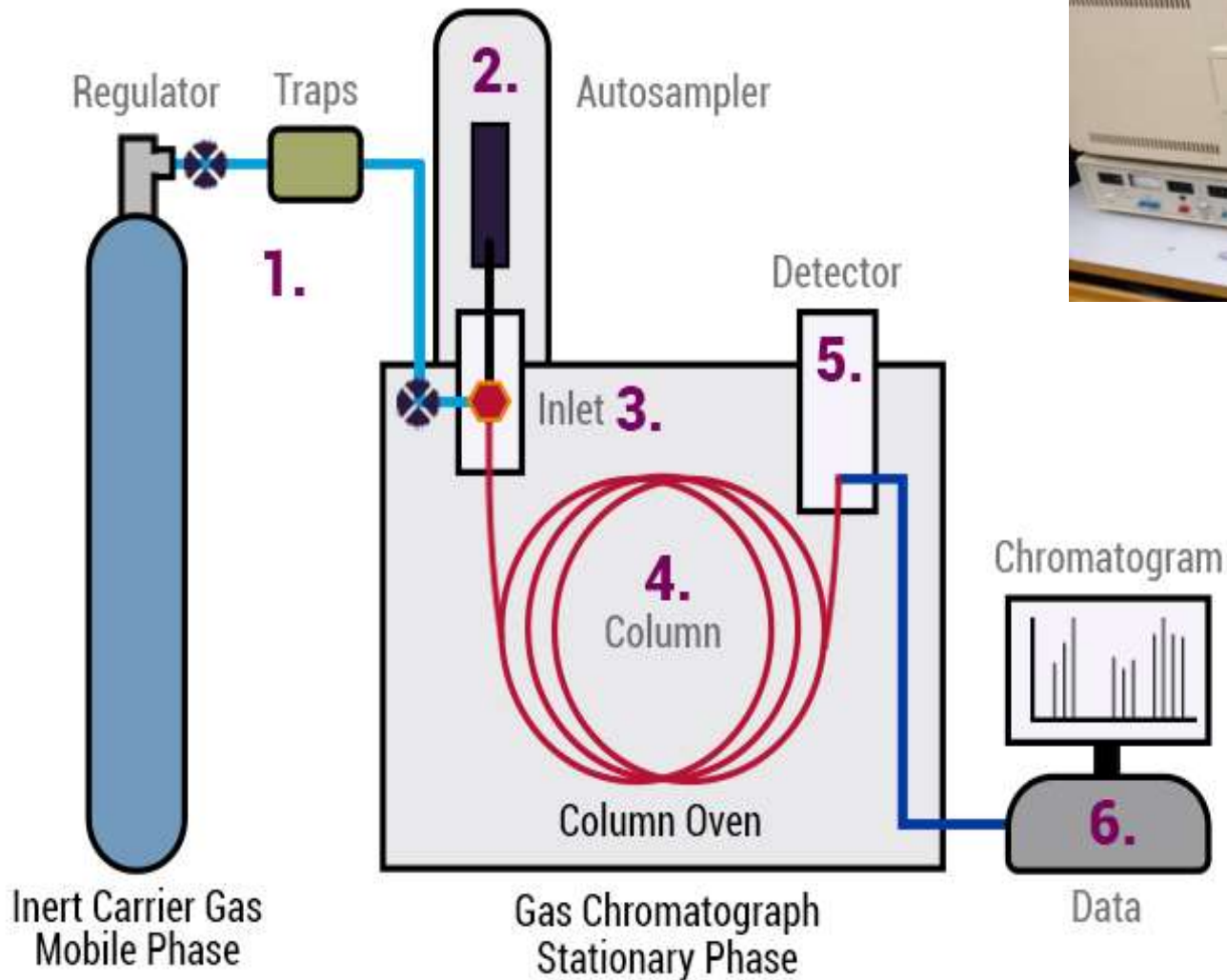
**Ανάλυση αλκοολών και μεθυλεστέρων
με αέρια χρωματογραφία (GC-FID)**

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ



Διαγραμματική απεικόνιση μεθόδου GC

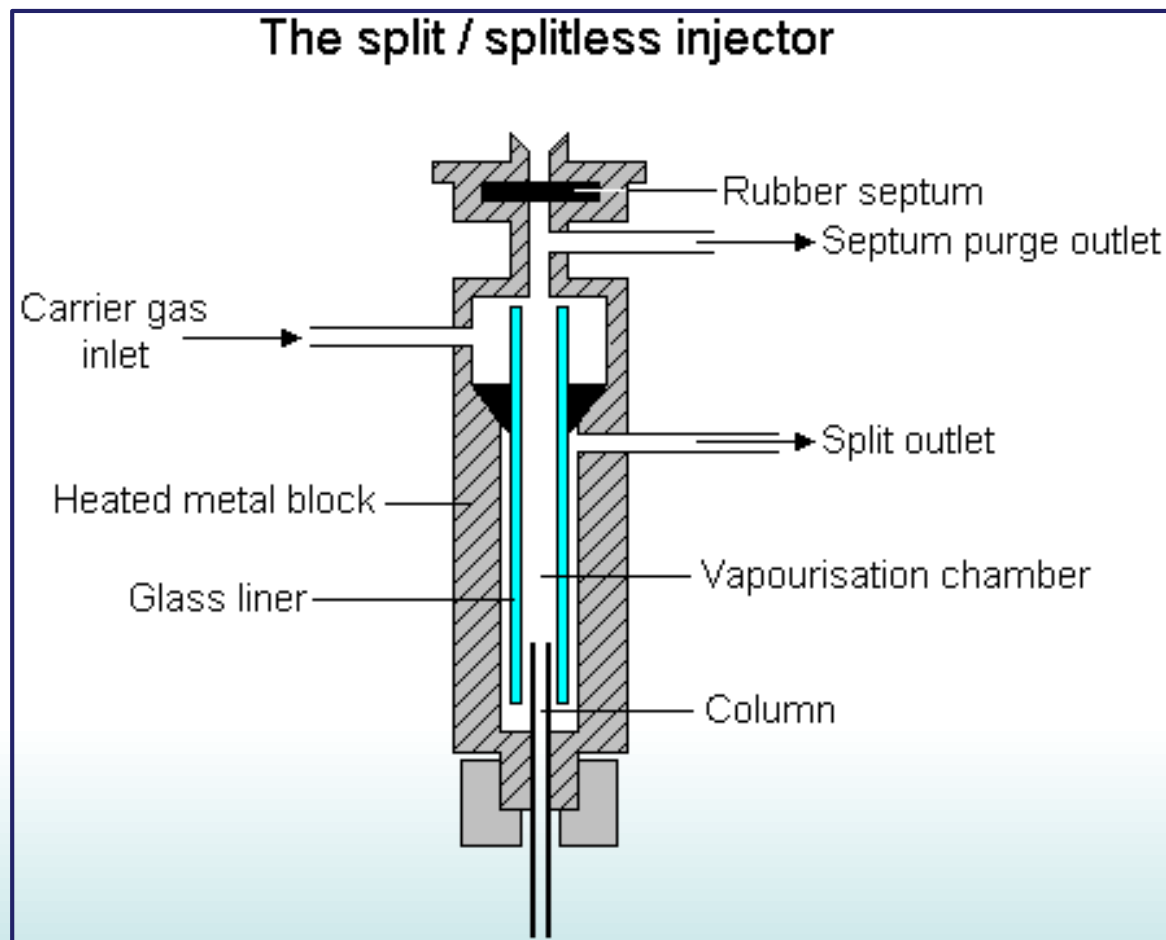
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ



Στήλες αέριας χρωματογραφίας (GC columns)



Σημείο εισαγωγής δείγματος στην (GC injection port)



An injection port commonly used in gas chromatography

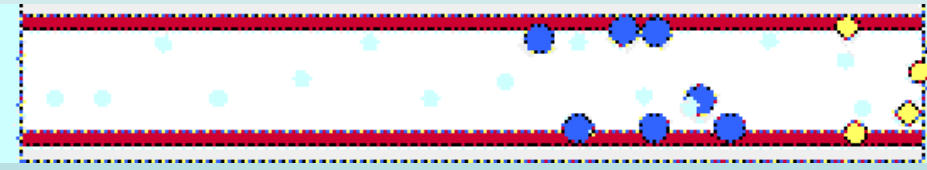
(<https://teaching.shu.ac.uk/hwb/chemistry/tutorials/chrom/gaschrn.htm>)

Προγραμματισμός θερμοκρασίας στην GC

Εισαγωγή δείγματος



Χαμηλή θερμοκρασία



Υψηλή θερμοκρασία



Προετοιμασία του δείγματος στην GC

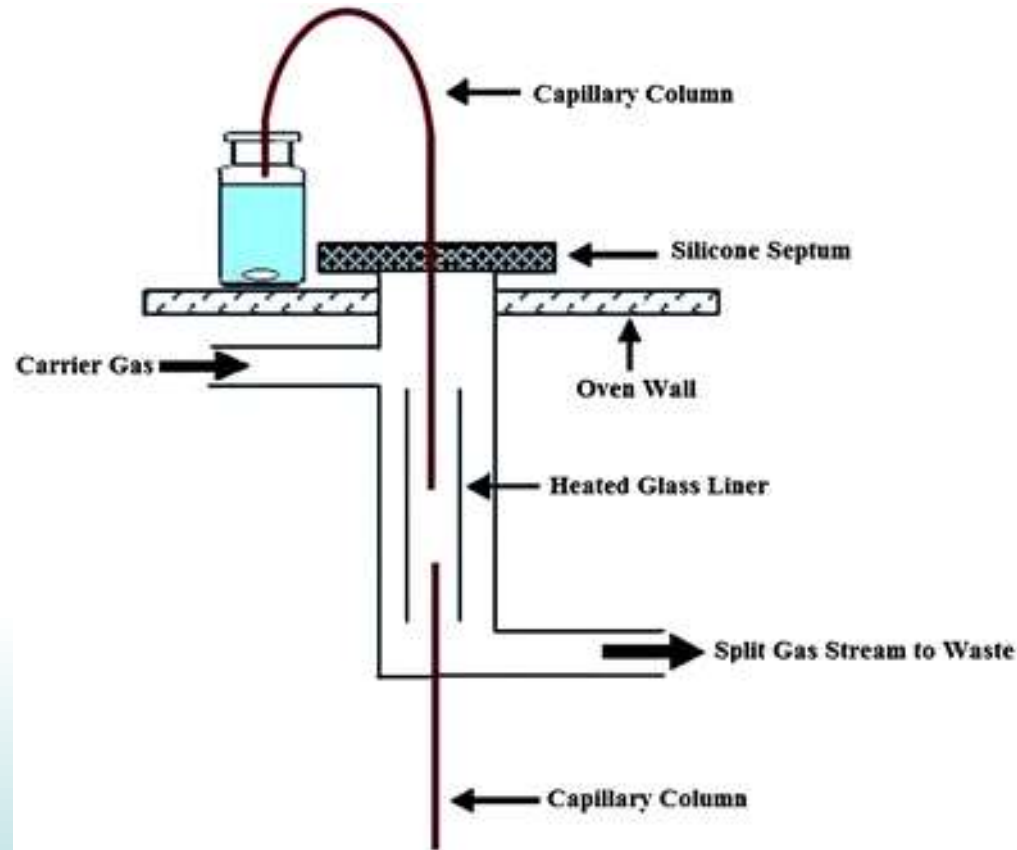
- 1) Μέθοδοι υπερκείμενης φάσης (**Headspace**)
- 2) Μέθοδοι απόσταξης (**Distillation**)
- 3) Μέθοδοι εκχύλισης (**Solvent Extraction**)
- 4) Μέθοδοι μικρο-εκχύλισης στερέας φάσης
(**Solid-Phase Micro-extraction; SPME**)

Προετοιμασία του δείγματος στην GC

1) Μέθοδοι υπερκείμενης φάσης (Headspace)

α) Direct headspace

Σε κλειστό δοχείο λαμβάνεται δείγμα του αέρα πάνω από το δείγμα και αναλύεται κατευθείαν στο χρωματογράφο

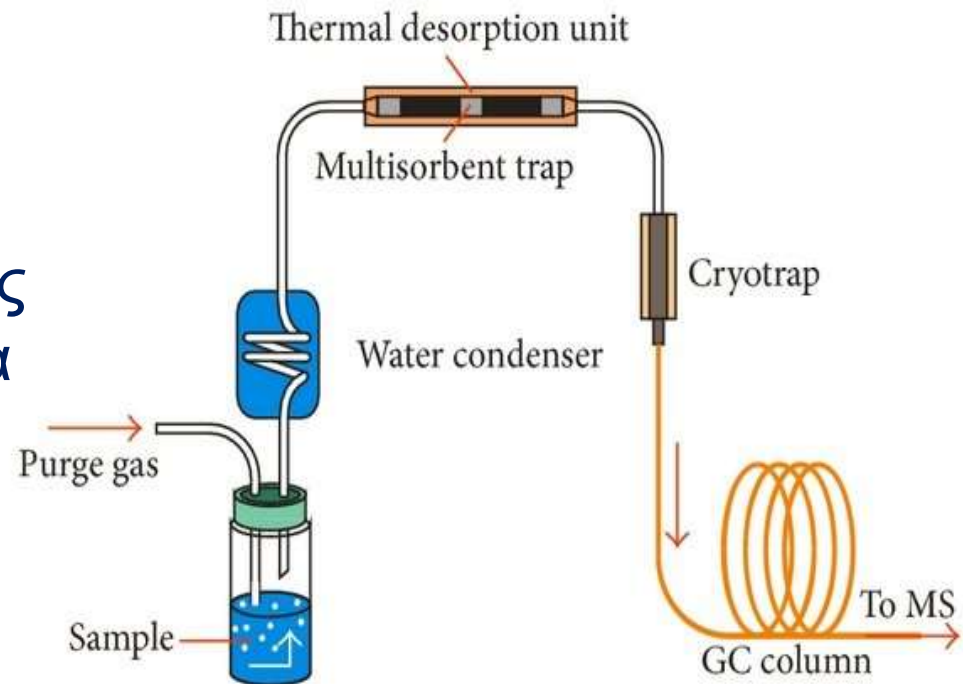


Προετοιμασία του δείγματος στην GC

1) Μέθοδοι υπερκείμενης φάσης (Headspace)

β) Dynamic headspace

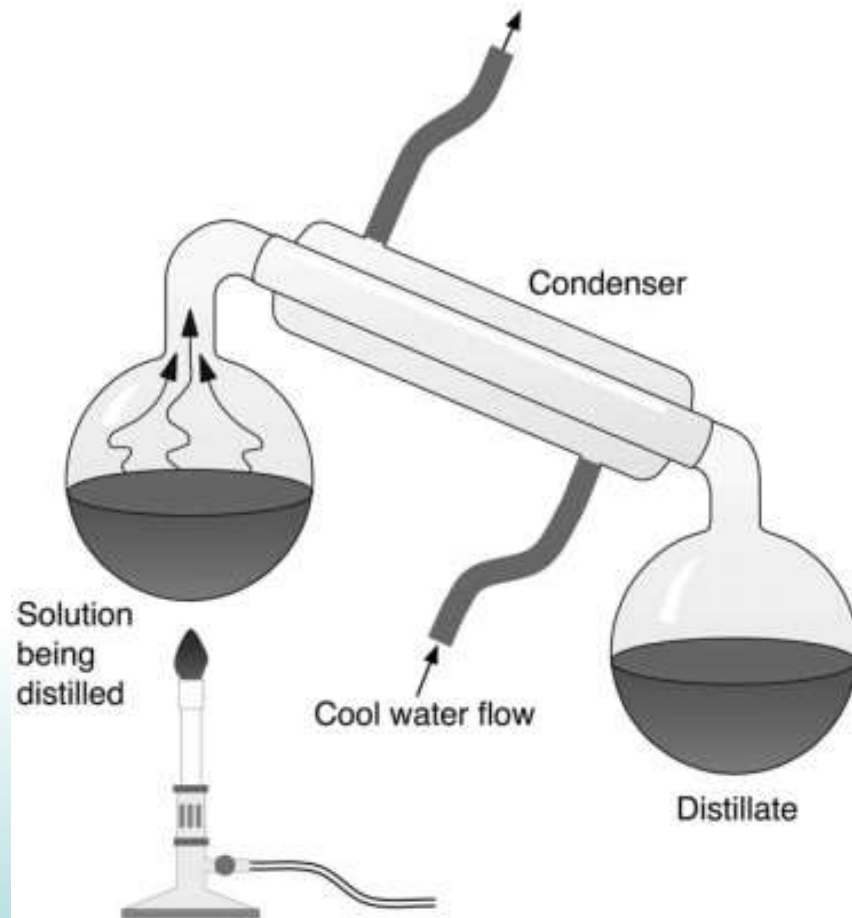
- Το δείγμα τοποθετείται σε κλειστό δοχείο και ένα αδρανές αέριο, π.χ. N_2 , διοχετεύεται για να παρασύρει (**purge**) τον υπερκείμενη αέρια φάση σε μια παγίδα ή ένα προσροφητικό μέσο (παγίδα, **trap**) → “**purge & trap**”



- Η παγίδα στη συνέχεια εκχυλίζεται με ένα διαλύτη και το εκχύλισμα αναλύεται με GC.

Προετοιμασία του δείγματος στην GC

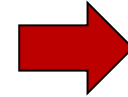
2) Μέθοδοι απόσταξης (Distillation)



Προετοιμασία του δείγματος στην GC

3) Μέθοδοι εκχύλισης (Solvent Extraction)

- Ανάμιξη δείγματος με μη μιγνυόμενο διαλύτη
- Φυγοκέντριση για διαχωρισμό από το στερεό υπόλειμμα
- Διαχωρισμός του διαλύτη και συμπύκνωση πριν την GC



GC



Προετοιμασία του δείγματος στην GC

4) Μέθοδοι μικροεκχύλισης στερέας φάσης (Solid-Phase Micro-extraction; SPME)

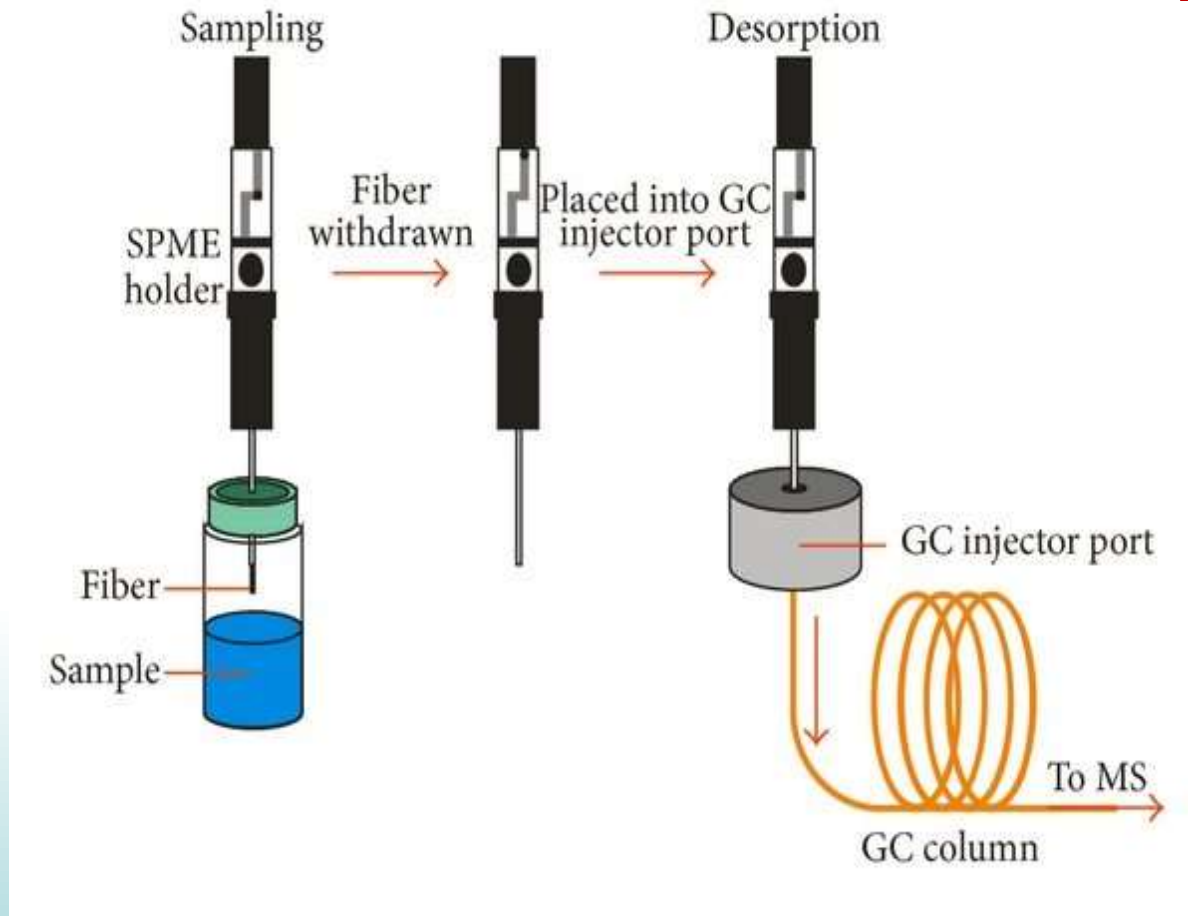
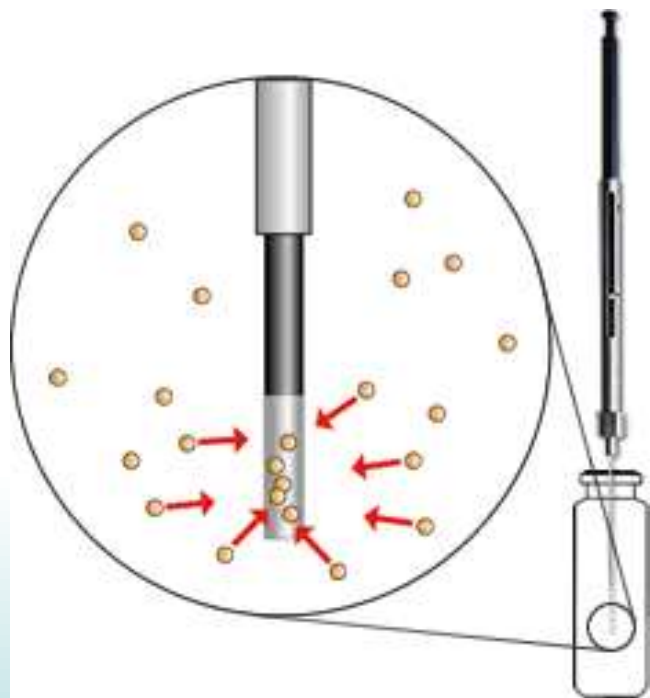


Diagram of analysis with SPME-GC-MS (Schmidt & Podmore, 2015).

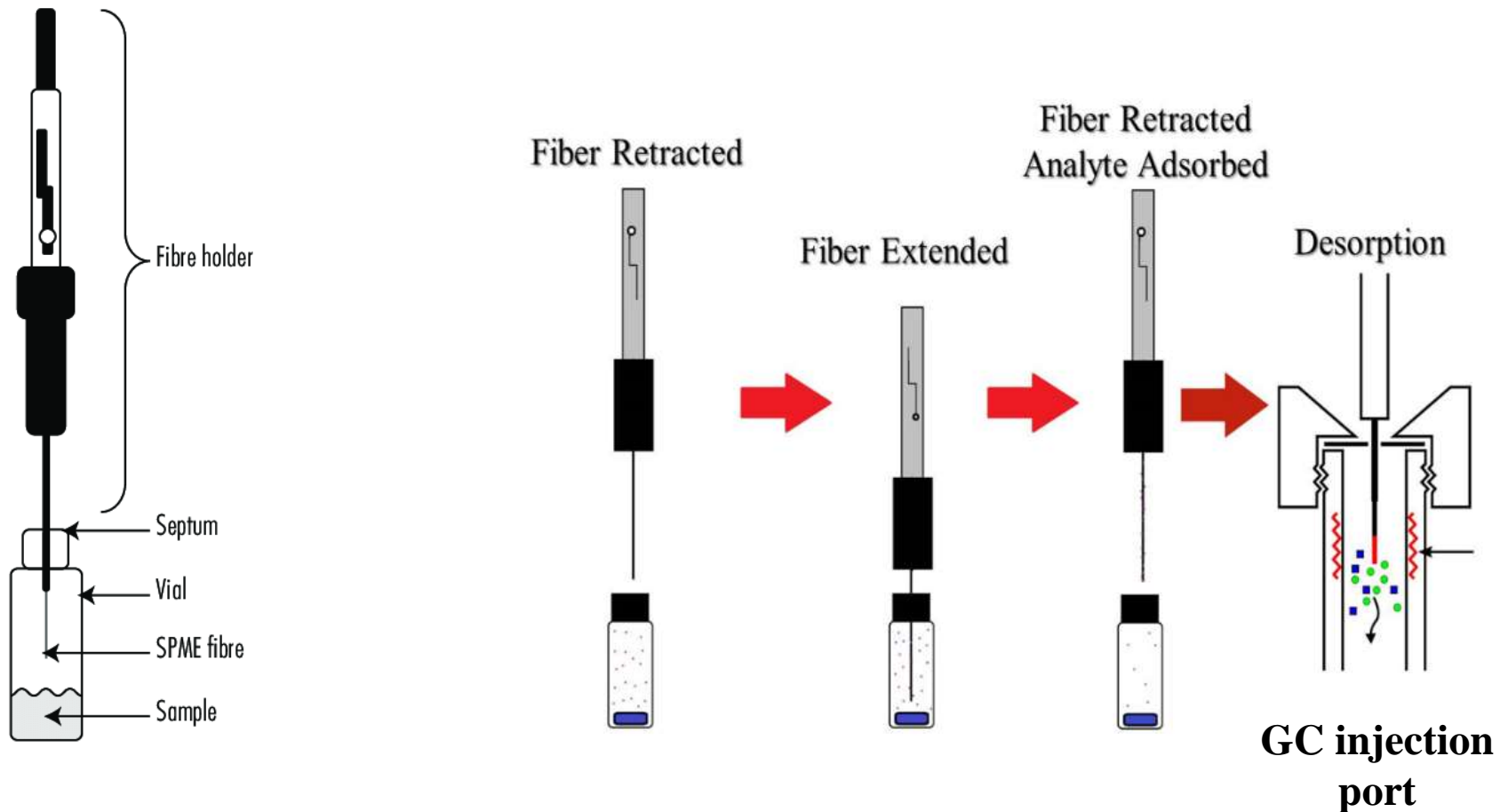
Προετοιμασία του δείγματος στην GC

4) Μέθοδοι μικροεκχύλισης στερέας φάσης (Solid-Phase Micro-extraction; SPME)



Προετοιμασία του δείγματος στην GC

4) Μέθοδοι μικροεκχύλισης στερέας φάσης (Solid-Phase Micro-extraction; SPME)



Άσκηση 8α. Ανάλυση αλκοολών με GC-FID

- Κατασκευάζεται αρχικά πρότυπη καμπύλη με πρότυπα διαλύματα
 - ✓ 50-200 mg/L μεθανόλης
 - ✓ 1-10 % v/v αιθανόλης
 - ✓ με 0.05 % v/v βουτανόλη-1 ως εσωτερικό πρότυπο

Άσκηση 8α. Ανάλυση αλκοολών με GC-FID

Αέριος

χρωματογράφος

SHIMADZU GC-8A με
ανιχνευτή ιονισμού
φλόγας (Flame
Ionization Detector - FID)
συνδεδεμένο με
ολοκληρωτή
SHIMADZU C-R6A.



Άσκηση 8α. Ανάλυση αλκοολών με GC-FID

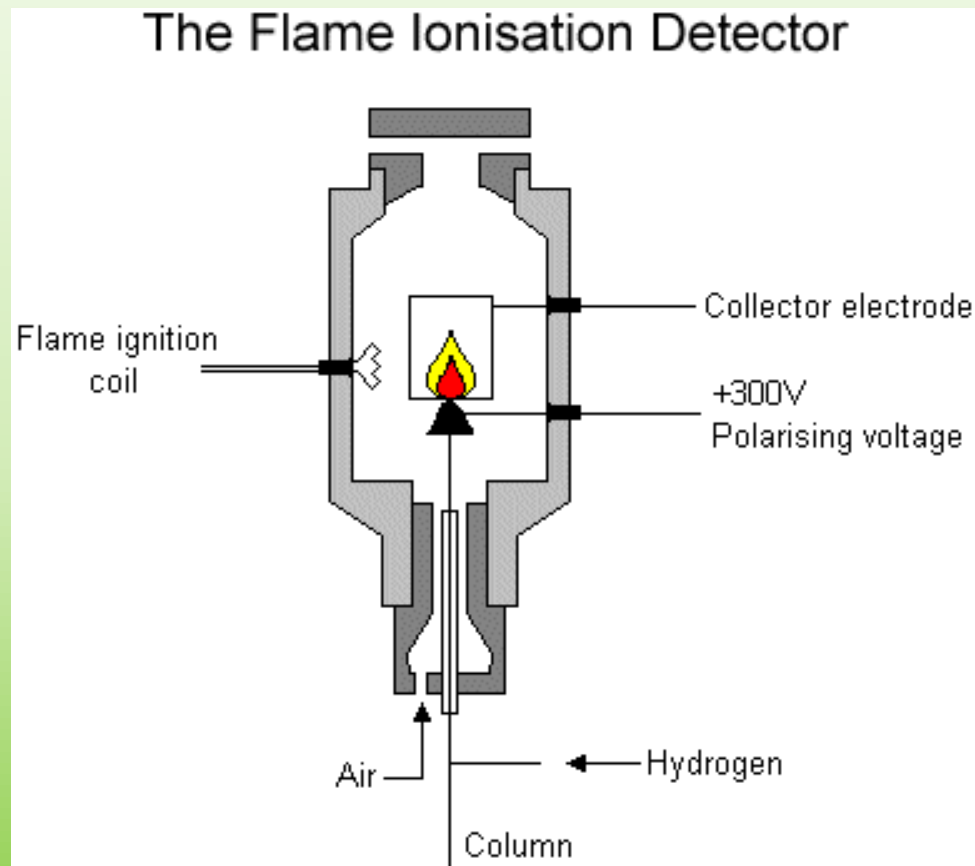
- Αέριο καύσης στον ανιχνευτή: μίγμα από καθαρά αέρια H_2 & O_2 με πιέσεις $0,6$ & $0,2$ Kg/cm^2 αντίστοιχα.
- Φέρον αέριο: άζωτο υψηλής καθαρότητας με ροή 60 mL/min .



Άσκηση 8α. Ανάλυση αλκοολών με GC-FID

Flame Ionization Detector FID

- Η λειτουργία του FID βασίζεται στην ανίχνευση ιόντων που σχηματίζονται κατά την καύση οργανικών ενώσεων σε φλόγα H_2 .
- Η παραγωγή ιόντων είναι ανάλογη της συγκέντρωσης των οργανικών ενώσεων στο ρεύμα αερίου του δείγματος.



Σύνδεσμοι:

<https://teaching.shu.ac.uk/hwb/chemistry/tutorials/chrom/gaschrm.htm>

<https://www.youtube.com/watch?v=M8d1u7kFZe0>

<https://www.youtube.com/watch?v=PV4NYBUaUrQ>

Άσκηση 8α. Ανάλυση αλκοολών με GC-FID

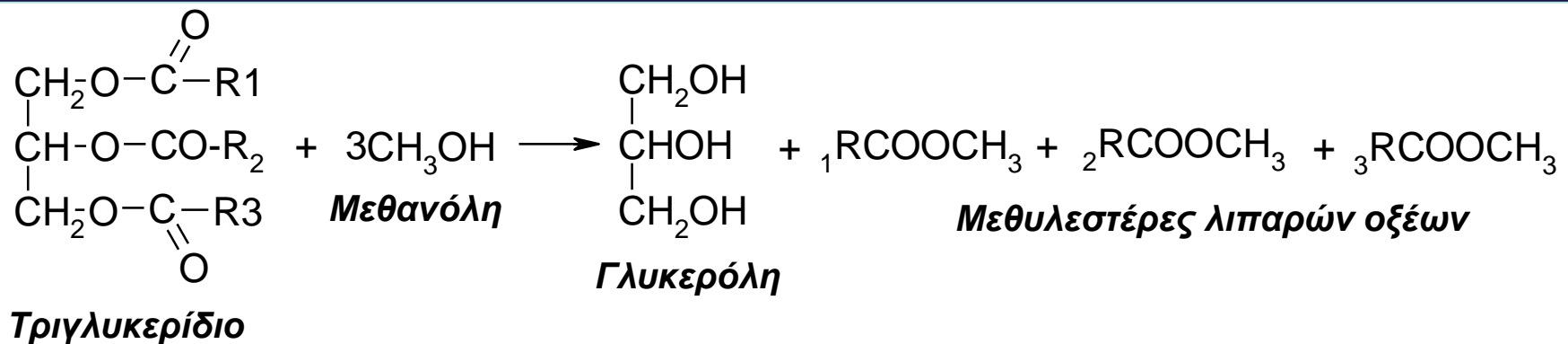
- **Στήλη**: Porapak S μήκ. 2 m από ανοξείδωτο χάλυβα & εσωτερική διάμετρο 1/8''
- **Θερμοκρασία στήλης** 130-180 °C (αύξηση με ρυθμό 3 °C/min).
- **Θερμοκρασία στο σημείο έγχυσης** του δείγματος και στον ανιχνευτή είναι 210 °C.
- Οι ενέσεις των δειγμάτων (2 μL) γίνονται απευθείας στο χρωματογράφο χωρίς αραίωση.



Άσκηση 8β. Μετεστεροποίηση λιπαρών υλών και ανάλυση των πτητικών μεθυλεστέρων με GC-FID

Αρχή

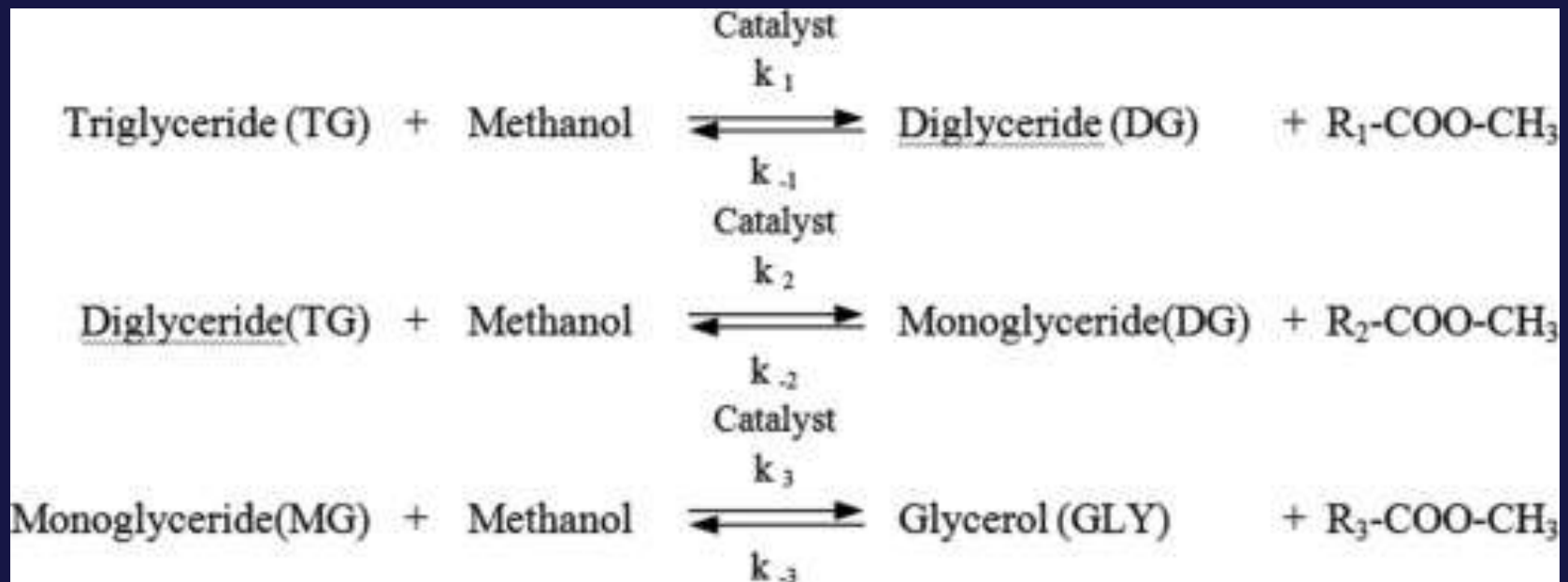
- Τα δείγματα κατεργάζονται ώστε τα γλυκερίδια να μετατραπούν σε **μεθυλεστέρες των λιπαρών οξέων** (**μετεστεροποίηση με μεθανόλη**):



- Κάθε έλαιο δίνει συγκεκριμένη σύνθεση, ποιοτική και ποσοτική, μεθυλεστέρων κορεσμένων και ακόρεστων λιπαρών οξέων

Άσκηση 8β. Μετεστεροποίηση λιπαρών υλών και ανάλυση των πτητικών μεθυλεστέρων με GC-FID

Αντιδράσεις



Άσκηση 8β. Μετεστεροποίηση λιπαρών υλών και ανάλυση των πτητικών μεθυλεστέρων με GC-FID

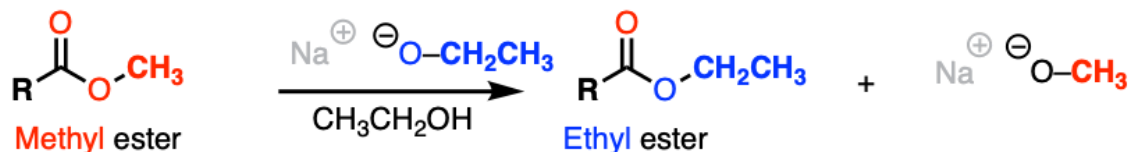
Αντιδράσεις (αλκαλική και όξινη κατάλυση)

Transesterification is a process that converts one ester into another ester through an exchange of the OR group.

The C-O bond breaks and the C-O bond is formed



Transesterification can be done under **basic conditions** by treating the ester with an **alkoxide** base.



The solvent is usually the conjugate acid of the alkoxide (e.g. CH₃CH₂OH)

Transesterification can be performed under **acidic** conditions through the treatment of the ester with an **excess** of an alcohol, in the presence of an acid catalyst.



Cyclic esters (lactones) can be formed from ester-alcohols under basic or acidic conditions.

Άσκηση 8β. Μετεστεροποίηση λιπαρών υλών και ανάλυση των πτητικών μεθυλεστέρων με GC-FID

Ο χρωματογράφος (Shimadzu gas chromatograph GC-8A) που θα χρησιμοποιηθεί περιλαμβάνει:

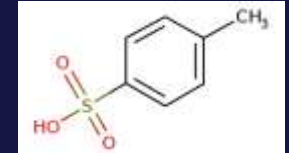
- i. Άζωτο ως φέρον αέριο (carrier gas) (ροή 20 mL/min)
- ii. Σημείο έγχυσης του δείγματος (injection port) (250 °C)
- iii. Στήλη (column): ανοξειδωτο ατσάλι | πακεταρισμένη με 10% FFAP (free fatty acid phase) προσροφημένη σε Chromosorb W AW 80-100 | μήκος 3 m
- iv. Ανιχνευτής ιονισμού φλόγας (FID; flame ionization detector) (250 °C)
- v. Σύστημα καταγραφής (C-R6A Cromatorack)
- vi. Θερμοκρασία στήλης: 160 °C → 250 °C (6°C/min)
- vii. Εσωτερικό πρότυπο ανθρακένιο 0.7% w/v
- viii. Ποσότητα δείγματος έγχυσης 2 μL

Άσκηση 8β. Μετεστεροποίηση λιπαρών υλών και ανάλυση των πτητικών μεθυλεστέρων με GC-FID

Μετεστεροποίηση της λιπαρής ύλης

Αντιδραστήρια

- Μείγμα όγκου 230 mL μεθανόλης: βενζόλιου, 3:1 v/v.
- Αραιώστε προσεκτικά σε αυτό 0,8 g 4-τολουολοσουλφονικού οξέος (p-TSA) ως καταλύτη.



Διαδικασία

- Σε σφαιρική φιάλη των 200 mL ζυγίζονται 1 g ελαιολάδου και προστίθενται 60 mL του παραπάνω αντιδραστηρίου
- Η φιάλη συνδέεται σε κάθετο ψυκτήρα και θερμαίνεται σε υδατόλουτρο για 2 h
- Η φιάλη ψύχεται και το περιεχόμενο μεταφέρεται σε χοάνη διαχωρισμού των 250 mL
- Προστίθενται 100 mL απιονισμένου νερού και γίνεται εκχύλιση εις διπλούν με 50 mL πετρελαϊκού αιθέρα (σ.ζ. 30-60 °C)

Άσκηση 8β. Μετεστεροποίηση λιπαρών υλών και ανάλυση των πτητικών μεθυλεστέρων με GC-FID

Μετεστεροποίηση της λιπαρής ύλης

Διαδικασία

- Τα εκχυλίσματα πλένονται μερικές φορές με 20 mL απ. νερού μέχρι να απομακρυνθεί πλήρως το οξύ
- Προστίθεται ποσότητα Na_2SO_4 για να αφυδατώσει το εκχύλισμα το οποίο στη συνέχεια μεταφέρεται σε περιστροφικό εξατμιστή για απομάκρυνση του διαλύτη
- Το παχύρευστο υγρό που παραμένει περιέχει τους μεθυλεστέρες των ανώτερων λιπαρών οξέων

Άσκηση 8β. Μετεστεροποίηση λιπαρών υλών και ανάλυση των πτητικών μεθυλεστέρων με GC-FID

Ανάλυση GC

Διαδικασία

- Διαλύεται σε τολουόλιο για να δώσει συγκέντρωση 0.1-1%
- Το τολουόλιο περιέχει 0.7 g/100 mL ανθρακένιο ως εσωτερικό πρότυπο (που προστέθηκε ακριβώς πριν τη χρήση)
- Αναλύεται με αέρια χρωματογραφία
- Ταυτόχρονα παρασκευάζεται πρότυπο διάλυμα γνωστών συγκεντρώσεων ελαϊκού & παλμιτικού μεθυλεστέρα σε τολουόλιο (εύρος 0.1-1% όπως και το άγνωστο δείγμα), με ανθρακένιο ως εσωτερικό πρότυπο

Άσκηση 8β. Μετεστεροποίηση λιπαρών υλών και ανάλυση των πτητικών μεθυλεστέρων με GC-FID

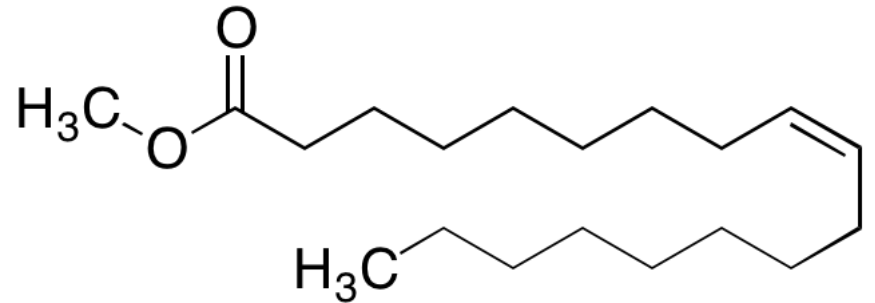
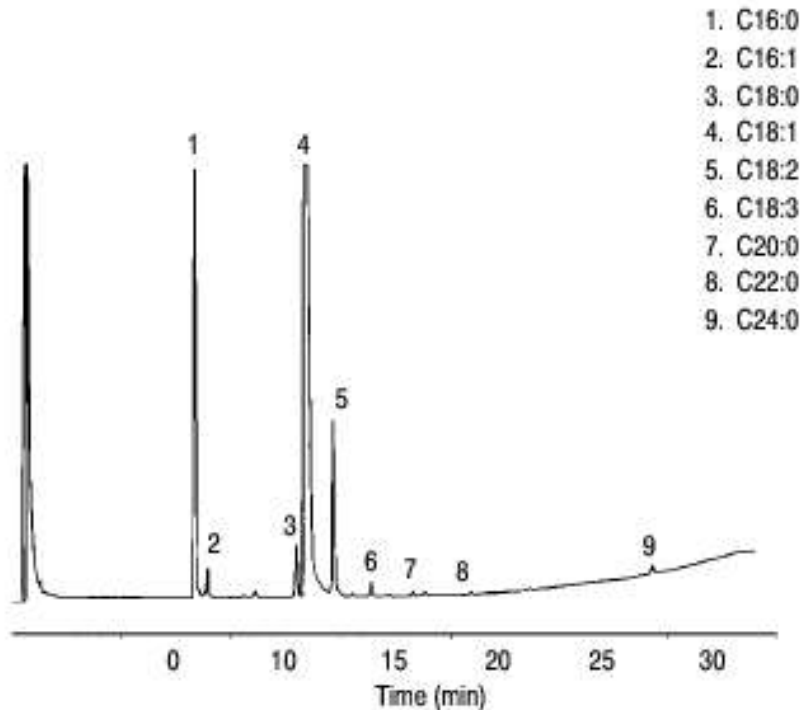
Ανάλυση GC

Διαδικασία

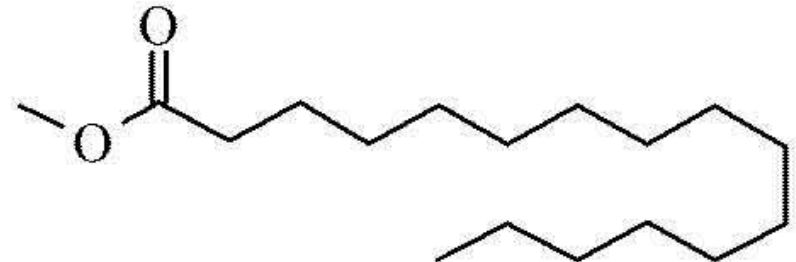
- Η ολική συγκέντρωση των μεθυλεστέρων πρέπει να είναι 0.1-1%
- Τα διαλύματα εγχέονται απευθείας στο χρωματογράφο
- Η συγκέντρωση του λινολεϊκού μεθυλεστέρα υπολογίζεται θεωρώντας ότι είναι ίση με του ελαϊκού
- Το χρωματογράφημα του πρότυπου διαλύματος δίνει το χρόνο συγκράτησης (ταυτοποίηση) και την επιφάνεια (μέτρο της συγκέντρωσης) της κορυφής για την κάθε ένωση

Άσκηση 8β. Μετεστεροποίηση λιπαρών υλών και ανάλυση των πτητικών μεθυλεστέρων με GC-FID

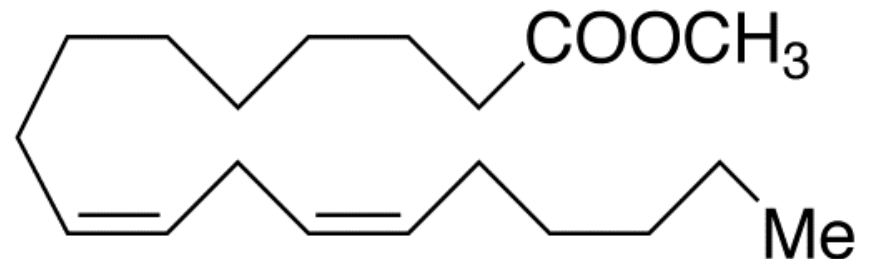
Greek Olive Oil (Methyl Ester)



Μεθυλεστέρας ελαϊκού οξέως (C18:1 cis-9)



Μεθυλεστέρας παλμιτικού οξέως (C16:0)



Μεθυλεστέρας λινολεϊκού οξέως (C18:2 cis,cis-9,12)

**Άσκηση 9. Ανάλυση αρωματικού
προφίλ με αέρια χρωματογραφία –
φασματομετρία μάζας και
Μικροεκχύλιση Στερεάς Φάσης
(SPME GC-MS)**

Άσκηση 9. Ανάλυση αρωματικού προφίλ με SPME GC-MS

- Είναι αναλυτική τεχνική που περιλαμβάνει αέριο χρωματογράφο (**GC**) σε συνδυασμό με φασματομέτρο μάζας (**MS**)
- Δυνατότητα διαχωρισμού και ποσοτικού προσδιορισμού πολύπλοκων μιγμάτων πτητικών χημικών ουσιών
- Μη πτητικές ενώσεις μπορεί να διαχωριστούν και να αναλυθούν μετά από χημική τροποποίηση (**παραγωγοποίηση; derivatisation**).
- Ο διαχωρισμός και η έκλυση των ενώσεων προς το MS γίνεται με βάση της αρχές της αέριας χρωματογραφίας όπως περιγράφονται παραπάνω.

Άσκηση 9. Ανάλυση αρωματικού προφίλ με SPME GC-MS

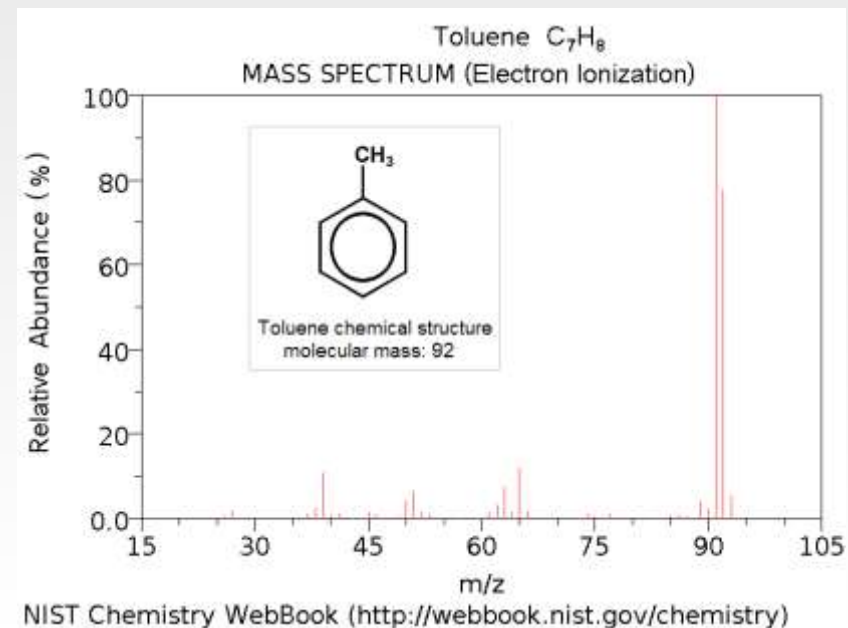
- Η φασματομετρία μάζας περιλαμβάνει παραγωγή ιόντων από δείγμα σε αέρια φάση, τα οποία επιταχύνονται με τη βοήθεια μαγνητικού ή ηλεκτρικού πεδίου & ανιχνεύονται σε διαστήματα ανάλογα με το λόγο μάζας προς φορτίο τους (m/z).
- Μέθοδοι ιονισμού:
 - ✓ με ηλεκτρόνια (**Electron Impact; EI**)
 - ✓ χημικός ιονισμός (**Chemical Impact; CI**)
 - ✓ ιονισμός με πεδίο (**Field Impact; FI**)

Άσκηση 9. Ανάλυση αρωματικού προφίλ με SPME GC-MS

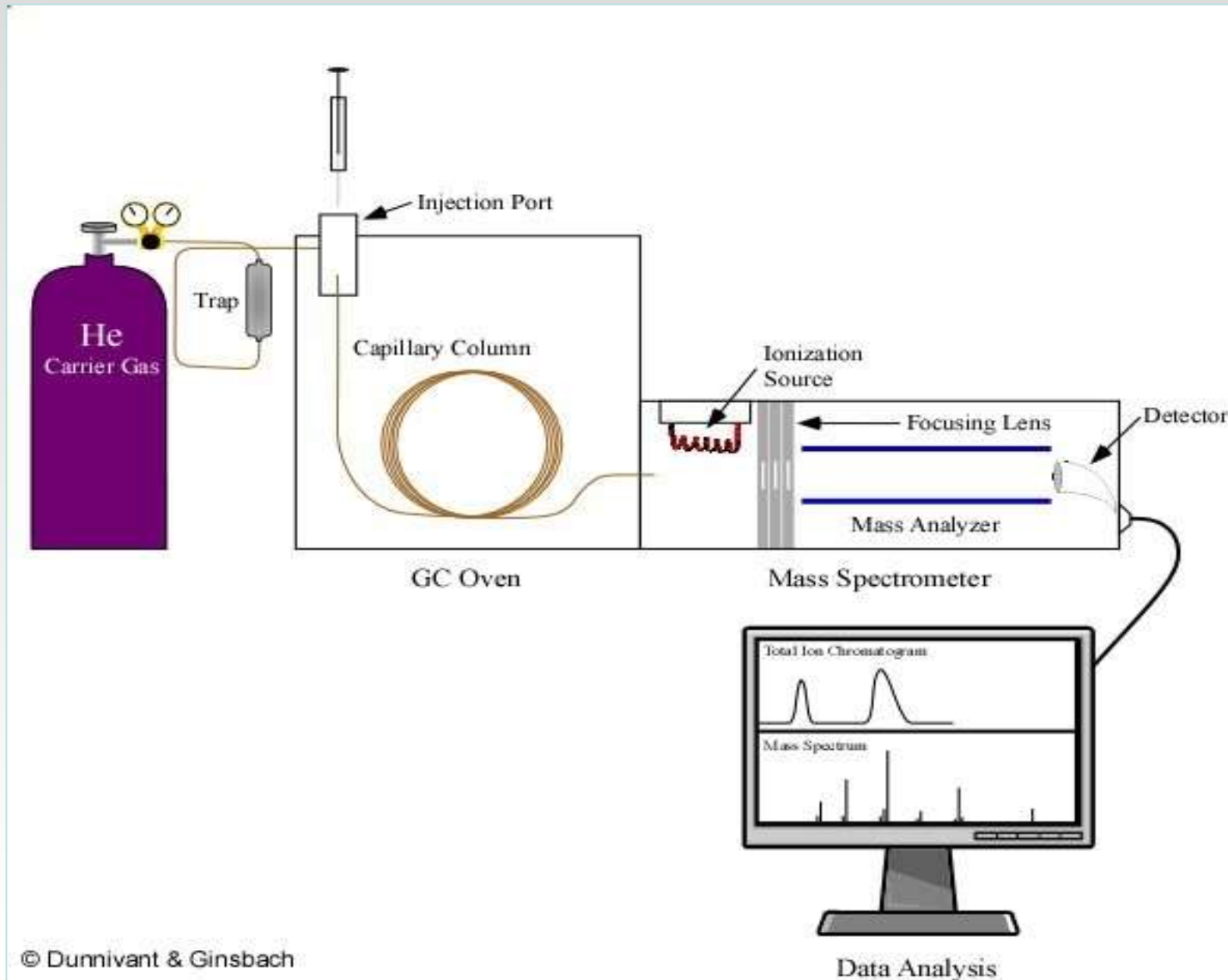
- Στον EI τα μόρια του δείγματος ιονίζονται από δέσμη e^- υψηλής ενέργειας (10-100 eV) με αποτέλεσμα την απώλεια 1 e^- και τη δημιουργία 1 θετικά φορτισμένου σωματιδίου (M^+) (μοριακό ιόν).



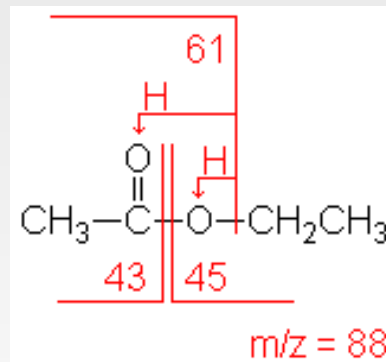
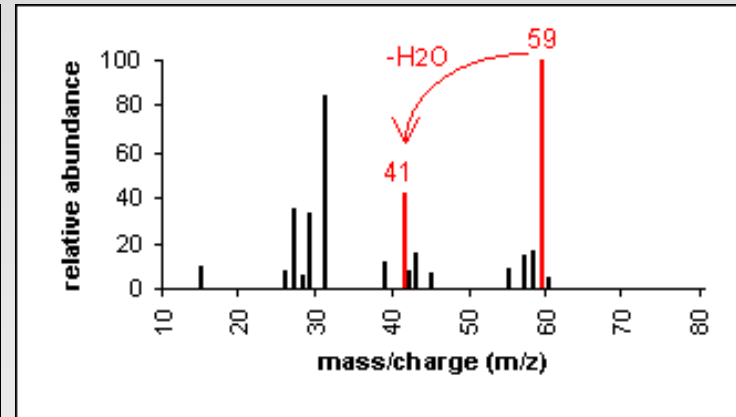
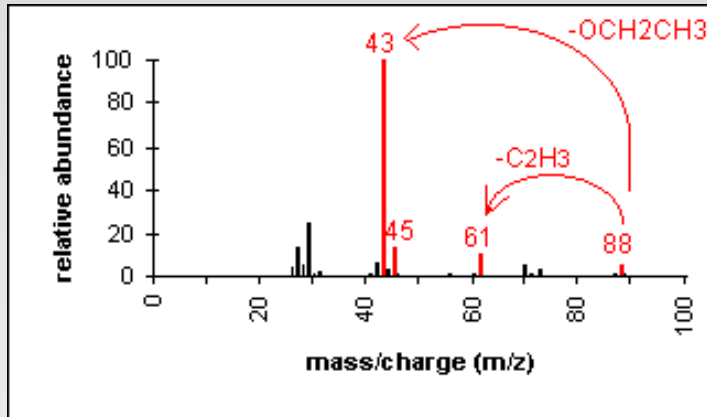
- Τα ιόντα εισέρχονται σε ανιχνευτή που στέλνει το αντίστοιχο σήμα σε καταγραφικό σύστημα όπου τα δεδομένα καταγράφονται υπό μορφή φάσματος



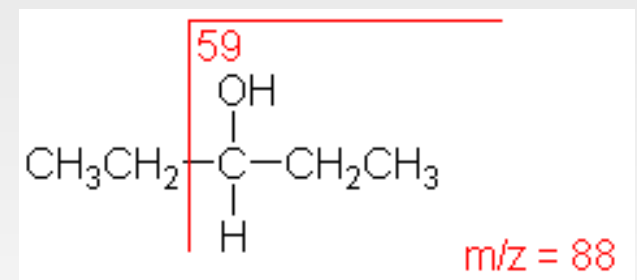
Άσκηση 9. Ανάλυση αρωματικού προφίλ με SPME GC-MS



Άσκηση 9. Ανάλυση αρωματικού προφίλ με SPME GC-MS



Οξικός αιθυλεστέρας ($C_4H_8O_2$)
MW = 88.11



3-Πεντανόλη ($C_5H_{12}O$)
MW = 88.15

ΣΥΝΔΕΣΜΟΙ:

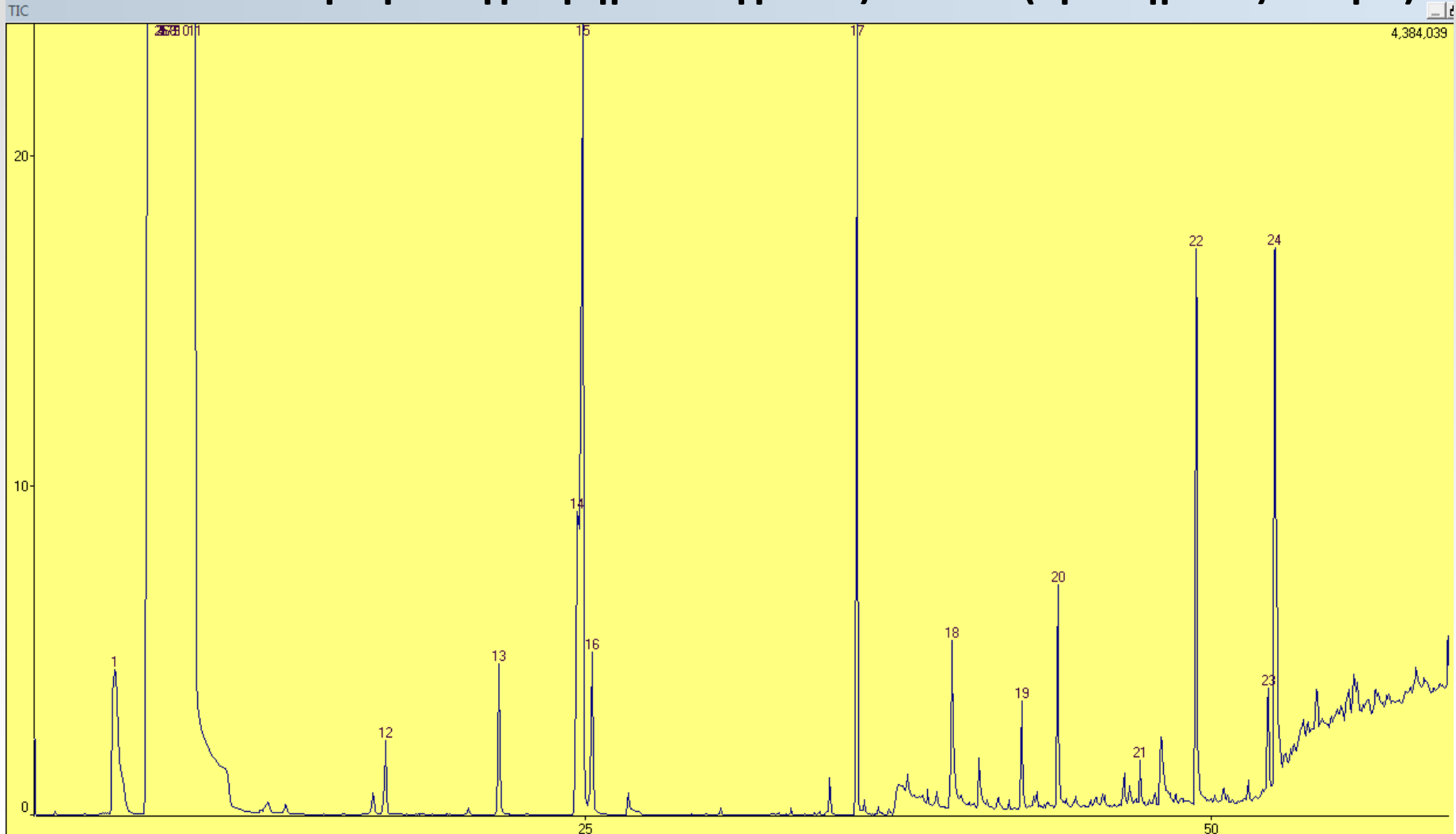
<https://www.youtube.com/watch?v=cBXgSPO3pzw>

<https://www.youtube.com/watch?v=myoIF-h1kKI>

<https://www.youtube.com/watch?v=OVXCcBw0iCQ>

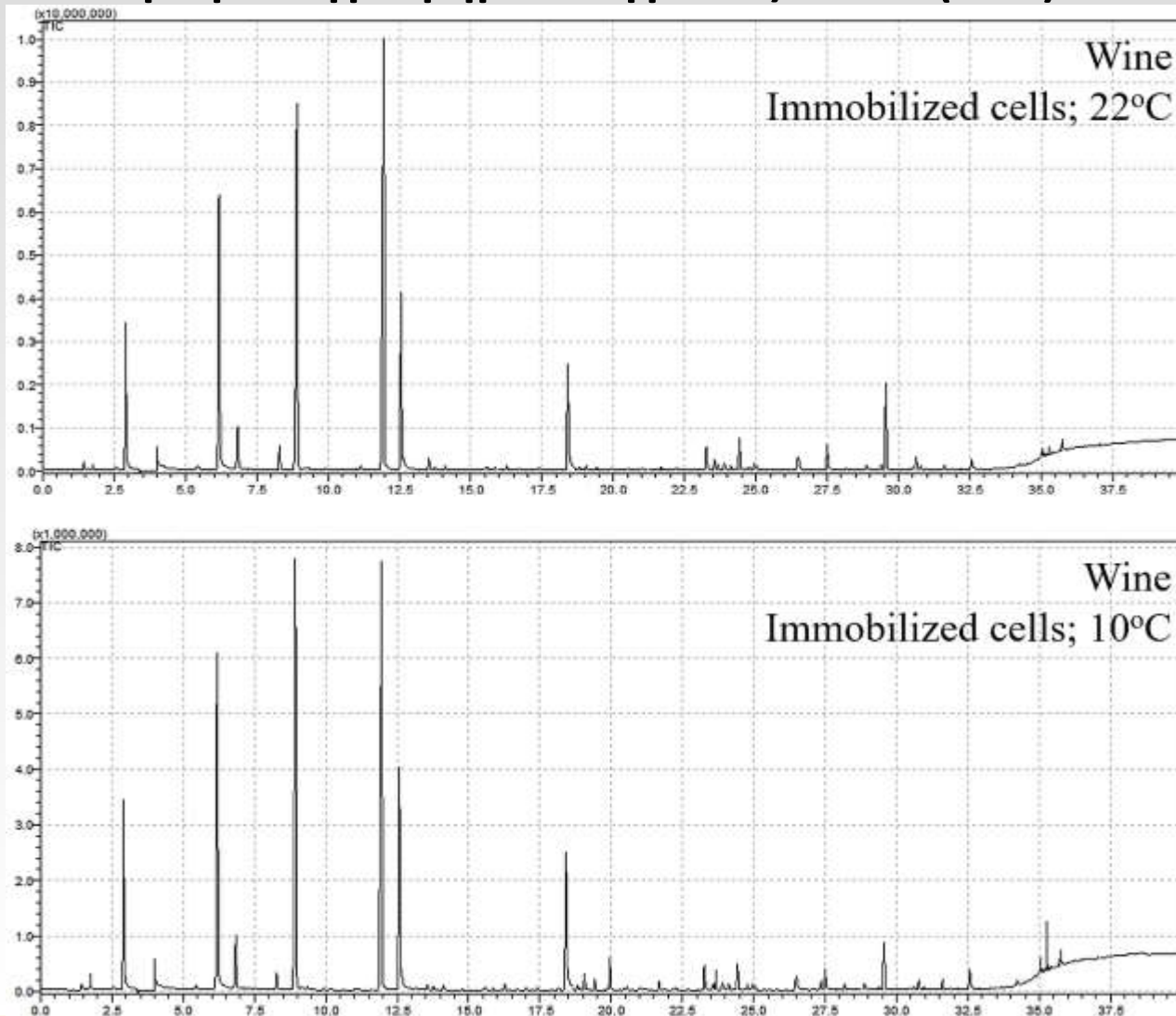
Άσκηση 9. Ανάλυση αρωματικού προφίλ με SPME GC-MS

ΠΑΡΑΔΕΙΓΜΑ. Χρωματογράφημα δείγματος οίνου (Τμ. Χημείας Πάτρα)



Άσκηση 9. Ανάλυση αρωματικού προφίλ με SPME GC-MS

ΠΑΡΑΔΕΙΓΜΑ: Χρωματογράφημα δείγματος οίνου (ΓΠΑ)



Άσκηση 9. Ανάλυση αρωματικού προφίλ με SPME GC-MS

Table: Volatiles identified by SPME GC/MS analysis in raisins as well as in wines produced by fermentation of raisin extracts by immobilized cells at 22 and 10 °C (normalized peak areas %).

Compound	RID	RI _{ref}	RI	Raisins	Immobilised cells		Odour/flavour descriptions*	Presence in grapes, raisins or wine†
					22 °C	10 °C		
Esters								
Methyl acetate	A	828	820.3	0.21	<0.01	<0.01	Ethereal, estery, fruity, winey, cognac	W ⁵ , O ²⁰
Ethyl acetate	A	888	882.3	5.52	5.59	6.72	Ethereal, fruity, grape, rummy	R ^{1,2,21} , W ^{8,9}
Ethyl propanoate	A	953	949	<0.01	0.08	0.07	Fruity, winey, grape, rummy	W ^{5,8,9}
Ethyl 2-methylpropanoate (ethyl isobutyrate)	A	961	958.2	<0.01	0.07	0.03	Ethereal, fruity, alcoholic, fusel, rummy	W ^{7,8}
Propyl acetate	A	973	967.8	<0.01	0.01	0.01	Solvent, pungent, fruity, celery, banana	W ^{5,9}
2-Methylpropyl acetate (isobutyl acetate)	A	1012	1012	<0.01	0.15	0.13	Fruity, ethereal, tropical, banana	W ^{5,7,8,9}
Ethyl butanoate (ethyl butyrate)	A	1035	1034.7	<0.01	15.54	17.26	Fruity, pineapple, cognac	W ^{4,5,7,8,9}
Ethyl 2-methylbutanoate (ethyl 2-methylbutyrate)	B	1051	1050.5	<0.01	0.02	<0.01	Fruity, berry, green, apple	W ^{4,7,9}
Ethyl 3-methylbutanoate (ethyl isovalerate)	B	1068	1066.1	<0.01	0.01	<0.01	Fruity, pineapple apple, orange	W ^{7,9}
Butyl acetate	A	1074	1069.7	<0.01	0.02	0.03	Ethereal, solvent, fruity, banana	V ²⁶ , W ^{7,9}
3-Methylbutyl acetate (isoamyl acetate)	A	1122	1120	<0.01	21.59	22.51	Fruity, banana, solvent	W ^{4,5,7,8,9,35}
Ethyl pentanoate (ethyl valerate)	A	1134	1132.5	<0.01	0.09	0.08	Fruity, apple, tropical	W ^{7,9}
2-Methylpropyl butanoate (isobutyl butyrate)	B	1158	1157.1	<0.01	0.05	0.03	Fruity, pineapple, rummy, bubble gum	O ²⁰
Ethyl (E)-2-butenolate	B	1160	1159.7	<0.01	0.04	0.03	Pungent, alliaceous, caramellic, rummy	W ⁶
Pentyl acetate (amyl acetate)	B	1176	1171.2	<0.01	0.01	0.01	Ethereal, fruity, banana, pear, apple	W ⁹
3-Methylbutyl propanoate (isoamyl propanoate)	B	1185	1187.2	<0.01	0.05	0.01	Fruity, tropical, waxy, banana, melon	O ²⁰
Butyl butanoate (butyl butyrate)	B	1220	1216.4	<0.01	0.05	0.04	Fruity, tropical, cherry, diffusive, ripe	O ²⁰
Ethyl hexanoate (ethyl caproate)	A	1233	1231.5	0.07	8.41	9.94	Fruity, waxy, pineapple, banana	R ^{1,2,19} , W ^{4,5,7,8,9}
3-Methylbutyl butanoate (isoamyl butyrate)	B	1259	1264.9	<0.01	0.51	0.20	Fruity, pear, apple, spicy, buttery	W ⁶
Hexyl acetate	A	1272	1271.8	<0.01	0.13	0.17	Fruity, apple, pear, banana	W ^{5,7,8,9}
Ethyl 5-hexenoate	C	1271	1277.3	<0.01	<0.01	0.01	Fruity, pineapple	W ²¹
Ethyl 3-hexenoate	C	1290	1292.5	<0.01	0.01	<0.01	Fruity, pineapple, metallic, fresh	O ²⁰
Ethyl heptanoate (ethyl capronate)	B	1331	1333.5	<0.01	0.07	0.06	Fruity, pineapple, cognac, rummy, winey	W ^{5,8,9}
Ethyl 2-hydroxypropanoate (ethyl lactate)	A	1347	1343.7	0.02	0.13	0.10	Sharp, tart, fruity, buttery, pineapple, caramel	W ^{4,5,7}
Heptyl acetate	C	1377	1373.8	<0.01	0.02	0.05	Fresh, spicy, rum, ripe fruit, woody, citrus	W ⁸
Ethyl (E)-4-heptenoate	C	1380	1374	<0.01	<0.01	0.01	n/f	O ²²

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΧΗΜΕΙΑΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

!!!!!!!

- Να γνωρίζετε τις επιστημονικές αρχές (θεωρία και αντιδράσεις) των μεθόδων
- Εξετάζονται με την υπόλοιπη ύλη του μαθήματος στην τελική εξέταση ή σε πιθανή εξέταση που θα αφορά το εργαστήριο στο τέλος του εξαμήνου.
- Στην περίπτωση που γίνει γραπτή εξέταση εργαστηρίου, αλλά ο φοιτητής δεν παρουσιαστεί στην εξέταση (χωρίς να ενημερώσει σχετικά), αλλά δώσει μόνο την τελική εξέταση του μαθήματος, τότε θα συμψηφιστεί βαθμός μηδέν (0) για την γραπτή εξέταση του εργαστηρίου.
- **Τελικός βαθμός μαθήματος: 70%** τελική γραπτή εξέταση μαθήματος, **30%** συνολική επίδοση στο εργαστήριο (γραπτή εξέταση εργαστηρίου, προφορικά, τεστ/αναφορές, κλπ.).
 - **ΔΕΝ ΚΡΑΤΙΕΤΑΙ Ο ΒΑΘΜΟΣ ΤΗΣ ΤΕΛΙΚΗΣ ΕΞΕΤΑΣΗΣ ΤΟΥ ΜΑΘΗΜΑΤΟΣ ΑΝ Ο ΦΟΙΤΗΤΗΣ ΈΧΕΙ ΑΠΟΥΣΙΕΣ ΣΤΟ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ.**
 - **ΣΕ ΠΕΡΙΠΤΩΣΗ ΠΟΥ Ο ΦΟΙΤΗΤΗΣ ΔΩΣΕΙ ΤΟ ΜΑΘΗΜΑ ΧΩΡΙΣ ΝΑ ΕΧΕΙ ΔΩΣΕΙ ΕΞΕΤΑΣΗ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ, ΒΓΑΙΝΕΙ ΚΑΝΟΝΙΚΑ ΒΑΘΜΟΣ ΜΑΘΗΜΑΤΟΣ ΘΕΩΡΩΝΤΑΣ ΟΤΙ ΕΧΕΙ ΠΑΡΕΙ ΜΗΔΕΝ ΣΤΗΝ ΓΡΑΠΤΗ ΕΞΕΤΑΣΗ ΤΟΥ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ. ΤΟ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΔΙΝΕΤΑΙ ΜΟΝΟ ΣΤΟ ΤΕΛΟΣ ΤΟΥ ΕΞΑΜΗΝΟΥ. ΣΕ ΕΠΟΜΕΝΕΣ ΕΞΕΤΑΣΤΙΚΕΣ ΘΑ ΠΡΕΠΕΙ ΝΑ ΓΙΝΕΙ ΣΥΝΕΝΝΟΗΣΗ ΜΕ ΤΟΝ ΔΙΔΑΣΚΟΝΤΑ ΠΡΙΝ ΤΗΝ ΚΑΝΟΝΙΚΗ ΕΞΕΤΑΣΗ ΤΟΥ ΜΑΘΗΜΑΤΟΣ!!!!!!!!!!!!**

Ευχαριστώ !